



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℃) 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℃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℃±5℃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℃，见表1。

5.3.1 校准液 A (20℃~25℃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℃。

5.3.2 校准液 B：20℃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℃。

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)

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

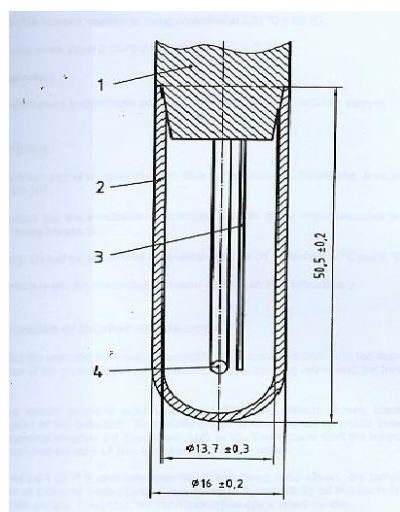
6 仪器和设备

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 $3\text{ }\Omega$ 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℃。
