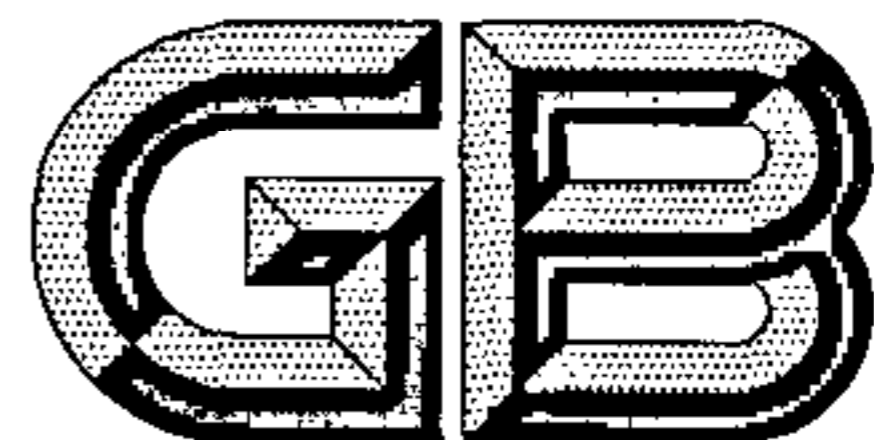


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.46—2003
代替 GB/T 5009.46—1996

乳与乳制品卫生标准的分析方法

Method of analysis of hygienic standard
of milk and milk products

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

365

前 言

本标准代替 GB/T 5009.46—1996《乳与乳制品卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.46—1996 相比主要修改如下：

按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由黑龙江省卫生防疫站、上海市食品卫生监督检验所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

乳与乳制品卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了乳与乳制品中各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于乳与乳制品中各项卫生指标的分析。

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标准。

- GB/T 5009.3 食品中水分的测定
- GB/T 5009.7 食品中还原糖的测定
- GB/T 5009.8 食品中蔗糖的测定
- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5009.13 食品中铜的测定
- GB/T 5009.16 食品中锡的测定
- GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 5009.19 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定

消毒、灭菌乳

适用于经巴氏消毒和其他工艺制成的消毒、灭菌乳各项卫生指标的测定。

3 感官检查

按有关消毒、灭菌乳卫生标准的要求进行检查。

4 理化检验

4.1 相对密度

本标准规定牛乳密度为 ρ_4^{20} 的牛乳与同体积 4℃ 水的质量比值。

4.1.1 仪器

4.1.1.1 乳稠计:有 20℃/4℃ 及 15℃/15℃ 两种,前者较后者测得的结果低 2℃。

4.1.1.2 玻璃圆筒或 200 mL~250 mL 量筒:圆筒高度应大于乳稠计的长度,其直径大小应使在沉入乳稠计时其周边和圆筒内壁的距离不小于 5 mm。

4.1.2 分析步骤

取混匀并调节温度为 10℃~25℃ 的试样,小心倒入容积为 250 mL 的玻璃圆筒内并加到容积的四分之三,勿使发生泡沫并测量试样温度。小心将乳稠计沉入试样中到相当刻度 30° 处,然后让其自然浮动,但不能与筒内壁接触。静置 2~3 min,眼睛对准筒内牛乳液面的高度,读出乳稠计数值。根据试样的温度和乳稠计读数查表 1 换算成 20℃ 时的度数。相对密度 (ρ_4^{20}) 与乳稠计刻度关系式:

$$X = (\rho_4^{20} - 1.000) \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——乳稠计读数;

ρ_4^{20} ——试样的相对密度。

当用 20℃/4℃乳稠计、温度在 20℃时,读数代入公式(1)相对密度即算出;测量时不在 20℃要查表 1 换算成 20℃时度数。再代入公式(1)。

计算举例:试样温度为 18℃,使用 20℃/4℃乳稠计,读数 28°,得相对密度为 1.028;换算成 20℃时相对密度,查表 1(18℃,28°读数)应为 27.5°,20℃时的相对密度为 1.0275。

4.2 脂肪

4.2.1 哥特里—罗紫法

4.2.1.1 原理

利用氨溶液使乳中酪蛋白的钙盐成为可溶性钙盐,使结合的脂肪游离,用乙醚从乳中提取脂肪,干燥至恒量,称其质量得乳中脂肪含量。

4.2.1.2 试剂

4.2.1.2.1 氨水。

4.2.1.2.2 乙醇。

4.2.1.2.3 乙醚。

4.2.1.2.4 石油醚:沸程 30℃~60℃。

4.2.1.3 仪器

抽脂瓶:内径 2.0 cm~2.5 cm,容积 100 mL,见图 1。

4.2.1.4 分析步骤

吸取 10.0 mL 试样于抽脂瓶中,加入 1.25 mL 氨水,充分混匀,置 60℃水浴中加热 5 min,再振摇 2 min,加入 10 mL 乙醇,充分摇匀,于冷水中冷却后,加入 25 mL 乙醚,振摇 0.5 min,加入 25 mL 石油醚,再振摇 0.5 min,静置 30 min,待上层液澄清时,读取醚层体积。放出醚层至一已恒量的烧瓶中,记录体积,蒸馏回收乙醚,置烧瓶于 98℃~100℃干燥 1 h 后称量,再置 98℃~100℃干燥 0.5 h 后称量,直至前后两次质量相差不超过 1.0 mg。

4.2.1.5 结果计算

试样中脂肪的含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m_2 \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中脂肪的含量,单位为克每百克(g/100 g);

m_1 ——烧瓶加脂肪质量,单位为克(g);

m_0 ——烧瓶质量,单位为克(g);

m_2 ——试样质量(吸取体积乘以牛乳的相对密度),单位为克(g);

V_0 ——读取乙醚层总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——放出乙醚层体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.2.1.6 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%。

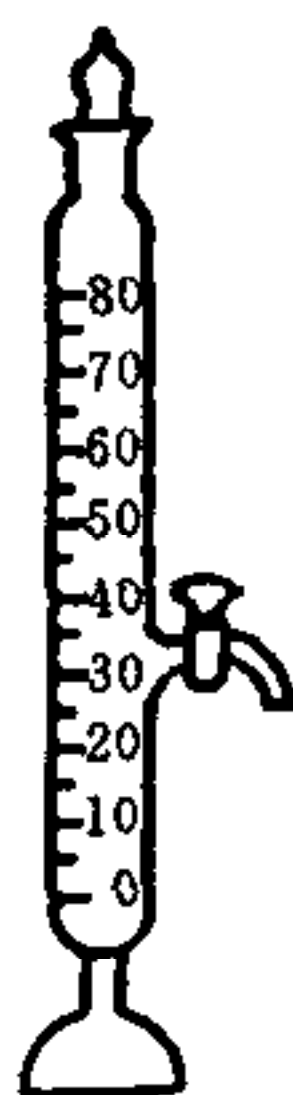


图 1

表 1 乳稠计读数转换为温度 20℃ 时的度数换算表

乳稠计读数	鲜乳温度/℃															
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
25	23.3	23.5	23.6	23.7	23.9	24.0	24.2	24.4	24.6	24.8	25.0	25.2	25.4	25.5	25.8	26.0
26	24.2	24.4	24.5	24.7	24.9	25.0	25.2	25.4	25.6	25.8	26.0	26.2	26.4	26.6	26.8	27.0
27	25.1	25.3	25.4	25.6	25.7	25.9	26.1	26.3	26.5	26.8	27.0	27.2	27.5	27.7	27.9	28.1
28	26.0	26.1	26.3	26.5	26.6	26.8	27.0	27.3	27.5	27.8	28.0	28.2	28.5	28.7	29.0	29.2
29	26.9	27.1	27.3	27.5	27.6	27.8	28.0	28.3	28.5	28.8	29.0	29.2	29.5	29.7	30.0	30.2
30	27.9	28.1	28.3	28.5	28.6	28.8	29.0	29.3	29.5	29.8	30.0	30.2	30.5	30.7	31.0	31.2
31	28.8	29.0	29.2	29.4	29.6	29.8	30.0	30.3	30.5	30.8	31.0	31.2	31.5	31.7	32.0	32.2
32	29.3	30.0	30.2	30.4	30.6	30.7	31.0	31.2	31.5	31.8	32.0	32.3	32.5	32.8	33.0	33.3
33	30.7	30.8	31.1	31.3	31.5	31.7	32.0	32.2	32.5	32.8	33.0	33.3	33.5	33.8	34.1	34.3
34	31.7	31.9	32.1	32.3	32.5	32.7	33.0	33.2	33.5	33.8	34.0	34.3	34.4	34.8	35.1	35.3
35	32.6	32.8	33.1	33.3	33.5	33.7	34.0	34.2	34.5	34.7	35.0	35.3	35.5	35.8	36.1	36.3
36	33.5	33.8	34.0	34.3	34.5	34.7	34.9	35.2	35.6	35.7	36.0	36.2	36.5	36.7	37.0	37.3

4.2.2 盖勃氏法

4.2.2.1 原理

在牛乳中加入硫酸破坏牛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。

4.2.2.2 试剂

4.2.2.2.1 硫酸:相对密度 1.820~1.825。

4.2.2.2.2 异戊醇。

4.2.2.3 仪器

4.2.2.3.1 乳脂离心机。

4.2.2.3.2 盖勃氏乳脂计:最小刻度值为 0.1%,见图 2。

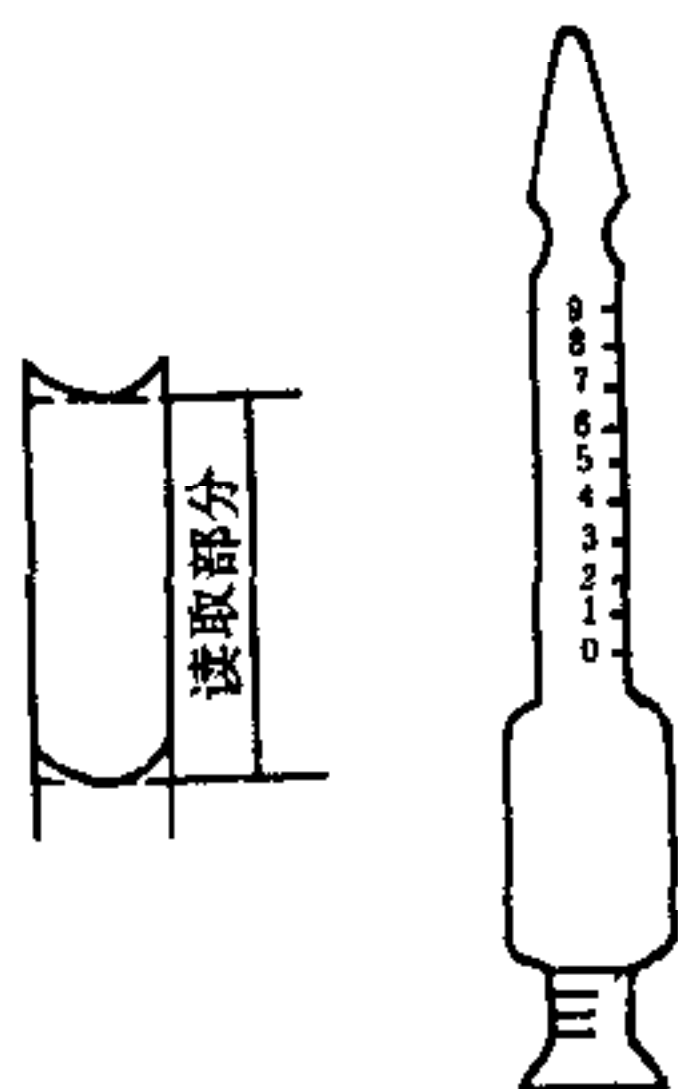


图 2

4.2.2.4 分析步骤

于乳脂计中先加入 10 mL 硫酸,再沿着管壁小心准确加入 11 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℃ 水浴中 5 min,取出后放乳脂离心机中以 1 000 r/min 的转速离心 5 min,再置 65℃~70℃ 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。

4.2.3 巴布科克氏法

原理、试剂同 4.2.2.1 和 4.2.2.2。

4.2.3.1 仪器

4.2.3.1.1 乳脂离心机。

4.2.3.1.2 巴布科克氏乳脂瓶:见图 3。

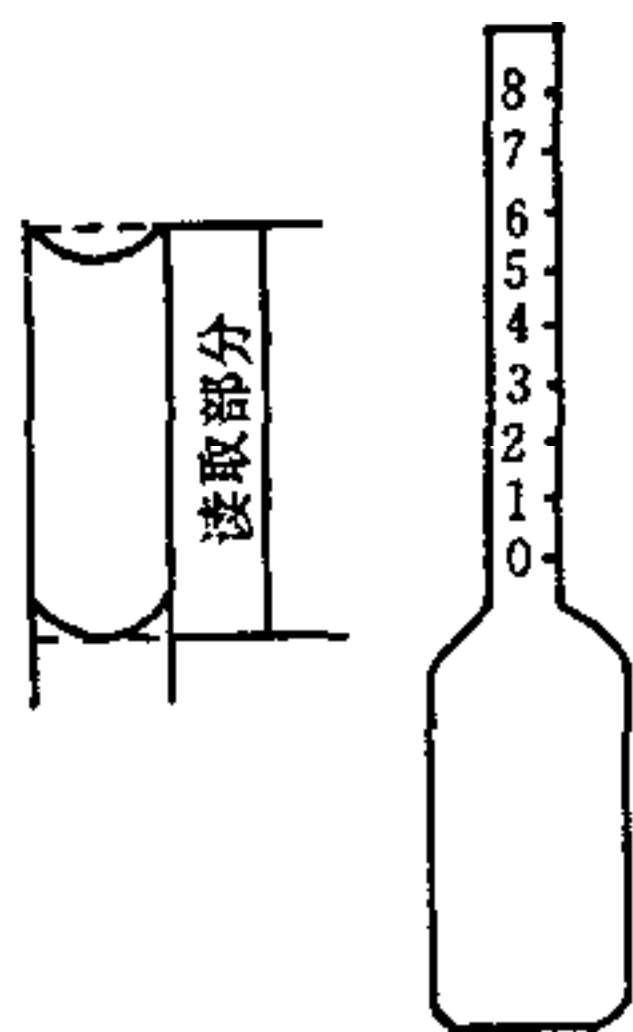


图 3

4.2.3.2 分析步骤

准确吸取 17.6 mL 试样,倒入巴布科克氏乳脂瓶中,再取 17.5 mL 硫酸,沿瓶颈缓缓流入瓶中,将瓶颈回旋,使充分混合,至呈均匀棕色液体。置乳脂离心机上,以约 1 000 r/min 的转速离心 5 min,取出,置 80℃ 以上水浴中,加入 80℃ 以上的水至瓶颈基部,再置离心机中离心 2 min,取出后再置 80℃ 水浴中,加入 80℃ 以上的水至脂肪浮到 2 或 3 刻度处,再置离心机中离心 2 min,取出后置 55℃~60℃ 水浴中,5 min 后,取出立即读数,即为脂肪的百分数。

4.2.4 伊尼霍夫氏碱法

4.2.4.1 原理

同 4.2.2.1。

4.2.4.2 试剂

4.2.4.2.1 碱溶液:称取 15 g 氢氧化钠,加 150 mL 水使溶解。另称取 20 g 无水碳酸钠,加 200 mL 水使溶解。再取 37.5 g 氯化钠溶于水后,将此三液混合并加水稀释至 500 mL,以脱脂棉过滤,贮存于带橡皮塞玻璃瓶中。

4.2.4.2.2 异戊醇-乙醇混合液(65+105)。

4.2.4.3 仪器

盖勃氏乳脂计:如图 2 所示。

4.2.4.4 分析步骤

取盖勃氏乳脂计,小心加入 10 mL 碱溶液,再加入 11 mL 试样与 1 mL 异戊醇-乙醇混合液,用特制橡皮塞塞紧,小心摇匀,至产生泡沫为止。将塞向上,放入 70℃~73℃ 水浴中,加温 10 min,5 min 后小心振摇一次,待 10 min 后取出,将其反转使塞向下,再于 70℃~73℃ 水浴中静置 10 min~15 min(时间长短取决于泡沫消失的速度),然后取出读取其脂肪层读数,即为脂肪的百分数。

4.3 消毒效果试验(磷酸酶测定)

4.3.1 原理

生牛乳中含有磷酸酶,它能分解有机磷酸化合物成为磷酸及原来与磷酸相结合的有机单体。牛乳经消毒后,磷酸酶失其效用,在同样条件下就不能分解有机磷酸化合物。利用苯基磷酸双钠在碱性缓冲溶液中被磷酸酶分解产生苯酚,苯酚再与 2,6-双溴醌氯酰胺起作用显蓝色,蓝色深浅与苯酚含量成正比,即与消毒的完善与否成反比。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 中性丁醇:沸点 115℃~118℃。

4.3.2.2 吉勃氏酚试剂:称取 0.04 g 2,6-双溴醌氯酰胺溶于 10 mL 乙醇中,置棕色瓶中于冰箱内保存,临用时新配。

4.3.2.3 硼酸盐缓冲液:称 28.472 g 硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),溶于 900 mL 水中,加 3.27 g 氢氧化钠或 81.75 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),加水稀释至 1 000 mL。

4.3.2.4 缓冲基质溶液:称取 0.05 g 苯基磷酸双钠结晶,溶于 10 mL 磷酸盐缓冲溶液中,加水稀释至 100 mL,临用时配制。

4.3.3 分析步骤

吸取 0.50 mL 试样,置带塞试管中,加 5 mL 缓冲基质溶液,稍振摇后置 36℃~44℃ 水浴或培养箱中 10 min,然后加 6 滴吉勃氏酚试剂,立即摇匀,静置 5 min,有蓝色出现表示消毒处理不够,为增加灵敏度,可加 2 mL 中性丁醇,反复完全倒转试管,每次倒转后稍停使气泡破裂,分出丁醇,然后观察结果,并同时做空白对照试验。

4.4 掺碱试验

4.4.1 原理

鲜乳中如加碱,可使溴麝香草酚蓝指示剂变色,由颜色的不同,判断加碱量的多少。

4.4.2 试剂

溴麝香草酚蓝-乙醇溶液(0.4 g/L)。

4.4.3 分析步骤

量取 5 mL 试样,置试管中,将试管保持倾斜位置,沿管壁小心加入 5 滴溴麝香草酚蓝-乙醇溶液。将试管轻轻倾斜转 2 回~3 回,使其更好地相互接触,切勿使液体相互混合,然后将试管垂直放置,2 min 后根据环层指示剂颜色的特征确定结果,同时用未掺碱的鲜乳做空白对照试验。

按环层颜色变化界限判定结果,见表 2。

表 2

鲜乳中含碳酸氢钠的浓度/(%)	接面环层颜色特征	鲜乳中含碳酸氢钠的浓度/(%)	接面环层颜色特征
无	黄色	0.50	青绿色
0.0	黄绿色	0.70	淡青色
0.05	淡绿色	1.0	青色
0.10	绿色	1.5	深青色
0.30	深绿色		

4.5 非脂固体

4.5.1 甲法

4.5.1.1 操作方法

取直径 5 cm~7 cm 的玻璃皿,加 20 g 精制海砂,在 95℃~105℃干燥 2 h,于干燥器冷却 0.5 h,称量,并反复干燥至恒量,称取 5.0 mL 试样于恒量的皿内,称量,置水浴上蒸干,擦去皿外的水渍,于 95℃~105℃干燥 3 h,取出放干燥器中冷却 0.5 h,称量,再于 95℃~105℃干燥 1 h,取出冷却后称量,至前后两次质量相差不超过 1.0 mg。

4.5.1.2 结果计算

4.5.1.2.1 试样中总固体的含量按式(3)进行计算。

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X —— 试样中总固体的含量,单位为克每百克(g/100 g);

m_1 —— 皿和海砂加试样干燥后质量,单位为克(g);

m_2 —— 皿和海砂质量,单位为克(g);

m_3 —— 皿和海砂加样量质量,单位为克(g)。

4.5.1.2.2 试样中非脂固体的含量按式(4)进行计算。

$$X = X_1 - X_2 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X —— 试样中非脂固体的含量,单位为克每百克(g/100 g);

X_1 —— 试样中总固体的含量,单位为克每百克(g/100 g);

X_2 —— 试样中脂肪的含量,单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.5.1.3 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%。

4.5.2 乙法

利用式(5)和式(4),可由上述所测得的乳稠计读数及脂肪含量计算总固体的含量。

$$X_3 = 0.25X_1 + 1.2X_2 + 0.14 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_3 —— 试样中总固体的含量,单位为克每百克(g/100 g);

X_1 —— 乳稠计上刻度读数;

X_2 —— 试样中脂肪的含量,单位为克每百克(g/100 g)。

如用 20℃/4℃乳稠计时,应将测得的读数加上 2°,然后按式(5)计算。

试样中非脂固体的含量按式(4)计算。

4.6 酸度

4.6.1 原理

新鲜正常的乳酸度为 16°T~18°T。乳的酸度由于微生物的作用而增高。酸度(°T)度数是以酚酞

作指示剂,中和 100 mL 乳所需氢氧化钠标准滴定溶液(0.100 0 mol/L)的毫升数。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 酚酞指示液:称取 0.5 g 酚酞,用少量乙醇溶解并定容至 500 mL。

4.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]。

4.6.3 分析步骤

准确吸取 10 mL 试样于 150 mL 锥形瓶中,加 20 mL 经煮沸冷却后的水及数滴酚酞指示液,混匀,用氢氧化钠标准溶液(0.100 mol/L)滴定至初现粉红色,并在 0.5 min 内不褪色,消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(0.100 0 mol/L)毫升数乘以 10 即为酸度($^{\circ}\text{T}$)。

4.6.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立滴定结果的绝对差值不得超过 0.5 mL。

4.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

4.8 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

4.9 黄曲霉毒素 M_1 (柱色谱纯化-薄层测定简易法)

4.9.1 原理

试样经用丙酮沉淀蛋白质,加入防乳化的氯化钠溶液后,用三氯甲烷提取黄曲霉毒素 M_1 ;再通过硅胶 H 色谱柱吸附;用正己烷和乙醚去除脂肪及杂质,然后用丙酮-氯甲烷混合液洗脱毒素,进行薄层测定,与标准比较定量。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 硅胶 H:一般用于柱色谱填充物,80 目~100 目。用于薄层色谱 200 目以上。

4.9.2.2 甲醇。

4.9.2.3 丙酮。

4.9.2.4 三氯甲烷。

4.9.2.5 正己烷。

4.9.2.6 乙醚:不含过氧化物。用碘化钾溶液检查,应不呈现黄色。

4.9.2.7 氯化钠和氯化钠溶液(40 g/L)。

4.9.2.8 无水硫酸钠。

4.9.2.9 硫酸(1+3)。

4.9.2.10 黄曲霉毒素 M_1 标准使用液:用三氯甲烷配制每毫升相当于 0.10 μg 黄曲霉毒素 M_1 ,置 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱避光保存。

4.9.2.11 羧甲基纤维素钠(CMC)溶液(4 g/L):配制时应取经 2 000 r/min 离心 10 min 后的上清液。

4.9.3 仪器

4.9.3.1 365 nm 紫外光灯。

4.9.3.2 15 cm \times 5 cm 玻璃板。

4.9.3.3 展开槽:内长 25 cm,内宽 6.5 cm,内高 3.5 cm。

4.9.3.4 微量注射器:5 μL 、50 μL 。

4.9.3.5 层析柱:内径 1.5 cm,柱高 20 cm。具有砂芯及活塞。

4.9.3.6 浓缩装置:带刻度支管浓缩瓶。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样提取

称取 30.00 g 均匀试样,置于 250 mL 具塞锥型瓶内,加入 50 mL 丙酮置振荡器内振摇 30 min 后,

用滤纸滤入 250 mL 分液漏斗中。滤渣用约 5 mL 丙酮淋洗,洗液并入分液漏斗内,然后加入 30 mL 三氯甲烷及 20 mL 氯化钠溶液(4 g/L),振摇 2 min,静置使分层,下层液通过盛有约 10 g 无水硫酸钠的快速滤纸滤入 150 mL 锥形瓶内,再用少量三氯甲烷淋洗无水硫酸钠,洗液并入锥形瓶内,置于 65℃~70℃ 水浴上浓缩直至三氯甲烷、丙酮全部挥散。

4.9.4.2 试样净化

4.9.4.2.1 层析柱的制备

4.9.4.2.1.1 硅胶 H 的处理

称取约 20 g 硅胶 H(可按试样的数量而定),先用甲醇浸没并用玻璃棒搅动、洗涤后抽干,再用三氯甲烷浸没,同样搅动洗涤抽干,待有机溶剂完全挥干后,置 110℃ 烘箱干燥 1 h,取出,放入瓶中置干燥器内,保存备用,时间不超过一周。

4.9.4.2.1.2 装柱

称取 2 g 经处理的硅胶 H,用三氯甲烷悬浮,移入已用研细的无水硫酸钠衬底约 0.5 cm~1.0 cm 高度的层析柱内,待硅胶 H 柱内完全沉积后,上加 2 g 无水硫酸钠覆盖,最后让三氯甲烷流至上层无水硫酸钠处,待用。

4.9.4.2.2 柱色谱净化

用 20 mL 三氯甲烷分三次将上述试样提取物溶解移入层析柱内,待样液完全从柱内流出后,先用 30 mL 正己烷分二次洗柱,再用 30 mL 乙醚分二次洗柱,弃去洗液。用滤纸将柱下管口内外擦净后,用 30 mL 丙酮-三氯甲烷混合液(2+3)分三次淋洗,收集在球型带支管浓缩管中,然后置于 65℃~70℃ 的水浴上浓缩至近干,再用少量三氯甲烷淋洗瓶壁,继续浓缩至干,冷却后加入 100 μL 三氯甲烷溶解混匀,供薄层色谱测定用。同时进行空白标准回收试验。

4.9.4.3 薄层测定

4.9.4.3.1 硅胶 H 板的制备

称取 1 g 硅胶 H,加 4 mL LCMC 溶液(4 g/L),调成均匀糊液,倒于 15 cm×15 cm 的玻璃板上,均匀涂满整块板面。置于水平位置,在无尘条件下使其自然干燥,然后置于 105℃ 烘箱内干燥 1.5 h,取出,冷却,置于干燥器内保存备用。

4.9.4.3.2 点板

在 15 cm×15 cm 薄层板上距下端 2 cm 的基线上滴加三个点,即在距离板的左边缘 1 cm 处滴加 3 μL 黄曲霉毒素 M₁ 标准使用液(相当于 0.3 ng 黄曲霉毒素 M₁,最低检出量),在距离板的右边缘 2 cm 处滴加 50 μL 样液。在标准点与试样点之间再滴加 6 μL 黄曲霉毒素 M₁ 标准使用液(相当于 0.6 ng 黄曲霉毒素 M₁,作定位用),边滴加边吹风,使溶剂加快挥发。

4.9.4.3.3 展开

4.9.4.3.3.1 纵展

在层析缸内加入 10 mL 甲醇-三氯甲烷混合液(6+94),将点有试样及标准一端的薄层板插入缸内,使其倾斜,加盖,展开,待展开剂纵展至板前沿离原点距离 10 cm 处取出,使展开剂自然挥干(约 5 min)。

4.9.4.3.3.2 横展

在层析缸内加入 10 mL 乙醚,将纵展挥干后的薄层板使点有标准的长边一端横插入缸内,使其倾斜,加盖,展开,待横展至板端后过 5 min 取出,使展开剂自然挥干后观察(如需要时可继续展开一次)。

4.9.4.3.4 观察结果

在紫外灯下观察层析板,如板上试样点与标准点于相同位置上出现相同蓝紫色荧光点,即进一步进行确证试验。如试样点不出现蓝紫色荧光,则试样中黄曲霉毒素 M₁ 含量在其所定的最低检出量以下,可作未检出处理。

4.9.4.3.5 确证试验

在试样出现蓝紫色荧光的板上均匀喷以硫酸(1+3),使板微潮,室温放置 5 min 后继续在紫外灯下

观察,如试样点原蓝紫色荧光与标准点一样,转变为黄色荧光,即为试样检出黄曲霉毒素 M_1 。

4.9.4.3.6 定量试验

根据试样点的荧光强度,适当增减点板的微升数,增减浓缩干物加入的三氯甲烷量,直至使试样点的荧光强度与板的最低检出量的荧光强度一致为止。

4.9.5 结果计算

试样中黄曲霉毒素 M_1 的含量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{0.3 \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X —— 试样中黄曲霉毒素 M_1 的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

0.3 —— 层析板对黄曲霉毒素 M_1 的最低检出量,单位为纳克(ng);

V_2 —— 浓缩干物加入的三氯甲烷体积,单位为微升(μL);

V_1 —— 点板所用的三氯甲烷体积,单位为微升(μL);

m —— 柱层析时所用的试样提取液相当于试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.9.6 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 40%。

新鲜生乳

适用于新鲜生乳各项卫生指标的测定。

5 感官检查

呈乳白色或稍带微黄色的胶态液体,无沉淀、无凝块、无杂质,具有新鲜牛乳固有的香味,无异味。

6 理化检验

6.1 相对密度

按 4.1 操作。

6.2 脂肪

按 4.2 操作。

6.3 非脂固体

按 4.5 操作。

6.4 酸度

按 4.6 操作。

6.5 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

6.6 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

6.7 黄曲霉毒素 M_1

按 4.9 操作。

酸乳

适用于酸乳各项卫生指标的测定。

7 感官检查

按有关酸乳卫生标准的要求进行检查。

8 理化检验

8.1 脂肪

8.1.1 原理、试剂、仪器

同 4.2.2.1~4.2.2.3。

8.1.2 分析步骤

在乳脂计中先加入 10 mL 硫酸,再沿管壁小心加入 5.0 mL 已混匀的试样,然后吸 6 mL 水,仔细洗涤吸试样的吸管,洗液注入乳脂计中,再加入 1 mL 异戊醇,以下按 4.2.2.4 自“塞上橡皮塞……”起依法操作,最后按照刻度读出脂肪及百分数乘以 2.2,即为试样的脂肪百分数。

8.2 酸度

8.2.1 原理、试剂

同 4.6.1 和 4.6.2。

8.2.2 分析步骤

称取 5.00 g 已搅拌均匀的试样,置于 150 mL 锥形瓶中,加 40 mL 新煮沸放冷至 40℃的水,混匀,然后加入 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液至微红色在 0.5 min 内不消失为终点。消耗的氢氧化钠标准滴定溶液毫升数乘以 20,即为酸度(°T)。

8.3 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

全脂乳粉

适用于全脂乳粉各项卫生指标的测定。

9 感官检查

淡黄色,粉状,颗粒均匀一致,无结块,无异味。详细按有关全脂乳粉卫生标准的要求进行检查。

10 理化检验

10.1 水分

按 GB/T 5009.3 中直接干燥法操作,干燥温度为 100℃±5℃。

10.2 酸度

10.2.1 原理、试剂

同 4.6.1 和 4.6.2。

10.2.2 分析步骤

称取 4.00 g 试样于 50 mL 烧杯中,用 96 mL 新煮沸冷却后的水分数次将试样溶解并移入 250 mL 锥形瓶中,加数滴酚酞指示液,混匀。用氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至初显粉红色并在 0.50 min 内不褪色为终点,记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积。

10.2.3 结果计算

试样中的酸度按式(7)进行计算。

$$X = \frac{V \times c \times 12}{m} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X ——试样中的酸度,单位为酸度($^{\circ}T$);

V ——试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

12——12 g 干燥乳粉相当鲜乳 100 mL。

计算结果保留三位有效数字。

10.2.4 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 10%。

10.3 乳糖

按 GB/T 5009.7 操作。

10.4 蔗糖

按 GB/T 5009.8 操作。

10.5 杂质度

10.5.1 原理

乳粉因挤乳及生产运输过程中夹杂杂质,用牛粪、园土、木炭混合胶状液作为标准。

10.5.2 试剂

10.5.2.1 胃酶-盐酸液:称取 5.0 g 胃酶粉,溶于 25 mL 水中,加 15 mL 盐酸,加水稀释至 500 mL。

10.5.2.2 杂质标准的制备:

使牛粪、园土、木炭通过一定筛孔,然后在 100 $^{\circ}C$ 烘干,按照下列比例配合混匀:

牛粪:过 40 目,53%;

牛粪:过 20 目不通过 40 目,2%;

园土:过 20 目,27%;

木炭:过 40 目 14%;

木炭:过 20 目不通过 40 目,4%。

将上述各物混匀,称取 2 g,加 4 mL 水,搅匀后加入 46 mL 阿拉伯胶溶液(7.5 g/L),再加入已过滤的、清洁的蔗糖溶液(500 g/L)使成 1 000 mL。此溶液每毫升相当于 2 mg 杂质,取此溶液 5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用蔗糖溶液(500 g/L)稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 0.2 mg 杂质。

现以 500 mL 牛乳或 62.5 g 全脂牛乳粉配制成 500 mL 乳液,制备各标准过滤板,见表 3。

表 3

牛乳数量/mL	加入杂质量	浓度/(mg/L)
500	$1.0 \text{ mL} \times 2 \text{ mg/mL} = 2 \text{ mg}$	4
	$0.75 \text{ mL} \times 2 \text{ mg/mL} = 1.5 \text{ mg}$	3
	$0.50 \text{ mL} \times 2 \text{ mg/mL} = 1.0 \text{ mg}$	2
	$2.50 \text{ mL} \times 0.2 \text{ mg/mL} = 0.5 \text{ mg}$	1
	$1.25 \text{ mL} \times 0.2 \text{ mg/mL} = 0.25 \text{ mg}$	0.5
	$0.31 \text{ mL} \times 0.2 \text{ mg/mL} = 0.063 \text{ mg}$	0.125

将上述配好的各种不同浓度的溶液于棉质过滤板上过滤,用水冲洗粘附的牛乳,置于干燥箱中干燥即得。

上述杂质度的浓度,系以 500 mL 牛乳汁的标准。若以 62.5 g 全脂牛乳粉为计算基础,则杂质度应以表 3 上数字的 8 倍报告,其浓度单位为毫克每千克。

10.5.3 分析步骤

称取 62.5 g 试样,用 60℃~70℃水 500 mL 溶解后,于棉质过滤板上过滤。为使过滤迅速,可用真空泵抽滤。用水冲洗粘附在棉质过滤板上的牛乳。将棉质过滤板置干燥箱中干燥,其上的杂质与标准比较即得。将表 3 所示杂质浓度乘以 8,即得牛乳的杂质度。

溶解度较差的牛乳粉及滚筒牛乳粉测定如下:称取 62.5 g 试样,加 250 mL 胃酶-盐酸溶液混和,置 45℃水浴中保持 20 min,加入约 0.5 mL 辛醇,加热使在 5 min~8min 内沸腾,立即在棉质过滤板上过滤,并用沸水冲洗容器及棉质过滤板。将棉质过滤板干燥后,与标准比较,照上法计算杂质度。

10.6 脂肪

10.6.1 原理、试剂、仪器

同 4.2.1 哥特里-罗紫法。

10.6.2 分析步骤

称取约 1.00 g 试样,用 10 mL 60℃温水分数次溶解并洗入抽脂瓶中,以下按 4.2.1.4 自“加入氨水 1.25 mL……”起依法操作。

10.6.3 结果计算

同 4.2.1.5。

10.6.4 精密度

同 4.2.1.6。

10.7 溶解度

10.7.1 原理

试样溶于水后,称取不溶物质量,再计算溶解度。

10.7.2 仪器

10.7.2.1 50 mL 离心管。

10.7.2.2 离心机:1 000 r/min。

10.7.3 分析步骤

称取约 5.00 g 试样于 50 mL 烧杯中,用 25℃~30℃水 38 mL,分数次将试样溶解于离心管中,加塞,将离心管放于 30℃水浴中保温 5 min 后取出,上下充分振摇 3 min,使试样充分溶解。于离心机中以 1 000 r/min 转速离心 10 min 使不溶物沉淀,倾出上清液并用棉栓拭清管壁,再加入 30℃的水 38 mL,加塞,上下充分振荡 3 min,使沉淀悬浮,再于离心机中以 1 000 r/min 转速离心 10 min,倾出上清液,用棉栓仔细拭清管壁。用少量水将沉淀物洗入已恒量的称量皿中,先在水浴上蒸干,再于 100℃干燥 1 h,置干燥器中冷却 30 min,称量,再于 100℃干燥 30 min 后,取出冷却称量,至前后两次质量相差不超过 1.0 mg。

10.7.4 结果计算

试样的溶解度按式(8)进行计算。

$$X = 100 - \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_3} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

X ——试样的溶解度,单位为克每百克(g/100 g);

m_3 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——称量皿质量,单位为克(g);

m_1 ——称量皿加不溶物质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

10.7.5 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%。

10.8 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

10.9 铜

按 GB/T 5009.13 操作。

10.10 锡

按 GB/T 5009.16 操作。

10.11 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

10.12 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

10.13 黄曲霉毒素 M₁

按 4.9 操作。但试样提取为：称取 20.00 g 拌匀试样，置于 250 mL 具塞锥形瓶内，加入 20 mL 氯化钠溶液(40 g/L)，摇匀使之湿润，加入 70 mL 丙酮，混匀，再加入 30 mL 三氯甲烷，置振荡器内振摇 30 min，然后通过盛有约 10 g 无水硫酸钠的快速滤纸过滤，吸取 50 mL 澄清液于 150 mL 锥形瓶内，置于 65℃~70℃ 水浴上浓缩，直至三氯甲烷、丙酮全部挥散。

淡炼乳

适用于淡炼乳各项卫生指标的测定。

11 感官检查

呈均匀淡黄色，质地均匀，粘度适中，无凝集，无脂肪上浮，无异味。详细按有关淡炼乳的卫生标准进行检查。

12 理化检验**12.1 全乳固体****12.1.1 分析步骤**

准确称取混匀的试样约 2 g 于已恒量的铝皿中，加入水约 5 mL 混合，置水浴上蒸发至干，于 100℃ ±5℃ 干燥 3 h 后取出，置干燥器中冷却 30 min 后称量。再于 100℃ ±5℃ 干燥 1 h 取出，冷却后称量，至前后两次称量相差不超过 1.0 mg。

12.1.2 结果计算

试样中全乳固体的含量按式(9)进行计算。

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中：

X —— 试样中全乳固体的含量，单位为克每百克(g/100 g)；

m₁ —— 试样加铝皿干燥后质量，单位为克(g)；

m₂ —— 铝皿质量，单位为克(g)；

m₃ —— 试样质量，单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

12.1.3 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%。

12.2 脂肪**12.2.1 原理、试剂、仪器**

同 4.2.1 哥特里-罗紫法。

12.2.2 操作方法

称取约 4.00 g 试样,用少量水分次洗入抽脂瓶中至 10 mL。以下按 4.2.1.4 自“加入氨水 1.25 mL ……”起依法操作。

12.3 酸度

12.3.1 原理、试剂

同 4.6.1~4.6.2。

12.3.2 分析步骤

吸取 10.0 mL 试样液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 60 mL 新煮沸放冷的水及数滴酚酞指示液,以下按 4.6.3 自“混匀……”起依法操作。

12.4 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

12.5 铜

按 GB/T 5009.13 操作。

12.6 锡

按 GB/T 5009.16 操作。

12.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

12.8 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

12.9 黄曲霉毒素 M₁

按 4.9 操作。但试样提取为:称取 30.00 g 均匀试样,置于 250 mL 具塞锥形瓶内,加入 1 g 氯化钠摇匀,加入 75 mL 丙酮混匀,再加入 25 mL 三氯甲烷,以下按 10.13 自“置振荡器内振摇 30 min……”起依法操作。

甜炼乳

适用于甜炼乳各项卫生指标的测定。

13 感官检查

呈均匀淡黄色,质地均匀,粘度适中(倾倒时可成线或带状流下),无凝块,无霉块,无脂肪上浮,无异味。详细检查按有关甜炼乳的卫生标准操作。

14 理化检验

14.1 脂肪

14.1.1 原理、试剂、仪器

同 4.2.1 哥特里-罗紫法。

14.1.2 分析步骤

称取约 3.00 g 试样,用水溶解并移入抽脂瓶中至 10 mL,以下按 4.2.1.4 自“加入 1.25 mL 氨水……”起依法操作。

14.2 酸度

14.2.1 原理、试剂

同 4.6.1~4.6.2。

14.2.2 分析步骤

称取 10.00 g 试样,加 65 mL 新煮沸放冷的水溶解于 250 mL 锥形瓶中,加数滴酚酞指示液,以下

按 4.6.3 自“混匀……”起依法操作。

14.3 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

14.4 铜

按 GB/T 5009.13 操作。

14.5 锡

按 GB/T 5009.16 操作。

14.6 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

14.7 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

14.8 黄曲霉毒素 M₁

按 4.9 操作。但试样提取为：称取 30.00 g 均匀试样，置 250 mL 具塞锥形瓶内，加入 20 mL 氯化钠溶液(40 g/L)，摇匀，加入 75 mL 丙酮混匀，再加入 25 mL 三氯甲烷，以下按 10.13 自“置振荡器内振荡 30 min……”起依法操作。

奶油

适用于奶油各项卫生指标的测定。

15 感官检查

呈均匀淡黄色，表面紧密，无霉斑，无大小水珠，允许有少量沉淀物，无异味，无杂质。

16 理化检验

16.1 脂肪

16.1.1 原理、试剂、仪器

同 4.2.1 哥特里-罗紫法。

16.1.2 分析步骤

称取约 1.00 g 试样于烧杯中，加 10 mL 水，置水浴上使试样融化后，移入抽脂瓶中，加 1 mL 氨水(10%)充分混匀，用 10 mL 乙醇洗杯后倒入抽脂瓶中，混匀，冷却后，以下按 4.2.1.4 自“加入 25 mL 乙醚……”起依法操作。如一次抽提不完全时可再抽提一次。

16.2 酸度

16.2.1 原理

同 4.6.1。

16.2.2 试剂

16.2.2.1 中性乙醇-乙醚混合液：取乙醇、乙醚等容混合后加数滴酚酞指示液，以氢氧化钠溶液(4 g/L)滴至微红色。

16.2.2.2 指示液：酚酞-乙醇溶液(1 g/L)。

16.2.2.3 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]。

16.2.3 分析步骤

准确称取 10 g 试样，加 30 mL 中性乙醇-乙醚混合液，混匀，加 3 滴酚酞指示液，以氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴至刚显粉红色，0.5 min 内不褪为终点，消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(0.100 0 mol/L)毫升数乘以 10 即为酸度(°T)。

16.3 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

16.4 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

16.5 黄曲霉毒素 M₁

按 4.9 操作。但试样提取为：准确称取 20 g 试样，置于 250 mL 具塞锥形瓶内，在水浴上使之融熔，冷却后加入 0.5 g 氯化钠、50 mL 丙酮和 5 mL 三氯甲烷，以下按 10.13 自“置振荡器内振摇 30 min ……”起依法操作。

硬质干酪

适用于硬质干酪各项卫生指标的测定。

17 感官检查

切面呈淡奶黄色，湿润，组织细腻，并有少量大小不一的气孔，外皮均匀，无裂缝，无损伤，无霉点、霉斑，具有干酪固有的风味，无异味。

18 理化检验

18.1 水分

按 GB/T 5009.3 中直接干燥法操作，干燥温度为 100℃±5℃。

18.2 脂肪

18.2.1 原理、试剂、仪器

同 4.2.1 哥特里-罗紫法。

18.2.2 分析步骤

称取约 1.00 g 研碎的试样，置于抽脂瓶中，加 10 mL 60℃ 温水，置 60℃ 水浴中使其溶解。以下按 4.2.1.4 自“加入 1.25 mL 氨水……”起依法操作。

18.3 食盐

18.3.1 原理

用硝酸银标准滴定溶液滴定试样中的氯化钠，生成氯化银沉淀，当全部氯化钠沉淀后，滴加的硝酸银与铬酸钾指示剂作用生成铬酸银使溶液呈桔红色即为终点。由硝酸银标准滴定溶液的消耗量计算出氯化钠的含量。

18.3.2 试剂

18.3.2.1 硝酸银标准滴定溶液 [c(AgNO₃)=0.1 mol/L]。

18.3.2.2 铬酸钾指示液 (50 g/L)。

18.3.3 分析步骤

准确称取 5 g 研碎的试样，置于 125 mL 分液漏斗中，用热水充分洗涤试样内的盐分，反复洗涤 5 次~8 次，每次 20 mL~30 mL，将洗涤液收集在 250 mL 容量瓶中，加水至刻度。取洗涤液 100 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加铬酸钾指示液 1 mL，用硝酸银标准滴定溶液 (0.1 mol/L) 滴定至初显砖红色，记录消耗体积。

18.3.4 结果计算

试样中食盐的含量按式(10)进行计算。

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 0.0585}{m \times \frac{V_4}{V_3}} \times 100 \dots\dots\dots(10)$$

式中:

X ——试样中食盐的含量,单位为克每百克(g/100 g);

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试剂空白消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——洗涤液总体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定用洗涤液的体积,单位为毫升(mL);

m ——取样质量,单位为克(g);

0.058 5——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的氯化钠的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

18.3.5 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%。

18.4 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

18.5 汞

按 GB/T 5009.17 操作。
