



# 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 $20\text{ s}$ 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( $\text{NaCl}$ )。

#### 3.2 试剂配制

3.2.1 氯化钠( $\text{NaCl}$ ):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 $24\text{ h}$ 以上,于干燥器中冷却至室温。

3.2.2 冷却液:量取 $330\text{ mL}$ 乙二醇(3.1.1)于 $1\text{ }000\text{ mL}$ 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 $6.763\text{ g}$ 氯化钠(3.2.1),溶于 $1\text{ }000\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过 $250\text{ mL}$ 的聚乙烯塑料瓶中,并置于 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $9.475\text{ g}$ 氯化钠(3.2.1),溶于 $1\text{ }000\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过 $250\text{ mL}$ 的聚乙烯塑料瓶中,并置于 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $10.220\text{ g}$ 氯化钠(3.2.1),溶于 $1\text{ }000\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 水中。将标准溶液分装贮存于容量不超过 $250\text{ mL}$ 的聚乙烯塑料瓶中,并置于 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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

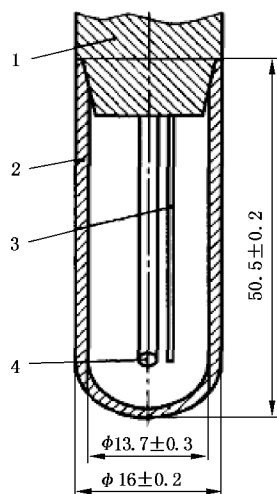
4.1 分析天平:感量 $0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

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  $3\ \Omega \sim 30\ \text{k}\Omega$  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 °C ~ 6 °C 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°C,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 <sup>a</sup> (20 °C) g/L	冰点 m°C
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

<sup>a</sup> 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 °C ± 2 °C,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  $\text{m}^{\circ}\text{C}$  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  $2\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 。

---