

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.1—2008/ISO 1444:1996
代替 GB/T 9695.1—1988

肉与肉制品 游离脂肪含量测定

Meat and meat products—Determination of free fat content

(ISO 1444:1996, IDT)

2008-08-28 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 9695 由以下部分组成:

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量测定》;
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》;
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》;
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》;
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》;
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》;
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》;
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》;
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》;
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》;
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》;
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》;
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》;
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》;
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡萄糖酸- δ -内酯含量的测定》;
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》;
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》;
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》;
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》;
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》;
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定》;
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》;
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》;
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》;
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》;
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》;
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》;
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》;
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 1 部分。

本部分等同采用国际标准 ISO 1444:1996《肉和肉制品——游离脂肪含量的测定》(英文版)。

为便于使用,本部分作了下列编辑性修改:

- 删除 ISO 1444 的前言;
- 用“本部分”代替“本国际标准”;
- 用小数点“.”代替 ISO 1444 中作为小数点的“,”;
- 用 GB/T 9695.15 代替 ISO 1442;
- 将 9.2 分为 9.2.1、9.2.2、9.2.3 和 9.2.4 四部分;

GB/T 9695.1—2008/ISO 1444:1996

——为计算公式增加了编号。

由于国内市售石油醚的沸程为 30 ℃~60 ℃,为便于使用,将 5.1 的石油醚沸程“40 ℃~60 ℃”改为“30 ℃~60 ℃”。石油醚沸程的改变不会影响测试的结果。

本部分代替 GB/T 9695.1—1988《肉与肉制品 游离脂肪含量的测定》。

本部分与 GB/T 9695.1—1988 相比主要修改如下:

——按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》进行了结构调整和文字修改;

——增加了“试样制备”一章;

——用第 11 章“精密度”及其内容代替第 9 章“允许差”及其内容;

——增加了“试验报告”一章。

本部分由中国商业联合会提出。

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心(广州)、广州市产品质量监督检验所。

本部分主要起草人:郭新东、罗海英、覃芳芳、杜志峰、洗燕萍、吴玉銮、靳晓蕾。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 9695.1—1988。

肉与肉制品 游离脂肪含量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉与肉制品中游离脂肪含量的测定方法。
本部分适用于肉与肉制品中游离脂肪含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 9695.15 肉与肉制品 水分含量测定(GB/T 9695.15—2008,ISO 1442:1997,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 9695 的本部分。

3.1

肉与肉制品中游离脂肪的含量 free fat content of meat and meat products

在本部分规定的条件下提取脂肪的质量。游离脂肪的含量以游离脂肪的质量分数表示。

4 原理

用正己烷或石油醚抽提按照 GB/T 9695.15 进行了水分测试后的干燥试样,蒸发除去溶剂,干燥,得到游离脂肪的含量。

5 试剂和材料

5.1 提取剂:正己烷或石油醚(沸程为 30 °C~60 °C),溴值低于 1,挥发残渣小于 20 mg/L。

5.2 沸石。

6 仪器和设备

实验室常规仪器及下列仪器。

6.1 机械设备:用于试样的均质化。包括高速旋转的切割机,或多孔板的孔径不超过 4 mm 的绞肉机。

6.2 滤纸筒:经脱脂。

6.3 脱脂棉。

6.4 提取装置:索氏抽提器。

注:可用能同时抽提多个样品的自动抽提器代替索氏抽提器。

6.5 沙浴或水浴:电热式或相当的其他装置。

6.6 电热干燥箱:可控温于 103 °C±2 °C。

6.7 干燥器:内装有效干燥剂,如硅胶。

6.8 分析天平:可准确称重至 0.001 g。

7 取样

7.1 实验室所收到的样品应具有代表性且在运输和储藏过程中无受损或发生变化。

7.2 取样方法参见 GB/T 9695.19。

7.3 取有代表性的样品 200 g。

8 试样制备

8.1 使用适当的机械设备(6.1)将试样均质。注意避免试样的温度超过 25 °C。若使用绞肉机,试样至少通过该设备两次。

8.2 将试样装入密封的容器里,防止变质和成分变化。试样应在均质化后 24 h 内尽快分析。

9 分析步骤

注:如需检查重复性限是否符合要求,按 9.1 至 9.2 独立测定两次。

9.1 试样

称取 5 g~8 g 试样,准确至 0.001 g(m_0)。按照 GB/T 9695.15 规定的步骤进行干燥。已知水分含量的已干燥试样可直接用于游离脂肪的测定。

试样中脂肪的含量不低于 0.05 g。

9.2 测试

9.2.1 接收瓶的称重

将少量沸石(5.2)放入索氏抽提器(6.4)的接收瓶里,于 103 °C ± 2 °C 电热干燥箱(6.6)内烘 1 h。取出,置于干燥器(6.7)内,冷却至室温,准确称重至 0.001 g(m_1)。

9.2.2 抽提脂肪

将烘干的试样(9.1)放入衬有脱脂棉的滤纸筒(6.2)中,用提取剂(5.1)润湿的脱脂棉(6.3)擦净表面皿上遗留的脂肪,放入滤纸筒(6.2)中。将滤纸筒(6.2)放入索氏抽提器的抽提筒内,加入提取剂(5.1)至瓶内容积的三分之二处,连接好抽提装置,根据不同的抽提速度和所使用的抽提设备于沙浴或水浴(6.5)上加热,至少提取 6 h。

当使用自动索氏抽提器或其他相当的设备提取时,加热时间至少为 2 h。

9.2.3 称量

取下接收瓶,在沙浴或水浴(6.5)上回收抽提剂,待瓶中剩余少量抽提剂时,用空气吹干。于 103 °C ± 2 °C 电热干燥箱(6.6)内干燥 1 h,置于干燥器(6.7)内,冷却至室温,准确称重至 0.001 g。重复以上烘干、冷却和称重过程,直至相继两次称量结果之差不超过试样质量(m_2)的 0.1%。

9.2.4 第二次抽提

用第二个干燥至恒重的接收瓶,再用新的溶剂抽提 1 h,验证抽提是否完全,增量应不超过 0.1%。

10 计算

试样中游离脂肪的含量按式(1)计算,其数值以%表示。

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中游离脂肪的含量,%;

m_2 ——接收瓶、沸石连同游离脂肪的质量,单位为克(g);

m_1 ——接收瓶和沸石的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后一位。

11 精密度

11.1 联合实验室测试

方法的精密度是根据 ISO 5725¹⁾ 组织的联合实验室测试获得的。联合实验室测试的结果已出版(见参考文献[4])。对于重复性限 r 和再现性限 R , 置信度均为 95%。

11.2 重复性

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器、在短时间间隔内对同一样品独立测定两次。两次测试结果的绝对差值不超出由式(2)求得的重复性限 r :

$$r = -0.05 + 0.06\bar{X} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

r ——重复性限, %;

\bar{X} ——两次测定结果的平均值, %。

11.3 再现性

不同的分析者采用相同的方法、在不同的实验室用不同的仪器、对同一样品独立测定两次。两次测试结果的绝对差值不超出由式(3)求得的再现性限 R :

$$R = 0.04 + 0.06\bar{X} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

R ——再现性限, %;

\bar{X} ——两次测试结果的平均值, %。

12 试验报告

试验报告应说明:

——取样方法;

——所采用的方法;

——测试结果;

——如果检验了重复性, 列出最终结果。

试验报告也应说明本部分未规定或未列为可选的所有操作, 以及可能影响测试结果的其他因素。

试验报告还应包括所有与识别样品有关的必需信息。

1) ISO 5725:1986, 用于获取精密度数据。现已被 ISO 5725-1:1994 代替。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法
 - [2] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义 (ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions, IDT)
 - [3] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 (ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method, IDT)
 - [4] Method No. 23(1991). Moisture and ash; Gravimetric determination in meat and meat products. Nordic Committee on Food Analysis (NMKL), Espoo, Finland (in English and Scandinavian). (UDC 635.7)
 - [5] KOLAR K. Gravimetric determination of moisture and ash in meat and meat products. NMKL Interlaboratory Study. J. AOAC, 1992, 75:1016-1022.
-