

Q/NYLB

内蒙古伊利实业集团股份有限公司企业标准

内蒙古自治区食品安全企业标准
备案号: Q150106S-2018 有效期至: 2020 5月4日

Q/NYLB 0104S—2018

代替 Q/ NYLB 0104S-2017

儿童乳粉（II）



2018 - 08 - 24 发布

2018 - 09 - 16 实施

内蒙古伊利实业集团股份有限公司 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替Q/NYLB 0104S-2017《儿童乳粉》，与Q/NYLB 0104S-2017(2017-05-23实施)相比，本标准主要技术变化如下：

- 产品名称由“儿童乳粉（金领冠）”改为“儿童乳粉（II）”
- 更新了规范性引用文件；
- 修改了污染物限量内容；
- 修改了真菌毒素限量内容；
- 修改了附录D的内容。

本标准由内蒙古伊利实业集团股份有限公司提出。

本标准由内蒙古伊利实业集团股份有限公司奶粉事业部技术研发部负责起草。

本标准由内蒙古伊利实业集团股份有限公司乳业技术研究院归口。

本标准由内蒙古伊利实业集团股份有限公司批准。

本标准适用于附录D（资料性附录）所列企业。

本标准主要起草人：武翔、刘彪、王洪丽、韩咏燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- Q/NYLB 0088S-2012、Q/NYLB 0088S-2013、Q/NYLB 0088S-2014、Q/NYLB 0088S-2017。

消委
章
2020

儿童乳粉（II）

1 范围

本标准规定了儿童乳粉（II）的技术要求、食品添加剂和食品营养强化剂、生产加工过程要求、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以生牛乳或（和）全脂乳粉、脱脂乳粉为主要原料，添加脱盐乳清粉、乳清蛋白粉、无水奶油、乳糖、白砂糖、食用植物油、 α -乳清蛋白粉、酪蛋白和乳清蛋白预混粉（酪蛋白粉、乳清蛋白粉）（富含BETA酪蛋白）、低聚果糖（FOS），添加低聚半乳糖（GOS），添加食品营养强化剂牛磺酸、维生素A（醋酸视黄酯）、维生素E（dl- α -醋酸生育酚）、维生素B₁（硝酸硫胺素）、烟酸（烟酰胺）、叶酸、维生素C（L-抗坏血酸）、维生素D（胆钙化醇）、维生素K（植物甲萘醌）、泛酸（D-泛酸钙）、胆碱（氯化胆碱）、硫酸亚铁、硫酸锌，添加食品添加剂磷脂，添加或不添加双歧杆菌（乳双歧杆菌HN019、动物双歧杆菌Bb-12）、食品营养强化剂二十二碳六烯酸（DHA）和花生四烯酸（ARA），经配料、杀菌浓缩、喷雾干燥、干混或不干混部分原料等工艺制成的适于三周岁至六周岁儿童食用的乳固体含量不低于70%的调制乳粉。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 317 白砂糖
- GB 2716 食用植物油卫生标准
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 4789.34 食品安全国家标准 食品微生物学检验 双歧杆菌检验
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
- GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定
- GB 5009.14 食品安全国家标准 食品中锌的测定
- GB 5009.82 食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定
- GB 5009.84 食品安全国家标准 食品中维生素B₁的测定
- GB 5009.85 食品安全国家标准 食品中维生素B₂的测定
- GB 5009.87 食品安全国家标准 食品中磷的测定
- GB 5009.89 食品安全国家标准 食品中烟酸和烟酰胺的测定
- GB 5009.90 食品安全国家标准 食品中铁的测定
- GB 5009.91 食品安全国家标准 食品中钾、钠的测定
- GB 5009.92 食品安全国家标准 食品中钙的测定

- GB 5009.158 食品安全国家标准 食品中维生素 K₁ 的测定
- GB 5009.168 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定
- GB 5009.169 食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定
- GB 5009.210 食品安全国家标准 食品中泛酸的测定
- GB 5009.211 食品安全国家标准 食品中叶酸的测定
- GB 5009.241 食品安全国家标准 食品中镁的测定
- GB 5009.255 食品安全国家标准 食品中果聚糖的测定
- GB 5413.5 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定
- GB 5413.18 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素C的测定
- GB 5413.20 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定
- GB 5413.30 食品安全国家标准 乳和乳制品杂质度的测定
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 11674 食品安全国家标准 乳清粉和乳清蛋白粉
- GB 12693 食品安全国家标准 乳制品良好生产规范
- GB 14750 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 A
- GB 14754 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 C (抗坏血酸)
- GB 14756 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E (dl- α -醋酸生育酚)
- GB 14757 食品安全国家标准 食品添加剂 烟酸
- GB 14759 食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸
- GB 14880 食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准
- GB 15570 食品安全国家标准 食品添加剂 叶酸
- GB 19301 食品安全国家标准 生乳
- GB 19644 食品安全国家标准 乳粉
- GB 19646 食品安全国家标准 稀奶油、奶油和无水奶油
- GB 25595 食品安全国家标准 乳糖
- GB/T 23528 低聚果糖
- GB 25579 食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸锌
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
- GB 28401 食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂
- GB 29211 食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸亚铁
- JJF 1070 《定量包装商品净含量计量检验规则》

中华人民共和国卫生部公告2010年 第65号 (网址: www.moh.gov.cn)

国家质量监督检验检疫总局令 (2005) 第 75 号 《定量包装商品计量监督管理办法》 (网址: <http://www.aqsiq.gov.cn>)

国家质量监督检验检疫总局公告 (2010) 第119号 《关于发布企业生产婴幼儿配方乳粉许可条件审查细则 (2010版) 和企业生产乳制品许可条件审查细则 (2010版) 的公告》 (网址: <http://www.aqsiq.gov.cn>)

3 技术要求

3.1 原料要求

3.1.1 生牛乳: 应符合 GB 19301 的规定。

3.1.2 全脂乳粉、脱脂乳粉: 应符合 GB 19644 的规定。

- 3.1.3 脱盐乳清粉、乳清蛋白粉：应符合 GB 11674 的规定。
- 3.1.4 无水奶油：应符合 GB 19646 的规定。
- 3.1.5 乳糖：应符合 GB 25595 的规定。
- 3.1.6 白砂糖：应符合 GB/T 317 的规定。
- 3.1.7 食用植物油：应符合 GB 2716 的规定。
- 3.1.8 低聚果糖：应符合 GB/T 23528 的规定。
- 3.1.9 低聚半乳糖、双歧杆菌（Bb-12、HN019）、 α -乳清蛋白粉、酪蛋白和乳清蛋白预混粉（酪蛋白粉、乳清蛋白粉）（富含 BETA 酪蛋白）：应符合相应食品安全标准的规定。

3.2 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	呈均匀一致的乳黄色或淡黄色。	取适量样品，散放于白色平盘中，在自然光线下观察其色泽和组织状态。闻其气味，用温开水漱口，品尝其滋味。
滋味、气味	具有乳香味，无异味。	
组织状态	均匀干燥的粉末，无结块，无肉眼可见外来杂质。	

3.3 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标（每 100 克乳粉）

项 目	指 标	检测方法
蛋白质, g	16.5~25.0	GB 5009.5
蔗糖, g $\leq$	15.0	GB 5413.5
膳食纤维（以低聚果糖 FOS+低聚半乳糖 GOS 计）, mg	480~1900	GB 5009.255、附录 A
β -酪蛋白, g $\geq$	2.50	附录 B
α -乳清蛋白, g $\geq$	1.30	附录 C
脂肪, g	15.0~25.0	GB 5009.6
水分, g $\leq$	5.0	GB 5009.3
亚油酸, mg $\geq$	1700	GB 5009.168
二十二碳六烯酸 DHA ^a , mg	6~75	
二十二碳六烯酸 DHA ^a $\leq$	0.5%（占总脂肪酸的百分比）	
花生四烯酸 ARA ^a , mg	9~150	
花生四烯酸 ARA ^a $\leq$	1%（占总脂肪酸的百分比）	GB 5009.169
牛磺酸, mg	30.0~52.0	
维生素 A, μ g RE	220~800	
维生素 D, μ g	2.0~11.2	
维生素 E, mg α -TE	1.0~8.0	GB 5009.82
维生素 K, μ g	42~75	
维生素 B ₁ , mg	0.25~1.5	GB 5009.84

表 2（续）理化指标（每 100 克乳粉）

项 目	指 标	检测方法
维生素 B ₂ , mg ≥	0.4	GB 5009.85
维生素 C, mg	14~80	GB 5413.18
叶酸, μg	42~300	GB 5009.211
烟酰胺, mg	2.3~4.7	GB 5009.89
胆碱, mg	112~330	GB 5413.20
泛酸, mg	0.6~8.0	GB 5009.210
钙, mg ≥	550	GB 5009.92
镁, mg ≥	30	GB 5009.241
钠, mg ≤	450	GB 5009.91
钾 mg ≤	1500	
铁, mg	2.5~13.5	GB 5009.90
锌, mg	6.0~18.5	GB 5009.14
磷, mg ≥	450	GB 5009.87
杂质度 ^b , mg/kg ≤	12	GB 5413.30
^a 大包装（25Kg 及以上）的产品不包括该指标。		
^b 杂质度包括焦粉颗粒。		

3.4 益生菌

益生菌应符合表3的规定。

表3 益生菌

项 目	指标（每 100g）	检验方法
双歧杆菌（乳双歧杆菌 HN019、动物双歧杆菌 Bb-12），CFU/g ≥	2.0 × 10 ⁶	GB 4789.34
注：大包装（25Kg及以上）的产品不包括益生菌指标。		

3.5 污染物限量

污染物限量铅（以Pb计）≤0.4mg/kg，其他污染物限量应符合GB 2762中乳粉项的规定，按GB 2762中规定的方法检验。采用镀锡薄板容器包装的产品，锡限量应符合GB 2762中食品的规定，按GB 2762中规定的方法检验。

3.6 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合GB 2761中乳及乳制品的规定，按GB 2761中规定的方法检验。

3.7 微生物限量

微生物限量应符合GB 19644的相应规定，按GB 19644规定方法检验。

3.8 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，按JJF 1070规定方法检验。

4 食品添加剂和食品营养强化剂

4.1 食品添加剂

食品添加剂磷脂的使用应符合GB 2760的规定，其质量要求应符合GB 28401的规定。

4.2 食品营养强化剂

食品营养强化剂牛磺酸、维生素A（醋酸视黄酯）、维生素E（dl- α -醋酸生育酚）、烟酸（烟酰胺）、叶酸、维生素C（L-抗坏血酸）、硫酸锌、维生素B1（硝酸硫胺素）、维生素D（胆钙化醇）、维生素K（植物甲萘醌）、泛酸（D-泛酸钙）、胆碱（氯化胆碱）、硫酸亚铁、二十二碳六烯酸（DHA）和花生四烯酸（ARA）的使用应符合GB 14880的规定，其质量要求应分别符合GB 14759、GB 14750、GB 14756、GB 14757、GB 15570、GB 14754、GB 25579、GB 29211及相应标准的规定。

5 生产加工过程要求

生产加工过程应符合GB 12693的规定。

6 检验规则

6.1 组批

同一生产日期生产的同一品种、同一规格的产品为一批。

6.2 抽样

产品采取随机抽样的方法抽样，所抽样品须为同一批次保质期内的产品，抽样基数不得少于200个最小包装。500g以下包装的抽样数量为16个销售包装（20Kg以上大包装产品应从16个大包装中分别取样，分装成16个小包装）；500g-5000g以上包装的抽样数量为12个销售包装。所抽取的样品应分成2份，500g以下包装的样品1份为10个作为检验用样品，1份为6个作为备查样品；500g以上包装的样品，1份为8个包装作为检验用样品，1份为4个包装作为备查样品。

6.3 出厂检验

产品出厂前需经本公司质量检验部门按照本标准逐批进行检验，检验合格并附检验合格证后方可出厂。出厂检验项目按《企业生产乳制品许可条件审查细则》规定的项目检验，国家另有规定的按国家规定执行。

6.4 型式检验

产品正常生产时，每年至少检验1次，出现下列情况之一时，亦应及时进行型式检验：

- 原辅材料、工艺、设备有较大变动时；
- 新产品投产时；
- 停产6个月以上，恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 食品安全监督机构提出要求时。

对产品进行型式检验时，应对本标准技术要求的全部项目进行检验。

6.5 判定规则

产品经检验，所检项目均符合本标准规定，判该批产品为合格品；如检验结果中有一项以上（含一项）不符合本标准规定，可自同批产品中加倍抽样进行复检，以复检结果为准，若复检后仍有不合格项，则判定该批产品为不合格品；微生物指标有一项不符合本标准规定，即判该批产品为不合格品，微生物指标不得复检。

标志、包装、运输、贮存

6.6 标志

6.6.1 产品标签应符合 GB 7718、GB 28050 的规定。

6.6.2 产品包装箱上应标明产品名称、制造者的名称和地址、规格和数量，涉及到的包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.7 包装

所用包装材料应符合食品安全标准的相关规定，包装应牢固、密封、不得有破漏现象。

6.8 运输

6.8.1 运输工具必须清洁、卫生。产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品及清真忌物混装运输。

6.8.2 搬运时应轻拿轻放，严禁扔摔、撞击、挤压。

6.8.3 运输过程中不得曝晒、雨淋、受潮。

6.9 贮存

6.9.1 产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品及清真忌物同库贮存。

6.9.2 产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房中；严禁露天堆放、日晒、雨淋或靠近热源；包装箱与地面距离 10 厘米以上，与墙壁距离 20 厘米以上。

6.10 保质期

成品保质期为24个月；25Kg及以上大包装产品保质期为12个月。

附 录 A
(规范性附录)
奶粉中低聚半乳糖含量的检测

A.1 范围

本标准规范了乳粉中低聚半乳糖的测定方法。
本标准适用于乳粉中低聚半乳糖的测定。

A.2 原理

通过乙腈沉淀样品中的蛋白质,离心除去脂肪,用乙腈-水提取样品中低聚半乳糖,过 RP 小柱(或 C18 柱)净化,去除杂质,经离子色谱仪四元梯度洗脱,安培检测器检测,外标法定量。

A.3 材料和试剂

A.3.1 材料

- A.3.1.1 10mL具塞比色管;
- A.3.1.2 50mL离心管;
- A.3.1.3 10mL和1mL移液管或移液枪;
- A.3.1.4 10mL或5mL注射器;
- A.3.1.5 1.0cc OnGuard RP小柱(或C18柱);
- A.3.1.6 0.22um水相滤膜(或有机滤膜)。

A.3.2 试剂

在分析中所使用试剂按下述说明,用水为GB/T 6682-2008中规定的一级水。

- A.3.2.1 乙腈(进口,色谱纯);
- A.3.2.2 甲醇(色谱纯);
- A.3.2.3 氢氧化钠(浓度50%,进口);
- A.3.2.4 乙酸钠(Sigma,纯度 $\geq 99.0\%$);
- A.3.2.5 250mmol/L氢氧化钠溶液:吸取13.1mL的50%氢氧化钠(2.3)溶液,用水定容至1L;
- A.3.2.6 1.0mol/L乙酸钠溶液:82g乙酸钠用水溶解并定容至1L;
- A.3.2.7 100mmol/L氢氧化钠溶液:5.2mL的50%氢氧化钠(2.3)溶液用水溶解并定容至1L;
- A.3.2.8 100mmol/L乙酸钠溶液:8.2g乙酸钠水溶解并定容至1L;
- A.3.2.9 低聚半乳糖标准品:与产品对应的低聚半乳糖原料;
- A.3.2.10 储备液配制:准确称取半乳糖原料0.2000g,超纯水溶解并定容至100mL,浓度为2mg/mL,现用现配;
- A.3.2.11 标准曲线溶液配制:分别移取储备液0.5、1.25、2.5、5.0、6.25、7.50mL于50mL容量瓶内,用超纯水定容,现用现配。

A.4 仪器

- A.4.1 离子色谱仪（赛默飞ICS-5000⁺型），配有四元梯度泵，安培检测器，自动进样器；
 A.4.2 分析天平：感量0.0001g和0.00001g；
 A.4.3 高速离心机（10000r/min）；
 A.4.4 恒温水浴锅；
 A.4.5 涡旋振荡器。

A.5 分析步骤

A.5.1 样品前处理

精密称取奶粉样品0.5g，置于10mL具塞比色管中，加45℃水4mL，充分震荡溶解，60℃水浴10min。冷却至室温后，用乙腈定容，摇匀。静止至分层或常温下10000r/min离心10min；取上清液1mL，加水稀释至10mL，摇匀，过1.0cc OnGuard RP 柱(或一次性C18柱)净化去除杂质，弃去最初3mL滤液后，再过0.22 μm 滤膜装进样瓶，待测。

OnGuard RP 柱活化：取10mL甲醇过小柱，5min后再用10mL纯水过小柱。使用后先用纯水冲洗小柱，再用10mL甲醇过小柱，保存，可重复利用。

A.5.2 离子色谱分离条件

色谱柱：CarboPac[™] PA20分析柱(150×3mm)；CarboPac[™] PA20预柱(3×30mm)

安培检测器，Au工作电极，Ag/AgCl参比电极，标准糖四电位波形；

流动相：

- A：超纯水；
 B：250 mmol/L氢氧化钠溶液；
 C：1.0mol/L 乙酸钠溶液&100 mmol/L氢氧化钠溶液；
 D：100mmol/L乙酸钠溶液

淋洗液梯度附表：

时间	流速	A	B	C	D
min	mL/min	%	%	%	%
0	0.45	58	40	0	2
10	0.45	58	40	0	2
40	0.45	15	40	0	45
45	0.45	15	40	0	45
45.1	0.4	0	0	100	0
55	0.4	0	0	100	0
55.1	0.4	20	80	0	0

60	0.4	20	80	0	0
60.1	0.45	58	40	0	2
65	0.45	58	40	0	2

进样体积：10 μL

A.5.3 测定

取试样溶液和标准工作液上机测定，以标准工作液中低聚半乳糖的浓度为横坐标，以响应值（峰面积）为纵坐标，绘制标准曲线，将试样峰面积代入曲线求得试样中低聚半乳糖的浓度，其浓度与含量成正比，代入公式求得低聚半乳糖含量。

A.6 结果计算

通过样品和标样的出峰情况，确定3-5个目标峰，每个峰的浓度均以GOS的总含量代入计算，得到的几个数据互相对比，删去误差较大值后取平均值结果，即为样品中GOS的含量。

样品中单个目标峰低聚半乳糖含量：

$$GOS-1(\text{或}2,3)(\text{mg}/100\text{g}) = \frac{C_{(GOS-1/2/3, \text{mg}/L)} \times 10 \times 10 \times P \times W}{m(\text{g}) \times 10}$$

式中：

C：GOS-1(2/3)分别对应的GOS上机浓度，单位 μg/mL；

10×10：定容体积×稀释倍数，mL；

P：GOS原料纯度，%

W：GOS原料干物质含量，%；

m：样品质量，g。

样品中低聚半乳糖含量：

$$GOS(\text{mg}/100\text{g}) = \frac{GOS1 + GOS2 + GOS3}{3}$$

计算结果保留至小数点后一位。

A.7 精密度

在重复性条件下，获得低聚半乳糖含量的两次独立测试结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。

A.8 注意事项

A.8.1 实验操作过程用到的所有仪器须用超纯水清洗6次以上；

A.8.2 淋洗液切记充氮后摇匀；

A.8.3 样品用乙腈定容后必须充分混匀震荡，以保证将蛋白充分沉淀；

- A. 8. 4 低聚半乳糖原料标品冷藏保存，用时放至室温，储备液及标准曲线溶液均须现用现配，如移取体积法所配制标准曲线线性不理想，可采用称量质量法配制；
- A. 8. 5 实验所用进样瓶及进样盖一次性使用；
- A. 8. 6 淋洗液B、D主要用于分离样品，故配制必须准确；
- A. 8. 7 RP柱重复使用次数不可过多，或者使用一次性C18柱。

附录 B

(规范性附录)

乳制品中 α 、 β 、 κ -酪蛋白含量的检测方法

B.1 适用范围

本方法适用于原奶中 α 、 β 、 κ 酪蛋白定性、定量的测定。

本方法适用于液奶，奶粉 α 、 β 、 κ 酪蛋白定性、半定量的测定。

B.2 原理

试样经处理后进入毛细管中，在毛细管中充入缓冲溶液，两端加高电压，毛细管中形成电场。样品中带电粒子在电场中以不同速度运动，流经检测器被检测，得到分离谱图，计算不同成分的含量。

B.3 试剂

B.3.1 实验配制所用水均为超纯水。

B.3.2 α -酪蛋白标准品 (sigma)。

B.3.3 β -酪蛋白标准品 (sigma)。

B.3.4 κ -酪蛋白标准品 (sigma)。

B.3.5 氢氧化钠 (GB629): 1 mol/L 溶液。

B.3.6 尿素溶液 (6 mol/L, sigma 电泳专用)。

B.3.7 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (sigma)。

B.3.8 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (sigma)。

B.3.9 二硫苏糖醇 (sigma)。

B.3.10 羟丙基甲基纤维素 (HPMC) (sigma)。

B.3.11 运行缓冲液: 称取柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0.2941 g, 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 3.3622g, 加入 0.025 g 羟丙基甲基纤维素, 6 M 尿素 37.5 mL, 用水稀释至 50 mL, 调节 $\text{PH}=3.0 \pm 0.1$

B.3.12 样品缓冲液: 称取二硫苏糖醇 0.076 g, 柠檬酸钠 0.147 g, 6M 尿素 37.5 mL, 用水稀释至 50 mL, 调节 $\text{PH}=8.0 \pm 0.1$ 。

上述缓冲液均用 0.45 μm 滤膜过滤后, 储于 4℃ 冰箱备用。

B.4 仪器

B.4.1 毛细管电泳仪 (带有紫外检测器)。

B.4.2 电子天平。

B.4.3 PH计。

B.4.4 超声振荡器。

B.4.5 高速离心机

B.5 操作步骤

B.5.1 样品的前处理

将新鲜牛奶样品与样品缓冲溶液按1:4的比例混合均匀, 室温放置1 min后, 用0.45 μm滤膜过滤到小pp管中备用。

奶粉样品按(1:9)还原后, 与样品缓冲溶液按1:4的比例混合均匀, 室温放置1小时后, 用0.45 μm滤膜过滤到小pp管中备用。

B.5.2 测定

B.5.2.1 标准曲线的绘制

用去离子水分别配制α-酪蛋白, β-酪蛋白, κ-酪蛋白标准储备液20.0 mg/mL, 置于-20℃冷冻保存。用时将标准储备液室温融化, 用去离子水稀释成0.5 mg/mL, 1.0 mg/mL, 2.5 mg/mL, 5.0 mg/mL, 8.0 mg/mL, 10.0 mg/mL的标准溶液, 所有标准液与样品相同经样品缓冲溶液1:4处理后进样。

B.5.2.2 试样测定

B.5.2.2.1 操作条件: 分离电压: 25 KV; 进样压力: 0.5 psi; 进样时间10 S; 柱温: 25 ℃; 紫外检测波长: 214 nm; 两次进样间用1 mol/L氢氧化钠洗3 min, 水洗2 min, 运行缓冲溶液洗2 min; 分离时间约: 32 min。

B.5.2.2.2 每次实验完毕后, 用运行缓冲溶液洗3 min, 用1 mol/L氢氧化钠洗15-30 min, 水洗3 min, 抬高盖板使冷凝液回流后, 关机。

B.5.2.2.3 使用新换的毛细管柱需要用水洗10 min. 用1 mol/L氢氧化钠清洗30 min, 水洗10 min, 进行柱子的活化。然后可以进行样品的测定。(清洗压力均为20 psi)

B.6 分析结果的计算

样品中酪蛋白的含量按式(1)计算:

$$C = C_0 \times N \cdots \cdots (1)$$

式中:

C——样品中酪蛋白的含量 (g/L);

C₀——从标准曲中查得相应蛋白的浓度 (g/L);

N——样品被稀释的倍数;

样品中总酪蛋白的含量按式(2)计算:

$$C_{\text{总}} = C_{\alpha} + C_{\beta} + C_{\kappa} \cdots \cdots (2)$$

式中:

C_总——样品中总酪蛋白的含量 (g/L);

C_α——样品中α-酪蛋白的含量 (g/L);

C_β——样品中β-酪蛋白的含量 (g/L);

C_κ——样品中κ-酪蛋白的含量 (g/L)。

注: 以上方法适用于原奶中三种酪蛋白的定性定量测定, 对于UHT或经过高温的牛奶由于酪蛋白高温下部分变性, 使得蛋白峰分离度达不到要求, 因而只能做半定量的测定。

附 录 C
(规范性附录)
乳制品中乳清蛋白含量的检测

C.1 适用范围

本方法适用于在液奶, 原奶和奶粉中乳清蛋白的定性和定量分析。

本方法检测的乳清蛋白包括 α -乳白蛋白, β -乳球蛋白A和 β -乳球蛋白B。

C.2 原理

试样经处理后进入毛细管中, 在毛细管中充入缓冲溶液, 两端加高电压, 毛细管中形成电场。样品中带电粒子在电场中以不同速度运动, 流经检测器被检测, 得到分离谱图, 根据峰面积和浓度成正比的关系, 计算不同成分的含量。

C.3 试剂

C.3.1 实验配制所用水均为超纯水。

C.3.2 α -乳白蛋白 (α -Lac) 标准品 (sigma)。

C.3.3 β -乳球蛋白A (β -LgA) 标准品 (sigma)。

C.3.4 β -乳球蛋白B (β -LgB) 标准品 (sigma)。

C.3.5 氢氧化钠: 1 mol/L溶液。

C.3.6 硼酸 (sigma)。

C.3.7 CsOH (50 %水溶液, 北京百灵威化学技术有限公司)。

C.3.8 冰乙酸 (优级纯)。

C.3.9 羟丙基- β -环糊精 (HP- β -CD, 分子量1540 g/mol, 北京百灵威化学技术有限公司)。

C.3.10 聚氧化乙烯(PEO, 分子量4000Kg/mol, sigma)。

C.3.11 2 g /L PEO储备液: 称取0.2 g PEO 于100 mL 烧杯, 加入100 mL 水后于50 °C水浴中加热至溶解, 摇匀后于室温放置备。

C.3.12 运行缓冲液: 0.5 mol /L H_3BO_3 + 0.025 mol /L HP- β -CD + 0.8 g /L PEO, pH= 9.10 (用1 mol /L CsOH 调节pH值)。

C.3.13 样品缓冲液: 0.05 mol /L HAC。

C.4 仪器

C.4.1 毛细管电泳仪 (带有紫外检测器)。

C.4.2 电子天平。

C.4.3 pH计。

C.4.4 超声振荡器。

C.4.5 高速离心机

C.5 操作步骤

C.5.1 样品的前处理

1 g牛奶中加入1-4 mL 0.05 mol/L HAC混匀,并于10000 r/min离心10 min后取上清液直接进样。

奶粉样品按(1:9)还原后,再用0.05 mol/L HAC溶液稀释50~100倍,于10000 r/min离心10 min后取上清液直接进样。

C.5.2 测定

C.5.2.1 标准曲线的绘制

α -Lac, β -LgA 及 β -LgB 储备液:分别准确称取10 mg α -Lac, β -LgA及 β -LgB 于1.5 mL 塑料离心管中,分别加入1 mL水溶解,得到质量浓度为 10 g/L 的标准储备液短期保存可置于4 °C冰箱,若长时间保存,则将标准储备液分装后于-20 °C冻存。

工作液浓度为50mg/L, 100 mg/L, 150 mg/L, 250 mg/L, 400 mg/L由储备液经0.05 mol/L HAC 稀释后制得。

C.5.2.2 试样测定

测定条件 毛细管(50 μ m $\times$ 57 cm,有效长度:50 cm,河北永年锐沅色谱配件有限公司);分离电压:14kV;检测波长:214nm;操作温度:25°C;进样压力:0.5psi;进样时间:5 s;工作电流:约80 A。

每次实验完毕后,用运行缓冲溶液洗3 min,用1 mol/L氢氧化钠洗10-30 min,水洗3 min,抬高盖板使冷凝液回流后,关机。

使用新换的毛细管柱需要用水洗10 min,用1 mol/L氢氧化钠清洗30 min,水洗10 min,进行柱子的活化。然后可以进行样品的测定。(清洗压力均为20 psi)

C.6 分析结果的计算

样品中乳清蛋白的含量按式(1)计算:

$$C = C_0 \times N \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C——样品中乳清蛋白的含量(mg/L);

C_0 ——从标准曲中查得相应蛋白的浓度(mg/L);

N——样品被稀释的倍数;

样品中总乳清蛋白的含量按式(2)计算:

$$C_{\text{总}} = C_{\alpha\text{-Lac}} + C_{\beta\text{-LgA}} + C_{\beta\text{-LgB}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$C_{\text{总}}$ ——样品中总乳清蛋白的含量(mg/L);

$C_{\alpha\text{-Lac}}$ ——样品中 α -Lac的含量(mg/L);

$C_{\beta\text{-LgA}}$ ——样品中 β -LgA的含量(mg/L);

$C_{\beta\text{-LgB}}$ ——样品中 β -LgB的含量(mg/L)。

附录 D

(资料性附录)

企业标准适用生产企业名称与地址

本标准是由内蒙古伊利实业集团股份有限公司统一制定并发布，适用于集团公司所属各分子公司、生产基地，本标准适用的企业名称及地址应符合表D.1的规定。

表D.1 适用的企业名称及地址

序号	生产基地、分子公司	地 址
1	杜尔伯特伊利乳业有限责任公司武汉分公司	湖北省武汉市经济技术开发区莲湖路35号
2	多伦县伊利乳业有限责任公司	锡林郭勒盟多伦县淖尔镇京伦大道两公里处
3	内蒙古金山乳业有限责任公司	呼和浩特市金山开发区金山大道8号
4	内蒙古金海伊利乳业有限责任公司	呼和浩特市金山开发区金山大道以北五一路
5	杜尔伯特金山乳品有限责任公司	黑龙江省大庆市杜尔伯特蒙古族自治县德力戈尔工业园区
6	杜尔伯特伊利乳业有限责任公司	黑龙江省大庆市杜尔伯特蒙古族自治县德力戈尔工业园区
7	天津伊利乳业有限责任公司	天津空港经济区西十五道5号
8	黑龙江伊利乳业有限责任公司	黑龙江省大庆市杜尔伯特蒙古族自治县德力戈尔工业园区

