
中华人民共和国畜产品加工研究会团体
标准

《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低
场核磁法》
编制说明

中国农业科学院农业质量与标准检测技术研究所

2022 年 11 月

《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁法》编制说明

一、任务来源

本标准的制定任务来源于畜产品加工研究会《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场 核磁法》团体标准的立项通知，任务名称：制定《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁法》标准，完成单位为中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所。

二、制定标准的背景和意义

（1）畜禽肉中、水分脂肪含量是评价肉品质的重要指标，传统测定方法操作繁琐、耗时，使用有机试剂。

畜禽肉是我国的主要肉类来源之一。其中水分含量、脂肪含量及持水力、质构等品质是肉品质量优劣的重要评价指标。畜禽肉中脂肪含量的多少不仅会影响肉的营养品质，同样对食用品质影响甚大，肌内脂肪的多少直接影响肉的多汁性和嫩度。目前肉品脂肪含量测定的国家标准使用繁琐的传统方法—索氏抽提法，一方面需要消耗大量的乙醚、石油醚等有机试剂，这些试剂对人体有一定的毒性且存在安全事故隐患，另一方面该方法操作过程复杂，测定效率低下。水分对肉品品质也具有重要影响。在肉制品加工原料的控制、肉品质量安全检测等方面具有广泛的应用，但是现阶段的水分测定方法普遍耗时较长，无法实现现场快速检测。传统肉中水分含量的检测方法有直接干燥法（GB5009.3—2016《食品安全国家标准食品中水分的测定》）、近红外光谱法、蒸馏法、微波炉烘干法、冷冻干燥法等，但这些方法都存在一定缺陷，如干燥法耗时长、能耗高；近红外光谱法检测准确性不高等缺点，使得其运用存在一定局限。

低场核磁共振技术是一种基于分子动力学信号的检测技术，其主要原理是利用原子核的自旋运动。本项目中所使用的仪器信号主要来源于氢，信号的强度与氢质子的含量有关，因此样品中的氢质子越多，所产生的信号越强。同时低场核磁测定成本低、速度快，不需使用有机试剂，检测只需要几分钟，并且检测精度高，如脂肪含量测定的准确度可达到 99.9%左右。

（2）利用低场核磁测定畜禽肉中脂肪、水分含量的方法已有相关研究报道，但尚未制定能够同时准确测定畜禽肉中脂肪、水分含量的检测方法标准。

低场核磁共振技术作为一种快速无损的检测技术，目前正在肉类等农产品

脂肪含量（含油率）、水分含量、持水力、质构等品质指标检测以及注水、注胶肉等掺假鉴别方面有了大量的应用研究。同样，低场核磁共振作为一种技术手段用来检测种子含油含水率以及固体脂肪含量的国家标准已经颁布并实施。

目前已报道文献中的相关研究，如马爱萍等人利用索氏抽提法，低场核磁和近红外三种方法测定大豆种子中脂肪的含量，结果表明核磁法与索氏抽提的结果差异不显著，其相差百分点均小于 0.95。Soland 等人利用低场核磁共振技术对牛肉样品的总脂肪进行了研究测定。结果发现，新鲜牛肉样品或是干燥后牛肉样品都可以精确测得脂肪含量，并且与传统测脂肪的方法相比，两者相关系数可以达到 0.975 以上。同样有大量研究应用这一技术对食品中的水分含量检测进行研究，尽管在检测不同样品时使用的标准样品不尽相同，但都得到了较好的检测结果。陈琳莉等人以不同浓度的 CuSO_4 溶液模拟畜禽肉中水分的不同状态，不仅可以对总水分含量进行测定，同时还可以分别测定三种不同状态水分的含量。崔智勇等人利用低场核磁共振测定猪背最长肌中的水分，分别使用最小二乘法，偏最小二乘法和主成分回归法建立水分预测模型，决定系数均大于 0.9。其中偏最小二乘法预测值与实际值之间的决定系数最高，为 0.969，预测均方根偏差为 0.048。由此说明该技术在测定水分含量的应用是十分可靠的。

因此本课题组将该技术用于测定畜禽肉中的脂肪、水分含量，以期望通过本项目的实施，将革新传统肉品品质测定方法，改变传统肉品品质测定样品损耗大、时间长等问题，提高肉品质量监管经济效益和社会效益。

三、主要工作过程

1. 成立标准工作组

2022 年 3 月，标准承担单位中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所成立标准工作组，负责标准文献调研、试验研究和标准起草等工作。

2. 标准资料收集

2022 年 3 月至 4 月，标准起草组广泛收集国际标准化组织（ISO）、食品法典委员会(CAC) 等国内外脂肪、水分测定、低场核磁共振技术的有关标准，检索了关于脂肪、水分含量测定、低场核磁共振技术的相关专利、分析方法论文等国内外资料文献，掌握了当前的分析技术现状，制定了标准检测方法试验草案，拟订工作计划和工作进度。

3. 实验室内方法验证

2022 年 5 月至 8 月期间，标准起草组按照拟定的试验草案进行畜禽肉中脂肪、水分含量测定的低场核磁共振法检测的前处理方法和仪器条件的验证研究，确定了最终的前处理方法和仪器条件，进行了线性、准确度、精密度等实验室内相关验证试验，以确定方法是否具有可操作性和科学性。

4. 典型畜禽肉方法验证

2022 年 9 月，为了确保标准的广泛适用性，标准工作组分别采集 6 种典型畜禽肉：猪肉、牛肉、羊肉、鸡肉、鸭肉、鹅肉样品，基于已建立的方法基础，开展了不同基质样品准确度验证。

5. 标准草案编制

2022 年 10 月，标准工作组在前期方法学研究和实验室内方法验证基础上，根据 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4 -2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》，编写了《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁法》标准草案。

6. 实验室间比对验证及标准相关文件和征求意见稿完成

2022 年 11 月，标准工作组对《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁法》标准草案，开展多家实验室间比对验证。标准起草组在实验室间比对验证基础上进一步修改完善标准草案，编制标准编制说明，形成了《畜禽肉中脂肪、水分含量测定 低场核磁共振法》标准征求意见稿及其编制说明。

四、主要内容的确定依据

目前已有基于低场核磁共振技术检测植物油料含油量和固态脂肪含量的相关标准，分别为 GB/T 15690-2008《植物油料 含油量测定 连续波低分辨率核磁共振测定法（快速法）》、GB/T 31743-2015《动植物油脂 脉冲核磁共振法测定固体脂肪含量 直接法》，并且 ISO 10565-2000 规定了测定种子含油含水率的脉冲核磁法，因此说明低场核磁共振技术用于检测样品中的水分、脂肪含量是十分可行的。Soland 等人利用低场核磁共振技术对牛肉样品的总脂肪进行了研究测定，结果发现，低场核磁法与传统测脂肪的方法相比，两者相关系数可以达到 0.975 以上。Leffler 等人选用 20 种样品利用低场核磁对脂肪含量进行测定，其中有 16 种样品均方根误差可达到 2.0 以下。也有大量应用这一技术对食品中的水分含量

检测进行的研究，尽管在检测不同样品时使用的标准样品不尽相同，但都得到了较好的检测结果。陈琳莉等人以不同浓度的 CuSO_4 溶液模拟畜禽肉中水分的不同状态，不仅可以对总水分含量进行测定，同时还可以分别测定三种不同状态水分的含量。崔智勇等人利用低场核磁共振测定猪背最长肌中的水分，分别使用最小二乘法，偏最小二乘法和主成分回归法建立水分预测模型，决定系数均大于 0.9。其中偏最小二乘法预测值与实际值之间的决定系数最高，为 0.969，预测均方根偏差为 0.048。

本标准参考 Silva 等人在石油领域对水油信号分离的方式，向畜禽肉中加入锰离子，预期能够改变肉中水分弛豫特性，进而分离水分、脂肪信号。后续对锰离子添加条件进行考察及仪器检测参数进行考察，包括氯化锰溶液质量浓度，加入体积，样品温度，回波时间、等待时间、重复扫描次数等。王志永等人也对生鲜肉的低场核磁共振检测参数进行研究，最终获得了能够稳定测定生鲜肉弛豫信号的检测条件。

五、标准的结构

本标准的编写制定过程中以提高测试方法的检测效率、精密度、准确度为总原则，反映科学技术的先进成果和先进经验。

在标准的制定过程中严格遵循国家有关方针、政策、法规和规章，标准的编写规则及表述按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 5009.1-2003《食品卫生检验方法 理化部分 总则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

为确保农业行业标准制定过程中能严格符合以上编制原则，起草工作组成员先后查询、收集整理了国内外有关畜产品中脂肪、水分含量测定相关技术、方法和标准。目前报道的畜禽肉中脂肪含量的测定方法主要有索氏抽提法、近红外光谱法、氯仿-甲醇法和低场核磁共振法等，畜禽肉在水分含量的测定方法主要有直接干燥法、蒸馏法、近红外法、低场核磁共振法等。

根据 GB/T 5009.1-2003《食品卫生检验方法 理化部份 总则》、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》和 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》规定开展方法学研究，并由 3 家相关资质实验室对方法技术参数进行了比对试验验证和评价。

六、主要技术内容的说明

1. 样品制备

取代表性畜禽肉，切碎后剔除筋膜，用绞肉机将肉样绞碎成肉糜装于密闭容器中，-20℃贮存备用。

2. 前处理条件优化

本标准首先对于锰离子的水分、脂肪分离效果进行了验证。在后续前处理条件优化中，本标准研究过程中考察了氯化锰溶液的质量浓度，加入体积，样品混匀时间，静置时间及样品温度等条件的优化结果，并给出优化的前处理条件。

(1) 锰离子对不同样品 T_2 弛豫的影响

本研究首先利用低场核磁共振仪，对氯化锰溶液可能产生的影响进行了分析。 T_2 谱图从左至右出现的峰弛豫时间分别表示为 T_{21} 、 T_{22} 、 T_{23} ，对应的峰面积表示为 A_{21} ， A_{22} ， A_{23} 。

图 1 为加入 1ml 质量浓度为 40%的氯化锰溶液前后，猪油 T_2 谱图的变化。从图中我们可以观察到两个完全分离的弛豫峰，其中 T_{22} 峰代表脂肪。明显发现不同质量的猪油中加入氯化锰溶液前后，其分布曲线几乎完全一致，且脂肪峰面积（ A_{22} ）没有显著差异，说明氯化锰溶液并不会影响猪油的弛豫特性。

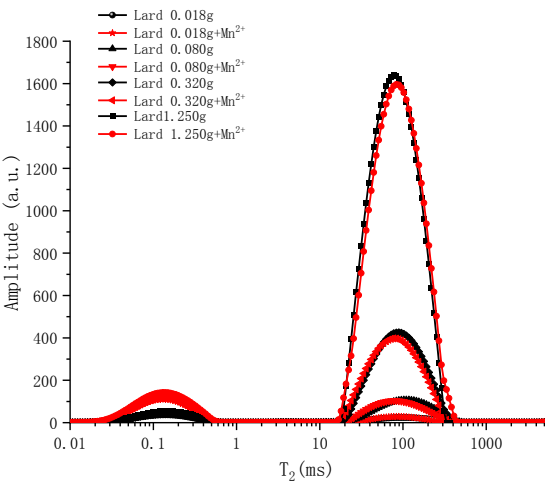


图 1 氯化锰溶液对猪油多组分弛豫谱图的影响

图 2 为猪肉样品加氯化锰溶液前后的 T_2 谱图，观察 T_{22} 峰，鲜肉样品中该峰是由不易流动水和脂肪共同构成的。向猪肉样品中加入锰离子后，通过离子运移作用使其渗透到样品的水中，明显观察到， T_{23} 峰消失， T_{22} 峰大幅减小， T_{21} 峰变大。此时样品的 T_{22} 峰与猪油 T_{22} 峰并没有显著性差异，认为 T_{22} 峰仅由脂肪中氢质子产生，许多研究也表明脂质的弛豫峰顶点时间一般分布在 100~200ms，这是因为脂质中的氢比自由水中的氢具有更复杂的结构，因此流动性受到限制。

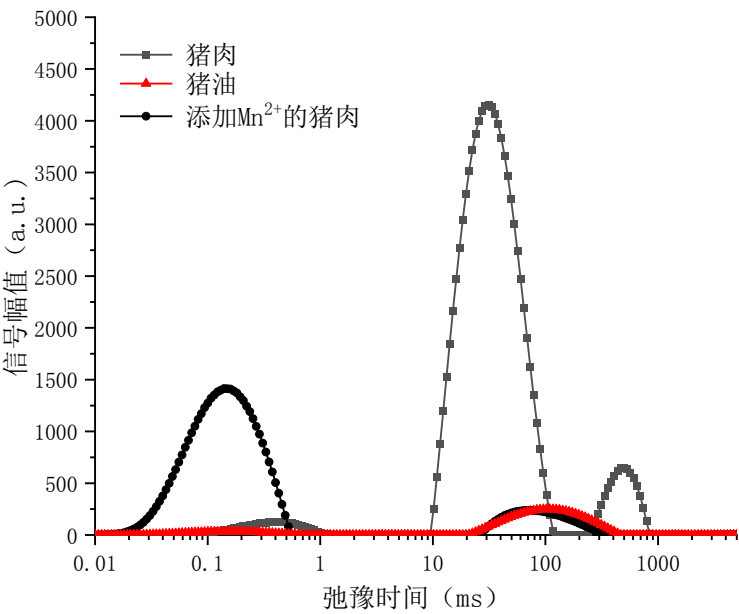


图 2 氯化锰溶液对猪肉多组分弛豫谱图的影响

(2) 氯化锰溶液质量浓度

在样品前处理过程中，为了考察不同质量浓度的氯化锰溶液对样品水分、脂肪弛豫峰的分离效果及方法结果的影响。分别选择了 1%，5%，10%，20%，30%，40%，50%的质量浓度。表 1 为不同氯化锰溶液质量浓度对脂肪峰面积的影响，当质量浓度达到 20%时，脂肪峰面积不再发生显著性变化，溶液的质量浓度越高，脂肪峰面积的稳定性越差，其 RSD 从 2.38%升至了 14.52%。同时 20%浓度的处理组弛豫峰分布与猪油基本一致。因此，选择氯化锰溶液的质量浓度为 20%。

表 1 氯化锰溶液质量浓度对脂肪峰面积的影响

质量浓度	A_{22}	RSD
1%	$292.84^c \pm 78.52$	26.81%

5%	437.03 ^b ± 11.32	2.59%
10%	433.51 ^b ± 3.83	0.88%
20%	472.38 ^a ± 11.24	2.38%
30%	488.24 ^a ± 14.67	3.01%
40%	480.95 ^a ± 30.67	6.38%
50%	465.41 ^{ab} ± 67.59	14.52%

注：表中相同字母表示无显著性差异（ $p>0.05$ ），不同字母表示有显著性差异（ $p<0.05$ ）

（3）氯化锰溶液加入体积

分别比较加入溶液体积为 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0ml 时脂肪峰面积的弛豫特性。发现当加入体积为 1.5-3.0ml 时脂肪峰面积显著高于加入 0.5-1.0ml 的处理组，并且随着溶液体积的增大，样品的相对标准偏差逐渐减小，加入 0.5ml 时样品稳定性最差，RSD 为 5.05%（表 2）。而加入体积大于 1.5ml 后弛豫峰的分布基本保持稳定，因此选择加入体积为 1.5ml。

表 2 氯化锰溶液体积对脂肪峰面积的影响

溶液体积	A ₂₂	RSD
0.5ml	404.3 ^a ± 20.41	5.05%
1.0ml	413.15 ^a ± 14.68	3.55%
1.5ml	442.93 ^b ± 13.27	3.00%
2.0ml	439.93 ^b ± 10.09	2.29%
3.0ml	440.26 ^b ± 9.58	2.18%

注：表中相同字母表示无显著性差异（ $p>0.05$ ），不同字母表示有显著性差异（ $p<0.05$ ）

（4）混匀时间

对比不同涡旋混匀时间，分别为 3、5、10、15、20min。结果如表 3 所示，混匀 3min 的样品 A₂₂ 显著低于其他混匀时间，当混匀时间高于 5min 后则不再发生显著变化，同时观察 T₂ 谱图（图 3）也可以发现不同混匀时间的脂肪峰弛豫分布无明显差异，且 T₂₂ 峰面积 RSD 均小于 5%，因此认为最佳混匀时间为 5min。

表 3 混匀时间对脂肪峰面积的影响

混匀时间	A ₂₂	RSD
3min	415.77 ^a ± 10.54	2.54%

5min	425.83 ^b ± 12.83	3.01%
10min	427.78 ^b ± 12.13	2.84%
15min	432.08 ^b ± 15.56	3.60%
20min	435.97 ^b ± 8.40	1.93%

注：表中相同字母表示无显著性差异（ $p>0.05$ ），不同字母表示有显著性差异（ $p<0.05$ ）

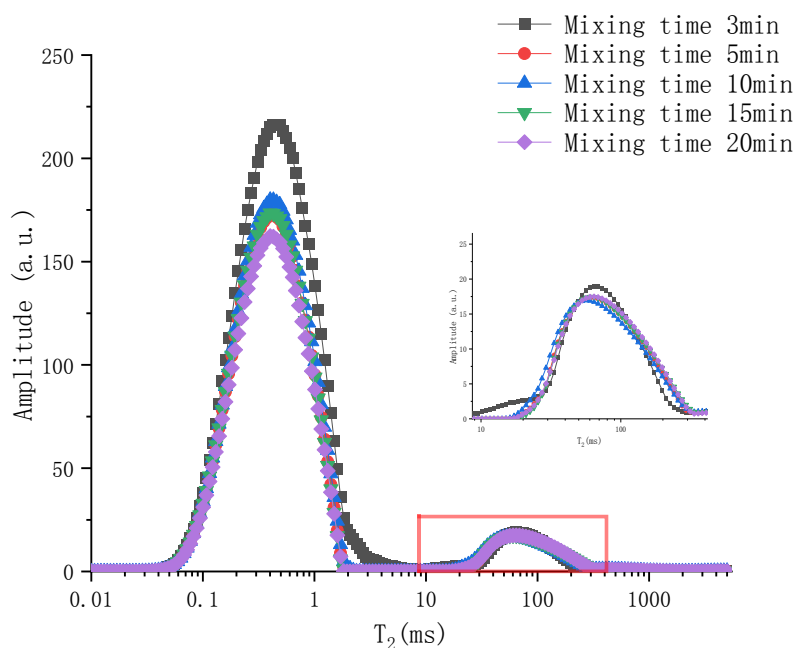


图 3 混匀时间对 T_2 谱图影响

（5）静置时间

样品需有一段静置时间一方面是保证锰离子的完全渗透，另一方面是使样品达到恒温，观察不同静置时间下的 T_2 谱图（图 4），对比不同静置时间发现几乎不会对 T_{22} 峰形及弛豫时间产生影响，脂肪峰面积也不会随静置时间的变化发生显著变化（表 4），且不同的时间下 RSD 均小于 5%，因此为保证样品恒温且温度一致，建议至少保证静置时间 30min 使样品达到恒温。

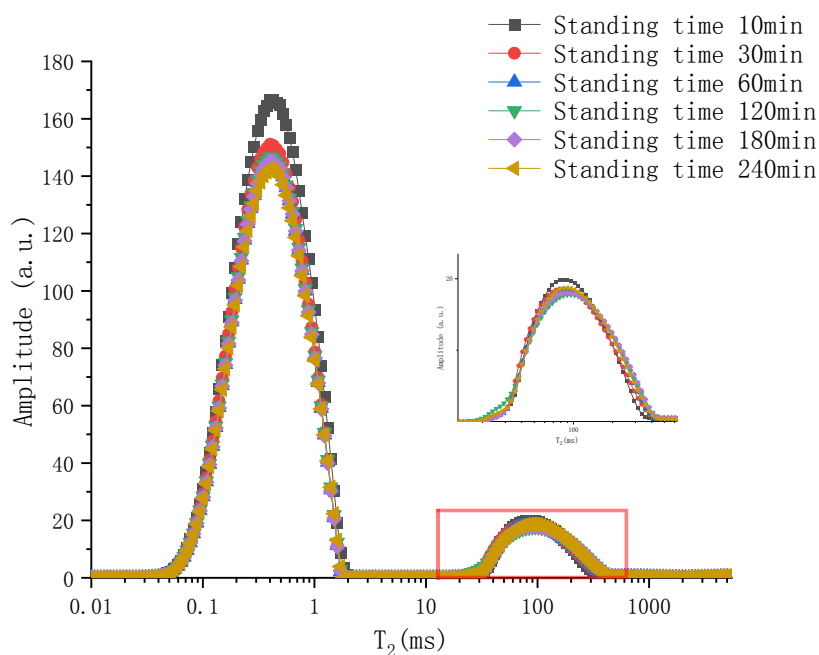


图 4 静置时间对 T_2 谱图影响

表 4 静置时间对脂肪峰面积的影响

静置时间	A_{22}	RSD
10min	$462.29^a \pm 14.89$	3.22%
30min	$468.51^a \pm 10.51$	2.24%
60min	$469.47^a \pm 7.5$	1.60%
120min	$473.24^a \pm 18.06$	3.82%
180min	$474.72^a \pm 14.62$	3.08%
240min	$473.98^a \pm 6.98$	1.47%

注：表中相同字母表示无显著性差异 ($p>0.05$)，不同字母表示有显著性差异 ($p<0.05$)

(6) 样品温度

分析不同温度条件下 (32、40、50、60、70℃) 弛豫时间和峰面积的差异性。从表 5 中可以发现，弛豫时间 (T_{22}) 随着温度的升高而升高，这是因为氢质子受到的束缚力减弱，使油脂分子的流动性增加。峰面积 (A_{22}) 在温度为 40℃ 时达到峰值，随后峰面积降低。由于猪脂肪熔点为 27.5~48.4℃，为保证样品中全部为液态脂肪，确定样品温度为 50℃，此时样品脂肪峰面积的相对标准偏差为 3.52%，说明该条件下样品的稳定性较好。

表 5 样品温度对弛豫特性的影响			
样品温度	T ₂₂	A ₂₂	RSD
32℃	69.13±12.1	474.46 ^a ±18.16	3.83%
40℃	88.49±13.39	534.33 ^b ±31.73	5.94%
50℃	106.12±14.58	483.39 ^a ±17.03	3.52%
60℃	137.45±12.49	485.23 ^a ±25.83	5.32%
70℃	142.33±40.64	489.72 ^a ±37.09	7.57%

注：表中相同字母表示无显著性差异（p>0.05），不同字母表示有显著性差异（p<0.05）

（7） 样品质量

分别准确称取猪肉糜 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0 g，按照上述优化好的条件进行处理和分析。结果如表 6 所示，脂肪峰面积随样品质量的增加呈线性增大，且脂肪峰面积的稳定性 RSD 逐渐减小，当样品质量为 2.0g 以上脂肪峰面积的相对标准偏差均在 5%以内，因此测定脂肪含量时选择样品质量为 2.0g。

表 6 样品质量对脂肪峰面积的影响		
样品质量	A ₂₂	RSD
0.5012	163.9±16.83	10.27%
1.0230	356.32±27.11	7.61%
1.5033	511.76±26.92	5.26%
2.0087	771.09±27.13	3.52%
3.0012	1125.23±34.21	3.04%
4.0103	1468.35±49.16	3.35%

3. 仪器检测参数优化

本部分选用 CPMG 序列进行信号采集，并对获得的衰减曲线，T₂ 弛豫谱图数据进行分析。

仪器检测的参数主要由两部分组成，即系统参数和采样参数。其中系统参数是由仪器特性、环境以及相应脉冲顺序所决定的，在硬脉冲 FID（Free induction decay）序列下仪器会自动对参数进行调整。包括中心频率，90°脉冲和 180°脉冲。而采样参数是由仪器特性和研究目的所决定的，主要包括：重复扫描次数（NS），扫描等待时间（TW），回波时间（TE）及回波个数（NECH）。其中 NECH 需保

证使样品信号量完全衰减即可。因此在对仪器检测参数优化过程中，主要对扫描等待时间，重复扫描次数及回波时间进行考察。

(1) 扫描等待时间 (TW)

扫描等待时间为前一次采样结束到后一次采样开始的时间。如果 TW 设置过短，则下一次采样时信号幅值会减小，一般情况下，将 TW 设置为大于 5 倍的 T_1 ，保证样品的信号至少恢复 98%以上。因此将等待时间设置为 1000ms, 1500ms, 2000ms, 2500ms, 3000ms, 3500ms, 4000ms，比较信号模最大值并使其相对稳定为最佳条件。

在图 5 中，各等待时间下样品的模最大值保持稳定，且前后两次模最大值的变化范围均小于 1%，说明在所选取的等待时间内，样品均能够恢复至平衡状态，但不同样品所需的等待时间是不同的，这与他们释放能量的速度有关，不同样品脂肪含量不同，其 T_2 也各不相同（见表 7），因此为满足高脂肪含量样品对等待时间的需求，将扫描等待时间设置为 2000ms。

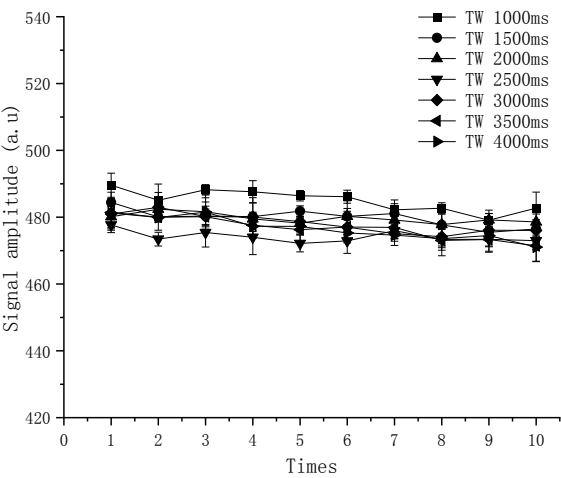


图 5 扫描等待时间对信号稳定性的影响

表 7 脂肪含量对弛豫时间的影响

脂肪含量 (%)	弛豫时间 T2
0.818 ± 0.007	7.42 ± 2.22
1.365 ± 0.066	46.36 ± 8.9
3.428 ± 0.1102	94.17 ± 0.96
5.936 ± 0.245	128.33 ± 1.9

 6.450 ± 0.121 126.25 ± 2.93 23.052 ± 0.334 171.3 ± 3.33

(2) 回波时间 (TE)

经射频脉冲作用后,从横向磁化强度最初产生到接收信号间的时间间隔被称为回波时间,半回波时间一般要求大于 6 倍 90°脉冲宽度设定值。本文将回波时间分别设置为 0.1, 0.15, 0.2, 0.25, 0.3, 0.35ms, 比较曲线的衰减程度及弛豫信息。最终衰减信号幅度为末尾十个信号幅值的平均值。

图 6 展示的是不同回波时间下的 T_2 谱图,回波时间增大导致 T_{21} 峰向右移动,并且峰面积显著降低。但在 0.35ms 内,回波时间的变化并不会对脂肪峰面积和弛豫时间产生显著性影响。从图 7 可以观察到,回波时间对 CPMG 曲线的衰减程度和弛豫时间的分布区间产生影响。当回波时间为 0.1ms 时,样品的信号幅值衰减至 257.42,随回波时间增大至 0.30ms, T_2 弛豫区间逐渐增大,同时衰减曲线的最终信号幅值也逐渐减小至 57.31,此时峰面积的稳定性良好, RSD 为 3.06%, 因此选择回波时间为 0.30ms。

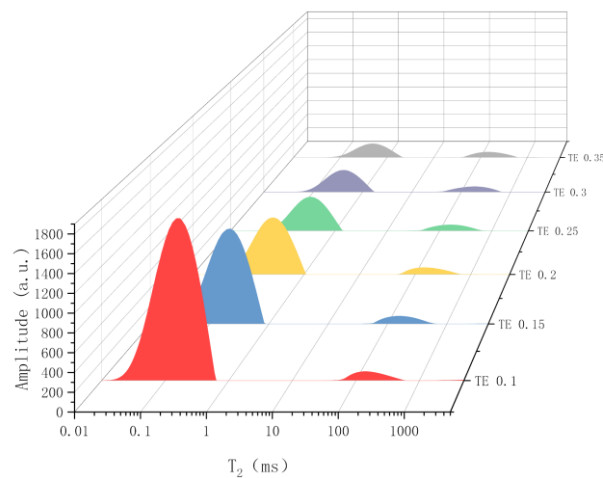


图 6 回波时间对弛豫谱图的影响

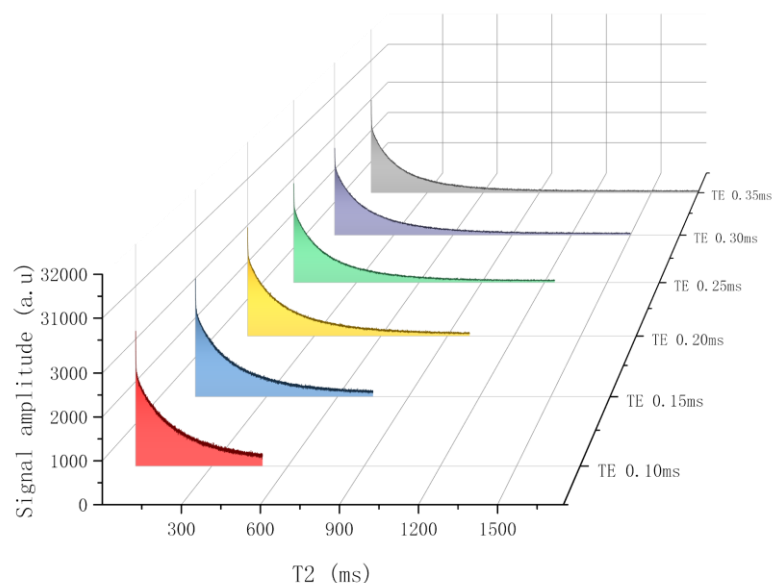


图 7 回波时间对信号衰减程度的影响

(3) 重复扫描次数 (NS)

重复扫描次数是仪器进行重复采样的次数,其设定会影响样品的信号强度和采样时间,因此要根据样品的实际信号强弱进行设置,本试验中分别设置为 16, 32, 64, 128 次,采样后比较分析 T_2 谱图的弛豫特性及信噪比。信噪比为首点信号/尾点 10 个信号平均值。

图 8 为不同扫描次数检测得到的 T_2 谱图,均展示出了两个峰,且重复扫描次数与脂肪峰面积存在良好的线性关系 ($Y=64.41x-5.0905$), R^2 达到 0.9999。重复扫描次数对样品的信噪比有直接的影响,信噪比越高则需要的重复扫描次数越多。在图 9 中,当重复扫描次数增加,信噪比由最初的 184.82 增加至 290.44,采集信号所花费的时间也成倍增长。扫描 32 次和 64 次时信噪比没有显著差异,虽然扫描 128 次又明显提升了信噪比,但可能会导致磁体发热,从而影响样品弛豫特性。因此选择重复扫描次数为 32 次,此时样品的弛豫特性均展现出了良好的稳定性 (RSD 小于 5%)。

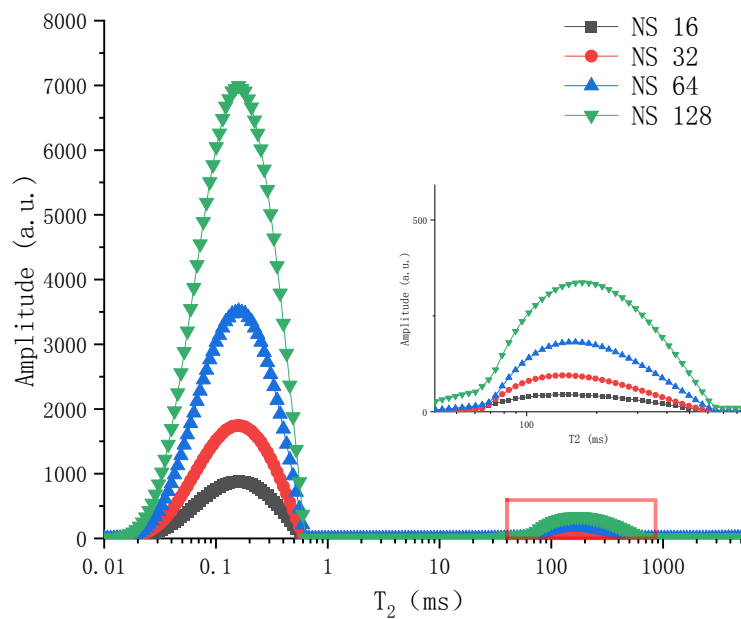


图 8 重复扫描次数对弛豫谱图的影响

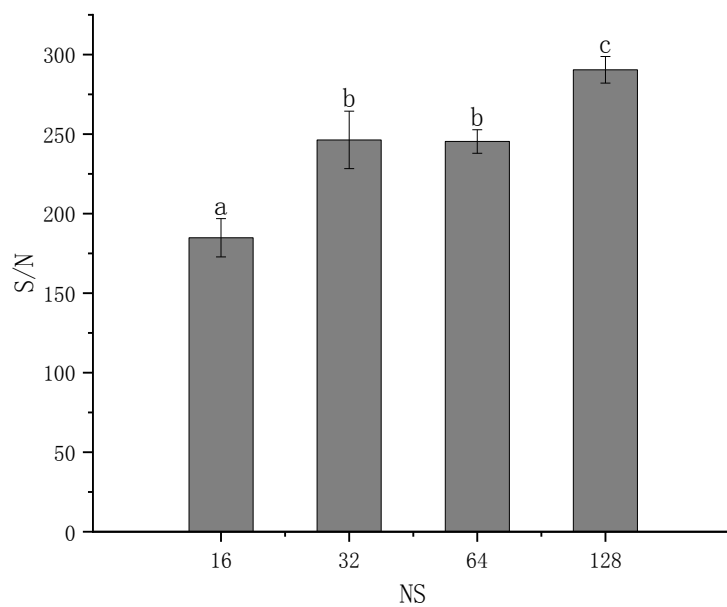


图 9 重复扫描次数对信噪比的影响

注：图中相同字母表示无显著性差异 ($p>0.05$)，不同字母表示有显著性差异 ($p<0.05$)

4. 脂肪定量标准样品的选择

本部分对脂肪定量的所需标准样品进行选择。以索氏抽提后得到的不同畜禽

肉纯脂肪作为标准样品，对比分析不同物种（包括猪，牛，羊，鸡，鸭，鹅）之间纯脂肪的氢质子密度以及标准样品的稳定性。

（1）不同物种脂肪氢质子密度比较

为了比较不同物种纯脂肪之间氢质子密度的差异，分别对猪油，牛油，羊油，鸡油，鸭油，鹅油六种动物油脂进行比较。结果如图 10 所示，不同动物油脂之间氢质子密度存在显著性差异，其中鸡油氢质子密度显著低于其他油脂，而畜肉油脂间无显著差异，禽肉中鸭油和鹅油无显著差异。因此，对畜禽肉定量时要选择相应纯油脂作为标准样品进行定量。

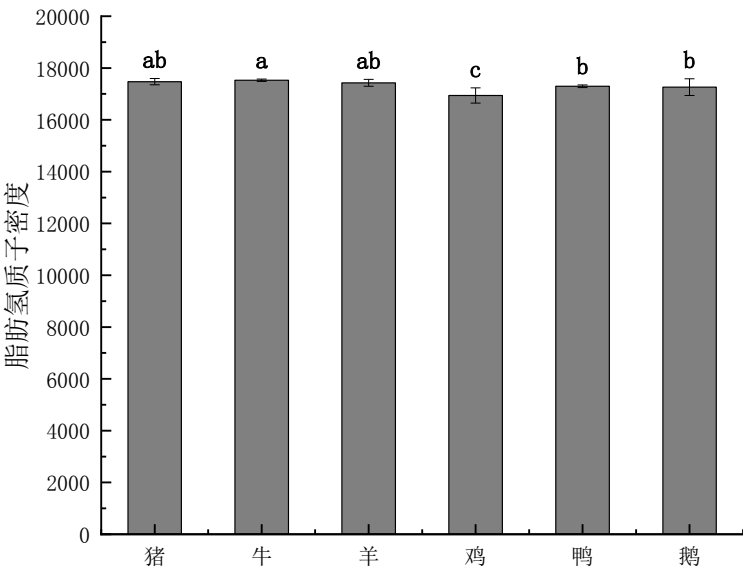


图 10 不同动物油脂氢质子密度

注：图中相同字母表示无显著性差异（ $p>0.05$ ），不同字母表示有显著性差异（ $p<0.05$ ）

（2）标准样品的稳定性

为分析猪油标准样品的稳定性，将提取的纯猪油分装放置于-20℃储存，分别在第 1，3，5，7 天采集核磁信号。比较发现纯猪油在放置 3-7 天内的峰面积无显著变化，稳定性仍然保持良好，RSD 范围在 1.23%~1.58% 。

表 8 猪油峰面积的稳定性

放置天数	脂肪峰面积	RSD
1	35771.51 ^a ±511.41	1.43%

3	35543.93 ^{ab} ± 562.75	1.58%
5	35125.82 ^b ± 432.77	1.23%
7	35118.68 ^b ± 492.12	1.40%

注：表中相同字母表示无显著性差异（ $p>0.05$ ），不同字母表示有显著性差异（ $p<0.05$ ）

5. 水分定量标准样品的选择

为确定标准样品溶液使用浓度，建立水分峰面积与不同溶液质量浓度的回归曲线（图 11），明显发现，随质量浓度的升高，峰面积呈幂指数的下降。表 9 为不同畜禽肉中水分的氢质子密度，并根据公式 $y = 43.496x^{-0.82}$ 计算得到相应的氯化锰溶液浓度。综合不同畜禽肉得出质量浓度为 0.85% 时，溶液中氢质子密度与样品基本一致。因此选用质量浓度为 0.85% 的氯化锰溶液作为水分定量的标准样品。

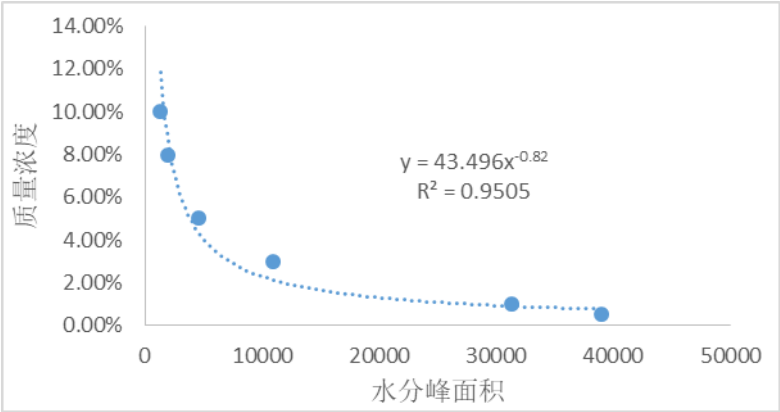


图 11 不同浓度氯化锰溶液与水分峰面积间的关系

表 9 不同畜禽肉中水分的氢质子密度及对应氯化锰溶液浓度

样品	氢质子密度	氯化锰溶液浓度
猪	34011.01	0.84%
	32779.14	0.86%
	33714.08	0.84%
牛	32874.65	0.86%
	33013.81	0.86%
	34498.68	0.83%
羊	33708.23	0.84%
	33204.51	0.85%
	33834.71	0.84%

鸡	33468.41	0.85%
	34621.23	0.82%
	33349.41	0.85%
鸭	31828.16	0.88%
	32002.76	0.88%
	31599.67	0.89%
鹅	33677.43	0.84%
	33343.02	0.85%
	33586.28	0.85%
平均值	33284.18	0.85%

注：氢质子密度表示单位质量水分的弛豫峰面积

6. 方法学考察

(1) 方法线性范围

以猪油作为标准样品制作标准曲线，准确称取猪油质量分别为 0.0111g, 0.0257g, 0.0443g, 0.0810g, 0.1629g, 0.3283g, 0.6505g, 0.9772g, 用优化后的前处理条件及检测参数进行 LF-NMR 信号采集，以猪油质量为横坐标，脂肪峰面积 (A_{22}) 为纵坐标绘制标准曲线。可获得猪油标准曲线如图 11，方程为 $y=32676x-4.2914$ ， $R^2=0.9999$ ，结果表明，猪油在 0.0111-0.9772g 的范围内有良好的线性关系。

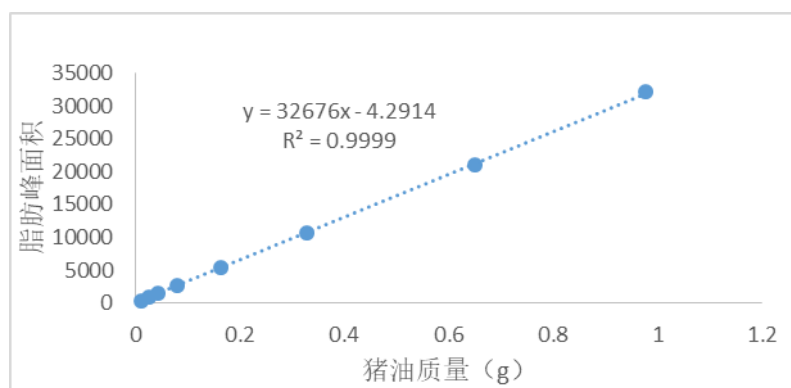


图 11 不同质量猪油的标准曲线

对水分定量的标准样品为质量浓度为 0.85%的氯化锰溶液。分别称取不同质量 (0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 g) 的溶液，同样使用优化后的检测条件对低场核磁信号进行采集，以溶液中水分质量为横坐标，水分峰面积为纵坐标建立标

准曲线。可获得氯化锰溶液标准曲线如图 12，方程为 $y=34468x+98.647$ ， $R^2=1$ ，结果表明，氯化锰溶液质量在 0.4958~2.9867 g 的范围内有良好的线性关系。

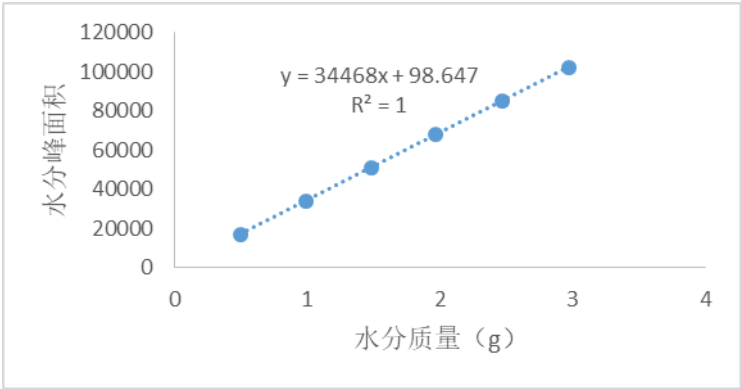


图 12 不同质量氯化锰溶液（质量浓度为 0.85%）的标准曲线

(3) 准确性

本标准选择了不同畜禽肉各三个样品，应用上述方法对脂肪、水分含量进行测定，结果见表 10。

表 10 不同畜禽肉中脂肪、水分含量准确性测定

畜禽种类	国标法 脂肪含量 (%)	LF-NMR 法 脂肪含量 (%)	国标法 水分含量 (%)	LF-NMR 法 水分含量 (%)
猪	2.60	2.69	71.44	70.14
	8.45	8.66	67.06	65.26
	17.22	17.24	60.24	61.05
牛	4.36	4.44	72.14	68.95
	8.42	8.15	63.85	61.96
	13.26	13.17	70.18	69.66
羊	1.77	1.87	75.70	74.82
	10.45	10.15	68.52	67.43
	13.50	12.79	66.84	65.16
鸡	0.60	0.54	75.43	73.15
	8.06	8.21	69.57	65.73
	12.46	12.24	65.91	63.78
鸭	1.15	1.13	76.19	74.21

	9.47	9.14	68.84	65.32
	13.56	13.53	65.83	61.63
	1.72	1.46	77.42	73.68
鹅	4.81	4.88	73.51	69.87
	7.81	7.68	70.97	67.15

(4) 结果计算

以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，其中对脂肪含量低于 3.5% 的样品宜使用质量范围在 0.01-0.08g 的标准样品建立方程，脂肪含量高于 3.5% 的样品宜使用质量范围在 0.01-0.64 g 标准样品建立标准曲线。：

标准样品的线性回归方程为：

$$A_{\text{标}} = K \times M_{\text{标}} + B \tag{1}$$

式中：

$M_{\text{标}}$ ——标准样品的质量（g）；

$A_{\text{标}}$ ——反演谱中的脂肪峰面积。

待测样品脂肪含量 F 按式（2）计算：

$$F = \frac{m}{M} \times 100\% \tag{2}$$

式中：

m ——待测肉样的脂肪质量（g）；

M ——待测肉样的质量（g）。

根据公式（2）计算经氯化锰溶液前处理后样品中水分峰面积（ A_W ）。

$$A_W = A \frac{M_f}{M} - A_f \tag{2}$$

式中：

A — 鲜肉总峰面积；

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；

M_f — 氯化锰溶液处理样品质量，单位为克（g）。

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）。

七、与国内现行法规、标准的关系

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。

标准起草工作组

2022 年 11 月