

畜禽肉中脂肪、水分含量测定
低场核磁法

Simultaneous Detection of Fat and Moisture Content in Livestock and Poultry Meat:
the Low-field NMR Method

(征求意见稿)

20XX - - 发布

20XX - - 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的相关规定起草。

本标准由中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所提出。

本标准由中国畜产品加工研究会归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、苏州纽迈分析仪器股份有限公司、苏州泰纽测试服务有限公司、苏州职业大学。

本标准起草人：

畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁法

1 范围

本文件规定了基于低场核磁共振技术的畜禽肉中水分、脂肪含量测定方法。
本文件适用于畜禽肉中水分和脂肪含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

3.1 顺磁性 paramagnetism

材料对磁场相应很弱的磁性。

3.2 横向弛豫时间 transverse relaxation time, (T_2)

横向磁化矢量由最大值衰减到37%或横向磁化矢量的实值损失63%时所需的时间。表征横向磁化矢量恢复到平衡状态快慢的特征量。

3.3 脂肪峰面积 peak area of fat

样品经 CPMG 序列采样后得到的横向弛豫谱图，横向弛豫时间在 30–900 ms 范围内的弛豫峰，其峰面积为脂肪峰面积。

3.4 水分峰面积 peak area of water

水分定量标准样品经 CPMG 序列采样后得到的横向弛豫谱图，横向弛豫时间在 0.01–10 ms 范围内的弛豫峰，其峰面积为水分峰面积。

3.5 自由感应衰减序列 free induction decay (FID) sequence

受激发的原子核对磁共振仪的射频线圈造成感应电流而产生信号，并且因发生弛豫而使信号强度逐渐衰减至零，这种逐渐衰减的信号即称为“自由感应衰减”，引起这种“自由感应衰减”的核磁脉冲序

列称为自由感应衰减序列，其序列脉冲图见附录 A。

3.6 多重自旋回波脉冲序列 Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG) sequence

由一个 90° 激发脉冲和多个 180° 聚相脉冲组成的核磁共振脉冲序列，可用于测试物质横向弛豫时间 (T_2)，其序列脉冲图见附录 A。

3.7 扫描宽度 sweep width (SW)

核磁扫描时接收机采集核磁信号的频率，即每隔 $1/SW$ 时间采集一个核磁信号数据点。

3.8 回波时间 time of echo (TE)

CPMG 脉冲序列第一个 90° 脉冲和 180° 脉冲之间的间隔时间。

3.9 回波个数 number of echoes (NECH)

CPMG 脉冲序列中 180° 脉冲个数。

3.10 接收增益 receiver gain (RG)

接收信号放大倍数。

3.11 扫描等待时间 waiting time (TW)

两次连续脉冲的间隔时间。

3.12 扫描累加次数 number of scanning (NS)

进行重复脉冲序列扫描的次数。

3.13 信噪比 signal-noise ratio (SNR)

电子设备或者电子系统中信号与噪声的比值。

4 原理

畜禽肉样体系中具有固定磁距的原子核 (^1H 质子) 在恒定磁场条件下受到特定频率的射频脉冲激发会吸收射频能量，使畜禽肉中有机物中的氢产生核磁共振信号。强顺磁性离子 Mn^{2+} 可以在不影响油脂信号的前提下，改变水及其他小分子有机物的核磁信号，从而分离畜禽肉中水分、脂肪信号，以此测定畜禽肉中水分、脂肪含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 四水合氯化锰 (CAS号: 13446-34-9)：分析纯。

5.2 氯化锰溶液 (0.85%)：称取 0.4286 g $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于 50 g 水中，混匀。

5.3 氯化锰溶液 (20%)：称取 12.50 g $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于 50 g 水中，混匀。

6 仪器设备

- 6.1 低场核磁共振分析仪：磁场强度 0.5 ± 0.05 T；检测探头线圈内径25–40 mm；磁体温度 32.00 ± 0.02 ℃；具备自动测试装置，当样品管插入仪器检测探头线圈时可自动测试。
- 6.2 干式恒温器。
- 6.3 涡旋混匀器。
- 6.4 绞肉机或组织粉碎机。
- 6.5 天平：感量为0.001 g。
- 6.6 样品瓶：由不含氢原子的非导磁材料制作（如玻璃或聚四氟乙烯）。

7 样品

7.1 脂肪标准样品的制备

取与待测肉样同一物种的动物脂肪组织，按照GB 5009.6 规定方法进行索氏提取，获得除去结缔组织的纯动物油脂， -20 ℃储存备用。

7.2 肉样制备

取代表性肌肉样品，剔除肉样中可见筋膜，用绞肉机或组织粉碎机绞碎成肉糜，装入清洁密闭容器内，待下步提取使用或密封并标明标记， -20 ℃贮存备用。

8 试验步骤

8.1 装样

称取2.0 g肉糜（精确到0.01 g）装入样品瓶底部，装样高度不应超过仪器厂家规定的检测样品高度要求，肉样不应呈团状，与瓶底间应留有一定空隙。

8.2 鲜肉样品前处理

装样后样品直接放置于干式恒温器中恒温至 50 ℃。

8.3 氯化锰溶液样品前处理

加入1.5 mL氯化锰溶液（见5.3）涡旋混匀5 min后，放置于干式恒温器中恒温至 50 ℃。

8.4 测定

8.4.1 仪器校准

根据仪器说明书及厂商推荐的间隔时间使用仪器自带校准样品进行仪器校准。

8.4.2 测试参数

使用 CPMG 脉冲序列进行样品测试。CPMG脉冲序列参数设置要求为：扫描等待时间 ≥ 5 倍的样品横向弛豫时间，采样信号衰减完全，采样信噪比 ≥ 20 db。

宜设置最佳 CPMG 脉冲序列测试参数为：扫描带宽200 kHz；扫描等待时间2000 ms；增益大于60 db，；重复扫描次数32；回波时间0.3 ms；回波个数1000–9000。

8.4.3 空白基底测定

样品瓶（见6.6）放入仪器测定探头中，按照8.4.2的测试参数检测，得到空白基底低场核磁信号。

8.4.4 标准曲线

脂肪定量标准曲线：称取梯度质量（0.01、0.02、0.04、0.08、0.16、0.32、0.64 g）的脂肪标准样品（见7.1），精确到0.001g。按照8.3和8.4.2的步骤进行前处理和样品测试，扣减8.4.3中空白基底信号后得到标准样品系列峰面积，以脂肪标准样品质量为横坐标，脂肪峰面积为纵坐标，建立回归方程E1。

水分定量标准曲线：称取梯度质量（0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 g）氯化锰溶液（0.85%）（见5.2）即为水分定量标准样品，精确到0.001 g，恒温至50℃。按照8.4.2的测试参数检测，扣减8.4.3中空白基底信号后得到标准样品系列峰面积，以溶液中水分质量为横坐标，水分峰面积为纵坐标，建立回归方程E2。

8.4.5 肉样测定

处理后的肉样（见8.2、8.3）放置于仪器测定探头中，按照8.4.2的测试参数采集低场核磁信号，同个样品不能连续多次扫描，每采集一次信号后取出放置于50℃恒温，待样品槽温度保持在 $50\pm 1^{\circ}\text{C}$ 再次扫描下一个样品。

将采集得到的低场核磁信号扣减8.4.3中空白基底信号后得到样品信号。利用联合迭代反演算法对样品信号进行处理，获得峰面积值。

9 试验数据处理

9.1 脂肪含量计算

肉样脂肪含量 F 按式（1）计算：

$$F = \frac{m}{M} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

F ——肉样中脂肪的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m ——肉样中脂肪的质量，单位为克（g）；

M ——肉样的质量，单位为克（g）。

9.2 水分含量计算

经氯化锰溶液前处理后样品中水分峰面积（ A_W ）按式（2）计算。

$$A_W = A \frac{M_f}{M} - A_f \quad (2)$$

式中：

A ——鲜肉总峰面积；

M_f ——氯化锰溶液处理样品质量，单位为克（g）；

M ——鲜肉样品质量，单位为克（g）；

A_f ——氯化锰溶液处理样品脂肪峰面积。

肉样中水分含量（ W ）按公式（3）计算。

$$W = \frac{m}{M_f} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

m — 肉样中水分质量，单位为克（g）。

9.3 数据修约

计算结果用平行测定的算术平均值表示，按GB/T8170 规定修约至小数点后两位。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 A
(资料性附录)
FID 序列和 CPMG 序列的脉冲图

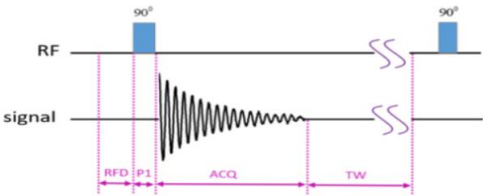


图 1 FID 序列脉冲图

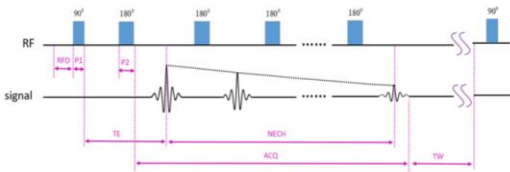


图 2 CPMG 序列脉冲图