

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2021.05.022

高岩, 路雪蕊, 石翠霞, 等. 小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品的研制[J]. 粮油食品科技, 2021, 29(5): 166-170.

GAO Y, LU X R, SHI C X, et al. Research and preparation on the certified reference material for the determination of wheat flour quality curve - stabilization time[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2021, 29(5): 166-170.

小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用 标准样品的研制

高 岩, 路雪蕊, 石翠霞, 张 越

(北京东孚久恒仪器技术有限公司, 北京 100037)

摘 要: 根据 GB/T 15000—2008《标准样品工作导则》的要求, 建立小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品的研制方法。以不添加任何添加剂的优质小麦粉为制备原料, 通过混合机充分混合后分装。采用电子式粉质仪对样品的“稳定时间”进行均匀性、稳定性检验以及定值分析。结果表明: 该标准样品均匀性良好、在 0~10 °C 存储条件下 24 个月稳定性良好, 经行业内多家单位协作定值及统计处理, 确定了标准样品稳定时间定值结果为 10.3 min, 扩展不确定度为 0.6。研制出的小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品符合国家标准样品研制工作导则的技术要求, 可用于小麦粉稳定时间测试试验方法和电子式粉质仪的验证, 也可用于实验人员的水平考核和检测过程的质量控制。

关键词: 小麦粉; 标准样品; 均匀性; 稳定性; 定值

中图分类号: TS210.1 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2021)05-0166-05

Research and Preparation on the Certified Reference Material for the Determination of Wheat Flour Quality Curve - Stabilization Time

GAO Yan, LU Xue-ru, SHI Cui-xia, ZHANG Yue

(Beijing Dongfu Jiuhe instrument Technology Co., Ltd., Beijing 100037, China)

Abstract: According to the requirements of GB/T 15000—2008 《Directives for the work of reference materials preparation》, the method of preparing reference materials for determination of wheat flour quality curve- stability time is established. High quality wheat flour, fully mixed and packed and without any additives, is used as raw materials. The uniformity and stability test and fixed value analysis of the stability time of the samples are carried out by Farinograph. The results show that the reference materials have good uniformity and stability under the storage condition with the temperature of 0 °C to 10 °C for 24 months. A cooperative certification is conducted with 11 qualified laboratories. The certification result of the reference material is 10.3 min and the expanded uncertainty is 0.6. The reference material conform to the technical requirements of the national standard sample development guidelines and can be used for the verification of wheat flour stability time test method and Farinograph, and it also has applications in the level assessment of laboratory personnel and the quality control of the detection process.

收稿日期: 2021-06-23

基金项目: 国家粮食和物资储备局优质粮食工程项目 (170005)

Supported by: High-Quality Grain Project of National Food and Strategic Reserves Administration (No.170005)

作者简介: 高岩, 男, 1984 年出生, 工程师, 研究方向为检测仪器研发设计。E-mail: nameyan88@163.com.

Key words: wheat flour; certified reference material; homogeneity; stability; certification

粉质仪是测试小麦流变学特性的专用仪器之一,可以检测小麦粉的形成时间、稳定时间、吸水率等指标,其中稳定时间是评价小麦粉性能优劣的重要指标,在国内外广泛应用于小麦育种、收购、流通、面粉加工和食品加工等方面^[1-2]。

国际标准 ISO 5530—1:2013《小麦粉.面团的物理特性.第 1 部分:吸水量和流变学特性的测定.粉质仪法》^[3]和 GB/T 14614—2019《粮油检验 小麦粉面团流变学特性测试粉质仪法》^[4]都对粉质仪的测定方法和结果评价进行了明确的规定,但是仪器本身的精度和使用方法是否正确直接关系到试验结果的评价。目前,国内外一直是采用企业自行配制的参考样品校验仪器,样品研制的标准不统一,无法满足仪器和方法校准的需求,影响粉质仪在国内的正确合理使用。

为了改善这一行业现状,本研究团队根据 GB/T 15000—2008《标准样品工作导则》的要求,建立小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品的研制方法。研制此标准样品,以满足行业需求。

1 材料与方 法

1.1 实验材料

优质小麦粉:北京益海嘉里(北京)粮油食品工业有限公司。

1.2 仪器和设备

JFZD 型电子式粉质仪(300 g 揉面钵):北京东孚久恒仪器技术有限公司;Farinograph-E 或 Farinograph-AT 型电子式粉质仪(300 g 揉面钵):德国布拉本德公司;JFZD-300 型电子式粉质仪(300 g 揉面钵):中储粮成都储藏研究院有限公司;DZ-430 型立式真空包装机:北京鼎盛利达包装机械有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 样品制备

为了保证样品的均匀性和稳定性,选择不添加任何添加剂的优质小麦粉,加工精度及各项指标符合粮食行业标准 LS/T 3201—1993《面包用小麦粉》^[5]中普通级的要求,完成后熟,烘焙性能

稳定。

小麦粉通过 200 L 的混合机进行多次交叉混合,每次混合 30 min。采用 0.08 mm 厚的塑料薄膜,以每袋 1.25 kg 真空塑封包装,并在 0~10 °C 冷藏环境中储存。

1.3.2 均匀性检验

按照 GB/T 15000.3—2008 第七章均匀性研究的要求,当样品数量少于 1 000 时,抽取 15~20 个样品进行均匀性检验^[6]。基于此原则,通过随机数表抽取包装后的样品 15 包,依据 GB/T 14614—2019 规定的方法,使用 JFZD 型电子式粉质仪(300 g 揉面钵),由一名操作熟练的实验员在同一实验室对抽取的每个样品分别测试 3 次,按照三种程序(第一次:1-3-5-7-9-11-13-15-2-4-6-8-10-12-14;第二次:15-14-13-12-11-10-9-8-7-6-5-4-3-2-1;第三次:2-4-6-8-10-12-14-1-3-5-7-9-11-13-15)测试样品,取得样品粉质曲线稳定时间的平均值,用统计学 F 检验方法对样品的均匀性进行检验。

1.3.3 稳定性检验

在包装后的样品中随机抽取 6 袋样品放置于 25~28 °C 室温中储存,分别于 0、1、3、7、11、14 天时各抽取一个样品进行短期稳定性检验,每个样品分别测试 3 次,取平均值作为检测结果;将 0~10 °C 冷藏环境中储存的样品,分别于 0、3、6、9、12、15、17、19、21、22、23、24 月时各抽取一个样品进行长期稳定性检验,每个样品分别测试 2 次,取平均值作为检测结果;采用 T 检验法对样品进行稳定性检验。

1.3.4 定值分析

本标准样品按照 GB/T 15000.3—2008 标准要求,选择 11 个实验室进行协作试验定值,测试实验室的仪器状态良好、每年都进行检定。定值样品从均匀性检验合格的样品中随机抽取 22 包,每个测试实验室发放 2 包,依据 GB/T 14614—2019 测试方法的要求进行测试,为保证定值结果具有良好的稳定性和应用价值,仪器均为电子型粉质仪(300 g 揉面钵)。

对 11 个实验室提供的数据进行格拉布斯检验,以确定每个实验室的试验结果是否存在异常

值;用科克伦检验以确定 11 个实验室中是否存在随机误差较大的实验室;用狄克逊检验各实验室数据的平均值是否存在显著性差异,然后再进行正态分布检验。全部检验合格后,选择测定值的总平均值作为标准值。

以实验室联合定值引入的不确定度、均匀性不确定度、长期稳定性标准不确定度、短期稳定性标准不确定度的合成不确定度作为标准样品的不确定度,按照包含因子 $k=2$,即合成不确定度的 2 倍作为该标准样品的扩展不确定度。

1.4 数据处理

采用 SPSS16.0 软件进行数据统计分析。

2 结果与分析

2.1 均匀性检验

对混合包装后的样品经初步测验,样品稳定时间在 10 min 左右,粉质曲线图形较为适合于标准样品的制作,能够明显区分仪器检测稳定时间的变化,有利于对粉质仪操作方法等异常的判

定,对此粉进行均匀性检验,判定均匀性是否符合要求。

均匀性检验的测定数据及检验结果见表 1、表 2。

表 1 均匀性检验结果

序号	测定值 1	测定值 2	测定值 3	平均值
1	10.9	10.7	10.7	10.8
2	10.9	10.7	10.4	10.7
3	11.3	10.7	10.4	10.8
4	10.5	10.5	11.1	10.7
5	10.3	10.5	10.3	10.4
6	10.4	10.7	10.6	10.6
7	10.5	10.4	10.7	10.5
8	10.1	10.2	10.5	10.3
9	10.1	10.3	10.6	10.3
10	10.6	10.3	10.5	10.5
11	10.6	10.4	10.4	10.5
12	10.2	10.8	10.4	10.5
13	10.7	10.6	10.8	10.7
14	10.1	10.3	10.6	10.3
15	10.6	10.7	10.5	

表 2 方差分析结果

Table 2 Results of ANOVA

方差来源	差方和	自由度	统计量	临界值	判断
组间	$S_A = 1.19$	$F_A = 15 - 1 = 14$	$F = \frac{S_A / F_A}{S_E / F_E} = 1.62$	当 $\alpha=0.05$ 查表得: $F_{30}^{14} = 2.04$	$F < F_{30}^{14}$ 均匀性良好
组内	$S_E = 1.57$	$F_E = (3-1) \times 15 = 30$			

由表 2 可知,统计量 $F < F_{0.05(14,30)}$,说明在 95% 的置信区间内,标准样品包内与包之间的组分是一个总体,无明显差异,说明本批样品均匀性良好,满足标准样品均匀性要求。

根据 GB/T 15000.3—2008 中 7.8 的规定均匀性不确定度的计算采用单因素方差分析法,其计算公式如下:

$$u_{bb} = s_{bb} = \sqrt{\frac{MS_{among} - MS_{within}}{n_0}} = \sqrt{\frac{0.085 - 0.0524}{3}} = 0.1$$

2.2 稳定性检验

样品的稳定性是反映样品按照规定条件储存下,标准样品的稳定时间随时间变化的状态。为考察标准样品的稳定性,对均匀性符合要求的样品进行定期测定。

通过对《小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品》多次复制过程中的稳定性考核,在 2 年

有效期内是足够稳定的,通过同一类标准物质的推断,新研制的标准样品的有效期也可达 2 年。长期稳定性和短期稳定性数据可引用第一次标准样品研制过程中的数据。

2.2.1 短期稳定性检验

短期稳定性的监测数据及检验结果见表 3。

表 3 短期稳定性检验结果

Table 3 Short-term stability test results

温度/°C	时间/d	测定值 1/min	测定值 2/min	测定值 3/min	平均值 /min
26	0	11.2	11.4	11.3	11.3
27	1	13.1	11.5	12.4	12.3
26	3	12.2	12.5	13.3	12.7
28	7	12.5	12.4	11.1	12.0
26	11	12.2	13.2	12.5	12.6
25	14	12.5	13.4	12.2	12.7

通过表 3 中数据,计算 $b_1 = 0.06$, $t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1) = 0.09$, $|b_1| < t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1)$,所以短

期稳定性检验合格,说明本批样品短期稳定性良好。其中短期稳定性标准不确定度 $u_{lts} = t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1) = 0.09$ 。

2.2.2 长期稳定性检验

长期稳定性的监测数据及检验结果见表 4。

由表 4 计算,可得 $b_1 = 0.02$, $t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1) = 0.03$, $|b_1| < t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1)$,所以长期稳定性检验合格,说明本批样品长期稳定性良好。其中长期稳定性标准不确定度 $u_{lts} = t_{0.95,n-2} \cdot s(b_1) = 0.03$ 。根据该类标准样品研制的稳定性数据及使用经验,因此确定该标准样品的保存期在规定的包装及储存环境中为 2 年。

2.3 标准样品定值及其不确定度评定

根据各个协作实验室的反馈数据结果进行格拉布斯检验、科克伦检验、狄克逊检验、正态分

布检验均无异常值,全部合格,并最终确定标准样品的标准值和不确定度,统计结果见表 5。

表 4 长期稳定性检验结果

时间/月	测定值 1	测定值 2	平均值
0	12.5	13.4	13.0
3	13.6	13.3	13.5
6	13.5	13.0	13.3
9	12.9	13.7	13.3
12	13.1	13.1	13.1
15	13.0	13.2	13.1
17	13.2	13.2	13.2
19	13.8	14.1	14.0
21	13.4	13.5	13.5
22	13.3	12.8	13.1
23	13.5	13.6	13.6
24	13.6	14.4	14.0

表 5 11 家实验室定值结果

Table 5 Certification results from the 11 laboratories

实验室	测定值 1/min	测定值 2/min	测定值 3/min	测定值 4/min	平均值/min	标准偏差	方差
1	11.8	11.4	11.5	11.4	11.5	0.19	0.04
2	12.1	11.8	11.7	12.0	11.9	0.18	0.03
3	10.2	10.3	9.9	10.4	10.2	0.20	0.04
4	10.5	10.8	10.8	11.5	10.9	0.46	0.21
5	9.5	10.4	9.3	9.2	9.6	0.55	0.30
6	9.3	9.1	8.9	8.8	9.0	0.22	0.05
7	10.1	10.4	9.8	9.9	10.1	0.26	0.07
8	8.9	9.7	9.4	9.5	9.4	0.34	0.12
9	10.9	10.7	10.9	10.7	10.8	0.12	0.01
10	9.8	10.2	10.2	10.0	10.1	0.19	0.04
11	10.9	9.9	10.2	10.3	10.3	0.42	0.18

以 11 家单位测定值的总平均值作为推荐的

标准值,标准值 = $\bar{x} = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p x_{ij} / np = 10.3$ (min),

标准样品联合定值实验引入的不确定度 $u_{char} = s / \sqrt{p} = 0.27$ 。

小麦粉标准样品特性标准值的总不确定度 u_{CRM} 分别由联合定值实验引入的标准不确定度 u_{char} 、均匀性引入的不确定度 u_{bb} 、长期稳定性引入的不确定度 u_{lts} 和短期稳定性引入的不确定度 u_{sts} 构成。根据 GB/T 15000.3—2008 中 10.7.1 关于标准样品标准值的测量不确定度的计算公式

如下:

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{lts}^2 + u_{sts}^2} = \sqrt{0.27^2 + 0.1^2 + 0.03^2 + 0.09^2} = 0.30$$

扩展不确定 $u = k \times u_{CRM}$, 其中包含因子 $k=2$, 所以扩展不确定度为 0.60。

综上所述小麦粉标准样品定值结果: 稳定时间为 10.3 min, 扩展不确定度为 0.6。

3 结论

按照标准样品工作导则的要求,研制的《小麦粉粉质曲线-稳定时间检测用标准样品》经均匀

性检验和稳定性检验，均符合要求。通过统计学数据处理，标准样品的定值结果为 10.3 min，扩展不确定为 0.6。

该标准样品的研制成功，填补了国内的技术空白，本批标准样品已被国家标准化管理委员会批准发布为国家级标准物质，国家标准样品编号：GSB 02—284—2020，有效期 2 年。该标准样品已在行业内应用多年，并得到了用户的肯定，将在产品质量控制、仪器校准、测试方法的评价等方面发挥积极作用。

参考文献：

[1] 郝伟, 于素平. 电子式粉质仪在小麦品质控制方面的应用[J]. 粮食与食品工业, 2003, 3: 52-54.
HAO W, YU S P. Application of electronic farinograph on the control of wheat quality[J]. Cereal and Food Industry, 2003, 3: 52-54.

[2] 郝伟, 于素平. JFZD 电子式粉质仪研究与检测精度分析[J]. 中国粮油学报, 2005, 20(4): 17-20.
HAO W, YU S P. Research of JFZD E-farinograph and measurement deviation analyses[J]. Journal of the Chinese cereals and oils association, 2005, 20(4): 17-20.

[3] ISO 5z530-1:2013 Wheat flour-physical characteristics of doughs-part 1: Determination of water absorption and rheological properties using a farinograph[S].

[4] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 粮油检验小麦粉面团流变学特性测试粉质仪法: GB/T 14614—2019 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
State Administration of quality supervision and inspection, China National Standardization Administration. Inspection of grain and oils-doughs rheological properties determination of wheat flour-farinograph test: GB/T 14614—2019[S]. Beijing: China Standard Press, 2019.

[5] 中华人民共和国商业部. 面包用小麦粉: LS/T 3201—1993[S]. Ministry of Commerce of the people's Republic of China. Wheat

flour for bread: LS/T 3201—1993[S].

[6] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 标准样品工作导则(3)标准样品定值的一般原则和统计方法: GB/T 15000.3—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
State Administration of quality supervision and inspection, China National Standardization Administration. Directives for the work of reference materials(3) reference materials-general and statistical principles for certification: GB/T 15000.3—2008[S]. Beijing: China Standard Press, 2008. 完

· 公益宣传 ·

中文核心期刊
《食品科技》 杂志社

- ◇《中国知网》全文收录
- ◇《中国学术期刊(光盘版)》全文收录
- ◇美国化学文摘(CA)收录期刊
- ◇美国食品科学技术文摘(FSTA)收录期刊
- ◇法国科技新闻处(ITPO)特约供稿
- ◇荣获中国北方优秀期刊奖
- ◇荣获第二届北方优秀期刊奖
- ◇荣获2008年度北京市新闻出版(版权)创意成果奖
- ◇荣获首届《CAJ-CD规范》执行优秀期刊奖

进一步拓宽办刊思路, 着力展示食品领域的技术创新、管理创新和产品创新活动, 做好创新主体之间的交流与沟通, 促进科技成果转化和服务平台。拓展服务方式, 与广大读者者形成更广泛的互动, 恭请关心《食品科技》的业界同仁一如既往的支持。

1975年创刊
邮发代号: 2-681
ISSN 1005-9989
CN 11-3511/TS

全年12期 25元/期
邮发代号: 2-681

欢迎订阅 发布广告

联系电话:
67913893
83557685

Http://www.e-foodtech.cn
E-mail: shipinkj@vip.163.com
blog.sina.com.cn/shipinkj
邮编: 100053 微信号: shipinkj
地址: 北京市西城区广安门内大街316号京粮古船大厦

请关注

