

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8151-1 : 2009

ISO 3727-1 : 2001

Xuất bản lần 1

**BƠ – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM, HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ
KHÔNG BÉO VÀ HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO –
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents –

Part 1: Determination of moisture content (Reference method)

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8151-1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 3727-1 : 2001;

TCVN 8151-1 : 2009 do Ban kĩ 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.

TCVN 8151 (ISO 3727), *Bơ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo*, gồm các phần sau:

- TCVN 8151-1 : 2009 (ISO 3727-1 : 2001), *Phần 1: Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)*;
- TCVN 8151-2 : 2009 (ISO 3727-2 : 2001), *Phần 2: Xác định hàm lượng chất khô không béo (Phương pháp chuẩn)*;
- TCVN 8151-3 : 2009 (ISO 3727-3 : 2003), *Phần 3: Tính hàm lượng chất béo*.

Bơ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo –

Phần 1: Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)

*Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents –
Part 1: 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 bơ.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Độ ẩm (moisture content)

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

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

3 Nguyên tắc

Bơ đã biết khối lượng được sấy khô cùng với đá bọt ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Phần chất khô còn lại được cân để xác định hao hụt về khối lượng.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

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

4.2 Tủ sấy, được đối lưu không khí, được kiểm soát bằng nhiệt tĩnh, có khả năng duy trì ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong toàn bộ khoang làm việc.

4.3 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm phù hợp, ví dụ silicagel mới sấy khô cùng với chỉ thị ẩm.

4.4 Đĩa, bằng sứ tráng men hoặc bằng kim loại chống ăn mòn dưới các điều kiện thử nghiệm, cao từ 20 mm đến 40 mm và đường kính từ 50 mm đến 70 mm.

4.5 Đá bột, dạng viên, có đường kính từ 0,8 mm đến 8 mm.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không được quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

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

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đựng trong bình chứa có nắp đậy kín khí để tránh thất thoát ẩm. Bình chứa cần có dung tích sao cho mẫu thử chiếm một phần hai đến hai phần ba dung tích của bình.

Bảo quản mẫu trong bình kín khí ở nhiệt độ từ 2 °C đến 14 °C đến khi bắt đầu chuẩn bị mẫu thử

6 Chuẩn bị mẫu thử

6.1 Làm ẩm mẫu thử trong bình kín khí đến nhiệt độ không vượt quá 35 °C.

Nếu mẫu thử dự kiến bị tách chất béo (ví dụ, đối với các mẫu chứa phần cứng ít hoặc bằng kính nghiệm của phòng thử nghiệm), thì làm ẩm các mẫu thử này trong bình kín khí chưa mở đến nhiệt độ đồng hóa điển hình từ 24 °C đến 30 °C.

Trộn mẫu thử trong bình kín chưa mở đến trạng thái đồng nhất (có thể dùng dụng cụ khuấy cơ học hoặc lắc bằng tay) mà không làm hỏng trạng thái nhũ tương. Cần thận để tránh thất thoát ẩm.

6.2 Trước khi cân, mở nắp bình chứa mẫu thử và khuấy mẫu bằng dụng cụ phù hợp như thìa hoặc dao trộn trong thời gian không quá 10 s.

7 Cách tiến hành

7.1 Phép thử trắng

Đồng thời với việc xác định mẫu thử (6.2), tiến hành phép thử trắng với cùng qui trình chuẩn bị đĩa (7.2) và xác định (7.3) nhưng không có mẫu thử (7.3.1).

7.2 Chuẩn bị đĩa

7.2.1 Cho $10 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ đá bột (4.5) vào đĩa (4.4).

7.2.2 Sấy đĩa chứa đá bọt ít nhất 1 h trong tủ sấy (4.2) ở 102 °C. Xác định theo kinh nghiệm thời gian cần thiết để nhiệt độ tủ sấy đạt đến 102 °C.

CHÚ THÍCH Khoảng thời gian sấy trên 1 h đề cập như trên và trong 7.3.2, 7.3.4 bắt đầu khi nhiệt độ của lượng chứa trong đĩa đạt đến 102 °C ± 2 °C. Thời gian cần thiết để đạt được nhiệt độ này phụ thuộc vào khả năng cấp nhiệt, tần suất thông gió và kích thước của tủ sấy. Thời gian sấy cũng phụ thuộc vào số lượng, khối lượng đĩa và vật liệu của đĩa.

7.2.3 Làm nguội đĩa trong bình hút ẩm (4.3) đến nhiệt độ phòng cân. Dùng cân phân tích (4.1) cân đĩa chính xác đến 1 mg.

7.3 Xác định

7.3.1 Cho khoảng 5 g mẫu thử (6.2) vào đĩa đã chuẩn bị (7.2.3), cân chính xác đến 1 mg.

7.3.2 Sấy phần mẫu thử và đĩa (7.3.1) trong tủ sấy (4.2) ở 102 °C trong 2 h.

7.3.3 Làm nguội phần mẫu thử và đĩa trong bình hút ẩm (4.3) đến nhiệt độ phòng cân. Cân đĩa cùng với mẫu, chính xác đến 1 mg.

7.3.4 Lập lại quy trình sấy trong 7.3.2 với khoảng thời gian bổ sung là 30 min (xem chú thích trong 7.2.2) và làm nguội rồi cân theo qui trình trong 7.3.3 cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 1 mg. Sử dụng khối lượng cân thấp nhất để tính kết quả.

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Độ ẩm, w_m , tính theo công thức sau:

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

trong đó:

w_m là độ ẩm của mẫu, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

m_0 là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị (7.2.3), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị dùng trong phép thử trắng (7.1) trước khi sấy (7.2.3), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa chứa phần mẫu thử trước khi sấy (7.3.1), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của đĩa dùng trong phép thử trắng (7.1) sau khi sấy (7.3.4), tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của đĩa chứa phần mẫu thử sau khi sấy (7.3.4), tính bằng gam (g).

8.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả thử đến hai chữ số thập phân.

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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

9.2 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 cùng một loại vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người phân tích và sử dụng cùng một thiết bị trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp lớn hơn 0,10 % phần khối lượng.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện và sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,15 % phần khối lượng.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được và kết quả cuối cùng, nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử cộng tác liên phòng thử nghiệm quốc tế gồm mười phòng thử nghiệm và sáu nước tham gia được thực hiện trên sáu mẫu, được chia thành 12 mẫu kép đã mã hoá.

Bốn mẫu thử là bơ không mặn và hai mẫu là bơ mặn. Phép thử được COKZ, Hà Lan tổ chức. Kết quả thu được dùng để phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) để thu được dữ liệu về độ chụm theo Bảng A.1.

CHÚ THÍCH IDF 135 cung cấp hướng dẫn cụ thể đối với phép thử liên phòng thử nghiệm về các phương pháp phân tích sữa và các sản phẩm sữa. IDF 135 dựa trên TCVN 6910 (ISO 5725).

Bảng A.1 – Dữ liệu về độ chụm

	Bơ không mặn				Bơ mặn	
	A	B	C	D	E	F
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	9	9	9	9	9
Giá trị trung bình, % khối lượng	15,61	15,51	15,83	15,66	14,76	15,75
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,036	0,024	0,029	0,018	0,024	0,022
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,23	0,15	0,18	0,11	0,16	0,14
Giới hạn lặp lại, $r(2,8 s_r)$, %	0,100	0,068	0,081	0,051	0,068	0,063
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , %	0,061	0,044	0,043	0,049	0,050	0,038
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,39	0,28	0,27	0,31	0,34	0,24
Giới hạn tái lập, $r(2,8 s_R)$, %	0,171	0,124	0,121	0,137	0,140	0,106

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] IDF 135:1991, *Milk and milk products— Precision characteristics of analytical methods*
-