

ICS 67.100.10  
C



# 中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××

代替GB/T 5009.46-2003、GB/T 5409-85、GB/T5413.3-1997、GB/T 5416-85

---

## 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定

Determination of fat in foods for infants and young children,

raw milk and dairy products

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.46-2003《乳与乳制品卫生标准的分析方法》、GB 5409-85《牛乳检验方法》、GB 5416-85《奶油检验方法》；GB/T 5413.3-1997《婴幼儿配方食品和乳粉 脂肪的测定》。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5409-85；
- GB/T 5413.3-1997；
- GB/T 5416-85；
- GB/T 5009.46-1996、GB/T 5009.46-2003。

# 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定

## 1 范围

本标准规定了巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳、发酵乳、乳粉、炼乳、奶油、干酪和婴幼儿配方食品中脂肪的测定方法。

本标准第一法适用于巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳、发酵乳、乳粉、炼乳、奶油、干酪和婴幼儿配方食品中脂肪的测定；第二法适用于巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳和纯发酵乳中脂肪的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准；然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 第一法 哥特里-罗兹法

## 3 原理

用乙醚和石油醚抽提样品的碱水解液，通过蒸馏或蒸发去除溶剂，测定溶于溶剂中的抽提物的质量。

## 4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的三级水。

4.1 淀粉酶（ $\geq 1.5\text{U/mg}$ ）。

4.2 氨水（ $\text{NH}_4\text{OH}$ ）：质量分数约 25%， $\rho_{20}$  约 910g/L。

注：可使用比此浓度更高的氨水。

4.3 乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ）：体积分数至少为 94%。

4.4 乙醚（ $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ ）：不含过氧化物，不含抗氧化剂，并满足试验的要求。

4.5 石油醚（ $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ ）：沸程  $30^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$ 。

4.6 混合溶剂：等体积混合乙醚（3.4）和石油醚（3.5），使用前制备。

4.7 碘溶液（ $\text{I}_2$ ）约  $0.1\text{mol/L}$ 。

4.8 刚果红溶液（ $\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$ ）：将 1g 刚果红溶于水中，稀释至 100mL。

注：可选择性地使用。刚果红溶液可使溶剂和水相界面清晰，也可使用其他能使水相染色而不影响测定结果的溶液。

## 5 仪器和设备

5.1 分析天平，万分之一。

5.2 离心机：可安放抽脂瓶或管，转速为  $500\text{r/min}\sim 600\text{r/min}$ ，可在抽脂瓶外端产生  $80\text{g}\sim 90\text{g}$  的重力场。

5.3 烘箱。

5.4 水浴。

5.5 抽脂瓶：抽脂瓶（见注）应带有软木塞或其他不影响溶剂使用的瓶塞（如硅胶或聚四氟乙烯）。软木塞应先浸于乙醚中，后放入  $60^\circ\text{C}$  或  $60^\circ\text{C}$  以上的水中保持至少 15min，冷却后使用。不用时需浸泡在水中，浸泡用水每天更换一次。

注：也可使用带虹吸管或洗瓶的抽脂管（或烧瓶），但操作步骤有所不同，见附录 A 中规定。接头的内部长支管下端可成勺状。

## 6 分析步骤

### 6.1 脂肪收集瓶的准备

于干燥的收集瓶中加入几粒沸石，放入烘箱中干燥1h。使收集瓶冷却至室温，称量，精确至0.1mg。

### 6.2 空白试验

空白试验与样品检验同时进行，使用相同步骤和相同试剂，但用10mL水代替已稀释的样品。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳、发酵乳

称取充分混匀试样10g（精确至0.001g）于抽脂瓶中。

6.3.1.1 加入2mL氨溶液（4.2），在小球中与已溶解的样品充分混合。加入氨水后立即将抽脂瓶放入 $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的水浴中，加热15 min~20min，时而振荡一次，取出，冷却至室温。静止30s后可进行下一步骤。

6.3.1.2 加入10mL乙醇（4.3），和缓但彻底地进行混合，避免液体太接近瓶颈。如果需要，可加入两滴刚果红溶液（4.8）。

6.3.1.3 加入25mL乙醚（4.4），塞上瓶塞，将抽脂瓶保持在水平位置，小球的延伸部分朝上夹到摇混器上，按约100次/min振荡烧瓶1min，注意避免形成持久乳化液。在此期间，使液体由大球冲入小球。

抽脂瓶冷却后小心地打开塞子，用少量的混合溶剂冲洗塞子和瓶颈，使冲洗液流入抽脂瓶或已准备好的脂肪收集瓶中。

6.3.1.4 加入25mL石油醚（4.5），塞上重新润湿的塞子，按6.3.1.3所述，轻轻振荡30s。

6.3.1.5 将加塞的抽脂瓶放入离心机中，在500r/min~600r/min下离心5min。否则将抽脂瓶静止至少30min，直到上层液澄清，并明显与水相分离。必要时，可冷却抽脂瓶。

6.3.1.6 小心地打开软木塞或瓶塞，用少量的混合溶剂（4.6）冲洗塞子和瓶颈内壁，使冲洗液流入抽脂瓶或脂肪收集瓶中。

如果两相界面低于小球与瓶身相接处，则沿瓶壁边缘慢慢地加入水，使液面高于小球和瓶身相接处（见图1），以便于倾倒。

6.3.1.7 持抽脂瓶的小球部，小心地将上层液尽可能地倒入已准备好的含有沸石的脂肪收集瓶中，避免倒出水层（见图2）

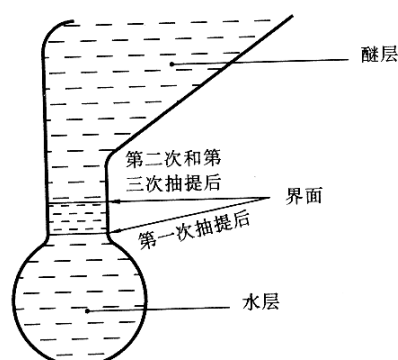


图1 倾倒醚层前

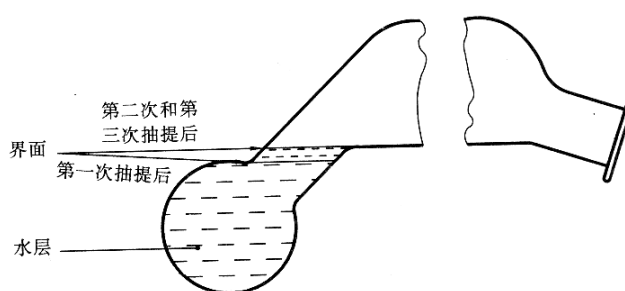


图2 倾倒醚层后

6.3.1.8 用少量混合液溶剂冲洗瓶颈外部，冲洗液收集在脂肪收集瓶中。要小心操作，以防溶剂溅到抽脂瓶的外面。

6.3.1.9 向抽脂瓶中加入5mL乙醇，用乙醇冲洗瓶颈内壁，按 6.3.1.2所述进行混合。重复6.3.1.3~6.3.1.8操作，再进行两次抽提，但只用15mL乙醚和1mL石油醚，用混合溶剂冲洗瓶颈内壁。

注：如果产品中脂肪的质量分数低于5%，可只进行两次抽提。

6.3.1.10 合并所有提取液，采用蒸馏的方法除去收集瓶中的溶剂（包括乙醇），对烧杯或皿可放于沸水浴上蒸发至干来除掉溶剂。蒸馏前用少量混合溶剂冲洗瓶颈内部。

6.3.1.11 将脂肪收集瓶放入 $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中加热1h，取出收集瓶，冷却至室温，称量，精确至0.1mg。称量前不要擦收集瓶。

6.3.1.12 重复6.3.1.11操作，直到脂肪收集瓶两次连续称量不超过0.5mg，记录收集瓶和抽提物的最低质量。

6.3.1.13 为验证抽提物是否全部溶解，向脂肪收集瓶中加入25mL石油醚，微热，振摇，直到脂肪全部溶解。

如果抽提物全部溶于石油醚中，则含抽提物的收集瓶的最终质量和最初质量之差，即为脂肪含量。

6.3.1.14 若抽提物未全部溶于石油醚中，或怀疑抽提物是否全部为脂肪，则用热的石油醚洗提。小心地倒出石油醚，不要倒出任何不溶物，重复此操作3次以上，再用石油醚冲洗收集瓶口的内部。

最后，用混合溶剂冲洗收集瓶口的外部，避免溶液溅到瓶的外壁。将脂肪收集瓶放入 $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中，加热1h，按6.3.1.11和6.3.1.12所述去除石油醚，冷却后称量。

取6.3.1.12中测得的质量和6.3.1.14测得的质量之差作为脂肪的质量。

注：选择带有虹吸管或洗瓶附件的抽脂管时，步骤如附录A（标准的附录）所述。

### 6.3.2 乳粉和乳基婴幼儿食品

称取混匀后的试样，高脂乳粉、全脂乳粉、全脂加糖乳粉和乳基婴幼儿食品：约1g，脱脂乳粉、乳清粉、酪乳粉：约1.5g，精确至0.001g。

#### 6.3.2.1 不含淀粉样品

加入10mL  $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的水，将试样洗入抽脂瓶的小球中，充分混合，直到试样完全分散，放入流动水中冷却。

#### 6.3.2.2 含淀粉样品

将试样放入抽脂瓶中，加入约0.1g的淀粉酶（4.1）和一小磁性搅拌棒，混合均匀后，加入8 mL~10mL  $45^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏水，注意液面不要太高。盖上瓶塞于搅拌状态下，置 $65^{\circ}\text{C}$ 水浴中2h，每隔10min摇混一次。为检验淀粉是否水解完全可加入两滴约0.1mol/L的碘溶液，如无蓝色出现说明水解完全，否则将抽脂瓶重新置于水浴中，直至无蓝色产生。冷却抽脂瓶。

以下操作同6.3.1.1~6.3.1.14。

### 6.3.3 炼乳

脱脂炼乳称取约10g、全脂炼乳和部分脱脂炼乳称取约3~5g、高脂炼乳称取约1.5g（精确至0.001g），用10 mL水，分次洗入抽脂瓶小球中，充分混合均匀。

以下操作同6.3.1.1~6.3.1.14。

### 6.3.4 奶油、稀奶油

先将奶油样品放入温水浴中溶解并混合均匀后，奶油称取约0.5 g 样品（精确至0.001g），稀奶油称取1g于抽脂瓶中。加 2mL 浓氨水充分混匀。

以下操作同6.3.1.2~6.3.1.14。

### 6.3.5 干酪

称取约2g研碎的试样，精确至0.001g。加水9mL、浓氨水2 mL，用玻璃棒搅拌均匀后微微加热使酪蛋白溶解，用6mol/L盐酸中和后再加6mol/L盐酸10mL，加海砂0.5g，盖好玻璃盖，以文火煮沸5min，冷却后将烧杯内容物移入抽脂瓶中，用25mL乙醚冲洗烧杯，洗液并入抽脂瓶中，以下操作按6.3.1.3“塞上被水饱和的软木塞或用水浸湿的其他瓶塞”后操作。

以下操作同6.3.1.4~6.3.1.14。

## 7 结果计算和表示

样品中脂肪含量，以质量百分数  $X$  计，数值以克每百克 ( $\text{g}/100\text{g}$ ) 表示，按式 (1) 计算：

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$m_0$ ——样品的质量， $\text{g}$ ；

$m_1$ ——6.3.1.12 中测得的脂肪收集瓶和抽提物的质量，单位为克 ( $\text{g}$ )；

$m_2$ ——脂肪收集瓶的质量，或在有不溶物存在下，6.3.1.14 中测得的脂肪收集瓶和不溶物的质量，单位为克 ( $\text{g}$ )；

$m_3$ ——空白试验中，脂肪收集瓶和 6.3.1.12 中测得的抽提物的质量，单位为克 ( $\text{g}$ )；

$m_4$ ——空白试验中脂肪收集瓶的质量，或在有不溶物存在时，6.3.1.14 中测得的脂肪收集瓶和不溶物的质量，单位为克 ( $\text{g}$ )。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，报告质量分数结果精确至 0.01%。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果之差应符合：

脂肪含量  $\geq 15\%$ ， $\leq 0.3\text{g}/100\text{g}$ ；

脂肪含量 5~15%， $\leq 0.2\text{g}/100\text{g}$ ；

脂肪含量  $\leq 5\%$ ， $\leq 0.1\text{g}/100\text{g}$ 。

## 9 实验过程注意事项

### 9.1 空白试验检验试剂

要进行空白试验，以消除环境及温度对检验结果的影响。

进行空白试验时在脂肪收集瓶中放入 1g 新鲜的无水奶油。必要时，于每 100mL 溶剂中加入 1g 无水奶油后重新蒸馏，重新蒸馏后必须尽快使用。

### 9.2 空白试验与样品测定同时进行

对于存在非挥发性物质的试剂可用与样品测定同时进行的空白试验值进行校正。抽脂瓶与天平室之间的温差可对抽提物的质量产生影响。在理想的条件下（试剂空白值低，天平室温度相同，脂肪收集瓶充分冷却），该值通常小于 0.5mg。在常规测定中，可忽略不计。

如果全部试剂空白残余物大于 0.5mg，则分别蒸馏 100mL 乙醚和石油醚，测定溶剂残余物的含量。用空的控制瓶测得的量和每种溶剂的残余物的含量都不应超过 0.5mg。否则应更换不合格的试剂或对试剂进行提纯。

### 9.3 乙醚中过氧化物的检验

取一只玻璃小量筒，用乙醚冲洗，然后加入 10mL 乙醚，再加入 1mL 新制备的 100g/L 的碘化钾溶液，振荡，静止 1min，两相中均不得有黄色。

也可使用其他适当的方法检验过氧化物。

在不加抗氧化剂的情况下，为长久保证乙醚中无过氧化物，使用前三天按下法处理：

将锌箔削成长条，长度至少为乙醚瓶的一半，每升乙醚用 80cm<sup>2</sup> 锌箔。

使用前，将锌片完全浸入每升中含有 10g 五水硫酸铜和 2mL 质量分数为 98% 的浓硫酸溶液中 1min，用水轻轻彻底地冲洗锌片，将湿的镀铜锌片放入乙醚瓶中即可。也可以使用其他方法，但不得影响检测结果。

## 第二法 盖勃氏法

### 10 原理

在乳中加入硫酸破坏乳胶质性和覆盖在脂肪球上的蛋白质外膜，离心分离脂肪后测量其体积。

### 11 试剂和材料

11.1 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )：分析纯，比重 1.820~1.825。

11.2 异戊醇 ( $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$ )：分析纯。

### 12 仪器和设备

12.1 乳脂离心机。

12.2 盖勃氏乳脂计：最小刻度值为 0.1%，见图 3。

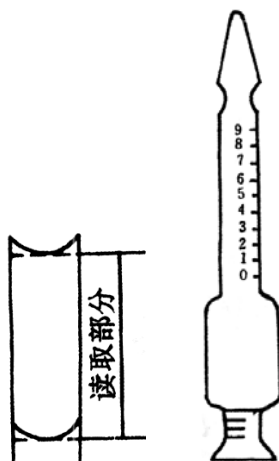


图 3

### 13 分析步骤

#### 13.1 巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳

于乳脂计中先加入 10 mL 硫酸 (11.1)，再沿着管壁小心准确加入 11 mL 样品，使样品与硫酸不要混合，然后加 1 mL 异戊醇 (11.2)，塞上橡皮塞，使瓶口向下，同时用布包裹以防冲出，用力振摇使呈均匀棕色液体，静置数分钟（瓶口向下），置  $65^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$  水浴中 5 min，取出后放乳脂离心机中以 1000r/min 的转速离心 5 min，再置  $65^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$  水浴水中，注意水浴水面应高于乳脂计脂肪层，5 min 后取出，立即读数，即为脂肪的百分数。

#### 13.2 发酵乳

在乳脂计中先加入 10 mL 硫酸，再沿管壁小心加入 5.0 mL 已混匀的样品，然后用 6mL 水仔细洗涤吸取样品的吸管，洗液注入乳脂计中，再加入 1 mL 异戊醇，以下按 13.1 自“塞上橡皮塞”起依法操作，最后按刻度读出脂肪及百分数乘以 2.2，即为样品的脂肪百分数。

### 14 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

## 附录 A

(资料性附录)

## 使用带虹吸管或洗瓶的抽脂管的操作步骤

若使用带虹吸管或洗瓶的抽脂管，步骤如下所述。

## A.1 步骤

A.1.1 脂肪收集瓶的准备：见6.1。

A.1.2 空白试验：见6.2和9.2。

## A1.3 测定

A.1.3.1 巴氏杀菌、灭菌乳、鲜乳、酸乳：称取充分混匀样品 10g（精确至 0.001g）于抽脂管底部。

乳粉及乳基婴幼儿食品：称取混匀后的样品高脂乳粉、全脂乳粉、全脂加糖乳粉和乳基婴幼儿配方食品：约1g，脱脂乳粉、乳清粉、酪乳粉：约1.5g，精确至0.001g，于抽脂管底部，加入10mL 65℃±5℃的水，充分混合，直到样品完全分散，放入流动水中冷却。

炼乳：脱脂炼乳称取约 10g、全脂炼乳和部分脱脂炼乳称取约 3 g~5g；高脂炼乳称取约 1.5g；，精确至 0.001g，于抽脂管底部。加入 10 mL 水，充分混合均匀。

奶油、稀奶油：先将奶油样品放入温水浴中溶解并混合均匀后，奶油称取约 0.5 g 样品，稀奶油称取 1g 于抽脂管底部，精确至 0.001g。

以下接 A.1.3.1.1 操作。

干酪：称取约 2g 研碎的样品，精确至 0.001g。加水 9mL、浓氨水 2 mL，用玻璃棒搅拌均匀后微微加热使酪蛋白溶解，用 6mol/L 盐酸中和后再加 6mol/L 盐酸 10mL，加海砂 0.5g，盖好玻璃盖，以文火煮沸 5min，冷却后将烧杯内容物移入抽脂管底部，用 25mL 乙醚冲洗烧杯，洗液并入抽脂管中，以下操作按 A.1.3.1.4 “加软木塞” 以后操作。

A.1.3.1.1 加入2mL氨溶液，与管底部已稀释的样品彻底混合。加入氨水后，应立即进行下步操作。

A.1.3.1.2 将抽脂管放入65℃±5℃的水浴中，加热15 min~20min，偶尔振荡样品管，然后冷却至室温。

A.1.3.1.3 加入10mL乙醇，在管底部轻轻彻底地混合，必要时加入两滴刚果红溶液。

A.1.3.1.4 加入25mL乙醚，加软木塞（已被水饱和），或用水浸湿的其他瓶塞，上下反转1min，不要过度（避免形成持久性乳化液）。必要时，将管子放入流动的水中冷却，然后小心地打开软木塞，用少量的混合溶剂（使用洗瓶）冲洗塞子和管颈，使冲洗液流入管中。

A.1.3.1.5 加入25mL石油醚，加塞（塞子重新用水润湿），按A.1.3.1.3所述轻轻振荡30s。

A.1.3.1.6 将加塞的管子放入离心机中，在500r/min~600r/min下离心1 min~5min。或静止至少30min，



直到上层液澄清，并明显地与水相分离，冷却。

A. 1. 3. 1. 7 小心地打开软木塞，用少量混合溶剂洗塞子和管颈，使冲洗液流入管中。

A. 1. 3. 1. 8 将虹吸管或洗瓶接头插入管中，向下压长支管，直到距两相界面的上方4mm处，内部长支管应与管轴平行。

小心地将上层液移入含有沸石的收集瓶中，也可用金属皿。避免移入任何水相。用少量混合溶剂冲洗长支管的出口，收集冲洗液于收集瓶中。

A. 1. 3. 1. 9 松开管颈处的接头，用少量的混合溶剂冲洗接头和内部长支管的较低部分，重新插好接头，将冲洗液移入收集瓶中。

用少量的混合溶剂冲洗出口，冲洗液收集于瓶中，必要时，按5. 3. 1. 11所述，通过蒸馏或蒸发去除部分溶剂。

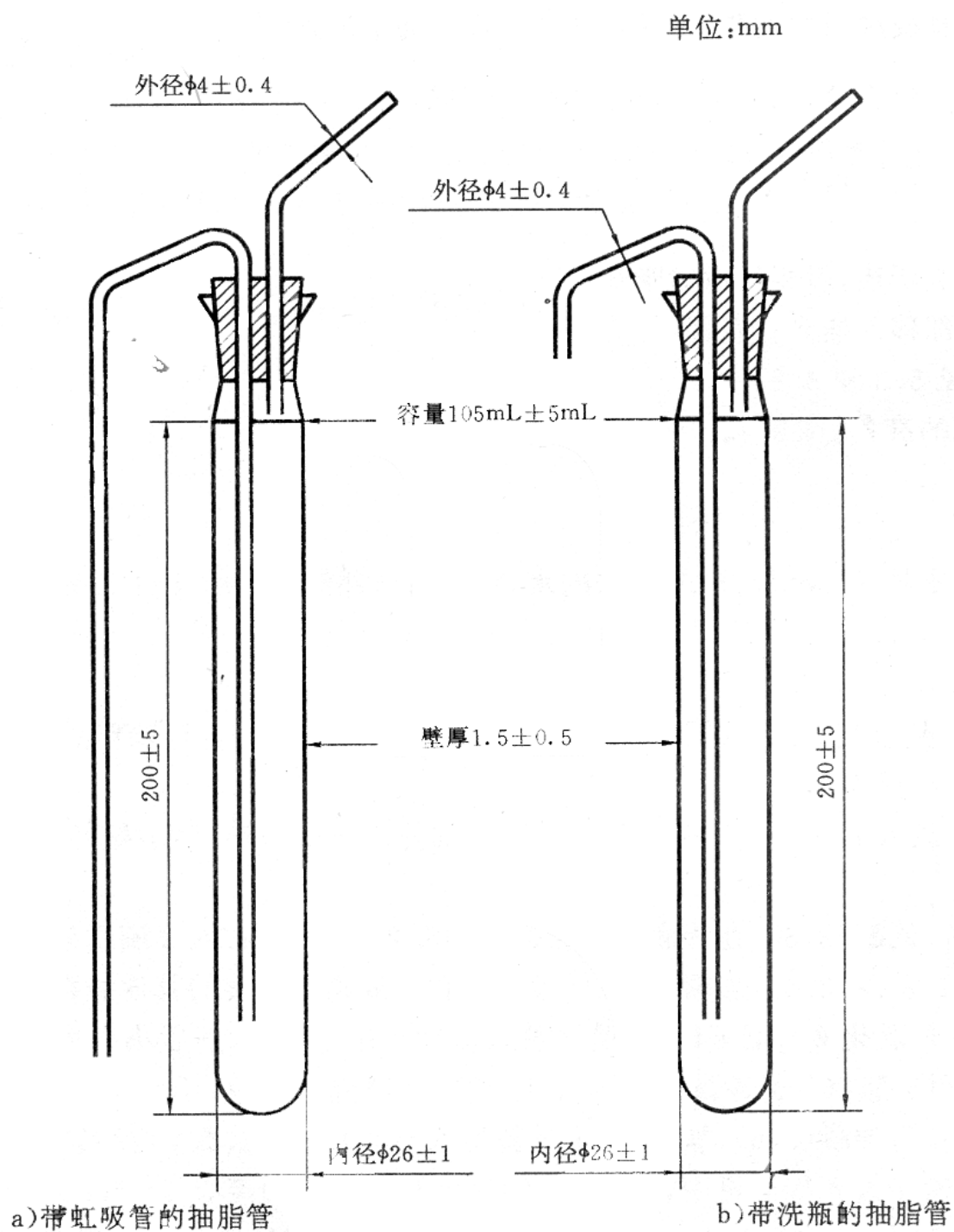
A. 1. 3. 1. 10 再松开管颈处的接头，微微抬高接头，加入5mL乙醇，用乙醇冲洗长支管，如A. 1. 3. 1. 3所述混合。

A. 1. 3. 1. 11 重复A. 1. 3. 1. 4~A. 1. 3. 1. 9步骤进行第二次抽提，但仅用15mL乙醇和15mL石油醚，抽提之后，在移开管接头时，用乙醚冲洗内部长支管。

A. 1. 3. 1. 12 重复A. 1. 3. 1. 4~A. 1. 3. 1. 9步骤，不加乙醇，进行第三次抽提，仅用15mL乙醇和15mL石油醚。

注：如果产品中脂肪的质量分数低于5%，可省略第三次抽提。

A. 1. 3. 1. 13 以下按5. 3. 1. 11~5. 3. 1. 15所述进行。



图A.1 抽脂管图例