|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 点击此处添加ICS号 |
| CCS | |  | | --- | |  |   点击此处添加CCS号 |

团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

内蒙古优势特色农畜产品品质评价

技术规范 生牛乳

Technical specifications for quality evaluation of advantageous agricultural and livestock products in Inner Mongolia Raw milk

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

内蒙古标准化协会  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由内蒙古自治区农牧厅提出。

本文件由内蒙古标准化协会归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区农牧厅、内蒙古自治区农牧业科学院农牧业质量安全与检测研究所。

本文件主要起草人：刘佳庆、王丽芳、郝智强、郭晨阳、陈欢、钟磊、娜仁、成曼榕、刘嘉琳、钟华晨、宋洁、孙峰成、张腾龙、张莹、杨健。

内蒙古优势特色农畜产品品质评价

技术规范 生牛乳

* 1. 范围

本文件规定了生牛乳产品品质评价的样品准备、评价指标、检测方法和和评价结论要求。

本文件适用于内蒙古地区生牛乳的品质评价。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 5009.124 食品安全国家标准 食品中氨基酸的测定

GB 5009.168 食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定

GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

GB 31650.1 食品安全国家标准 食品中41种兽药最大残留限量

NY/T 800 生鲜牛乳中体细胞测定方法

NY/T 2070 牛初乳及其制品中免疫球蛋白IgG的测定分光光度法

NY/T 2659 牛乳脂肪、蛋白质、乳糖、总固体的快速测定 红外光谱法

T/TDSTIA 006 奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

生牛乳 raw milk

从健康泌乳期的奶牛乳房中挤出的无任何提取或添加的常乳。产犊后七天内的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用于作生乳。

* 1. 样品准备
     1. 抽样环节

抽样过程分为以下3种情况：

1. 对生鲜乳收购站的储奶罐，采样前先开动机械式搅拌装置搅拌至少5分钟。
2. 对生鲜乳运输车的储奶罐，采样前先用人工搅拌器探入罐底，采取从下至上的方式搅拌30 次以上。
3. 样品充分混匀后，用液态乳铲斗从表面、中部、底部三点采样，每个点采集1 000 mL。将三点采集到的样品混合至4 000 mL玻璃或塑料容器中，充分混合均匀后，用采样瓶分装3份，每份不少于150 mL。
   * 1. 抽样设备和容器

抽样工具应使用洁净的不锈钢或塑料液态乳铲斗。对于没有机械搅拌设备的储奶罐，采用人工搅拌器进行搅拌。

抽样容器应采用玻璃或塑料瓶，容积不小于200 mL，保证洁净无污染。

* + 1. 抽样批次

以同一储奶罐内的生牛乳为一批次样品。

* + 1. 抽样要求

抽样人员应在现场填写抽样单，信息完整、准确、字迹工整、清晰。并于抽样容器外附标签，注明抽样时间、抽样地点、样品名称及抽样人签字等信息。

* + 1. 样品保存和运输

生牛乳样品采集后采用保温箱，内加冷媒运输。可以根据检测指标需要添加防腐剂。

运输设施应及时清洗消毒，无奶垢、无不良气味。

运输过程中保持保温箱内温度不高于4 ℃，24小时内抵达送检测单位。如果不能保证24小时抵达，应利用当地冰柜、冰箱等设备-20 ℃冷冻保存。

* 1. 评价指标
     1. 营养品质指标

乳成分、氨基酸、脂肪酸、矿物质元素。

* + 1. 活性蛋白指标

乳铁蛋白、免疫球蛋白。

* + 1. 风味品质指标

呈味氨基酸总量、挥发性风味物质。

* + 1. 卫生指标

乳中体细胞数、菌落总数。

* 1. 检测方法
     1. 营养品质指标
        1. 乳成分

按NY/T 2659规定的方法执行。

* + - 1. 氨基酸

按GB 5009.124规定的方法执行。

* + - 1. 脂肪酸

按GB 5009.168规定的方法执行。

* + - 1. 矿物质元素

按GB 5009.268规定的方法执行。

* + 1. 活性蛋白指标
       1. 乳铁蛋白

按T/TDSTIA 006规定的方法执行。

* + - 1. 免疫球蛋白

按NY/T 2070规定的方法执行。

* + 1. 风味品质指标
       1. 呈味氨基酸总量

甜味氨基酸（甘氨酸、丙氨酸、丝氨酸、苏氨酸、脯氨酸、组氨酸之和）、鲜味氨基酸（赖氨酸、谷氨酸、天冬氨酸之和），按GB 5009.124规定的方法执行。

* + - 1. 挥发性风味物质

挥发性风味物质检测方法参照附录A。

* + 1. 卫生指标
       1. 生牛乳中体细胞数

按NY/T 800规定的方法执行。

* + - 1. 菌落总数

按GB 4789.2规定的方法执行。

* + 1. 质量安全指标

污染物限量、真菌毒素限量、农药残留限量、兽药残留限量检测结果分别符合GB 2762、GB 2761、GB 2763、GB 31650及国家有关规定和公告的标准要求，单项指标结论以是否合格表示。

* 1. 结论要求

结论需符合下列要求：

1. 各指标含量情况；
2. 与同类产品差异性比较情况；
3. 采用数据处理和统计分析后，提出优质指标，确定关键物质或特征成分。
5. （资料性）  
   牛乳中挥发性风味物质的测定
   1. **实验方法**

采用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)测量分析牛乳中挥发性风味物质，通过外标法对牛乳中挥发性风味物质进行定量。

* 1. 分析步骤
     1. 样品处理

准确量取牛奶5 mL于顶空瓶中，加入1 g NaCl。震荡速度设置为450 r/min，40 ℃条件下孵化15 min，随后将老化后50/30 μm DVB/CAR/PDMS萃取头插入密封的萃取瓶中，顶空萃取15 min，移至GC进样口于250 ℃解吸5 min（进样前对萃取针进行老化，老化温度为230 ℃，老化时间为15 min）。

* + 1. 主要仪器

气相色谱-质谱联用仪GCMS 100（广州禾信仪器股份有限公司）；瑞士CTC PAL3全自动多功能在线前处理进样平台（广州智达实验室科技有限公司）。

* + 1. 气相色谱-质谱联用仪参考条件

1. 色谱柱：DB-WAX（30 m×0.25mm×0.25μm）；
2. 进样方式：或自动进样，1μL，不分流，吹扫时间1 min，吹扫流量10 mL/min；
3. 洗针方法：溶剂A乙腈进样前3次，进样后3次，样品清洗3次，样品抽吸6次；
4. 程序升温：40 ℃保持8 min，以10 ℃/min的速率升温至230 ℃，保持3 min；
5. 进样口温度：230 ℃；
6. 传输线温度：250 ℃；
7. 离子源温度: 220 ℃；
8. 溶剂延迟时间：8 min；
9. 倍增器电压：调谐电压；
10. 扫描参数：调谐成功后，设置全扫描40 amu～300 amu；选择离子（SIM）信息。
    1. 生牛乳中特征挥发性风味物质的保留时间和定性离子信息表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **组分名称** | **RT, min** | **定量离子m/z** | **定性离子m/z** |
| 3-羟基-2-丁酮 | 14.392 | 45 | 43.0,88.0 |
| 4-羟基-4-甲基-2-戊酮 | 15.519 | 43 | 59.0,58.0 |
| 甲酸庚酯 | 16.854 | 43 | 70.0,83.0 |
| 月桂酸 | 28.044 | 60 | 73.0,43.0 |

* + 1. 结果分析

1. 定性分析：运用NIST 11谱库检索，通过定性离子对化合物进行定性。
2. 定量分析：采用外标法对牛乳中挥发性风味物质进行定量，通过峰面积比值计算各挥发性风味物质组分含量。

