

全脂加糖炼乳检验方法

GB 5418—85

Analytical methods for
sweetened condensed whole milk

本标准适用于以牛乳为原料，经杀菌后，添加砂糖、浓缩制成的产品。

1 样品的准备

样品罐（或瓶）经仔细地用温水洗净，揩干，置37℃保温10天后做细菌检验和感官鉴定。

做化学分析的样品罐（或瓶），应在清水中将罐外洗刷清洁，开启后充分搅和，并立即将样品移入干燥并具有磨口玻璃塞的已灭菌的瓶中，待作分析用。

2 检验方法

2.1 水分的测定

2.1.1 方法一

2.1.1.1 仪器

- a. 带盖铝皿或带盖玻璃皿：直径60~70mm。
- b. 短玻璃棒。
- c. 50ml烧杯。
- d. 250ml容量瓶。
- e. 海砂（试剂用）或折叠滤纸条。

2.1.1.2 方法

称取50g（准确至0.2mg）样品于50ml烧杯中，加水溶解，注入250ml容量瓶中，将温度调准到20℃，加水至刻度，摇匀。吸取5ml于已烘至恒重的放有10g海砂及小玻璃棒（或放有干燥折叠好的滤纸条）的铝皿中，在水浴上蒸干。在蒸干的过程中，应用小玻璃棒不时搅拌海砂。将蒸干的铝皿置于98~100℃的烘箱中烘3min，取出，于干燥器中冷却25~30min，于天平称重后继续放入烘箱中干燥1h，再冷却，称重，直至恒重（最后两次重量差不超过2mg）。按式（1）计算其水分百分数。

$$\text{水分}(\%) = \frac{W_1 + W \times \frac{5}{250} - W_2}{W \times \frac{5}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：W——样品重，g；

W_1 ——空皿、海砂加小玻璃棒重，g；

W_2 ——空皿、海砂、小玻璃棒以及5ml稀释样品干燥后重，g。

2.1.2 方法二

2.1.2.1 仪器：同2.1.1.1。

2.1.2.2 方法

取一铝皿（直径60~70mm），加海砂约10g和一只短玻璃棒，于98~100℃的烘箱中烘至恒重，向铝皿中称入约1g炼乳（准确至0.2mg），然后加水5ml，搅匀。于水浴锅上蒸干，置于98~100℃的烘箱中烘至恒重，最后两次称量的重量差不超过2mg。按式（2）计算其水分百分数。

$$\text{水分}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: W ——铝皿加海砂玻璃棒重, g;
 W_1 ——铝皿、海砂、玻璃棒以及样品重, g;
 W_2 ——铝皿、海砂、玻璃棒以及样品干燥后重, g。

2.2 脂肪的测定

2.2.1 罗兹-哥特里法

2.2.1.1 仪器: 同GB 5413—85《乳粉检验方法》2.4.1.1项。

2.2.1.2 试剂: 同GB 5413—85 2.4.1.2项。

2.2.1.3 方法

于50ml烧杯中称取样品3~4g(准确至0.2mg), 用少量水溶解, 移入抽脂瓶中, 再以少量水洗涤烧杯一并转入瓶中, 使瓶容量为10ml左右, 然后按GB 5413—85 2.4.1.3项进行操作。

2.2.2 盖勃法

2.2.2.1 仪器: 同GB 5413—85 2.4.2.1.1内容。

2.2.2.2 试剂: 同GB 5413—85 2.4.2.1.2内容。

2.2.2.3 方法

用硫酸自动吸管向牛乳乳脂计中加入硫酸10ml, 在50ml烧杯中称取样品约3g(准确到0.01g), 用8ml水分数次将炼乳全部洗入乳脂计中, 加异戊醇1ml。以后操作同GB 5413—85 2.4.2.1.3内容。报告结果要标明测定方法。

2.2.3 巴氏法

2.2.3.1 酸法

2.2.3.1.1 仪器及试剂: 同GB 5413—85 2.4.3.1项及2.4.3.2项。

2.2.3.1.2 测定方法: 取4~5g(准确至10mg) 样品于50ml烧杯中, 以下操作同GB 5413—85 2.4.3.3项。

2.2.3.2 碱法(明尼苏达法)

2.2.3.2.1 仪器: 同GB 5413—85 2.4.3.1项。

2.2.3.2.2 试剂

明尼苏打试剂的配制:

a. 水杨酸钠: 分析纯, 200g;

b. 无水碳酸钠: 分析纯, 110g;

c. 氢氧化钠: 分析纯, 15g。

将以上三种试剂, 用水溶解后, 加水至1000ml, 冷却后, 加入正丁醇100ml。

2.2.3.2.3 方法

2.2.3.2.3.1 称取样品4~5g(准确至10mg)于50ml烧杯中, 用14ml温水分数次溶解, 移入乳脂瓶中, 加明尼苏达试剂20ml, 充分摇匀, 放入80~90℃的水浴锅内, 并不断地转动, 在20~30min内看油层是否清楚, 如已很透明了, 离心5min, 取出后分层清晰; 加80℃热水至乳脂瓶颈, 再离心2min, 最后加水至刻度4%处, 再离心1min(离心时离心因素应为 350 ± 50)。置65℃水浴中保温5min, 读取脂肪柱所占格数。

2.2.3.2.3.2 脂肪百分含量的计算。

$$\text{脂肪}(\%) = \frac{a \times 18}{W} \times 0.96 \dots\dots\dots(3)$$

式中: a ——脂肪柱读数;
 W ——样品重, g;
 18——换算系数;

0.96——校正了醇后的校正系数。

2.3 酸度的测定

全脂加糖（无糖）炼乳的酸度（°T）以中和每100g产品所消耗0.1N的氢氧化钠溶液毫升数计。

2.3.1 仪器：同GB 5413-85 2.5.1款。

2.3.2 试剂：同GB 5413-85 2.5.2款。

2.3.3 方法

于50ml烧杯中称取10g样品（准确至0.01g），用65ml煮沸过的水，分数次加入250ml三角瓶中，加0.5%酚酞指示剂1ml，然后用0.1N氢氧化钠溶液滴定到粉红色，在一分钟内不消失为止，其结果按式（4）计算。

$$\text{酸度} (^{\circ}\text{T}) = \frac{N \times V \times 10 \times 100}{W} \quad \text{..... (4)}$$

式中：N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

V——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液数量，ml；

W——样品量，g。

平行试验误差不得大于1°T。

2.4 乳糖结晶大小的测定

2.4.1 仪器

a. 生物显微镜，一台；

b. 载玻片，一个；

c. 盖玻片，一个；

d. 白金耳，一支。

2.4.2 方法

用白金耳取一点搅拌均匀的炼乳（如果是新制备的炼乳，则以冷却完成后次日的为标准）放在载玻片上，以盖玻片轻轻压之（使成一层结晶，不成两型），结晶大小以结晶的长度为标准，用450倍显微镜检视（视野为0.31mm，按目测每厘米一小格为3.3μm）。视野中乳糖结晶大小不一，仅选出五颗最大的，以五颗中最小的一颗为计算依据，并记下其微米数，然后再如此共检视五个视野，以五个视野计算依据的平均值作为报告数据。

2.5 乳糖与蔗糖的测定（莫因-埃农法）

2.5.1 试剂：同GB 5413-85 2.6.1款。

2.5.2 费林试液的标定：同GB 5413-85 2.8.2款。

2.5.3 乳糖测定方法

称取样品5g（准确至0.2mg），用100ml水分数次溶解，转入250ml容量瓶中，以下按GB 5413-85 2.8.3款。

2.5.4 蔗糖的测定方法

2.5.4.1 转化前转化糖量的计算：同GB 5413-85 2.8.4.1内容。

2.5.4.2 样品的转化及测定

移取20ml样品至100ml的容量瓶中，加入50ml水，以下按GB 5413-85 2.8.4.2内容操作，计算：

$$\text{转化后转化糖量} (\%) = \frac{F_1 \times f_2 \times 1250}{V_2 \times W} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中：F₁——意义同GB 5413-85式（14）中F₂；

f₂——费林试液蔗糖校正值；

V₂——滴定时消耗转化后样品量，ml；

W——样品量，g。

$$\text{蔗糖}(\%) = (L_1 - L_2) \times 0.95 \dots \dots \dots (6)$$

式中: L_1 ——转化后转化糖量, %;

L_2 ——转化前转化糖量, %。

注: 乳糖及转化糖因数表, 参照GB 5413—85表4。

2.6 杂质度的测定

2.6.1 仪器: 同GB 5413—85 2.7.1款。

2.6.2 方法

于500 ml烧杯中称取样品125 g(准确至0.1 g), 用水溶解, 加热至60℃, 于棉质过滤板上过滤, 为使过滤迅速, 可用真空泵抽滤, 用水冲洗粘附在过滤板上的复原乳, 取下滤纸板, 置烘箱中烘干。将其上杂质与乳粉标准杂质板4号板比较即得。

2.7 铜的测定

同GB 5413—85 2.9.1款和2.9.2款。

2.8 锡的测定

2.8.1 试剂

2.8.1.1 10%酒石酸溶液。

2.8.1.2 1%抗坏血酸溶液, 临用时配制。

2.8.1.3 酚酞指示剂: 1%乙醇溶液。

2.8.1.4 0.5%动物胶溶液, 临用时新配制后放入冰箱中保存。

2.8.1.5 1:1氨水: 取氨水, 加水稀释1倍。

2.8.1.6 1:9硫酸: 取硫酸1 ml, 倒入9 ml水内混匀。

2.8.1.7 0.01%苯芴酮溶液: 取苯芴酮0.01 g, 加少量甲醇及盐酸0.2 ml溶解, 用甲醇稀释至100 ml。

2.8.1.8 锡标准溶液: 精密称取高纯锡0.1000 g于小烧杯中, 加硫酸10 ml, 盖上表面皿, 加热至锡完全溶解, 移去表面皿, 继续加热至冒浓白烟, 冷却后加水50 ml, 移入1000 ml容量瓶中, 用1:9硫酸多次洗涤烧杯, 洗液并入容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。精密吸取此液10 ml, 于100 ml容量瓶中, 准确用1:9硫酸稀释至刻度, 混匀, 每毫升相当锡10 μg。

2.8.2 测定

2.8.2.1 标准曲线绘制

精密吸取锡标准溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 ml(相当锡0、2、4、6、8、10 μg) 分别于25 ml比色管中, 加入10%酒石酸溶液0.5 ml及酚酞指示剂1滴, 混匀。用1:1氨水中和至淡红色, 加入1:9硫酸5 ml, 0.5%动物胶溶液1 ml, 1%抗坏血酸溶液2.5 ml, 用水稀释至25 ml, 混匀。再各精密加入苯芴酮甲醇溶液2 ml, 混匀。10 min后进行比色, 以零管调节零点, 用2 cm比色杯, 于波长490 nm下测吸光度, 绘制标准曲线。

2.8.2.2 样品测定

精密吸取消化液或灰化后的经测铜余下的样液1~5 ml(相当0.1~0.5 g样品的样液) 和空白液1~5 ml, 分别置于25 ml比色管中, 用1:1氨水中和至淡红色, 加入酒石酸0.5 ml, 其他试剂与作标准曲线相同。稀释至25 ml, 经10 min后(天冷可置37℃保温箱中半小时) 即可在上述相同条件下测吸光度。从标准曲线查出锡的含量, 并用式(7)计算出锡含量。

$$\text{锡}(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{(A_1 - A_2) \times 1000}{W \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000} \dots \dots \dots (7)$$

式中: A_1 ——样液相当锡量, μg;

A_2 ——试剂空白液相当锡量, μg;

W ——样品重量, g;

V_1 ——样品消化液总体积, ml;

V_2 ——测定样品消化液体积, ml。

2.9 铅的测定

同GB 5413—85 2.9.1款和2.9.3款。

2.10 汞的测定

同GB 5413—85 2.10条。

2.11 六六六的测定

同GB 5413—85 2.11条。

2.12 滴滴涕的测定

同GB 5413—85 2.11条。

2.13 全脂加糖炼乳微生物检验

全脂加糖炼乳微生物检验包括细菌总数, 大肠菌群, 致病菌等, 按GB 5408—85《消毒牛乳》附录B (补充件) 进行。

附 录 A
全脂加糖炼乳其他检验方法
(参考件)

A.1 水分快速测定(折光法)

A.1.1 仪器

A.1.1.1 折光仪。

A.1.1.2 125 ml广口瓶。

A.1.1.3 恒温水浴锅。

A.1.2 方法

A.1.2.1 样品的准备:将样品移入具有磨口塞的125 ml广口瓶中,加塞,置80℃水浴中加温30 min,经常摇动,使其摇匀,冷至20℃待检。

A.1.2.2 开动折光镜温度调节器,使镜上温度达20℃,用玻璃棒取一滴待检样品于下面的三棱镜上(玻璃棒不得与镜面接触),把上面的三棱镜轻轻地放下,调节补偿器,使明暗界线分清(不得有黄色或蓝色),使标线与界线吻合,读取全乳固体百分数。

$$\text{水分}(\%) = 100 - T$$

式中: T ——全乳固体的含量, %。

A.1.2.3 折光仪以蒸馏水校准零点。

注: ① 使用前用烘干法进行校准。

② 刚刚开始冷却时,乳糖尚未结晶的甜炼乳不必做样品准备即可检视。

A.2 全脂加糖炼乳中盐类沉淀的测定

A.2.1 仪器

250 ml三角烧瓶。

A.2.2 方法

于三角瓶中称取置37℃保温10天后的样品40g(准确至0.1g),加入沸水100 ml使其溶解,然后静止5 min,慢慢倾倒,最后大约剩2 ml,将所剩样液往瓶壁摇晃一圈,观察瓶壁上小白点的数量。根据小白点数量的多少可分为四级,即:很少、少、多、很多,用[-]、[+]、[++]、[+++]表示。

A.3 粘盖厚度的测定

A.3.1 仪器

A.3.1.1 保温箱。

A.3.1.2 钢板尺。

A.3.2 方法

于37℃保温10天后的样品,在20℃时把盖打开后,将盖垂直放置15 min,用钢板尺测量全脂加糖炼乳粘盖的厚度(mm),粘盖厚度3 mm以上者不能出厂。

A.4 全脂加糖炼乳粘度的测定

A.4.1 毛氏粘度计法

A.4.1.1 仪器

A.4.1.1.1 采样杯:直径70 mm,高65 mm。

A.4.1.1.2 毛氏粘度计:钢丝直径0.3 mm,长度605 mm,钢丝一端吊一规定尺寸的铜球。

A.4.1.2 方法

把样品温度调节至20℃,置于毛氏粘度计上,将钢丝上的铜球垂入杯内,使铜球接近杯底,但不

得与杯底接触，事前将刻度转盘（刻度 $0 \sim 360^\circ$ ）校正，使在静止时 0° 恰对指针，用右手将刻度转盘顺时针转动二圈，再使 0° 对准指针，同时用左手掌握自动栓，使转盘固定不动，最后制动栓突然离开，转盘立即逆时针旋转，第一次指针停止之读数（恰在转盘自右而左倒转之前）即为全脂加糖炼乳的粘度。

A.4.2 用BL型旋转粘度计测定粘度

A.4.2.1 将计器本体安装在夹持器上，并注意校正水平。如手拿计器测定，也须留神保持计器水平。但最好使用夹持器来进行测定。

A.4.2.2 在计器本体上安装护栏和转动体。使液面和转动体的浸液标志一致，然后通上开关，待数十秒钟后，指针稳定时，将指针控制杆按住，使指针的指示位置对应于刻度板固定下来，按着控制杆不动，让指针停在视野内，然后关上开关，判明指针指示的数值。

A.4.2.3 在测定粘度大致可以预先判明的对象时，转动体和转数可对照表格所规定的配合办法加以选择。倘系粘度完全不明的对象，则转动体可按4号、3号、2号、1号的次序使用，转数也可按6、12、30、60 r/min的次序进行。

兹以BL型为例，在测定3000厘泊的液体时，转动体与转数的配合如下。

1号转动体……… 6 r/min

2号转动体……… 30 r/min

表 A1 测定的最大限度值表

cP

最大限度值 转动体序号	60	30	12	6
BL号	10	20	50	100
1号	100	200	500	1000
2号	500	1000	2500	5000
3号	2000	4000	10000	20000
4号	10000	20000	50000	100000

判明了刻度板上的数值，按照转动体及转数的配合与下表中乘数相乘，即可以厘泊表明粘度。

表 A2 BL型乘数表

乘数 转动体序号	60	30	12	6
BL号	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1000

附加说明：

本标准由中华人民共和国轻工业部提出，由黑龙江省乳品工业研究所归口。

本标准由黑龙江省乳品工业研究所负责起草。

本标准主要起草人张保锋、李玉贤、郁蕴华。

自本标准实施之日起，原轻工业部部标准QB 35—60《甜炼乳检验方法》作废。