

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1563—2007

饲料级 乳清粉

Feed grade Whey powder

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家饲料质量监督检验中心（北京）。

本标准主要起草人：田河山、马东霞、李丽蓓、李玉芳、左江湾、张苏、田静。

饲料级 乳清粉

1 范围

本标准规定了饲料级乳清粉的技术要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。本标准适用于以乳清为原料制成的粉末状饲料用乳清粉产品。

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 5009.11 食品中总砷的测定方法
 GB/T 5009.46 乳与乳制品卫生标准的分析方法
 GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定方法
 GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定
 GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
 GB/T 6678 化工产品采样总则
 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
 GB 10648 饲料标签
 GB/T 13080 饲料中铅的测定
 GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的检验方法
 GB/T 13092 饲料中霉菌总数的测定
 GB/T 13093 饲料中细菌总数的测定
 GB/T 14699.1 饲料 采样
 GB/T 16764 配合饲料企业卫生规范
 GB/T 18869 饲料中大肠菌群的测定

3 技术要求

3.1 感官要求

呈均匀一致的淡黄色粉末；具有乳清固有的滋味和气味；无不良滋味和气味；无结块。

3.2 淀粉鉴别试验

不得掺入淀粉类物质，淀粉试验结果应为阴性。

3.3 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
乳糖, %	≥61.0
粗蛋白质, %	≥2.0
粗脂肪, %	≤1.5
水分, %	≤5.0

表 1 (续)

项 目	指 标
灰分, %	≤8.0
酸度, °T	≤2.0
砷(以 As 计), mg/kg	≤1.0
铅, mg/kg	≤1.5
细菌总数, cfu/g	≤15 000
大肠菌群, MPN/100 g	≤40
霉菌总数, cfu/g	≤50
沙门氏菌	不得检出

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级用水。

试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

仪器、设备为一般实验室仪器和设备。

4.1 鉴别试验

4.1.1 淀粉试验

4.1.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1.1 碘溶液:称取 0.75 g 碘化钾和 0.1 g 碘溶于 30 mL 水中,贮存于棕色瓶中。

4.1.1.2 操作步骤

称取 1 g 乳清粉,加入 5 mL 水使其溶解,滴加碘溶液(4.1.1.1.1)2 mL。如试样中含有淀粉,则显蓝紫色。

4.1.2 乳糖鉴别——薄层色谱法

4.1.2.1 试剂和溶液

4.1.2.1.1 层析板,Merck Silica gel 60 F254 或其他相似型号;

4.1.2.1.2 乳糖、蔗糖、葡萄糖和果糖标准品,分别为 1% 水溶液;

4.1.2.1.3 展开剂,乙腈:水=8:2(v/v);

4.1.2.1.4 显色剂,硫酸:乙醇=5:100(v/v)。

4.1.2.2 操作步骤

将乳清粉试样制成 2% 水溶液,在层析板(4.1.2.1.1)上点样,以乳糖、蔗糖、葡萄糖和果糖标准溶液(4.1.2.1.2)为对照,以 2% 乳清粉水溶液为测试样品,用展开剂(4.1.2.1.3)上行展开两次,吹干,喷显色剂(4.1.2.1.4),吹干,110℃ 显色 5 min。

4.2 乳糖含量测定

4.2.1 原理

常温下,碘在氢氧化钠溶液中产生次碘酸钠,次碘酸钠把醛糖氧化为醛糖酸钠。由于反应液中碘液是过剩的,加入的氢氧化钠也是过量的,因此反应液中仍残存有次碘酸钠,加入盐酸或硫酸使反应液呈微酸性,即可释放出过量的碘。用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘,可计算出每毫升碘相当于醛糖毫克数,乳糖含有一个醛基,可根据此原理及换算系数测定乳糖含量。

4.2.2 仪器设备

4.2.2.1 250 mL 碘量瓶。

4.2.2.2 磁力搅拌器。

4.2.2.3 超声波清洗器。

4.2.3 试剂和溶液

4.2.3.1 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$

称取 4 g 氢氧化钠于小烧杯中,用水溶解后转移到 1 000 mL 容量瓶中定容至刻度。

4.2.3.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$

量取 42 mL 盐酸于 1 000 mL 容量瓶中用水定容至刻度。

4.2.3.3 碘标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}$

称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾溶于 100 mL 水中,再稀释至 1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。按 GB/T 601 的规定进行标定。

4.2.3.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$

称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)(或 16 g 无水硫代硫酸钠),加 0.2 g 无水碳酸钠,溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却。放置两周后过滤。按 GB/T 601 的规定进行标定。

4.2.3.5 淀粉指示剂: 10 g/L。

4.2.4 操作步骤

样品制备:分析前应将样品仔细混合,如有结块,应用研钵将其研碎。

称取 0.5 g~1 g(准确至 0.000 1 g)试样于 100 mL 容量瓶中,加入约 70 mL 蒸馏水,在磁力搅拌器(4.2.2.2)上搅拌或超声波清洗器(4.2.2.3)内超声 10 min,使其充分溶解,然后用水定容至刻度,摇匀静置 15 min。

吸取样品上清液 20 mL,于 250 mL 碘量瓶(4.2.2.1)中,加入 0.1 mol/L 碘标准溶液(4.2.3.3) 10 mL,再边摇边加入 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.2.3.1) 15 mL,加盖在暗处放置 20 min 后取出,滴加 0.5 mol/L 盐酸溶液(4.2.3.2) 5 mL,摇匀。用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(4.2.3.4)滴定析出的碘,滴至浅黄色近终点时,加入 1 mL 淀粉指示剂(4.2.3.5),再滴至蓝色褪尽即可。同时做试剂空白试验。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 乳清粉中乳糖含量 X_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times (V_0 - V) \times 0.171 \times n}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

n ——稀释倍数;

m ——试样质量,单位为克(g);

0.171——与 1.00 mL 碘标准溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.100 0 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的乳糖的质量。

计算结果表示到小数点后一位。

4.2.5.2 重复性:同一分析人员用相同分析方法,同时或连续两次测定结果之差不超过平均值的 2%,结果以算术平均值表示。

4.3 粗蛋白质的测定

按 GB/T 6432 中规定的方法测定,粗蛋白质的换算系数为 6.38。

4.4 粗脂肪的测定

按 GB/T 5009.46 中规定的方法测定。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6435 中规定的方法测定。

4.6 粗灰分的测定

按 GB/T 6438 中规定的方法测定。

4.7 酸度的测定

按 GB/T 5009.46 中规定的方法测定。

4.8 铅的测定

铅的测定按照 GB/T 13080 (原子吸收光谱法)中规定的方法测定。

4.9 总砷的测定

总砷的测定按照 GB/T 5009.11 (灰化法)中规定的方法测定。

4.10 大肠菌群的测定

按 GB/T 18869 中规定的方法测定。

4.11 细菌总数的测定

按 GB/T 13093 中规定的方法测定。

4.12 霉菌总数的测定

按 GB/T 13092 中规定的方法测定。

4.13 沙门氏菌的测定

按 GB/T 13091 中规定的方法测定。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 参照 GB/T 14699.1 进行采样,采样工具和容器应清洁干燥,容器密闭性能良好。

5.3 抽样数量和方法见表 2。

表 2 抽样数量和方法

批量,件	最少抽样数,件
1	1
2~9	2
10~49	3
50~99	4
100~199	5
200~399	6
400~599	7
600~799	8
800~999	9

1 000 件以上,每增加 1 000 件或不足 1 000 件,增抽 1 件。

每件钎取样品不少于 150 g,混合原始样品总量应不少于 2 kg。

5.4 判定规则

感官、理化、微生物项目全部合格者,判定为合格;乳糖、铅、砷、细菌总数、霉菌、大肠菌群、沙门氏菌的检验结果如有一项不符合标准要求,则整批产品为不合格。理化指标检验不合格者可进行一次复检,复检时可单独检验不符合标准的项目;微生物学项目不得复检。复检结果有一项不合格者,即判定为不合格。

6 标签、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标签

产品标签按 GB 10648 的规定标示。还应标明乳糖、粗蛋白质的含量。

6.2 包装

本产品应包装在复合纸等袋中。包装材料应符合 GB/T 16764 的要求。

6.3 运输

运输本产品时应避免日晒、雨淋。不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的混装运输。

6.4 贮存

本产品应贮存在干燥、通风良好的场所。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品同处贮存。

6.5 保质期

本产品在规定贮存条件下,保质期 12 个月。
