



中华人民共和国国家标准

GB 5413.38—2016

食品安全国家标准 生乳冰点的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前　　言

本标准代替 GB 5413.38—2010《食品安全国家标准 生乳冰点的测定》。

本标准与 GB 5413.38—2010 相比,主要变化如下:

- 修改了原理;
- 修改了“试剂和材料”;
- 在“试剂和材料”的“氯化钠标准溶液”中增加“标准溶液 C”;
- 在“分析步骤”的“仪器校准”中增加“C 校准”和“质控校准”。

食品安全国家标准

生乳冰点的测定

1 范围

本标准规定了热敏电阻冰点仪测定生乳冰点的方法。

本标准适用于生乳冰点的测定。

2 原理

生乳样品过冷至适当温度,当被测乳样冷却到 $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,通过瞬时释放热量使样品产生结晶,待样品温度达到平衡状态,并在20 s内温度回升不超过 $0.5\text{ m}^{\circ}\text{C}$,此时的温度即为样品的冰点。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯或以上等级,水为GB/T 6682规定的二级水。

3.1 试剂

3.1.1 乙二醇($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$)。

3.1.2 氯化钠(NaCl)。

3.2 试剂配制

3.2.1 氯化钠(NaCl):氯化钠磨细后置于干燥箱中, $130\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥24 h以上,于干燥器中冷却至室温。

3.2.2 冷却液:量取330 mL乙二醇(3.1.1)于1 000 mL容量瓶中,用水定容至刻度并摇匀,其体积分数为33%。

3.3 氯化钠标准溶液

3.3.1 标准溶液A:称取6.763 g氯化钠(3.2.1),溶于1 000 g $\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过250 mL的聚乙烯塑料瓶中,并置于5 $^{\circ}\text{C}$ 左右冰箱冷藏,保存期限为两个月。其冰点值为 $-400\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.2 标准溶液B:称取9.475 g氯化钠(3.2.1),溶于1 000 g $\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过250 mL的聚乙烯塑料瓶中,并置于5 $^{\circ}\text{C}$ 左右冰箱冷藏,保存期限为两个月。其冰点值为 $-557\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.3 标准溶液C:称取10.220 g氯化钠(3.2.1),溶于1 000 g $\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过250 mL的聚乙烯塑料瓶中,并置于5 $^{\circ}\text{C}$ 左右冰箱冷藏,保存期限为两个月。其冰点值为 $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。

4 仪器和设备

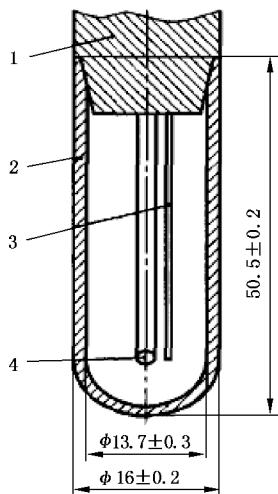
4.1 分析天平:感量0.000 1 g。

4.2 热敏电阻冰点仪:检测装置、冷却装置、搅拌金属棒、结晶装置(见图 1)及温度显示仪。

a) 检测装置及冷却装置

温度传感器为直径为 $1.60\text{ mm}\pm 0.4\text{ mm}$ 的玻璃探头,在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的电阻在 $3\text{ }\Omega\sim 30\text{ k}\Omega$ 之间。传感器转轴的材质和直径应保证向样品的热传递值控制在 $2.5\times 10^{-3}\text{ J/s}$ 以内。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 $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}\sim 400\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 之间测量分辨率为 $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。冷却装置应保持冷却液体的温度恒定在 $-7\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

单位:毫米



说明:

- 1——顶杆;
- 2——样品管;
- 3——搅拌金属棒;
- 4——热敏探头。

图 1 热敏电阻冰点仪检测装置

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

b) 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。

c) 结晶装置

当测试样品达到 $-3.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,启动结晶的机械振动装置,在结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。

4.3 干燥箱:温度可控制在 $130\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 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 $13.7\text{ mm}\pm 0.3\text{ mm}$ 。

4.5 称量瓶。

4.6 容量瓶:1 000 mL,符合 GB/T 12806—2011 等级 A 的要求。

4.7 干燥器:内有硅胶湿度计。

4.8 移液器:1 mL~5 mL。

4.9 聚乙烯瓶:容量不超过 250 mL。

5 分析步骤

5.1 试样制备

测试样品要保存在0℃~6℃的冰箱中并于48 h内完成测定。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。

5.2 仪器预冷

开启热敏电阻冰点仪(4.2),等待热敏电阻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(3.2.2),盖上盖子,冰点仪进行预冷。预冷30 min后,开始测量。

5.3 校准

5.3.1 原则

校准前应按表1配制不同冰点值的氯化钠标准溶液。可选择表1中两个不同冰点值的氯化钠标准溶液进行仪器校准,两个氯化钠标准溶液冰点差值不应少于100 m℃,且覆盖到被测样品相近冰点值范围。

表1 氯化钠标准溶液的冰点

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

^a 当称取此列中氯化钠的量配制标准溶液时,应将水煮沸,冷却保持至20℃±2℃,并定容至1 000 mL。

5.3.2 仪器校准

5.3.2.1 A校准:分别取2.5 mL标准溶液A(3.3.1),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 的样品管。当重复测量值在 $-400\text{ m}^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 校准值时,完成校准。

5.3.2.2 B 校准:分别取 2.5 mL 标准溶液 B(3.3.2),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 的样品管。当重复测量值在 $-557\text{ m}^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 校准值时,完成校准。

5.3.2.3 C 校准:测定生羊乳时,还应使用 C 校准。分别取 2.5 mL 标准溶液 C(3.3.3),依次放入三个样品管中,在启动后的冷阱中插入装有校准溶液 C 的样品管。当重复测量值在 $-600\text{ m}^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 校准值时,完成校准。

5.3.3 质控校准

在每次开始测试前应使用质控校准。连续测定乳样时,冰点仪每小时至少进行一次质控校准。如两次测量的算术平均值与氯化钠标准溶液($-512\text{ m}^{\circ}\text{C}$)差值大于 $2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 时,应重新开展仪器校准(5.3.2)。

5.4 样品测定

5.4.1 轻轻摇匀待测试样(5.1),应避免混入空气产生气泡。移取 2.5 mL 试样至一个干燥清洁的样品管中,将样品管放到已校准过的热敏电阻冰点仪(4.2)的测量孔中。开启冰点仪冷却试样,当温度达到 $-3.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时试样开始冻结,当温度达到平衡(在 20 s 内温度回升不超过 $0.5\text{ m}^{\circ}\text{C}$)时,冰点仪停止测量,传感器升起,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清洁、干燥。

5.4.2 如果试样在温度达到 $-3.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 前已开始冻结,需重新取样测试(5.4.1)。如果第二次测试的冻结仍然太早发生,那么将剩余的样品于 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 5 min,以融化结晶脂肪,再重复样品测定步骤(5.4.1)。

5.4.3 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。

5.4.4 记录试样的冰点测定值。

6 分析结果的表述

生乳样品的冰点测定值取两次测定结果的平均值,单位以 m°C 计,保留三位有效数字。

7 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 $4\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。

8 其他

方法检出限为 $2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。