

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8081:2013

ISO 6734:2010

Xuất bản lần 2

**SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ TỔNG SỐ
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Sweetened condensed milk –
Determination of total solids content (Reference method)*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 8081:2013 thay thế TCVN 8081:2009;

TCVN 8081:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 6734:2010;

TCVN 8081:2013 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.

Sữa đặc có đường - Xác định hàm lượng chất khô tổng số (Phương pháp chuẩn)

Sweetened condensed milk - Determination of total solids content (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất khô tổng số trong sữa đặc có đường.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng chất khô tổng số (total solids content)

Phần khối lượng của các chất còn lại sau khi sấy theo quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng chất khô tổng số được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được sấy sơ bộ trên nồi cách thủy đun sôi hoặc nồi hơi và sau đó mẫu đã trộn với cát được làm bay hơi tiếp phần nước còn lại trong tủ sấy ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu

Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

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

4.1 Cân phân tích.

4.2 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm hiệu quả (ví dụ: silica gel vừa mới được làm khô có chỉ thị ẩm)

TCVN 8081:2013

4.3 Tủ sấy, thông gió, có khả năng duy trì được nhiệt độ ở $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong toàn bộ khoảng làm việc.

4.4 Đĩa đáy phẳng, cao từ 20 mm đến 25 mm, đường kính từ 50 mm đến 75 mm, được làm bằng vật liệu thích hợp (ví dụ: thép không gỉ, niken hoặc nhôm), có nắp đậy khít và dễ dàng tháo ra được.

4.5 Nồi cách thủy đun sôi hoặc nồi hơi, với phần mở có thể điều chỉnh kích thước.

4.6 Nồi cách thủy, có khả năng duy trì được ở nhiệt độ từ $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.7 Que khuấy ngắn bằng thủy tinh, một đầu dẹt và có kích thước phù hợp với đĩa (4.4).

4.8 Cát thạch anh hoặc cát biển, lọt qua được sàng vải có cỡ lỗ danh định $500\text{ }\mu\text{m}$, nhưng không lọt qua được sàng có cỡ lỗ danh nghĩa $180\text{ }\mu\text{m}$ và phù hợp với phép thử dưới đây.

4.8.1 Cho khoảng 20 g cát vào đĩa cùng với que khuấy (4.7). Sấy đĩa không đậy nắp cùng với cát, que khuấy và nắp trong tủ sấy (4.3) ít nhất 2 h. Đậy nắp, để đĩa nguội trong bình hút ẩm (4.2) đến nhiệt độ phòng cân và cân chính xác đến 0,1 mg.

4.8.2 Làm ẩm cát bằng khoảng 5 ml nước, dùng que khuấy trộn kỹ cát với nước và sấy tiếp đĩa không đậy nắp cùng với cát, que khuấy và nắp trong tủ sấy (4.3) ít nhất 4 h. Đậy nắp, để đĩa nguội trong bình hút ẩm (4.2) đến nhiệt độ phòng và cân lại chính xác đến 0,1 mg.

Chênh lệch giữa hai lần cân không được quá 0,5 mg.

Nếu chênh lệch giữa các lần cân vượt quá 0,5 mg thì cát có thể được xử lý phù hợp cho phép xác định như sau:

Ngâm cát trong axit clohydric 25 % khối lượng ($\rho_{20} \approx 1,12\text{ g/ml}$) trong 3 ngày. Thỉnh thoảng khuấy. Gạn dịch lỏng phía trên càng nhiều càng tốt. Sau đó, rửa cát bằng nước cho đến khi hết phản ứng axit.

Sấy cát ở nhiệt độ khoảng $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ ít nhất 4 h. Sau đó lặp lại phép thử đối với cát như trên.

5 Lấy mẫu

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

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 và vận chuyển.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mở hộp chứa và trộn kỹ sữa bằng thìa hoặc dao trộn. Cho hộp chuyển động xoay theo chiều lên-xuống sao cho các lớp trên và phần ở đáy góc hộp trộn được với nhau. Chú ý gộp hết mẫu sữa còn dính trên thành và đáy hộp chứa.

Chuyển mẫu càng triệt để càng tốt sang bình chứa bằng thủy tinh thứ hai, đậy kín nắp bình. Đun nóng bình đã đậy kín trong nồi cách thủy (4.6) được duy trì trong khoảng 30 °C đến 40 °C. Để nguội về nhiệt độ khoảng từ 20 °C đến 25 °C. Khuấy trộn kỹ mẫu đựng trong bình. Trộn cho đến khi thu được toàn bộ khối lượng mẫu đồng nhất. Đậy nắp bình.

Trong trường hợp mẫu đựng trong ống có thể gấp lại được thì cắt mở ống và chuyển mẫu sang bình chứa bằng thủy tinh. Sau đó cắt hẳn ống và chuyển tất cả mẫu còn dính trong ống càng hết càng tốt sang bình.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị đĩa

Sấy đĩa (4.4), có chứa khoảng 25 g cát (4.8), với nắp để bên cạnh và que khuấy (4.7) để trên nắp, trong tủ sấy (4.3) ít nhất 1 h.

Đậy nắp đĩa (có que khuấy trên nắp), chuyển ngay vào bình hút ẩm (4.2), để nguội đến nhiệt độ phòng (ít nhất 45 min) và cân đĩa cùng với nắp và que khuấy, chính xác đến 0,1 mg.

7.2 Phân mẫu thử

Nghiêng cát về một bên đĩa đã được chuẩn bị (7.1), cho lên phần trống sạch khoảng 2,0 g mẫu thử đã được chuẩn bị, đậy nắp với que khuấy trên nắp và cân lại chính xác đến 0,1 mg.

7.3 Xác định

7.3.1 Cho 5 ml nước vào phần mẫu thử trong đĩa và dùng que khuấy để trộn. Trộn kỹ phần mẫu thử đã được pha loãng với cát, dàn đều hỗn hợp trên đáy của đĩa. Để một đầu que khuấy trong hỗn hợp còn đầu kia dựa vào thành đĩa.

7.3.2 Sấy đĩa đã mở nắp khoảng 30 min trên nồi cách thủy hoặc nồi hơi (4.5) sao cho đáy đĩa tiếp xúc được với hơi, càng nhiều càng tốt, trong giai đoạn đầu dùng que khuấy để đảo trộn hỗn hợp sao cho hỗn hợp được thông khí tốt và trở nên tơi.

7.3.3 Lấy đĩa ra khỏi nồi cách thủy hoặc nồi hơi, sau đó để que khuấy đầu dẹt trong đĩa và sấy đĩa với nắp được mở để bên cạnh, trong tủ sấy (4.3) trong 2 h. Đậy nắp đĩa lại và chuyển ngay vào bình hút ẩm (4.2).

7.3.4 Để đĩa nguội đến nhiệt độ phòng (ít nhất 45 min) rồi cân chính xác đến 0,1 mg.

7.3.5 Sấy lại đĩa với nắp được mở để bên cạnh, trong tủ sấy nhưng chỉ trong 1 h. Đậy nắp đĩa lại và chuyển ngay vào bình hút ẩm. Để đến nguội như trong 7.3.4 và cân chính xác đến 0,1 mg.

7.3.6 Lặp lại các thao tác đã mô tả trong 7.3.5 cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 1 mg. Ghi lại khối lượng thấp nhất.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

Hàm lượng chất khô tổng số, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của đĩa (kể cả cát), nắp và que khuấy (xem 7.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa (kể cả cát), nắp, que khuấy và phần mẫu thử (xem 7.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa, nắp, que khuấy và phần mẫu thử đã khô (kể cả cát) (xem 7.3.6), tính bằng gam (g).

Làm tròn giá trị thu được chính xác đến 0,01 % khối lượng.

8.2 Độ chụm

CHÚ THÍCH: Giá trị độ lặp lại và độ tái lập được biểu thị ở mức xác suất 95 % và thu được từ các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm (xem Tài liệu tham khảo [3]) thực hiện theo ISO 5725:1986^[2].

8.2.1 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ, thu được khi phân tích trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn không nhiều hơn một trong 20 trường hợp có kết quả vượt quá 0,4 g chất khô so với trung bình tổng số chất khô trên 100 g sản phẩm.

8.2.2 Độ tái lập

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được do hai người phân tích, tiến hành trong các phòng thử nghiệm khác nhau, trên vật liệu thử giống hệt nhau không nhiều hơn một trong 20 trường hợp có kết quả vượt quá 0,6 g chất khô so với trung bình tổng số chất khô trên 100 g sản phẩm.

¹ ISO 5725:1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory test* đã được hủy, được thay bằng bộ tiêu chuẩn ISO 5725 (gồm 6 phần) và đã được chấp nhận thành bộ TCVN 6910 (ISO 5725).

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về 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 thao tác chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được;
- f) nếu kiểm tra độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*
 - [2] ISO 5725:1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*
 - [3] STEIGER, G., MARTENS, R. *Bull. Int. Dairy Fed.* 1986, (207).
-