肉与肉制品　总脂肪含量测定

1　范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉和肉制品中总脂肪含量的测定方法。

本部分适用于肉和肉制品中总脂肪含量的测定。

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 6682—1992　分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

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

肉与肉制品的总脂肪　total fat of meat and meat products

在本部分规定的条件下提取得到的脂肪。

总脂肪用质量分数表示。

4　原理

试样经盐酸加热水解，将包含的和结合的油脂释放出来，过滤，留在滤器上的物质经干燥后，用正己烷或石油醚抽提、除去溶剂，得到脂肪总量。

5　试剂和材料

如无特别说明，所用试剂均为分析纯。

5.1　水：符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水。

5.2　抽提剂：正己烷或石油醚(30 ℃～60 ℃沸程)，溴值低于 1，挥发残渣小于 20 mg/L。

5.3　盐酸溶液(c=2 mol/L)：量取 50 mL 盐酸(ρ_{20}≈1.19 g/mL)，加入 250 mL 水，混匀。

5.4　蓝色石蕊试纸。

5.5　沸石。

5.6　滤纸筒：经脱脂。

5.7　脱脂棉。

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　锥形瓶：250 mL。

6.3　表面皿：直径不小于 80 mm。

6.4　索氏抽提器：接收瓶体积为 150 mL。

6.5 水浴或砂浴。

6.6 干燥箱：可控温于 103 ℃±2 ℃。

6.7 干燥器：内装有效干燥剂。

6.8 分析天平：可准确称重至 0.001 g。

7 取样

本部分不规定取样方法。取样方法参见 GB/T 9695.19。

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没受损或发生变化。

至少取有代表性的样品 200 g。

8 试样制备

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 ℃。若使用绞肉机，试样至少通过该仪器两次。

将试样装入密封的容器里，防止变质和成分变化。试样应尽快进行分析，均质化后最迟不超过 24 h。

9 分析步骤

9.1 接收瓶的恒重

往索氏抽提器(6.4)的接收瓶里放入少量沸石(5.5)，于 103 ℃±2 ℃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。重复以上烘干、冷却和称重过程，直到相继两次称量结果之差不超过 0.2 mg。

9.2 酸水解

称取 3 g～5 g 试样，准确至 0.001 g，置于 250 mL 锥形瓶(6.2)中，加入 50 mL 2 mol/L 盐酸溶液(5.3)，盖上小表面皿(6.3)，于石棉网上用火加热至微沸，保持 1 h，每 10 min 旋转摇动一次。取下锥形瓶，加入 150 mL 热水，混匀，过滤。锥形瓶和小表面皿用热水洗净，热水一并过滤。沉淀用热水洗至中性[用蓝色石蕊试纸(5.4)检验，中性时试纸不变色]。将沉淀和滤纸置于大表面皿上，连同锥形瓶和小表面皿一起于 103 ℃±2 ℃干燥箱内干燥 1 h，冷却。

9.3 抽提脂肪

将烘干的滤纸放入衬有脱脂棉的滤纸筒(5.7)中，用抽提剂(5.2)润湿的脱脂棉擦净锥形瓶、小表面皿和大表面皿上遗留的脂肪，放入滤纸筒中。将滤纸筒放入索氏抽提器的抽提筒内，连接内装少量沸石(5.5)并已干燥至恒重的接收瓶(9.1)，加入抽提剂至瓶内容积的三分之二 处，于水浴上加热，使抽提剂每 5 min～6 min 回流一次，抽提 6 h～8 h。

9.4 称量

取下接收瓶，回收抽提剂，待瓶中抽提剂剩 1 mL～2 mL 时，在水浴上蒸干，于 103 ℃±2 ℃的干燥箱内干燥 1 h，置于干燥器内冷却至室温，准确称重至 0.001 g。重复以上烘干、冷却和称重过程，直到相继两次称量结果之差不超过试样质量的 0.1%。

9.5 抽提完全程度验证

用第二个内装沸石、已干燥至恒重的接收瓶(9.1)，用新的抽提剂(5.2)继续抽提 1 h，增量不得超过试样质量的 0.1%。

9.6 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

10 计算

试样中总脂肪的含量按式(1)计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

w——试样中总脂肪的含量，%；

m_2——接收瓶、沸石连同脂肪的质量，单位为克(g)；

m_1——接收瓶和沸石的质量，单位为克(g)；

m_0——试样的质量，单位为克(g)。

结果保留至小数点后第一位。

11 精密度

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。两次测定结果的绝对差值不得超过 0.5%。

12 试验报告

试验报告应说明：

——所有与识别样品有关的必需信息；

——取样方法；

——依据本部分所采用的方法；

——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；

——测试结果；

——如果检验了重复性，列出最终结果。