

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2020.03.018

大米加工精度检测新技术的研究

高岩¹, 石翠霞¹, 张越¹, 于素平¹, 梶山刚志郎², 内田和也²

(1. 北京东孚久恒仪器技术有限公司, 北京 100037; 2. 日本佐竹株式会社, 日本 广岛 739-8602)

摘要: 大米加工精度是评价大米品质的重要指标。研究一种新的大米加工精度检测技术, 将大米样品通过伊红 Y-亚甲基蓝染色法染色后, 置于大米加工精度检测仪中进行留皮度测定, 进而判定大米的加工精度等级。通过不同实验室间的验证结果统计分析, 表明该方法重复性、再现性良好, 稳定性符合国标要求, 满足大米加工精度定量检测需求。根据实验室间验证数据计算得到重复性限 r 和再现性限 R , 并将该方法标准化, 指导实际应用。

关键词: 大米; 加工精度; 大米加工精度检测仪; 重复性; 再现性; 稳定性

中图分类号: TS210.1 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2020)03-0118-04

Research on new technology for detection of rice milling degree

GAO Yan¹, SHI Cui-xia¹, ZHANG Yue¹, YU Su-ping¹, Koshiro KAJIYAMA², Kazuya UCHIDA²

(1. Beijing Orient Food Technology and Development Center, Beijing 100037, China;

2. SATAKE Corporation, Hiroshima 739-8602, Japan)

Abstract: Rice processing precision is an important index to evaluate rice quality. In this paper, a new technology for the detection of rice processing precision was studied. The rice samples were dyed by eosin y-methylene blue method, and then placed in the rice processing accuracy tester to determine the degree of leather retention, and then determine the rice processing accuracy level. Through the statistical analysis of the validation results among different laboratories, it was showed that the method has good repeatability, reproducibility, stability in line with the requirements of national standards, and meets the needs of quantitative detection of rice processing accuracy. The repeatability limit R and reproducibility limit r were calculated according to the inter laboratory validation data, and the method was standardized to guide the practical application.

Key words: rice; milling degree; rice milling degree tester; repeatability; reproducibility; stability

大米加工精度作为 GB/T 1354《大米》^[1]标准中优质大米和米定等分级的重要指标, 与大米的加工质量、食用品质和营养价值都存在密切关系。一直以来我国加工精度检验主要通过直接比较和染色 2 种目测法进行判定, 目测法操作方便快捷, 但是其主观性强、缺乏定量标准、准确性差, 已不能满足行业对大米加工精度检测客观准确的需求。

针对以上问题, 国内外学者对大米加工精度的检测方法进行了大量的研究, 张浩等^[2-3]直接用图像处理技术分辨糠层和胚乳, 并用测量面积的方法表征糠层保留程度, 从而判断大米加工精度等级。万鹏等^[4]采用机器视觉技术采集大米籽粒图像, 结合图像处理技术对大米籽粒表面的颜色特征值进行分析提取, 进而判断大米加工精度等级。陈坤杰等^[5-6]利用近红外光谱对稻米糙出白率进行测定, 建立基于糙出白率的大米加工精度判别模型, 实现对大米加工精度等级的快速判定, 预测正确率达到 82.5%。这些研究仅可判断大米

收稿日期: 2019-12-25

基金项目: 2013 年公益性粮食行业科研专项 (201313007)

作者简介: 高岩, 1984 年出生, 男, 工程师, 研究方向为检测仪器研发设计。

加工精度等级,尚不能定量计算米粒留皮程度,且未见可推广应用的检测仪器。

本文在图像分析方法研究基础上,研发了大米加工精度检测仪,采用留皮度(米粒留皮百分比)指标,定量检测大米的加工精度,真正做到准确、客观检测。并根据仪器检测的需求,开发了染色效果稳定、颜色区分显著的伊红 Y-亚甲基蓝染色法,该染色法与传统品红石碳酸溶液染色法、苏丹 III 乙醇溶液染色法相比,皮层和胚乳分别呈现蓝绿色和紫红色 2 种不同色系,适用于仪器图像分析颜色特征。文章重点对该新技术进行应用验证研究,邀请大米主产区的 12 家粮油质量监督检测中心的专业技术人员对大米加工精度检测仪进行重复性、再现性和稳定性测试。



图 1 大米加工精度检测仪

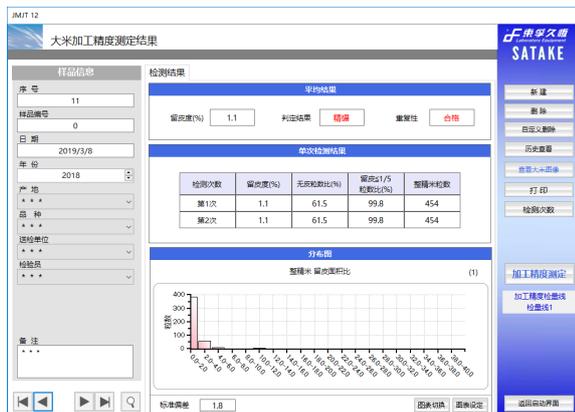


图 2 大米加工精度检测界面

1 实验材料与方法

1.1 实验材料与试剂

重复性和再现性测试大米样品 9 个、稳定性测试大米样品 1 个;

伊红 Y、亚甲基蓝(分析纯):天津光复精细化工研究所;无水乙醇(分析纯);去离子水;80%乙醇溶液。

伊红 Y-亚甲基蓝染色液:分别称取伊红 Y、亚甲基蓝各 1.0 g,分别置于 500 mL 具塞三角瓶中,然后向瓶中分别加入 500 mL 80%乙醇溶液,并在磁力搅拌器上密闭加热搅拌 30 min 至全部溶解,然后按实际用量将伊红 Y 和亚甲基蓝溶液按 1:1 比例混合,置于具塞三角瓶中密闭搅拌数分钟,充分混匀,配制成伊红 Y-亚甲基蓝染色原液,然后量取适量染色原液与 80%乙醇溶液,按 1:1 比例稀释,配制成伊红 Y-亚甲基蓝染色剂。

1.2 主要仪器与设备

JMJT 12 大米加工精度检测仪:北京东孚久恒仪器技术有限公司;分度值 0.1 g 天子天平:梅特勒-托利多仪器有限公司;90 mm 蒸发皿或培养皿。

1.3 实验方法

1.3.1 留皮度测定方法

从试样中分取约 12 g 整精米,放入 $\Phi 90$ mm 蒸发皿或培养皿内,加入适量去离子水,浸没样品 1 min,洗去糠粉,倒净清水。清洗后试样立即加入适量染色剂浸没样品,摇匀后静置 2 min,然后将染色剂倒净。染色后试样立即加入适量 80%乙醇溶液,完全淹没米粒,摇匀后静置 1 min,然后倒净液体;再用 80%乙醇溶液不间断的漂洗 3 次。漂洗后立即用滤纸吸干试样中的水分,自然晾干到表面无水渍。

将染色晾干后的大米试样,置于大米外观品质检测仪的扫描底板中,轻微晃动至米粒平摊散开而不重叠。然后进行图像采集,仪器自动分析计算,得到大米样品留皮度。

1.3.2 重复性、再现性测试

由来自国家粮食与物资储备局科学研究院、安徽省粮油产品质量监督检测站、辽宁省粮油检验监测所等全国 12 家检测单位的专业技术人员组成测试小组,分别对不同加工精度水平的 9 个样品进行染色,每个样品重复 3 次,然后分别在 12 台大米加工精度检测仪上完成留皮度测定,并取 3 次测定结果的均值进行统计分析。

1.3.3 稳定性测试

在其中 1 台大米加工精度检测仪上,对稳定性测试大米样品进行留皮度检测,每小时测定 1 次,连续测定 12 个小时。

2 实验结果及分析

2.1 重复性、再现性

按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再

现性的基本方法》^[7]对测试数据进行柯克伦检验,结果无异常值,计算结果见表 1。

根据表 1 数据计算重复性标准差 S_r 和再现性标准差 S_R , 结果见表 2 与图 3~4。

表 1 重复性与再现性结果

实验室	留皮度								
	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9
LAB1	6.7	2.6	2.0	0.9	0.3	0.3	2.9	10.4	15.3
LAB2	6.4	2.8	1.3	1.0	0.2	0.3	3.0	7.2	12.0
LAB3	4.7	2.2	1.7	0.9	0.2	0.4	3.0	9.1	15.3
LAB4	4.9	2.2	1.3	0.5	0.1	0.2	2.0	8.2	14.3
LAB5	4.5	1.6	0.9	0.5	0.1	0.3	1.6	6.1	10.7
LAB6	5.4	2.8	1.6	0.9	0.2	0.4	2.8	11.2	15.1
LAB7	5.2	2.4	1.3	0.8	0.2	0.4	2.2	9.2	14.8
LAB8	5.5	2.7	1.8	1.0	0.2	0.3	2.8	7.1	15.5
LAB9	6.4	2.7	1.8	0.9	0.2	0.5	3.2	10.2	16.0
LAB10	5.5	3.1	1.9	0.9	0.2	0.4	3.1	10.3	16.4
LAB11	5.2	2.7	1.4	0.8	0.2	0.3	2.8	8.4	16.8
LAB12	5.5	2.3	1.4	0.8	0.1	0.3	2.6	9.2	14.7
平均值 H	5.49	2.51	1.53	0.82	0.18	0.35	2.67	8.88	14.74
柯克伦检验法	0.26	0.34	0.22	0.20	0.27	0.25	0.24	0.26	0.23
$\alpha=1\%$ 临界值					0.475				
$\alpha=5\%$ 临界值					0.392				
判断结果	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 2 重复性标准差 S_r 、再现性标准差 S_R 统计表

实验室	留皮度								
	DG1	DG2	DG3	DG4	DG5	DG6	DG7	DG8	DG9
平均值 H	5.49	2.51	1.53	0.82	0.18	0.35	2.67	8.88	14.74
重复性标准差 S_r	0.33	0.32	0.19	0.14	0.06	0.06	0.25	0.42	0.74
再现性标准差 S_R	0.76	0.50	0.35	0.22	0.07	0.08	0.54	1.60	1.88

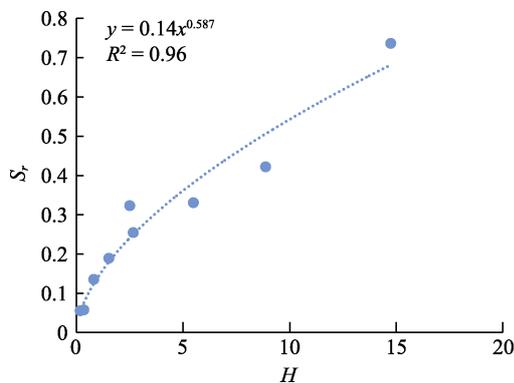


图 3 重复性限值 r

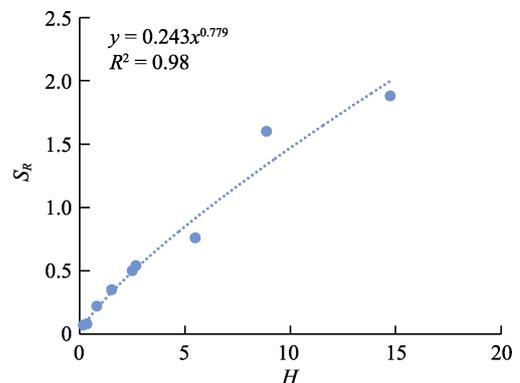


图 4 再现性限值 R

根据测定结果分析,该方法的重复性标准差 S_r 和再现性标准差 S_R 与检测样品的留皮度存在显著正相关关系,相关系数高达 0.98、0.99。依据 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度

第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》^[7]中的统计方法和标准要求,得到重复性限 $r=0.14 \times H^{0.587}$;再现性限 $R=0.243 \times H^{0.779}$,双实验重复性限和再现性限不确定度系数为 2.77。

2.2 稳定性

采用 1 台大米加工精度检测仪, 每小时测定 1 次大米样品的留皮度, 连续测定 12 个小时,

以该方法 12 个小时测定数据的标准差和极差是否超过重复性要求来考察设备稳定性。结果见表 3。

表 3 稳定性测定结果

测定次数	测定结果	平均值	标准偏差 s	变异系数/%	X^2	$X_{0.95}^2(12)$	极差
1	0.6						
2	0.5						
3	0.6						
4	0.7						
5	0.7						
6	0.6						
7	0.5	0.6	0.07	0.12	5.88	21.026 1	0.2
8	0.6						
9	0.7						
10	0.7						
11	0.7						
12	0.7						
13	0.6						
结论	稳定性符合要求						

该组数据的平均重复性限 $r \leq 0.29$, 13 次测定的重复性临界极差 $C_r R_{0.95}(13) = f(13) * 0.29 = 4.7 * 0.29 / 2.77 = 0.49 > \text{极差 } 0.2$, 重复性标准差 $\delta = 0.29 / 2.77 = 0.1$, $X^2 = (n-1)s^2 / \delta^2 = 12 * 0.07^2 / 0.1^2 = 5.88$, 根据 GB/T 4889—2008《数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验》^[8], 查附录 A 表 A.4 得到 $X_{0.95}^2(12) = 21.026 1$, 计算值 $X^2 = 5.88 < X_{0.95}^2(12)$, 说明稳定性符合要求。

3 结论

本文研究结果表明, 伊红 Y-亚甲基蓝染色方法染色效果稳定、重复性好, 且米皮和胚乳着色存在明显差异, 适用于图像分析样品。量化的留皮度指标可准确表征大米的加工精度, 满足 GB/T 1354—2018《大米》中精碾和适碾的判断要求。方法重复性、再现性良好, 重复性限和再现性限与留皮度存在显著的幂指数关系。方法稳定性良好, 符合国标要求。在此研究基础上, 开展了对 GB/T 5502—2008《粮油检验 米类加工精度检验》标准的修订工作, 增加伊红 Y-亚甲基蓝染色法和仪器检测法, GB/T 5502—2018《粮油检验 大米加工精度检验》已于 2018 年 9 月 1 日实施。

采用图像分析处理方法进行大米加工精度检测, 具有定量、准确、客观等特点, 能够完全克服不同检验人员的感官差异造成的误差, 利用此

项技术, 我单位与江苏省国家粮食局粮油质量监测所、安徽省粮油产品质量监督检测站、吉林省粮油卫生检验监测站合作, 参与 2019 年加工精度实物标准样品的研制工作, 为标样的制作过程控制和最终定制提供准确的数据支撑。该技术还可应用于大米收储、检验、加工等环节, 对大米适度加工的推广具有积极的推动作用。

参考文献:

- [1] 大米: GB/T 1354—2018 [S].
- [2] 张浩, 孟永成, 周展明, 等. 基于图像处理技术大米加工精度的检测研究[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(4): 135-137.
- [3] 张浩, 周德祥, 纪俊敏. 基于图像处理技术测定大米加工精度图像采集条件的研究[J]. 河南工业大学学报, 2003, 30(2): 63-68.
- [4] 万鹏, 谭鹤群, 杨万能, 等. 基于颜色特征和 BP 神经网络的大米加工精度判别方法研究[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(9): 103-107.
- [5] 陈坤杰, 龚红菊, 李毅念. 基于近红外光谱的大米加工精度等级快速判定[J]. 中国粮油学报, 2011, 26(3): 105-109.
- [6] CHEN K J, HUANG M. Prediction of milled rice grades using Fourier transform near-infrared spectroscopy and artificial neural networks[J]. Journal of Cereal Science, 2010, 52(2): 221-226.
- [7] 测量方法与结果的准确度 第 2 部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法: GB/T 6379.2—2004[S].
- [8] 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验: GB/T 4889—2008[S].

备注: 本文的彩色图表可从本刊官网 (<http://llyspkj.ijournal.cn/ch/index.aspx>)、中国知网、万方、维普、超星等数据库下载获取。