

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6555:2011

ISO 11085:2008

Xuất bản lần 2

**NGŨ CỐC, SẢN PHẨM TỪ NGŨ CỐC VÀ
THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHẤT BÉO THÔ VÀ HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO TỔNG SỐ
BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT RANDALL**

*Cereals, cereal-based products and animal feeding stuffs – Determination of
crude fat and total fat content by the Randall extraction method*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 6555:2011 thay thế TCVN 6555:1999;

TCVN 6555:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 11085:2008;

TCVN 6555:2011 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F1
Ngũ cốc và đậu đỗ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Ngũ cốc, sản phẩm từ ngũ cốc và thức ăn chăn nuôi – Xác định hàm lượng chất béo thô và hàm lượng chất béo tổng số bằng phương pháp chiết Randall

*Cereals, cereal-based products and animal feeding stuffs – Determination of
crude fat and total fat content by the Randall extraction method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các quy trình xác định hàm lượng chất béo của ngũ cốc, sản phẩm từ ngũ cốc và thức ăn chăn nuôi. Các quy trình này không áp dụng cho hạt có dầu và quả có dầu.

Việc lựa chọn quy trình để sử dụng phụ thuộc vào bản chất và thành phần của vật liệu cần phân tích và lý do tiến hành phân tích.

Quy trình A là phương pháp xác định chất béo thô có thể chiết trực tiếp, áp dụng cho tất cả các vật liệu, không bao gồm các vật liệu nằm trong phạm vi quy trình B.

Quy trình B là phương pháp xác định chất béo tổng số, có thể áp dụng cho tất cả các vật liệu có nguồn gốc từ dầu và mỡ mà không thể chiết được hoàn toàn nếu không thủy phân trước.

CHÚ THÍCH Hầu hết các loại ngũ cốc cũng như thức ăn có nguồn gốc động vật, nấm men, protein khoai tây, thức ăn hỗn hợp có chứa sữa, gluten và các sản phẩm cần chế biến như ép, nở và gia nhiệt, sẽ cho hàm lượng chất béo tổng số cao hơn khi dùng quy trình B so với kết quả thu được khi dùng quy trình A. Xem Phụ lục B.

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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng chất béo thô (crude fat content)

Phần khối lượng của chất chiết được ra khỏi mẫu theo quy trình A được quy định trong tiêu chuẩn này.

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

3.2

Hàm lượng chất béo tổng số (total fat content)

Phần khối lượng của chất chiết được ra khỏi mẫu theo quy trình B được quy định trong tiêu chuẩn này.

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

4 Nguyên tắc

Chiết chất béo bằng dung môi dầu nhẹ, sử dụng phương pháp Randall được cải biến từ phương pháp Soxhlet. Phần mẫu thử được ngâm trong dung môi đun sôi trước khi tráng rửa trong dung môi lạnh, để giảm thời gian chiết tách. Dung môi hòa tan chất béo, dầu, sắc tố và các chất hòa tan khác. Sau khi chiết, dung môi được làm bay hơi và thu hồi lại bằng cách ngưng tụ. Phần chất béo được xác định bằng cách cân phần còn lại sau khi làm khô.

Đối với phép xác định chất béo tổng số, mẫu được xử lý bằng cách đun nóng với axit clohydric. Việc thủy phân sẽ làm cho chất béo liên kết hóa học hoặc cơ học dễ dàng tiếp xúc với dung môi. Hỗn hợp được làm nguội và lọc. Phần cặn được rửa, sấy và tiếp tục quy trình chiết ở trên.

Đối với các phép xác định chất béo tổng số của mẫu có hàm lượng chất béo "cao" (nghĩa là: ít nhất 100 g/kg) thì tiến hành chiết sơ bộ trước khi áp dụng quy trình B.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

5.1 Nước, phù hợp với các yêu cầu loại 3 nêu trong TCVN 4851 (ISO 3696).

5.2 Dầu nhẹ (ete dầu mỏ), có thành phần chính là hydrocacbon với 6 nguyên tử cacbon, dải sôi từ 30 °C đến 60 °C. Trị số brom phải nhỏ hơn 1. Phần cặn sau khi bay hơi phải nhỏ hơn 20 mg/l.

5.3 Viên bi thủy tinh, đường kính từ 5 mm đến 6 mm hoặc các miếng cacbua silicon.

5.4 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$.

5.5 Chất trợ lọc, ví dụ, bột đá diatomit¹⁾, được đun sôi 30 min trong axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$, được rửa bằng nước (5.1) cho đến khi hết axit, sau đó sấy khô ở $130 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.6 Axeton.

5.7 Bông sợi, đã loại chất béo.

6 Thiết bị và dụng cụ

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

6.1 Hệ thống chiết bằng dung môi, gồm bộ chiết Randall 2 giai đoạn, cho phép thu hồi dung môi, gắn kín bằng fluoroelastomer²⁾ hoặc polytetrafluoroetylen thích hợp với ete dầu mỏ.

6.2 Thiết bị thủy phân I, bộ phận đã vị trí có thể đun sôi với axit, thích hợp với hệ thống chiết bằng dung môi (6.1), được dùng để thủy phân theo 8.4.1.

6.3 Thiết bị thủy phân II, gồm một cốc có mỏ dung tích 400 ml được đậy bằng mặt kính đồng hồ có đường kính thích hợp hoặc bình nón dung tích 300 ml có bộ sinh hàn, được dùng để thủy phân theo 8.4.2.

6.4 Tủ sấy, có thể duy trì ở nhiệt độ $(103 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$.

6.5 Lò vi sóng, có chế độ rã đông.

6.6 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm hiệu quả.

6.7 Ống chiết, bằng cellulosa, không chứa các sản phẩm có thể chiết bằng ete dầu mỏ, và có để để giữ các ống.

6.8 Cốc chiết, bằng nhôm hoặc thủy tinh, thích hợp với hệ thống chiết bằng dung môi (6.1).

6.9 Ống thủy tinh, dùng để thủy phân.

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

6.11 Máy nghiền hoặc máy xay, có gắn sàng cỡ lỗ 1 mm hoặc dùng cho các mẫu có phần chất béo từ 15 % đến 20 %, có một dao nghiền được làm nguội bằng nước.

¹⁾ Celite® là một ví dụ về một sản phẩm phù hợp bán sẵn. Thông tin này đưa ra để tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, còn tiêu chuẩn này không ấn định phải sử dụng chúng.

²⁾ Viton® là một ví dụ về một sản phẩm phù hợp bán sẵn. Thông tin này đưa ra để tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, còn tiêu chuẩn này không ấn định phải sử dụng chúng.

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên tham khảo phương pháp lấy mẫu đưa ra trong ISO 6644 và TCVN 9027 (ISO 24333).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Dùng máy nghiền (6.11) nghiền mẫu phòng thử nghiệm đến cỡ hạt < 1 mm.

8.2 Phân mẫu thử

Phân mẫu thử từ 1 g đến 5 g mẫu đã nghiền, m_1 , cân chính xác đến 1 mg.

Nếu hàm lượng chất béo của mẫu thử cao hơn 100 g/kg, thì bắt đầu quy trình 8.3 để xác định chất béo tổng số và tiếp tục theo 8.4 và 8.5.

Trong tất cả các trường hợp khác, bắt đầu quy trình 8.4 để xác định chất béo tổng số (quy trình B) và 8.5 để xác định chất béo thô (quy trình A).

8.3 Chiết sơ bộ

8.3.1 Vận hành hệ thống chiết bằng dung môi (6.1) tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8.3.2 Cho thêm 5 đến 10 viên bi thủy tinh (5.3) vào cốc chiết và đặt cốc chiết (6.8) vào tủ sấy (6.4), sấy ít nhất 30 min ở $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Chuyển cốc chiết vào bình hút ẩm (6.6) và làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cân cốc chiết và ghi lại khối lượng, m_2 , chính xác đến 0,1 mg.

8.3.3 Nếu dùng thiết bị thủy phân I (6.2), thì cân phần mẫu thử trong ống thủy tinh (6.9) hoặc nếu dùng thiết bị thủy phân II (6.3), thì cân phần mẫu thử trong ống chiết (6.7).

Nếu theo khuyến cáo của nhà sản xuất thì bổ sung chất trợ lọc (5.5).

8.3.4 Cài đặt nhiệt độ để đạt được tốc độ đối lưu của dầu nhẹ (5.2) từ 3 giọt trên giây đến 5 giọt trên giây (khoảng 10 ml/min). Làm nóng sơ bộ thiết bị và bật nước lạnh cho bộ sinh hàn. Với nước ở xấp xỉ $15\text{ }^{\circ}\text{C}$, thì cần điều chỉnh tốc độ dòng đến 2 l/min để tránh làm bay hơi dung môi ra khỏi bộ ngưng.

8.3.5 Đặt ống chứa phần mẫu thử vào cột chiết. Đặt cốc dưới cột chiết và đúng vị trí. Thêm khoảng từ 40 ml đến 60 ml dầu nhẹ vào mỗi cốc chiết, theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Cần đảm bảo rằng cốc khớp với ống chiết tương ứng.

8.3.6 Tráng bằng dầu nhẹ (5.2) trong 20 min và thu hồi dung môi trong 10 min.

8.3.7 Lấy cốc chiết ra khỏi bộ chiết và đặt vào tủ hút đang hoạt động. Để cốc lại trong tủ hút cho đến khi tất cả dung môi bay hết.

8.3.8 Sấy cốc 30 min ở nhiệt độ $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ trong tủ sấy (6.4). Khi làm khô quá có thể làm oxi hóa chất béo và cho kết quả cao. Làm nguội trong bình hút ẩm (6.6) đến nhiệt độ phòng và cân, m_3 , chính xác đến 0,1 mg.

Tiến hành theo 8.4.

8.4 Thủy phân

Theo 8.4.1 hoặc 8.4.2.

8.4.1 Thủy phân bằng thiết bị thủy phân I (6.2)

Tiến hành thủy phân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Chuyển ống thủy tinh (6.9) có chứa phần mẫu thử đã chiết sơ bộ hoặc nếu không chiết sơ bộ thì cân phần mẫu thử, m_1 , cho vào ống (6.9) đối với thiết bị thủy phân I (6.2). Thêm chất trợ lọc (5.5), nếu cần và 130 ml HCl (5.4) vào từng phần mẫu thử và đun đến sôi. Để chất lỏng sôi trong 1 h. Lọc và rửa cặn bằng nước (5.1) ấm ($60 \text{ }^{\circ}\text{C}$) cho đến khi hết axit. Dùng bông sợi (5.7) đã tẩm axeton (5.6) để lau sạch tất cả bề mặt, nơi chất béo có thể dính. Cho bông sợi đã dùng để lau vào phần cặn trong ống chiết (6.9) và sấy đến khối lượng không đổi, ví dụ bằng cách để trong lò vi sóng (6.5) ở chế độ rã đông trong 1 h. Cần đảm bảo rằng tất cả axeton đã bay hơi hết trước khi sấy.

8.4.2 Thủy phân bằng thiết bị thủy phân II (6.3)

Chuyển phần mẫu thử đã chiết sơ bộ hoặc cân phần mẫu thử, m_1 , cho vào cốc có mỏ hoặc bình nón (6.3). Thêm 100 ml axit clohydric (5.4) và các miếng cacbua silic (5.3). Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ hoặc lắp bộ sinh hàn vào bình nón. Đun hỗn hợp đến sôi nhẹ trên ngọn lửa hoặc bếp điện và duy trì sôi trong 1 h. Cứ 10 min khuấy một lần để tránh sản phẩm bám vào thành cốc.

Làm nguội đến nhiệt độ môi trường và thêm một lượng chất trợ lọc (5.5) đủ để tránh thất thoát chất béo trong suốt quá trình lọc. Lọc qua giấy lọc hai lớp không chứa chất béo, đã được làm ẩm trước trong phễu Buchner có hút. Rửa phần cặn bằng nước lạnh (5.1) cho đến khi thu được dịch lọc trung hòa. Dùng bông sợi (5.7) đã tẩm axeton (5.6) để lau sạch tất cả bề mặt, nơi chất béo có thể dính. Cho bông sợi đã dùng để lau vào phần cặn trong bộ lọc và sấy đến khối lượng không đổi, ví dụ bằng cách để trong lò vi sóng (6.5) ở chế độ rã đông trong 1 h. Cần đảm bảo rằng tất cả axeton đã bay hơi hết trước khi sấy.

CẢNH BÁO Nếu dầu hoặc mỡ xuất hiện trên bề mặt của dịch lọc thì có thể thu được các kết quả không chính xác. Cần lặp lại quy trình sử dụng phần mẫu thử nhỏ hơn hoặc tốt nhất là dùng quy trình chiết sơ bộ (8.3)

Cẩn thận lấy giấy lọc có chứa cặn ra khỏi ống chiết và đặt vào ống chiết (6.7) và sấy cặn đến khối lượng không đổi, ví dụ bằng cách đặt trong lò vi sóng (6.5) ở chế độ rã đông trong 1 h. Lấy ống ra khỏi lò vi sóng và đập bằng nút bông sợi (5.7).

8.5 Chiết

8.5.1 Để chiết, cần tuân thủ các hướng dẫn của nhà sản xuất khi vận hành bộ chiết.

8.5.2 Thêm từ 5 đến 10 viên bi thủy tinh (5.3) và sấy khô cốc chiết (6.8) trong tủ sấy (6.4) 30 min hoặc cho đến khi có khối lượng không đổi ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Chuyển sang bình hút ẩm (6.6) và làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cân cốc chiết và ghi lại khối lượng, m_4 , chính xác đến 0,1 mg.

8.5.3 Cài đặt nhiệt độ để đạt được tốc độ đối lưu của dung môi từ 3 giọt trên giây đến 5 giọt trên giây (khoảng 10 ml/min). Làm nóng sơ bộ bộ chiết (6.1) và bật nước mát cho bộ sinh hàn. Với nước xấp xỉ $15\text{ }^{\circ}\text{C}$, thì cần điều chỉnh tốc độ dòng đến 2 l/min để tránh dung môi bay hơi ra khỏi bộ ngưng.

8.5.4 Lắp ống chứa phần mẫu thử (8.2) hoặc phần mẫu thử từ phép thủy phân (8.4) vào cột chiết. Đặt cốc dưới cột chiết và đúng vị trí. Cần đảm bảo rằng cốc khớp với ống tương ứng.

8.5.5 Thêm một lượng dầu nhẹ (5.2) vào mỗi cốc chiết đủ để phủ phần mẫu thử khi các ống được đặt ở vị trí để đun sôi.

8.5.6 Duy trì dầu nhẹ (5.2) ở điểm sôi trong 20 min, tráng trong 40 min và thu hồi dung môi trong 10 min.

8.5.7 Lấy cốc chiết ra khỏi bộ chiết và đặt chúng trong tủ hút đang hoạt động. Để cốc trong tủ hút cho đến khi tất cả dung môi bay hết.

8.5.8 Sấy cốc 2 h ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong tủ sấy (6.4), đủ để loại hết nước. Nếu sấy lâu quá có thể làm ôxi hóa chất béo và cho kết quả cao. Làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân và ghi lại khối lượng, m_5 , chính xác đến 0,1 mg.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Phép xác định có chất chiết sơ bộ

Tính hàm lượng chất béo của mẫu thử, w_1 , bằng phần trăm phần khối lượng, theo công thức (1):

$$w_1 = \left[\left(\frac{m_3 - m_2}{m_1} \right) + \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1} \right) \right] \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử (8.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của cốc chiết cùng với các viên bi thủy tinh trong 8.3, tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của cốc chiết cùng với các viên bi thủy tinh và phần cặn chiết được bằng dầu nhẹ đã sấy khô thu được trong 8.3, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của cốc chiết cùng với các viên bi thủy tinh, sử dụng trong 8.5, tính bằng gam (g);

m_5 là khối lượng của cốc chiết cùng với các viên bi thủy tinh và phần cặn chiết được bằng dầu nhẹ đã sấy khô thu được trong 8.5, tính bằng gam (g).

Biểu thị kết quả chính xác đến 0,1 %.

9.2 Phép xác định không chiết sơ bộ

Tính hàm lượng chất béo của mẫu thử, w_2 , bằng phần trăm phần khối lượng, theo công thức (2):

$$w_2 = \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1} \right) \times 100 \quad (2)$$

Biểu thị kết quả chính xác đến 0,1 %.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được thống kê trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại sau đây.

TCVN 6555:2011

Đối với quy trình A dùng cho các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 0,48 g/100 g đến 25,77 g/100 g (xem Bảng A.1 và Hình A.1), $r = 0,25$.

Đối với quy trình B dùng cho các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 1,07 g/100 g đến 27,08 g/100 g (xem Bảng A.2 và Hình A.2), $r = 0,35$.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt 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 giới hạn tái lập sau:

Đối với quy trình A đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 0,48 g/100 g đến 25,77 g/100 g (xem Bảng A.1 và Hình A.1), $R = 0,63$.

Đối với quy trình B đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 1,07 g/100 g đến 27,08 g/100 g (xem Bảng A.2 và Hình A.2), $R = 1,10$.

10.4 Sai số tới hạn

10.4.1 Yêu cầu chung

Khi chênh lệch giữa hai kết quả trung bình thu được từ các kết quả của hai phép thử trong các điều kiện lặp lại được đánh giá, thì giới hạn lặp lại có thể không được sử dụng mà dùng sai số tới hạn.

10.4.2 So sánh hai nhóm phép đo trong một phòng thử nghiệm

Sai số tới hạn giữa hai giá trị trung bình thu được từ các kết quả của hai phép thử dưới các điều kiện lặp lại, CD_{intra} , được đưa ra theo Công thức (3):

$$CD_{intra} = 2,8s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98s_r \quad (3)$$

Trong đó:

s_r là độ lệch chuẩn lặp lại;

n_1, n_2 là số kết quả thử tương ứng với mỗi giá trị trung bình (trong trường hợp này $n_1 = n_2 = 2$).

Sai số tuyệt đối giữa hai giá trị trung bình thu được từ các kết quả của hai phép thử trong các điều kiện lặp lại sẽ không lớn hơn 5 % sai số tới hạn sau:

Đối với quy trình A cho sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 0,48 g/100 g đến 25,77 g/100 g, $CD_{intra} = 0,42$

Đối với quy trình B cho sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 1,07 g/100 g đến 27,08 g/100 g, $CD_{intra} = 0,78$.

10.4.3 So sánh hai nhóm phép đo trong hai phòng thử nghiệm

Sai số tới hạn giữa hai giá trị trung bình thu được trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, từ các kết quả của hai phòng thử nghiệm trong các điều kiện lặp lại, CD_{inter} , được đưa ra, theo Công thức (4):

$$CD_{inter} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{n_1} - \frac{1}{n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5s_r^2} \quad (4)$$

Trong đó s_R là độ lệch chuẩn tái lập.

Sai số tuyệt đối giữa hai giá trị trung bình thu được trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, từ các kết quả của hai phòng thử nghiệm trong các điều kiện lặp lại sẽ không lớn hơn 5 % các trường hợp lớn hơn các sai số tới hạn sau:

Đối với quy trình A cho sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 0,48 g/100 g đến 25,77 g/100 g, $CD_{inter} = 0,57$

Đối với quy trình B cho sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 1,07 g/100 g đến 27,08 g/100 g, $CD_{inter} = 1,07$.

10.5 Độ không đảm bảo đo

Độ không đảm bảo đo là thông số thể hiện sự phân bố hợp lý các giá trị của kết quả. Độ không đảm bảo đo này được đưa ra bởi sự phân bố thống kê các kết quả thu được từ các phép thử liên phòng thử nghiệm và được đặc trưng bởi độ lệch chuẩn thực nghiệm.

Trong tiêu chuẩn này, độ không đảm bảo, u , bằng cộng hoặc trừ hai lần độ lệch chuẩn tái lập.

Đối với quy trình A dùng cho các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 0,48 g/100 g đến 25,77 g/100 g, thì $u = \pm 0,40$

Đối với quy trình B dùng cho các sản phẩm có hàm lượng chất béo từ 1,07 g/100 g đến 27,08 g/100 g, thì $u = \pm 0,80$.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải gồm các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- mẫu thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tùy ý, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- phép chiết sơ bộ (8.3) đã sử dụng;
- kết quả thử thu được hoặc các kết quả thu được từ hai phòng thử nghiệm nếu kiểm tra độ lặp lại.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

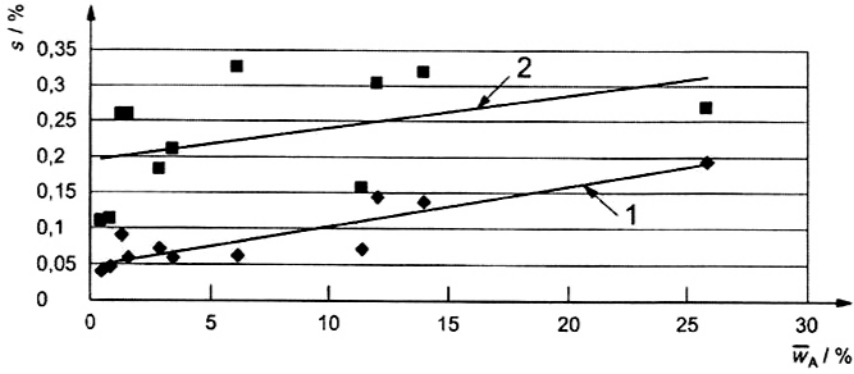
Một phép thử liên phòng thử nghiệm do FOSS AB (Thụy điển) tổ chức năm 2005, gồm 15 phòng thử nghiệm của tám quốc gia thực hiện, được tiến hành trên 11 mẫu ngũ cốc, các sản phẩm ngũ cốc và thức ăn chăn nuôi.

Hai phòng thử nghiệm đã bị loại do không phù hợp với phương pháp quy định. Một phòng thử nghiệm không có số liệu cho quy trình B.

Các kết quả của 13 phòng thử nghiệm còn lại đối với quy trình A và 12 phòng thử nghiệm đối với quy trình B được chấp nhận để phân tích thống kê theo TCVN 6910-2 (5725-2)^[3] đưa ra độ chụm nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Các kết quả phân tích thống kê đối với chất béo thô (qui trình A)

Mẫu (số)	Gạo lứt	Lúa mì nguyên hạt	Bột lúa mạch	Hạt lúa mạch đen	Bột mì (lúa mì durum)	Hỗn hợp bột mì	Bánh mì tấm (croutons)	Bánh ngô	Thức ăn cho gia súc	Thức ăn cho gà	Thức ăn cho lợn
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
Số phòng thử nghiệm	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	13	13	13	13	12	12	11	11	13	13
Hàm lượng chất béo thô trung bình (qui trình A), g/100 g	0,481	1,621	1,316	3,412	0,842	11,362	13,969	25,773	11,943	6,19	2,928
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,041	0,058	0,092	0,058	0,046	0,070	0,137	0,193	0,145	0,063	0,073
Hệ số biến thiên lặp lại, CV(r), %	8,5	3,5	6,9	1,7	5,5	0,6	1,0	0,8	1,2	1,0	2,5
Giới hạn lặp lại, $r = 2,8 \times s_r$, g/100 g	0,114	0,161	0,257	0,164	0,129	0,196	0,384	0,542	0,407	0,177	0,203
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,109	0,258	0,259	0,210	0,111	0,157	0,318	0,270	0,303	0,324	0,182
Hệ số biến thiên tái lập, CV(R), %	22,6	15,8	19,5	6,2	13,1	1,4	2,3	1,0	2,5	5,2	6,2
Giới hạn tái lập, $R = 2,8 \times s_R$, g/100 g	0,304	0,723	0,725	0,588	0,310	0,440	0,384	0,757	0,849	0,906	0,509



CHÚ DẪN

s là độ lệch chuẩn

\bar{w}_A là hàm lượng chất béo thô trung bình (quy trình A)

1 là độ lệch chuẩn lặp lại

$$s_r = 0,0055 \bar{w}_A + 0,0485; R^2 = 0,7978$$

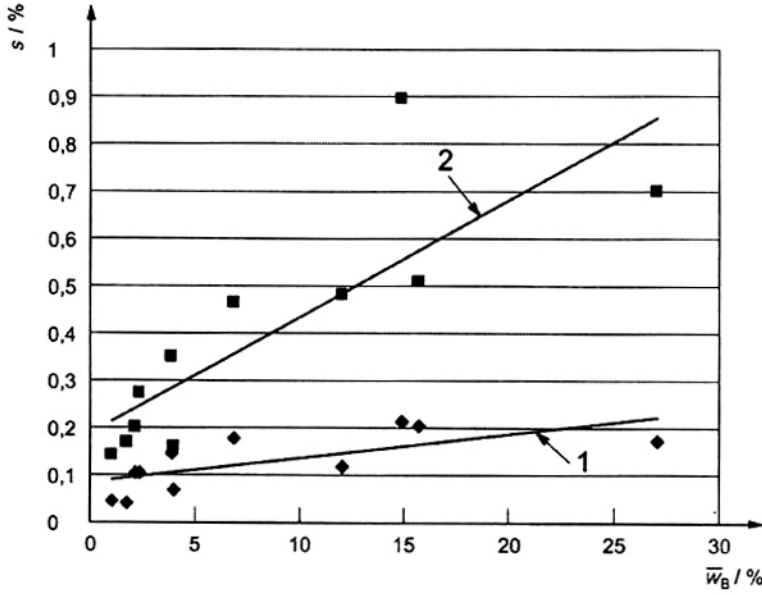
2 là độ lệch chuẩn tái lập

$$s_R = 0,0046 \bar{w}_A + 0,1942; R^2 = 0,2075$$

Hình A.1 – Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , và độ lệch chuẩn tái lập, s_R , là hàm số của hàm lượng chất béo thô (quy trình A), \bar{w}_A

Bảng A.2 – Các kết quả phân tích thống kê đối với chất béo tổng số (qui trình B), theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)

Mẫu (số)	Gạo lật	Lúa mì nguyên hạt	Bột lúa mạch	Hạt lúa mạch đen	Bột mì (lúa mì durum)	Hỗn hợp bột mì	Bánh mì tấm	Bánh ngô	Thức ăn cho gia súc	Thức ăn cho gà	Thức ăn cho lợn
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
Số phòng thử nghiệm	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	10	12	12	9	11	12	12	11
Hàm lượng chất béo thô trung bình (qui trình B), g/100 g	1,066	2,366	1,780	4,003	2,193	12,035	15,751	27,080	14,872	6,813	3,883
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,045	0,105	0,039	0,069	0,103	0,118	0,203	0,170	0,215	0,178	0,146
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV(r)$, %	4,2	4,4	2,2	1,7	4,7	1,0	1,3	0,6	1,4	2,6	3,8
Giới hạn lặp lại, $r = 2,8 \times s_r$, g/100 g	0,125	0,293	0,109	0,193	0,288	0,330	0,567	0,476	0,601	0,498	0,409
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,143	0,271	0,169	0,158	0,199	0,480	0,511	0,698	0,896	0,463	0,351
Hệ số biến thiên tái lập, $CV(R)$, %	13,4	11,5	9,5	3,9	9,1	4,0	3,2	2,6	6,0	6,8	9,0
Giới hạn tái lập, $R = 2,8 \times s_R$, g/100 g	0,401	0,759	0,475	0,442	0,557	1,344	1,431	1,954	2,509	1,296	0,982



CHÚ DẪN

s là độ lệch chuẩn

\bar{w}_B là hàm lượng chất béo tổng số trung bình (quy trình B)

1 là độ lệch chuẩn lặp lại

$$s_r = 0,0052 \bar{w}_B + 0,0834; R^2 = 0,474$$

2 là độ lệch chuẩn tái lập

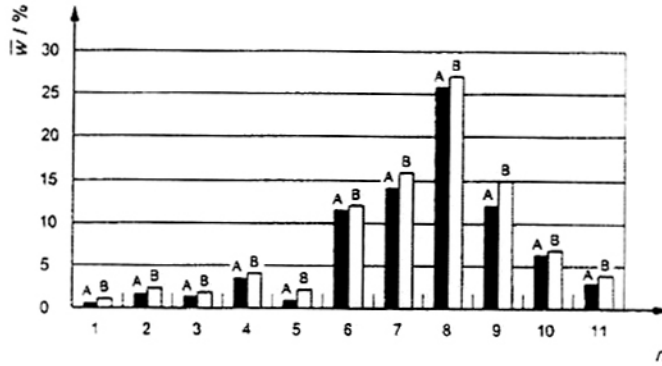
$$s_R = 0,0245 \bar{w}_B + 0,1896; R^2 = 0,681$$

**Hình A.2 – Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r và độ lệch chuẩn tái lập, s_R ,
là hàm số của hàm lượng chất béo tổng số trung bình (quy trình B), \bar{w}_B**

Phụ lục B

(Tham khảo)

**So sánh hàm lượng chất béo đối với
các mẫu sử dụng trong phép thử liên phòng thử nghiệm**

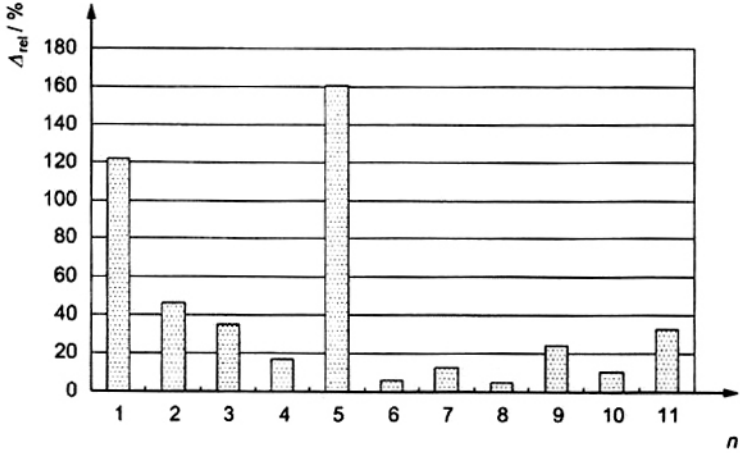
**CHÚ DẪN**

A là quy trình A

B là quy trình B

 n là số mẫu \bar{w} là hàm lượng chất béo trung bình

**Hình B.1 – So sánh hàm lượng chất béo thô (quy trình A, bên trái)
và hàm lượng chất béo tổng số (quy trình B, bên phải)**



CHÚ DẪN

n là số lượng mẫu

Δ_{rel} là chênh lệch tương đối

Hình B.2 – Chênh lệch tương đối của các hàm lượng chất béo A và chất béo B, theo phần trăm hàm lượng chất béo A đối với các mẫu dùng trong phép thử liên phòng thử nghiệm

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 712, *Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Routine reference method*
 - [2] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994) *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 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) *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] TCVN 4846 (ISO 6540) *Ngô – Phương pháp xác định hàm lượng ẩm (ngô bột và ngô hạt)*
 - [5] ISO 6644, *Flowing cereals and milled cereal products – Automatic sampling by mechanical means*
 - [6] TCVN 9027 (ISO 24333) *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Lấy mẫu*
 - [7] RALDALL, E.L, Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction. J. AOAC 1974, **57**, pp. 1165-1168.
-