

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11163:2015

ISO 5550:2006

Xuất bản lần 1

**CASEIN VÀ CASEINAT -
XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Caseins and caseinates - Determination of moisture content (Reference method)

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11163:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 5550:2006;

TCVN 11163:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F12 *Sữa và sản phẩm sữa* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Casein và caseinat - Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)

Caseins and caseinates - Determination of moisture content (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định độ ẩm của tất cả các loại casein và caseinat.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

2.1

Độ ẩm (moisture content)

Khối lượng hao hụt được xác định bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Độ ẩm được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Phản mẫu thử được sấy ở $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ sau đó cân để xác định khối lượng hao hụt.

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và các các thiết bị, dụng cụ sau:

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc đến 0,1 mg..

4.2 Tủ sấy, thông khí tốt, có thể duy trì ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ toàn bộ khoang sấy.

4.3 Đĩa đáy phẳng đựng chất béo, bằng vật liệu không bị ăn mòn trong các điều kiện thử nghiệm (ví dụ: đĩa thủy tinh có nắp thủy tinh mài hoặc đĩa nhôm hoặc đĩa bằng thép không gỉ) đường kính ít nhất 65 mm (tốt nhất là 75 mm) và sâu ít nhất 25 mm, có nắp đậy kín có thể dễ dàng đóng mở.

4.4 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm (ví dụ gel silica mới làm khô), với dụng cụ đo độ ẩm.

TCVN 11163:2015

4.5 Dụng cụ nghiền, để nghiền mẫu phòng thử nghiệm, (xem 6.4, nếu cần), không tăng nhiệt quá mức và không làm thất thoát hoặc hấp thụ ẩm. Không được sử dụng máy nghiền búa.

4.6 Sàng thử nghiệm, bằng dây vải, đường kính 200 mm, cỡ lỗ danh định 500 μm , có bộ hứng.

5 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)^[1].

6 Chuẩn bị mẫu thử

6.1 Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm bằng cách lắc và đảo chiều vật chứa (sau khi chuyển tất cả mẫu phòng thử nghiệm vào vật chứa kín khí có dung tích vừa đủ để thực hiện thao tác, nếu cần).

6.2 Chuyển khoảng 50 g mẫu phòng thử nghiệm đã trộn kỹ vào sàng thử nghiệm (4.6).

6.3 Nếu 50 g phần mẫu thử lọt hết qua sàng hoặc gần như lọt hết qua sàng thì sử dụng phép xác định mẫu như đã chuẩn bị trong 6.1.

6.4 Cách khác, dùng dụng cụ nghiền (4.5), nghiền 50 g mẫu cho đến khi mẫu lọt hết qua sàng. Chuyển ngay tất cả mẫu đã sàng vào vật chứa kín khí có dung tích vừa đủ và trộn kỹ bằng cách lắc và đảo chiều nhiều lần.

Trong quá trình thao tác, thật cẩn thận tránh làm thay đổi độ ẩm của sản phẩm.

6.5 Sau khi mẫu thử được chuẩn bị, tiến hành phép xác định (xem Điều 7) càng nhanh càng tốt.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị đĩa

7.1.1 Gia nhiệt đĩa không đáy nắp và nắp (4.3) trong tủ sấy (4.2) đặt ở 102 °C trong ít nhất 1 h.

7.1.2 Đặt nắp trên đĩa và chuyển đĩa đã sấy vào bình hút ẩm (4.4). Để đĩa đã sấy nắp nguội đến nhiệt độ phòng cân. Sau đó cân chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến 0,1 mg.

7.2 Phân mẫu thử

7.2.1 Casein

Chuyển vào đĩa khoảng 5 g mẫu thử đã chuẩn bị (6.5). Đậy nắp lên đĩa và cân tất cả chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng chính xác đến 0,1 mg.

7.2.2 Caseinat

Chuyển vào đĩa khoảng 2 g mẫu thử đã chuẩn bị (6.5). Đậy nắp lên đĩa và cân tất cả chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng chính xác đến 0,1 mg.

7.3 Phép xác định

7.3.1 Đặt đĩa không đậy nắp (7.2.1 hoặc 7.2.2) và nắp đĩa vào tủ sấy (4.2) để ở 102 °C trong 3 h.

7.3.2 Đậy lại nắp đĩa và chuyển đĩa đã đậy vào bình hút ẩm (4.4). Để đĩa đã đậy nắp nguội đến nhiệt độ phòng cân. Sau đó cân chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến 0,1 mg.

7.3.3 Gia nhiệt lại đĩa không đậy nắp và nắp đĩa trong tủ sấy (4.2) để ở 102 °C trong 1 h. Sau đó lặp lại bước 7.3.2.

7.3.4 Lặp lại quy trình sấy và cân (7.3.1 đến 7.3.3) cho đến khi khối lượng đĩa và nắp giảm 1 mg hoặc ít hơn hoặc tăng giữa hai lần cân liên tiếp. Đưa vào tính toán khối lượng thấp nhất ghi được.

CHÚ THÍCH Tổng thời gian sấy thường không quá 6 h.

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Tính độ ẩm của mẫu thử, w , biểu thị theo phần trăm khối lượng, sử dụng công thức sau:

$$w = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của đĩa và nắp (7.1.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa, nắp và phần mẫu thử trước khi sấy (7.2.1 hoặc 7.2.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa, nắp và phần mẫu thử sau khi sấy khô (7.3.4), tính bằng gam (g).

8.2 Biểu thị kết quả

Ghi kết quả đến hai chữ số thập phân.

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của hai phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được đưa ra trong Phụ lục A và đã được công bố đối với các caseinat. Các giá trị nhận được từ các phép thử này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các nền mẫu khác với các dải nồng độ và các nền mẫu đã nêu.

Giá trị độ lặp lại và độ tái lập dựa vào kích cỡ của các hạt casein (xem Phụ lục B).

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm liên phòng riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá:

- đối với casein 0,34 %;
- đối với caseinat 0,32 %.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do các người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá:

- đối với casein 0,53 %;
- đối với caseinat 0,41 %.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được và kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra lặp lại.

Phụ lục A
(tham khảo)

Phép thử nghiệm liên phòng

A.1 Casein

Phép thử nghiệm liên phòng quốc tế gồm mười phòng thử nghiệm từ tám quốc gia khác nhau đã được thực hiện trên tám caseins: năm casein rennet và ba casein axit. Cơ quan an toàn thực phẩm và an ninh thực phẩm của Pháp tổ chức thực hiện. Các kết quả thu được được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) đưa ra các dữ liệu chính xác thể hiện trong Bảng A.1. Tất cả các giá trị trong Bảng A.1 được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

Bảng A.1 – Các kết quả phép thử nghiệm liên phòng thử nghiệm trên casein

	Phần mẫu thử (đối với các mẫu xác định, xem ở cuối bảng)								
	A	B	C	D	E	F	G	H	TB
Số phòng thử nghiệm tham gia sau khi đã trừ ngoại lệ	10	9	10	10	10	10	10	10	
Giá trị trung bình, %	9,97	6,82	8,14	8,92	8,50	8,42	7,85	6,78	
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,173	0,017	0,131	0,185	0,129	0,155	0,102	0,072	0,12
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,737	0,247	1,613	2,073	1,512	1,847	1,297	1,055	1,42
Giới hạn lặp lại, r ($=2,8 s_r$), %	0,490	0,048	0,372	0,523	0,364	0,440	0,288	0,202	0,34
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,296	0,123	0,163	0,232	0,127	0,205	0,198	0,150	0,19
Hệ số biến thiên tái lập, %	2,968	1,802	2,008	2,597	1,494	2,442	2,527	2,210	2,26
Giới hạn tái lập, R ($=2,8 s_R$), %	0,837	0,348	0,463	0,655	0,360	0,582	0,562	0,424	0,53
Mẫu: A = casein rennet; B = casein axit; C = casein rennet; D = casein axit; E = casein rennet; F = casein axit; G = casein rennet; H = casein rennet.									

A.2 Caseinat

Phép thử nghiệm liên phòng quốc tế, do Viện nghiên cứu sữa Thụy Sĩ tổ chức, được thực hiện trên sáu mẫu mù kép caseinat. Các kết quả thu được qua phân tích thống kê theo ISO 5725¹⁾ để đưa ra dữ liệu về độ chụm nêu trong Bảng A.2. Các kết quả đối với caseinat đã được công bố^[4]. Tất cả các giá trị trong Bảng A.2 được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

Bảng A.2 – Các kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm trên caseinat

	Phân mẫu thử (đối với các mẫu xác định, xem ở Bảng A.1)						
	A	B	C	D	E	F	TB
Số phòng thử nghiệm tham gia sau khi đã trừ ngoại lệ	12	12	12	12	13	12	
Giá trị trung bình, %	5,54	6,38	6,38	6,98	5,39	8,39	
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,16	0,09	0,09	0,15	0,09	0,10	0,11
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,84	1,48	1,46	2,07	1,63	1,17	1,81
Giới hạn lặp lại, $r (=2,8 s_r)$, %	0,44	0,26	0,26	0,41	0,25	0,27	0,32
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,21	0,12	0,14	0,16	0,11	0,14	0,15
Hệ số biến thiên tái lập, %	3,75	1,89	2,14	2,29	2,11	1,63	2,31
Giới hạn tái lập, $R (=2,8 s_R)$, %	0,58	0,34	0,38	0,45	0,32	0,38	0,41

¹⁾ ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Độ chính xác của phương pháp thử. Xác định độ lặp lại và độ tái lập đối với phương pháp thử chuẩn bằng các thử nghiệm liên phòng thí nghiệm) (hiện nay đã hủy), được sử dụng để thu được dữ liệu về độ chụm.

Phụ lục B
(tham khảo)

Ảnh hưởng của kích cỡ các hạt casein đến số liệu của độ chụm

Bảng B.1 – Ảnh hưởng của kích cỡ các hạt casein lên số liệu của độ chụm

	Phản mẫu thử (để nhận biết mẫu, xem chú thích cuối bảng)							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Khối lượng ban đầu, g	100,30	100,22	100,29	100,00	100,23	100,24	93,87	100,22
Khối lượng giữ lại trên sàng có cỡ lỗ 500 μm , g (là phần khối lượng của khối lượng ban đầu, %)	0,38 (0,4)	0,88 (0,9)	1,09 (1,1)	0,32 (0,3)	0,82 (0,8)	0,24 (0,2)	0,93 (1,0)	1,15 (1,1)
Khối lượng giữ lại trên sàng có cỡ lỗ 315 μm , g (là phần khối lượng của khối lượng ban đầu, %)	0,78 (0,8)	39,79 (39,7)	40,11 (40,0)	1,44 (1,4)	37,47 (37,4)	0,11 (0,1)	41,40 (41,1)	51,76 (51,6)
Khối lượng giữ lại trên sàng có cỡ lỗ 250 μm , g (là phần khối lượng của khối lượng ban đầu, %)	21,92 (21,9)	21,50 (21,5)	26,18 (26,1)	25,60 (25,6)	16,87 (16,8)	5,15 (5,1)	21,18 (22,6)	19,42 (19,4)
Khối lượng giữ lại trên sàng có cỡ lỗ 160 μm , g (là phần khối lượng của khối lượng ban đầu, %)	31,91 (31,8)	24,79 (24,7)	21,92 (21,9)	33,62 (33,6)	25,06 (25,0)	71,24 (71,1)	19,59 (20,9)	17,95 (17,9)
Khối lượng lọt qua sàng có cỡ lỗ 160 μm , g (là phần khối lượng của khối lượng ban đầu, %)	45,08 (44,9)	12,98 (13,0)	10,83 (10,8)	38,86 (38,9)	19,75 (19,7)	23,31 (23,3)	10,34 (11,0)	9,6 (9,6)
Giới hạn lặp lại, r	0,490	0,048	0,372	0,523	0,364	0,440	0,288	0,202
Giới hạn tái lập, R	0,837	0,348	0,463	0,655	0,360	0,582	0,562	0,424
Mẫu: A = casein rennet; B = casein axit; C = casein rennet; D = casein axit; E = casein rennet; F = casein axit; G = casein rennet; H = casein rennet.								
CHÚ THÍCH: Các giá trị độ lặp lại và độ tái lập thu được tỷ lệ nghịch với đường kính của casein.								

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
 - [2] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
 - [3] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
 - [4] *Bulletin of the International Dairy Federation*, No.285, 1993, p. 30
-