



中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2797—2015

肉中脂肪无损检测方法 近红外法

Non-destructive determination of fat in meat by
near infrared spectroscopy method

2015-05-21 发布

2015-08-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部农产品加工局提出。

本标准由农业部农产品加工标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：中国农业科学院农产品加工研究所、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、内蒙古蒙都羊业食品有限公司。

本标准起草人：张德权、陈丽、张春晖、王振宇、高远、柳艳霞、汤晓艳、许录、李欣、丁楷、李猛。

肉中脂肪无损检测方法 近红外法

1 范围

本标准规定了肉中脂肪近红外无损检测方法的术语和定义、原理、仪器设备、试样制备、分析步骤、准确性和精密度、测试报告。

本标准适用于畜禽肉中脂肪含量的无损检测,不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 9695.7 肉与肉制品 总脂肪含量测定

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

样品集 sample set

具有代表性的、基本覆盖脂肪含量最小至最大范围、满足相关过程对样品量基本需求的不同的肉样集合。

3.2

残差 residual

样品近红外光谱法测定值与标准理化分析方法测定值的差值。

3.3

偏差 bias

残差的平均值。

3.4

定标模型 calibration model

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应化学标准值之间关系的数学模型。

3.5

定标模型验证 calibration model validation

使用验证样品集验证定标模型准确性和重复性的过程。

3.6

定标标准差 standard error of calibration(SEC)

表示定标样品集样品近红外光谱法测定值与标准理化分析方法测定值间残差的标准差,按式(1)计算。

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_c} (y_i - \hat{y}_i)^2}{n_c - k - 1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- y_i —— 样品 i 的标准理化分析方法测定值；
 $\hat{y}_i$ —— 样品 i 的近红外光谱法测定值；
 n_c —— 定标集样品数；
 k —— 回归因子数目。

3.7

校准标准差 standard error of prediction corrected for bias(SEP)

验证样品成分的近红外测定值扣除系统偏差后与其标准值之间的标准差,表示定标模型调整后的准确度。校准标准差按式(2)计算。

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i - Bias)^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\hat{y}_i$ —— 验证样品 i 的近红外光谱法测定值；
 y_i —— 验证样品 i 的标准理化分析方法测定值；
 n —— 样品数；

$Bias$ —— 系统偏差,即偏差之和除以样品数, $Bias = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i$, 其中 d_i 为验证样品 i 的近红外测定值与标准值的差,即 $d_i = \hat{y}_i - y_i$ 。

3.8

标准方法 standard method

测定样品组分含量标准值时所采用的国家、行业或国际标准测试方法。

3.9

决定系数 correlation coefficient square(R^2 或 r^2)

近红外测定值与标准理化分析方法测定值之间相关系数的平方,定标集以 R^2 表示;验证集用 r^2 表示。决定系数计算方法按式(3)进行计算。

$$R^2 (r^2) = \left[1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \right] \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- y_i —— 样品 i 的标准理化分析方法测定值；
 $\hat{y}_i$ —— 样品 i 的近红外光谱法测定值；
 $\bar{y}$ —— 标准参考值的平均值；
 n —— 样品数,定标样品集为 n_c ,验证样品集为 n_p 。

3.10

马氏距离 mahalanobis distance

表示数据的协方差距离、计算两个未知样本集的相似度的方法,通常用字母 H 表示。

$$H_i = \sqrt{(t_i - \bar{T}) \times M^{-1} \times (t_i - \bar{T})'} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- H_i —— 定标集样品 i 的马氏距离；
 t_i —— 定标集样品 i 的光谱得分；

$\bar{T}$ ——定标集 n_c 个样品光谱的平均得分矩阵, $\bar{T} = \frac{\sum_{i=1}^{n_c} t_i}{n_c}$;

M ——定标集样品的马氏矩阵(Mahalanobis 矩阵), $M = \frac{(T - \bar{T})'(T - \bar{T})}{n_c - 1}$;

T ——定标集样品光谱得分矩阵。

3.11

马氏距离阈值 mahalanobis distance limitation value(H_L)

$$H_L = \bar{H} + 3 \times SD_{MD} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\bar{H}$ ——定标集样品马氏距离的平均值;

SD_{MD} ——定标集样品马氏距离的标准差。

3.12

异常样品 abnormal samples

试样的马氏距离(H)大于马氏距离阈值(H_L),已超出了该定标模型的分析能力的样品。

4 原理

近红外光谱分析技术是利用含氢基团 $XH(X=C, N, O)$ 等化学键在 780 nm~2 526 nm 波长下的振动或转动所产生的特征谱图,用化学计量学方法建立肉中近红外光谱与脂肪含量之间的相关关系,建立肉中脂肪定量分析预测模型,可以快速、无损测定肉中的脂肪含量。

5 仪器设备

5.1 功能要求

5.1.1 随机软件具有近红外光谱数据的收集、存储分析和计算等功能,能够建立可靠的定标模型。

5.1.2 能报警异常样品。

5.2 性能基本要求

近红外分析仪的测试结果必须符合第 8 章的规定。

6 试样制备

按照 GB/T 9695.19 规定的方法进行取样,去除样品表面的可见脂肪和筋膜等。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

测定前,按照近红外分析仪说明书的要求进行仪器预热和自检测试。如果测试结果不能满足 8.2 的要求,应停止使用,并通报仪器供应商予以调整或者维修。

7.2 定标模型的建立

7.2.1 样品集的选择

参与定标的肉样应具有代表性,同一品种的样品应包含不同性别、不同月龄、不同部位,即脂肪含量范围要涵盖未来要分析的样品特性,创建一个新的模型,至少需要收集 100 个以上的样品。

7.2.2 光谱数据采集

光谱数据采集过程中,每个样品取 3 点,每点扫描 3 次,定标时取 3 点扫描的光谱平均值。

7.2.3 预测值的标准理化分析方法

光谱采集后,按照 GB/T 9695.19 规定的方法在每个样品的不同位置上取样,按照 GB/T 9695.7 规定的方法测定每个样品的脂肪含量。

7.2.4 定标模型建立

采用建模软件,优化参数,进行光谱预处理。同时,使用改进的偏最小二乘法(modified partial least square,简称 MPLS)或马氏距离判别法,利用化学计量学原理建立定标模型。定标模型的决定系数、定标标准差参见附录 A。

7.2.5 定标模型验证

使用定标样品集之外的样品验证定标模型的准确性和重复性,选择定标集样品数量的 $1/5 \sim 1/4$ (20 份~30 份肉样),应用 7.2.4 建立的模型进行检测,采用 7.2.3 方法测定其化学值,比较无损检测与标准理化分析方法测定值之间的偏差和校准标准偏差(SEP)等参数,脂肪含量的 $SEP \leq 1.0$ 。

7.3 试样的测定

测试样品的温度应控制在定标模型规定的测试温度范围内。测定结果应在近红外分析仪使用的定标模型所覆盖的成分含量范围内。按照近红外分析仪说明书的要求,取适量的样品用近红外分析仪进行测定,记录测定数据。根据试样近红外光谱,将其在各波长点处的吸光度值带入相应的定标模型,即可得到相应的检测结果。每个样品各取 2 点,每点附近扫描 2 次,2 次测定结果的绝对差应符合 8.2 的要求,取 2 次分析结果的平均值,测定结果保留小数点后一位。对于仪器报警的异常测定结果,所得数据不应作为有效测定数据。异常样品的确认和处理按 7.4 的要求执行。

7.4 异常样品的确认和处理

7.4.1 异常样品的确认

形成异常测定结果的原因,可能包括样品脂肪含量超过了该仪器定标模型的范围、定标模型错误、光谱扫描过程中样品发生了位移、样品温度超出定标模型规定的温度范围。应对造成测定结果异常的原因进行分析和排除,再进行第二次近红外测定予以确认。如仍出现报警,则确认为异常样品。

7.4.2 异常样品的处理

发现异常样品后,应按 GB/T 9695.7 规定的方法对该样品的脂肪含量进行测定,并封存样品。应将异常样品的情况进行汇总统计,以利于定标模型的升级。

8 准确性和精密度

8.1 准确性

验证样品集脂肪含量扣除系统偏差后的测定值与其标准值之间的校准标准差(SEP)应不大于 1.0。

8.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,通过重新分样和重新装样,对同一被测样品相互独立进行测试,获得的两次脂肪含量测定结果的绝对差应不大于 0.5%。

8.3 再现性

在不同实验室,由不同操作人员使用同一型号不同设备,按相同的测试方法,对相同的样品,获得的脂肪含量两个独立测定结果之间的绝对差应不大于 1.0%。

9 测试报告

测试报告应包括试样的名称及编号、试样制备方法、试样测试温度、测定结果、仪器型号、定标模型相关信息(名称、适用浓度范围、允许温度范围)、验证相关信息(样品集浓度范围、测试温度范围、验证单位及验证时间)、测试单位、测试人及测试时间等信息。出现异常样品时,应提供异常样品类型及处理的有关信息。测试报告还应包括本标准未规定的或认为是非强制性的,以及可能影响测定结果的全部细节。

附 录 A
(资料性附录)
定标模型的决定系数和定标标准差

定标模型的决定系数和定标标准差见表 A. 1。

表 A. 1 定标模型的决定系数和定标标准差

参数指标	含量范围, %	决定系数 R^2	定标标准差 SEC
脂肪含量	0.018~24.55	≥ 0.90	≤ 1.0