

酸奶中脂肪含量检测差异影响因素的研究

宋艳梅^{1*}, 刘玉英², 夏忠悦¹, 王震²

(1. 新希望乳业股份有限公司, 成都 610212; 2. 河北新希望天香乳业有限公司, 保定 072150)

摘要: **目的** 研究酸奶中脂肪含量检测差异影响因素, 以获得更加准确检测结果。**方法** 选择不同品类酸奶在不同的实验条件下, 采用 GB 5009.6—2016 第三法碱水解法和第四法盖勃法检测酸奶中脂肪含量。**结果** 延长盖勃法离心时间至 15 min, 酸奶产品检测结果更接近真实值; 含明胶的酸奶产品脂肪含量检测结果明显低于真实值。**结论** 酸奶产品(特别是含有明胶的酸奶产品)脂肪含量采用碱水解法和盖勃法检测时均需要补充完善检测步骤, 减小检测结果偏差, 以获得真实的脂肪含量检测结果。

关键词: 酸奶; 脂肪; 明胶

Study on the factors influencing the detection difference of fat content in yogurt

SONG Yan-Mei^{1*}, LIU Yu-Ying², XIA Zhong-Yue¹, WANG Zheng²

(1. New Hope Dairy Co., Ltd., Chengdu 610212, China;
2. Hebei New Hope Tianxiang Dairy Co., Ltd., Baoding 072150, China)

ABSTRACT: Objective To study the influencing factors of fat content detection in yogurt and to obtain more accurate detection results. **Methods** Different types of yogurt were selected under different experimental conditions, and the fat content in the yogurt was detected by the GB 5009.6—2016 third method alkaline hydrolysis method and the fourth method Gabel method. **Results** The test results of yogurt products were closer to the true value when the results extend the centrifugation time of the Gabel method to 15 minutes. The fat content test results of yogurt products containing gelatin were significantly lower than the true value. **Conclusion** The detection of fat content in yogurt products (especially those containing gelatin), whether alkaline hydrolysis method or Gabor method, needs to be supplemented and improved to reduce the deviation of the test results to obtain the true fat content test results.

KEY WORDS: yogurt; fat; gelatin

0 引言

脂肪是食品中三大核心营养素之一。脂肪是由甘油和脂肪酸组成的甘油三酯, 脂肪的性质和特点主要取决于脂肪酸, 不同食物中的脂肪所含有的脂肪酸种类和含量不一

样^[1-3], 所以在国标中不同食品类别对应不同的检测方法。

目前, 国内研究方向主要集中在对方法中不同检测试剂组合、离心处理等提高检测效率方面^[4], 对于同一类样品成份差异导致的检测结果差异研究较少。酸奶作为乳制品中的一大类, 按照现行的标准其脂肪含量检测可以选

基金项目: 四川省科技计划项目(2020YFN0153)

Fund: Supported by the Sichuan Province Science and Technology Project (2020YFN0153)

*通信作者: 宋艳梅, 工程师, 主要研究方向为乳品食品安全检测和风险评估。E-mail: songym@newhope.cn

*Corresponding author: SONG Yan Mei, Engineer, New Hope Dairy Co., Ltd. NO.376 Jinshi Road, Jinjiang District, Chengdu 610212, China. E-mail: songym@newhope.cn

用碱水解法或盖勃法^[5]。酸奶加工需要添加保加利亚乳杆菌、嗜热链球菌或其他发酵菌种进行发酵,使其前后组织状态从液态变成了半固体化^[6];同时为了满足不同的品质和储运需要在配方中会添加不同稳定剂以保持良好组织状态^[7-8]。正是因为这些变化,在酸奶样品脂肪含量检测过程中会受到不同程度的影响^[9-11],从而导致结果出现较大的差异。在酸奶成品脂肪含量实际检测过程中也会发现不同品种的酸奶在提取过程中抽脂瓶瓶壁上有不同程度的附着物^[12-15],势必导致脂肪含量结果偏低。为此,对不同酸奶成品中导致脂肪含量检测结果产生差异的影响因素进行对比研究,以找到原因尽可能的获得更加真实的检测结果。

1 材料与方法

1.1 供试材料

选取不同品类的酸奶产品进行脂肪含量检测对比实验,重点选取含有不同稳定剂的酸奶产品。

1.2 仪器设备

ME204E 万分之一电子天平(瑞士梅特勒托利多公司);HGZN-II-270 电热鼓风干燥箱(上海跃进公司);HHS-21-6 恒温水浴锅(上海博迅公司);IQS-C-1802 电陶炉(佛山艾玛诗公司);DV-C 旋转粘度计(美国博勒飞公司);0-7 盖勃氏乳脂计(沈阳天美达科技有限公司)。

1.3 主要试剂

氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 质量分数 25%)、异戊醇($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)(分析纯,天津大茂公司);乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 分析纯,体积分数 95%,天津汇杭公司);无水乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$)、石油醚($\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$, 沸程 30~60 °C)、刚果红($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$)[分析纯,福晨(天津)公司];硫酸(H_2SO_4 , 分析纯,北京世纪博科公司)。

1.4 实验方法

1.4.1 增加脂肪检测提取次数

选取 3 组不同品类酸奶成品按照 GB 5009.6—2016《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》^[16]第三法 碱水解法进行样品中脂肪含量的检测。称取充分混匀试样 10 g(精确至 0.0001 g)于抽脂瓶中。加入 2.0 mL 氨水,充分混合后立即将抽脂瓶放入 65 °C±5 °C 的水浴中,加热 15~20 min,不时取出振荡。取出后,冷却至室温,静置 30 s。加入 10 mL 乙醇,缓和但彻底地进行混合,避免液体太接近瓶颈。加入 2 滴刚果红溶液。加入 25 mL 乙醚,塞上瓶塞,将抽脂瓶保持在水平位置,采用手动振荡方式。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。加入 25 mL 石油醚,塞上重新润湿的塞子,轻轻振荡 30 s。将抽脂瓶静置至少 30 min,直到上层液澄清,并明显与水相分离。小心地打开瓶塞,用少量的混合溶剂冲洗塞子和瓶颈内壁,使冲洗液流入抽脂瓶。将上

层液尽可能地倒入已准备好的加入沸石的脂肪收集瓶中,避免倒出水层;用少量混合溶剂冲洗瓶颈外部,冲洗液收集在脂肪收集瓶中。应防止溶剂溅到抽脂瓶的外面。向抽脂瓶中加入 5 mL 乙醇,用乙醇冲洗瓶颈内壁,混合均匀。用 15 mL 无水乙醚和 15 mL 石油醚,进行第 2 次、第 3 次、第 4 次抽提。空白实验与样品检验同时进行,采用 10 mL 水代替试样,使用相同步骤和相同试剂。合并所有提取液,在沸水浴上蒸发至干去除溶剂。蒸馏前用少量混合溶剂冲洗瓶颈内部。将脂肪收集瓶放入(100±5) °C 的烘箱中干燥 1 h,取出后置于干燥器内冷却 0.5 h 后称量。重复以上操作直至恒重(直至 2 次称量的差不超过 2 mg)。

1.4.2 改变样品温度

酸奶发酵后成品一般都含有乳酸菌,且按照 GB 19302—2010《发酵乳》^[17]4.7 要求乳酸菌含量≥10 的 6 次方。为此,按照行业惯例酸奶类产品必须在 2~6 °C 低温冷藏条件下保持良好口感和组织状态,避免持续高温条件下造成酸奶组织状态变差,乳酸菌继续发酵酸甜比失调,口感偏酸消费者无法接受。所以酸奶成品经过长时间 2~6 °C 低温冷藏后组织状态更加粘稠,稳定剂添加多的酸奶粘稠度更高。

实验选择含稳定剂和不含稳定剂各 2 组酸奶成品样品,共 4 组样品分为 2 组平行对比样,一组从 2~6 °C 冰箱中取出直接检测,样品温度约 4 °C;另一组平行样品将样品水浴至 40 °C 保温 10~20 min 使样品温度达到 40 °C±2 °C,减小酸奶的粘稠度。4 组酸奶成品样品共 8 个样品依然按照 GB 5009.6—2016 第三法 碱水解法进行检测,提取次数为国标要求的 3 次。具体检测步骤同 1.4.1,此处不再重复。

1.4.3 采用不同检测方法和样品中添加不同稳定剂

最新版的 GB 5009.6 国标整合行业脂肪含量检测标准过程中,将原来 GB 5413.3—2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定》^[18]中将“盖勃法”的适用范围由“巴氏杀菌乳、灭菌乳、生乳中脂肪的测定”扩展为“乳及乳制品、婴幼儿配方食品中脂肪的测定”。这意味着 2016 年新版的国标中的第四法盖勃法适用范围等同于第三法碱水解法,同样可以适用所有乳制品检测,不再局限于纯乳制品脂肪含量的检测。

为了充分验证不同酸奶品类脂肪含量差异影响因素,此次实验选用相同的生牛乳、白砂糖作为原料,添加市场上酸奶常用的“果胶”和“明胶”作为稳定剂,在实验室内进行酸奶发酵实验,得到 2 组含不同稳定剂但理论脂肪含量相同的样品。同一组样品在发酵前和发酵后分别取样按照相同方法进行脂肪含量检测。2 组对比小试酸奶样品配料添加比例如下:小试样品 1 按照以下比例进行添加:82.5%纯牛奶、6%白砂糖、1.5%果胶、10%酸奶成品(作为发酵剂);小试样品 2 按照以下比例进行添加:82.5%纯牛奶、6%

白砂糖、1.5%明胶、10%酸奶成品(作为发酵剂)。上述2组对比样品准备500 mL,均平均分为2份。一份样品按照比例添加所有配料混合均匀然后存放于2~6 °C冰箱内冷藏待用;另一份样品按照比例将上述除作为发酵剂的10%酸奶成品外所有配料混合均匀,然后煮沸5 min后,降温至43 °C±2 °C,将剩下的10%酸奶成品分别加入煮沸并已经降温至43 °C±2 °C的样品中,充分搅拌均匀,放入(41±2) °C恒温水浴锅中保温4~5 h,直至酸奶组织状态已经成凝固状态,适当倾斜凝块凝而不散。为了保持与发酵前样品温度一致性,将发酵完成后将2组样品放入2~6 °C冰箱内冷藏12 h待用。

将发酵前和发酵后的2组样品按照GB 5009.6—2016^[16]规定的第三法碱水解法和第四法盖勃法的要求进行脂肪含量检测。第三法碱水解法具体实验步骤同1.4.1,此处不再重复。第四法盖勃法步骤如下:于盖勃氏乳脂计中先加入10 mL硫酸,再沿着管壁小心准确加入10.75 mL试样,使试样与硫酸不要混合,然后加1 mL异戊醇,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65~70 °C水浴中5 min,取出后置于乳脂离心机中以1100 r/min的转速离心5、15 min,再置于65~70 °C水浴水中保温5 min(注意水浴水面应高于乳脂计脂肪层)。取出,立即读数,即为脂肪的百分数。

1.4.4 延长第四法盖勃法离心时间对酸奶(成品)脂肪含量检测结果的影响

为了验证对于酸奶(成品)样品采用国标第四法盖勃法不同离心时间对结果的影响,选取了20个酸奶(成品)样品和10个酸奶(发酵前)样品。10个酸奶(发酵前)样品完全按照国标第三法碱水解法要求检测脂肪含量,目的排除发酵后样品状态对脂肪含量检测结果准确性的影响;检测后将这10个样品放入实验室(41±2) °C恒温水浴锅中保温4~5 h,直至酸奶已经成凝固状态,适当倾斜凝块凝而不散,再将样品放入2~6 °C冰箱内冷藏12 h待用。实验室再对20个酸奶(成品)样品和10个酸奶(实验室发酵成品)样品按照国标第四法盖勃法要求,仅将离心时间增加10 min和15 min,其他步骤完全相同,此处不再重复。

10个酸奶(发酵前)样品先随机编号分别为1、2、4、7、9、10、12、16、24、26;20个酸奶(成品)样品编号分别为3、5、6、8、11、13、14、15、17、18、19、20、21、22、23、25、27、28、29、30。

2 结果与分析

2.1 增加提取次数对酸奶脂肪含量检测结果的影响

从表1结果可以看出,按照GB 5009.6—2016^[16]第三法碱水解法进行不同品类的酸奶成品脂肪含量检测,酸奶1(不含稳定剂)和酸奶3(含稳定剂)脂肪含量在国标基础

上增加1次提取后脂肪含量有0.01~0.03 g/100 g增加,但是酸奶2(不含稳定剂)和酸奶4(含稳定剂)在相同情况下脂肪含量有0.01~0.02 g/100 g的降低。总体来看4组酸奶样品采用3次提取和4次提取的检测结果差异都在0.03 g/100 g内,均可满足国标中“当样品中脂肪含量≤5%时,2次独立测定结果之差≤0.1 g/100 g。”的要求。因此,可以看出在完全按照标准操作前提下提取次数的增加对检测结果不会产生明显的影响。

表1 增加检测过程中提取次数对酸奶脂肪含量检测结果的影响
Table 1 Effect of increasing extraction times in the detection process on the detection results of yogurt fat content

样品组	样品类型	提取3次/ (g/100 g)	提取4次/ (g/100 g)	偏差/ (g/100 g)
1	酸奶1 (不含稳定剂)	3.10	3.11	-0.01
2	酸奶2 (不含稳定剂)	2.95	2.94	0.01
3	酸奶3 (含稳定剂)	2.82	2.85	-0.03
4	酸奶4 (含稳定剂)	2.65	2.67	0.02

2.2 改变样品温度对酸奶脂肪检测结果的影响

实验4组样品不保温直接检测和40 °C保温10~20 min后2组平行对比样品脂肪行含量结果如下表2,从表2检测结果可以看出,酸奶1(不含稳定剂)直接检测和保温后检测结果无偏差,酸奶3(含稳定剂)和酸奶4(含稳定剂)直接检测和保温后检测脂肪含量结果提高了0.01~0.03 g/100 g,酸奶2(不含稳定剂)直接检测和保温后检测脂肪含量结果降低了0.01 g/100 g。总体来看4组样品保温后直接检测和保温后检测其结果差异都在0.02 g/100 g内,均满足国标中“当样品中脂肪含量≤5%时,2次独立测定结果之差≤0.1 g/100 g。”的要求。对于含稳定剂和不含稳定剂酸奶组样品,直接检测和保温后检测提取过程中含稳定剂组在抽脂瓶上依然有不同程度的附着物,保温后附着物相较于直接检测略有减少。酸奶类半固体样品只要保证称样时准确无误,没有样品粘附在抽脂瓶瓶口或者接近瓶口的位置导致无法充分完全进行提取,样品粘度高低不会直接影响酸奶成品中脂肪含量的检测结果。

2.3 采用不同检测方法和样品中添加不同稳定剂对酸奶脂肪检测结果的影响

从表3的检测结果可以看出:

1)样品1未发酵酸奶(含果胶)采用第三法碱水解法检测脂肪含量结果为2.99 g/100 g,第四法盖勃法5 min离心处理脂肪含量检测结果为2.95 g/100 g,第四法盖勃法

15 min 离心处理脂肪含量检测结果仍为 2.95 g/100 g。由此可以看出该样品不管采用第三法碱水解法还是第四法盖勃法离心 5、15 min 的结果偏差为 0.04 g/100 g, 满足国标中“当样品中脂肪含量 \leq 5%时, 2 次独立测定结果之差 \leq 0.1 g/100 g。”的要求, 说明此类样品增加盖勃法的离心时间对结果不会产生明显影响。

表 2 改变样品温度对酸奶脂肪含量检测结果的影响
Table 2 Effect of changing sample temperature on the determination of fat content in yogurt

样品组	样品类型	样品保温前/ 后粘度/ (mpa.s)	4 °C/ (g/100 g)	40 °C/ (g/100 g)	偏差/ (g/100 g)
1	酸奶 1 (不含稳定剂)	8010/3540	2.93	2.93	0.00
2	酸奶 2 (不含稳定剂)	5820/3108	3.28	3.29	0.01
3	酸奶 3 (含稳定剂)	11190/6340	2.75	2.78	0.03
4	酸奶 4 (含稳定剂)	12440/5300	2.70	2.72	0.01

2)样品 2 发酵后酸奶(含果胶)采用第三法碱水解法检测脂肪含量结果为 2.94 g/100 g, 第四法盖勃法 5 min 离心处理脂肪含量检测结果为 2.80 g/100 g, 第四法盖勃法 15 min 离心处理脂肪含量检测结果仍为 2.90 g/100 g。当采用盖勃法检测时离心 5 min 和 15 min 出现 0.10 g/100 g 的偏差, 虽然盖勃法结果计数采用盖勃氏乳脂计刻度进行读数, 较第三法碱水解法采用称量的方式粗略一些, 但是该样品出现了 0.10 g/100 g 的偏差, 说明此类酸奶样品发酵后采用盖勃法如果仅离心 5 min 结果偏低, 需要引起关注。

3)样品 3 未发酵酸奶(含明胶)采用第三法碱水解法检测脂肪含量结果为 3.02 g/100 g, 第四法盖勃法 5 min 离心处理脂肪含量检测结果为 3.00 g/100 g, 第四法盖勃法 15 min 离心处理脂肪含量检测结果仍为 3.00 g/100 g。由此可以看出该样品不管采用第三法碱水解法还是第四法盖勃法离心 5 min、15 min 的结果偏差为 0.02 g/100 g, 满足国

标中“当样品中脂肪含量 \leq 5%时, 2 次独立测定结果之差 \leq 0.1 g/100 g。”的要求, 说明此类样品增加盖勃法的离心时间对结果不会产生明显影响。综合对比样品 1 和样品 3 检测结果, 可以发现国标 2 种检测方法对于未发酵的酸奶即使含有不同的稳定剂, 其结果偏差符合要求。

4)样品 4 发酵后酸奶(含明胶)采用第三法碱水解法检测脂肪含量结果为 2.69 g/100 g, 第四法盖勃法 5 min 离心处理脂肪含量检测结果为 2.70 g/100 g, 第四法盖勃法 15 min 离心处理脂肪含量检测结果仍为 2.85 g/100 g。首先看到当采用盖勃法检测时离心 5 min 和 15 min 出现 0.15 g/100 g 的偏差, 虽然盖勃法结果计数采用盖勃氏乳脂计的刻度进行读数, 较第三法碱水解法采用称量的方式粗略一些, 但是该样品出现了 0.15 g/100 g 的偏差, 可发现酸奶发酵后采用盖勃法如果仅离心 5 min 结果偏低趋势放大, 需要引起关注。其次再来看第三法碱水解法和第四法盖勃法(离心 15 min)样品脂肪含量检测偏差达到 0.16 g/100 g, 第三法碱水解法在检测样品 4 发酵后酸奶(含明胶)时相对于其他样品其脂肪含量检测结果明显偏低。

5)总体分析样品 1、2、3、4 基础配料相同, 理论脂肪含量相同, 仅稳定剂种类不同, 在发酵前、后相同检测方法脂肪含量检测结果的差异。添加果胶的样品 1 和样品 2 在发酵前后第三法碱水解法脂肪含量分别为 2.99、2.94 g/100 g, 第四法盖勃法(离心 15 min)脂肪含量分别为 2.95、2.90 g/100 g, 可以看出该组样品发酵前后不管采用哪一种检测方法偏差在 0.04 和 0.05 g/100 g, 符合国标对检测结果偏差的要求, 不能作结果出现偏差的判定。添加明胶的样品 3 和样品 4 发酵前、后第三法碱水解法脂肪含量分别为 3.02、2.69 g/100 g, 第四法盖勃法(离心 15 min)脂肪含量分别为 3.00、2.85 g/100 g; 该组样品脂肪含量检测结果在发酵前后第三法碱水解法偏差达到了 0.33 g/100 g, 第四法盖勃法偏差也达到了 0.15 g/100 g, 可以看出该组样品发酵前后不管采用哪一种检测方法偏差都非常大, 总体呈现添加明胶的酸奶发酵后结果偏低的趋势。在第三法碱水解法检测过程中也可以看出样品 4 发酵后酸奶(含明胶)样品在抽脂瓶中出现明显附着物, 发酵前的样品抽脂瓶壁非常洁净。

表 3 不同检测方法及样品添加不同稳定剂对酸奶脂肪含量检测结果的影响
Table 3 Effect of different detection methods and samples added with different stabilizers on the fat content of yogurt

样品组	样品类型	第三法/(g/100 g)	第四法离心 5 min/(g/100 g)	第四法离心 15 min/(g/100 g)	偏差/(g/100 g)
1	未发酵酸奶(含果胶)	2.99	2.95	2.95	0.04
2	发酵后酸奶(含果胶)	2.94	2.80	2.90	-0.04
	发酵前后偏差/(g/100 g)	0.05	0.15	0.05	/
3	未发酵酸奶(含明胶)	3.02	3.00	3.00	0.02
4	发酵后酸奶(含明胶)	2.69	2.70	2.85	-0.16
	发酵前后偏差/(g/100 g)	0.33	0.30	0.15	/

2.4 延长第四法盖勃法离心时间对酸奶(成品)脂肪含量检测结果的影响

从表4可以看出,30个酸奶(成品)类样品采用第四法盖勃法检测其平行样检测结果精密度均小于5%,满足GB 5009.6—2016^[16]中“在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%”的“精密度”要求,证明对方法的改进后检测重复性满足要求,方法稳定性好。进一步分析酸奶(成品)样品采用第四法盖勃

法离心5 min和15 min检测结果可以发现延长离心时间至15 min,检测结果有0.11~0.63 g/100 g的偏差且均存在含量增加趋势。

由于国标中明确了第三法碱水解法“适用于乳及乳制品、婴幼儿配方食品中脂肪的测定”^[16],且选择对比样品为发酵前的样品,排除了发酵后样品对脂肪含量检测结果的影响,因此本研究将第三法碱水解法检测结果作为本实验检测结果对比的标准参考值。

表4 延长第四法盖勃法离心时间对酸奶(成品)脂肪含量检测结果的影响

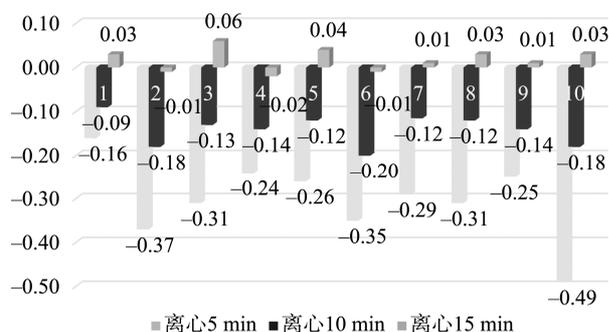
Table 4 Effect of prolonging the centrifugation time of the fourth method Geber method on the determination results of fat content in yoghurt (finished product)

样品 编号	离心 5 min				离心 10 min				离心 15 min				5 min 与 15 min 结果差异
	平行 结果 1	平行 结果 2	平均值	精密度	平行 结果 1	平行 结果 2	平均值	精密度	平行 结果 1	平行 结果 2	平均值	精密度	
1	2.48	2.50	2.49	0.8	2.53	2.58	2.56	2.0	2.70	2.65	2.68	1.9	0.19
2	2.89	2.85	2.87	1.4	3.07	3.05	3.06	0.7	3.20	3.25	3.23	1.6	0.36
3	2.50	2.45	2.48	2.0	2.55	2.60	2.58	1.9	2.78	2.75	2.77	1.1	0.29
4	2.90	2.95	2.93	1.7	3.10	3.12	3.11	0.6	3.30	3.30	3.30	0.0	0.37
5	3.07	3.00	3.04	2.3	3.10	3.12	3.11	0.6	3.27	3.25	3.26	0.6	0.22
6	2.90	2.95	2.93	1.7	3.07	3.05	3.06	0.7	3.31	3.26	3.29	1.5	0.36
7	3.13	3.15	3.14	0.6	3.23	3.25	3.24	0.6	3.37	3.35	3.36	0.6	0.22
8	2.88	2.90	2.89	0.7	3.15	3.16	3.16	0.3	3.25	3.32	3.29	2.1	0.40
9	3.08	3.10	3.09	0.6	3.20	3.25	3.23	1.6	3.40	3.37	3.39	0.9	0.30
10	3.30	3.35	3.33	1.5	3.47	3.49	3.48	0.6	3.68	3.65	3.67	0.8	0.34
11	4.10	4.06	4.08	1.0	4.27	4.25	4.26	0.5	4.30	4.33	4.32	0.7	0.24
12	3.95	4.05	4.00	2.5	4.15	4.19	4.17	1.0	4.30	4.29	4.30	0.2	0.30
13	2.92	2.95	2.94	1.0	3.17	3.19	3.18	0.6	3.23	3.20	3.22	0.9	0.28
14	3.10	3.15	3.13	1.6	3.15	3.17	3.16	0.6	3.25	3.22	3.24	0.9	0.11
15	3.04	3.08	3.06	1.3	3.10	3.07	3.09	1.0	3.25	3.27	3.26	0.6	0.20
16	3.34	3.40	3.37	1.8	3.57	3.54	3.56	0.8	3.70	3.72	3.71	0.5	0.34
17	2.40	2.34	2.37	2.5	2.55	2.52	2.54	1.2	2.70	2.72	2.71	0.7	0.34
18	3.35	3.45	3.40	2.9	3.61	3.58	3.60	0.8	3.68	3.70	3.69	0.5	0.29
19	2.85	2.90	2.88	1.7	3.10	3.07	3.09	1.0	3.30	3.27	3.29	0.9	0.41
20	2.78	2.76	2.77	0.7	3.05	3.02	3.04	1.0	3.23	3.22	3.23	0.3	0.46
21	2.85	2.86	2.86	0.4	3.15	3.12	3.14	1.0	3.35	3.30	3.33	1.5	0.47
22	2.90	2.85	2.88	1.7	3.20	3.27	3.24	2.2	3.36	3.37	3.37	0.3	0.49
23	2.70	2.65	2.68	1.9	3.05	3.02	3.04	1.0	3.25	3.25	3.25	0.0	0.57
24	2.75	2.7	2.73	1.8	2.85	2.82	2.84	1.1	2.98	3.00	2.99	0.7	0.26
25	2.85	2.82	2.84	1.1	3.20	3.14	3.17	1.9	3.46	3.40	3.43	1.7	0.59
26	2.90	2.96	2.93	2.0	3.25	3.22	3.24	0.9	3.50	3.40	3.45	2.9	0.52
27	2.62	2.65	2.64	1.1	3.15	3.18	3.17	0.9	3.28	3.26	3.27	0.6	0.63
28	2.70	2.73	2.72	1.1	3.10	3.10	3.10	0.0	3.25	3.32	3.29	2.1	0.57
29	3.30	3.35	3.33	1.5	3.55	3.50	3.53	1.4	3.65	3.60	3.63	1.4	0.30
30	3.50	3.45	3.48	1.4	3.70	3.71	3.71	0.3	3.77	3.85	3.81	2.1	0.33

注: 以上结果单位为 g/100 g。

那么,从图1可以清晰地看出采用国标第四法盖勃法对发酵后酸奶成品样品进行脂肪检测时,盖勃法离心5 min与碱水解法的检测结果相比负偏差高达0.16~0.49 g/100 g,盖勃法离心10 min与碱水解法的检测结果相比负偏差0.09~0.20 g/100 g,而盖勃法延长离心时间15 min后与碱水解法的检测结果相比偏差缩小0.01~0.06 g/100 g范围内,由此可以看出延长离心时间15 min后盖勃法检测发酵后酸奶成品样品的脂肪含量检测结果更加接近碱水解法检测结果,结果更加准确。

由此得出,酸奶样品在发酵前按照国标方法检测稳定可靠,增加提取次数和改变样品温度均不会对检测结果产生显著影响;但当酸奶发酵后,采用盖勃法检测时,适当延长离心时间至15 min,检测结果更接近真实值;对比酸奶中含有“明胶”和“果胶”2种稳定剂时,含明胶的酸奶样品在实验中会导致最终脂肪含量检测结果偏低。



注:图1中数据单位为 g/100 g。

图1 延长盖勃法离心时间与碱水解法检测结果偏差对比图
Fig.1 Comparison chart of deviation between the test results of prolonging the centrifugal time of Geber method and alkali hydrolysis method

3 结论与讨论

通过以上几组实验发现,酸奶作为乳制品中工艺和配料较为复杂的一类产品,在进行脂肪含量检测时需要特别注意不同类型样品其检测结果的差异。对于发酵后的酸奶样品(即酸奶产品)如果采用盖勃法检测脂肪含量,可以延长盖勃法离心时间至15 min,以得到更加接近真实值的脂肪含量检测结果。对于含明胶的酸奶成品按照目前检测方法其脂肪含量检测结果均存在低于真实值的情况,而采用盖勃法并延长离心时间为15 min相较于碱水解法会得到更接近真实值的脂肪含量检测结果。食品是一个庞大的类别,食品成份也非常复杂,此次实验室由于样品量还不足,后续还需要继续实验,并且扩大实验样品覆盖范围以确认在不同样品中所含配料成份对脂肪检测结果的影响。各个实验室对具体样品类别通过对比实验,以补充说明的方式对方法进行补充完善,减小检测结果偏差,以获得更接近真实值的检测结果。

参考文献

- [1] 郭巍. 国际乳品联合会标准 IDF 16C1987 稀奶油—脂肪含量的测定罗兹—哥特里伯基准法[J]. 中国乳品工业, 1990, (5): 36-42.
GUO W. International Dairy Federation standard IDF 16C1987 cream--Determination of fat content-Rhodes Gottlieb reference method [J]. Chin Dairy Ind, 1990, (5): 36-42.
- [2] 巩强. 食品中蛋白质、脂肪、水分、灰分测定实验的注意事项及统筹安排[J]. 食品工程, 2018, (4): 21-24.
GONG Q. Precautions and overall arrangement for determination of protein, fat, moisture and ash in food [J]. Food Eng, 2018, (4): 21-24.
- [3] 杨光明, 刘梅芳. 牛乳中总固体检测方法的初步比对分析[J]. 南方农业, 2012, (5): 80-81.
YANG GM, LIU MF. Preliminary comparative analysis of detection methods for total solids in milk [J]. Southern Agric, 2012, (5): 80-81.
- [4] 李妍, 王孝研, 孙长华, 等. 毛氏提取法测定液体乳制品中脂肪含量[J]. 化学工程师, 2009, (6): 55-57.
LI Y, WANG XY, SUN CH, et al. Determination of fat content in liquid dairy products by Mao's extraction method [J]. Chem Eng, 2009, (6): 55-57.
- [5] 张晓婷, 潘建君, 王知, 等. 食品中脂肪测定国家标准的分析与探讨[J]. 食品工业科技, 2018, (20): 4.
ZHANG XT, PAN JJ, WANG Z, et al. Analysis and discussion of national standard for determination of fat in food [J]. Food Ind Sci Technol, 2018, (20): 4.
- [6] 陈志周, 张子德, 牟建楼, 等. 双歧杆菌发酵乳饮料生产技术[J]. 中国乳业, 2004, (6): 43-44.
CHEN ZZ, ZHANG ZD, MOU JL, et al. Production technology of *Bifidobacterium* fermented milk beverage [J]. Chin Dairy Ind, 2004, (6): 43-44.
- [7] 夏袁, 项静英, 曹晓辉, 等. 无锡地区人乳脂肪脂肪酸组成及 sn2 位脂肪酸分布[J]. 中国油脂, 2015, (11): 49-52.
XIA Y, XIANG JY, CAO XH, et al. Fatty acid composition and sn2 fatty acid distribution of human milk in Wuxi area [J]. China Oils Fats, 2015, (11): 49-52.
- [8] 陈建勇, 姜秀敏, 黄丽俊, 等. 乳脂肪分析仪检测乳及乳制品中脂肪含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(3): 109-113.
CHEN JY, JIANG XM, HUANG LJ, et al. Determination of fat content in milk and dairy products by milk fat analyzer [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(3): 109-113.
- [9] 胡明燕, 王骏, 车明秀, 等. DHA 固体饮料脂肪测定方法的研究[J]. 食品研究与开发, 2017, (4): 3.
HU MY, WANG J, CHE MX, et al. Determination of fat in DHA solid beverage [J]. Food Res Dev, 2017, (4): 3.
- [10] 田维荣, 胡萍. 发酵型红枣乳酸菌饮料生产关键技术研究及应用[J]. 畜牧与饲料科学, 2015, (2): 66-71.
TIAN WR, HU P. Production key technology research and application of fermented jujube *Lactobacillus* beverage [J]. Anim Husb Feed Sci, 2015, (2): 66-71.
- [11] 寻思颖. 对奶粉中脂肪和蔗糖测定的体会[J]. 中国标准导报, 2001, (3): 49.
XUN SY. Experience in determination of fat and sucrose in milk powder [J]. Chin Stand Guide, 2001, (3): 49.
- [12] 林立民, 马文丽, 宋晓东, 等. 关于乳粉脂肪项目的实验室内部质量控制

- 制研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(5): 68-73.
LIN LM, MA WL, SONG XD, *et al.* Research on laboratory internal quality control of milk powder fat project [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(5): 68-73.
- [13] 郭巍. 乳粉、乳清粉、酪乳粉和乳浆粉—脂肪含量的测定罗兹—哥特里伯基准法[J]. 中国乳品工业, 1993, (1): 35-40.
GUO W. Determination of fat content in milk powder, whey powder, Casein powder and milk liquid powder [J]. *Chin Dairy Ind*, 1993, (1): 35-40.
- [14] 杨莉莉, 倪淑华, 杨珊珊. 鲜奶脂肪含量测定的两种方法比较[J]. 山西医药杂志, 2008, (5): 67.
YANG LL, NI SH, YANG SS. Comparison of two methods for determination of fat content in fresh milk [J]. *Shanxi Med J*, 2008, (5): 67.
- [15] 祁宝秀, 叶慧琴, 张冬, 等. 牛乳中脂肪测定方法的简化改进[J]. 轻工科技, 2013, (11): 43.
QI BX, YE HQ, ZHANG D, *et al.* Simplification and improvement of determination method of fat in milk [J]. *Light Ind Sci Technol*, 2013, (11): 43.
- [16] GB 5009.6—2016 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定[S].
GB 5009.6—2016 National food safety standards-Determination of fat in food [S].
- [17] GB 19302—2010 发酵乳[S].
GB 19302—2010 Fermented milk [S].
- [18] GB 5413.3—2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定[S].
GB 5413.3—2010 National food safety standards-Determination of fat in infant food and dairy products [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



宋艳梅, 工程师, 主要研究方向为乳品食品安全检测和风险评估。
E-mail: songym@newhope.cn