

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 酪蛋白酸钠

GB 10797—89

Food additive
Sodium caseinate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了酪蛋白酸钠的技术要求、试验方法和检验规则等。

本标准适用于以鲜奶脱脂,用酸点制的凝乳或由干酪素经氢氧化钠或碳酸钠处理,干燥制得的产品。在食品工业上做乳化、增稠用。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 标准溶液配制方法
- GB 602 化学试剂 杂质标准溶液配制方法
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法
- GB 4789.1~4789.28 食品卫生检验方法 微生物学部分

3 技术要求

3.1 外观和感官要求

本品为乳白色粉末,无嗅、无味。

3.2 项目和指标

项 目		指 标
蛋白质(以干基计),%	≥	90.0
脂肪, %	≤	2.0
乳糖, %	≤	1.0
灰分, %	≤	6.0
水分, %	≤	6.0
pH 值		6.0~7.5

续表

项 目	指 标
砷(以 As 计), %	≤ 0.000 2
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.002
细菌总数, 个/g	≤ 30
大肠菌群, 个/100g	≤ 40
致病菌	不得检出

4 试验方法

试验中所有试剂和仪器设备除特别注明外,均采用分析纯试剂、蒸馏水和实验室常用仪器设备。

4.1 外观和感官检查

目视法观察其颜色,嗅其味。

4.2 理化试验

4.2.1 鉴别

4.2.1.1 溶解性:缓慢分散于水,稍有混浊,可溶于沸水,不溶于乙醇。

4.2.1.2 灼烧试验:取样品0.1 g灼烧时冒烟,并发出特异的臭气,所余残渣溶于水,对石蕊试纸呈碱性。

4.2.1.3 沉淀反应:取样品0.1 g,溶于10 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液中,加乙酸使成弱酸性,产生白色絮状沉淀。

4.2.1.4 颜色反应

a. 取样品0.1 g,溶于10 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液中,加1滴6.2%硫酸铜溶液,摇匀,产生蓝色沉淀,液体呈紫色。

b. 取样品0.1 g,加水5 mL,摇匀,加10滴68.5%硝酸汞溶液和1滴10%亚硝酸钠溶液,在水浴中加热3min,膨润后在样品表面呈现褐红-紫红色。

4.2.2 蛋白质

4.2.2.1 试剂和溶液

a. 硫酸(GB 625)。

b. 硫酸铜(GB 665)。

c. 硫酸钾(HG 3—920)。

d. 硼酸(GB 628):4%溶液。

e. 氢氧化钠(GB 629):30%溶液。

f. 蔗糖(HG 3—1001)。

g. 盐酸(GB 622):0.1 mol/L (0.1N)标准溶液,按 GB 601 配制。

h. 混合指示液:0.2%的甲基红乙醇溶液(95%,V/V)和0.1%的甲烯蓝(次甲基蓝)乙醇溶液(95%,V/V)等体积混合。

4.2.2.2 试验程序

称取样品0.3 g(准确至0.000 2 g),置于500 mL 凯氏烧瓶中,然后加入约15 g 无水硫酸钾、0.2 g 硫

酸铜和20 mL 硫酸,摇匀后,于瓶口放一小漏斗,使瓶倾斜成约45°角,置于有小圆孔的石棉板上,小火加热,待内容物全部炭化并停止起泡后,加大火力,保持瓶内液体微沸,直至液体呈蓝绿色,澄清透明,并使整个加热沸腾时间保持90 min,在加热期间应注意摇动烧杯避免过热。样品消化后,冷却至室温,小心加约200 mL 水混合并再次冷却至室温。

向500 mL 锥形瓶中加入4%硼酸溶液50 mL 和4滴混合指示液,混匀,将锥形瓶置冷凝管下并使其出口端浸入硼酸溶液中,用量筒向凯氏烧瓶中加入30%氢氧化钠溶液80 mL,在此期间应将烧瓶保持倾斜,并使氢氧化钠溶液沿壁流入形成一底层,立即将凯氏烧瓶与冷凝管相连,用小火加热煮沸蒸馏避免起泡,使大约在30 min 内收集150 mL 馏出液,此馏出液的温度应在25℃以下,在蒸馏结束前2 min 移动锥形瓶,使冷凝管口离开液面,用少量蒸馏水冲洗管口,停止加热,并将洗涤水收集在锥形瓶内,用0.1 mol/L标准盐酸进行滴定。

按上述方法不加样品改加0.3 g 蔗糖进行空白试验。

4.2.2.3 计算

$$X = \frac{100 \times (V_1 - V_2) \times C \times 1.4}{m(100 - A)} \times 6.38 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X ——蛋白质的含量(以干基计), %;

V_1 ——滴定样品消耗标准盐酸溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白消耗标准盐酸溶液的体积, mL;

C ——标准盐酸摩尔浓度, mol/L;

m ——样品的质量, g;

A ——样品中水分的含量, %;

平行试验结果的允许误差为0.2%。

4.2.3 脂肪

4.2.3.1 试剂和溶液

a. 稀盐酸:取盐酸(GB 622)27 mL,加水稀释至40 mL。

b. 无水乙醇(GB 678)。

c. 乙醚(HG3—1002)。

d. 石油醚(HG3—1003)。

4.2.3.2 仪器和设备

骆立氏脂肪浸油管。

4.2.3.3 试验程序

取充分混匀的样品2.5 g(准确至0.000 2 g),置于50 mL 烧杯中,加15 mL 稀盐酸,小心加热溶解,静置冷却后加10 mL 乙醇,小心转移至骆立氏脂肪浸油管中,加25 mL 乙醚剧烈振摇1 min,然后加25 mL 石油醚,振摇30 s,放置分层后从侧管放出上面液层,用干燥滤纸过滤,将滤液置已知重量的烧杯中,再用乙醚15 mL 及石油醚15 mL 重复提取2次,把上层液体合并到前面的烧瓶中,在水浴上蒸去乙醚及石油醚,其残留物在98~100℃干燥4 h后称量。

4.2.3.4 计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——脂肪的含量, %;

m_1 ——烧瓶和脂肪的质量, g;

m_0 ——烧瓶的质量, g;

m_2 ——样品的质量, g。

平行试验结果允许误差为0.05%。

4.2.4 乳糖

4.2.4.1 试剂和溶液

a. 盐酸(GB 622): 0.1 mol/L。

b. 冰乙酸(GB 676): 10% (m/V) 溶液。

c. 乙酸钠(GB 693): 1 mol/L。

d. 苯酚(HG B 3131): 80% (m/m) 溶液, 取8 g 苯酚和2 g 水混合加热混匀。

e. 硫酸(GB 625)。

f. 乳糖(HG 3—1000): 2.00% (m/V) 溶液, 称量 2.105 ± 0.001 g 一水乳糖(相当于2.00 g 无水乳糖), 置于100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀于0℃ 保存。

4.2.4.2 试验程序

称取充分混匀的样品1 g(准确至0.000 2 g), 置于100 mL 锥形瓶中, 加25 mL 水, 置60~70℃ 水浴上, 使其完全溶解(一般约10~15 min), 冷却后再加15 mL 水, 0.1 mol/L 盐酸溶液8 mL 和10% 乙酸溶液1 mL(每加一种溶液后应充分混匀)静置5 min, 再添加1 mol/L 乙酸钠溶液1 mL, 混匀, 使酪蛋白迅速下沉, 用干滤纸过滤, 弃去最初几毫升滤液后收集滤液。

用移液管吸取2.0 mL 滤液, 置于50 mL 烧杯中, 再用微量移液管添加80% 苯酚溶液0.2 mL, 置磁力搅拌器上混匀, 并在1 s 内加入5 mL 浓硫酸, 使充分混匀, 静置15 min 后在20℃ 水浴中冷却5 min, 用空白溶液作对比, 在490 nm 处测定溶液的吸光度。若吸光度超出标准曲线的上限, 则取适当稀释的2 mL 滤液重复上述操作(注意: 若用稀释滤液, 则计算公式需相应变动)。

4.2.4.3 空白溶液的制备

不进行样品的溶解和过滤等操作, 其余均按上述样品的测定, 用同一仪器设备和同样数量的试剂, 进行同样的操作制得空白溶液。

4.2.4.4 标准曲线的制作

吸取2.00% 乳糖溶液10 mL, 置100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度(溶液A), 取A液1 mL、2 mL 和3 mL 分别置3个100 mL 容量瓶中, 并用水稀释至刻度以制备3种标准溶液, 所得标准溶液的无水乳糖浓度分别为20、40和60 μg/mL。

取4个50 mL 烧杯, 向其中3个分别加入以上三种标准溶液各2 mL, 向第4个加2 mL 水, 然后按样品滤液的测定方法进行同样操作, 最后用第4个作为参比液测定其他三种标准的吸光度, 并以吸光度对无水乳糖液的浓度(μg/mL) 作图。

4.2.4.5 计算

$$X_2 = \frac{C_1 \times 50}{m_3 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 ——样品的乳糖含量(以无水乳糖计), %;

C_1 ——由标准曲线查得的样品溶液中无水乳糖浓度;

m_3 ——样品的质量, g。

平行试验结果的允许误差为0.05%。

4.2.5 水分

4.2.5.1 试验程序

称取样品2 g(准确至0.000 2 g),置于102±1℃下干燥3 h,冷却,称重,反复至恒重。

4.2.5.2 计算

$$X_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_6} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: X_3 ——水分的含量, %;

m_4 ——称量瓶和样品的质量, g;

m_5 ——称量瓶和样品干燥后的质量, g;

m_6 ——称量瓶的质量, g。

平行试验结果的允许误差为0.2%。

4.2.6 灰分

4.2.6.1 试验程序

称取样品约1 g(准确至0.000 2 g),置于已干燥恒重的瓷坩埚内,先置电炉上炭化,再于高温炉内维持温度825±25℃,完全灰化至恒重。

4.2.6.2 计算

$$X_4 = \frac{m_7 - m_8}{m_9 - m_8} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中: X_4 ——灰分的含量, %;

m_7 ——坩埚和灰分的质量, g;

m_8 ——坩埚的质量, g;

m_9 ——坩埚和样品的质量, g。

平行试验结果的允许误差为0.2%。

4.2.7 pH值

取样品1 g,加水稀释至50 mL,在温度约20℃时,用酸度计测定。

4.2.8 砷

称取样品1 g(准确至0.1 g),按GB 8450中规定的经干法消化之砷斑法进行。

4.2.9 重金属

称取样品2 g(准确至0.1 g),按GB 8451中规定的经干法消化进行。

4.3 微生物检验

4.3.1 细菌总数:按GB 4789.2《食品卫生微生物学检验 菌落总数测定》进行测定。

4.3.2 大肠杆菌:按GB 4789.3《食品卫生微生物学检验 大肠菌群检验》进行测定。

4.3.3 致病菌:按GB 4789.1~4789.28进行测定。

5 验收规则

5.1 本产品应由生产质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。

5.2 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法,对所收到的产品进行检验。

5.3 取样方法:应从每批件数的10%中选取试样,小批时不得少于三件,每件取出的样品不少于100 g,迅速将所选取的样品混匀,取化验所需的三倍量进行化验分析。

5.4 如果检验中有一项指标不符合本标准时,应重新自二倍量的包装中选取样品进行核验,产品重新

检验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批不能验收。

5.5 如供需双方对产品质量发生异议时,应由仲裁单位进行仲裁。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 本产品分20 kg和5 kg二种包装。

6.2 每种包装,均先将产品装入食品用聚乙烯袋,封口,外套塑料编织袋,并注明“食品添加剂”字样、产品名称、商标、批号、净重、生产日期及生产厂名称。

6.3 装卸运输时应防止日晒雨淋,轻拿轻放,禁止与有毒物品混装、混运,一起堆放。

6.4 本品应贮存于阴凉、干燥的地方,并垫离地面10 cm以上避免受潮受热。

6.5 本品保质期半年。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部、卫生部提出。

本标准由轻工业部食品发酵研究所、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由天津轻工业学院、海拉尔乳品厂、天津市食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人刘志皋、柳景芳、田惠光、张泽生。

本标准主要参照日本《食品添加物公定书》,第5版(1986)。