



中华人民共和国国家标准

GB 5413.38—2010

食品安全国家标准

生乳冰点的测定

National food safety standard

Determination of freezing point in raw milk

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准非等效采用国际标准ISO 5764/IDF 108-2002 (Milk-Determination of freezing point- thermistor cryoscope method(reference method))。

本标准系首次发布。

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基准方法。

本标准适用于生乳冰点的测定。

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 术语和定义

生乳冰点 FPD (freezing point depression)

使用本标准规定测得的数值为原料乳的冰点，单位以摄氏千分之一度 ($m^{\circ}C$) 表示。

4 原理

样品管中放入一定量的乳样，置于冷阱中，于冰点以下制冷。当被测乳样制冷到 $-3^{\circ}C$ 时，进行引晶，结冰后通过连续释放热量，使乳样温度回升至最高点。并在短时间内保持恒定，为冰点温度平台，该温度即为该乳样的冰点值。

5 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规格，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 氯化钠 (NaCl)：磨细后置于干燥炉中， $130^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$ 干燥 24 h 以上，于干燥器中冷却至室温。

5.2 乙二醇 ($C_2H_6O_2$)。

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 $100 m^{\circ}C$ ，见表1。

5.3.1 校准液 A ($20^{\circ}C \sim 25^{\circ}C$ 室温下)：称取 6.731 g (精确至 0.0001 g) 氯化钠 (5.1)，溶于少量水中，定容至 1000 mL 容量瓶中。其冰点值为 $-0.400^{\circ}C$ 。

5.3.2 校准液 B： $20^{\circ}C$ 室温下：称取 9.422 g (精确至 0.0001 g) 氯化钠 (5.1)，溶于少量水中，定容至 1000 mL 容量瓶中。其冰点值为 $-0.557^{\circ}C$ 。

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，其体积分数为 33 %。

表1 氯化钠标准溶液的冰点 (20 °C)

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

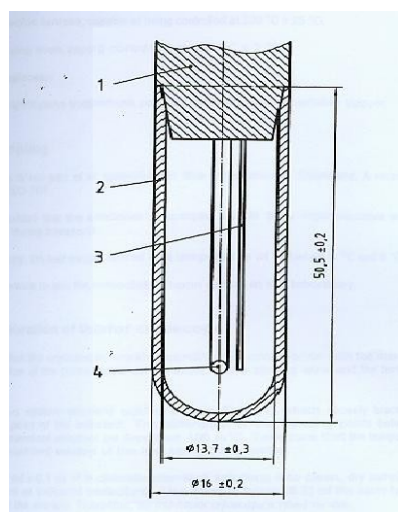
6 仪器和设备

6.1 天平：感量为 0.1 mg。

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）及温度显示仪。

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 $3\ \Omega$ 和 $30\ \text{k}\Omega$ 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。



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 $-400\text{ m}^\circ\text{C}$ 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 $-3.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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，样品抵达实验室时立即检测效果最好。测试前样品温度到达室温，且测试样品和氯化钠标准溶液测试时的温度应一致。

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 $-0.400\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.0020\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $-0.557\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.0020\text{ }^{\circ}\text{C}$ 校准值时，完成校准。

7.4 样品测定

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。

每一样品至少进行两次平行测定，绝对差值 $\leq 4\text{ m}^{\circ}\text{C}$ 时，可取平均值作为结果。

8 分析结果的表述

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。

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 其他

本标准的方法检出限为 2 m℃。
