

乳粉离心沉淀率的检测

郝单*, 饶影, 赵盟, 金珠, 韩磊, 吴小慧

(蒙牛乳业(马鞍山)有限公司, 马鞍山 243000)

摘要: 目的 建立一种快速测定乳粉离心沉淀率的方法, 以利于快速、准确测定样本的离心沉淀率, 以期为间接评价乳粉质量提供科学依据。**方法** 不同乳粉样品经溶解、静置、水浴、灭菌后, 将待测样品离心后, 得到沉淀物质量, 从而计算乳粉的离心沉淀率。**结果** 实验针对离心速度、离心温度、离心角度和离心管大小等条件研究考察, 通过数据分析, 得出实验优化条件。通过对 425 个品质良好的全脂乳粉和脱脂乳粉样品的检测, 其离心沉淀率均低于 1.2%, 当乳粉离心沉淀率低于 1.2% 时, 能够间接判定乳粉质量的优劣。**结论** 该方法简便易操作, 且操作实验过程中不涉及其他药品, 实验对操作者专业技能要求较低, 能够满足不同生产规模企业的需要。

关键词: 乳粉; 离心; 离心沉淀率

Determination of centrifugal sedimentation rate of milk powder

HAO Dan*, RAO Ying, ZHAO Meng, JIN Zhu, HAN Lei, WU Xiao-Hui

(Mengniu Dairy (Ma'anshan) Co., Ltd., Ma'anshan 243000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for rapid determination of centrifugal sedimentation rate of milk powder, which is helpful for the rapid and accurate determination of centrifugal sedimentation rate of samples in order to provide scientific basis for the indirect evaluation of the quality of milk powder. **Methods** The different milk power samples were dissolved, stood, water bathed, sterilized. After the samples being centrifuged, the quality of precipitate was obtained, and the centrifugal sedimentation rate of the milk powder was calculated. **Results** The experiment was carried out to investigate the conditions of centrifugal speed, centrifugal temperature, centrifugal angle and size of centrifuge tube. Through analysis of these data, the optimized experimental conditions were obtained. Through the detection of 425 good quality of whole milk powder and skim milk powder samples, the centrifugal precipitation rates of these samples were less than 1.2%. The results of the milk powder centrifugal sedimentation rate less than 1.2% could indirectly determine the quality of milk powder. **Conclusion** The method is simple and easy to operate, the operation of the experiment process does not involve other chemicals, and experiments require less technical skills of the operator, which can meet the needs of enterprises of different production scales.

KEY WORDS: milk powder; centrifugal; centrifugal sedimentation rate

1 引言

乳粉中蛋白质是评价乳粉优劣的重要指标。乳粉离心

沉淀率是衡量乳粉蛋白稳定性的重要指标之一, 乳粉与水混合后, 将所得到的混合物进行高温灭菌, 灭菌后的复原乳蛋白结构会被破坏, 不稳定的蛋白质和杂质经离心产生

*通讯作者: 郝单, 检验工程师, 主要研究方向为乳及乳制品食品安全检测方法的开发与研究。E-mail: 847662321@qq.com

*Corresponding author: HAO Dan, Inspection Engineer, Mengniu Dairy (Ma'anshan) Co., Ltd., Ma'anshan 243000, China. E-mail: 847662321@qq.com

沉降运动, 沉淀物质越多, 其稳定性越差, 因此可以通过检测离心沉淀物的量来间接表征乳粉质量的优劣。

现阶段各乳粉使用企业通过检测乳粉蛋白质、脂肪等理化指标来判定乳粉质量的优劣, 然而这些方法检测步骤繁琐、耗时^[1,2], 不利于企业快速定性判定产品的品质, 对企业的生产效率提升带来一定的影响, 故寻求简单、快速、间接的评价乳粉品质优劣的检测方法显得十分必要。同时目前虽然针对稳定性的研究有很多^[3-13], 但采用离心沉淀率来评价乳粉稳定性的研究相对较少, 所以使用乳粉离心沉淀率来研究乳粉的稳定性, 从而间接评价乳粉质量优劣也是未来研究的一个方向。

本研究通过考察样本在不同离心速度、离心角度、离心温度等实验条件下得出的数据, 对数据进行分析, 得到乳粉沉淀率实验的优化条件, 以利于快速、准确测定样本的离心沉淀率, 以期为间接评价乳粉质量提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

乳粉(新西兰进口全脂、脱脂乳粉)^[14]; 水(符合三级水或以上规格)^[15]。

2.2 主要仪器

AL204 型电子天平(梅特勒·托利多公司); DK-8AD 恒温水箱 (上海一恒科技有限公司); Neofuge 23R 高速离心机(上海力申科学仪器有限公司); LD4-2A 低速离心机(北京雷勃尔离心机有限公司); HVE-50 灭菌器(日本 HIRAYAMA 株式会社平山制作所); Elix 10 纯水机(德国 Millipore 公司)。

2.3 实验方法

称取 24 g(精确至 0.001 g)乳粉到耐热瓶中, 用 176 g 温度为 45~55 ℃的实验室用水溶解乳粉, 边加边搅拌, 待乳粉溶解完全后停止搅拌, 置于 45~55 ℃水浴中水合 30 min, 然后将样品放入灭菌器中 121 ℃高压灭菌 3 min, 取出样品冷却至 20~25 ℃后摇匀, 样品待用。

称取离心管质量, 记做 M_0 , 称取 40 g 以上待用样品置于离心管中, 质量记做 M_1 。将称取好的待用用品置于 25 ℃下 4000 r/min 离心 15 min, 离心完成后倾倒液体, 将离心管倒立 5 min, 擦拭干离液体后, 称取离心管及沉淀物

重量, 记做 M_2 。

2.4 数学模型

乳粉离心沉淀率数学模型如公式(1)所示:

$$\text{离心沉淀率} = \frac{M_2 - M_0}{M_1} \times 100\% \tag{1}$$

3 结果与分析

3.1 乳粉基质的影响

为了考察不同乳粉基质离心沉淀率是否存在差别, 实验分别采用脱脂乳粉和全脂乳粉进行离心沉淀实验, 2 种基质样品按照 2.3 条件进行实验。实验选取 14 个供应商 348 个全脂乳粉进行实验, 其离心沉淀率在 0.15%~0.80% 之间, 选取 6 个供应商 74 个脱脂乳粉进行实验, 其离心沉淀率在 0.22%~1.18% 之间, 具体检测情况见表 1。

从表 1 可以看出, 全脂乳粉的沉淀离心率检测结果显示在 0.60% 以下, 占比 97.7%; 脱脂乳粉的沉淀离心率结果分布集中在 0.60%~1.18% 区间, 占比 83.8%。全脂乳粉的离心沉淀率相对于脱脂乳粉的离心沉淀率数值要低。

3.2 离心机的影响

离心机的转鼓直径、转鼓圆锥角度、径长比及制造材料等参数不仅决定了离心机的处理能力, 也影响着离心机的分离效果; 离心机的转鼓转速、转鼓与螺旋的差转速、液层厚度、进料量、以及原料性质和设备运行状态等因素对离心机分离效果的影响也是至关重要的^[16]。

采用低速离心机和高速离心机分别对全脂乳粉、脱脂乳粉按照 2.3 条件进行对比实验, 每个样品进行 6 次平行实验, 实验结果见表 2。

从表 2 可以看出, 相同基质的乳粉在不同离心机相同检测条件下, 沉淀率的结果是不一致的, 低速离心机的离心沉淀率的检测结果要高于高速离心机的检测结果。

实验进一步对不同基质产生的沉淀物进行测试, 经分析沉淀物中大部分物质为蛋白质和脂肪, 具体结果见表 3。采用高速离心机得到的沉淀物中的蛋白质含量高于低速离心机, 所以高速离心机的离心效果优于低速离心机, 这是由于离心角度(离心半径)的不同, 导致离心力的不同, 从而对检测结果产生影响。选择离心机转头时, 较好的离心半径为 8~12 cm。

表 1 乳粉沉淀离心率检测结果分布区间(%)
Table 1 Distribution interval of centrifugal sedimentation rate test results of milk powder (%)

样本类别	[0.15,0.40)	[0.40,0.60)	[0.60,0.80)	[0.80,1.00)	[1.00,1.18]
全脂乳粉	202	138	7	1	0
脱脂乳粉	4	8	18	33	11

表 2 不同离心机条件下离心沉淀率结果($n=5$)
Table 2 Results of centrifugal sedimentation rate under different centrifuge conditions ($n=5$)

样本类别	低速离心沉淀率(%)	高速离心沉淀率(%)
全脂乳粉 1	3.84	1.31
全脂乳粉 2	3.86	1.36
全脂乳粉 3	2.62	1.52
脱脂乳粉 1	1.12	0.51

表 3 沉淀物组分分析($n=5$)
Table 3 Analysis of sediment compositions ($n=5$)

样本类别	高速离心机(%)		低速离心机(%)	
	蛋白质	脂肪	蛋白质	脂肪
全脂乳粉 1	95.3	3.38	80.6	17.1
全脂乳粉 2	93.2	3.42	78.9	16.9
全脂乳粉 3	93.6	3.59	79.3	16.5
脱脂乳粉 1	92.3	4.28	79.6	15.8

3.3 不同规格离心容器的影响

待测样品的离心液位的不同, 可能对实验结果产生影响, 实验选取 50 mL 和 100 mL 规格的离心管按照 2.3 条件进行了乳粉离心沉淀率的测定, 并对其沉淀物进行检测分析, 检测结果见表 4、5。

表 4 不同型号离心管下离心沉淀率结果($n=5$)
Table 4 Results of centrifugal sedimentation rate with different centrifuge tubes ($n=5$)

样品类别	100 mL 离心管(%)	50 mL 离心管(%)
全脂乳粉 1	1.51	1.34
全脂乳粉 2	2.63	1.42
全脂乳粉 3	0.37	0.11
脱脂乳粉 1	0.9	0.42

表 5 不同型号离心管沉淀物组分分析($n=5$)
Table 5 Sediment compositions analysis of different centrifuge tubes($n=5$)

样本类别	50 mL 离心管(%)		100 mL 离心管(%)	
	蛋白质	脂肪	蛋白质	脂肪
全脂乳粉 1	95.3	3.47	75.1	22.7
全脂乳粉 2	91.7	2.72	74.8	23.5
全脂乳粉 3	93.3	3.44	75.5	23.5
脱脂乳粉 1	93.5	3.88	71.2	23.9

由表 4 结果可知, 虽然选取不同样本进行检测, 但检测结果的变化趋势是一致的, 检测结果可信, 50 mL 离心管的检测结果优于 100 mL 离心管。通过表 5 对沉淀物组分分析对比, 结果表明 50 mL 离心管实验结果优于 100 mL 离心管, 这可能由于样品离心液位的不同, 对检测结果产生了影响。

针对离心机型号和离心管规格的影响, 主要体现在最终离心力的影响, 离心公式 $F=m\omega^2/r$, 此实验离心管与样品总质量在 48~60 g 之间, 离心半径在 8~12 cm 之间, 离心转速在 3000~5000 r/min 之间, 则由此可以得出离心力 F 在 378~1972 N 之间均能达到离心需求。

3.4 不同温度条件的影响

实验考察温度对检测结果的影响, 分别选取 4 ℃ 和 25 ℃ 2 个温度按照 2.3 条件进行测试, 实验共进行 40 组, 这 40 组数据均是在离心管选择 50 mL 离心管, 有效数据 38 组, 检测结果统计汇总后见表 6。

表 6 不同离心温度下离心沉淀率结果($n=5$)
Table 6 Results of centrifugal sedimentation rate at different centrifugal temperatures ($n=5$)

样本类型	4 ℃/%	25 ℃/%
全脂乳粉 1	1.15	0.89
全脂乳粉 2	1.13	0.92
全脂乳粉 3	1.17	0.95
脱脂乳粉 1	0.99	0.61

由表 6 可知, 25 ℃ 条件下测定的结果较 4 ℃ 条件下测得的结果好。对其沉淀物组分蛋白质、脂肪的分析见表 7。

表 7 不同离心温度下沉淀物分析($n=5$)
Table 7 Sediment compositions analysis at different centrifugal temperatures ($n=5$)

样本类别	4 ℃/%		25 ℃/%	
	蛋白质	脂肪	蛋白质	脂肪
全脂乳粉 1	88.9	10.0	94.9	2.31
全脂乳粉 2	89.3	9.33	96.3	2.42
全脂乳粉 3	89.9	8.58	96.7	1.39
脱脂乳粉 1	87.2	9.32	95.1	2.81

通过表 6、7 中沉淀物组分分析, 结果表明 25 ℃ 下离心效果优于 4 ℃, 这可能由于不同温度下不同物质的沉降系数不同, 从而导致对检测结果不同的影响。

4 结 论

本研究通过对不同样本基质在不同条件下进行测试分析, 研究检测品质优良的全脂和脱脂乳粉, 得到 425 组数据, 其离心沉淀率结果在 0.15%~1.18%之间, 所以我们认为当测定的乳粉沉淀率小于 1.2%时, 可以间接说明该样本品质良好。采用该方法能够方便、简捷、有效地测定乳粉的离心沉淀率, 进而间接、快速判断乳粉优劣。

参考文献

- [1] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[S].
GB 5009.5-2016 National food safety standard, Determination of protein in foods [S].
- [2] GB 5413.3-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定[S].
GB 5413.3-2010 National food safety standard, Determination of fat in foods for infants and young children, milk and milk products [S].
- [3] 舒成亮, 杨忻怡, 薛玉清, 等. 中性及酸性条件下不同来源脱脂乳粉的稳定性比较分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(8): 3155-3160.
Shu CL, Yang XY, Xue YQ, *et al.* Comparative analysis of stability of different sources of skimmed milk power under neutral and acidic conditions[J]. J Food Saf Qual, 2016, 7 (8): 3155-3160.
- [4] 杨与争, 李妍, 李海梅, 等. pH 值对浓缩乳清蛋白热稳定性的影响[J]. 中国乳品工业, 2013, 41(9): 14-17.
Yang YZ, Li Y, Li HM, *et al.* Thermal stability of whey protein concentrates [J]. China Dairy Ind, 2013, 41(9): 14-17.
- [5] 陈文亮, 孙克杰, 何娟, 等. 乳清蛋白热稳定性的研究[J]. 乳业科学与技术, 2006, (6): 276-278.
Chen WL, Sun KJ, He J, *et al.* Study on heat stability of whey protein [J]. Dairy Sci Technol, 2006, (6): 276-278.
- [6] 赵亭亭, 王媛媛, 李雪晴, 等. 不同热分级脱脂乳粉中乳清蛋白热变性聚合物分析[J]. 中国乳品工业, 2015, 43(11): 4-6.
Zhao TT, Wang YY, Li XQ, *et al.* Analysis of aggregations in different heating degree skim milk powders [J]. China Dairy Ind, 2015, 43(11): 4-6.
- [7] 詹世平, 刘华伟, 李卓, 等. 脱脂乳粉分散稳定性的实验研究[J]. 中国粉体技术, 2006, (2): 18-20.
Zhan SP, Liu HW, Li Z, *et al.* Experimental study on dispersing stability of skim milk powder [J]. Chin Powder Sci Technol, 2006, (2): 18-20.
- [8] Esther DK, Marcel MA, Thom S, *et al.* Effect of calcium chelators on heat coagulation and heat-induced changes of concentrated micellar casein solutions: The role of calcium-ion activity and micellar integrity [J]. Int Dairy J, 2012, (26): 112-119.
- [9] Huppertz T, Kruif CG. Structure and stability of nanogel particles prepared by internal cross-linking of casein micelles [J]. Int Dairy J, 2008, (18):556-565.
- [10] Fox PF. Heat induced changes in milk preceding coagulation [J]. J Dairy Sci, 1981, (64): 2127-2137.
- [11] 王银娟, 王晓君, 田芬, 等. 乳清浓缩蛋白改善脱脂发酵乳饮料的稳定性[J]. 乳业科学与技术, 2014, 37(6): 1-5.
Wang YJ, Wang XJ, Tian F, *et al.* Application of whey protein concentrate to improve the stability of fermented skim milk drink [J]. Dairy Sci Technol, 2014, 37(6): 1-5.
- [12] Davies, DT, White JCD. The stability of milk protein to heat: 1. Subjective measurement of heat stability of milk [J]. J Dairy Res, 1966, (33): 67-81.
- [13] 郭本恒, 骆承庠. 乳清蛋白变性的测定方法[J]. 中国乳品工业, 1994,22(5): 221-224.
Guo BH, Luo CX. Determining methods of whey protein denaturation [J].China Dairy Ind, 1994, 22(5): 221-224.
- [14] GB 19644-2010 食品安全国家标准 乳粉[S].
GB 19644-2010 National food safety standard Milk powder [S].
- [15] GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S].
GB/T 6682-2008 Water for analytical laboratory use-Specification and test methods [S].
- [16] 王文志. 离心机分离效果的影响因素[J]. 聚酯工业. 2008, 21(5): 47-49.
Wang WZ. The influencing factors on separation effect of centrifuge [J]. Pol Ind, 2008, 21 (5): 47-49.

(责任编辑: 姜 珊)

作者简介



郝 单, 检验工程师, 主要研究方向为乳及乳制品食品安全检测方法的开发与研究。

E-mail: 847662321@qq.com