中华人民共和国国家标准

GB 5413.30—2010

食品安全国家标准
乳和乳制品杂质度的测定

National food safety standard

Determination of impurities in milk and milk products

2010-03-26 发布　　2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　言

本标准代替 GB/T 5413.30-1997《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。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5413.30-1997。

食品安全国家标准

乳和乳制品杂质度的测定

1 范围

本标准规定了乳和乳制品杂质度的测定方法。

本标准适用于巴氏杀菌乳、灭菌乳、生乳、炼乳及乳粉杂质度的测定，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

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 原理

试样经过滤板过滤、冲洗，根据残留于过滤板上的可见带色杂质的数量确定杂质量。

4 仪器和设备

4.1 过滤设备：杂质度过滤机或配有可安放过滤板漏斗的 2000 mL～2500 mL 抽滤瓶。

4.2 过滤板：直径 32 mm，单位面积质量为 135g/m^2，符合附录 A 的要求，过滤时通过面积的直径为 28.6 mm。

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：感量为 0.1 g。

5 分析步骤

液体乳样量取 500 mL；乳粉样称取 62.5 g（精确至 0.1 g），用 8 倍水充分调和溶解，加热至 60 ℃；炼乳样称取 125 g（精确至 0.1 g），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，取下过滤板，置烘箱中烘干，将其上杂质与标准杂质板比较即得杂质度。

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 分析结果的表述

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 试剂盒材料

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 100 mL 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 2 mL40 %甲醛溶液。

为了便于在没有搅拌的情况下在水中分离，可将 0.75 g 角豆胶溶入 100 mL 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 750 g 市售白砂糖溶于 750 mL 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，收集能通过 106 μm（140 目）但不能通过 75 μm（200 目）的筛子成分，做法如下：

放 100 g 以下的牛粪或泥土，50 g 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 20 g，以过 106 μm（140 目）筛子的碎片继续在 75 μm（200 目）的筛子上过 5 min。使用第二次过筛所保留的成分，按表 A.1 最大程度的混合均匀：

表 A.1 第二次过筛后所保留成分的比例

杂质	含量（%）
牛粪	66
泥土	28
木炭	6

将 2 g 上述混合物放入到 100 mL 容量瓶中，用 5 mL 润湿剂（A.1.1）润湿。加入 46 mL 植物胶溶液，然后用蔗糖溶液（A.1.3）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 250 mL 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 200 转/分钟～300 转/分钟的速度搅拌，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 3 mm）移取 10 mL（大约相当于 200 mg 杂质混合物）于容量瓶中，用水定容到 1000 mL。

A.2 仪器和设备

A.2.1 天平：感量为 0.1 mg。

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 7 cm 或 9 cm。

A.3 分析步骤

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

A.3.2　将 60 mL 精制杂质混合物（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 12 mg 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.3.4　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 2.8 mg。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 850μm（20 目）筛而不通过 425μm（40 目）筛的占 10 %；
通过 425μm（40 目）筛而不通过 250μm（60 目）筛的占 30 %；
灰土占 30 %，可通过 425μm（40 目）筛。
牛粪占 20 %，其中：
通过 850μm（20 目）目筛而不通过 425μm（40 目）筛的占 2 %；
通过 425μm（40 目）筛而不通过 250（60 目）筛的占 8 %；
通过 250μm（60 目）筛而不通过 180μm (80 目)筛的占 10 %；
木炭占 10 %，其中：
通过 850μm（20 目）筛而不通过 425μm（40 目）筛的占 4 %；
通过 425μm（40 目）筛而不通过 250（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 50 g 为宜），从中准确称取 1.000 g，直接倒入 500 mL 容量瓶中，加蒸馏水 2 mL 和体积分数为 0.75 %经过过滤的阿拉伯胶液 23 mL，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 2 mg/mL。

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

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

B.2.4 以 500 mL 牛乳或 62.5 g 乳粉为取样量，按表 B.1 制备各标准杂质板。

表 B.1 各标准杂质板的制备比例

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）
	500 mL 牛乳	62.5 g 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