

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 5413.30-1997

乳和乳制品中杂质度的测定

Determination of impurities in 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/T5413.30-1997《乳与乳粉 杂质度的测定》。

本标准的附录A和附录B为规范性附录。

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 5413.30-1997。

乳和乳制品中杂质度的测定

1 范围

本标准规定了巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳、炼乳及乳粉中杂质度的测定方法。

本标准适用于巴氏杀菌乳、灭菌乳、生鲜乳、炼乳及乳粉中杂质度的测定；不适用于含非乳蛋白质、淀粉类成分、不溶性有色物质及影响过滤的添加物质。

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（ISO 3696:1987，MOD）

3 原理

500mL 液体乳样品或 62.5g 乳粉样品、125g 炼乳中不溶于约 60℃ 热水、残留于过滤板上的可见带色杂质的数量。

4 仪器和设备

- 4.1 过滤设备：杂质度过滤器或配有可安置过滤板漏斗的 2000mL~2500mL 抽滤瓶。
- 4.2 过滤板：直径 32mm，密度为 135g/m²，符合附录A的要求，过滤时通过面积的直径为 28.6mm。
- 4.3 杂质度标准板。
- 4.4 杂质度标准板的制作方法见附录 B。
- 4.5 天平。

5 分析步骤

液体乳样量取 500mL；乳粉样称取 62.5g（精确至 0.1g），用 8 倍水充分调和溶解，加热至 60℃；炼乳样称取 125 g（精确至 0.1g），用 4 倍水溶解，加热至 60℃。于过滤板上过滤，为使过滤迅速，可用真空泵抽滤，用水冲洗过滤板，取下滤板，置烘箱中烘干，将其上杂质与标准杂质板比较即得。

当过滤板上杂质的含量介于两个级别之间时，判定为杂质含量较多的级别。

6 结果计算和表示

与杂质度标准比较得出的过滤板上的杂质量，即为该样品的杂质度。

7 精密度

按本标准所述方法对同一样品所作的两次重复测定，其结果应一致，否则应重复再测定两次。

附录 A

(规范性附录)

杂质度过滤板的检验

A.1 材料

A.1.1 润湿剂：1%溶液。使用一种湿雾剂或其他合适的润湿剂。

A.1.2 植物胶溶液：将 0.75g 角豆胶或其他合适的胶加到 100mL 水中，然后用搅拌器搅拌。

通过抽真空或加热处理，使溶液排除气泡。煮沸、冷却，然后加 2mL40% 甲醛溶液。

为了便于在没有搅拌的情况下在水中分离，可将 0.75g 角豆胶溶于 100mL 容量瓶内的几毫升乙醇中。用水稀释至刻度，充分混合。然后按上述步骤继续操作。

A.1.3 蔗糖溶液：将 750g 市售白砂糖溶于 750mL 水中。

A.1.4 精制杂质混合物：用地面牛粪、泥土及木炭经过干燥箱（100℃）烘干，制备混合物，每种材料分别过筛，收集可能通过 106 μm（140 目）但通不过 75 μm（200 目）的筛子成分，做法如下：

放 100g 以下的牛粪或泥土，50g 以下的木炭，过筛。在 106 μm（140 目）的筛子外套装 75 μm（200 目）的另一个筛子，覆盖、固定接收装置。用手振荡筛子的套，以每分钟敲打 120 次的速度过筛。一次操作大约用量 20g，以过 106 μm（140 目）筛子的碎片继续在 75 μm（200 目）的筛子上过 5min。使用第二次过筛所保留的成分，按下列比例最大程度的混合均匀：

杂质	含量 (%)
牛粪	66
泥土	28
木炭	6

将 2g 上述混合物放入到 100mL 容量瓶中，用 5mL 润湿剂（A1.1）润湿。加入 46mL 植物胶溶液，然后用蔗糖溶液（A1.3）将液面加到瓶颈口。加几滴乙醇，再用蔗糖溶液加至刻度，充分混合。

将溶液倒入一个 250mL 烧杯或有螺旋盖的瓶子中，允许带进少量空气，用一个小的机械搅拌器以 200r/min~300r/min 的速度搅拌，直到杂质在明亮的反射光下均匀分布为止。搅拌时，不要使细小颗粒堆积在烧杯底部的旋涡处。用吸管（出口直径 3mm）移取 10mL（大约相当于 200mg 杂质混合物）于容量瓶中，用水定容到 1000mL。

A.2 设备

A.2.1 天平：精确到 0.0001g。

A.2.2 干燥器：含有效干燥剂。

A.2.3 干燥箱。

A.2.4 过滤装置。

A.2.5 过滤板。

A.2.6 滤纸：直径 7cm 或 9cm。

A.3 步骤

A.3.1 将滤纸（A.2.6）放在一个布氏漏斗中，用大约 200mL 的水冲洗，然后放入 100℃烘箱中烘干至恒重，转入带盖的干燥器内，称重。

A.3.2 将 60mL 精制的杂质混合物（A.1.4）经过充分搅拌后，通过安装在过滤装置上的过滤板（A.2.5）过滤，相当于 12mg 杂质。

用一个清洁的三角瓶收集滤液。将滤液转移到烧杯中，用水冲洗该三角瓶两次，将洗液全部加入到烧杯中。

A.3.3 将滤液再一次通过固定在布氏漏斗中的经清洗、干燥，并称好质量的滤纸（A.3.1）。用水充分冲洗烧杯和滤纸，然后将滤纸放入 100℃烘箱中烘干至恒重（A.3.1）。

A.3.4 至少检验两个以上过滤板。

A.4 评价

通过三个或三个以上过滤板杂质的平均量不超过 2.8mg。根据精制的杂质混合物制备的标准板不应在表面下层出现杂质。

附录 B

(规范性附录)

杂质度标准板的制作

B.1 材料

使焦粉、灰土、牛粪、木炭通过一定的筛子，然后在 100℃烘箱中烘干，并按下列比例配合混匀。

焦粉占 40%，其中：

通过 20 目筛而不通过 40 目筛的占 10%；

通过 40 目筛而不通过 60 目筛的占 30%；

灰土占 30%，可通过 40 目筛。

牛粪占 20%，其中：

通过 20 目筛而不通过 40 目筛的占 2%；

通过 40 目筛而不通过 60 目筛的占 8%；

通过 60 目筛而不通过 80 目筛的占 10%；

木炭占 10%，其中：

通过 20 目筛而不通过 40 目筛的占 4%；

通过 40 目筛而不通过 60 目筛的占 6%。

B.2 步骤

B.2.1 将已准备好的各种杂质混匀（总量以 50g 为宜），从中准确称取 1.000g，直接倒入 500mL 容量瓶中，加蒸馏水 2mL 和体积分数为 0.75%经过过滤的阿拉伯胶液 23mL，再以质量分数为 50%的经过过滤的蔗糖液加至刻度并混匀，此液杂质浓度为 2mg/mL。

B.2.2 取浓度为 2mg/mL 的杂质液 10mL，以 500g/L 过滤的蔗糖液稀释至 100mL，则此液杂质的浓度为 0.2mg/mL。

B.2.3 取浓度为 0.2mg/mL 的杂质液 10mL，以 500g/L 过滤的蔗糖液稀释至 100mL，则此液杂质的浓度为 0.02mg/mL。

B.2.4 以 500mL 牛乳或 62.5g 乳粉为取样量，按表 B1 制备各标准杂质板。

标准板号	杂质相对质量浓度， 牛乳 mg/L；乳粉 mg/kg		杂质绝对含量 (mg)	量取混合杂质液的数量 (mL)
	500mL 牛乳	62.5g 乳粉		
1	0.25	2	0.125	6.25
2	0.75	6	0.375	18.75
3	1.50	12	0.750	3.75
4	2.0	16	1.000	5.00