



生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳和复原乳产品检测标准与方法指南



◎ 李松励 郑楠 王加启 主编

中国农业科学技术出版社



生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳和 复原乳产品检测标准与方法指南



◎ 李松励 郑楠 王加启 主编

中国农业科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳和复原乳产品检测标准与方法指南 / 李松励, 郑楠, 王加启主编. —北京: 中国农业科学技术出版社, 2018. 4

ISBN 978-7-5116-3431-3

I. ①生… II. ①李…②郑…③王… III. ①乳制品-食品检验-标准
IV. ①TS252.7-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 321077 号

责任编辑 崔改泵 金 迪
责任校对 马广洋

出 版 者 中国农业科学技术出版社
北京市中关村南大街 12 号 邮编: 100081
电 话 (010) 82109194 (编辑室) (010) 82109702 (发行部)
(010) 82109709 (读者服务部)
传 真 (010) 82106625
网 址 <http://www.castp.cn>
经 销 者 各地新华书店
印 刷 者 北京科信印刷有限公司
开 本 787 mm×1 092 mm 1/16
印 张 23.5
字 数 569 千字
版 次 2018 年 4 月第 1 版 2018 年 4 月第 1 次印刷
定 价 98.00 元

《生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳和复原乳产品检测标准与方法指南》

编 委 会

主 编：李松励 郑 楠 王加启

副 主 编：郝欣雨 叶巧燕 赵慧芬

参编人员：张养东 赵圣国 文 芳 李慧颖 祝杰妹

李 享 谷 美 李 鹏 兰 图 苏传友

王峰恩 刘慧敏 孟 璐 方 芳 郑君杰

高 星 张雪林 单吉浩 夏双梅 张 进

刘亚兵 董李学 张立田 段晓然 项爱丽

杨红东 阴竹梅 姚一萍 王丽芳 贺显书

程春芝 李 琴 陶大利 戴春风 韩奕奕

张树秋 赵善仓 邓立刚 李增梅 周振新

蒋蕙岚 李 胜 赵彩会 唐 煜 梁 斌

刘维华 高建龙 王 成 王富兰

前 言

随着人民生活水平的日益提升，广大消费者更加关注食品安全。奶制品质量安全，更是关系到婴幼儿、学生和老年人的营养健康，是政府高度重视的问题和社会广泛关注的焦点。为此，国家加大了对奶及奶制品的监管力度，建立健全了全国奶及奶制品质量安全监测体系，为确保奶及奶制品质量安全提供了有力技术支撑。

为帮助从事奶及奶制品生产、经营、监管人员，广大消费者和社会各界及时了解和掌握检测技术标准变化情况，提升检验检测工作水平，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所奶业创新团队组织有关技术人员，摘编了这本生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳和复原乳产品检测标准与方法指南。

本书共分为6个部分，包括理化指标、污染物指标、真菌毒素指标、微生物指标、违禁添加物指标和农兽药残留指标，摘编了截至2018年3月前，有关奶及奶制品检测现行有效标准和方法32项，梳理了我国农兽药残留检测方法清单。

在编写过程中，因时间和水平有限，难免有疏漏和不足之处，恳请广大读者批评指正，我们将在今后的工作中予以完善。书中如有与原标准不一致之处，以标准所述为准。

编 者

2018年3月

目 录

第一章 理化指标	1
食品卫生检验方法 理化部分 总则	2
食品相对密度的测定	20
食品中水分的测定	24
食品中灰分的测定	31
食品中蛋白质的测定	39
食品中脂肪的测定	47
食品酸度的测定	58
乳和乳制品杂质度的测定	69
生乳冰点的测定	77
乳和乳制品中非脂乳固体的测定	82
生鲜牛乳中体细胞测定方法	84
乳及乳制品中共轭亚油酸 (CLA) 含量测定 气相色谱法	90
巴氏杀菌乳和 UHT 灭菌乳中复原乳的鉴定	96
第二章 污染物指标	107
食品中总砷及无机砷的测定	108
食品中铅的测定	129
食品中总汞及有机汞的测定	141
食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定	154
食品中铬的测定	167
第三章 真菌毒素指标	173
食品中黄曲霉毒素 M 族的测定	174

第四章 微生物指标	191
食品微生物学检验 总则	192
食品微生物学检验 菌落总数测定	197
食品微生物学检验 大肠菌群计数	202
食品微生物学检验 沙门氏菌检验	210
食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验	231
食品微生物学检验 乳与乳制品检验	246
食品微生物学检验 商业无菌检验	250
食品微生物学检验 培养基和试剂的质量要求	263
第五章 违禁添加物指标	319
生乳中 L-羟脯氨酸的测定	320
生乳中碱类物质的测定	330
生乳中硫氰酸根的测定 离子色谱法	332
生乳中舒巴坦敏感 β -内酰胺酶类物质的测定 杯碟法	341
原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	347
第六章 农兽药残留指标	361
农药残留指标检测标准清单	362
兽药残留指标检测标准清单	363



◀ 第一章

理化指标

食品卫生检验方法 理化部分 总则

Methods of food hygienic analysis— Physical and chemical section—General principles

标准号: GB/T 5009.1—2003

发布日期: 2003-08-11

实施日期: 2004-01-01

发布单位: 中华人民共和国卫生部、中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 5009.1—1996《食品卫生检验方法 理化部分 总则》

本标准与 GB/T 5009.1—1996 相比主要修改如下:

按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布,于 1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

1 范围

本标准规定了食品卫生检验方法理化部分的检验基本原则和要求。

本标准适用于食品卫生检验方法理化部分。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 5009.3—2003 食品中水分的测定

GB/T 5009.6—2003 食品中脂肪的测定

GB/T 5009.20—2003 食品中有机磷农药残留量的测定

GB/T 5009.26—2003 食品中 N-亚硝胺类的测定

GB/T 5009.34—2003 食品中亚硫酸盐的测定

GB/T 8170 数值修约规则

JJF 1027 测量误差及数据处理

3 检验方法的一般要求

- 3.1 称取：**用天平进行的称量操作，其准确度要求用数值的有效数位表示，如“称取 20.0 g……”指称量准确至 ± 0.1 g；“称取 20.00 g……”指称量准确至 ± 0.01 g。
- 3.2 准确称取：**用天平进行的称量操作，其准确度为 ± 0.0001 g。
- 3.3 恒量：**在规定的条件下，连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。
- 3.4 量取：**用量筒或量杯取液体物质的操作。
- 3.5 吸取：**用移液管、刻度吸量管取液体物质的操作。
- 3.6 试验中所用的玻璃量器**如滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等所量取体积的准确度应符合国家标准对该体积玻璃量器的准确度要求。
- 3.7 空白试验：**除不加试样外，采用完全相同的分析步骤、试剂和用量（滴定法中标准滴定液的用量除外），进行平行操作所得的结果。用于扣除试样中试剂本底和计算检验方法的检出限。

4 检验方法的选择

- 4.1 标准方法**如有两个以上检验方法时，可根据所具备的条件选择使用，以第一法为仲裁方法。
- 4.2 标准方法中**根据适用范围设几个并列方法时，要依据适用范围选择适宜的方法。在 GB/T 5009.3、GB/T 5009.6、GB/T 5009.20、GB/T 5009.26、GB/T 5009.34 中由于方法的适用范围不同，第一法与其他方法属并列关系（不是仲裁方法）。此外，未指明第一法的标准方法，与其他方法也属并列关系。

5 试剂的要求及其溶液浓度的基本表示方法

- 5.1 检验方法中**所使用的水，未注明其他要求时，系指蒸馏水或去离子水。未指明溶液用何种溶剂配制时，均指水溶液。
- 5.2 检验方法中**未指明具体浓度的硫酸、硝酸、盐酸、氨水时，均指市售试剂规格的浓度（参见附录 C）。
- 5.3 液体的滴：**系指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量，在 20℃ 时 20 滴约相当于 1 mL。
- 5.4 配制溶液的要求**
- 5.4.1 配制溶液时**所使用的试剂和溶剂的纯度应符合分析项目的要求。应根据分析任务、分析方法、对分析结果准确度的要求等选用不同等级的化学试剂。
- 5.4.2 试剂瓶使用**硬质玻璃。一般碱液和金属溶液用聚乙烯瓶存放。需避光试剂贮于棕色瓶中。
- 5.5 溶液浓度表示方法**
- 5.5.1 标准滴定溶液浓度的表示**（参见附录 B），应符合 GB/T 601 的要求。

5.5.2 标准溶液主要用于测定杂质含量，应符合 GB/T 602 的要求。

5.5.3 几种固体试剂的混合质量份数或液体试剂的混合体积份数可表示为 (1+1) (4+2+1) 等。

5.5.4 溶液的浓度可以质量分数或体积分数为基础给出，表示方法应是“质量（或体积）分数是 0.75”或“质量（或体积）分数是 75%”。质量和体积分数还能分别用 $5\text{ }\mu\text{g/g}$ 或 4.2 mL/m^3 这样的形式表示。

5.5.5 溶液浓度可以质量、容量单位表示，可表示为克每升或以其适当分倍数表示（g/L 或 mg/mL 等）。

5.5.6 如果溶液由另一种特定溶液稀释配制，应按照下列惯例表示：

“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示，将体积为 V_1 的特定溶液以某种方式稀释，最终混合物的总体积为 V_2 ；

“稀释 V_1+V_2 ”表示，将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶液中 (1+1) (2+5) 等。

6 温度和压力的表示

6.1 一般温度以摄氏度表示，写作℃；或以开氏度表示，写作 K（开氏度 = 摄氏度 + 273.15）。

6.2 压力单位为帕斯卡，表示为 Pa（kPa、MPa）。

$$1\text{ atm} = 760\text{ mmHg}$$

$$= 101\,325\text{ Pa} = 101.325\text{ kPa} = 0.101\,325\text{ MPa}$$

（atm 为标准大气压，mmHg 为毫米汞柱）

7 仪器设备要求

7.1 玻璃量器

7.1.1 检验方法中所使用的滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等玻璃量器均应按国家有关规定及规程进行检定校正。

7.1.2 玻璃量器和玻璃器皿应经彻底洗净后才能使用，洗涤方法和洗涤液配制参见附录 C。

7.2 控温设备

检验方法所使用的马弗炉、恒温干燥箱、恒温水浴锅等均应按国家有关规程进行测试和检定校正。

7.3 测量仪器

天平、酸度计、温度计、分光光度计、色谱仪等均应按国家有关规程进行测试和检定校正。

7.4 检验方法中所列仪器

为该方法所需要的主要仪器，一般实验室常用仪器不再列入。

8 样品的要求

8.1 采样应注意样品的生产日期、批号、代表性和均匀性（掺伪食品和食物中毒样品除

外)。采集的数量应能反映该食品的卫生质量和满足检验项目对样品量的需要,一式三份,供检验、复验、备查或仲裁,一般散装样品每份不少于 0.5 kg。

8.2 采样容器根据检验项目,选用硬质玻璃瓶或聚乙烯制品。

8.3 液体、半流体饮食品如植物油、鲜乳、酒或其他饮料,如用大桶或大罐盛装者,应先充分混匀后再采样。样品应分别盛放在三个干净的容器中。

8.4 粮食及固体食品应自每批食品上、中、下三层中的不同部位分别采取部分样品,混合后按四分法对角取样,再进行几次混合,最后取有代表性样品。

8.5 肉类、水产等食品应按分析项目要求分别采取不同部位的样品或混合后采样。

8.6 罐头、瓶装食品或其他小包装食品,应根据批号随机取样,同一批号取样件数,250 g 以上的包装不得少于 6 个,250 g 以下的包装不得少于 10 个。

8.7 掺伪食品和食物中毒的样品采集,要具有典型性。

8.8 检验后的样品保存:一般样品在检验结束后,应保留一个月,以备需要时复检。易变质食品不予保留,保存时应加封并尽量保持原状。检验取样一般皆系指取可食部分,以所检验的样品计算。

8.9 感官不合格产品不必进行理化检验,直接判为不合格产品。

9 检验要求

9.1 严格按照标准方法中规定的分析步骤进行检验,对试验中不安全因素(中毒、爆炸、腐蚀、烧伤等)应有防护措施。

9.2 理化检验实验室应实行分析质量控制。

9.3 检验人员应填写好检验记录。

10 分析结果的表述

10.1 测定值的运算和有效数字的修约应符合 GB/T 8170、JJF 1027 的规定,技术参数和数据处理见附录 A。

10.2 结果的表述:报告平行样的测定值的算术平均值,并报告计算结果表示到小数点后的位数或有效位数,测定值的有效数的位数应能满足卫生标准的要求。

10.3 样品测定值的单位应使用法定计量单位。

10.4 如果分析结果在方法的检出限以下,可以用“未检出”表述分析结果,但应注明检出限数值。

附录 A (规范性附录)

检验方法中技术参数和数据处理

A.1 灵敏度的规定

把标准曲线回归方程中的斜率 (b) 作为方法灵敏度 (参照第 A.5 章), 即单位物理量的响应值。

A.2 检出限

把 3 倍空白值的标准偏差 (测定次数 $n \geq 20$) 相对应的质量或浓度称为检出限。

A.2.1 色谱法 (GC, HPLC)

设: 色谱仪最低响应值为 $S = 3N$ (N 为仪器噪音水平), 则检出限按式 (A.1) 进行计算。

$$\text{检出限} = \frac{\text{最低相应值}}{b} = \frac{S}{b} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

b ——标准曲线回归方程中的斜率, 响应值/ μg 或响应值/ ng ;

S ——为仪器噪音的 3 倍, 即仪器能辨认的最小的物质信号。

A.2.2 吸光法和荧光法

按国际理论与应用化学家联合 (IUPAC) 规定。

A.2.2.1 全试剂空白响应值

全试剂空白响应值按式 (A.2) 进行计算。

$$X_L = \bar{X}_i + Ks \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

X_L ——全试剂空白响应值 (按 3.7 操作以溶剂调节零点);

$\bar{X}_i$ ——测定 n 次空白溶液的平均值 ($n \geq 20$);

s —— n 次空白值的标准偏差;

K ——根据一定置信度确定的系数。

A.2.2.2 检出限

检出限按式 (A.3) 进行计算。

$$L = \frac{X_L - \bar{X}_i}{b} = \frac{Ks}{b} \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

L ——检出限;

X_L 、 $\bar{X}_i$ 、 K 、 s 、 b ——同式 (A.2) 注释;

K ——一般为 3。

A.3 精密度

同一样品的各测定值的符合程度为精密度。

A.3.1 测定

在某一实验室,使用同一操作方法,测定同一稳定样品时,允许变化的因素有操作者、时间、试剂、仪器等,测定值之间的相对偏差即为该方法在实验室内的精度。

A.3.2 表示

A.3.2.1 相对偏差

相对偏差按式 (A.4) 进行计算。

$$\text{相对偏差 (\%)} = \frac{X_i - \bar{X}}{\bar{X}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

X_i ——某一次的测定值;

$\bar{X}$ ——测定值的平均值。

平行样相对误差按式 (A.5) 进行计算。

$$\text{平行样相对误差 (\%)} = \frac{|X_1 - X_2|}{\frac{X_1 + X_2}{2}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

A.3.2.2 标准偏差

A.3.2.2.1 算术平均值:多次测定值的算术平均值可按式 (A.6) 计算。

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots\dots\dots + X_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中:

$\bar{X}$ —— n 次重复测定结果的算术平均值;

n ——重复测定次数;

X_i —— n 次测定中第 i 个测定值。

A.3.2.2.2 标准偏差:它反映随机误差的大小,用标准差 (S) 表示,按式 (A.7) 进行计算。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n X_i^2 - (\sum_{i=1}^n X_i)^2/n}{n-1}} \quad \dots\dots\dots (\text{A.7})$$

式中:

$\bar{X}$ —— n 次重复测定结果的算术平均值;

n ——重复测定次数;

X_i —— n 次测定中第 i 个测定值;

S ——标准差。

A.3.2.3 相对标准偏差

相对标准偏差按式 (A.8) 进行计算。

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

RSD ——相对标准偏差;

S 、 $\bar{X}$ ——同 A.3.2.2.2。

A.4 准确度

测定的平均值与真值相符的程度。

A.4.1 测定

某一稳定样品中加入不同水平已知量的标准物质 (将标准物质的量作为真值) 称加标样品; 同时测定样品和加标样品; 加标样品扣除样品值后与标准物质的误差即为该方法的准确度。

A.4.2 用回收率表示方法的准确度

加入的标准物质的回收率按式 (A.9) 进行计算。

$$P = \frac{X_1 - X_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

P ——加入的标准物质的回收率;

m ——加入的标准物质的量;

X_1 ——加标试样的测定值;

X_0 ——未加标试样的测定值。

A.5 直线回归方程的计算

在绘制标准曲线时, 可用直线回归方程式计算, 然后根据计算结果绘制。用最小二乘法计算直线回归方程的公式见式 (A.10)~式 (A.13)。

$$y = a + bX \quad \dots\dots\dots (A.10)$$

$$a = \frac{\sum X^2 (\sum Y) - (\sum X) (\sum XY)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2} \quad \dots\dots\dots (A.11)$$

$$b = \frac{n (\sum XY) - (\sum X) (\sum Y)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2} \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

$$r = \frac{n (\sum XY) - (\sum X) (\sum Y)}{\sqrt{[n \sum X^2 - (\sum X)^2] [n \sum Y^2 - (\sum Y)^2]}} \quad \dots\dots\dots (A.13)$$

式中:

X ——自变量, 为横坐标上的值;

Y ——应变量, 为纵坐标上的值;

- b ——直线的斜率;
 a ——直线在 Y 轴上的截距;
 n ——测定值;
 r ——回归直线的相关系数。

A.6 有效数字

食品理化检验中直接或间接测定的量，一般都用数字表示，但它与数学中的“数”不同，而仅仅表示量度的近似值。在测定值中只保留一位可疑数字，如 0.012 3 与 1.23 都为三位有效数字。当数字末端的“0”不作为有效数字时，要改写成用乘以 10^n 来表示。如 24 600 取三位有效数字，应写作 2.46×10^4 。

A.6.1 运算规则

- A.6.1.1 除有特殊规定外，一般可疑数表示末位 1 个单位的误差。
 A.6.1.2 复杂运算时，其中间过程多保留一位有效数，最后结果须取应有的位数。
 A.6.1.3 加减法计算的结果，其小数点以后保留的位数，应与参加运算各数中小数点后位数最少的相同。
 A.6.1.4 乘法计算的结果，其有效数字保留的位数，应与参加运算各数中有效数字位数最少的相同。

A.6.2 方法测定中按其仪器准确度确定了有效数的位数后，先进行运算，运算后的数值再修约。

A.7 数字修约规则

A.7.1 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字小于 5（不包括 5）时，则舍去，即所拟保留的末位数字不变。

例如，将 14.243 2 修约到保留一位小数。

修约前	修约后
14.243 2	14.2

A.7.2 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字大于 5（不包括 5）则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如，将 26.484 3 修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
26.484 3	26.5

A.7.3 在拟舍弃的数字中，若左边第一位数字等于 5，其右边的数字并非全部为零时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如，将 1.050 1 修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
1.050 1	1.1

A.7.4 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于 5，其右边的数字皆为零时，所拟保留的末位数字若为奇数则进一，转为偶数（包括“0”）则不进。

例如，将下列数字修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
0.350 0	0.4
0.450 0	0.4
1.050 0	1.0

A.7.5 所拟舍弃的数字，若为两位以上数字时，不得连续进行多次修约，应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小，按上述规定一次修约出结果。

例如，将 15.454 6 修约成整数。

正确的做法是：

修约前	修约后
15.454 6	15

不正确的做法是：

修约前	一次修约	二次修约	三次修约	四次修约（结果）
15.454 6	15.454 5	15.46	15.5	16