

ICS 67.100.01
C 53



中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××
代替GB/T 5413.22—1997

生鲜乳中冰点的测定

Determination of freezing point in raw milk

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准非等效采用国际标准ISO 5764/IDF 108-2002《牛奶—冰点的测定—热敏电阻冰点仪法（基准法）》
(Milk- Determination of freezing point- Thermistor cryoscope method(Reference method))。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

生鲜乳中冰点的测定

1 范围

本标准规定了生鲜乳冰点的测定方法。

本标准适用于生鲜乳冰点的测定。

本标准的方法检出限为 2 m°C。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

生鲜乳冰点 Freezing Point of Raw Milk

使用本标准规定测得的数值为生鲜乳的冰点，单位以摄氏千分之一度（m°C）表示。

4 原理

乳样于冰点下制冷，引晶结冰后并连续释放热量，使乳样温度回升至最高点，短时间内保持恒定，进行温度测定。

5 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/T 6682规定的一级水。

5.1 氯化钠（NaCl）：氯化钠磨细后置于干燥炉中，130 °C ± 5 °C干燥 24 h 以上，于干燥器中冷却至室温。

5.2 乙二醇（C₂H₆O₂）。

5.3 校准液

选择两种不同冰点的氯化钠标准溶液，氯化钠标准溶液与被测牛奶样品的冰点值相近，且所选择的两份氯化钠标准溶液的冰点值之差不得少于100 m°C，见表1。

5.3.1 校准液 A

20 °C室温下，准确称取 6.731 g 氯化钠（5.1），精确到 0.1 m g，溶于少量水中，定容至 1000 mL 容量瓶中。其冰点值为-400 m°C。

5.3.2 校准液 B

20 °C室温下，准确称取 9.422 g 氯化钠（5.1），精确到 0.1 m g，溶于少量水中，定容至 1000 mL 容量瓶中。其冰点值为-557 m°C。

5.4 冷却液

准确量取 330 mL 乙二醇（5.2）于 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度并摇匀，其体积比分数为 33 %。

表 1 氯化钠标准溶液的冰点

20 °C时, 氯化钠溶液 (g/L)	氯化钠溶液 (g/kg)	冰点 (m°C)
6.731	6.763	-400.0
6.868	6.901	-408.0
7.587	7.625	-450.0
8.444	8.489	-500.0
8.615	8.662	-510.0
8.650	8.697	-512.0
8.787	8.835	-520.0
8.959	9.008	-530.0
9.130	9.181	-540.0
9.302	9.354	-550.0
9.422	9.475	-557.0
10.161	10.220	600.0

6 仪器和设备

6.1 分析天平：感量 0.0001 g。

6.2 热敏电阻冰点仪：带有热敏电阻控制的冷却装置（冷阱），热敏电阻探头，搅拌器和引晶装置（见图 1）及温度显示器。

6.2.1 检测装置，温度传感器和相应的电子线路

温度传感器为直径为 $1.60\text{ mm} \pm 0.4\text{ mm}$ 的玻璃探头，在 0 °C 时的电阻在 3 欧和 30 千欧之间。当探头在测量位置时，热敏电阻的顶部应位于样品管的中轴线，且顶部离内壁与管底保持相等距离（见图 1）。温度传感器和相应的电子线路在 $-400\text{ m}^\circ\text{C}$ 至 $-600\text{ m}^\circ\text{C}$ 之间测量分辨率为 $1\text{ m}^\circ\text{C}$ 或更好。

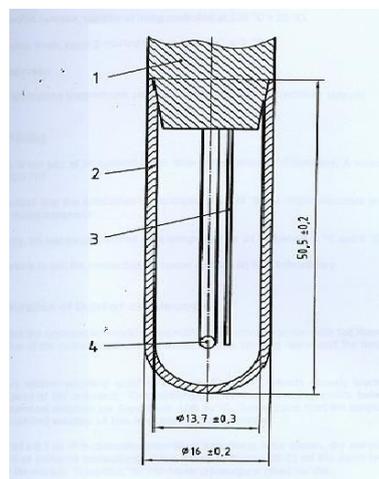


图 1 热敏电阻冰点仪检测装置

1. 顶杆 2. 样品管 3. 搅拌金属棒 4. 热敏探头

仪器正常工作时，此循环系统在 $-400\text{ m}^\circ\text{C}$ 到 $-600\text{ m}^\circ\text{C}$ 范围之间任何一个点的线性误差应不超过 $1\text{ m}^\circ\text{C}$ 。

6.2.2 搅拌金属棒：耐腐蚀，在冷却过程中搅拌测试样品。

搅拌金属棒应根据相应仪器的安放位置来调整振幅。正常搅拌时金属棒不得碰撞玻璃传感器或样品管壁。

6.2.3 引晶装置：操作时，测试样品达到 -3.0 °C 时启动引晶的机械振动装置

在引晶时使搅拌金属棒在 $1\text{ s} \sim 2\text{ s}$ 内加大振幅，使其碰撞样品管壁。

- 6.3 样品管：硼硅玻璃，长度 $50.5\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ ，外部直径为 $16.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ ，内部直径为 $13.7\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$ 。
- 6.4 称量瓶。
- 6.5 容量瓶：1000 mL。
- 6.6 烘箱：温度可控制在 $150\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 6.7 干燥器。
- 6.8 移液器：1 mL ~ 5 mL。

7 分析步骤

7.1 试样制备

测试样品要保存在 $0\text{ }^\circ\text{C}$ 到 $6\text{ }^\circ\text{C}$ 的冰箱中，测试前样品应放至室温，且测试样品和氯化钠标准溶液测试时的温度应保持一致。

7.2 仪器预冷

开启冰点仪，等待冰点仪传感探头升起后，打开冷阱盖，按生产商规定加入相应体积冷却液（5.4），盖上盖子，冰点仪进行预冷。预冷30 min后，开始测量。

7.3 常规仪器校准

7.3.1 A 校准

用移液器分别吸取2.20 mL校准液A（5.3.1），依次放入三个样品管中，在启动后的冷阱中插入装有校准液A（5.3.1）的样品管。当重复测量值在 $-400\text{ m}^\circ\text{C} \pm 20\text{ m}^\circ\text{C}$ 校准值时，完成校准。

7.3.2 B 校准

用移液器分别吸取 2.20 mL 校准液 B（5.3.2），依次放入三个样品管中，在启动后的冷阱中插入装有校准液 B（5.3.2）的样品管。当重复测量值在 $-557\text{ m}^\circ\text{C} \pm 20\text{ m}^\circ\text{C}$ 校准值时，完成校准。

7.4 样品测定

用移液枪将样品2.20 mL转移到一个干燥清洁的样品管中，将待测样品管放到仪器上的测量孔中。冰点仪的显示器显示当前样品温度，温度呈下降趋势，测试样品达到 $-3.0\text{ }^\circ\text{C}$ 时启动引晶的机械振动，搅拌金属棒（6.2.2）开始振动引晶，温度上升，当温度不再发生变化时，冰点仪停止测量，传感头升起，显示温度即为样品冰点值。

测试结束后，应保证探头和搅拌金属棒（6.2.2）清洁、干燥，必要时，可用柔软洁净的纱布仔细擦拭。

如果引晶在达到 $-3.0\text{ }^\circ\text{C}$ 之前发生，则该测定作废，需重新取样。测定结束后，移走样品管，并用水冲洗温度传感器和搅拌金属棒并擦拭干净。

每一样品至少进行二次平行测定，绝对差值 $\leq 4\text{ m}^\circ\text{C}$ 时，可取平均值作为结果。

8 结果计算和表示

如果常规校准检查的结果证实仪器校准的有效性，则取两次测定结果的平均值，保留三位有效数字。可按表 2 中的规定取平均值：如第四位有效数字是 5，取第三位有效数字最接近的偶数。冰点平均值的选取见表 2。

表 2 冰点有效值取值规定

平行样品测定结果 (m°C)		平均值 (m°C)
结果 1	结果 2	
-540	-542	-541
-541	-542	-542
-540	-541	-540

9 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超过4 m℃。

10 注意事项

10.1 每天进行测样之前先进行常规校准，两次连续的测定值变化不超过 1 m℃，如连续使用冰点仪，至少每隔 1 h 需进行一次常规校准。

10.2 每天一次或五十个样品测试后，要检查一次冷却液的液位是否到冷阱 1/3 处。如果冷却液被乳样污染，应立即更换冷却液。冷却液应一周更换一次，或者长期不使用时也应更换。

10.3 校准液和样品测试前要达到实验室温度。

10.4 样品未经引晶而自行结冰的测试结果作废，需重新取样测定。

10.5 测定结束后，移走样品管，并用水冲洗温度探头和搅拌金属丝。用柔软洁净的纱布擦拭探头和搅拌金属丝。

10.6 为保护温度探头，检测结束后，在冷阱位置放一空测量瓶，进行冰点检测后，温度探头下行至检测位置，关闭电源。

10.7 样品管应用水清洗并烘干。

10.8 为保证测定结果的稳定性，宜在挤奶3h之后进行冰点测定。
