



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111448580 A

(43)申请公布日 2020.07.24

(21)申请号 201880090001.6

(22)申请日 2018.04.30

(30)优先权数据

2017100469 2017.04.28 AU

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2019.12.19

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/AU2018/050396 2018.04.30

(87)PCT国际申请的公布数据

WO2018/195610 EN 2018.11.01

(71)申请人 澳大利亚猪肉有限公司

地址 澳大利亚澳大利亚首都直辖区

(72)发明人 J·R·沃特林 G·李

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所 11038

代理人 周阳君

(51)Int.Cl.

G06Q 30/00(2012.01)

G06Q 50/02(2012.01)

G01N 21/73(2006.01)

G01N 27/62(2006.01)

G01N 33/12(2006.01)

G01N 1/28(2006.01)

G01N 1/44(2006.01)

权利要求书4页 说明书41页 附图23页

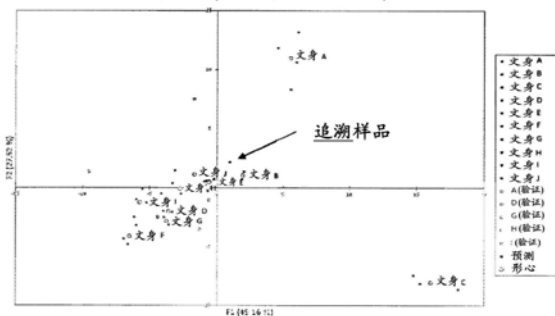
(54)发明名称

猪组织的可追溯性

(57)摘要

本发明涉及用于报告来源于动物的样品的身份的方法和系统。特别地,本发明涉及报告取自物种Sus scrofa的猪动物的样品的身份。更特别地,本发明涉及用于报告未知猪动物样品的身份的方法和系统,所述方法和系统包括通过注册在数据库中注册参考样品;记录表示参考样品的数据;记录表示未知样品的数据,并通过注册比较数据以评估未知猪样品的身份。

观察结果(轴 F1 和 F2:72.68%)



1. 一种报告未知猪样品的身份的方法,所述方法包括:
 - a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;
 - b) 对于所述注册记录表示所述多个参考样品的数据;
 - c) 在所述数据库中记录表示所述未知猪样品的数据;
 - d) 将表示所述未知猪样品的数据与表示所述多个参考样品的数据进行比较,从而通过所述注册评估所述未知猪样品的所述身份;
 - e) 生成提供对所述未知猪样品的所述身份的评估的报告。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述身份选自原产地国家、原产地区域、原产地州、生产者、加工者或原产地设施。
3. 根据权利要求2所述的方法,其中所述原产地设施与文身、设施识别码(PIC)和/或澳大利亚猪肉有限公司(APL) PigPass注册号相关联。
4. 根据权利要求1所述的方法,其中所述身份是个体猪动物。
5. 根据权利要求1至4中的任一项所述的方法,其中涉及个体猪动物或一组猪动物的所述多个样品是取自猪组织的多个参考样品。
6. 根据权利要求5所述的方法,其中所述猪组织是肌肉。
7. 根据权利要求5所述的方法,其中所述猪组织是内脏。
8. 根据权利要求1至4中的任一项所述的方法,其中涉及个体猪动物或一组猪动物的所述多个样品取自猪肉产品。
9. 根据权利要求8所述的方法,其中所述猪肉产品是加工猪肉产品。
10. 根据权利要求9所述的方法,其中所述加工猪肉产品选自全肌肉培根或火腿。
11. 根据权利要求1至10中的任一项所述的方法,其中所述方法还包括用于确定要获取用于分析的样品的数量的采样方案。
12. 根据权利要求11所述的方法,其中所述采样方案基于在给定一周内在屠宰场屠宰的猪的数量。
13. 根据权利要求12所述的方法,其中所述采样方案基于在给定一周内在屠宰场屠宰的猪的数量以及在给定一周内出现的独特文身的数量。
14. 根据权利要求11至13中的任一项所述的方法,其中收集到大约5g至10g的样品。
15. 根据权利要求11至14中的任一项所述的方法,其中所有取得的样品中的一小部分被随机选择并提交用于分析。
16. 根据权利要求15所述的方法,其中所有取得的样品中的大约0.1%至大约5%被随机选择并提交用于分析。
17. 根据权利要求10所述的方法,其中所述方法还包括基于每月源自澳大利亚的火腿或培根样品的数量的采样方案。
18. 根据权利要求17所述的方法,其中收集大约20g的样品。
19. 根据权利要求17或18所述的方法,其中源自澳大利亚的大约10%的火腿或培根样品被提交用于分析。
20. 根据权利要求10所述的方法,其中所述方法还包括其中每月不少于5个火腿和5个培根样品取自来源于除澳大利亚以外的国家内的区域内的猪肉生产的产品的采样方案。
21. 根据权利要求20的方法,其中收集大约20g的样品。

的ICP-MS浓度数据集的步骤。

39. 根据权利要求37所述的方法,其中所述处理包括过滤ICP-CC-MS分析数据以提供完整的ICP-CC-MS浓度数据集的步骤。

40. 根据权利要求37所述的方法,其中所述处理包括过滤ICP-AES分析数据以提供完整的ICP-AES浓度数据集的步骤。

41. 根据权利要求37至40中的任一项所述的方法,其中过滤分析数据包括以下步骤:

识别丢失或损坏的数据;

取决于记录的每秒计数cps调整分析数据;

评估校准标准物;

校正等压重叠产生的干扰和多原子干扰;

识别并校正分析序列;

漂移校正;

原坯校正;

根据cps数据计算浓度;

计算检测极限和确定的极限;

移除辅助实验室溶液和内部标准物;

当分析技术为ICP-MS或ICP-CC-MS时,识别和选择优选的同位素;

当分析技术为ICP-AES时,识别和选择优选的波长;

评估标准物样品的测量值;

比较重复样品;

比较复制样品;

比较交叉样品;

交叉校正后重新检查标准物;

合并ICP-AES、ICP-MS和/或ICP-CC-MS数据集;以及

交叉比较ICP-AES、ICP-MS和/或ICP-CC-MS数据,以提供最终的完整浓度数据集。

42. 根据权利要求41所述的方法,其中当所述分析技术是ICP-AES时,所有记录的具有小于1cps的值的分析数据被替换为1.00的值。

43. 根据权利要求42所述的方法,其中针对与等压重叠和/或多原子干扰相关联的误差,校正所述ICP-MS分析数据。

44. 根据权利要求41至43中的任一项所述的方法,其中所述最终的完整浓度数据集被处理,从而以表示多个参考样品的多元素浓度分布的形式提供表示所述多个参考样品的数据。

45. 根据权利要求44所述的方法,其中基于所述子样品的干重,将所述多元素浓度分布表示为每种元素的十亿分之几(ppb)或百万分之几(ppm)。

46. 根据权利要求45所述的方法,其中使用统计工具来处理表示所述多个参考样品的所述多元素浓度分布。

47. 根据权利要求46所述的方法,其中所述统计工具是选自包括以下的组的多变量统计工具:线性判别分析LDA、主成分分析(PCA)、分层聚类的Wards方法、多项式模型(MN)、支持向量机(SVM)、混合判别分析(MDA)、分类树(CT)和神经网络(NN)。

48. 根据权利要求47所述的方法,其中所述多变量统计工具是LDA。
49. 根据权利要求48所述的方法,其中所述LDA是使用正向逐步模型进行的。
50. 根据权利要求49所述的方法,其中所述模型具有0.00001的公差水平和5%的显著性水平。
51. 根据权利要求49或50所述的方法,其中使用交叉验证处理来测试LDA模型的准确性。
52. 根据权利要求51所述的方法,其中所述交叉验证处理包括原始分析数据的比较。
53. 根据权利要求52所述的方法,其中原始分析数据的比较包括元素关联的比较。
54. 根据权利要求51所述的方法,其中所述交叉验证处理是留一法交叉验证。
55. 根据权利要求36至54中的任一项所述的方法,其中处理所述分析数据还包括将内脏组织数据的多元素浓度分布归一化为肌肉组织数据的多元素浓度分布,以允许使用单个数据库用于所有生猪组织。
56. 根据权利要求55所述的方法,其中所述归一化包括计算乘法因子,所述乘法因子使得能够将内脏组织中的化学浓度归一化为肌肉当量浓度。
57. 根据权利要求36至56中的任一项所述的方法,其中处理所述分析数据还包括:将加工食品样品的多元素浓度分布归一化为肌肉组织样品的多元素浓度分布,以允许使用单个数据库用于所有猪样品。
58. 根据权利要求1至57中的任一项所述的方法,其中所述未知猪样品为大约10g。
59. 根据权利要求58所述的方法,其中如权利要求25至57中的任一项所述地分析所述未知猪样品的子样品,以提供表示所述未知猪样品的数据。
60. 根据权利要求59所述的方法,其中在将表示所述未知猪样品的数据与表示所述多个参考样品的数据进行比较的所述步骤中使用LDA,从而识别所述未知猪样品。
61. 根据权利要求60所述的方法,其中该比较步骤包括将表示所述未知猪样品的数据与表示所述多个参考样品的数据进行积分,并使用正向逐步模型进行LDA,从而识别所述未知猪样品。
62. 根据权利要求58至61中的任一项所述的方法,其中所述报告可以在开始消解所述未知猪样品的子样品的大约24小时内生成。

猪组织的可追溯性

技术领域

[0001] 本发明涉及用于报告源自动物的样品的身份的方法和系统。特别地,本发明涉及评估取自物种Sus scrofa的猪动物的样品。

背景技术

[0002] 随着对高质量产品的需求不断增加以及食品供应链的全球化,在食品行业中迅速检测和减轻产品完整性风险的能力至关重要。因此,正在进行研发计划以开发和实现可追溯性系统。PigPass是用于报告澳大利亚所有猪的移动的国家跟踪系统,并得到由国家供应商声明的支持。PigPass国家供应商声明(NVD)使用场所(property)识别码(PIC)将猪的托运链接回其最后的原产地场所,当猪到达加工设施并计划进行屠宰时,该信息然后被链接到加工者的系统。这些链接可以用于实现对屠体的原产地场所的追溯,并且可以扩展到盒装产品和新鲜猪肉的零售包装。为了使该系统能够针对未包装或散装的猪组织追溯到原产地区域和/或场所,需要进一步的技术开发。

[0003] 本说明书中已经包括的对文件、行为、材料、设备、物品等的任何讨论仅是为了提供本发明的上下文的目的。不应该被认为是承认这些事项中的任何事项或所有事项由于在本申请的每项权利要求的优先权日之前已经存在而构成现有技术基础的一部分或在与本发明相关的领域中是公知常识。

发明内容

[0004] 本文描述的是一种被称为Physi-Trace™的电子化学可追溯系统,其已由澳大利亚猪肉业通过澳大利亚猪肉有限公司(APL)开发。图1描绘了包括Physi-Trace™系统的猪肉供应链完整性计划的特征。该系统可以用于验证猪肉产品的原产地和/或核实其标签声明,并且可通过其用于管理现有行业质量保证程序(澳大利亚猪肉行业质量保证系统(APIQV®)和PigPass)的集成系统管理过程得以支持。Physi-Trace™可追溯系统以与样品的元素组成的分析相关联的科学技术为基础。

[0005] 验证是基于将未知样品的元素分布模式与参考模式的数据库进行比较进行的。这涉及具有已知身份(例如原产地地理区域和/或原产地场所)的参考样品的收集。来自不同农场的猪的独特多元素化学分布被合并到数据库中,该数据库可以用于评估身份/出处,例如通过与参考样品的已知身份进行比较得出未知猪样品的原产地地理区域和/或原产地场所。由于难以伪造化学签名,因此化学可追溯性是评估未知样品的身份的明确且稳健的手段。

[0006] 澳大利亚猪肉业目前将其产品的约10%出口到包括新加坡、新西兰和香港的出口市场。因此,在视频安全、残留物或动物疾病问题等不太可能发生的情况发生时,澳大利亚猪肉业必须有可快速将产品追溯到来源的系统,以最大程度地减少与失去市场准入相关联的风险。

[0007] 在发生食品安全事故或任何其它需要追溯的事故的情况下,可以使用Physi-

Trace™系统来识别涉嫌“可疑”产品的来源。这种识别可以将未受影响的产品、生产者和加工商排除在进一步调查之外,以利于市场重新进入。在模拟的追溯练习中,从操作的角度来看,成功的追溯在24小时内完成。国家“牲畜可追溯性绩效标准”要求在指定的(一种或多种)动物所在或被跟踪以被通知的辖区内的相关州或领地首席兽医官(或其代表)在24小时内,必须能够识别指定的(一种或多种)动物在过去30天期间曾驻留过的(一个或多个)位置,以及在过去30天内同时和/或随后在指定的(一种或多种)动物已驻留的任何地方驻留过的所有可疑动物的(一个或多个)位置。

[0008] 如本文所述,Physi-Trace™系统已经用于追溯例如猪肌肉、内脏和加工产品的身份(出处)。在猪肌肉的情况下,可以将新鲜猪肉不仅追溯到原产地的加工者,而且可以追溯到原产地场所(其中原产地场所链接到文身码,PIC并且向PigPass注册)。在内脏的情况下,已经证明可以将舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏组织追溯到原产地的广阔地理区域。通过应用内脏特异性转化率来归一化这些不同内脏组织类型的多元素分布及其肌肉当量浓度,可以将不同内脏组织类型整合到特定于单个肌肉的数据库中。有利地,这提供了仅使用一个数据库来将样品追溯到原产地区域和/或原产地场所的手段。在加工的肉类产品的情况下,诸如全肌肉火腿和培根产品,本文所述的方法和系统已用于提供对原产地国家标签声明(例如PorkMark或Product of Australia)的评估。

[0009] 受话人(addressee)将认识到,本公开预期了具有商业重要性的方法和系统。如本文所述的Physi-Trace™验证工具的方法和系统提供许多益处。该工具可以被低成本实现到任何设施中,而无需更改现有系统或工作实践,并且不需要加工者放置就位昂贵的资本装备。该工具是行业驱动和管理的。它使用国际认可的可追溯性技术来提供可追溯性报告和完全稳健的可追溯性系统,以在所有市场中巩固澳大利亚猪肉产品完整性。

[0010] 如受话人所认识到的,报告未知猪样品的身份的方法和系统涉及许多参与方(下文称为“用户”)。本文描述的Physi-Trace™数据库和验证工具的方法和系统的用户涉及许多参与方。这些用户可以是:

[0011] 供应链用户,诸如生产者、加工者和授权的第三方。

[0012] 政府用户,诸如澳大利亚农业和水资源部、生物安全动物部、出口部以及国家残留物调查局和州及领地部。

[0013] 其它用户可以包括:

[0014] 承包商(例如提供分析服务的实验室和科学家)。

[0015] 州和领地组织;

[0016] 兽医;

[0017] 商业公司以及

[0018] 行业协会和团体。

[0019] Physi-Trace™系统作为整体由澳大利亚猪肉有限公司管理。将认识到的是,Physi-Trace™系统受商业规则管理,商业规则已经得到来自七个澳大利亚猪肉出口机构的代表的背书。每个用户都被适当地授权根据这些商业规则将数据上传到Physi-Trace™数据库和验证工具中。

[0020] 本公开涉及一种报告未知猪样品的身份的方法,该方法包括:

[0021] a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;

- [0022] b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;
- [0023] c) 在数据库中记录表示未知猪样品的数据;
- [0024] d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而通过注册评估未知猪样品的身份;
- [0025] e) 生成提供对未知猪样品的身份的评估的报告。
- [0026] 本公开还涉及一种用于报告未知猪样品的身份的系统,该系统包括:
- [0027] a) 用于注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的装置;
- [0028] b) 用于对于所述注册记录表示多个参考样品的数据的装置;
- [0029] c) 用于记录表示未知猪样品的数据的装置;
- [0030] d) 用于将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较从而识别未知猪样品的装置;以及
- [0031] e) 用于生成提供对未知猪样品的评估的报告的装置。
- [0032] 本公开还涉及一种用于报告未知猪样品的身份的计算机实现的系统,该计算机实现的系统包括处理器,该处理器被配置为:
- [0033] a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;
- [0034] b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;
- [0035] c) 记录表示未知猪样品的数据;
- [0036] d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而评估未知猪样品的身份;和/或
- [0037] e) 生成提供对未知猪样品的评估的报告。
- [0038] 在整个说明书中,词语“包括”或其变体将被理解为暗示包括所陈述的元素、整数或步骤,或一组元素、整数或步骤,但是不排除任何其它元素、整数或步骤,或一组元素、整数或步骤。
- [0039] 如本文所使用的,“澳大利亚猪肉有限公司 (APL) PigPass注册号”或“APL PigPass注册号”是澳大利亚猪肉有限公司为在PigPass中注册的场所授予的内部参考号,以将样品与原产地场所联系起来。它可以在Physi-Trace™系统中被单独使用。或者,它可以与文身(tattoo)/文身码或场所识别码(PIC)结合使用,其中它可以用于区分具有相同PIC或(一个或多个)文身的场所。
- [0040] 贯穿本说明书,可以以范围格式来呈现本公开的各个方面和组件。为了方便起见,包括了范围格式,并且不应将其解释为对本发明的范围的不灵活的限制。因此,除非特别指出,否则对范围的描述应被视为已明确公开了所有可能的子范围以及该范围内的各个数值。例如,对范围诸如从1到5的描述应被视为已明确公开了子范围,诸如从1到2、从1到3、从1到4、从2到3、从2到4、从2到5、从3到4等,以及在列举范围内的各个数字和部分数字,例如1、2、3、4和5。这与所公开的范围的广度无关。在需要特定值的地方,这些值将在说明书中被指示。

附图说明

- [0041] 图1: 示出猪肉供应链完整性计划的特征的图。
- [0042] 图2: 报告未知猪样品的身份的方法的一个示例的流程图。

- [0043] 图3A:用于报告未知猪样品的身份的系统的的一个示例的示意图。
- [0044] 图3B:用于报告未知猪样品的身份的系统的另一个示例的示意图,该示例是图3A中所示示例的变体。
- [0045] 图4A和4B:示出报告未知猪样品的身份的算法的流程图。
- [0046] 图5:用于报告未知猪样品的身份的系统的的一个示例的示意图。
- [0047] 图6:用于报告未知猪样品的身份的系统的另一个示例的示意图。
- [0048] 图7:详细说明将未知样品分类为文身码Farm W的判别图。
- [0049] 图8:详细说明将未知样品分类为文身码Farm X的判别图。
- [0050] 图9:来自东北澳大利亚(A)、东南澳大利亚(B)和西澳大利亚(C)的猪肌肉组织的原产地区域评估。实现了100%的留一法交叉验证。按重要性顺序使用Rb、Se、As、W、Co、Mg、V、Hf、K、Pd、Mn、Nb、Ce、Ti、Zn、Zr、Er、Sb和U开发了模型。
- [0051] 图10:来自西澳大利亚州(A)、昆士兰州(B)、新南威尔士州、南澳大利亚州和维多利亚州(C)的猪肾的原产地州评估。实现了88.98%的留一法交叉验证。按重要性顺序使用Rb、Sr、Cd、Pb、Co、Si、Li、Yb、Cr、Ge、Cs、Sb、Ba、Ca、Na、Lu、In、Dy、Hf和As开发了模型。
- [0052] 图11:来自新南威尔士州(A)、维多利亚州(B)和南澳大利亚州(C)的猪肾的东南澳大利亚州。留出90的交叉验证比例,达到41%。按重要性顺序使用Dy、Lu、Rb、Cd、Sb、U、S、P、Li、Si、Yb、Zn、La和Ca开发了模型。
- [0053] 图12:新南威尔士州(NSW)和南澳大利亚州(SA)猪心脏样品的原产地州评估。
- [0054] 图13:西澳大利亚猪舌样品的原产农场评估。实现了96.4%的留一法交叉验证。按重要性顺序使用Cs、B、Sr、Ti、Lu、La、As、Tl、Se、Sm和Li开发了模型。
- [0055] 图14:昆士兰猪胃样品的原产农场评估。实现了96.2%的留一法交叉验证。按重要性顺序使用Cs、Co、Sr、Rb、Se、K、B、Bi、Er、S、Fe和Ge开发了模型。
- [0056] 图15:东南澳大利亚猪的原产农场评估。实现了83.56%的留一法交叉验证。按重要性顺序使用Cs、Rb、Tl、Zr、V、Hg、Se、Ag、Co、Bi、K、P、Hf、Cd、Tm、Ni、Ce、Pd、Fe和Mo开发了模型。
- [0057] 图16:免疫阉割的雄性和雌性猪舌组织的多元素签名的聚集层次聚类图。
- [0058] 图17:免疫阉割的雄性和雌性猪胃组织的多元素签名的聚集层次聚类图。
- [0059] 图18:免疫阉割的雄性和雌性猪肌肉组织的多元素签名的聚集层次聚类图。
- [0060] 图19:免疫阉割的雄性和雌性猪肾组织的多元素签名的聚集层次聚类图。
- [0061] 图20:猪肌肉的多元素分布图中的农场内与农场间差异。F1C-农场一免疫阉割的雄性,F1F-农场一次雌性,F2M-农场一雄性,F2F-农场二雌性。
- [0062] 图21:猪胃的多元素分布图中的农场内与农场间差异。F1C-农场一免疫阉割的雄性,F1F-农场一次雌性,F2M-农场一雄性,F2F-农场二雌性。
- [0063] 图22:猪肾脏的多元素分布图的农场内与农场间差异。F1C-农场一免疫阉割的雄性,F1F-农场一次雌性,F2M-农场一雄性,F2F-农场二雌性。
- [0064] 图23:猪肌肉、舌头、胃、心肝和肾组织的来源组织分类。猪组织的线性判别分析。实现了100%的交叉验证。按重要性顺序使用Na、Mn、Mg、P、S、K、Mo、Ca、Se、Zn、Fe、Si、Tl和Hf开发了模型。
- [0065] 图24:用于将猪的舌头中的微量元素浓度归一化为肌肉组织中的相应浓度的乘数

因子。可变线表示舌头的乘数因子,并且恒定线表示肌肉和组织之间的元素浓度没有变化。

[0066] 图25:用于将猪的胃中的微量元素浓度归一化为肌肉组织中的相应浓度的乘数因子。可变线表示胃的乘数因子,并且恒定线表示肌肉和组织之间的元素浓度没有变化。

[0067] 图26:用于将猪的心脏中的微量元素浓度归一化为肌肉组织中的相应浓度的乘数因子。可变线表示心脏的乘数因子,并且恒定线表示肌肉和组织之间的元素浓度没有变化。

[0068] 图27:用于将猪的肝脏中的微量元素浓度归一化为肌肉组织中的相应浓度的乘数因子。可变线表示肝脏的乘数因子,并且恒定线表示肌肉和组织之间的元素浓度没有变化。

[0069] 图28:用于将猪的肾脏中的微量元素浓度归一化为肌肉组织中的相应浓度的乘数因子。可变线表示肾脏的乘数因子,并且恒定线表示肌肉和组织之间的元素浓度没有变化。

[0070] 图29:猪肌肉(A,白色箭头)、舌头(B)、胃(C)、心脏(D)、肝脏(E)和肾脏(F)的线性判别分析。实现了73.39%的交叉验证。按重要性顺序使用Th、Zn、Cd、Ti、S、Mg、P、Hg、Nb、Ru、Fe、Lu、Dy、V、Te、Ce、Ag、Si、Sn、Na、Se、Ge、Tl、Sr、Mo、Zr、Ga、Tb、Eu、Ni、Ta、K、Ca、Nd、Sm、In、La、Yb、Ho、Gd、Pb、Pr、Y、Bi、Ba、Hg、Li和Sc开发了模型。

[0071] 图30:针对可食用猪舌、胃、心脏、肝脏和肾脏的未校正的多元素签名(空心方块),对东北澳大利亚(A)、东南澳大利亚(B)和西澳大利亚(C)的原产地区域预测。实现了35%的正确预测。使用特定于肌肉的数据库开发了模型,实现了100%的交叉验证。使用的元素按重要性顺序为Rb、Se、As、W、Co、Mg、V、Hf、K、Pd、Mn、Nb、Ce、Ti、Zn、Zr、Er、Sb和U。

[0072] 图31:针对可食用猪舌、胃、心脏、肝脏和肾脏的因子归一化多元素签名,对东北澳大利亚、东南澳大利亚和西澳大利亚的原产地区域预测。实现了85%的正确预测。使用特定于肌肉的数据库开发了模型,实现了100%的交叉验证。使用的元素按重要性顺序为Rb、Se、As、W、Co、Mg、V、Hf、K、Pd、Mn、Nb、Ce、Ti、Zn、Zr、Er、Sb和U。

[0073] 图32:针对猪舌、胃和心脏样品(空心方块),对西澳大利亚第3农场(WA F3)的原产农场预测。实现了29%的正确预测。使用特定于肌肉的数据库开发了模型,实现了89%的交叉验证。使用的元素按重要性顺序为Cs、Pb、Na、Hf、U、Sn、Sm、Mg、Rb、S、V、Bi、Th、Sc、Co和Tb。

[0074] 图33:针对猪舌、胃和心脏样品(空心方块),针对WA F3的原产农场预测。实现了68%的正确预测。使用特定于肌肉的数据库开发了模型,实现了89.29%的交叉验证。使用的元素按重要性顺序为Cs、Pb、Na、Hf、U、Sn、Sm、Mg、Rb、S、V、Bi、Th、Sc、Co和Tb。

[0075] 图34:使用Physi-Trace™数据库对来自农场BBB的肌肉样品的原产农场评估。实现了67.16%的交叉验证。用于确定模型的主要元素按重要性顺序为Tl、Rb、Ge、Hg、Cs、Co、As、P、S、Ti、Sr、Na、Se和Zn。

[0076] 图35:详细说明与来自澳大利亚和加拿大的新鲜和加工肉类样品有关的数据分离的判别图。

具体实施方式

[0077] 现在将参考非限制性示例更特别地描述本发明。

[0078] 本文公开了一种报告未知猪样品的身份的方法,该方法包括:

[0079] a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;

[0080] b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;

[0081] c) 在数据库中记录表示未知猪样品的数据;

[0082] d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而通过注册评估未知猪样品的身份;

[0083] e) 生成提供对未知猪样品的身份的评估的报告。

[0084] 样品身份

[0085] 优选地,身份选自原产地国家、原产地区域,原产地州、生产者、加工者或原产地设施。原产地设施优选地与文身、设施识别码(PIC)和/或澳大利亚猪肉有限公司(APL) PigPass注册号相关联。优选地,身份是个体猪动物。

[0086] 样品类型

[0087] 优选地,涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品是取自猪组织的多个参考样品。优选地,猪组织是肌肉。猪组织优选地是生(raw)组织。生组织优选地是肌肉。优选地,肌肉选自腹肌。腹肌优选地是横肌。优选地,猪组织是内脏。内脏优选地选自舌、胃、心脏、肝脏或肾脏。优选地,舌组织取自垂直肌、横肌或舌肌。优选地,胃组织是取自本体(corpus)、眼底或幽门窦的组织。心脏组织优选地是取自左心室壁、右心室壁、心室内隔膜、上心室壁或左心房壁的组织。优选地,肝组织是取自尾状叶的组织。优选地,肝组织是取自尾状叶的组织,不包括任何静脉、动脉、脂肪组织和/或结缔组织。肾组织优选地是取自肾皮质或肾锥体的组织。优选地,猪组织是毛发。

[0088] 涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品优选地取自猪肉产品。优选地,猪肉产品是加工猪肉产品。加工猪肉产品优选地选自全肌肉培根或火腿。优选地,猪肉产品是粉碎的产品。粉碎的产品优选地选自萨拉米(salami)或香肠。

[0089] 样品采集和样品采集规则

[0090] 该方法优选地还包括用于确定要获取用于分析的样品的数量的采样方案。优选地,采样方案基于屠宰的猪的数量。优选地,采样方案基于在给定一周内在屠宰场屠宰的猪的数量。采样方案优选地基于在给定一周内在屠宰场屠宰的猪的数量以及在该给定一周内出现的独特文身的数量。优选地,采样方案包括总计给定一周内屠宰的给定文身码的猪的数量。

[0091] 如果在给定一周内屠宰的给定文身码的猪的总数为1000或更多,则优选地获取大约10到大约20个样品。优选地,获取大约20个样品。优选地获取大约15个样品。优选地,获取10个样品。

[0092] 优选地,如果在给定一周内屠宰的给定文身的猪的总数在100至999之间,则获取大约5至大约20个样品。优选地,获取大约20个样品。优选地获取大约15个样品。优选地,获取10个样品。优选地获取5个样品。

[0093] 如果在给定一周内屠宰的给定文身的猪的总数在30到99之间,则优选地获取3个样品。

[0094] 优选地,如果在给定一周内屠宰的给定文身的猪的总数少于30,则不取样。

[0095] 优选地,收集大约5g至大约100g的样品。优选地收集大约5g至大约10g的样品。优选地,获取的所有样品的大约0.1至大约5%被随机选择并提交进行分析。优选地,获取的所有样品的大约0.1至小于大约5%;大约0.1至小于大约4%;大约0.1至小于大约3%;大约0.1至小于大约2%;或大约0.1至小于大约1%被随机选择并提交进行分析。其中食物选自全肌肉培根或火腿,该方法还优选地包括基于每月来源于原产地国家的火腿或培根样品的

数量的采样方案。优选地,原产地国家是澳大利亚。优选地,收集大约10至50g的样品。优选地,收集大约40g的样品。优选地,收集大约30g的样品。优选地,收集大约20g的样品。优选地,收集大约10g的样品。优选地,来源于原产地国家的火腿或培根样品的大约5%至大约10%被提交进行分析。优选地,原产地国家是澳大利亚。优选地,来源于原产地国家的火腿或培根样品的大约5%至小于大约10%;大约5%至小于大约9%;大约5%至小于大约8%;大约5%至小于大约7%;或大约5%至小于大约6%被提交进行分析。优选地,原产地国家是澳大利亚。该方法优选地还包括其中每月从来源于除原产地国家以外的国家内的区域内的猪肉制造的产品中获取不少于5个火腿和5个培根样品的采样方案。优选地,原产地国家是澳大利亚。优选地,除澳大利亚以外的国家选自包括加拿大、美国、丹麦、英国和荷兰的组。优选地,收集大约20g的样品。优选地,所获取的全部样品的大约5%至大约10%被提交进行分析。优选地,所获取的全部样品的大约5%至小于大约10%;大约5%至小于大约9%;大约5%至小于大约8%;大约5%至小于大约7%;或大约5%至小于大约6%被提交进行分析。优选地,样品的10%在原产地国家内被随机采样。优选地,样品的大约5g的部分被采样并提交进行分析。样品的其余部分优选地被退还到存储装置在大约-18℃下达12个月的时段。采样方案优选地还包括在分析之前将提交用于分析的样品维持在大约-18℃。

[0096] 样品注册

[0097] 优选地,样品被注册在数据库中。优选地,使用选自客户关系管理(CRM)系统或实验室管理系统的管理系统来注册样品。

[0098] 样品处理、消解和分析

[0099] 优选地,通过光谱测定和/或光谱学方法分析样品。优选地通过基于溶液的方法分析样品。优选地,基于溶液的方法是光谱测定的和/或光谱学的。优选地将样品化学消解以允许后续分析。优选地,在化学消解之前将样品解冻。优选地使样品在室温下解冻。优选地,获取子样品用于化学消解和后续分析。子样品优选地为大约2g湿重。优选地,获取子样品以排除任何实质性脂肪。优选地从子样品中去除多余的水分。优选地,通过将子样品放置在纸巾上大约10分钟的时段来去除多余的水分。优选地记录子样品的湿重。优选地,进行子样品的干重分析。子样品优选地用硝酸和过氧化氢的混合物进行化学消解。优选地,化学消解在无菌聚丙烯管中进行。硝酸优选地是石英重蒸馏硝酸。

[0100] 优选地,通过光谱测定和/或光谱学方法分析提交用于分析的样品的子样品。优选地,通过基于溶液的方法分析提交用于分析的样品的子样品。优选地,基于溶液的方法是光谱测定的和/或光谱学的。优选地,化学消解提交用于分析的样品的子样品以允许后续分析。提交用于分析的样品的子样品优选地用硝酸和过氧化氢的混合物进行化学消解。

[0101] 内脏样品的消解

[0102] 如果样品是内脏,则化学消解优选地包括以下步骤:

[0103] 向样品添加硝酸;

[0104] 向硝酸和样品混合物添加过氧化氢水溶液;

[0105] 冷消解样品混合物一段时间,直到样品开始分解;以及

[0106] 在足够的温度和足够的时间段内加热样品混合物以使其溶解。

[0107] 优选地,可以将另外量的过氧化氢水溶液添加到样品混合物并继续加热。

[0108] 优选地通过蒸发然后用适当的溶剂稀释来制备化学消解物用于分析。

- [0109] 如果样品是内脏,则化学消解优选地包括以下步骤:
- [0110] a) 向包含样品的聚丙烯管中添加4mL硝酸;
- [0111] b) 向硝酸样品混合物添加2mL 30%v/v的过氧化氢水溶液并盖上试管;
- [0112] c) 冷消解样品混合物大约24小时至48小时,直到样品开始分解;
- [0113] d) 将硝酸:过氧化氢样品混合物加热至60℃至70℃;
- [0114] e) 将样品混合物加热回流大约12小时;
- [0115] f) 将温度升至95℃至105℃并移除管盖;
- [0116] g) 向样品混合物再添加2mL 30%v/v过氧化氢水溶液并盖上试管;
- [0117] h) 将样品混合物进一步加热回流大约2小时。
- [0118] 优选地,对于步骤d)至h),将无菌聚丙烯管置于水浴中。硝酸优选地是石英重蒸馏硝酸。
- [0119] 优选地,通过以下步骤制备化学消解物用于分析:
- [0120] a) 移除管盖并使消解液蒸发至2mL;
- [0121] b) 用去离子水将消解液配制成30mL;以及
- [0122] c) 用包含用于监测分析漂移的内标物的2%v/v硝酸溶液将消解液稀释大约5倍。
- [0123] 该2%v/v硝酸溶液优选地包含Rh和Ir作为监测分析漂移的标准物。优选地,该2%v/v硝酸溶液包含2μg/L浓度的Rh和Ir。
- [0124] 猪肉产品样品的消解
- [0125] 如果样品取自猪肉产品,其中产品是如本文所述的加工产品或粉碎产品,则化学消解优选地包括以下:
- [0126] 在硝酸和过氧化氢的水性混合物中消解样品;
- [0127] 加热硝酸:过氧化氢样品混合物使其溶解;以及
- [0128] 加热蒸发。
- [0129] 优选地,通过用适当的溶剂稀释来制备化学消解物用于分析。
- [0130] 如果样品是火腿或培根,则化学消解优选地包括以下步骤:
- [0131] a) 以体积比5:2的硝酸:过氧化氢消解样品,并在50℃下过夜加热;以及
- [0132] b) 将温度升至90℃以进行蒸发。
- [0133] 硝酸优选地是石英重蒸馏硝酸。
- [0134] 优选地,通过在去离子水中溶解来制备化学消解物用于分析。
- [0135] 肌肉样品的消解
- [0136] 如果样品是肌肉,则化学消解优选地包括以下步骤:
- [0137] 向样品添加硝酸;
- [0138] 加热硝酸样品混合物使其溶解;
- [0139] 蒸发;
- [0140] 添加过氧化氢水溶液。
- [0141] 优选地,如果样品是肌肉,则化学消解包括以下步骤:
- [0142] 向样品添加硝酸;
- [0143] 加热硝酸样品混合物使其溶解;
- [0144] 蒸发;

(⁵³Cr) 和砷 (⁷⁵As)。应该认识到的是, 优选地监测分析以校正仪器漂移。

[0167] 表1总结了针对所使用的特定仪器分析的元素。

仪器	所分析的元素
ICP-AES	Na ^{589.5} , Mg ^{279.5} , Si ^{251.6} , P ^{178.2} , S ^{180.7} , K ^{766.4} , Ca ^{422.6} , Mn ^{257.6} , Fe ^{239.5} , Cu ^{324.7} , Zn ^{213.8} , Al ^{167.0} , Sc ^{361.4}
ICP-MS	⁷ Li, ⁹ Be, ¹¹ B, ²⁷ Al, ⁴⁵ Sc, ⁴⁹ Ti, ⁵¹ V, ⁵³ Cr, ⁵⁹ Co, ⁶⁰ Ni, ⁶⁵ Cu, ⁶⁶ Zn, ⁶⁹ Ga, ⁷¹ Ga, ⁷² Ge, ⁷⁴ Ge, ⁷⁵ As, ⁸² Se, ⁸⁵ Rb, ⁸⁸ Sr, ⁹⁸ Y, ⁹⁰ Zr, ⁹³ Nb, ⁹⁸ Mo, ¹⁰¹ Ru, ¹⁰³ Rh, ¹⁰⁵ Pd, ¹⁰⁶ Pd, ¹⁰⁷ Ag, ¹⁰⁹ Ag, ¹¹¹ Cd, ¹¹⁵ In, ¹¹⁸ Sn, ¹²⁰ Sn, ¹²¹ Sb, ¹²³ Sb, ¹²⁶ Te, ¹³³ Cs, ¹³⁷ Ba, ¹³⁸ Ba, ¹³⁹ La, ¹⁴⁰ Ce, ¹⁴¹ Pr, ¹⁴⁶ Nd, ¹⁴⁷ Sm, ¹⁵² Sm, ¹⁵³ Eu, ¹⁵⁷ Gd, ¹⁵⁸ Gd, ¹⁵⁹ Tb, ¹⁶² Dy, ¹⁶³ Dy, ¹⁶⁵ Ho, ¹⁶⁶ Er, ¹⁶⁹ Tm, ¹⁷² Yb, ¹⁷⁵ Lu, ¹⁷⁸ Hf, ¹⁸¹ Ta, ¹⁸² W, ¹⁸⁵ Re, ¹⁹³ Ir, ¹⁹⁵ Pt, ¹⁹⁷ Au, ²⁰² Hg, ²⁰⁵ Tl, ²⁰⁸ Pb, ²⁰⁹ Bi, ²³² Th, ²³⁸ U
ICP-CC-MS	⁵¹ V, ⁵³ Cr, ⁷⁵ As

[0169] 表1. 使用ICP-AES、ICP-MS或ICP-CC-MS分析元素和它们的相关波长 (nm) 或同位素质量 (m/z), 以进行基于溶液的猪样品分析。

[0170] 分析中标准物的使用

[0171] 优选地, 样品的化学消解和分析与至少一种已知组成和已知重量的标准物样品并行运行, 以评估分析数据的质量。如果样品是内脏, 则化学消解和分析优选地与作为标准物样品的已知称量的国家标准技术研究院 (NIST) 牛肝1577c认证参考物质 (CRM) 并行运行。优选地, 如果样品是肌肉组织, 则化学消解和分析与作为标准物样品的已知称量的CRM DOLT 4、CRM DORM 3和CRM TORT 2 (加拿大国家研究委员会) 并行运行。如果样品是加工食品, 则化学消解和分析优选地与作为标准物样品的已知称量的CRM DOLT-4、CRM TORT-2 (加拿大国家研究委员会) 和NCS DC73347 (中国国家分析中心) 并行运行。已知量优选地在 (一个或多个) 标准物的0.2至0.5g湿重之间。优选地, 执行 (一个或多个) 标准物的干重分析。优选地, 对于每个分析批运行, 重复地分析百分之十五的样品以确定分析数据的再现性。优选地, 将来自先前批运行的最少三个交叉样品掺入到批运行中以确定分析运行之间的批次变化。

[0172] 优选地, 对于被提交用于分析的样品的子样品的化学消解和分析与已知组成和已知重量的至少一种标准物样品平行运行, 以评估分析数据的质量。优选地, 对于每个分析批运行, 重复地分析被提交用于分析的样品的百分之十五的子样品, 以确定分析数据的再现性。

[0173] 数据处理

[0174] 优选地处理分析数据。然后优选地将分析数据记录在数据库中。当分析技术为ICP-MS时, 原始输出数据文件优选地被保留在数据库中。优选地, 软件自动将原始输出数据文件保留在数据库中。优选地根据样品分析的日期和/或分析的地点对数据文件进行分类。分析的地点优选地是测试实验室。优选地, 测试实验室是经认可的测试实验室。数据文件优选地是可访问的。原始输出数据文件优选地被复制。优选地, 进一步处理数据输出文件的副本。优选地, 副本由软件实现。

[0175] 数据质量保证和校正

[0176] 优选地,处理分析数据包括处理数据以进行质量保证。处理分析数据以进行质量保证优选地包括过滤数据。优选地,过滤分析数据包括过滤数据以提供完整的浓度数据集。处理优选地包括过滤ICP-MS分析数据以提供完整的ICP-MS浓度数据集的步骤。优选地,处理包括过滤ICP-CC-MS分析数据以提供完整的ICP-CC-MS浓度数据集的步骤。处理优选地包括过滤ICP-AES分析数据以提供完整的ICP-AES浓度数据集的步骤。

[0177] 优选地,过滤分析数据包括识别丢失或泄露的数据的步骤。过滤还包括以下步骤:

[0178] 取决于记录的每秒计数(cps)调整分析数据;

[0179] 评估校准标准物;

[0180] 校正等压重叠产生的干扰和多原子干扰;

[0181] 识别并校正分析序列(train);

[0182] 漂移校正;

[0183] 原坯(blank)校正;

[0184] 根据cps数据计算浓度;

[0185] 计算检测极限和确定的极限;

[0186] 移除辅助实验室溶液和内部标准物;

[0187] 当分析技术为ICP-MS时,识别和选择优选的同位素;

[0188] 当分析技术为ICP-AES时,识别和选择优选的波长;

[0189] 评估标准物样品的测量值;

[0190] 比较重复样品;

[0191] 比较复制样品;

[0192] 比较交叉样品;

[0193] 交叉校正后重新检查内部标准物;以及

[0194] 交叉比较ICP-AES、ICP-MS和/或ICP-CC-MS数据。

[0195] 优选地,标准物样品是内部参考标准物和/或经认证的参考材料标准物。优选地,标准物样品是内部参考标准物。标准物样品优选地是经认证的参考材料标准物。

[0196] 识别丢失或损坏的样品数据

[0197] 优选地,针对丢失的数据审查数据集。软件优选地扫描并确定是否遗漏了任何数据,并突出显示这些数据以进行评估。优选地,如果以电子表格格式呈现数据,则突出显示没有数据的任何单元以进行评估。优选地,针对受损数据对数据集进行审查。优选地,计算猪肉样品的中值,不包括辅助样品。辅助样品优选地选自:原坯、经认证的参考材料、内部标准物、洗涤液或漂洗液。优选地,如果任何样品的计数率是中值的一半或两倍,则受影响的数据单元被突出显示并呈现给分析人员,分析人员将决定(一个或多个)样品是否被包含在后续校正程序中或是否将其从数据集中移除并进行重新分析。

[0198] 小于1cps的值的的数据调整

[0199] 优选地,当分析技术是ICP-AES或ICP-MS时,所有记录的值小于1cps的分析数据被替换为1.00的值。

[0200] 评估校准标准物

[0201] 优选地,绘制每个元素的校准曲线并拟合线性趋势线。针对每个校准曲线计算确

定 R^2 的系数。如果需要,分析人员可以查看每条校准曲线。 R^2 小于0.985的所有潜在错误校准曲线将被分析人员识别和审查。可以移除各个错误的标准物并重新计算 R^2 。如果给定元素的所有标准物都错误,则所有计数值均设置为零,并且该元素的浓度数据将不会从数据集中的任何样品中导出。

[0202] 当进行ICP-MS时校正等压重迭和/或多原子干扰

[0203] 优选地,针对与等压重迭和/或多原子干扰相关联的误差,校正ICP-MS分析数据。优选地,校正包括改变溶出方法、仪器设置和/或在分析后在数学上对错误进行解释。校正优选地包括在分析后在数学上对错误进行解释。优选地,改变仪器设置包括更改ICP-MS操作参数。更改ICP-MS操作参数优选地包括使用反应气体、反应池或碰撞池以减少多原子干扰。

[0204] 优选地,如果使用反应气体或反应池,则以下气体可用于减少多原子干扰: H_2 、 NH_3 、 Xe 、 CH_4 、 N_2O 、 NO 、 CO_2 、 CO 、 C_2H_6 、 C_2H_4 、 CH_3F 、 SF_6 、 CH_3OH 或其混合物。在一个实施例中,如果使用碰撞池,则惰性气体可用于减少多原子干扰。优选地,惰性气体选自 He 、 Ar 、 Ne 、 Xe 或其混合物。

[0205] 在进行ICP-MS时校正对砷(^{75}As)的等压重叠干扰

[0206] 例如,ICP-MS分析数据针对与等压重叠相关联的错误进行校正。为了说明,由于在相同质量上存在的 $^{40}Ar^{35}Cl$ 干扰而对 ^{75}As 进行了校正。通过使用氪同位素(^{82}Kr 和 ^{83}Kr)和硒同位素(^{77}Se 和 ^{82}Se)的测量值确定对质量75的干扰程度并且然后计算可归因于砷的“真实”计数率执行校正。为所有样品计算的“真实”计数率替代由ICP-MS仪器记录的测量的 ^{75}As 计数率。

[0207] 因此,根据本文公开的报告未知猪样品的身份的方法,校正与等压重迭相关联的错误优选地包括对砷(^{75}As)的干扰校正ICP-MS分析数据。优选地,校正对砷(^{75}As)的干扰包括校正 $^{40}Ar^{35}Cl$ 干扰。校正 $^{40}Ar^{35}Cl$ 干扰优选地包括以下步骤:

[0208] a) 测量氪同位素(^{83}Kr)的计数率值以去除氪对 ^{82}Se 和 ^{82}Kr 信号的贡献来确定 ^{82}Se 的计数率;

[0209] b) 使用硒同位素(^{77}Se 和 ^{82}Se)的值来确定对质量75的干扰程度;

[0210] c) 计算归因于 ^{75}As 的计数率;以及

[0211] d) 用归因于 ^{75}As 的计算的计数率代替由ICP-MS仪器记录的质量75的测量计数率。

[0212] 识别和校正分析序列

[0213] 针对通常发现具有分析序列(97种分析物的完整列表中的19种)的那些分析物,构造XY散点图,其表示在前20个样品中测量的分析物的计数率。要求分析人员基于两个图表的显示针对每一个确认或否定分析序列的存在。对于具有分析序列的数据,进行了许多计算以在数学上描述分析序列的形式(幂曲线),其参数决定要应用于原始数据的校正。为受影响的分析物的前20个样品计算的“真实”计数率替代由ICP-MS仪器记录的测量值。

[0214] 漂移校正

[0215] 为了解决任何仪器漂移(随着分析运行的进行仪器灵敏度变化),在运行ICP-MS时使用了三个内部标准物:铍(9Be ,用于分析物 7Li 至 ^{66}Zn),铑(^{103}Rh ,用于分析物 ^{69}Ga 至 ^{138}Ba)和铱(^{191}Ir 和 ^{193}Ir ,用于分析物 ^{139}La 至 ^{238}U)。所有样品都相对于彼此进行归一化,以校正已发生的任何仪器漂移。当运行ICP-AES时,使用了由5%v/v HNO_3 的洗涤水和18Meg Ω MilliQ

去离子水制成的漂洗溶液。

[0216] 原坯校正

[0217] 由于猪肉溶液表示溶解在酸性水溶液中的猪肉,因此样品中特定元素的测量计数率将表示样品和用于制备溶液的任何试剂中的实际(真实)量。原坯样品用于确定试剂的贡献,从而确定样品中的真实量。对于每个元素,从不少于三个原坯样品中确定中值计数率,并从所有样品(包括经认证的参考材料和内部标准)的测量计数率中减去这个值。在原坯样品记录值大于样品中找到的值(这将导致负计数率,并且因此导致样品中的负浓度,这在化学上都是不可能的)的情况下,将以不同的方式确定中值。

[0218] 根据CPS数据计算浓度(ppb)或(ppm)

[0219] 使用批准的分析物校准标准物,ICP-MS数据被转换成ppb数据,并且ICP-AES数据被转换成ppm数据。

[0220] 计算检测极限和确定的极限

[0221] 对ICP-MS使用0ppb溶液或对ICP-AES使用0ppm溶液,可以确定数据集的检测极限和确定的极限。优选地,记录为小于检测极限(DL)的所有分析数据都被0代替。

[0222] 移除辅助实验室溶液和内部标准物

[0223] 从数据集中移除所有辅助溶液(不表示猪肉标准物的实验室对照样品或从屠宰场获得的猪肉样品)。这包括原坯样品溶液、 HNO_3 和去离子水洗涤溶液、校准标准物和漂洗溶液样品。对于ICP-MS,将移除用于漂移校正的内部标准物。例如,内部标准物铍(^9Be)、铷(^{103}Rb)和铱(^{191}Ir 和 ^{193}Ir)被移除,因为这些元素被添加了已知量以允许进行漂移校正。

[0224] 识别和选择优选的同位素

[0225] 在使用ICP-MS测量给定元素的一个以上同位素的情况下,将进行识别最相关的同位素并移除该元素的任何其它同位素的过程。

[0226] 识别和选择优选的波长

[0227] 在使用ICP-AES测量给定元素的一个以上波长的情况下,将进行识别最相关的波长并移除该元素的任何其它同位素的过程。

[0228] 评估内部参考标准物的测量值

[0229] 将内部参考标准物(例如,猪肝、猪肌肉、培根、火腿的参考标准物)的已知值与这些标准物的测量值进行比较。这些标准物的每一个中超出指定范围的任何元素都被突出显示以供考虑。

[0230] 比较重复样品(数据集内)

[0231] 进行重复对的比较,并选择重复对中最可靠的样品。

[0232] 比较复制样品(数据集内)(开始/结束时分析10个样品)

[0233] 在分析运行的开始和结束时对所分析的10个样品进行比较。该比较用于指示分析序列校正是否成功。如果是这种情况,则选择在分析运行开始时分析的10个样品,并丢弃在分析运行结束时分析的那些复制样品。如果不是这种情况,则进行相反的处理。

[0234] 比较交叉样品(在数据集之间)

[0235] 通过测试实验室比较在两次单独的情况下分析的交叉样品,进行任何批次间差异的计算,并应用数学校正以消除任何差别。

[0236] 评估经认证的参考材料的测量值

[0237] NIST标准物1577c (牛肝) 和内部标准物 (例如, 猪肝、猪肌肉、培根、火腿的参考标准物) 的测量值将与经认证的/已知值进行比较, 以确定方法的准确性。如果测量值超出经认证的值的可接受范围, 则将进行校正并将其应用于所有样品 (不包括漂移溶液和仪器洗涤/冲洗溶液)。

[0238] 交叉校正后对内部标准物的重新检查

[0239] 交叉校正后, 对内部标准物进行重新检查以确保被测元素在指定的已知范围内。在这一点上, 已经进行了所有校正, 并且如果元素仍然落在指定范围之外, 则要求分析人员对分析物是否被接受或拒绝做出决定。

[0240] ICP-AES、ICP-CC-MS和ICP-MS数据的准备和合并

[0241] 优选地, ICP-AES数据被转换成ppb单位。具有元数据的完整的ICP-AES浓度数据集优选地被导入到ICP-MS模块中并与现有的ICP-MS样品数据和/或ICP-CC-MS样品数据合并。优选地, 样品数据是包括识别信息的元数据。识别信息优选地选自包括以下的组: 实验室代码、批号和样品识别代码。

[0242] ICP-AES、ICP-CC-MS和ICP-MS数据的交叉比较

[0243] 对于由ICP-MS和ICP-AES两者分析的元素, 将对由两个软件模块计算出的两个值进行比较。分析人员确定选择哪个值并将其合并到最终数据集中。对于通过ICP-AES、ICP-CC-MS和/或ICP-MS分析的元素 (例如, 铝、钒、铜和锌), 将比较由不同软件模块计算出的值。例如, 可以使用ICP-MS或ICP-CC-MS分析⁵¹V、⁵³Cr和⁷⁵As。确定要选择的值并将其合并到最终数据集中。

[0244] 数据导出

[0245] 优选地, 最终完成的浓度数据集被传输到数据库。优选地通过将最终完成的浓度数据集导出到数据库来实现传输。优选地, 最终完成的浓度数据集与元数据一起被导出到数据库。元数据优选地是识别信息。识别信息选自包括实验室代码、批号和样品识别代码的组。

[0246] 数据解释

[0247] 优选地, 对最终完成的浓度数据进行处理以提供表示多个参考样品的数据。优选地, 表示多个参考样品的数据是表示多个参考样品的多元素浓度分布图的形式。优选地, 基于样品的干重, 将多元素浓度分布表示为每种元素的十亿分之几 (ppb) 或百万分之几 (ppm)。优选地, 基于提交用于分析的样品的子样品的干重, 将多元素浓度分布表示为每种元素的十亿分之几 (ppb) 或百万分之几 (ppm)。优选地, 使用统计工具来处理表示多个参考样品的多元素浓度分布。统计工具优选地是多变量统计工具。优选地, 多变量统计工具选自包括以下的组: 线性判别分析 (LDA)、主成分分析 (PCA)、分层聚类的Wards方法、多项式模型 (MN)、支持向量机 (SVM)、混合判别分析 (MDA)、分类树 (CT) 和神经网络 (NN)。多变量统计工具优选地是LDA。优选地, 使用正向逐步模型进行LDA。该模型优选地具有0.00001的容忍水平和5%的显著性水平。LDA模型的准确性优选地使用交叉验证处理进行测试。优选地, 交叉验证处理包括样品的原始分析数据的比较。原始分析数据的比较优选地包括元素关联的比较。优选地, 交叉验证处理是留一法交叉验证。优选地, 处理表示多个参考样品的分析数据还包括将内脏组织数据的多元素浓度分布归一化为肌肉组织数据的多元素浓度分布, 以允许使用单个数据库用于所有生猪组织。

[0248] 优选地,归一化包括乘法因子的计算,该乘法因子使得能够将内脏组织中的化学浓度归一化为肌肉当量浓度。处理表示多个参考样品的分析数据优选地还包括将处理后的食品样品的多元素浓度分布归一化为肌肉组织样品的多元素浓度分布,以允许使用单个数据库用于所有猪样品。

[0249] 未知样品的追溯

[0250] 优选地,未知样品取自猪组织。猪组织优选地是生组织。生组织优选地是肌肉。优选地,肌肉选自腹肌。腹肌优选地是横肌。优选地,猪组织是内脏。内脏优选地选自舌、胃、心脏、肝脏或肾脏。优选地,舌组织取自垂直肌、横肌或舌肌。优选地,胃组织是取自本体、眼底或幽门窦的组织。心脏组织优选地是取自左心室壁、右心室壁、心室内隔膜、上心室壁或左心房壁的组织。优选地,肝组织是取自尾状叶的组织。组织优选地取自尾状叶,不包括任何静脉、动脉、脂肪组织和/或结缔组织。优选地,肾组织是取自肾皮质或肾锥体的组织。猪组织优选地是毛发。

[0251] 未知猪样品优选地取自猪肉食品。优选地,猪肉食品是加工食品。加工食品优选地选自全肌肉培根或火腿。优选地,猪肉食品是粉碎食品。粉碎食品选自萨拉米或香肠。

[0252] 优选地,未知猪样品为大约10g。优选地采用子样品进行化学消解和分析。优选地,子样品的湿重为大约2g。优选地获取子样品以排除任何实质性的脂肪。优选地,从子样品中去除多余的水分。优选地通过将子样品放置在纸巾上大约10分钟的时段来去除多余的水分。优选地记录子样品的湿重。优选地,进行子样品的干重分析。子样品优选地用硝酸和过氧化氢的混合物化学消解。优选地,化学消解在无菌聚丙烯管中进行。

[0253] 优选地,化学消解包括以下步骤:

[0254] a) 向包含样品的聚丙烯试管中添加5mL硝酸和2mL 30%的过氧化氢,

[0255] b) 将试管盖上;

[0256] c) 将硝酸:过氧化氢样品混合物在50℃下放置大约9个小时。

[0257] 优选地,通过以下步骤制备化学消解物用于分析:

[0258] a) 移除管盖并将消解液设置在90℃,使得其蒸发至1mL;以及

[0259] b) 用去离子水将溶液配制成30mL。

[0260] 优选地通过本文公开的方法分析未知猪样品的消解的子样品,以提供表示未知猪样品的数据。优选地,在将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较的步骤中使用LDA,从而识别未知猪样品。优选地,比较的步骤包括将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行积分,并使用正向逐步模型进行LDA,从而识别未知猪样品。优选地,可以在开始消解未知猪样品的子样品的大约24小时内生成报告。优选地,该方法还包括将报告存储到数据库。

[0261] 以下步骤:

[0262] (i) 在数据库中注册多个参考样品;

[0263] (ii) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;和/或

[0264] (iii) 在数据库中记录表示未知猪样品的数据,

[0265] 优选地通过与数据库通信的用户接口来实现,前提是用户具有如由管理员设置的权限。

[0266] 优选地,通过界面将报告提供给用户,前提是用户具有查看报告的权限,该权限由

管理员设置。

[0267] 本文还公开了一种用于报告未知猪样品的身份的系统,该系统包括:

[0268] (a) 用于在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的装置;

[0269] (b) 用于对于所述注册记录表示多个参考样品的数据的装置;

[0270] (c) 用于记录表示未知猪样品的数据的装置;

[0271] (d) 用于将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而识别未知猪样品的装置;以及

[0272] (e) 用于生成提供对未知猪样品的评估的报告的装置。

[0273] 本文还公开了一种用于报告未知猪样品的身份的计算机实现的系统,该计算机实现的系统包括处理器,该处理器被配置为:

[0274] (a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;

[0275] (b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;

[0276] (c) 记录表示未知猪样品的数据;

[0277] (d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而评估未知猪样品的身份;和/或

[0278] (e) 生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0279] 优选地,处理器还被配置为如本文所公开的那样处理分析数据。

[0280] 优选地,处理器连接到程序存储器、数据存储器、数据端口和数据库。

[0281] 程序存储器优选地是非暂态计算机可读介质。优选地,非暂态计算机可读介质选自硬盘驱动器、固态硬盘、DVD、USB驱动器或CD-ROM。

[0282] 数据存储器优选地是易失性存储器或非易失性存储器。易失性存储器优选地是RAM或高速缓存。非易失性存储器优选地选自:ROM或存储设备。存储设备优选地选自光盘驱动器、硬盘驱动器、存储服务器或云存储装置。优选地,数据存储器存储:注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的数据;表示注册的多个参考样品的数据;表示未知猪样品的数据;将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较从而评估未知猪样品的身份的信息;并且存储提供对未知猪样品的评估的报告。数据或信息优选地以选自以下的格式存储:CSV、TSV、查找表和图形。

[0283] 数据端口优选地是用于接收和传输数据的端口。数据端口优选地是通信端口或用户端口。优选地,数据端口是网络连接、存储器接口、处理器单元的芯片封装的引脚,或逻辑端口,诸如IP套接字或存储在程序存储器中并由处理器单元执行的函数的参数。通信端口优选地提供多个通信链路。优选地,链路连接到一个或多个远程计算系统。远程计算机系统优选地是远程服务器、个人计算机、终端、无线或手持式计算设备。优选地,例如经由以太网电缆将链路硬连线。链接优选地经由Wi-Fi网络、3G、互联网或其任何组合来操作。

[0284] 优选地,数据库与远程计算机系统通信。优选地,数据库是远程计算机系统的一部分。数据库优选地与远程计算机系统分离。数据库优选地驻留在盘或其它存储设备上。优选地,处理器单元可以访问数据库,以将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而评估未知猪样品的身份。数据库优选地是客户关系管理(CRM)数据库。优选地,数据库被管理。

[0285] 优选地,数据库存储:注册参考个体猪或一组猪的多个样品的数据;表示注册的多

个参考样品的数据；表示未知猪样品的数据；将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较从而评估未知猪样品的身份的信息；并且存储提供对未知猪样品的评估的报告。数据或信息优选地以选自以下的格式存储：CSV、TSV、查找表和图形。

[0286] 优选地，处理器包括：

[0287] (a) 注册模块，其被配置为在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品；

[0288] (b) 参考模块，其被配置为对于所述注册记录表示多个参考样品的数据；

[0289] (c) 样品模块，其被配置为记录表示未知猪样品的数据；

[0290] (d) 询问模块，其被配置为将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较，从而识别未知猪样品；和/或

[0291] (e) 报告模块，其被配置为生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0292] 优选地，任何分析数据的接收可以在其中分析数据被处理并且然后被接收的步骤之前。处理优选地包括处理分析数据以进行质量保证。优选地，处理包括如本文所公开的过滤分析数据。因此，处理器优选地还包括用于过滤分析数据的质量保证模块。

[0293] 优选地，模块被实现为硬件或软件或其组合。模块优选地彼此分开。优选地，模块被组合。优选地，模块被布置为彼此通信。模块优选地被布置为彼此通信以及与处理器单元通信。模块优选地彼此集成为单个硬件封装。优选地，模块作为单个软件包彼此集成。包优选地具有所有模块的功能。模块优选地彼此隔离并且彼此通信，即使它们是单个包的一部分。模块优选地是处理器内的软件模块，或者作为存储在程序存储器或数据存储器上的软件指令。

[0294] 计算机系统优选地由具有用户接口装置的服务器或计算机设备来实现，用户可以通过该用户接口装置与计算机系统通信。优选地，用户接口装置是图形用户接口。

[0295] 优选地，服务器由任何适当的计算体系架构来实现。计算体系架构优选地是独立的PC、客户端/服务器体系架构、终端/大型机体系架构或膝上型电脑。

[0296] 计算设备优选地提供接口装置，用户可以通过该接口装置将信息输入到计算系统中。优选地，计算设备还包括用于向用户显示信息的显示器。信息优选地是提供对未知猪样品的身份的评估的报告，前提是用户具有查看报告的权限，该权限由管理员设置。

[0297] 计算系统被适当地编程以执行如本文所公开的报告未知猪样品的身份的方法。

[0298] 现在将参考图2描述报告未知猪样品的身份的方法的示例。

[0299] 该方法开始于在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品 (201)。在该步骤之后，对于所述注册记录表示多个参考样品的数据 (202)，在这之后，在数据库中记录表示未知猪样品的数据 (203)。该方法继续比较表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据，从而通过注册评估未知猪样品的身份 (204)。该方法以生成提供对未知猪样品的身份的评估的报告的步骤 (205) 结束。

[0300] 图3A描绘了用于实现图2所示的报告未知猪样品的身份的方法的计算机系统的示例。

[0301] 计算机系统 (300) 包括处理器 (301)，该处理器被配置为：

[0302] (a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品 (306)；

[0303] (b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据；

[0304] (c) 记录表示未知猪样品的数据,

[0305] (d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而识别未知猪样品;和/或

[0306] (e) 生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0307] 处理器还被配置为如本文所公开的那样处理分析数据。

[0308] 处理器301连接到程序存储器(302)、数据存储器(303)、数据端口(图3A引用通信端口304和用户端口305)以及数据库(306)。

[0309] 程序存储器302可以是非暂态计算机可读介质,诸如硬盘驱动器、固态硬盘、DVD、USB驱动器或CD-ROM。

[0310] 数据存储器303可以是易失性存储器或非易失性存储器,其中易失性存储器可以是RAM或高速缓存,并且其中非易失性存储器可以是ROM或存储设备。存储设备可以是光盘驱动器、硬盘驱动器、存储服务器或云存储装置。数据存储器303可以存储:注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的数据;存储表示注册的多个参考样品的数据;存储表示未知猪样品的数据;存储将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较从而识别未知猪样品的信息;并且存储提供对未知猪样品的评估的报告。数据可以以例如CSV、TSV格式或例如作为查找表或图形被存储。

[0311] 数据端口可以是用于接收和传输数据的任何端口(图3A引用通信端口304和用户端口305)。因此,将认识到数据端口可以是网络连接、存储器接口、处理器单元的芯片封装的引脚,或逻辑端口,诸如IP套接字或存储在程序存储器中并由处理器单元执行的函数的参数。通信端口304被设计为提供可以连接到一个或多个远程计算系统(例如服务器(308))的多个通信链路(307)。远程计算机系统也可以是个人计算机、终端、无线或手持式计算设备。例如,可以经由以太网电缆将链路硬连线。链接也可以经由Wi-Fi网络、3G、互联网或其任何组合来操作。

[0312] 数据库306可以与如图3A所示的计算设备309或服务器308通信。数据库可以是如图3A所示的计算机系统的一部分,或者是分离的。数据库可以驻留在盘或其它存储设备上。数据库可以是客户关系管理(CRM)数据库。将认识到数据库根据商定的一组业务规则被管理。

[0313] 数据库可以存储:注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的数据;表示注册的多个参考样品的数据;表示未知猪样品的数据;将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较从而评估未知猪样品的身份的信息;以及提供对未知猪样品的评估的报告。数据或信息可以以选自以下的格式存储:CSV、TSV、查找表和图形。

[0314] 计算机系统可以由服务器(例如服务器308)或计算机设备(诸如309)来实现。服务器或计算机设备可以具有用户接口装置(图3A示出了计算机设备的用户接口(310)),用户(311)可以通过该用户接口与计算机系统通信。用户接口装置可以是图形用户接口的形式,用户(311)可以通过该图形用户接口例如将信息输入到计算系统中。

[0315] 服务器可以由任何适当的计算体系架构来实现,例如,独立的PC、客户端/服务器体系架构、终端/大型机体系架构或膝上型电脑。

[0316] 计算设备还可以包括用于向用户显示信息的显示器(312)。信息可以包括提供对未知猪样品的身份的评估的报告,前提是用户具有查看报告的权限,该权限由管理员设置。

[0317] 在操作中,作为存储在程序存储器或数据存储器上的可执行程序的软件使处理器执行图2所示的方法,即,处理器:

[0318] (a) 在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;

[0319] (b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;

[0320] (c) 记录表示未知猪样品的数据,

[0321] (d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而识别未知猪样品;以及

[0322] (e) 生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0323] 在操作中,处理器可以从数据存储器303或从通信端口304和/或用户端口305接收在数据库306中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品的请求,数据存储器303或通信端口304和/或用户端口305连接到计算机设备309或服务器308,计算机设备309或服务器308具有用户接口310,用户316可以通过该用户接口310输入请求。然后,处理器可以对于所述注册记录表示多个参考样品的数据,并进而记录表示未知猪样品的数据。此后,处理器301可以访问例如数据库306,以将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而评估未知猪样品的身份。然后,处理器生成报告,该报告提供对未知猪样品的评估,该报告通过通信端口305被传输到例如计算机设备309,然后通过显示器312显示给用户311,前提是用户具有查看报告的权限,该权限由管理员设置。

[0324] 应该理解的是,在由计算机系统任何数据(诸如分析数据)的记录之前,可以进行处理数据的步骤。处理器还可以还被配置为如本文公开的那样处理分析数据。例如,如本文所公开的,处理器可以被配置为处理分析数据以进行质量保证。

[0325] 图3B描绘了用于实现图2中的报告未知猪样品的身份的方法的计算机系统的另一个示例。图3B的示例是图3A所示的示例的变型,并且相似的特征被相同地编号。但是,与图3A所示的示例计算机系统相比,图3B所示的示例计算机系统的处理器包括:

[0326] (a) 注册模块(313),其被配置为在数据库中注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品(306);

[0327] (b) 参考模块(314),其被配置为对于所述注册记录表示多个参考样品的数据记录;

[0328] (c) 样品模块(315),其被配置为记录表示未知猪样品的数据;

[0329] (d) 询问模块(316),其被配置为将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而识别未知猪样品;

[0330] (e) 报告模块(317),其被配置为生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0331] 任何接收分析数据之前都可以执行其中分析数据被处理并且然后被接收的步骤。处理可以包括处理分析数据以进行质量保证,诸如过滤分析数据。因此,处理器还可以包括如本文所公开的用于过滤分析数据的质量保证模块(在图3B中未示出质量保证模块)。

[0332] 模块可以被实现为硬件或软件或其组合。模块优选地被实现为可以彼此交互或彼此接口的单独的软件程序。模块可以被实现为可以彼此交互或彼此接口的单独的硬件设备。模块可以彼此组合或分离。模块可以被布置为彼此和/或与处理器单元通信。模块可以作为单个硬件包或作为单个软件包彼此集成。

[0333] 包可以具有所有模块的功能。模块可以彼此隔离并相互通信,即使它们是单个包

的一部分。如图3B所示,模块位于处理器内。模块可以是存储在系统的易失性或非易失性存储器上的软件指令。模块可以是存储在系统的程序存储器上的软件指令。软件指令可以使处理器执行图2所示的报告未知猪样品的身份的方法,即,处理器:

[0334] (a) 注册涉及个体猪动物或一组猪动物的多个样品;

[0335] (b) 对于所述注册记录表示多个参考样品的数据;

[0336] (c) 记录表示未知猪样品的数据,

[0337] (d) 将表示未知猪样品的数据与表示多个参考样品的数据进行比较,从而识别未知猪样品;以及

[0338] (e) 生成提供对未知猪样品的评估的报告。

[0339] 参考图4A和图4B,流程图中的起始点示出了用于报告未知猪样品的身份的算法,该起始点表示进行追溯的决定。应该认识到的是,在许多场景下可以请求追溯。这些场景包括:

[0340] 响应于食品安全事件。

[0341] 消费者对肉的样品进行追溯。

[0342] 公司希望对其自己的产品进行追溯以显示现有或潜在客户。

[0343] 公司希望对其产品进行追溯,因为他们相信已发生产品的替换或已发生涉及产品的事故。

[0344] 政府机构希望进行追溯。例如,由于已分析的NRS样品存在问题,NRS(国家残留物调查)希望进行追溯。在另一个示例中,可能进口国由于涉嫌检测到违禁物质而中止加工者。在这种情况下,由于这种检测,农业和水资源部可能会请求追溯。

[0345] 行业机构希望进行追溯。例如,澳大利亚猪肉有限公司由于第三方提供的诸如产品替换、出处声明的信息而请求追溯。

[0346] 在Physi-Trace™管理批准追溯请求后,发送猪肉的样品和所有文档用于分析。使用了Physi-Trace™猪肉肌肉数据库(401)。NVD和纸质试验给出了日期/原产地区域的指示(402),并相应地对数据库进行过滤(403),即,仅保留被质疑样品的日期的±3周的数据集。将认识到,修订后的数据库现在包含与样品有关的数据(404)。

[0347] 然后考虑组织类型的问题(405)。如果组织是已知的,则将其输入到数据库中(406),并调出该组织类型的预设元素(407),并按组织类型过滤数据库(408)。将认识到的是,如果组织类型是猪肉肌肉,则数据库保持不变。如果已知的组织类型是内脏或加工食物,则进行过滤步骤(408)。

[0348] 如果组织是未知的,则执行将数据输入数据库(409)、进行LDA(410)和过滤(408)的步骤。结果是经过滤的数据库(B)(411)。

[0349] 然后考虑样品是否被处理的问题(412)。如果是,则调出针对加工猪肉的预设元素(413),过滤数据库(B)(414)以在(415)处给出数据库(C)。数据库(C)仅包含火腿或培根数据。如果对上述问题的回答为“否”,则在步骤416处通过删除所有针对加工样品的数据来过滤数据库(B)。应该认识到的是,步骤417处的数据库(D)现在包含猪肉肌肉数据或内脏数据。

[0350] 在步骤418处,然后考虑可追溯性文档和可追溯性信息的可用性。

[0351] 如果此类可追溯性文档和信息可用,则相应地过滤数据库。步骤419至422处理其

中屠宰单信息可用的情况。如果屠宰单信息可用,则将其输入(419),通过屠宰批次过滤数据库(420)以得到数据库(G)。基于文身进行迭代LDA(422),并且生成报告(423),该报告可以根据由管理员设置的商业规则被提供给用户。

[0352] 步骤424至427处理其中区域信息可用的情况。输入该区域信息(424),对数据库进行过滤(425),结果是过滤后的数据库(F)(426)。基于屠宰批次进行迭代LDA(427),并且将其馈送到步骤420中,该步骤420按屠宰批次处理数据库过滤。

[0353] 步骤428至431处理其中国家信息可用的情况。如果该信息与澳大利亚相关,则进行将其输入数据库(428)和过滤数据库(429)的步骤。结果是经过滤的数据库(E)(426)。基于区域(431)进行迭代LDA,并将其馈送到步骤425中,步骤425按区域处理数据库过滤。如果国家信息与澳大利亚无关,则生成报告(432)。

[0354] 如果可追溯性文档和信息不可用,则对样品进行分析(433),并进行基于国家的LDA(434)。如果结果表明原产地国家是澳大利亚,则将样品信息添加到数据库(E)以进一步处理。如果结果表明原产地国家不是澳大利亚,则生成报告,追溯结束,并根据由管理员设置的商业规则将报告提供给用户。

[0355] 图5示出了如图4A和图4B所示的用于报告未知猪样品(例如未知猪肌肉样品或未知内脏样品)的身的系统的一个示例的示意图。将认识到的是,图5描绘了作为系统的用户311的猪动物的生产者、猪动物的加工者和分析猪样品的实验室之间的关系。此外,描绘了计算机系统300、计算机系统模块(图5中示出了询问模块316和质量保证(QA)模块(501))和数据库306。计算机系统由具有用户接口315的服务器308实现,该用户接口在图5中被描述为Web门户。服务器本身可以通过选自以下的任何适当的计算体系架构来实现:独立PC、客户端/服务器体系架构、终端大型机。图5中的两个虚线方框描绘了客户端/服务器体系架构。

[0356] 将认识到的是,可以是客户关系管理(CRM)数据库形式的数据库306与Web门户进行通信,通过该Web门户可以输入和输出数据/信息。猪动物加工者可以将已经按照本文描述的样品收集规则收集的猪动物样品的详细信息上传到Web门户。例如,猪动物加工者可以通过适当的文身字段将文身的详细信息上传到Web门户。猪动物加工者还可以上传通过扫描由加工者施加的包括PIC和文身信息的尸体标签收集的猪样品的详细信息。应该理解的是,该系统具有功能,使得如果针对文身有多个PIC,或反之亦然,则处理器可以向系统通知根据适当的数据输入样品来自哪个PIC。然后,将从该生产者的CRM记录中识别APL PigPass注册号,从而确保根据正确的场所记录样品。猪动物加工者还根据本文所述的样品处理和运输方案将样品提供给实验室进行分析。在实验室根据本文所述的消解和分析方法处理样品之后,可以将分析数据(例如以CSV格式)上传到Web门户。

[0357] 如图5所示,数据可以被发送到质量保证模块(501),该模块如本文所述那样处理数据。在这个示例中,滤波后的数据被传输到数据库,然后被传输到询问模块316以评估猪动物样品的身份。生成提供对未知猪样品的身份的评估的报告。应当认识到的是,报告可以通过数据库306和Web门户提供给用户311,诸如猪动物加工者,前提是加工者具有查看报告的权限,该权限由管理员设置。将认识到,计算机系统可以通过电子邮件或类似的通信方式通知猪加工者和要进行分析的样品实验室。

[0358] 图6示出了图5的系统,其中数据的质量保证和评估未知猪样品的身份的数据的询

问是手动进行的(而不是由计算机系统的质量保证和询问模块进行)。在用于报告未知猪样品的身份的系统的这个示例中,由加工者或实验室接收的数据由管理员手动输入到数据库306中(在图6中示出为601),而无需使用Web门户。分析数据由实验室手动处理,以进行质量保证,并且数据的查询由人工进行。由计算机系统生成提供对未知猪样品的身份的评估的报告,并将其转发给管理员,管理员随后将报告提供给用户,在本例中为猪动物加工者。

[0359] 示例

[0360] 示例1

[0361] 样品收集、收集规则和样品运输

[0362] 采样方案基于在给定一周内屠宰的猪的数量以及该周出现的独特文身的数量。对于每个独特的文身,在该周内屠宰的所有猪都被总计。如果在该周内对于给定文身屠宰的猪总数为1000或更多,则获取10个样品。如果对于给定文身屠宰的猪总数在100到999之间,则获取5个样品。如果对于给定文身屠宰的猪总数在30到99之间,则获取3个样品。如果对于给定文身屠宰的猪总数少于30个,则无需取样。

[0363] 例如,如果文身RAR在星期一出现两次(每个批次25和25个猪),并且在星期四出现一次,其中有51个猪,那么总数将是101个猪。因此需要5个样品。这5个样品可以在星期一或在星期一和星期四获取。

[0364] 详细方案

[0365] 该过程与所有屠宰场相关。注意的是,该采样方案是每周方案,这意味着获取的样本的数量取决于每周累积的总数。

[0366] 在每周的星期日,检查整周(接下来的7天)的屠宰计划。将所有独特的文身与针对该独特文身要屠宰的猪的总数分组。这是每周采样计划。例如,考虑其中屠宰场仅在3天工作的一周(参见表2)。

[0367] 该周所有屠宰批次都有8个独特文身:RAR、GSL、LJS、ABC、XYZ、SGI、SFT和BEC。

[0368] 文身RAR在1/4/2014的屠宰单上出现3次,并且在3/4/2014的屠宰单上出现一次。在该周从RAR中屠宰的猪的累计总数将为 $170 \times 4 = 680$ 。

[0369] 由于680个猪介于100到999之间,因此对于文身RAR需要获取5个样品。每当屠宰场决定时,就可以获取这5个样品:即,全部5个样品可以取自1/4/2014的批次1,或者它们可以散布在当日的3个批次之间或一周期间的4个批次中。

[0370] 类似地,文身GSL在1/4/2014出现一次,在2/4/2014出现3次,并且在3/4/2014出现一次,累计要屠宰1070个猪。因此,需要该文身的10个样品。再次,样品可以取自全部5个屠宰批次或仅取自一个屠宰批次。

[0371] 到达日期:1/04/2014

[0372] 到达

[0373]

1		RAR	农场1	170	雌性
2		RAR	农场1	170	阉割
3		RAR	农场1	170	雌性
4		GSL	农场2	216	雌性
5		LJS	农场3	136	混合
6		ABC	农场4	99	混合

7		XYZ	农场5	10	混合
---	--	-----	-----	----	----

[0374] 到达日期:2/04/2014

[0375] 到达

[0376]

1		GSL	农场2	212	雌性
2		XYZ	农场5	15	混合
3		SGI	农场6	309	阉割
4		GSL	农场2	210	阉割
5		GSL	农场2	210	阉割
6		SFT	农场7	200	雌性
7		SGI	农场6	310	雌性

[0377] 到达日期:3/04/2014

[0378] 到达

[0379]

1		RAR	农场1	170	雌性
2		BEC	农场8	170	阉割
3		BEC	农场8	170	阉割
4		SGI	农场6	337	混合
5		GSL	农场2	212	阉割
6		SGI	农场6	310	雌性

[0380] 表2. 表示即将到来的几周的屠宰计划的屠宰单。

[0381] (1) 以这种方式,基于以下计划确定需要获取的样品的数量:对于一周内包含少于30个猪的文身不需要样品。上面屠宰单中在这个类别中的唯一文身是XYZ (25个猪)。

[0382] 如果文身在其(一个或多个)批次中有30至100个猪被屠宰,则获取3个样品。注意的是,在上面的示例中,只有一个独特文身(ABC)属于此类别。

[0383] 如果文身在该周内100至1000个猪被屠宰,则获取5个样品。在上面的示例中,大多数文身属于此类别。

[0384] 如果文身在该周内有多于1000个猪被屠宰,则获取10个样品。

[0385] 注意:样品应取自带有文身码的不同屠体。

[0386] (2) 在确定给定一周内将获取的样品的数量后,预留此数量的样品小瓶用于收集。建议在条形码标签上提供的空白上用永久性标记写下相应的文身码。

[0387] (3) 整个一周从每个文身码中获取适当数量的样品。记录每个样品的小瓶条形码(使用手持式条形码读取器)和屠体票据条形码。还记录条形码标签上的文身编号,以防止条形码读取器发生故障。

[0388] (4) 然后将获取的每个样品添加到电子表格中,该电子表格称为下一节中描述的{Abattoir} Physi-Trace™样品电子表格(csv或xls电子表格)。

[0389] (5) 在下一个星期日,再次检查接下来一周的屠宰计划,并重复该处理。

[0390] (6) 样品应每周分批保存在冰箱中(根据下面的“存储方案”部分)。

[0391] (1) 所有样品,包括用于存储的样品和指定用于分析的样品,都记录在csv或xls电子表格中。该电子表格被称为“{Abattoir} Physi-Trace™”电子表格。

[0392] (2) 将文件命名为“PT Samples XXX YYMMDD”;

- [0393] 其中XXX表示加工场,例如,XXX-猪肉加工公司
- [0394] YYMMDD表示文件内包含的最终屠宰日期
- [0395] (3) 每个文件包含以下字段:
- [0396] 屠宰日期(killdate)
- [0397] 样品识别Physi-Trace™条形码(physibarcodes)
- [0398] 身体编号(bodyno)
- [0399] 文身(tattoo)
- [0400] 生产者名称(name)
- [0401] 下面详细说明以csv格式的所需数据的示例:
- [0402] 屠宰日期,样品识别,身体编号,文身,生产者名称
- [0403] 23/11/2010,Pt000011,310,3XXX,Jones' Piggery
- [0404] 23/11/2010,Pt000012,308,3XXX,Jones' Piggery
- [0405] 23/11/2010,Pt000019,293,3XXX,Jones' Piggery
- [0406] 23/11/2010,Pt000031,1825,3XYZ,Smith Pastoral Co.
- [0407] 23/11/2010,Pt000032,1787,3XYZ,Smith Pastoral Co..
- [0408] 23/11/2010,Pt000033,296,3XXX,Jones' Piggery
- [0409] 23/11/2010,Pt000034,1776,3XYZ,Smith Pastoral Co.
- [0410] 存储方案
- [0411] (1) 所有样品应保存在冰箱温度(-18℃)。
- [0412] (2) 样品应按月存放,优选地分组在盒子中以便于识别和取用。
- [0413] (3) 样品保存期为1年。
- [0414] (4) APL将定期请求样品进行分析。这些样品将被移除并送至Physi-Trace™管理员指定的实验室进行处理(参见下面的运输方案)。
- [0415] (5) APL每个月都会指示所有加工者销毁一年前收集的样品。
- [0416] (6) 工厂负责移除这些样品及其销毁。
- [0417] 运输方案
- [0418] 样品管
- [0419] (1) 定期将成箱的样品收集管派发至屠宰场。
- [0420] (2) 如果当前的样品收集管库存不足,则将新的样品收集管派发至屠宰场。
- [0421] 用于分析的样品
- [0422] (1) 一旦已识别用于分析的样品(对于相应的月度框)(这将由APL最初确定),就将样品管放在塑料袋中并且将该袋包裹在具有干冰/冷冻砖的便携式冷却器(携带式冰盒)中并用胶带密封。如果使用聚苯乙烯盒,则将聚苯乙烯盒放入到纸板盒中,以减少损坏的可能性。
- [0423] (3) 联系相关快递收取携带式冰盒。样品应通过航空快递发送。
- [0424] 示例2
- [0425] 猪肉肌肉分析和追溯
- [0426] 实施例2中提出的研究的目的是建立是否可以实现较低频率的采样和分析,同时仍维持对猪肉肌肉成功进行追溯调查至原产地的加工者或原产地的文身码的能力。这项研

究的目的还在于建立现有可追溯性数据库对与当前样品相关联的数据的适用性,从而确定是否可以将现有数据库用作对相关文身码的基本分布的独立参考,或者是否必须定期对数据库进行更新以维持其功效。

[0427] 材料

[0428] 实验室级硝酸 HNO_3 和30% v/v过氧化氢 H_2O_2 是通过Univar从Ajax Finechem Pty.Ltd.获得的。硝酸是使用由德国Quarzglas Komponenten und Services QCS GmbH生产的沸腾石英蒸馏器蒸馏的。在使用前,针对本研究中确定的所有分析物的浓度,对最终的重蒸馏酸和过氧化氢进行分析作为质量控制检查。无菌聚丙烯管(50mL体积)从Greiner Bio-one获得,并维持为一次性使用的反应容器。经认证的参考材料(CRM),包括加拿大国家研究委员会(NRC-CNRC)狗鱼肝CRM(DOLT4);鱼蛋白CRM(DORM3);以及龙虾肝胰腺CRM(TORT2)以及NCS DC73347(中国国家分析中心)和内部猪肉肌肉标准物被用作标准物。内部猪肉肌肉标准物是通过获取猪肉肌肉(Weirs Butchers,Nedlands)、去除脂肪和筋骨并在标准钢绞碎机中切碎肌肉而制备的。切碎的肌肉组织被冷冻干燥,然后使用Braun Mill使之均匀。存储的猪肉肌肉标准物在 -9°C 下被冷冻。

[0429] 样品制备与分析

[0430] 接收标记的样品收集管,其中包含约10g来自个体动物的肌肉。将瘦肉的子样品(约2g湿质量)放入到标记的预先称重的反应容器中。将酸/过氧化物溶液(6mL HNO_3 和2mL H_2O_2)添加到每个容器中,并在 50°C 下过夜加热。将温度升高至约 100°C ,并将体积缩减至大约1mL。然后使用高纯度18Meg Ω 水将样品补足至30mL。

[0431] 每批还包括试剂原坯,CRMs DOLT-4和TORT-2(加拿大国家研究委员会),NCS DC73347(中国国家分析中心)和内部冷冻干猪肉标准物,以确保准确性并促进数据归一化。

[0432] 将每种CRM和内部冷冻干燥标准物的约0.2-0.5g准确称重到反应容器中,并按与肌肉样品相同的方式进行消解。溶液的元素浓度如下文仪器部分所述确定。

[0433] 仪器

[0434] 使用Thermo Scientific iCAP 6500 Duo电感耦合等离子体原子发射分光光度计和在标准物和/或氦气碰撞池模式下运行的Agilent7700x电感耦合等离子体质谱仪进行痕量元素浓度的确定。典型的工作参数如下表3和表4所示。

[0435]

参数	ICP-AES
RF功率	1150W
辅助气流	0.8L/分钟
雾化器气流	0.60L/分钟
冷却液气流	12L/分钟
冲洗泵速率	100rpm
分析泵率	70rpm
泵稳定时间	10秒
蠕动泵管	PVC 0.76毫米直径
5% v/v HNO_3 冲洗时间	15秒
样品冲洗时间	25秒
最大整合时间	30秒

[0436] 表3. ICP-AES的典型工作参数

	ICP-MS	ICP-CC-MS
RF 功率	1500 W	1500 W
载气流	1.02 L/分钟	1.02 L/分钟
辅助气流	0.9 L/分钟	0.9 L/分钟
雾化器泵	0.13 rps	0.13 rps
界面锥	铂	铂
欧米茄偏置	-50 V	-80 V
欧米茄镜头	10.5 V	8.6 V
池入口孔	-40 V	-40 V
池出口孔	-52 V	-62 V
板偏置	-43 V	-35 V
氦气流量	0 mL/分钟	4.5 mL/分钟
八极 RF	160 V	160 V
八极偏置	-11 V	-12.2 V
四极	-6 V	-7.2 V
5% v/v HNO₃ 冲洗	20 秒	20 秒
样品冲洗时间	25 秒	25 秒
整合时间	0.1 秒	0.1 秒

[0439] 表4. ICP-MS和ICP-CC-MS的典型工作参数

[0440] 在每次分析运行的开始和结束时,都要对来自澳大利亚默克化工公司 (Merck Chemicals Australia) 的原坯和多元素校准标准物进行分析。在分析之前,将由剩余样品溶液的均质样品组成的洗脱溶液用于调整和调理 ICP-MS,并在分析运行开始时洗脱所有标准溶液残留物。为了解决 ICP-AES 分析过程中的任何仪器漂移 (仪器灵敏度随着分析运行的进行而变化),在每八个样品之后运行由 5% v/v HNO₃ 洗涤样品和 18MΩ 去离子水样品组成的漂移溶液。该溶液有助于进行回溯漂移校正,因为所有样品均已针对发生的任何仪器漂移进行了线性校正。为了解决 ICP-MS 分析过程中的任何仪器漂移,使用了三个内部标准物:铍 (用于分析物⁷Li至⁶⁶Zn)、铯 (用于分析物⁶⁹Ga至¹³⁸Ba) 和铀 (用于分析物¹³⁹La至²³⁸U)。在这种情况下,所有样品都相对于彼此进行归一化,以校正发生的任何仪器漂移。为了确保批次之

间的可比性,在每个分析运行中分析了先前分析中的交叉样品。使用CRM (DOLT-4,TORT-2和NCSDC73347) 评估数据的质量。

[0441] 表5中详细列出了个别分析运行的典型样品序列,不包括ICP-AES中的漂移溶液。

[0442]

样品类型	目的
校准标准物	将由仪器测量的每秒计数转换为浓度
洗脱 1-5	冲洗管路并最小化分析序列/残留的发生
原坯 1-3	确定样品制备过程中是否发生任何污染事件并处理背景签名
洗脱 6-10	冲洗管路并最小化分析序列/残留的发生
1577c 牛 肝 CRM 1-3	确定消解和分析运行的准确性
样品 1-n	所有样品被分组为组织类型
重复 1-n	每种组织类型三个重复,以确定测量的可重复性
交叉 1-n	分析每种组织类型的三个重复和前一次运行的三个肌肉交叉,以便于将数据归一化到给定数据库来实现可比性
校准标准物	访问校准和内标标准化的准确性

[0443]

[0444] 表5利用ICP-AES和ICP-MS的分析样品序列。注意的是,运行漂移溶液以评估仪器检测灵敏度的漂移(对于ICP-AES每八个样品)。

[0445] 数据解释

[0446] 使用了一系列化学计量学统计工具来评估多元素分布的重要性及其相互之间的关系。这些包括线性判别分析(LDA)、主成分分析(PCA)和分层聚类的Wards方法。LDA使用正向逐步模型进行,其中公差水平为0.0001并且显著性水平为5%。为了评估模型的准确性,执行了留一法交叉验证。基于带自动截断的类别之间的差别使用欧几里德差异对集结层次的Wards方法进行建模。所有数据解释和分析都使用XL STAT**2012**©进行。

[0447] 猪肉肌肉回溯

[0448] 提供了三批样品(表6),其屠宰日期从2011年12月至2012年8月。对这些706个样品确定的数据进行了处理、归一化并合并到现有的Physi-Trace™数据库中。

[0449]

	工厂A	工厂B
批次1	2012年5月(69)	2012年5月(184)
批次2	2012年2月(69)	2011年12月(123)

批次3	2012年8月(66)	2012年3月(195)
-----	-------------	--------------

[0450] 表6提供用于分析的样品的采样日期(括号中详细列出了样品数量)。

[0451] 使用来自所有三个批次的相同文身码的样品,从每个批次中选择八个样品作为未知样品。选择这些文身码来表示两个加工厂,既使用高频文身码(来自工厂A的农场A和农场B;来自工厂B的农场X和农场Y)又使用低频文身码(来自工厂A的农场C和工厂D;来自工厂B的农场U和农场W)。

[0452] 对每个批次的每个“未知”样品进行追溯,使用本文所述的方案将样品关联回四个单独的数据库组。这些数据库组包括单个批次内的数据(缩减的当前数据库)、三个新批次(扩展的当前数据库)、不包含新数据的现有Physi-Trace™数据库,以及最终到整个数据库(现有数据库加上该当前批次)。

[0453] 原产地的加工者的识别

[0454] 参考四个数据库组中的三个,使用正向逐步LDA将这三批的所有未知样品成功地关联回到其原产地的加工者。对于所有数据库组,与涉及现有Physi-Trace™数据库的任何组合相比,在考虑来自新批次的数据时,用于识别原产地的加工者的判别模型展现出较高的正确分类率(99%比93%)。虽然分类率中观察到的变化很小,但是这归因于新批次中包含的组数量减少(两个加工者而不是四个),因此减少了每个组中数据的散布(较低的样品数量),使得没有考虑随时间发生的内部变化。此外,涉及的两个加工者(工厂A和工厂B)由于其位置所致的大的地理差异而导致在元素上存在很大差异。当对数据进行加工者分类而不包含任何新的数据批次(仅将未知样品与现有Physi-Trace™数据库相关)时,这特别明显,从而导致对工厂B中50%的未知样品进行错误分类。因此,当加工者存在于数据库中时,只要一些当前数据可用,就可能将未知样品粗分类到其原产地的加工者。但是,将当前样品与现有的当前数据库结合会产生最稳健的统计模型。

[0455] 原产地的文身码的识别

[0456] 当使用来自2011年12月的工厂B数据调查将未知样品分类到其原产地的文身码时,有可能生成分别正确分类96.7%和100%的估计值和验证集的判别模型,从而正确地预测该特定未知样品源自文身码农场W。与该模型相关联的判别图被包括在图7中。

[0457] 对于其它未知样品,小数量可用于构造判别模型的样品导致不确定的、过度拟合的模型。应该认识到的是,为了成功将猪肉肌肉追溯到原产地的文身码,重要的是在数据库中包括足够的数据库以适当地定义每个文身群体中的变化。因此,为了提高对未知样品进行分类的能力,应在判别模型的初始构造中包括附加样品。优选地,与当前样品的分布相比,这些附加样品的每个组(文身码)的分布之间不会有显著的变化。

[0458] 测试定期数据库更新的要求

[0459] 如上所述,该研究还旨在建立现有可追溯性数据库对与当前样品相关联的数据的适用性,从而确定是否可以将现有数据库用作对相关文身码的元素分布的独立参考或是否必须定期更新数据库来维持其功效。使用与以前所使用的相同的每批八个样品进行了一系列类似的追溯调查。参考所有三个新的数据批次(706个样品)、现有数据库(2982个样品)及其相关联的新数据批次和现有数据库的组合,对这些样品的分类进行了询问。

[0460] 当将用于追溯调查的参考数据库扩展到包括“国家畜牧业可追溯性绩效标准项目”期间收集的所有数据(3批次,706个样品)时,观察到成功率的提高。在24个追溯调查中,

成功将四个未知样品分类到其原产地的加工者。这四个未知样品与两个加工者相关联(一个来自工厂B,三个来自工厂A),并包括高频和低频文身码。追溯的这种改进的成功可以归因于附加数据,该附加数据有助于对文身码内和文身码之间的变化进行更大的定义。但是,追溯调查的17%(4/24)的成功率与利用现有Physi-Trace™数据库的先前研究中所取得的成功不匹配。因此,重复了追溯调查,仅与现有的Physi-Trace™数据库进行比较。这使得24个未知样品中的两个样品(8%)被正确分类到其原产地的文身码。因此,虽然改进了文身码之间和文身码内的变化的定义,但似乎现有的Physi-Trace™数据库无法充分表示当前数据。因此,对现有Physi-Trace™数据库与国家畜牧业可追溯性绩效标准项目的新数据的结合进行了调查。

[0461] 当考虑到2011年12月屠宰日期的工厂B样品时,大多数追溯都是成功的。四个未知样品中的三个可以被正确归类到其原产地的文身码,通常生成具有高(90%)正确分类率的判别模型,用于具有相似高预测概率的估计和验证集。例如,当对来自文身码农场X的样品进行追溯时,使用21种分析物构建判别模型,其分别对94.5%和93.3%的估计和验证集进行了正确分类。使用此模型,未知样品以98.3%的概率被分类到农场X。与该模型相关联的判别图在图8中详细说明。对于一个未正确分类到其原产地的文身码的未知样品,该样品像是异常值,而不是误分类为另一种文身码。此外,当检查来自该文身码的其它样品时,可以进行正确的分类。该结果支持当前的对于追溯样品的分析方案,其中至少分析三个复制样品,以确保异常值不会抑制对未知样品的正确分类。

[0462] 关于从其它批次数据中获得的结果,其屠宰日期从2012年2月至2012年8月(与当前数据库相差3至9个月),获得较不佳的结果。在跨批次的剩余20个追溯中,只有四个(20%)导致将未知样品正确分类到其原产地的文身码。这四个追溯在批次之间均匀分布,其特征在于对估计和验证集的正确分类率低(50-80%),并且关于未知样品的原产地的预测概率低(40-70%)。对这些结果的解释表明,数据库的流通与可能的追溯成功之间存在关系。当当前数据库可用时(如带有2011年12月的屠宰日期的工厂B批次中观察到的),追溯调查可以成功完成。

[0463] 本领域技术人员将认识到,文身码的基本分布的细微变化将随着时间而发生,并且可归因于许多因素,包括饲料和水源的潜在变化以及环境事件。因此,必须将任何未知样品与具有足够大小和质量(约6-12个月的数据)的当前数据库关联起来,以使成功进行追溯调查的能力最大化。总之,可以认识到的是,定期采样和参考样品的分析使得可以准确识别猪样品。

[0464] 示例3

[0465] 内脏的追溯

[0466] 示例3中给出的研究的目的是针对未知样品的原产地区域;原产地州或原产农场评估和分配调查内脏样品的可追溯性。另一个目的是确定是否可以将特定于肌肉的数据库用于内脏的可追溯性和未知内脏样品的分配。

[0467] 材料

[0468] 实验室级 HNO_3 、 HClO_4 、 HCl 和30% v/v H_2O_2 是通过Univar从Ajax Finechem Pty.Ltd获得的。硝酸、高氯酸和盐酸均使用由德国Quarzglas Komponenten und Services QCS GmbH生产的亚沸石英蒸馏瓶进行蒸馏。在使用前,针对本研究中确定的所有分析物的

浓度,对最终的重蒸馏酸和过氧化氢进行了分析作为质量控制检查。无菌聚丙烯管(50mL体积)从Greiner Bio-one获得,并维持为一次性使用的反应容器。使用美国国家标准技术研究院(NIST)的牛肝1577c CRM来确保分析数据的准确性,并且还使用均质冻干猪肉肌肉的内部标准物(如示例2中所述制备)检查批次之间所有未经NIST标准认证的分析物的变化。多元素标准物由澳大利亚默克化工公司提供。

[0469] 样品制备

[0470] 将每个样品的约2g(湿重)、0.5g牛肝1577c经认证的参考材料(CRM)和0.5g内肌肉内部标准物准确称重到小数点后四位,并在6毫升的 HNO_3 中冷消解48小时。在发生初始氧化之后,添加2mL的 H_2O_2 ,并将样品转移至水浴中,以在90℃下回流达24小时。此后,再添加2mL H_2O_2 ,并将样品再回流另外2小时。然后将溶液调至约2mL最终体积,然后使用18Meg Ω 去离子水补足至30mL。一旦溶解,将所有样品适当地稀释在含有 $2\mu\text{g mL}^{-1}$ 的Rh和Ir作为内部标准物的2%石英重蒸馏的 HNO_3 中,以监测分析漂移。

[0471] 每次分析运行均以相同的方式处理三个原坯、三个CRM和三个内部标准物。分析运行包括大约180个样品。重复分析15%的样品,并将每种组织类型至少3次来自先前运行的交叉样品合并到每个批次中。在每个分析运行结束时对复制样品和交叉样品进行分析,以帮助确定分析数据的真实重现性以及分析运行之间的批次差异。

[0472] 分析

[0473] 如示例2中所述对溶液进行化学分析。在每次分析运行的开始和结束时,都要对来自澳大利亚默克化工公司的多元素标准物和样品溶解原坯进行分析,以便对分析数据进行校准。在每个样品之前,先进行20秒的5%v/v HNO_3 漂洗,然后在开始数据采集之前用样品漂洗25秒。为了评估ICP-AES分析过程中的分析漂移,每12个样品分析漂移溶液,然后用5%v/v HNO_3 和18Meg Ω 去离子水冲洗。总共确定了一套62个元素。

[0474] 如示例2那样用增加的技术进行数据解释。使用线性回归建模然后转化率调查内脏多元素分布与其特定于肌肉当量的数学积分。对于每种感兴趣的分析物,确定了127个猪的数据集的中值乘数因子。这些因子使得能够将特定于内脏的浓度转换成它们的肌肉当量浓度。这些因素的误差由在调查的所有猪的因素中观察到的相对标准偏差确定。

[0475] 内脏的化学可追溯性

[0476] 针对猪组织从原产地区域到原产地农场的多种规模的分配进行了评估。分配的准确性被表示为线性判别分析中正确交叉验证的样品的百分比(表7)。所有可食用猪内脏类型与其相应的肌肉组织在饲养的地理原产地方面具有相似的分配准确度。针对猪组织出处的主要关键鉴别元素是铷、锶、铯、硒、砷、钾、铊和钴,这些元素与地点的地质、气候和人为影响密切相关。

		肌肉	舌头	胃	心脏	肝脏	肾脏
[0477] 原产地区域		100	100	99.19	100	100	100
	WAUS	100	100	100	100	100	100
	NEAUS	100	100	96.15	100	100	100
	SEAUS	100	100	100	100	100	100
[0477] 原产地州		88.2	83.3	83.7	86.61	91.3	89
	WA	100	100	100	100	100	100
	QLD	100	95.8	96.2	100	100	100
	NSW	87.9	89.3	75.9	84.9	90.9	84.9
	VIC	55	45	70	60	68.4	80
	SA	90	75	70	60	90	80
[0478] 原产地农场		89.9	84.88	78.66	83.88	90.72	91.26
	WA	100	96.4	69.3	96.4	78.6	69.3
	QLD	100	100	92.5	100	100	100
	NSW	89.5	88	81.5	88	100	92
	VIC	80	70	65	80	75	85
	SA	80	70	65	55	100	90

[0479] 表7. 使用LDA建模对猪组织样品到原产地地理区域、州和农场的正确交叉验证百分比。

[0480] 原产地区域评估

[0481] 对来自不同原产地区域的猪的元素数据的线性判别分析得出,对于所有研究的组织类型,交叉验证均大于99% (参见表7)。在图9中可以看到代表性线性判别分析,其展示了样品清楚地分组到原产地区域中。西澳大利亚、东北澳大利亚和东南澳大利亚之间不仅确实存在巨大的空间差异,而且这些地区内的生物区域具有独特的气候、成岩作用和生物影响。

[0482] 原产地州评估

[0483] 对于所调查的所有组织类型,将猪组织分配到给定的原产地州均超过了83%的正确交叉验证百分比 (表7)。基于给定组织的化学分布将猪明确区分到原产地州的能力是特定于州的,其中昆士兰州和西澳大利亚证明了对于所有组织类型超过95%的交叉验证。

[0484] 昆士兰州和西澳大利亚州猪组织基于其化学成分的明确分离在上面参考图9详细描述“原产地区域评估”中被观察到。这两个原产地州是其区域中 (东北澳大利亚和西澳大利亚) 的唯一代表。作为对照,东南澳大利亚区域的数据是来自三个不同州 (维多利亚州、新南威尔士州和南澳大利亚州) 生长的猪的组织的数据的综合。因此,当使用LDA对所有五个州的数据进行调查时,在模型中观察到维多利亚州、新南威尔士州和南澳大利亚州的分布有相当大的重叠 (图10)。

[0485] 对于新南威尔士州和南澳大利亚州样品,组织到原产地州的正确交叉验证较高,对于所调查的所有组织类型分别超过75%和70%,但对于维多利亚州则较低。通过采用进一步的迭代步骤,将猪组织分配给原产地东南澳大利亚州得到改善 (图11)。对于所有组织类型,组织对原产地东南澳大利亚州的总体正确分配均超过73%,针对新南威尔士州和南澳大利亚州样品的交叉验证分别增加至大于84%和80% (参见表7),但对于维多利亚州较

低。

[0486] 熟练的听话人将理解,州边界是任意分配的政治线路,其不能反映有助于区分样品的生物群落或环境条件的自然变化。对于位于东南澳大利亚的农场,它们主要位于同一生物区域,因此,可以想象这三个州的猪之间的化学成分相似。结果支持该理论。除铷之外,未使用任何关键的地理地质标记。这表明各州之间的地质情况相似。此外,该地区的两个主要加工者由位于多个州的生产者供应。农场在各州之间的分散不仅意味着猪的流动更加普遍,而且还表明农场方式,因此,对于来自相同生产者的农场,饲喂方式将相似。如果三个原产地州之间几乎没有自然地理差异,并且或者各州之间的农场方式太相似或者给定州内的农场之间的农场方式太相似,那么对于将猪产品分类到原产地州就不会如在昆士兰州和西澳大利亚州的情况下那么明确。

[0487] 另外,必须考虑采样过程。对所有维多利亚州动物的采样发生在州际运输到南澳大利亚的工厂或新南威尔士州的工厂之后。在此运输期间,对来自屠宰者的状态的化学签名的任何整合都会导致维多利亚猪的中间签名,这部分归因于其饲养的状态(维多利亚),部分归因于其屠宰者的状态(新南威尔士州或南澳大利亚)。这种整合将导致来自维多利亚州与南澳大利亚州和新南威尔士州的组织的数据字段(如在LDA图中所表达的)重叠。这一理论得到以下事实的支持:从南澳大利亚州和新南威尔士州猪收集的所有组织都可基于它们的化学分布彼此清楚地区分开(图12)。为了更清楚地区分从原产地维多利亚州农场收集的组织和周围州的组织,必须对维多利亚州农场进行额外采样。

[0488] 原产地农场评估

[0489] 开发了一种迭代方法,以使样品能够首先被分类到原产地区域,然后使用缩减的数据集将其分类到原产地农场。事实证明,这种迭代方法比使用整个数据库将动物分配到原产地农场更成功。对于各种西澳大利亚州和昆士兰州的组织类型,使用迭代方法对样品进行正确交叉验证达到了100%(表7)。图13和图14分别呈现了西澳大利亚州和昆士兰州猪的代表性LDA。它们清楚地演示了基于组织的多元素签名可实现农场的分离。由于分析队列中样品和组的数量较大,因此在原产地东南部州中的交叉验证仍然较低。组数量的增加导致不同农场的多元素分布的重叠(图15)。但是,在东南澳大利亚农场的线性判别分析中识别了两个不同的农场组。第一组包括所有南澳大利亚农场和在南澳大利亚屠宰场采样的两个维多利亚农场。第二组包括来自新南威尔士州农场的组织,以及在南澳大利亚屠宰场采样的两个维多利亚州农场。该分组进一步支持需要对其它维多利亚猪进行采样来基于其多元素分布确定定义维多利亚动物的可能性。

[0490] 未知样品的分配

[0491] 上面呈现的模型的留一法交叉验证演示了使用LDA的多元素数据将猪组织样品区分到原产地区域、州和农场的潜力。在这项研究中,进行了预测可食用未知猪内脏样品的地理原产地的能力的调查。从数据集中随机选择来自两个州的猪,并使用先前描述的原产地区域迭代处理将其作为未知样品去除以进行分析。表8中详细描述了每个样品的预测原产地农场以及样品的已知身份。所有样品均已正确分配到原产地区域。此外,所有昆士兰州、西澳大利亚州和新南威尔士州样品也已被正确分配到原产地州。这三个州的原产地农场分配很高。在分配的农场和已知原产地农场之间,存在一些归因于相似的化学分布的错误分类。应该认识到的是,通过进一步采样使得能够更大程度地结合农场的真实化学签名,可以

实现多元素可追溯型的更高水平的分类。结果表明,利用在此工作期间收集的数据库,区分新南威尔士州、西澳大利亚州和昆士兰州猪组织的原产地农场且具有低误差的错误分类的能力得到现实证明。

	肌肉	舌头	胃	心脏	肝脏	肾脏	身份
样品 1	QLD F2	QLD F5	QLD F2	QLD F2	QLD F2	QLD F2	QLD F2
样品 2	QLD F5	QLD F5	QLD F5	QLD F5	QLD F5	QLD F5	QLD F5
样品 3	WA F3	WA F3	WA F3	WA F3	WA F3	WA F3	WA F3
样品 4	WA F5	WA F5	WA F5	WA F5	WA F3	WA F5	WA F5
[0492] 样品 5	NSW F1	NSW F1	NSW F1	NSW F1	NSW F1	NSW F1	NSW F1
样品 6	NSW F2	NSW F2	NSW F2	NSW F2	NSW F2	NSW F2	NSW F2
样品 7	NSW F4	NSW F4	VIC F2	VIC F2	NSW F4	NSW F4	VIC F1
样品 8	VIC F4	SA F3	VIC F3	SA F1	VIC F4	SA F1	VIC F4
样品 9	VIC F4	SA F4	SA F2	SA F2	SA F3	VIC F3	SA F2
样品 10	SA F4	SA F4	SA F3	SA F3	SA F4	SA F2	SA F4

[0493] 表8. 来自原产地昆士兰州 (QLD)、西澳大利亚州 (WA)、新南威尔士州 (NSW)、维多利亚州 (VIC) 和南澳大利亚州 (SA) 的10种未知猪肌肉、舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏组织样品的预测原产地农场。在分类之前使用原产地区域进行了迭代分析。

[0494] 基于多元素分布的性别的影响

[0495] 雌性与完整 (intact) 雄性

[0496] 肌肉、舌头、心脏、肝脏和肾脏组织的聚集层次聚类表明,来自同一农场的雌性和完整雄性猪的多元素化学签名之间没有统计学差异。这些关系的表示形式在图16中示出。各个元素的统计分析支持了肌肉的这一发现,没有元素显示完整雄性与雌性猪的浓度之间存在显著差异。但是,虽然不能使用多变量分析对舌头、心脏、肝脏和肾脏进行雄性和雌性分离,但仍发现有几种元素在雄性和雌性猪之间有显著差异(表9)。对于舌头样品,所有显著不同的元素在完整雄性猪中的浓度都高于雌性猪中的浓度。作为对照,雄性猪的心脏、肝脏和肾脏中所有显著不同的元素的浓度均低于雌性猪。

舌头	胃	心脏	肝脏	肾脏
Mo (0.046)	Ag (0.003)	As (0.001)	As (0.002)	As (0.019)
V (0.034)	B (0.002)	Cd (0.047)	Li (0.031)	K (0.037)
	Bi (0.014)	Ru (0.045)	Mo (0.016)	Li (0.010)
	Ce (0.015)	Tb (0.0003)		P (0.048)
	K (0.039)			S (0.015)
	Lu (0.043)			Se (0.026)
	Ni (0.012)			
	Pb (0.007)			
	Zr (0.034)			

[0498] 表9. 元素在雄性和雌性的舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏样品之间显示出显著差异。

性别之间的显著性水平被表示为P值。

[0499] 胃组织的聚集层次聚类识别了两大类动物,除了两个动物外,其它所有动物均将完整雄性猪与雌性猪分开(图17)。与雌性相比,这种聚类是由于完整雄性猪中银、硼、铋、铈、铈、镱、镍、铅和锆的浓度显著较高,而钾的浓度显著较低。应该认识到的是,通过增加样品规模将改善分类统计。

[0500] 雌性与免疫阉割的雄性

[0501] 在免疫阉割的雄性与雌性签名之间观察到了特定元素的显著差异(表10)。对于心脏,免疫阉割的雄性中的锂浓度显著高于雌性猪,而钇浓度显著低于雌性猪。对于肝脏样品,免疫阉割的雄性中锂、钨和铀的浓度高于雌性,而硼、硫和钙的浓度较低。对于肝脏组织中的锂,完整雄性和雌性猪的浓度之间也记录到显著差异。但是,在两种情况下,完整雄性的组织中的浓度均低于雌性。这与免疫阉割的雄性和雌性相反,后者在免疫阉割的雄性中的浓度高于雌性。

[0502]

肌肉	心脏	肝脏	肾脏
K (0.019)	Li (0.001)	B (0.041)	As (0.043)
Mg (0.001)	Y (0.041)	Ca (0.031)	Bi (0.010)
P (0.001)		Li (0.003)	Co (0.023)
S (0.013)		Cu (0.022)	Cs (0.048)
Se (0.034)		S (0.044)	U (0.001)
Ti (0.038)		W (0.034)	Hg (>0.001)
Tl (0.038)			Li (0.005)
			Ni (0.011)
			U (0.035)
			V (0.007)
			Zn (0.045)
			Zr (0.002)

[0503] 表10. 元素在免疫阉割的雄性和雌性肌肉、心脏、肝脏和肾脏样品之间显示出显著差异。性别之间的显著性水平被表示为P值。

[0504] 聚集层次聚类导致针对肌肉(图18)和肾脏(图19)组织样品的免疫阉割的雄性和雌性猪的分离。基于性别针对肌肉的样品的聚类是在免疫阉割的雄性中镁、磷、硫、钾、钛、硒和铈的浓度与雌性相比显著较低的结果。这些发现与较早前提出的完整雄性和雌性数据不一致,较早前提出的数据中,在完整雄性和雌性之间针对肌肉组织没有识别元素浓度中的显著差异。对于肾脏组织,将个体聚类到免疫阉割的雄性和雌性中是由于免疫阉割的雄性中锂、钒、钴、镍、铜、锌、锆、铯、铋、汞、铷和铀的浓度显著高于雌性,而免疫阉割的雄性中砷的浓度显著低于雌性(表10)。

[0505] 一般而言,完整雄性中肌肉、舌头和胃的肌肉组织中的元素浓度高于雌性猪,但在

免疫阉割的雄性中的浓度比雌性低,其中识别出显著差异。相反,完整雄性中心脏、肝脏和肾脏组织中的元素浓度低于雌性猪,但免疫阉割的猪中的浓度高于雌性猪,其中观察到显著差异。完整雄性、免疫阉割的男性和雌性之间化学成分的这些变化可归因于瘦肌肉和脂肪的发育差异,并且动物甲状腺功能的潜在差异会改变其代谢。

[0506] 猪到原产地农场的地理分配

[0507] 对于那些多变量分析发现不同性别的猪的化学成分存在显著差异的组织类型,进一步调查了性别导致的农场内变化程度与两个不同原产地农场之间观察到的猪组织的农场间变化程度的关系。当对源自两个不同原产地农场的猪的肌肉(图20)、胃(图21)和肾脏(图22)样品进行主要成分分析时,在微量元素积累中由性别差异引起的农场内多元素签名的变化小于来自不同农场的猪中观察到的化学签名在农场之间的变化。这些发现表明,在完整雄性和雌性之间,或在免疫阉割的男性和雌性之间,微量元素的积累确实存在差异。为了更全面地研究性别对猪的化学签名的影响,应该进行更详细的研究。在整个研究中,需要从单一来源采集完整雄性、雌性、手术阉割的男性和免疫阉割的雄性,其中营养的变化是有限的。

[0508] 使用特定于肌肉的数据库进行内脏可追溯性

[0509] 特定于内部的微量元素变化

[0510] 化学成分在所调查的不同组织类型之间是可变的(图23)。线性判别分析识别出造成组织类型之间主要差异的分析物是必需元素,包括钠、锰、镁、磷、硫、钾、钼、钙、硒、锌和铁。这种变化是由于所选择的元素在胃、心脏、肝脏和肾脏组织中的积累显著高于肌肉中的积累。元素在不同组织存储之间的可变积累与所调查的组织类型的不同生理和代谢特性相关联。由于这种差异,将特定于内脏的多元素分布直接整合到特定于肌肉的数据库中将阻碍可食用猪内脏产品的准确追溯,但这可以通过使用数据归一化步骤来避免。

[0511] 微量元素分布的归一化

[0512] 由于各种组织类型中微量元素的浓度不同,因此需要对多元素分布进行归一化,以便于对所有猪组织使用单个化学数据库。使用线性回归建模然后转化率,调查了内脏多元素分布与其特定于肌肉当量的数学积分。最终确定转换率是最适当的建模技术。

[0513] 通过计算使一个组织类型中的化学物质浓度归一化的乘数因子,回到个体动物的理论肌肉分布,进行了使用转化率的方法。图24至28分别详细说明了舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏的因子分布。对于所有小于1的值,归一化之前的组织类型中的化学成分高于肌肉中的化学成分,并且对于所有大于1的因子,归一化之前的组织类型中的浓度低于肌肉组织中的浓度。对于舌头,将数据归一化为肌肉当量浓度所需的校正量最少(图24)。对于肾脏组织,将值归一化为肌肉当量需要最大量的校正(图28),当与舌头中镉的归一化因子0.32相比时,肾脏中Cd的归一化因子低至0.0035(整体的归一化因子将指示,就特定微量元素而言,组织类型等效于肌肉)。

[0514] 使用特定于肌肉的数据库对猪内脏的可追溯性

[0515] 使用上述乘数因子将内脏组织归一化至其肌肉当量浓度可使食用内脏的多元素分布与其肌肉当量相符。当使用线性判别分析进行分析时,来自不同组织类型的样品重叠表明了这一点(图29)。不仅需要大量(49)的分析物来创建模型,而且所确定的最高部分 R^2 值对于Th仅为0.20。这表明该模型基于所提供的任何变量来区分组织类型的能力低,因此

指示归一化后六种不同猪组织类型之间元素浓度的变化性低。

[0516] 为了评估所开发的归一化因子的稳健性,选择了来自单个西澳大利亚州原产农场的可食用内脏样品作为未知物。使用西澳大利亚州原产农场作为模型需要使用各个器官类型的的数据,可以将一个区域与澳大利亚的所有其它区域清除区分开,并且还可以基于组织的化学签名来分离该地区内的农场。通过选择显示对原产地区和原产农场明确分配的农场确保测试了归一化因子的稳健性,而不是多元素可追溯性的概念。该概念的原理是,如果农场重叠,那么没有归一化将它们分开,但是如果农场在归一化之后仍保持分离,那么这至少表明归一化概念可以工作。表11给出了将其内脏当量浓度归一化之前和之后将每种内脏类型预测到原产地区和原产农场的结果。

[0517] 在归一化之前,使用特定于肌肉的数据库将猪内脏分配到正确的原产地区域显示,有35%的样品被正确分类到西澳大利亚原产地区域(表11)。所有错误分类都分配给到东北澳大利亚原产地区域(图30)。将认识到的是,分类的成功取决于组织类型在多元素分布方面相对于肌肉的接近程度。在正确分类的样品中,有50%是舌头样品,而没有肝脏或肾脏。考虑到舌头是与肌肉最密切相关的组织类型,而肝脏和肾脏的等效性最少,因此这些发现并非意外。

		舌头	胃	心脏	肝脏	肾脏	总计
[0518] 原产地区域	原始	88	63	25	0	0	35
	归一化	88	88	100	100	50	85
原产农场	原始	25	25	0	0	0	10
	归一化	75	25	100	50	38	58

[0519] 表11. 使用特定于肌肉的数据库正确预测猪舌、胃、心脏、肝脏和肾脏的生长原产地区域的百分比。原始值指示未经数学校正的化学分布,并且归一化值指示使用乘数因子归一化到其肌肉当量浓度后组织的化学分布。

[0520] 归一化至其肌肉当量浓度后,对于所分析的西澳大利亚样品,将内脏分类到正确的原产地区域得到了显著改善,其中有85%的内脏正确地分类到西澳大利亚原产地区域(表11,原为35%)。再次,所有错误分类的样品被分配到东北澳大利亚原产地区域(图31)。在那些错误分类的样品中,有67%是肾脏样品。

[0521] 如前所述,用于校正肾脏签名的归一化因子比任何其它组织类型都更为重要。例如,观察到与舌头中镉的归一化因子0.32相比,肾脏中Cd的归一化因子低至0.0035。而且,与归一化因子的产生相关的相对标准偏差对于肾脏而言高于所有其它组织类型。因此,将认识到,基于特定于肌肉的数据库,将肾脏与原产地理区域相关联会更加困难。

[0522] 此外,在解释结果时应考虑肾脏和肝脏的复杂功能,因为它们的生理学可能导致不可预测的化学签名。肝脏和肾脏两者的过滤和储存能力意味着随着摄入元素浓度的增加,这些器官中的积累将以增加的速率发生。但是,仅当摄入的金属浓度超过肝脏和肾脏对其进行处理的能力时,其它器官中的积累才会增加。肾脏提供给身体的复杂的稳态和过滤功能会导致肾脏中元素浓度与肌肉中元素浓度之间呈非线性关系,从而导致将这些样品归

一化至其肌肉当量浓度的能力较低。

[0523] 还对那些被正确分类为源自西澳大利亚州原产地区域的样品调查了对原产农场的分配。在正确分配给西澳大利亚州原产地区域的非归一化样品中,29%的舌头样品、40%的胃部样品和0%的心脏样品被正确分类到西澳大利亚农场3。考虑到之前对区域的分类,那么这导致对于舌头和胃的总体正确分类率为25% (表11)。所有被错误分类的舌头样品都分配给了西澳大利亚农场2 (WA F2) -参见图32。对于所有内脏数据,在校正至肌肉当量浓度之前,将样品正确分配至原产农场的可能性低。

[0524] 使用已开发的乘法因子对内脏数据进行归一化导致增加除胃以外的所有组织类型的原产农场的正确分配 (表11)。对于心脏样品,看到最大的改善,从0%正确分配增加到在归一化后的100%正确分配。使用胃组织的归一化因子增加了对原产地区域 (虽然不是原产农场) 的正确分配,因此,研究结果确实仍然表明归一化因子的潜力。观察到肝和肾的原产农场的正确分类水平较低。这表明,考虑到这两种组织类型涉及大量的乘数因子和不可预测的化学签名,因此使用特定于肌肉的数据库目前无法针对这些组织类型进行原产农场分配。对于所有错误分类的样品,分配归因于西澳大利亚农场1 (WA F1),或者归因于西澳大利亚农场4 (WA F4) -参见图33。

[0525] 基于特定于肌肉的数据库,对各种猪组织的原产地区域和原产农场的预测表明,归一化后正确分类的很大改进。对于除肾脏以外的所有组织类型,正确分配到原产地区域的比例超过88%,表明了使用乘法因子来使得能够使用特定于肌肉的数据库来追溯可食用猪组织的潜力。对于肾脏,需要进一步研究来改善分类。基于当前开发的因子,只有心脏组织才可能将其准确分配给原产农场。紧密相关的农场之间的农场间签名差异很小,导致无法完全分开农场,这可能是对于非心脏组织分配到原产农场可能性低的根本原因。将归一化因子应用于数据只会给输入到模型中的签名增加带来更多误差,从而增加观察到的农场内变化。在该错误将农场内变化增加到大于农场间变化的水平的情况下,农场的化学签名将开始重叠,从而最小化农场之间的差异。将认识到,正是由于这个原因,归一化后对于内脏可能的分类水平低于对于Physi-Trace™特定于肌肉的数据库中的肌肉和对于内脏特定于组织的数据库中的内脏可能的分类水平。

[0526] 未知内脏样品的追溯

[0527] 为了评估归一化因子在未知内脏样品到原产地区域的地理分配中的应用,使用了源自西澳大利亚、昆士兰州或新南威尔士州的三个未知物的所有组织样品。来自三个未知物的所有组织样品都被正确分配给它们的原产加工者 (表12)。这一发现表明,适用于舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏的归一化因子适合将猪内脏组织的多元素数据整合到Physi-Trace™数据库中。所有组织类型从三个未知物到原产加工者的正确分类表明,特定于单个肌肉的数据库可以用于猪内脏的可追溯性。由于可以使用单个化学数据库提供快速而迅速的追溯样品的手段,因此这将有利的将猪产品化学追溯到广阔的原产地理区域/原产加工者提供商业上可接受的和可行的解决方案。

未知的原产加工者	肌肉	舌头	胃	心脏	肝脏	肾脏
[0528] 工厂 A	工厂 A	工厂 A	工厂 A	工厂 A	工厂 A	工厂 A
工厂 B	工厂 B	工厂 B	工厂 B	工厂 B	工厂 B	工厂 B
工厂 C	工厂 C	工厂 C	工厂 C	工厂 C	工厂 C	工厂 C

[0529] 表12. 猪肌肉、舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏未知样品的预测的原产加工者。

[0530] 对于所调查的所有未知物,在分类算法中识别了正确的原产农场,并形成了线性判别模型的一部分。对于来自工厂C的农场XXX的样品,实现了最成功的分类(表13)。对于这个猪,肌肉、舌头、胃和心脏都被正确分类到农场XXX。与其它相比,从该未知物中正确分类的样品比例更高,这在很大程度上由于这种文身或农场,其占合并到LDA中的样品的很大比例,而来自其它农场的样品表示得较差(例如,农场CBC仅由三个样品点表示)。

[0531]	工厂A (AAD)	工厂B (BEB)	工厂C (CCC)
肌肉	AAA	BBB	CCC
舌头	AAA	BAB	CCC
胃	AAB	BCB	CCC
心脏	AAC	BDB	CCC
肝脏	AAB	BEB	CBC
肾脏	AAB	BFB	CBC

[0532] 表13. 来自三个猪的肌肉、舌头、胃、心脏、肝脏和肾脏的原产农场分配。正确的分类由带粗体的文本指示。

[0533] 农场AAD(工厂A)未知物的内脏组织样品没有被正确分配给原产农场(肌肉组织样品也没有被正确分配)。可能是因为结果受到采样时间变化或建模参数而不是归一化因子的负面影响。与农场AAD的代表性肌肉样品的采样时间相比,采样未知物的时间变化可能是组织样品错误分类的原因。在对未知组织进行采样的2个月内,Physi-Trace™数据库中只有9%的样品被收集。双方的其它所有代表物被收集时间均超过6个月。这种时间上的变化长得足以对农场AAD内脏样品进行正确分类的能力产生不利影响,即使正确地归一化到特定于肌肉的浓度也是如此。

[0534] 基于通过分类算法选择的农场,开发的LDA模型也可能导致未知样品分类到原产农场的可能性低于预期。LDA并未实现对不同农场的明确分离,留一法交叉验证仅确定了55.35%。这是由于农场的采样日期散布广泛,通过合并采样时段之间略有变化的化学分布导致农场内的高度变化。发现与正确的原产农场相关联的可能性是:肌肉(14.9%)、舌头(5.8%)、胃(0.2%)、心脏(30.7%)、肝脏(12.1%)和肾脏(25.2%)。这些发现表明,归一化因子确实使内脏组织与肌肉组织化学签名一致,并表明随着时间上更合适的数据库产生更清晰定义的组,不同组织样品正确分配到原产农场得到改进,总体上,更具体而言,可以实现AAD农场未知物的正确分配。

[0535] 对于BBB农场未知物,仅肝组织被正确分类到原产农场。所有其它组织样品均被错误分类,其中建模表明与正确的原产农场无关联。对于所有错误分类的样品,未知物被绘制

远离在分类算法期间识别出的所有农场。其中包括肌肉,其与农场的关联在图34中示出。如果肌肉与农场相关联,那么内脏组织的错误分类可能会归因于用于将浓度转换成样品的特定于肌肉的值的归一化因子。但是,由于肌肉也不同于所有用于LDA的农场,因此尽管分类算法将它们选择为化学上相似的,但不正确的批次校正仍可能会限制将BBB样品正确分配到原产农场的的能力。

[0536] 来自BBB猪的所有未知物都不在单批中运行,因为它们构成了作为本研究的一部分收集的更广泛的内脏数据库的一部分。由此,来自未知猪的每种组织类型都被消解、分析并用不同的分析样品组进行解释。为了确保正确的交叉验证,然后将整个批次校正到池化数据库中。对于工厂B数据(包括那些含有农场BBB未知样品),与其它分析运行相比,以小得多的批次进行分析,对于每种组织类型进行单次分析。然后,它们被彼此首先校正,以产生单个工厂B数据库,然后进入池化数据中。此外,它们还是第一个要运行的样品,并且不能被再次运行,因为这些样品用于进行内脏均质性研究并且已经用尽。

[0537] 因此,对这组样品所需的数据进行更大程度的操纵可能会在工厂B农场BBB未知物的数据中引入比与其它未知样品相关联的数据更大的数据不准确度。因此,即使在归一化因子合适的情况下,这些因素也可能限制了将样品正确分配到原产农场的的能力。

[0538] 示例4

[0539] 加工食品样品的可追溯性

[0540] 示例4中给出的研究目的是确定是否可以将澳大利亚猪肉产品与非澳大利亚猪肉产品区分开。

[0541] 样品采集

[0542] 加工的肉类样品的收集按以下步骤执行:

[0543] (1) 对于每个样品,在拉链袋中收集大约100g。

[0544] (2) 请确保袋子密闭,并挤出尽可能多的空气。

[0545] (3) 在拉链袋上,将标签贴在袋上,并在标签的空白部分写上收集的日期、生产者和原产地。

[0546] (4) 在电子表格中记录以下内容:

[0547] (a) 采样的日期

[0548] (b) Physi-Trace™编号

[0549] (c) 生产者

[0550] (d) 肉的原产地

[0551] (e) 火腿或培根的类型-即,双熏火腿、蜂蜜火腿等。

[0552] (5) 将样品放入装有冰砖的便携式冷却器中。

[0553] (6) 如果样品需要被存储的话,则冷冻它们。

[0554] 制备样品进行分析

[0555] 从经检疫批准的进口生猪肉的设施接收带有标签的样品袋,其中包含加工肉的样品(加拿大熏肉、澳大利亚熏肉和澳大利亚火腿)。将加工肉的子样品(约2g湿质量)放入到标记的预先称重的50mL离心管中并进行消解。将酸/过氧化物溶液(5mL HNO₃和2mL H₂O₂)添加到每个试管中,并将试管置于50℃的水浴中过夜。然后将水浴温度升至90℃,并将样品蒸发至约1mL体积。然后使用高纯度18Meg Ω MilliQ水将样品补足至30mL。

[0556] 每个水浴架中都包含试剂原坯(最少3个)。每个消解架还包括CRM DOLT-4和TORT-2和NCS DC73347,以及内部冻干猪肉标准物,以确保准确性并促进数据归一化。将每种CRM和冷冻干标准物约0.2-0.5g准确称重到50mL离心管中,并以与加工食品样品相同的方式进行消解。如示例2中所述那样进行分析。

[0557] 区分澳大利亚和非澳大利亚加工肉制品

[0558] 与加工肉制品相关的数据根据其原产地国家(澳大利亚和加拿大)及其加工阶段(新鲜、培根和火腿)进行分类。对该数据进行LDA,基于28种分析物生成判别模型,其将数据集中100%的样品正确分类(100%正确交叉验证)。与该模型相关联的判别图在图35中详细示出,图示了所有数据组(新鲜和加工过的以及加拿大和澳大利亚)之间的分离,其中澳大利亚新鲜(未加工)培根和澳大利亚新鲜(未加工)火腿之间具有紧密关联。这些结果与以前的研究结果一致,以前的研究结果表明来自动物的不同部位的肉的元素组成是相似的,并且可以容易地在澳大利亚和非澳大利亚猪肉产品之间实现区分。

[0559] 示例5

[0560] 24小时追溯练习

[0561] 在发生食品安全事件的情况下,需要快速的周转时间进行追溯,以确保对澳大利亚猪肉行业的整体破坏最小。发起了调查以确定是否可以实现法律要求的24小时时间表。

[0562] 从提供给国家牲畜可追溯性绩效标准项目的样品中选择了两个已知来源的样品。这些样品的身份对进行分析的科学家隐藏,只有在确定结果后才公开。表14中列出了追溯处理的时间表,其中详细说明了所采取的过程以及实现分类的时间点。在第1天的17:00点收到样品后开始计时,并在第2天的约11:00点将结果交付时结束。

时间 (小时:分钟)	描述
-00:45	准备实验室装备和 QA/QC 样品
00:00	收到样品
00:15	样品消解开始
10:00	从样品容器中移除盖子
12:30	首批样品结束消解, 仪器测量开始
14:00	样品消解完成, 在 ICP-MS/AES 上的分析开始
15:30	ICP-AES 分析完成
15:45	ICP-AES 数据处理完成, ICP-MS 分析完成
16:30	ICP-MS 数据处理完成
17:00	数据合并并且归一化到数据库
17:30	未知样品分类到加工者
18:00	由第二位科学家确定并确认潜在的原产地文身码

[0564] 表14.24小时追溯练习的时间线。

[0565] 使用基于46种分析物的判别模型实现了将两个未知样品分类到其原产地加工者, 其分别正确分类了估计和验证样品的95.6%和96.6%。未知物1被预测为源自工厂B, 而未知物2被预测为源自工厂A。随后确认了这些分类。对结果的进一步解释表明, 可以将未知物追溯到具有分类统计数据的已确认文身码(19种分析物, 79.1%和70.6%正确的估计和验证样品)。应该认识到的是, 通过使用最新的参考数据库, 统计结果将更高。

[0566] 结果表明, 在练习的条件下, 可以从操作角度进行18小时内的追溯调查的科学和分析处理。这是在法规的24小时要求之内。

[0567] 本领域技术人员将认识到, 如在这个示例练习中使用的45分钟级别的准备实验室工作通常对于科学家而言将是可行的, 并且响应于食品安全事件在接收样品之前进行。还将认识到, 练习条件在真实的食品安全追溯事件的范围内, 其中成功与否取决于数据库的流通和调查的资源。

[0568] 本领域技术人员将认识到的是, 在不脱离本公开的广泛一般范围的情况下, 可以对上述实施例进行多种变化和/或修改。因此, 本实施例在所有方面都应被认为是说明性的而非限制性的。

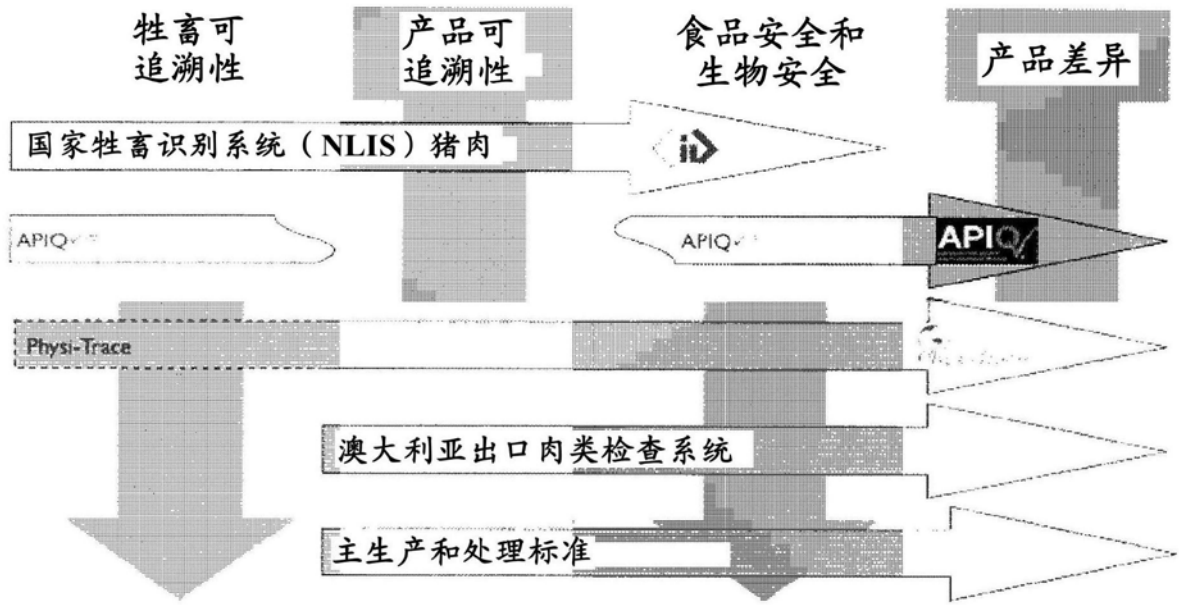


图1

200

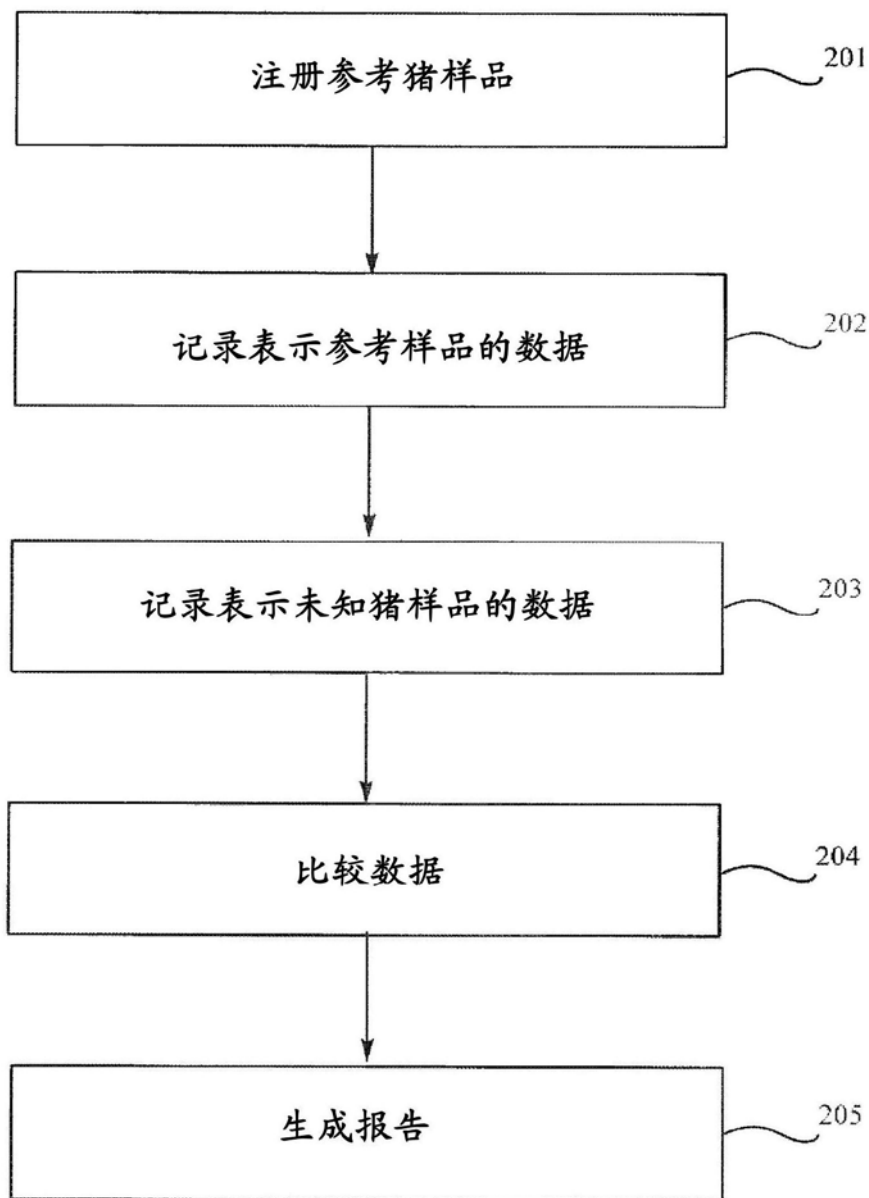


图2

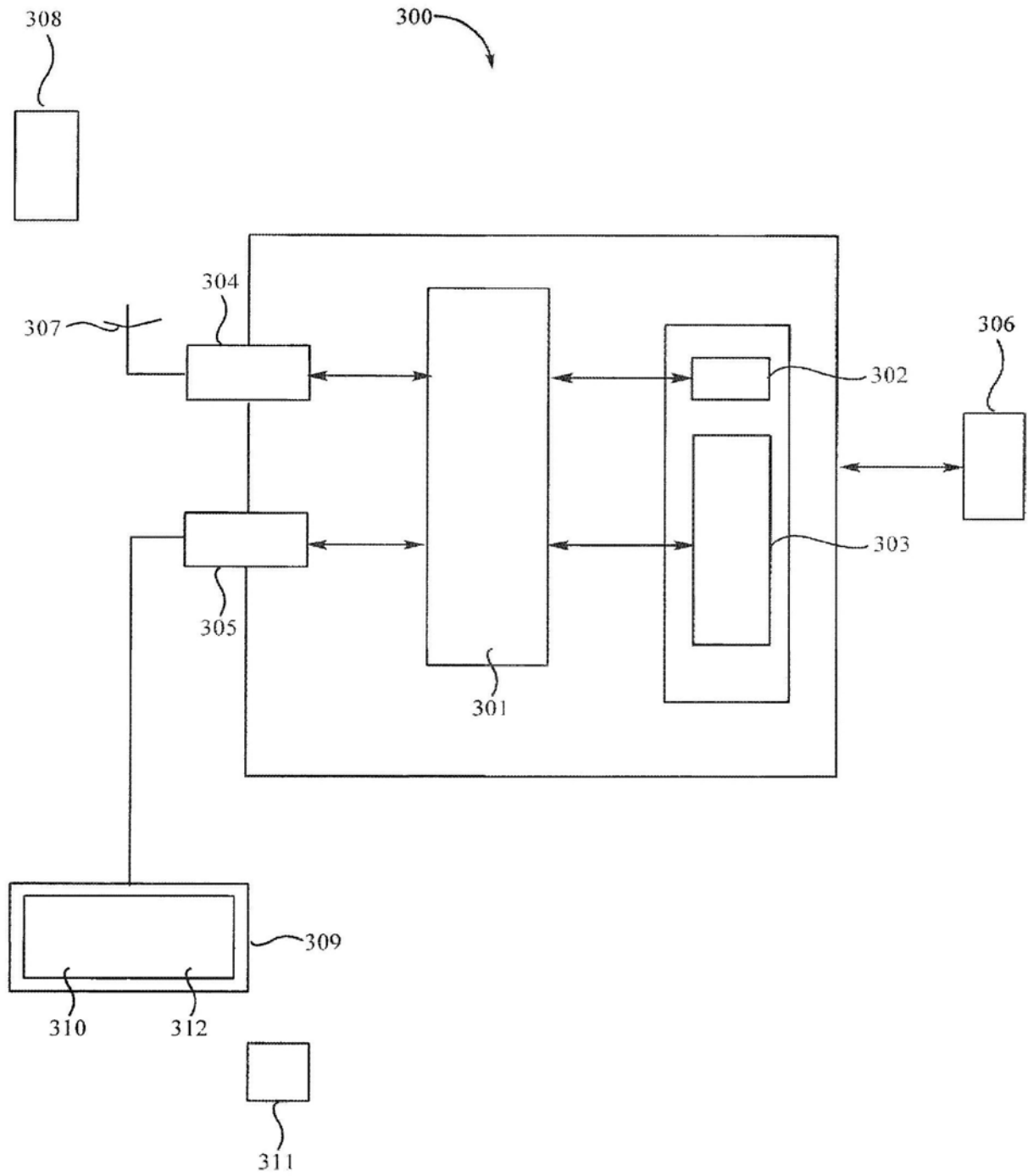


图3A

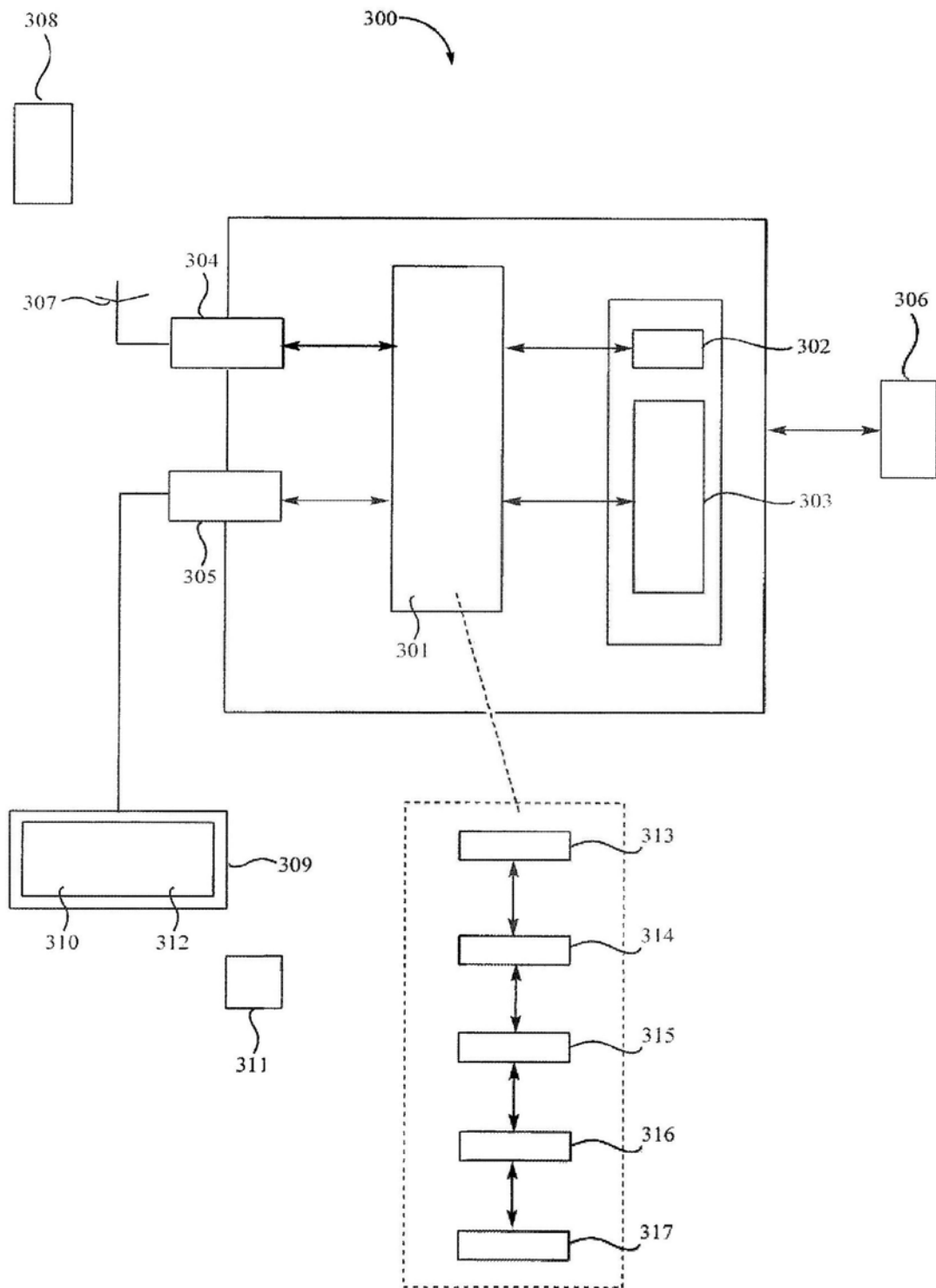


图3B

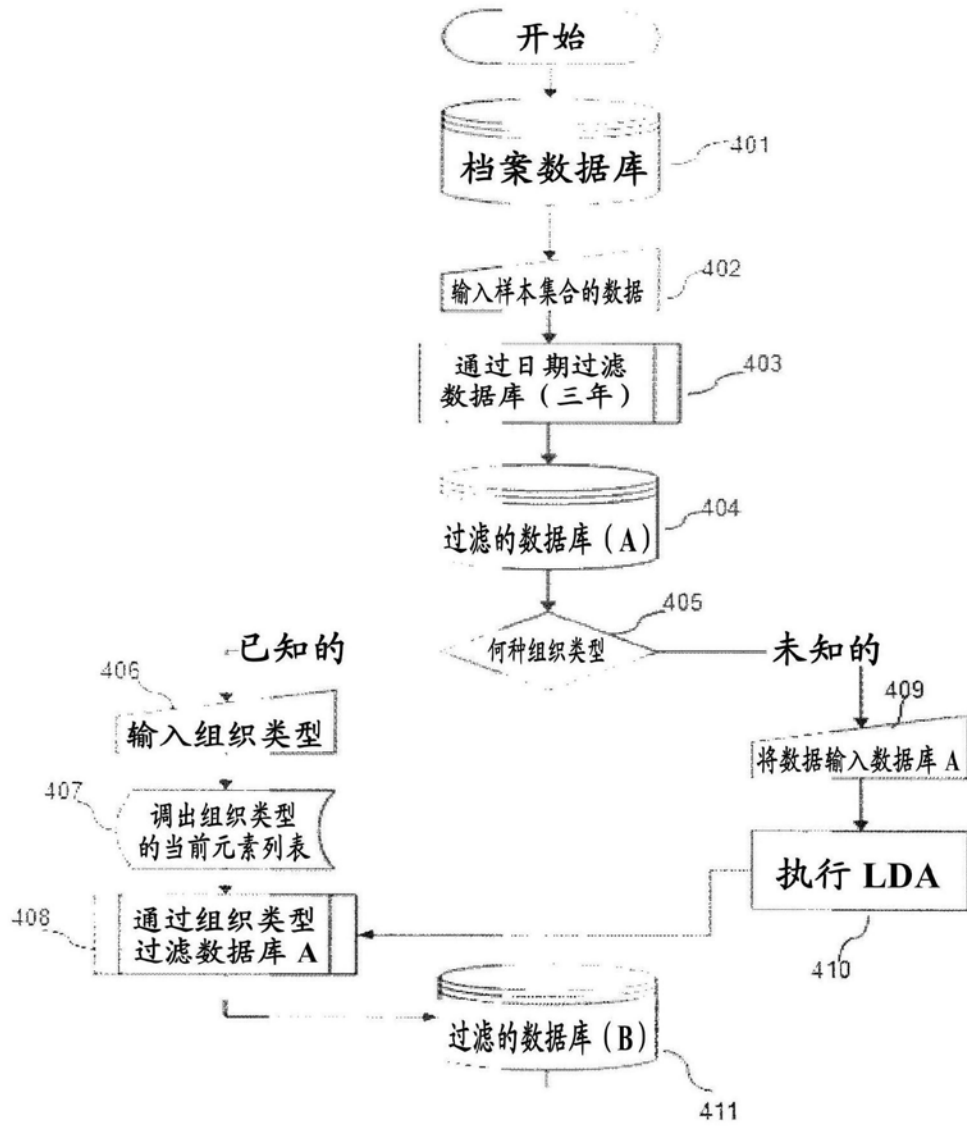


图4A

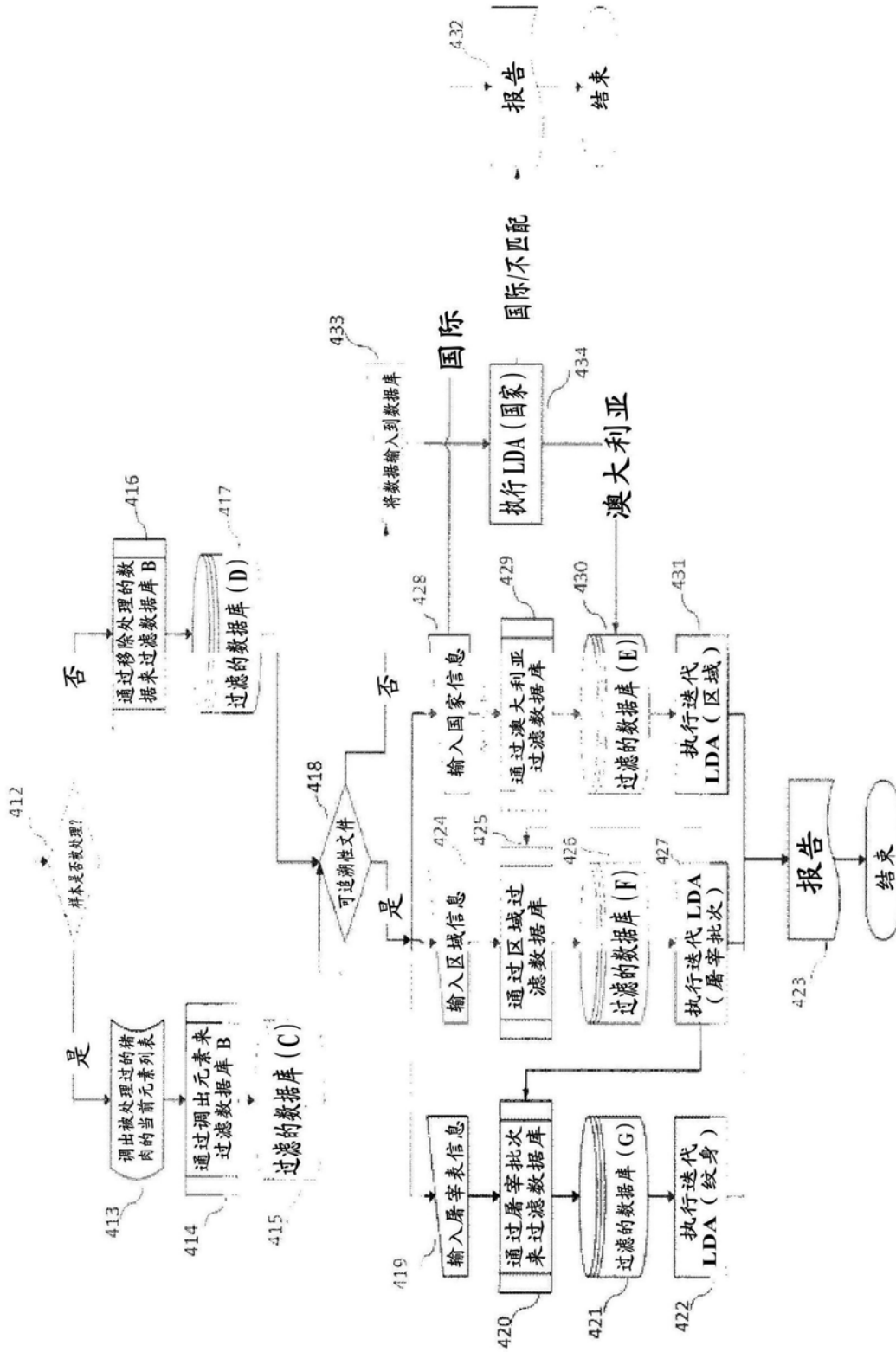


图4B

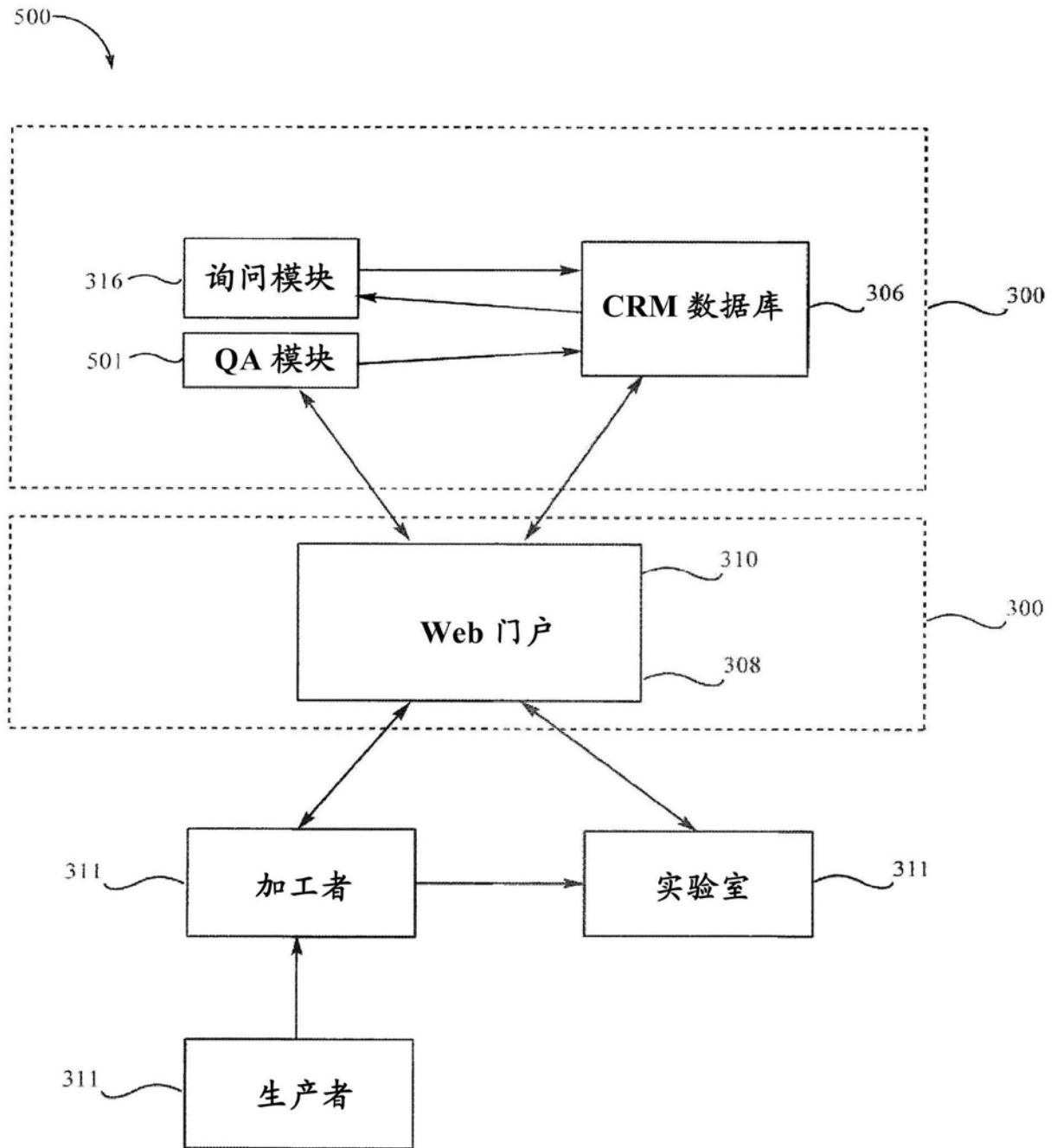


图5

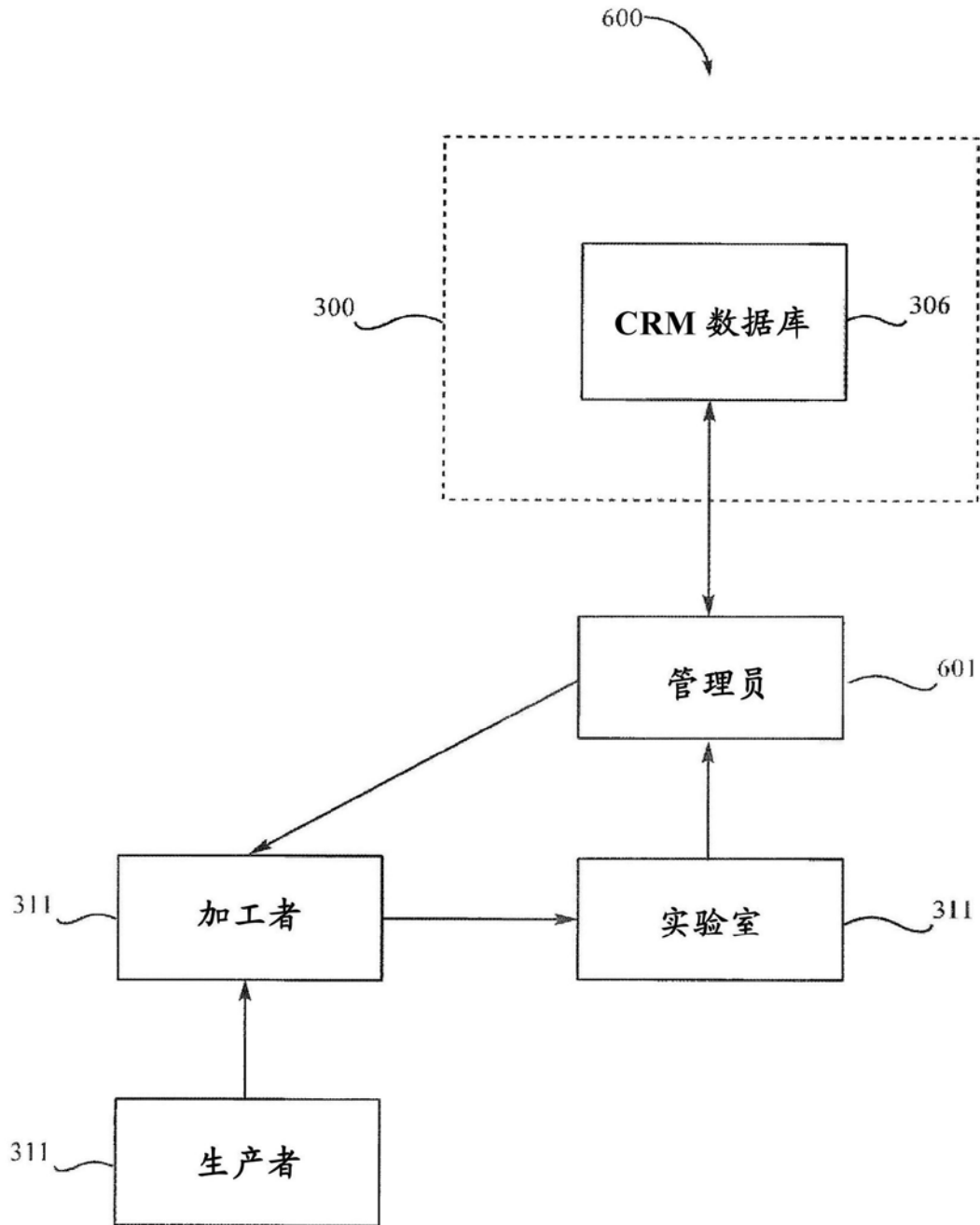


图6

观察结果(轴 F1 和 F2:72.68%)

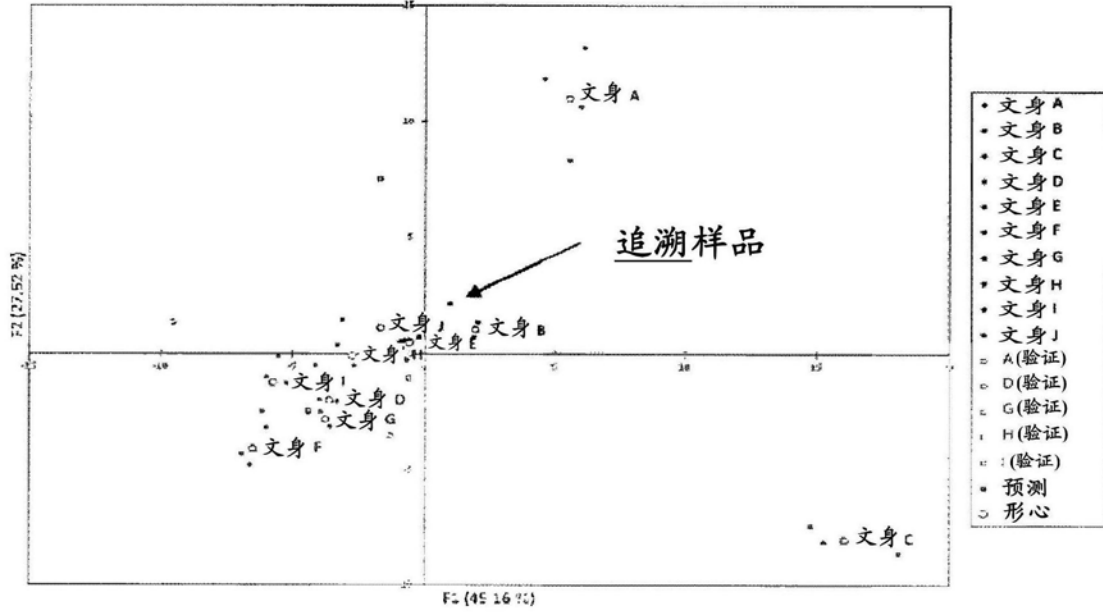


图7

观察结果(轴 F1 和 F2:60.23%)

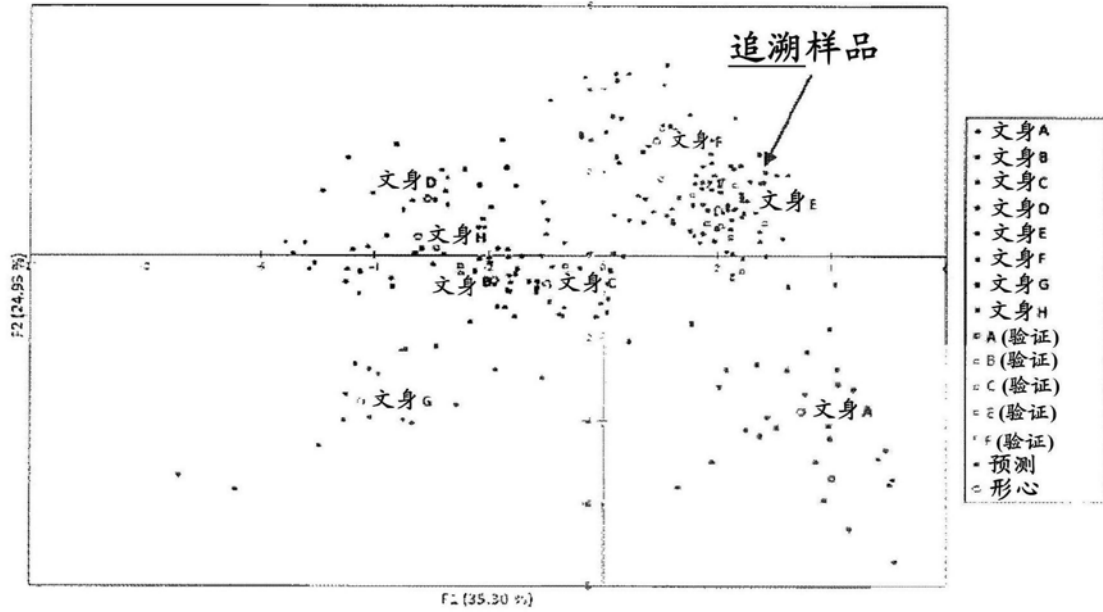


图8

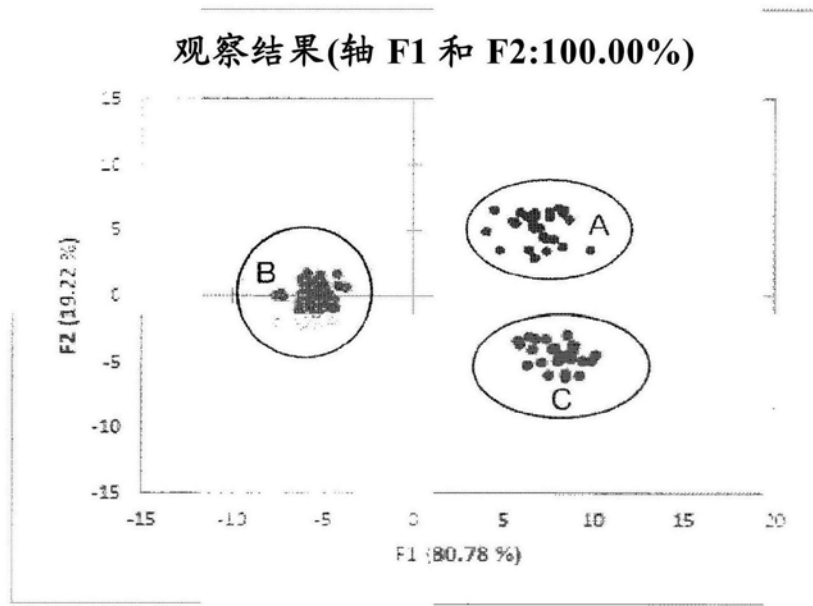


图9

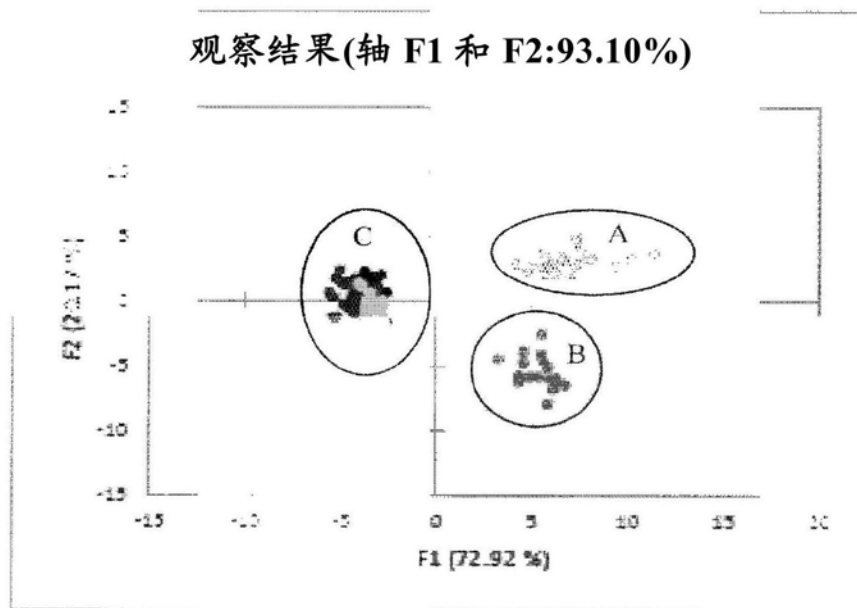


图10

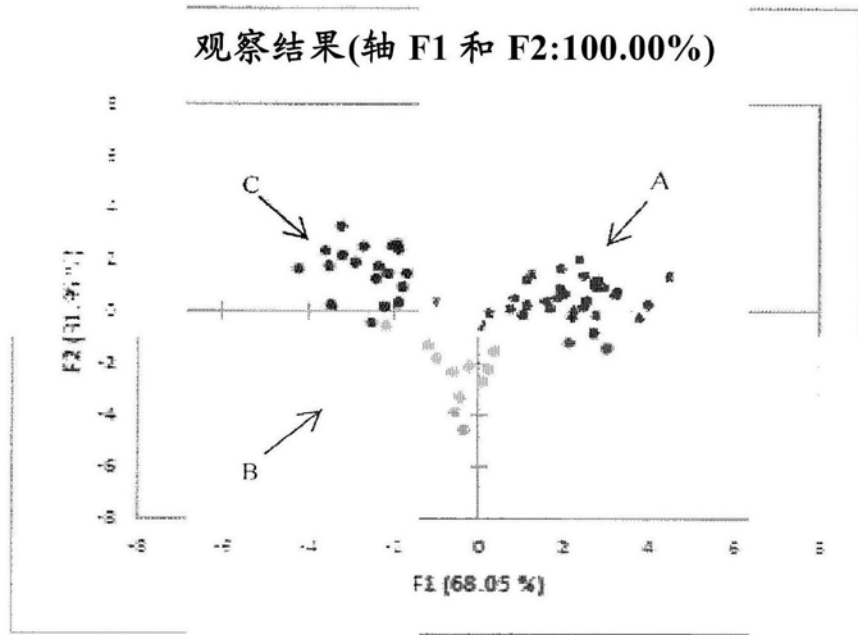


图11

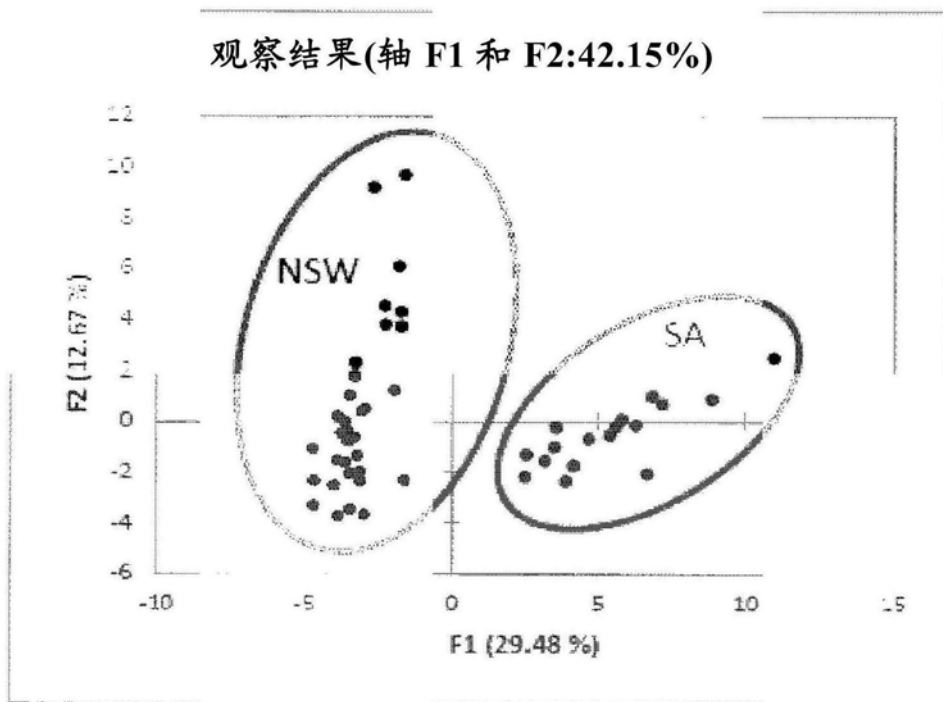


图12

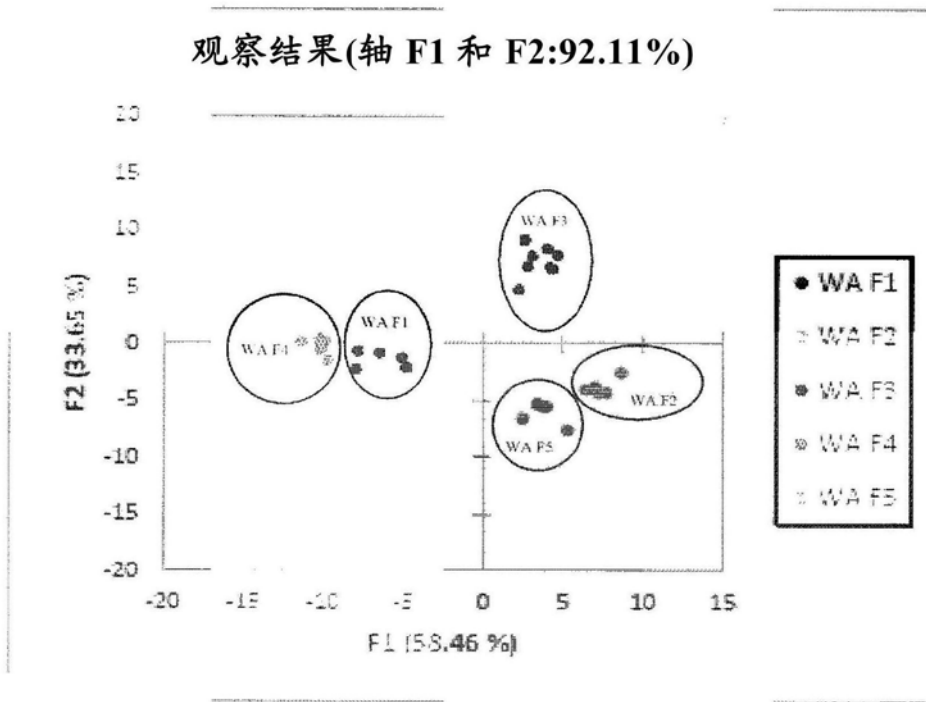


图13

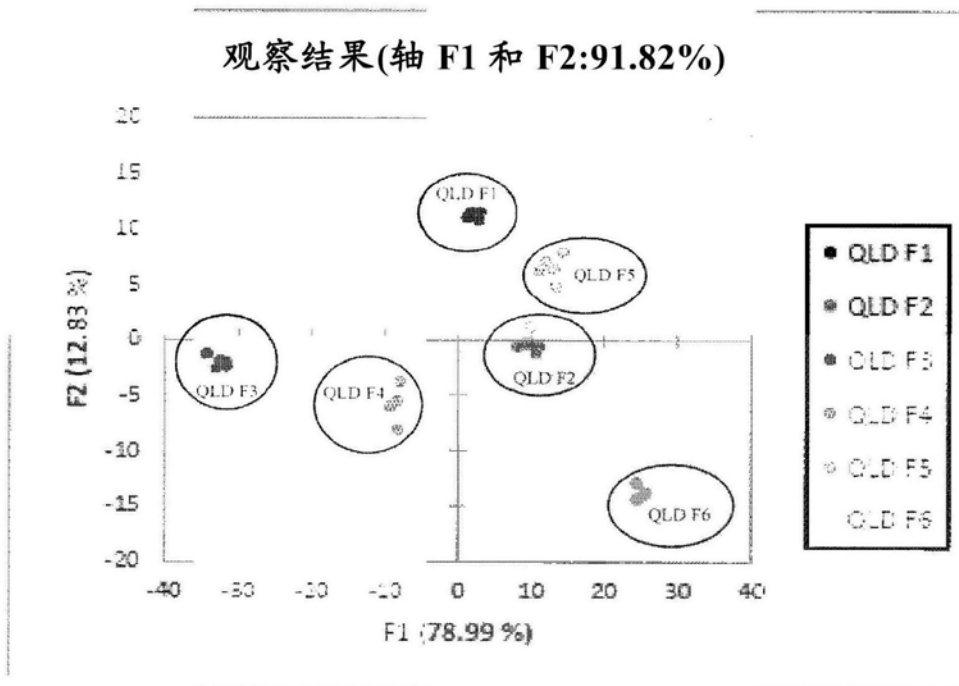


图14

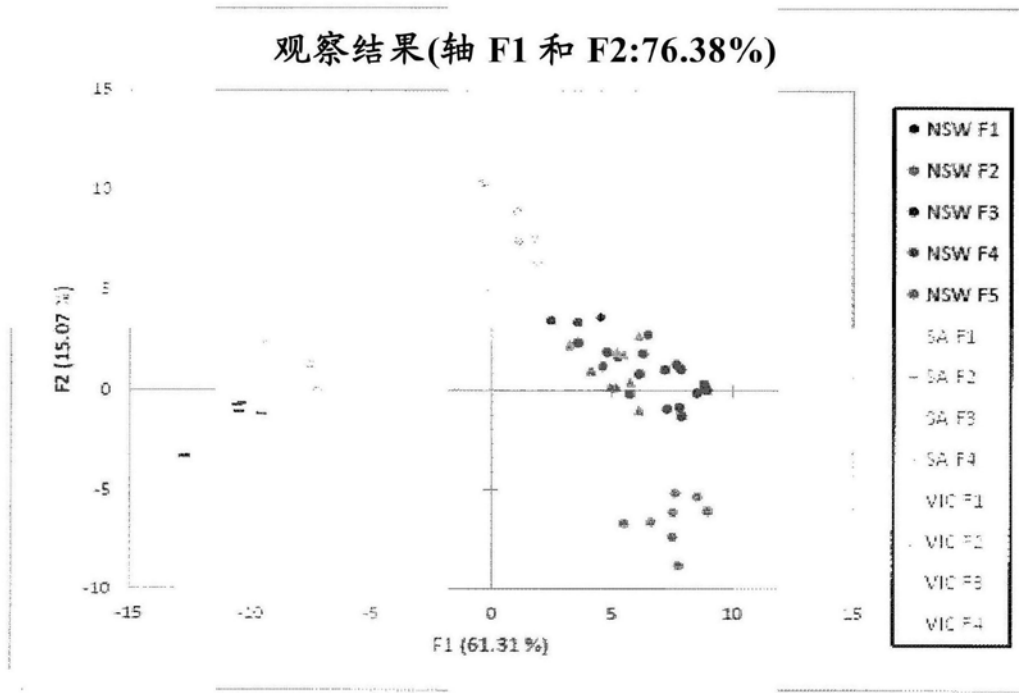


图15

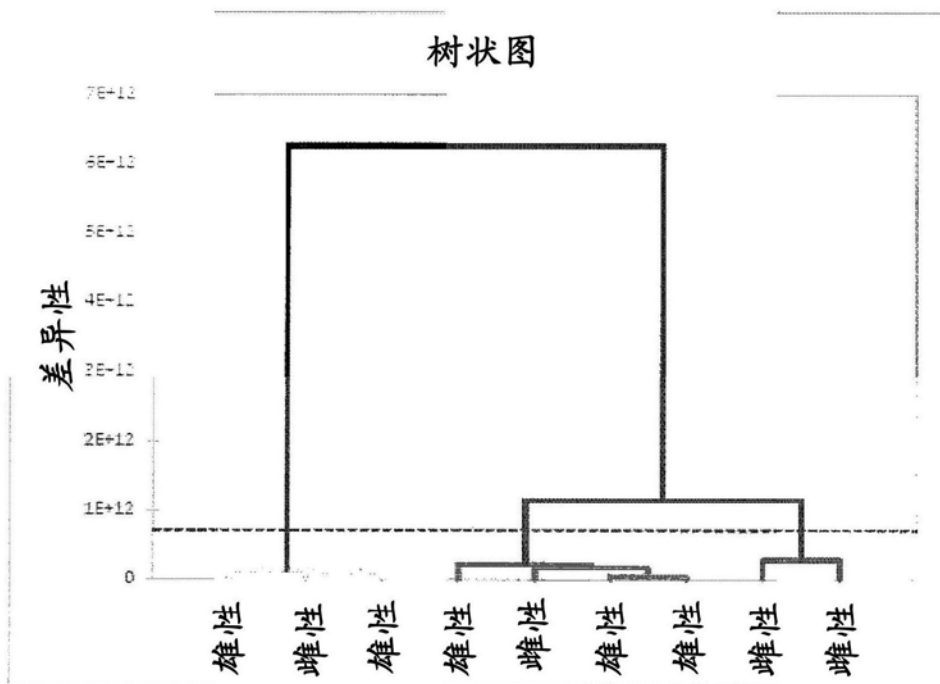


图16

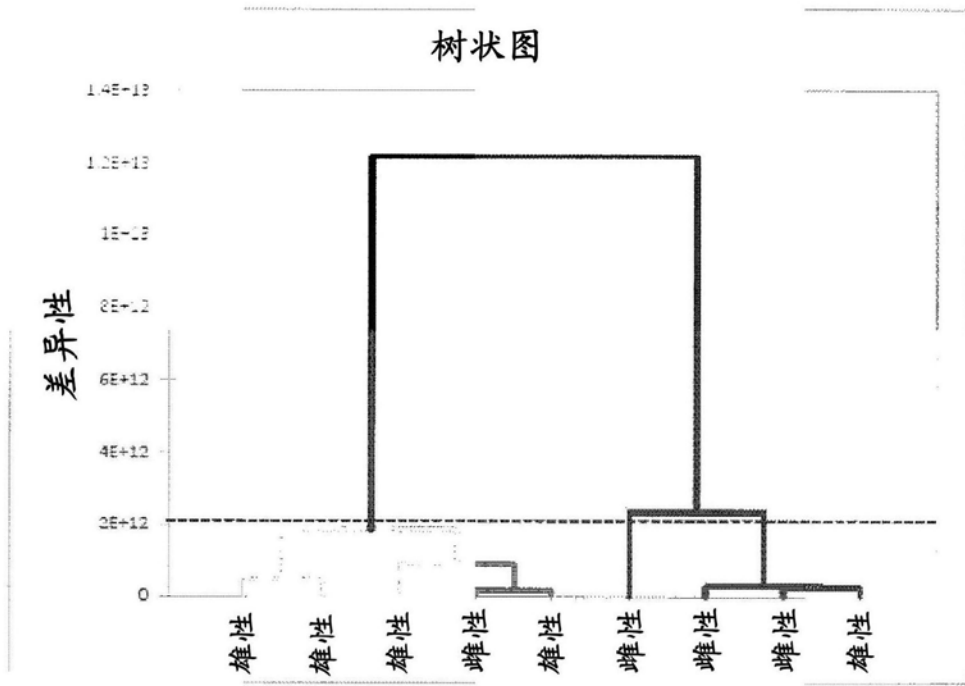


图17

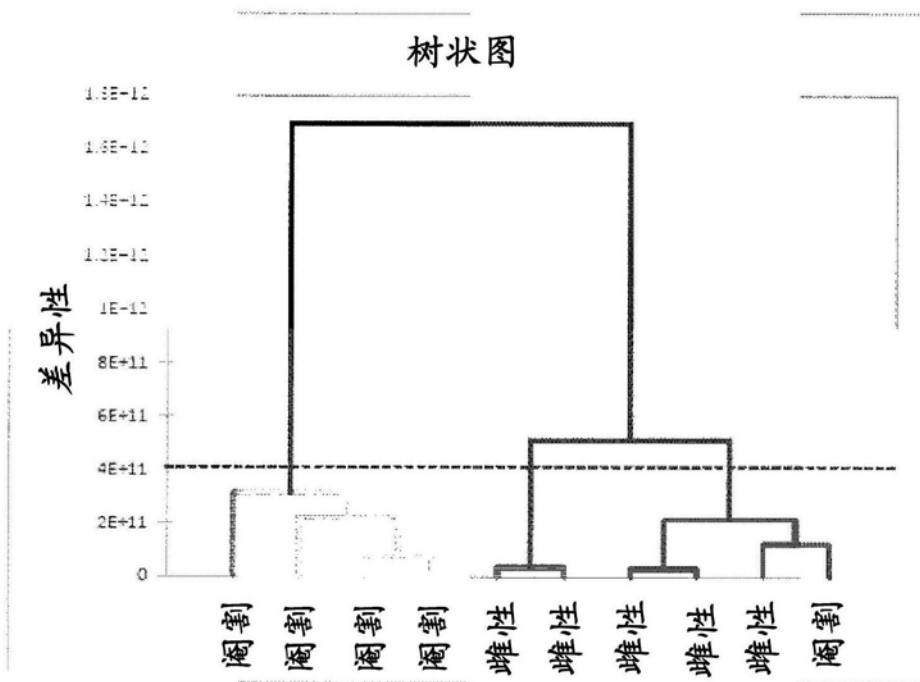


图18

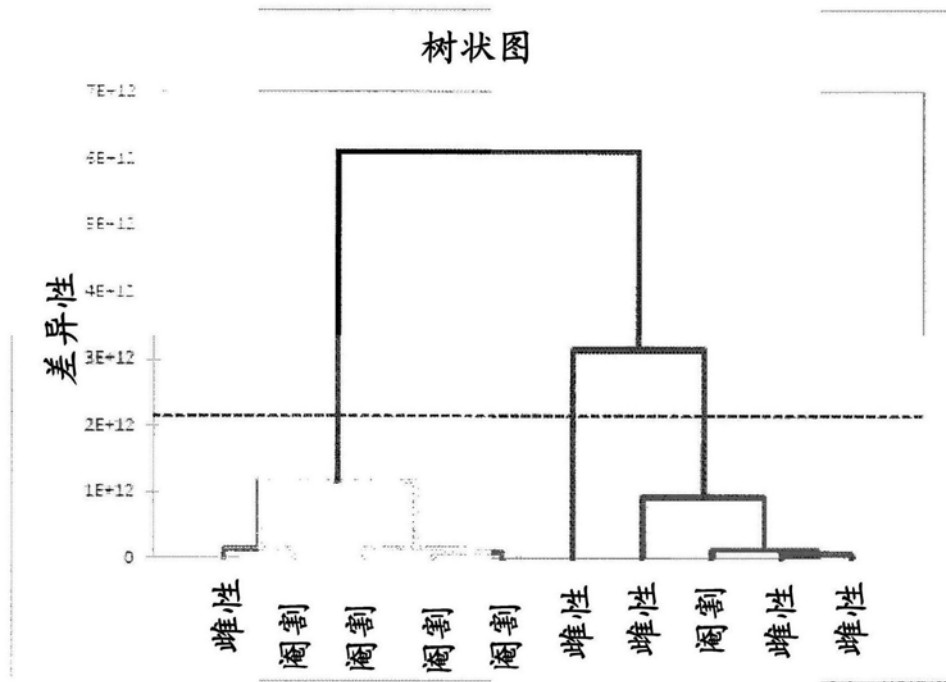


图19

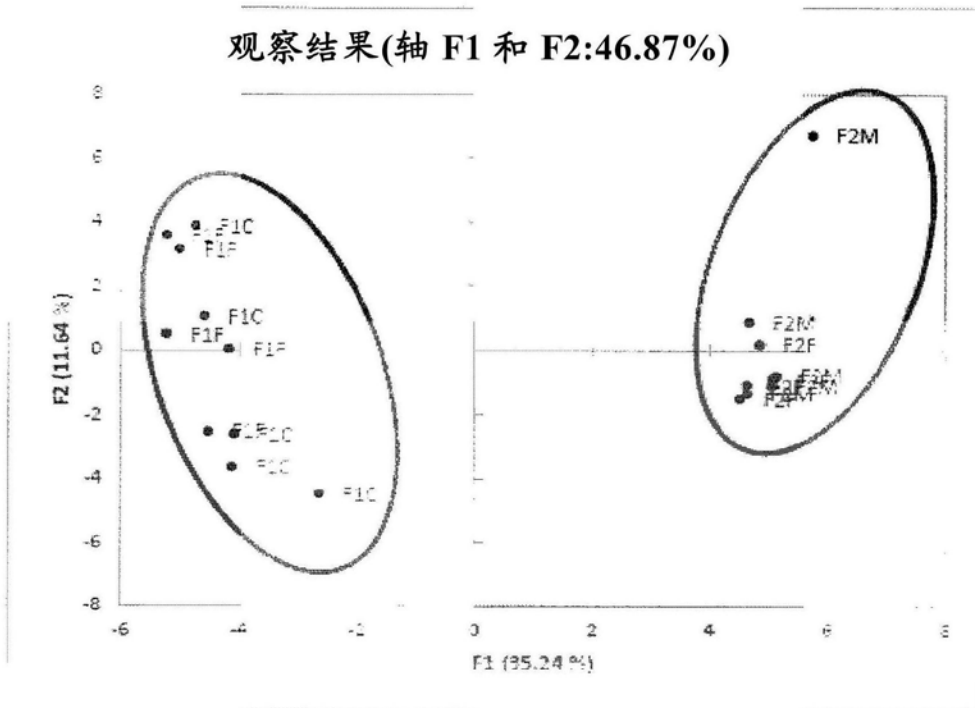


图20

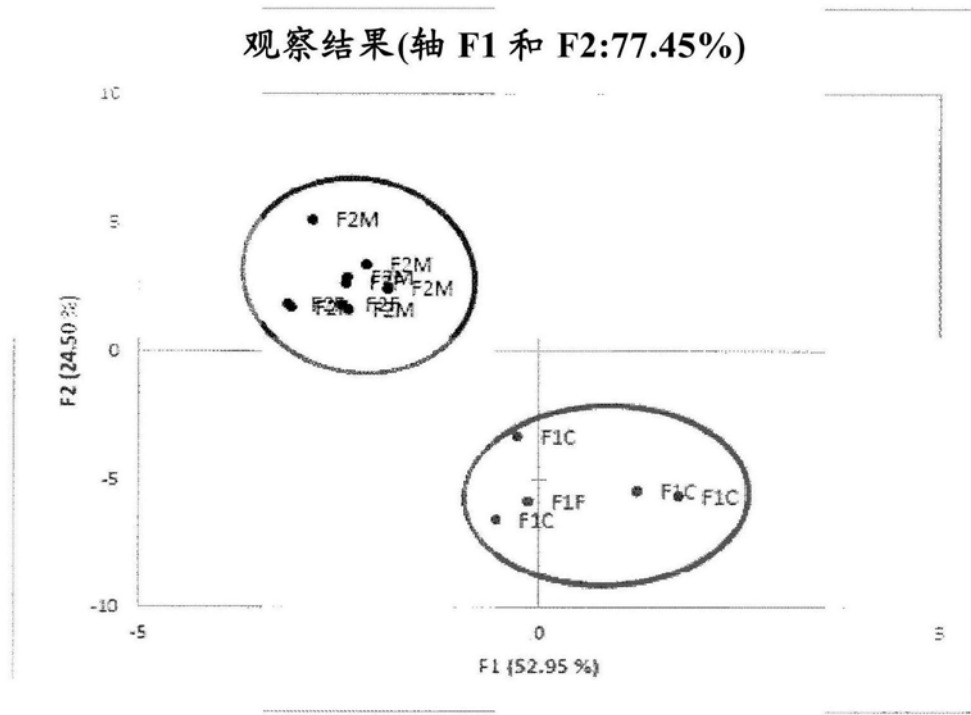


图21

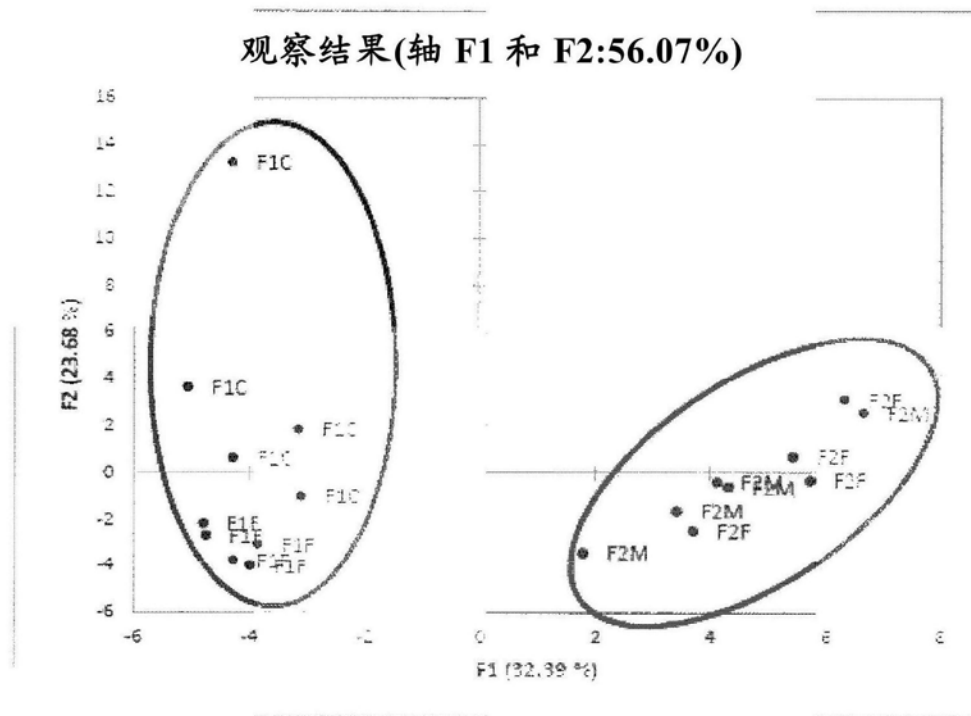


图22

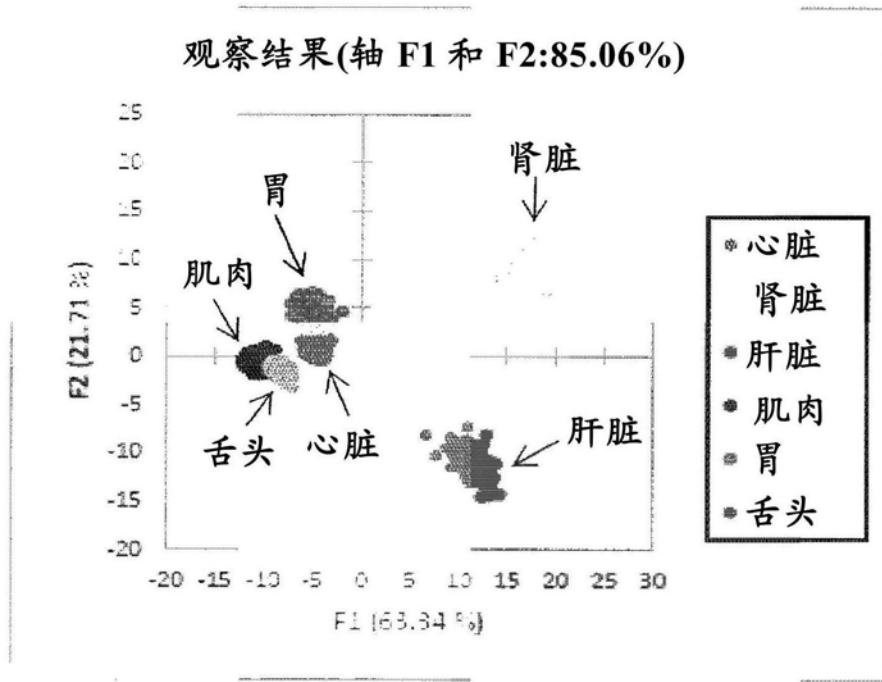


图23

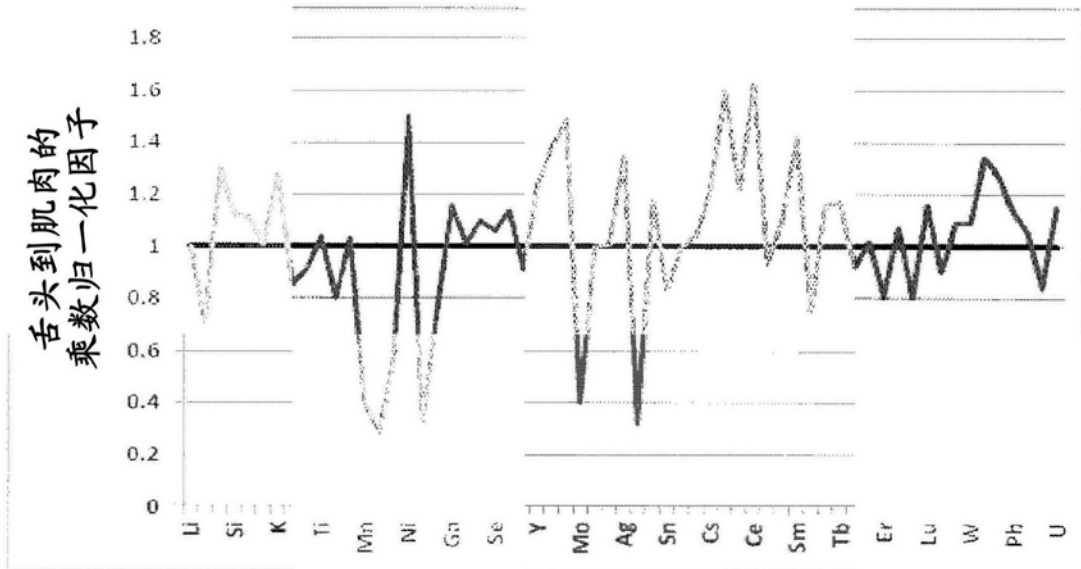


图24

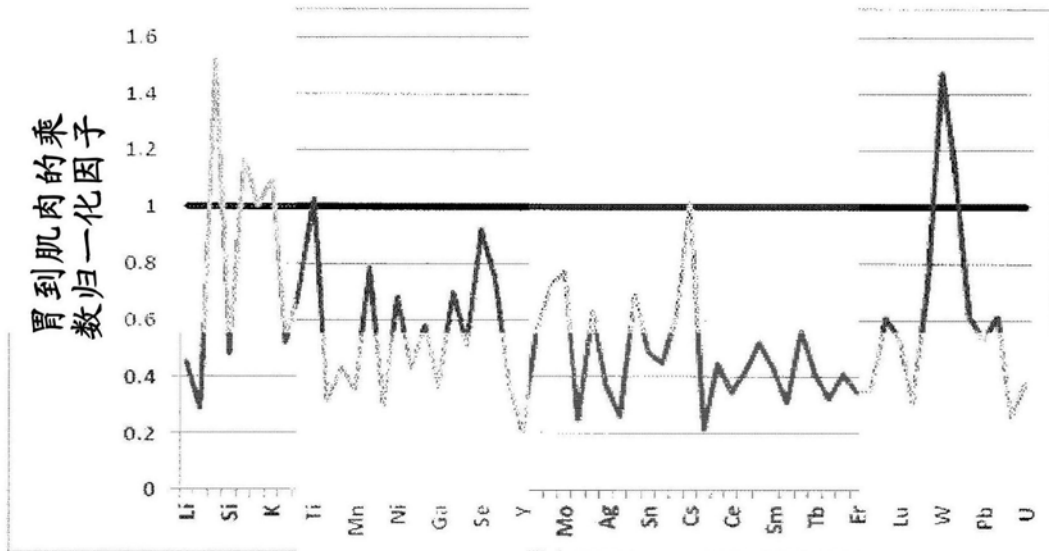


图25

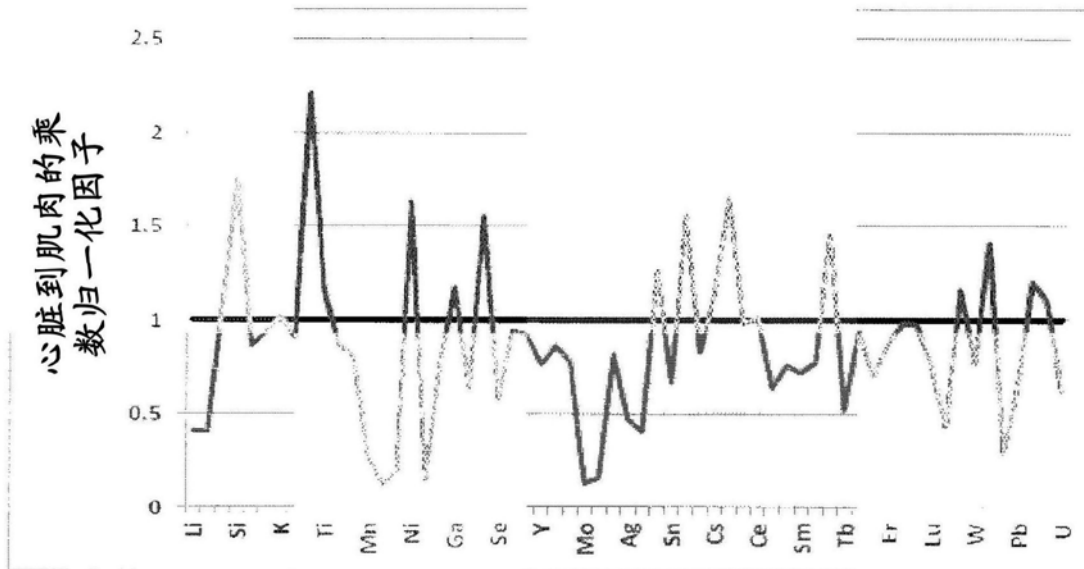


图26

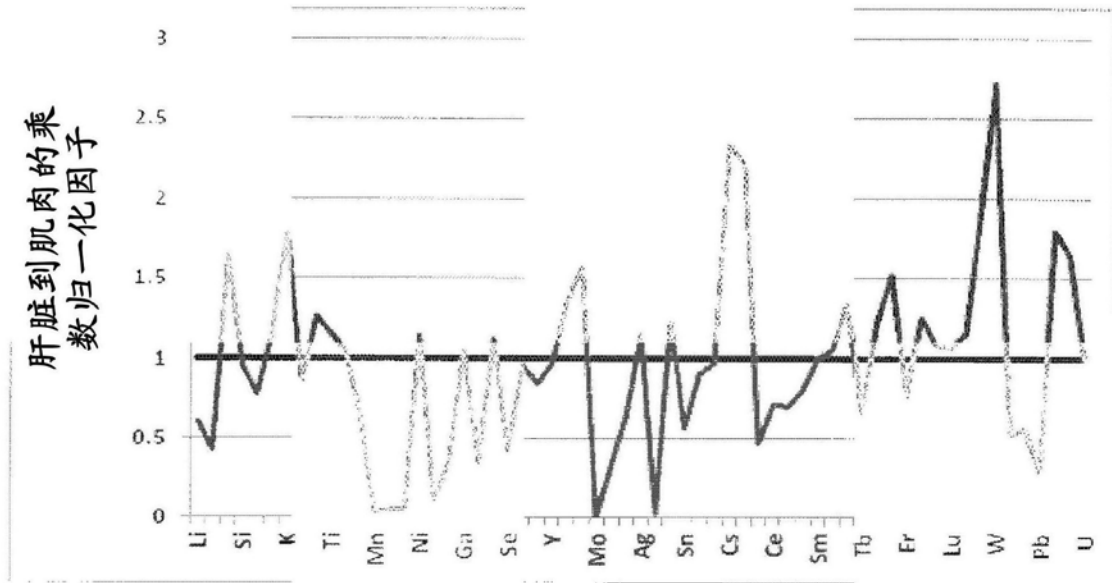


图27

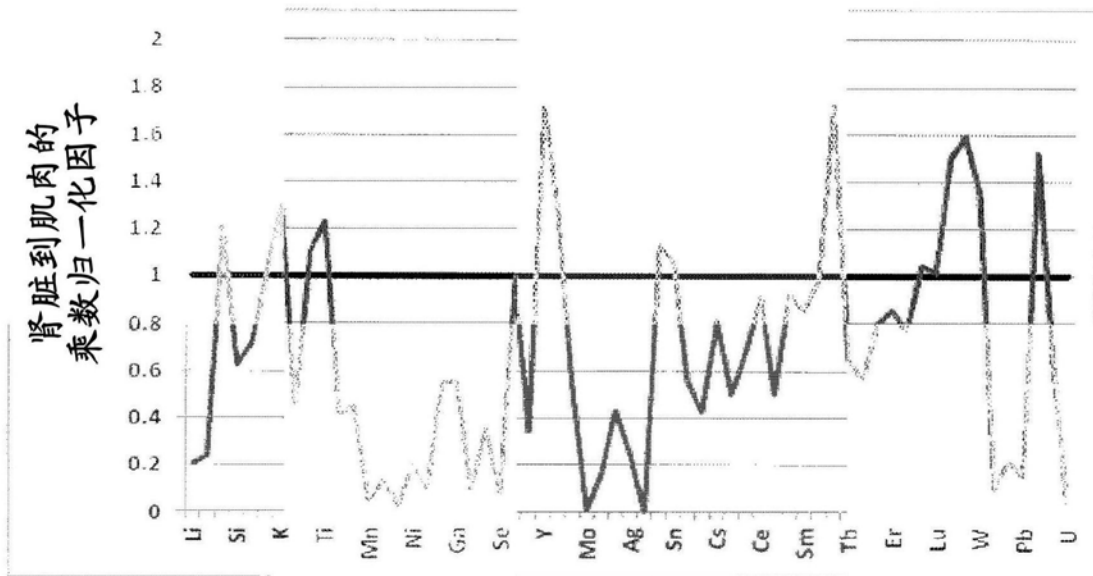


图28

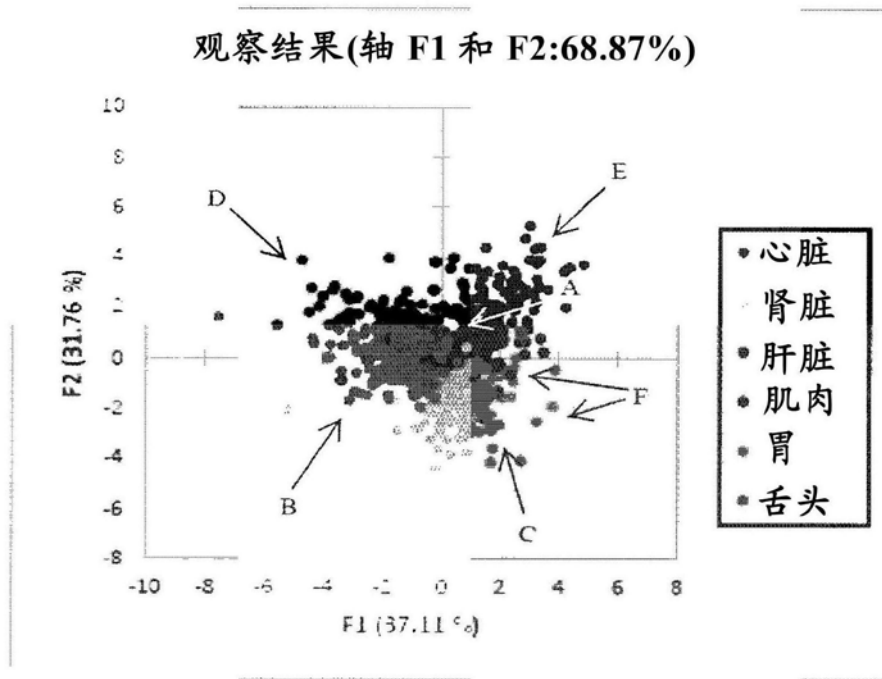


图29

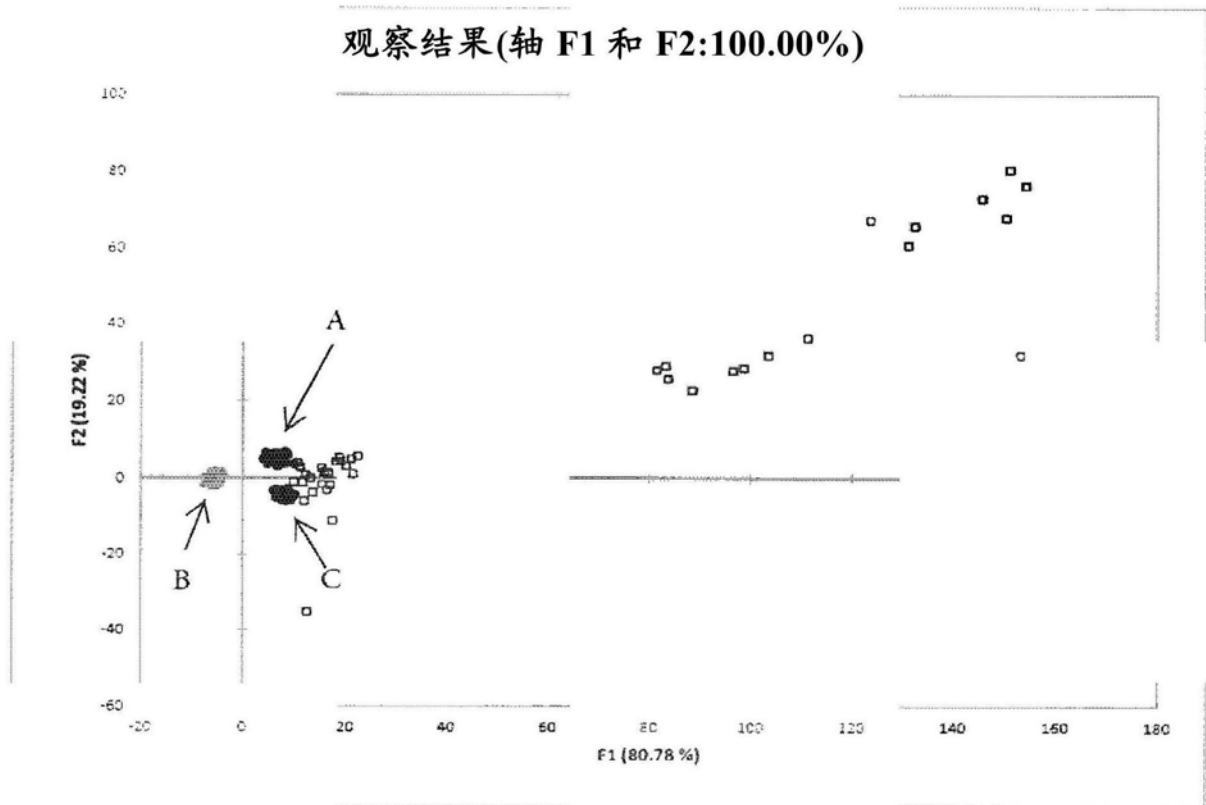


图30

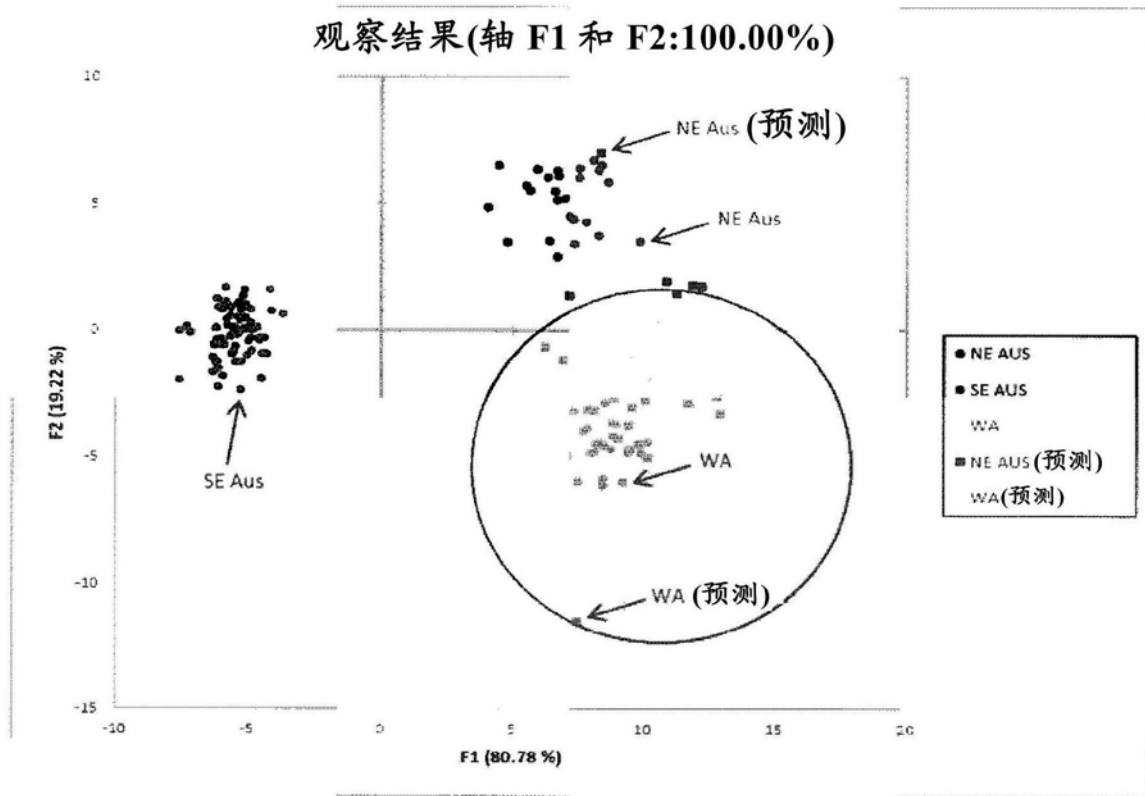


图31

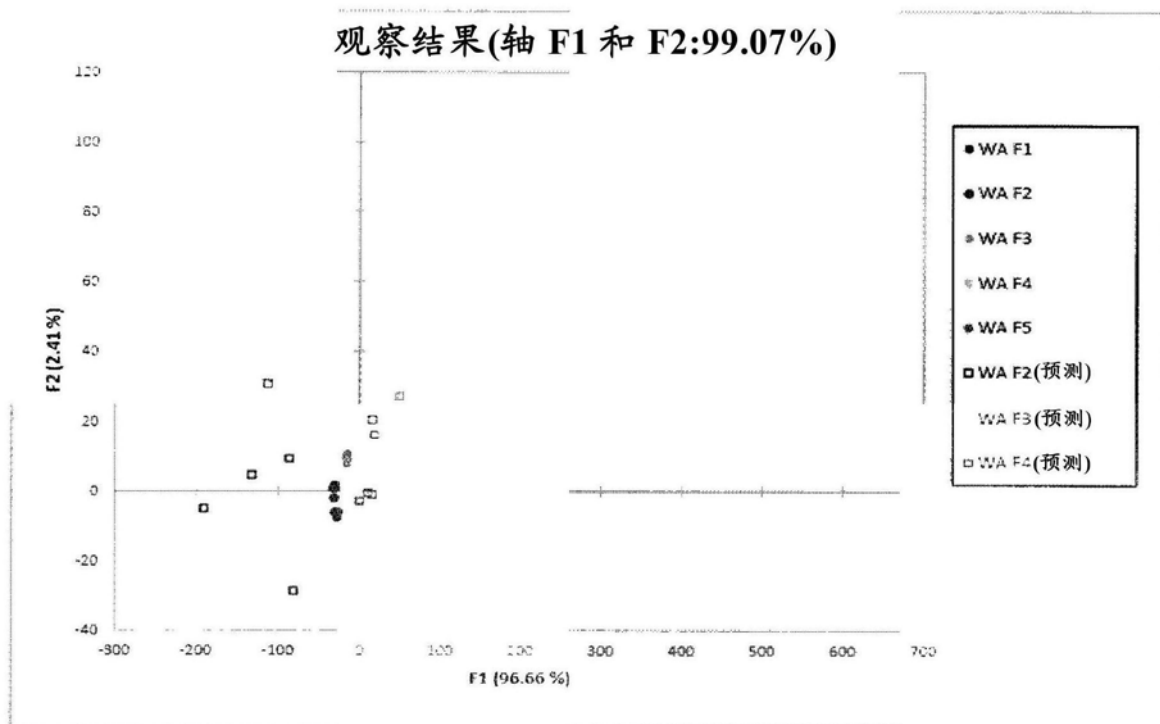


图32

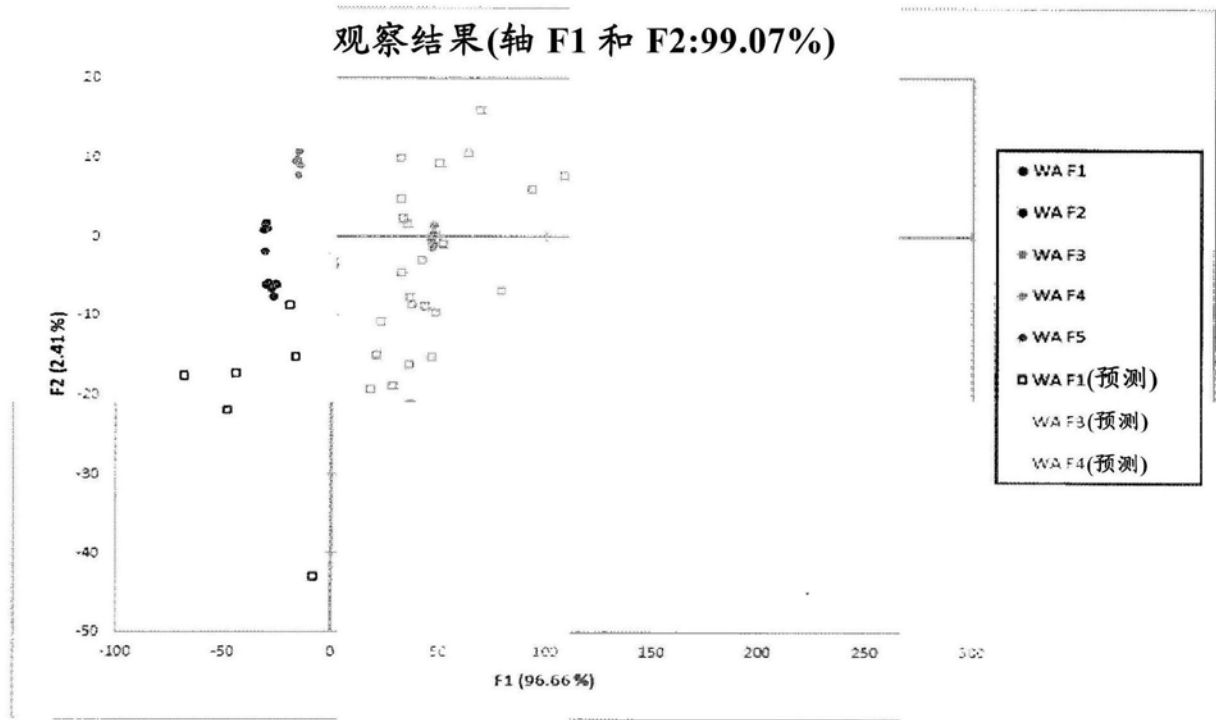


图33

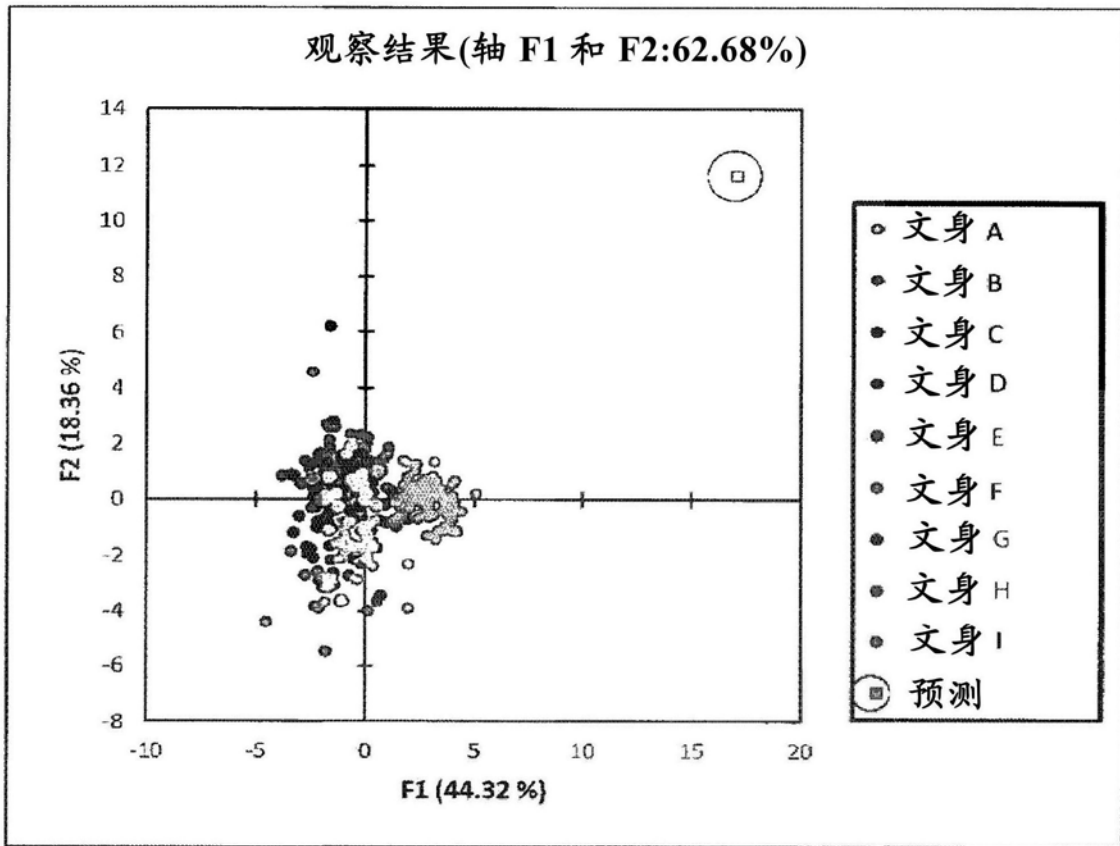


图34

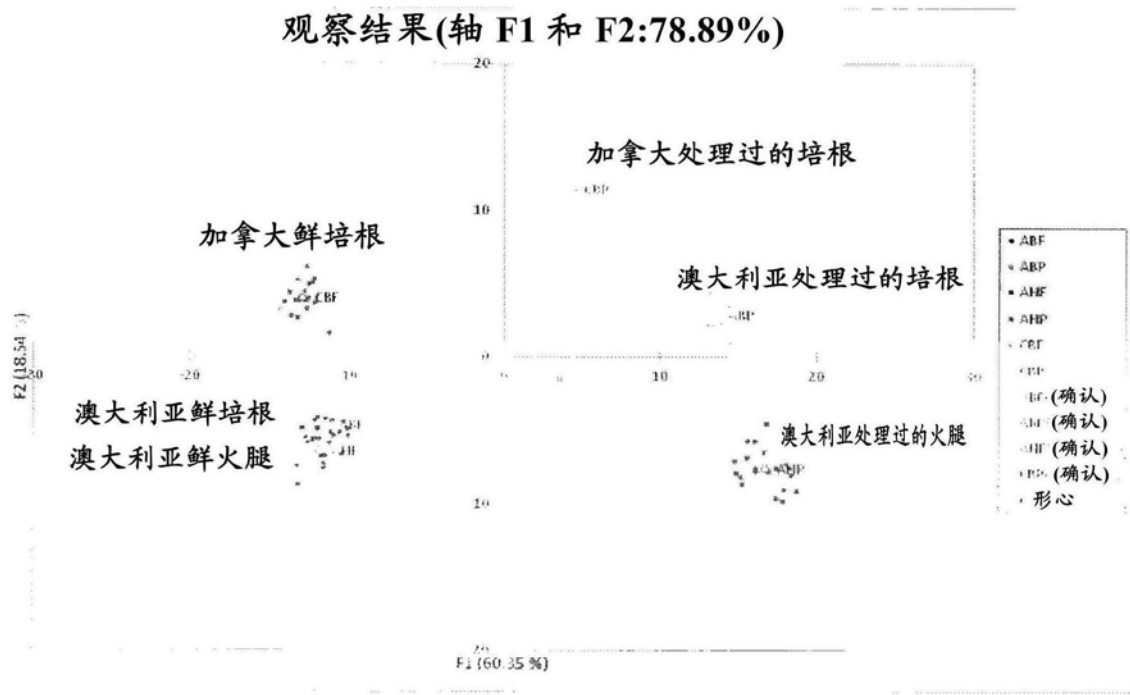


图35