

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4628—2025

乳成分红外分析仪标准物质  
校准技术规程

Code of practice for calibration of standard substance for milk  
composition infrared analyzer

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 发布





## 前 言

本文件按照 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会(SAC/TC 274)归口。

本文件起草单位：全国畜牧总站、中国奶业协会、北京奶牛中心、河南省种业发展中心、河北省畜牧良种工作总站、山西省畜禽育种有限公司、山东省农业科学院畜牧兽医研究所。

本文件主要起草人：刘婷婷、孙飞舟、陈绍祜、白文娟、隋鹤鸣、刘刚、孟飞、何珊珊、李竞前、李姣、黄萌萌、赵华、李丽丽、张雪林、高星、闫磊、马亚宾、杨继业、李建斌。





# 乳成分红外分析仪标准物质校准技术规程

## 1 范围

本文件确立了乳成分红外分析仪标准物质校准程序,规定了标准物质校准所用仪器性能的核查、能力验证样检测及标准物质校准等要求,描述了仪器性能核查及标准物质校准过程中的证实方法。

本文件适用于奶牛生产性能测定乳成分红外分析仪的校准,其他奶畜参考执行。

## 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**能力验证样 test sample**

未知样

均匀性和稳定性达到一定要求,但成分含量未公开的牛乳样品。

### 3.2

**标准物质 standard substance**

均匀性和稳定性达到一定要求,脂肪、蛋白质和乳糖等成分含量已知且有梯度的牛乳样品。

注:一般用于奶牛生产性能测定标准物质为9个~12个梯度样品。

### 3.3

**质控样 quality control sample**

脂肪、蛋白质和乳糖成分特性值足够稳定的牛乳样品。

### 3.4

**参考值 reference value**

由可溯源的经典化学分析方法测定标准物质所得的特性量值。

## 4 技术流程

乳成分红外分析仪标准物质校准技术流程包括标准物质基本要求及储存、仪器性能检查、能力验证样测定、标准物质校准。技术流程见图1。

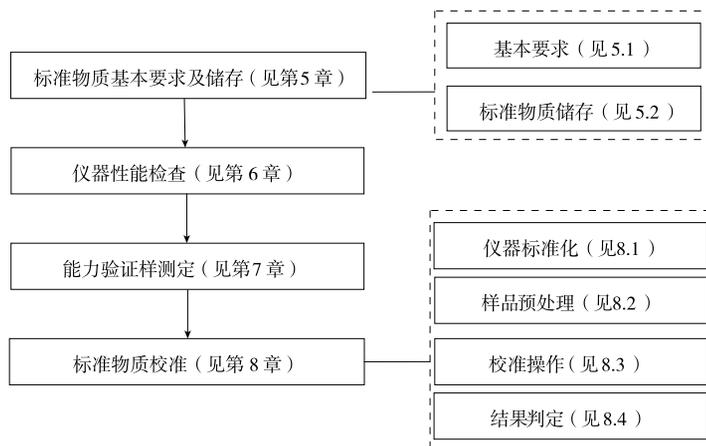


图1 乳成分红外分析仪标准物质校准技术流程

## 5 标准物质基本要求及储存

### 5.1 基本要求

应定期使用标准物质进行仪器校准,每月至少校准一次,样本量较多时宜增加校准频次。使用标准物质前应保证仪器状态正常、性能良好。每次校准应使用两套标准物质,分别用于实验室能力验证和仪器校准。仪器维修或质控样测定值超过允许差值( $\pm 0.05$ )时,应再次校准。

### 5.2 标准物质储存

接收时应检查样品状态,并置于  $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 6\text{ }^{\circ}\text{C}$  储存。

## 6 仪器性能检查

能力验证样测定前应保证仪器处于稳定、可靠的状态。仪器性能检查见附录 A。

## 7 能力验证样测定

### 7.1 测定步骤

取一套标准物质作为能力验证样,水浴预热到  $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ ,保持  $10\text{ min}\sim 15\text{ min}$ ,然后上下颠倒 9 次、水平振荡 6 次混匀,按照牛乳样品分析程序或仪器的校准程序测定 3 次,计算平均值作为能力验证样测定值。

### 7.2 结果判定

能力验证以能力验证样测定值与参考值差值的均值( $MD$ )和标准差( $SDD$ )以及前 6 个月测定的  $MD$  均值( $RMD$ )3 项指标为依据。每项乳成分指标的允许误差: $|MD|\leq 0.05\%$ , $SDD\leq 0.06\%$ , $|RMD|\leq 0.02\%$ 。乳成分任何一项测定值不满足要求则该仪器视为不合格,不应用于测定。

## 8 标准物质校准

### 8.1 仪器标准化

依据不同仪器具体要求进行标准化操作。

### 8.2 样品预处理

将标准物质按照 7.1 方法预热混匀。

### 8.3 校准操作

运行调零程序后,用标准物质按照仪器的校准程序对脂肪、蛋白质和乳糖指标进行测定,完毕后输入参考值进行仪器校准,仪器自动拟合标准曲线,并计算截距、斜率和相关系数。

### 8.4 结果判定

根据校准结果的准确度和相关系数等参数判定校准效果。在至少保留 9 个校准点的情况下,如果各乳成分预测偏差小于该成分含量的 1%(如脂肪含量为 3.40%,则预测偏差小于 0.034%)、可靠性( $R^2$ ) $\geq 0.9900$ ,则证明校准效果良好,保存校准记录。如果不满足上述判定条件应再次校准。

## 9 证实方法

仪器校准记录见附录 B。记录保存期限不少于 3 年。

**附 录 A**  
**(资料性)**  
**仪器性能检查**

**A.1 重复性检查**

- A.1.1 将牛乳样品倒入烧杯,水浴预热到 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ ,保持 10 min~15 min,搅拌均匀。
- A.1.2 用乳成分红外分析仪连续测定至少 10 次。
- A.1.3 剔除第一个测定结果后,各乳成分指标最大值与最小值之间的差值不超过 0.04%,则认为合格。
- A.1.4 如果不合格,检查牛乳样品的质量及均匀性,检查水浴温度,加强预处理与搅拌,增加重复测试的次数。
- A.1.5 重复性检查记录检测结果,记录内容见表 A.1。

表 A.1 重复性检查工作表

实验室:		仪器编号:	
仪器操作员:		日期:	
样品	脂肪	蛋白质	乳糖
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
最大值			
最小值			
差值			
结果判定			

**A.2 均质效率检查**

- A.2.1 将生乳样品倒入烧杯,水浴预热到 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ ,保持 10 min~15 min,搅拌均匀。
- A.2.2 采用乳成分红外分析仪的手动模式,将预热后的生乳样品连续测定 4 次~5 次。
- A.2.3 将废液管从仪器上断开,放入干净的烧杯中,用乳成分红外分析仪的手动模式连续测定 20 次,收集排出的废乳样。选择 20 次测定中最后 5 个脂肪测定值计算平均值  $\overline{A_1}$ 。
- A.2.4 将废液管重新连接到仪器,运行一次清洗程序。
- A.2.5 将收集到的废乳样升温到 $(40\pm 1)^{\circ}\text{C}$ ,保持 10 min~15 min,搅拌均匀,采用乳成分红外分析仪的手动模式连续测定 6 次,选择 6 次测定中最后 5 个脂肪测定值计算平均值  $\overline{A_2}$ 。

A. 2.6 当  $|\overline{A_1} - \overline{A_2}| < \overline{A_2} \times 1.43\%$ , 则认为合格。

A. 2.7 如果不合格, 再运行一次均质效率检查; 如果仍然不合格, 需要清洗均质器和膜阀片, 再运行一次均质效率检查。

A. 2.8 均质效率检查记录检测结果, 记录内容见表 A. 2。

表 A. 2 均质效率检查工作表

实验室:		仪器编号:	
仪器操作员:		日期:	
生乳样品第一次测定		废乳样测定	
1		1	
2		2	
3		3	
4		4	
5		5	
平均值一( $\overline{A_1}$ )		平均值二( $\overline{A_2}$ )	
$\overline{A_1} - \overline{A_2}$		许可误差值	
结果判定			

### A. 3 残留检查

A. 3.1 将去离子水和牛乳按水-水-乳-乳(或乳-乳-水-水, 依据不同仪器具体要求选用)的次序, 重复排列, 4 个一组(至少 4 组)放置在样品架上, 水浴中升温到  $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

A. 3.2 使用仪器中残留检查(Carry-over, Co)程序进行样品中脂肪和蛋白质的测定。

A. 3.3 残留值计算。

a) 从水到牛乳的残留值按公式(A. 1)计算。

$$E_w = \frac{|\sum M_2 - \sum M_1|}{|\sum M_2 - \sum W_2|} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- $E_w$  ——从水到牛乳的残留值, 单位为百分号(%);
- $\sum M_2$  ——重复牛乳样品中后一个牛乳样品测定值总和的数值, 单位为百分号(%);
- $\sum M_1$  ——重复牛乳样品中前一个牛乳样品测定值总和的数值, 单位为百分号(%);
- $\sum W_2$  ——重复水样品中后一个水样品测定值总和的数值, 单位为百分号(%)。

b) 从牛乳到水的残留值按公式(A. 2)计算。

$$E_M = \frac{|\sum W_1 - \sum W_2|}{|\sum M_2 - \sum W_2|} \times 100 \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

- $E_M$  ——从牛乳到水的残留值, 单位为百分号(%);
- $\sum W_1$  ——重复水样品中前一个水样品测定值的总和, 单位为百分号(%)。

注: 有自动计算残留(Co)值功能的仪器以仪器显示值为准。

A. 3.4 残留检查结果判定: 脂肪和蛋白质残留值小于 1%, 则认为合格。如果不合格, 则再运行一次残留检查; 如果仍然不合格, 需要清洗管道、连接软管和取样器, 更换干燥剂, 用热的洗涤液清洗 2 次~3 次, 再运行一次残留检查。

A. 3.5 残留检查记录检测结果, 记录内容见表 A. 3。

表 A.3 残留检查工作表

实验室：		仪器编号：		
仪器操作员：		日期：		
脂肪残留值				
样品	水		牛乳	
	$W_1$	$W_2$	$M_1$	$M_2$
1				
2				
3				
4				
5				
合计	$\Sigma W_1$	$\Sigma W_2$	$\Sigma M_1$	$\Sigma M_2$
从水到牛乳的残留值 $E_w$			结果判定	
从牛乳到水的残留值 $E_M$			结果判定	
蛋白质残留值				
样品	水		牛乳	
	$W_1$	$W_2$	$M_1$	$M_2$
1				
2				
3				
4				
5				
合计	$\Sigma W_1$	$\Sigma W_2$	$\Sigma M_1$	$\Sigma M_2$
从水到牛乳的残留值 $E_w$			结果判定	
从牛乳到水的残留值 $E_M$			结果判定	

**附 录 B**  
**(资料性)**  
**仪器校准记录**

仪器校准记录表见表 B.1。

**表 B.1 仪器校准记录表**

仪器名称及编号：

校准日期：

标准物质批次：

序号	能力验证样测定值			参考值			校准前差值 (测定值-参考值)			校准后测定值			校准后差值 (测定值-参考值)		
	脂肪	蛋白质	乳糖	脂肪	蛋白质	乳糖	脂肪	蛋白质	乳糖	脂肪	蛋白质	乳糖	脂肪	蛋白质	乳糖
1															
2															
3															
4															
5															
6															
7															
8															
9															
10															
11															
12															
MD							MD								
SDD							SDD								
RMD							RMD								
预测偏差							预测偏差								
$R^2$							$R^2$								
截距							截距								
斜率							斜率								
是否合格							是否合格								

校准人：

审核人：

参 考 文 献

- [1] NY/T 1450 奶牛生产性能测定技术规范
  - [2] NY/T 2659 牛乳脂肪、蛋白质、乳糖、总固体的快速测定 红外光谱法
-









