

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7084:2010

ISO 1736:2008

Xuất bản lần 2

**SỮA BỘT VÀ SẢN PHẨM SỮA BỘT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Dried milk and dried milk products – Determination of fat content –
Gravimetric method (Reference method)*

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 7084:2010 thay thế TCVN 7084:2002;

TCVN 7084:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 1736:2008/IDF 9:2008;

TCVN 7084:2010 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa bột và sản phẩm sữa bột – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)

*Dried milk and dried milk products – Determination of fat content –
Gravimetric method (Reference method)*

CẢNH BÁO – Việc áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đưa ra được tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn và sức khoẻ thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo trong sữa bột và sản phẩm sữa bột. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho sữa bột có hàm lượng chất béo bằng hoặc lớn hơn 40 % (phần khối lượng), sữa bột nguyên chất, sữa bột tách một phần chất béo, sữa bột gầy, whey bột, buttermilk bột và butter serum bột.

Phương pháp này không áp dụng cho sữa bột có chứa các mảng cứng không hòa tan trong dung dịch amoniac hoặc sữa bột có chứa một lượng đáng kể các axit béo tự do.

CHÚ THÍCH: Khi sữa bột chứa các mảng cứng không hoà tan trong dung dịch amoniac hoặc có chứa một lượng đáng kể các axit béo tự do mà có thể nhận biết bằng mùi khác biệt, thì kết quả của phép xác định sẽ rất thấp. Trong các trường hợp đó, nên sử dụng nguyên tắc Weibull-Bentrop (xem ISO 8262-3) ^[3]

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7150 (ISO 835), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ*.

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức một vạch*.

TCVN 7084:2010

TCVN 8488 (ISO 4788), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Ống đong chia độ.*

ISO 3889, *Milk and milk products – Determination of fat content – Mojonnier-type fat extraction flasks (Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier)*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1
Hàm lượng chất béo của sữa bột và sản phẩm sữa bột (fat content of dried milk and dried milk products)

Phần khối lượng của các chất xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng chất béo được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Dung dịch etanol amoniac của phần mẫu thử được chiết bằng ete dietyl và dầu nhẹ. Loại bỏ các dung môi bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi. Xác định khối lượng của các chất chiết được.

CHÚ THÍCH: Nguyên tắc này thường được gọi là nguyên tắc Rose-Gottlieb.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

Thuốc thử phải không để lại lượng cặn đáng kể khi tiến hành xác định theo phương pháp quy định (xem 9.2.2).

5.1 Dung dịch amoniac, chứa khoảng 25 % phần khối lượng NH_3 ($\rho_{20} = 910 \text{ g/l}$).

CHÚ THÍCH: Nếu không có sẵn dung dịch amoniac nồng độ này, thì có thể sử dụng dung dịch có nồng độ đậm đặc hơn đã biết (xem 9.4.2).

5.2 Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), hoặc etanol đã bị metanol làm biến tính, chứa ít nhất 94 % phần thể tích etanol (xem A.5).

5.3 Dung dịch đỏ Congo

Hoà tan 1 g đỏ Congo ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) trong nước đựng trong bình định mức một vạch dung tích 100 ml (6.14). Thêm nước đến vạch.

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng dung dịch này để phân biệt rõ hơn lớp phân cách giữa dung môi và lớp nước (xem 9.4.4) là tùy chọn. Có thể sử dụng các dung dịch chỉ thị dạng nước khác nếu không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

5.4 Ete dietyl ($C_2H_5OC_2H_5$), không chứa các peroxit (xem A.3), chứa không quá 2 mg/kg các chất chống oxi hoá và phù hợp với các yêu cầu về phép thử mẫu trắng (xem 9.2.2, A.1 và A.4).

CẢNH BÁO – Việc sử dụng ete dietyl có thể gây nguy hiểm. Phải tuân thủ các quy định về an toàn trong xử lý, sử dụng và thải bỏ.

5.5 Dầu nhẹ, có dải sôi từ 30 °C đến 60 °C, hoặc thay bằng **pentan** ($CH_3(CH_2)_3CH_3$) có điểm sôi 36 °C và phù hợp với các yêu cầu về phép thử mẫu trắng (xem 9.2.2, A.1 và A.4).

Nên sử dụng pentan vì có độ tinh khiết cao và chất lượng ổn định.

5.6 Dung môi hỗn hợp

Được chuẩn bị ngay trước khi sử dụng bằng cách trộn các thể tích bằng nhau của ete dietyl (5.4) và dầu nhẹ (5.5).

6 Thiết bị, dụng cụ

CẢNH BÁO – Vì phép xác định này có sử dụng các dung môi bay hơi dễ cháy, nên tất cả các thiết bị điện được dùng phải tuân theo quy định an toàn khi sử dụng các dung môi này.

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg, với số đọc 0,1 mg.

6.2 Máy li tâm, có thể giữ các bình hoặc các ống chiết chất béo (6.6) và có thể quay với vận tốc từ 500 min^{-1} đến 600 min^{-1} để tạo ra được gia tốc hướng tâm khoảng 80 g đến 90 g ở miệng bình hoặc miệng ống.

Nên sử dụng máy li tâm nhưng không bắt buộc (xem 9.4.7).

6.3 Thiết bị chưng cất hoặc làm bay hơi, để chưng cất các dung môi và etanol từ các bình đun sôi hoặc bình nón, hoặc làm bay hơi từ các cốc có mở hoặc các đĩa (xem 9.4.14) ở nhiệt độ không quá 100 °C.

6.4 Tủ sấy, đốt nóng bằng điện, có các lỗ thông hơi mở hoàn toàn, có thể duy trì ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ tại tất cả các vị trí trong khoang sấy.

Tủ sấy được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

6.5 Nồi cách thủy, có thể duy trì ở nhiệt độ $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.6 Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier, theo quy định trong ISO 3889.

CHÚ THÍCH: Cũng có thể sử dụng ống chiết chất béo, có xiphông hoặc gắn với chai rửa, nhưng cách tiến hành là khác nhau. Quy trình thay thế nêu trong Phụ lục B.

Các bình chiết chất béo phải được đậy bằng nút bần có chất lượng tốt hoặc nút làm bằng vật liệu khác (ví dụ như cao su silicon hoặc polytetrafluoroetylen) không bị ảnh hưởng bởi các thuốc thử được sử dụng. Nút bần phải được xử lý bằng ete dietyl (5.4), ngâm trong nước ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 60 °C ít nhất 15 min và sau đó làm nguội trong nước sao cho được bão hoà nước khi sử dụng.

6.7 Giá đỡ, để giữ bình chiết chất béo (hoặc ống) (6.6).

6.8 Chai rửa, thích hợp cho việc sử dụng dung môi hỗn hợp (5.6).

Không dùng chai rửa làm bằng chất dẻo.

6.9 Bình thu nhận chất béo, như bình đun sôi (đáy phẳng), có dung tích từ 125 ml đến 250 ml, bình nón có dung tích 250 ml, hoặc các đĩa bằng kim loại.

Nếu sử dụng đĩa bằng kim loại, thì chúng phải làm bằng thép không gỉ, có đáy phẳng, đường kính từ 80 mm đến 100 mm và cao khoảng 50 mm.

6.10 Hạt trợ sôi, không chứa chất béo, bằng sứ không xốp hoặc cacbua silicon (việc sử dụng đĩa kim loại là tùy chọn).

6.11 Ống đong, có dung tích 5 ml và 25 ml, phù hợp với loại A quy định trong ISO 4788 hoặc dụng cụ bất kỳ thích hợp cho sản phẩm có liên quan.

6.12 Pipet, chia độ, dung tích 10 ml, phù hợp với loại A quy định trong TCVN 7150 (ISO 835).

6.13 Bộ kẹp, làm bằng kim loại, để giữ bình, cốc có mỏ hoặc đĩa.

6.14 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042).

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707) ^[2].

Bảo quản các mẫu phòng thử nghiệm ở nhiệt độ từ 2 °C đến 6 °C kể từ thời điểm lấy mẫu đến khi bắt đầu thử nghiệm.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu thử bằng cách quay và đảo chiều hộp đựng mẫu nhiều lần. Chuyển hết mẫu thử sang hộp đựng kín khí có thể tích gấp khoảng hai lần thể tích mẫu thử để tiến hành, nếu cần.

9 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH 1: Nếu cần kiểm tra sự thoả mãn về giới hạn độ lặp lại (11.2), thì thực hiện hai phép xác định đơn theo 9.1 đến 9.4.

CHÚ THÍCH 2: Quy trình thay thế sử dụng các ống chiết chất béo có xiphông hoặc gắn với chai rửa (xem chú thích trong 6.6), được nêu trong Phụ lục B.

9.1 Phân mẫu thử

Trộn mẫu thử (Điều 8) bằng cách khuấy nhẹ hoặc xoay và đảo chiều hộp đựng mẫu vài lần. Cân ngay một trong các phần mẫu thử dưới đây, chính xác đến 1 mg, cho trực tiếp hoặc gián tiếp vào bình chiết chất béo (6.6):

- khoảng 1,000 g sữa bột có hàm lượng chất béo cao, sữa bột nguyên chất hoặc butter serum bột;
- khoảng 1,500 g sữa bột tách một phần chất béo;
- khoảng 1,500 g sữa bột gầy;
- khoảng 1,500 g whey bột;
- khoảng 1,500 g buttermilk bột.

Chuyển càng hết càng tốt phần mẫu thử vào bầu thấp hơn (bầu nhỏ) của bình chiết chất béo.

9.2 Phép thử trắng

9.2.1 Phép thử trắng đối với phương pháp

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, sử dụng cùng một quy trình và cùng loại thuốc thử, nhưng thay phần mẫu thử đã hòa tan thu được trong 9.4.1 bằng 10 ml nước (xem A.2).

Khi một mẫu trắng được sử dụng cho một mẻ mẫu thử gồm nhiều mẫu riêng lẻ có thể không có các điều kiện hoàn toàn giống nhau, thì cần đảm bảo rằng quy trình sử dụng để thu được giá trị mẫu trắng dùng trong tính kết quả đúng với quy trình dùng cho mẫu thử riêng lẻ.

Nếu giá trị thu được đối với mẫu thử mẫu trắng thường vượt quá 1,0 mg, thì kiểm tra lại thuốc thử, nếu ngay trước đó chưa được thực hiện (9.2.2). Việc hiệu chỉnh lại kết quả vượt quá 2,5 mg phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

9.2.2 Phép thử trắng đối với thuốc thử

Để kiểm tra chất lượng thuốc thử, thì tiến hành thử mẫu trắng theo quy định trong 9.2.1. Ngoài ra, sử dụng một bình thu nhận chất béo rỗng, được chuẩn bị theo 9.3 dùng cho mục đích kiểm chứng khối lượng. Các thuốc thử không được để lại lượng cặn vượt quá 1,0 mg (xem A.1).

Nếu phần cặn thu được trong phép thử trắng đối với thuốc thử lớn hơn 1,0 mg, thì xác định lượng cặn của các dung môi riêng rẽ bằng cách chưng cất với 100 ml ete dietyl (5.4) và dầu nhẹ (5.5), tương ứng. Sử dụng một bình thu nhận chất béo rỗng đã được chuẩn bị cho mục đích đối chứng khối lượng như trên, để thu được khối lượng thực của lượng cặn không vượt quá 1,0 mg.

Rất hiếm khi gặp trường hợp các dung môi có thể chứa chất bay hơi bị giữ lại lâu ở trong chất béo. Nếu có dấu hiệu có mặt của các chất đó thì tiến hành phép thử trắng cho tất cả các thuốc thử và đối với từng dung môi thì sử dụng một bình thu nhận chất béo với khoảng 1 g butterfat khan. Nếu cần, chưng cất lại các dung môi với 1 g butterfat khan trên 100 ml dung môi. Chỉ sử dụng các dung môi này một thời gian ngắn sau khi chưng cất lại.

Thay các thuốc thử, dung môi, hoặc dung môi được chưng cất lại không đáp ứng được các yêu cầu.

9.3 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Sấy khô bình thu nhận chất béo (6.9) cùng một ít hạt trợ sôi (6.10) trong tủ sấy (6.4) ở nhiệt độ 102 °C trong 1 h.

CHÚ THÍCH 1: Các hạt trợ sôi là để giúp cho sôi nhẹ trong suốt quá trình loại bỏ các dung môi, đặc biệt khi sử dụng bình thu nhận chất béo bằng thủy tinh; việc sử dụng các hạt trợ sôi khi dùng đĩa kim loại là tùy chọn.

Giữ bình thu nhận chất béo khỏi bụi và làm nguội bình đến nhiệt độ phòng cân (để bình thu nhận chất béo bằng thủy tinh ít nhất 1 h; đĩa kim loại ít nhất 30 min).

Để tránh việc chưa đủ nguội hoặc thời gian để nguội quá dài, không nên đặt bình thu nhận chất béo trong bình hút ẩm.

Sử dụng bộ kẹp (6.13) để đặt bình thu nhận chất béo lên cân. Cân bình thu nhận chất béo này chính xác đến 1,0 mg.

CHÚ THÍCH 2: Cụ thể, nên dùng bộ kẹp để tránh làm thay đổi nhiệt độ.

9.4 Phép xác định

9.4.1 Cần tiến hành xác định ngay.

Cho khoảng 10 ml nước đã được làm ấm sơ bộ đến $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào bình chiết chất béo chứa phần mẫu thử (9.1) để nhận được tổng thể tích từ 10 ml đến 11 ml. Dùng nước để rửa phần mẫu thử ở trong bầu nhỏ của bình chiết chất béo. Trộn kỹ phần mẫu thử trong bầu nhỏ cho đến khi phần mẫu thử bị phân tán hoàn toàn.

9.4.2 Thêm 2 ml dung dịch amoniac (5.1), hoặc một thể tích tương đương của dung dịch amoniac đậm đặc hơn (xem Chú thích trong 5.1) vào phần mẫu thử (9.4.1). Trộn kỹ phần mẫu thử trong bầu nhỏ của bình chiết chất béo.

9.4.3 Làm nóng bình đến $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong nồi cách thủy (6.5) trong khoảng từ 15 min đến 20 min và thỉnh thoảng lắc bình. Làm nguội bình dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng.

9.4.4 Thêm 10 ml etanol (5.2). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu to và bầu nhỏ. Không để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Nếu cần, cho thêm 2 giọt dung dịch đỏ Congo (5.3).

9.4.5 Thêm 25 ml ete dietyl (5.4). Đậy bình chiết chất béo bằng nút bần đã bão hoà nước hoặc bằng nút làm từ các vật liệu khác đã được thấm ướt bằng nước (6.6). Lắc mạnh bình trong vòng 1 min nhưng không quá mạnh để tránh tạo nhũ bèn.

Trong khi lắc, giữ bình chiết chất béo ở tư thế nằm ngang và bầu nhỏ hướng lên trên, cho chất lỏng chảy từ bầu lớn sang bầu nhỏ một cách định kỳ. Nếu cần, làm nguội bình dưới dòng nước chảy đến khoảng nhiệt độ phòng. Cẩn thận mở nút bần hoặc nút khác, tráng nút và cổ bình bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Dùng chai rửa (6.8) để tráng bình.

9.4.6 Thêm 25 ml dầu nhẹ (5.5). Đậy nắp bình chiết chất béo bằng nút bần hoặc nút khác đã làm ướt lại (bằng cách ngâm vào trong nước). Trộn nhẹ nhàng trong vòng 30 s như trong 9.4.4. Tiến hành lắc như trong 9.4.5.

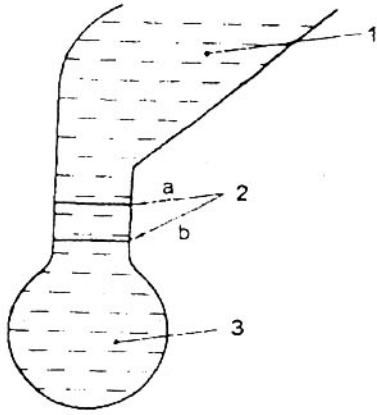
9.4.7 Li tâm bình chiết chất béo đã đậy nút trong vòng từ 1 min đến 5 min với gia tốc hướng tâm khoảng 80 g đến 90 g. Nếu không có máy li tâm (6.2), thì đặt bình đã đậy nút trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi thấy có lớp nổi trên bề mặt rõ rệt và phân biệt rõ với lớp chất lỏng. Làm nguội dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng, nếu cần.

9.4.8 Cẩn thận tháo nút bần hoặc nút khác ra, tráng nút và phía trong cổ bình chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Dùng chai rửa (6.8) để tráng sao cho nước rửa chảy vào bình. Nếu mặt lớp phân cách thấp hơn chỗ thắt cổ bình, thì nâng nhẹ lớp phân cách lên bằng cách cho thêm nước nhẹ theo thành bình (xem Hình 1) để gạt dung môi được dễ dàng.

CHÚ THÍCH: Ở Hình 1 và Hình 2, mô tả một trong ba loại bình chiết chất béo đã được chọn theo quy định trong ISO 3889 nhưng điều này không có nghĩa là nó được ưu tiên hơn các loại khác

TCVN 7084:2010

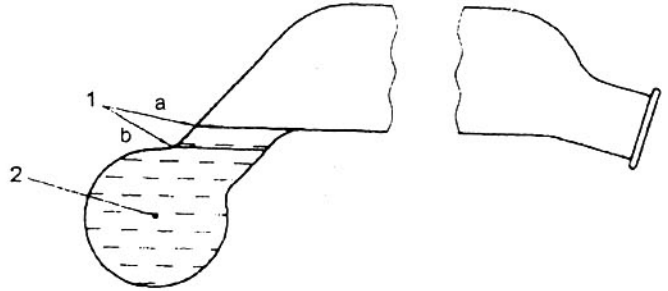
9.4.9 Giữ bình chiết chất béo tại bầu nhỏ và cẩn thận gạt càng nhiều càng tốt lớp nổi trên bề mặt vào bình nhận chất béo đã được chuẩn bị (xem 9.3) có chứa một ít hạt trợ sôi (6.10) nếu sử dụng bình đun sôi hoặc bình nún (còn đối với đĩa kim loại thì tùy ý). Tránh không gạt bất kỳ một tí lớp chất lỏng nào vào bình (xem Hình 2)



CHÚ DẪN

- 1 Dung môi
- 2 Lớp phân cách
- 3 Lớp chất lỏng
- a Tại lần chiết thứ hai và thứ ba
- b Tại lần chiết thứ nhất

Hình 1 – Trước khi gạt



CHÚ DẪN

- 1 Lớp phân cách
- 2 Lớp chất lỏng
- a Tại lần chiết thứ hai và thứ ba
- b Tại lần chiết thứ nhất

Hình 2 – Sau khi gạt

9.4.10 Tráng phía ngoài cổ bình chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Thu lấy nước rửa vào bình nhận chất béo. Trộn cẩn thận để dung môi hỗn hợp không tràn ra thành ngoài của bình chiết. Nếu cần, loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình nhận bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi như trong 9.4.14.

9.4.11 Thêm 5 ml etanol (5.2) vào chất chứa trong bình chiết chất béo. Dùng etanol để tráng thành trong cổ bình và lắc như trong 9.4.4.

9.4.12 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác như trong 9.4.5 đến 9.4.9. Nhưng chỉ dùng 15 ml ete dietyl (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5) thay vì 25 ml. Cũng dùng ete dietyl để tráng thành trong của cổ bình chiết chất béo.

Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách lên một chút đến giữa cổ bình bằng cách thêm một ít nước nhẹ nhàng theo thành bình (xem Hình 1) để gạt dung môi càng hết càng tốt (xem Hình 2).

9.4.13 Thực hiện chiết lần ba, không cho thêm etanol, bằng cách lặp lại các thao tác như trong 9.4.5 đến 9.4.9, chỉ dùng 15 ml ete dietyl (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5). Dùng ete dietyl để tráng lại thành trong của cổ bình chiết chất béo.

Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách lên một chút đến giữa cổ bình bằng cách thêm một ít nước nhẹ nhàng theo thành bình (xem Hình 1) để có thể gạn dung môi càng hết càng tốt (xem Hình 2)

CHÚ THÍCH: Lần chiết thứ ba có thể bỏ qua đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo nhỏ hơn 5 % phần khối lượng.

9.4.14 Loại bỏ các dung môi (kể cả etanol) càng hết càng tốt ra khỏi bình nhận chất béo bằng cách chưng cất nếu sử dụng bình đun sôi hoặc bình nón, hoặc làm bay hơi nếu sử dụng cốc có mỏ hoặc đĩa (6.3). Tráng thành trong của cổ bình đun sôi hoặc bình nón bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6) trước khi bắt đầu chưng cất.

9.4.15 Làm nóng bình thu nhận chất béo, gồm bình đun sôi hoặc bình nón trong 1 h, trong tủ sấy (6.4) ở nhiệt độ 102 °C và đặt bình nằm nghiêng để hơi dung môi thoát ra được. Lấy bình thu nhận chất béo ra khỏi tủ sấy và kiểm tra ngay xem chất béo đã sạch chưa. Nếu chất béo chưa sạch, còn nghi ngờ có tạp chất thì phải tiến hành lại toàn bộ quy trình. Nếu chất béo đã sạch thì bảo vệ bình thu nhận chất béo khỏi bụi và để nguội bình tới nhiệt độ phòng cân (không nên để trong bình hút ẩm) (đối với bình thủy tinh tối thiểu 1 h, đĩa kim loại tối thiểu 30 min).

Không lau bình thu nhận chất béo ngay trước lúc cân. Dùng kẹp (6.13) để đặt bình lên cân. Cân bình chính xác đến 1,0 mg.

9.4.16 Làm nóng bình thu nhận chất béo, với bình đun sôi hoặc bình nón nằm nghiêng để hơi dung môi thoát ra được, để trong tủ sấy (6.4) ở nhiệt độ 102 °C thêm 30 min. Làm nguội và cân lại theo 9.4.15. Nếu cần, tiến hành đun nóng và cân lại cho đến khi khối lượng của bình thu nhận chất béo giữa hai lần cân liên tiếp tăng hoặc giảm ít hơn hoặc bằng 1,0 mg. Ghi khối lượng tối thiểu là khối lượng của bình thu nhận chất béo và chất chiết được.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính

Tính hàm lượng chất béo của mẫu, w_f , bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau :

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

Trong đó:

TCVN 7084:2010

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của bình thu nhận chất béo và chất chiết được, xác định theo 9.4.16, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình thu nhận chất béo đã được chuẩn bị (9.3), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của bình thu nhận chất béo sử dụng trong phép thử trắng (9.2) và những chất chiết xác định được trong 9.4.16, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của bình thu nhận chất béo (9.3) sử dụng trong phép thử trắng (9.2), tính bằng gam (g).

10.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến số thập phân thứ hai.

11 Độ chụm

11.1 Thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với ISO 5725:1986¹⁾ về độ chụm của phương pháp được nêu trong Tài liệu tham khảo [4].

Các giá trị về giới hạn độ tái lập và độ lặp lại được biểu thị ở mức xác suất 95 % và có thể không thể áp dụng cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ 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 quá 5 % các trường hợp lớn hơn phần khối lượng chất béo của:

- 0,20 % đối với sữa bột nguyên chất và sữa bột có hàm lượng chất béo cao;
- 0,15 % đối với sữa bột tách một phần chất béo và buttermilk;
- 0,10 % đối với sữa bột gầy và whey bột.

11.3 Độ tái lập

¹⁾ ISO 5725:1986 (đã hủy) đã được sử dụng để thu các dữ liệu về độ chụm.

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

- a) 0,30 % đối với sữa bột nguyên chất và sữa bột có hàm lượng chất béo cao;
- b) 0,25 % đối với sữa bột tách một phần chất béo và buttermilk bột;
- c) 0,20 % đối với sữa bột gầy và whey bột.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã dùng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã dùng, cũng như viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) việc hiệu chỉnh đã thực hiện, khi giá trị lớn hơn 2,5 mg thu được trong phép thử trắng đối với phương pháp;
- f) kết quả thu được, hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các chú thích về cách tiến hành

A.1 Phép thử trắng để kiểm tra thuốc thử (xem 9.2.2)

Trong phép thử trắng này, bình thu nhận chất béo dùng cho mục đích kiểm chứng khối lượng cần được sử dụng sao cho các thay đổi trong điều kiện môi trường của phòng cân hoặc ảnh hưởng nhiệt độ đến bình thu nhận chất béo không làm ảnh hưởng đến việc xem xét sự có mặt hay không có mặt của chất không bay hơi có trong phần chiết của thuốc thử. Bình thu nhận chất béo này có thể được dùng như bình đối trọng trong trường hợp cân có hai đĩa cân. Mặt khác, chênh lệch khối lượng biểu kiến ($m_3 - m_4$ trong 10.1) của bình thu nhận chất béo dùng cho mục đích đối chứng phải được xem xét khi kiểm tra khối lượng của bình thu nhận chất béo dùng trong phép thử trắng. Do đó, sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo, được điều chỉnh cho sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo dùng cho mục đích kiểm chứng, cho thấy không tăng quá 1,0 mg.

Rất hiếm khi gặp trường hợp các dung môi có thể chứa chất bay hơi bị giữ lại lâu ở trong chất béo. Nếu thấy sự có mặt của các chất như thế cần tiến hành phép thử mẫu trắng đối với tất cả các thuốc thử và với từng dung môi thì sử dụng một bình thu nhận chất béo với khoảng 1 g butterfat khan. Nếu cần, chưng cất lại các dung môi với 1 g butterfat khan trên 100 ml dung môi. Chỉ sử dụng các dung môi này trong khoảng thời gian ngắn sau khi chưng cất lại.

A.2 Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định (xem 9.2.1)

Giá trị thu được trong phép thử trắng được tiến hành đồng thời với việc xác định, có khối lượng biểu kiến của các chất chiết được từ phần mẫu thử ($m_1 - m_2$) được hiệu chỉnh cho sự có mặt của một số chất không bay hơi được chiết từ thuốc thử và cũng như đối với bất kì sự thay đổi nào về điều kiện môi trường của phòng cân và chênh lệch về nhiệt độ giữa bình thu nhận chất béo và phòng cân tại hai lần cân (9.4.16 và 9.3).

Trong các điều kiện thích hợp (giá trị thấp trong phép thử mẫu trắng đối với thuốc thử, nhiệt độ của phòng cân không đổi, thời gian làm nguội cho bình thu nhận chất béo vừa đủ), thì giá trị này thường nhỏ hơn 1,0 mg và sau này có thể bỏ qua ở phần tính kết quả trong các phép xác định thông thường. Các giá trị lớn hơn một chút (dương và âm) lên đến 2,5 mg cũng thường gặp. Sau khi điều chỉnh các giá trị này, các kết quả sẽ chính xác. Khi điều chỉnh giá trị lớn hơn 2,5 mg thì phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm (Điều 12).

Nếu giá trị thu được trong phép thử mẫu trắng thường lớn hơn 1,0 mg thì phải kiểm tra lại thuốc thử nếu trước đó thuốc thử chưa được kiểm tra. Thuốc thử có lẫn tạp chất hoặc có vết thì cần phải thay thế hoặc làm sạch (xem 9.2.2 và A.1).

A.3 Phép thử peroxit

Để thử peroxit, thêm 1 ml dung dịch kali iodua nồng độ 100 g/l mới chuẩn bị vào 10 ml ete dietyl (5.4) đựng trong ống đong nhỏ có nắp thủy tinh trước đó đã được tráng bằng ete. Lắc ống đong và sau đó để yên trong 1 min. Không quan sát thấy có màu vàng trong lớp ete dietyl.

Có thể sử dụng các phương pháp thử nghiệm thích hợp khác đối với peroxit.

Để đảm bảo cho ete dietyl không chứa peroxit và duy trì sự không có mặt của peroxit thì xử lý ete dietyl ít nhất là ba ngày trước khi sử dụng như sau.

Cắt lá kẽm thành những dải để ít nhất là chúng chạm được đến nửa chai đựng ete dietyl, dùng khoảng 8000 mm² lá kẽm cho 1 lit ete dietyl.

Trước khi sử dụng, nhúng toàn bộ các dải lá kẽm này 1 min trong dung dịch chứa 10 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước (CuSO₄.5H₂O) và 2 ml axit sulfuric đậm đặc (98 % phần khối lượng) trên lit. Rửa kỹ các dải này nhẹ nhàng bằng nước, rồi đặt các dải đã mạ đồng còn ướt này vào trong chai đựng ete dietyl và để các dải này trong chai.

Có thể dùng các phương pháp khác với điều kiện là không làm ảnh hưởng đến kết quả xác định.

A.4 Ete dietyl có chứa chất chống oxi hoá

Ete dietyl có chứa khoảng 1 mg chất chống oxi hoá trên kilogam có bán sẵn ở một số nước, đặc biệt là dùng để xác định chất béo. Hàm lượng này không dùng cho mục đích đối chứng.

Ở một số quốc gia khác, có bán sẵn ete dietyl chứa hàm lượng chất chống oxi hoá cao hơn, ví dụ như lên đến 7 mg/kg. Những ete này chỉ nên sử dụng cho những phép xác định thông thường cùng với các phép thử mẫu trắng bắt buộc tiến hành đồng thời với việc xác định để điều chỉnh những sai số hệ thống do dư lượng của chất chống oxi hoá gây ra. Đối với mục đích đối chứng, ete dietyl này phải luôn được chưng cất trước khi sử dụng.

A.5 Etanol

Có thể sử dụng etanol đã biến tính bằng cách sử dụng thêm metanol, với điều kiện là chất làm biến tính đó không làm ảnh hưởng đến kết quả của phép xác định.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Cách tiến hành khác dùng ống chiết chất béo có xiphông hoặc có gắn với chai rửa

B.1 Khái quát

Nếu sử dụng ống chiết chất béo có xiphông hoặc có gắn với chai rửa thì tiến hành theo quy định trong Phụ lục này. Các ống phải có nút bần hoặc nút khác có chất lượng tốt theo quy định đối với bình trong 6.6 (xem Hình B.1 như là một ví dụ).

B.2 Cách tiến hành

B.2.1 Chuẩn bị mẫu thử

Xem Điều 8.

B.2.2 Phân mẫu thử

Tiến hành theo quy định trong 9.1 nhưng sử dụng các ống chiết chất béo (xem Chú thích trong 6.6 và Hình B.1).

Phân mẫu thử này phải cố gắng chuyển càng hết càng tốt sang đáy của ống chiết chất béo.

B.2.3 Phép thử trắng

Xem 9.2 và A.2.

B.2.4 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Xem 9.3.

B.2.5 Phép xác định

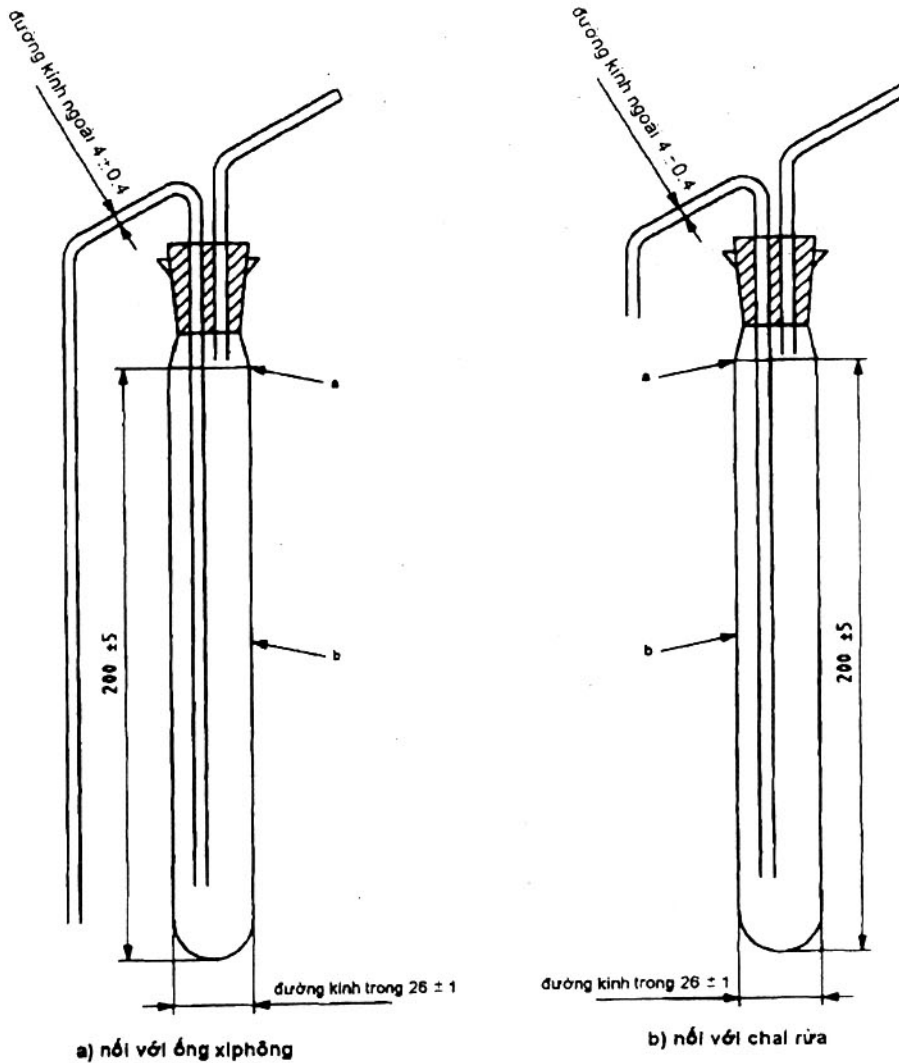
B.2.5.1 Cần tiến hành xác định ngay.

Thêm 10 ml nước ở nhiệt độ $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào phần mẫu thử đựng trong ống chiết chất béo (B 2 2) đồng thời rửa luôn phần mẫu thử xuống đáy ống. Trộn kỹ.

B.2.5.2 Thêm 2 ml dung dịch amoniac (5.1), hoặc một thể tích tương đương của dung dịch amoniac đậm đặc hơn (xem Chú thích ở 5.1) vào phần mẫu thử trong bình chiết chất béo (B.2.5.1). Trộn kĩ với phần mẫu thử đã xử lí trước ở đáy của ống chiết chất béo.

B.2.5.3 Làm nóng ống ở nhiệt độ $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong nồi cách thủy (6.5) trong vòng từ 15 min đến 20 min và thỉnh thoảng lắc nhẹ. Làm nguội dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng.

Kích thước tính bằng milimet



CHÚ DẪN

- a Dung tích ở mức này đã tháo khớp nối xiphông là $105\text{ ml} \pm 5\text{ ml}$
 b Độ dày thành ống là $1,5\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$

Hình B.1 – Các ví dụ về ống chiết

TCVN 7084:2010

B.2.5.4 Thêm 10 ml etanol (5.2). Trộn kĩ một cách nhẹ nhàng với hỗn hợp ở đáy ống. Nếu cần, thêm 2 giọt dung dịch đỏ Congo (5.3).

B.2.5.5 Thêm 25 ml ete dietyl (5.4). Đậy nắp ống chiết chất béo bằng nút bần đã bão hoà nước hoặc nắp làm từ vật liệu khác đã làm thấm nước (xem 6.6). Lắc mạnh ống, nhưng không để trào ra ngoài và lật ngược ống nhiều lần trong khoảng 1 min để tránh tạo nhũ bền. Nếu cần, làm nguội ống dưới dòng nước chảy. Tháo nút bần hoặc nút khác một cách cẩn thận, tráng nút và cổ ống bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Dùng chai rửa (6.8) để tráng sao cho nước rửa chảy vào ống chiết.

B.2.5.6 Thêm 25 ml dầu nhẹ (5.5). Đậy ống chiết chất béo bằng nút bần hoặc nút khác đã làm ướt lại nước (bằng cách ngâm vào nước). Lắc nhẹ ống trong 30 s như trong B.2.5.5.

B.2.5.7 Li tâm ống chiết chất béo đã đậy nút từ 1 min đến 5 min ở gia tốc hướng tâm khoảng 80 g đến 90 g. Nếu không có máy li tâm (6.2), thì đặt ống đã đậy nắp trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi thấy có lớp nổi lên bề mặt rõ rệt và phân biệt rõ với lớp chất lỏng. Nếu cần, làm nguội ống chiết dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng.

B.2.5.8 Cẩn thận tháo bỏ nút bần hoặc nút khác, tráng nút và phía trong ống chiết bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Dùng chai rửa (6.8) để tráng sao cho nước rửa chảy vào ống chiết.

B.2.5.9 Lắp khớp nối xiphông hoặc nối với chai rửa vào ống chiết chất béo. Đẩy ống nối bên trong cho đến khoảng 4 mm cao hơn mặt tiếp xúc giữa các lớp. Ống nối phía bên trong phải song song với trục của ống chiết chất béo.

Cẩn thận gạt lớp nổi trên bề mặt của ống chiết chất béo vào bình nhận chất béo (xem 9.3) có chứa một ít hạt trợ sôi (6.10) trong trường hợp sử dụng bình đun sôi hoặc bình nón (còn đối với đĩa kim loại thì tuỳ ý) không gạt bất kì một chút nào của lớp chất lỏng lẫn vào. Tráng phía ngoài khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, thu lấy nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

CHÚ THÍCH: Có thể chuyển lớp nổi trên bề mặt ra khỏi ống chiết chất béo. ví dụ dùng bầu cao su nối với đoạn ống ngắn để tạo áp suất.

B.2.5.10 Tháo khớp nối khỏi cổ của ống chiết chất béo. Nâng nhẹ khớp nối và tráng phần thấp hơn của ống nối bên trong bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Hạ thấp và lắp lại khớp nối và chuyển nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

Tiếp tục tráng rửa lại khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, thu nước rửa vào bình nhận chất béo. Nếu cần, loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình nhận bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi như trong 9.4.14.

B.2.5.11 Tháo lại khớp nối khỏi cổ của ống. Nâng nhẹ khớp nối và thêm 5 ml etanol vào trong lượng chứa trong ống chiết chất béo. Dùng etanol để tráng thành trong của khớp nối. Trộn theo B.2.5.4

B.2.5.12 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác như trong B.2.5.5 đến B.2.5.10. Chỉ dùng 15 ml ete dietyl (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5) thay vì 25 ml. Dùng ete dietyl để tráng thành trong của khớp nối khi tháo khớp nối ra khỏi ống chiết sau lần chiết lần trước.

B.2.5.13 Thực hiện chiết lần ba, không cho thêm etanol, bằng cách lặp lại các thao tác như trong B.2.5.5 đến B.2.5.10. Tiếp tục, chỉ dùng 15 ml ete dietyl (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5). Dùng ete dietyl tráng thành trong của khớp nối như trong B.2.5.12.

CHÚ THÍCH: Lần chiết thứ ba có thể bỏ qua đối với sữa có hàm lượng chất béo nhỏ hơn 5 % phần khối lượng.

B.2.5.14 Tiến hành tiếp theo như trong 9.4.14 đến 9.4.16.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*
- [2] ISO 5725:1986 ²⁾, *Precision of test method – Determination of repeatability and reproductcibility for a standard test method by inter-laboratory test.*
- [3] TCVN 6688-3 (ISO 8262-3) *Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-bemtrop (phương pháp chuẩn) – Phần 3: Các trường hợp đặc biệt.*
- [4] INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. *Interlaboratory Collaborative Studies, Second series. Bull. Int. Dairy Fed. 1988, (235).*

²⁾ Tiêu chuẩn này đã huỷ.