

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8151-2 : 2009**

**ISO 3727-2 : 2001**

Xuất bản lần 1

**BƠ – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM, HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ  
KHÔNG BÉO VÀ HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO –  
PHẦN 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ  
KHÔNG BÉO (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents –  
Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method)*

**HÀ NỘI – 2009**

## Lời nói đầu

TCVN 8151-2: 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 3727-2: 2001;

TCVN 8151-2: 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 2: Xác định hàm lượng chất khô không béo (Phương pháp chuẩn)**

*Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents –  
Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method)*

**CẢNH BÁO** – Phép xác định này bao gồm việc sử dụng các dung môi bay hơi dễ cháy. Khi sử dụng các dung môi này, tất cả các thiết bị điện sử dụng đều phải tuân thủ các quy định pháp luật có liên quan về các mối nguy có thể xảy ra.

#### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất khô không béo của bơ.

#### **2 Thuật ngữ và định nghĩa**

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

**Hàm lượng chất khô không béo (non-fat solids content)**

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

**CHÚ THÍCH** Hàm lượng chất khô không béo được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

#### **3 Nguyên tắc**

Cho bay hơi nước trong một lượng bơ đã biết khối lượng. Chiết chất béo bằng dầu nhẹ và xác định khối lượng các chất còn lại.

## 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác. Dư lượng các thuốc thử không lớn hơn 1 mg khi tiến hành theo phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

4.1 Dầu nhẹ, có khoảng sôi từ 30 °C đến 60 °C, hoặc pentan [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ ] có điểm sôi 36 °C.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.2 Tủ sấy, được tuần hoàn không khí, kiểm soát bằng nhiệt tĩnh, có thể duy trì ở nhiệt độ  $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  trong toàn bộ khoang làm việc.

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

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

5.5 Chén lọc, bằng thủy tinh nung kết, chỉ số cỡ lỗ từ 16  $\mu\text{m}$  đến 40  $\mu\text{m}$ , có bình hút.

5.6 Nồi cách thủy hoặc nồi hơi, có thể đun đến sôi.

5.7 Que khuấy thủy tinh.

## 6 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 để tránh thất thoát ẩm. Bình chứa cần có dung tích sao cho mẫu thử chiếm một phần hai đến hai phần ba thể tích của bình.

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

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 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 ấm 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.

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

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Chuẩn bị đĩa, que khuấy và chén lọc

8.1.1 Sấy đĩa (5.4) cùng với que khuấy (5.7) và chén lọc (5.5) để trên đĩa, khoảng 1 h trong tủ sấy (5.2) ở 102 °C.

8.1.2 Làm nguội đĩa cùng với que khuấy và chén lọc trong bình hút ẩm (5.3) đến nhiệt độ của phòng cân. Dùng cân phân tích (5.1) để cân đĩa cùng với que khuấy và chén lọc, chính xác đến 1 mg.

CHÚ THÍCH Thông thường khoảng thời gian làm nguội 45 min là đủ để cho đĩa đạt đến nhiệt độ của phòng cân.

8.1.3 Lấy chén lọc ra. Cân đĩa cùng với que khuấy, chính xác đến 1 mg.

Chỉ được dùng một bộ đĩa, que và chén nung cho mỗi phần mẫu thử nếu có nhiều hơn một phần mẫu thử được phân tích trong một mẻ.

### 8.2 Chuẩn bị phần mẫu thử

8.2.1 Cho khoảng 5 g mẫu thử (7.2) vào đĩa đã chuẩn bị (8.1.3), cân chính xác đến 1 mg.

8.2.2 Sấy đĩa chứa phần mẫu thử và que khuấy (8.2.1) ít nhất 15 h trong tủ sấy (5.2) ở 102 °C.

Cách khác, đĩa chứa phần mẫu thử có thể được đun nóng trong nồi cách thủy (5.6) sao cho đáy đĩa tiếp xúc với hơi nước sôi trong nồi cách thủy càng nhiều càng tốt, trong khoảng 30 min. Trong khi gia nhiệt, khuấy phần mẫu thử liên tục bằng que thủy tinh. Sau đó làm nóng đĩa và phần mẫu thử trong tủ sấy (5.2) ở 102 °C trong 30 min.

8.2.3 Làm nguội đĩa và phần mẫu thử đến nhiệt độ phòng.

### 8.3 Xác định

8.3.1 Thêm 15 ml dầu nhẹ (4.1) vào phần mẫu thử trên đĩa (8.2.3) ở nhiệt độ khoảng 25 °C. Dùng que thủy tinh để lấy càng nhiều càng tốt phần cặn bám trên thành hoặc đáy đĩa. Chuyển dung môi vào chén lọc đã chuẩn bị (8.1.3) và lọc vào bình hút.

8.3.2 Tiến hành thêm bốn lần theo quy trình trong 8.3.1. Nếu không nhìn thấy các vết chất béo để lại trên đĩa thì chuyển hết lượng tráng rửa cặn lần thứ tư vào chén lọc càng nhiều càng tốt. Nếu vẫn còn vết chất béo trên đĩa, lặp lại quy trình trong 8.3.1 cho đến khi loại bỏ hết các vết chất béo.

8.3.3 Rửa cặn trong chén lọc bằng 25 ml dầu nhẹ (4.1) đã được làm ấm lại ở 25 °C.

8.3.4 Sấy đĩa đã tráng rửa, cùng với que khuấy thủy tinh và chén lọc trong tủ sấy (5.2) ở 102 °C trong 30 min.

8.3.5 Làm nguội đĩa cùng với que khuấy thủy tinh và chén lọc trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Cân đĩa cùng với que khuấy và chén lọc, chính xác đến 1 mg.

Lặp lại quy trình sấy trong 8.3.4 và làm nguội như trên rồi tiến hành cân cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp của đĩa, que khuấy và chén lọc không vượt quá 1 mg hoặc cho đến khi khối lượng tăng. Trong trường hợp khối lượng lần cân sau tăng, thì sử dụng khối lượng cân được nhỏ nhất để tính kết quả.

## 9 Tính và biểu thị kết quả

### 9.1 Tính kết quả

Hàm lượng chất khô không béo,  $w_{nf}$ , tính được theo công thức sau:

$$w_{nf} = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_1} \times 100 \%$$

trong đó:

$w_{nf}$  là hàm lượng chất khô không béo của mẫu, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

$m_0$  là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị cùng với que khuấy và chén lọc (8.1.2), tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị và que khuấy (8.1.3), tính bằng gam (g);

$m_2$  là khối lượng của đĩa chứa phần mẫu thử và que khuấy trước khi sấy (8.2.1), tính bằng gam (g);

$m_3$  là khối lượng của cặn còn lại cùng với đĩa, que khuấy và chén lọc sau khi sấy (8.3.5), tính bằng gam (g).

### 9.2 Biểu thị kết quả

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

## 10 Độ chụm

### 10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết về phép thử liên phòng thử nghiệm đối với 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 được áp dụng được cho các khoảng nồng độ và chất nền khác với khoảng 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 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 0,15 % phần khối lượng.

### 10.3 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 0,25 % phần khối lượng.

## 11 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 tùy 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 giữa mười phòng thử nghiệm và sáu nước tham gia được thực hiện trên sáu mẫu, được chia thành 12 mẫu đã mã hoá.

Bốn mẫu thử là bơ không mặn và hai mẫu là bơ mặn. Phép thử được CNEVA, Pháp tổ chức với sự công tác của ADAS, Vương quốc Anh. 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	8	8	8	8	8	8
Giá trị trung bình, % khối lượng	1,29	1,32	1,59	1,55	3,04	3,91
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,04	0,05	0,05	0,04	0,03	0,08
Hệ số biến thiên lặp lại, %	3,09	3,22	2,91	2,37	1,12	2,15
Giới hạn lặp lại, $r$ ( $2,8 s_r$ ), %	0,11	0,14	0,13	0,10	0,10	0,24
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	0,07	0,08	0,05	0,08	0,04	0,14
Hệ số biến thiên tái lập, %	5,32	4,98	3,14	5,42	1,44	3,53
Giới hạn tái lập, $R$ ( $2,8 s_R$ ), %	0,19	0,21	0,14	0,24	0,12	0,39



**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*
-