

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8154 : 2009

ISO 17189 : 2003

Xuất bản lần 1

**BƠ, NHỮ TƯƠNG DẦU THỰC PHẨM VÀ CHẤT BÉO
DẠNG PHẾT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Butter, edible oil emulsions and spreadable fats –
Determination of fat content (Reference method)*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8154 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 17189:2003;

TCVN 8154 : 2009 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.

Bơ, nhũ tương dầu thực phẩm và chất béo dạng phết – Xác định hàm lượng chất béo (Phương pháp chuẩn)

*Butter, edible oil emulsions and spreadable fats –
Determination of fat content (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 thể đưa ra được hết 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 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 bơ, nhũ tương dầu thực phẩm (2.2) và chất béo dạng phết (margarin, dầu thực vật dạng phết, chất phết từ sữa và chất phết hỗn hợp).

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng chất béo (fat content)

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 tính bằng phần trăm khối lượng.

2.2

Nhũ tương dầu thực phẩm (edible oil emulsion)

Sản phẩm có chất béo cao (> 75 % chất béo) có các thành phần giống như bơ nhưng không đáp ứng được định nghĩa về bơ.

CHÚ THÍCH Các loại bơ có hàm lượng chất béo thấp (ví dụ: 3/4 chất béo, 1/2 chất béo của bơ) được coi như loại chất béo dạng phết.

3 Nguyên tắc

Chất béo được chiết ra khỏi phần mẫu thử bằng dung môi qui định. Pha chất béo/dung môi được tách ra khỏi pha nước và được chuyển hết sang bình thu nhận chất béo. Chúng cất hoặc cho bay hơi để loại dung môi và xác định khối lượng của các chất chiết được.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

Tất cả các thuốc thử sau khi được làm bay hơi chỉ được để lại lượng cặn không đáng kể khi thực hiện phép thử theo qui định (xem 8.1.2).

4.1 Dung môi chiết, ete dầu hỏa, có nhiệt độ sôi từ 30 °C đến 60 °C hoặc loại tương đương, *n*-hexan [CH₃(CH₂)₄CH₃] có điểm sôi ở 69 °C, phù hợp với các yêu cầu cho phép thử trắng dung môi chiết (xem 8.1.2).

4.2 Etanol (C₂H₅OH), có nồng độ ít nhất là 94 % (thể tích).

4.3 Dung dịch đỏ Congo

Hoà tan 1 g đỏ Congo trong khoảng 50 ml nước đựng trong bình định mức một vạch dung tích 100 ml. Thêm nước đến vạch.

CẢNH BÁO Chú ý an toàn khi xử lý đỏ Congo rắn vì hóa chất này có thể gây ung thư.

CHÚ THÍCH Việc sử dụng dung dịch này để phân biệt rõ hơn lớp phân cách giữa dung môi và nước là tùy chọn (xem 8.4.1). Có thể sử dụng các dung dịch chỉ thị màu dạng lỏng khác với điều kiện là chúng không ảnh hưởng đến kết quả xác định chất béo.

5 Thiết bị, dụng cụ

CẢNH BÁO – Trong phương pháp này có sử dụng các dung môi bay hơi dễ cháy, nên các thiết bị điện được dùng phải tuân theo qui định an toàn khi sử dụng các dung môi này.

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

5.1 Cân phân tích, có khả năng đọc đến 0,1 mg.

5.2 Tủ sấy, được đốt nóng bằng điện, có quạt gió, có thể duy trì được nhiệt độ ở 102 °C ± 2 °C trong suốt khoảng sấy. Tủ sấy được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

5.3 Bình hút ẩm, chứa chất làm khô thích hợp, ví dụ: silica gel vừa mới được làm khô có chỉ thị ẩm.

Nếu phương pháp chỉ được dùng để thu được kết quả thông thường khi không cần độ chụm và độ chính xác cao thì bình thu nhận chất béo có thể được làm nguội đến nhiệt độ phòng cân để trên bàn phòng thử nghiệm được bảo vệ tránh bụi.

5.4 Bình thu nhận chất béo, như bình đun sôi bằng thủy tinh, cổ mài, dung tích 125 ml hoặc đĩa kim loại.

Khi sử dụng đĩa kim loại, khuyến cáo sử dụng các đĩa có thành tương đối cao (ví dụ: 6 cm). Điều này có thể giảm được nguy cơ hao hụt chất béo khi dung môi bắn ra trong khi chuyển từ ống ly tâm sang bình thu nhận chất béo, hoặc khi sôi mạnh trong quá trình làm bay hơi dung môi.

5.5 Chất trợ sôi, không chứa chất béo, bằng sứ không xốp hoặc cacbua silicon (tùy chọn trong trường hợp dùng đĩa kim loại).

5.6 Bộ kẹp, bằng kim loại hoặc dùng **găng tay vải bông** để giữ bình thu nhận chất béo (5.4).

5.7 Ống ly tâm kín, có nắp vặn, dung tích 50 ml, bằng chất dẻo chịu được dung môi (4.1) ít nhất là trong thời gian thử nghiệm.

CHÚ THÍCH Các ống có miệng rộng (ví dụ: 25 mm đến 35 mm) rất thuận tiện cho việc đưa mẫu vào.

5.8 Máy trộn Vortex.

5.9 Máy ly tâm, có thể giữ được các ống ly tâm kín (5.7) và có thể tạo ra gia tốc hướng tâm khoảng 50 g đến 100 g ở miệng ống.

CHÚ THÍCH Việc sử dụng máy ly tâm là tùy chọn nhưng được khuyến cáo sử dụng (8.4.3).

5.10 Pipet tự động, hoặc dụng cụ phân phối chất lỏng thích hợp khác (ví dụ: dung tích 5 ml) để chuyển pha chất béo/dung môi.

5.11 Thiết bị chưng cất hoặc làm bay hơi (ví dụ nồi hơi), để chưng cất hoặc làm bay hơi dung môi ra khỏi bình thu nhận chất béo (xem 8.4.8).

5.12 Bộ phận phân phối dung môi, hoặc **ống đong**, dung tích 10 ml và 20 ml.

6 Lấy mẫu

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

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

Tất cả các mẫu phòng thử nghiệm phải được bảo quản trong hộp kín khí. Dung tích của hộp phải sao cho mẫu có thể được làm đầy đến một nửa hoặc đến hai phần ba hộp. Bảo quản mẫu trong hộp đậy kín ở nhiệt độ trong khoảng từ 5 °C đến 14 °C từ khi lấy mẫu cho đến khi chuẩn bị mẫu thử.

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Làm ấm mẫu thử đựng trong hộp chứa nguyên chưa mở nắp đến nhiệt độ làm cho mẫu đủ mềm để dễ đồng hóa mẫu (bằng máy lắc cơ học hoặc lắc bằng tay) mà không làm hỏng nhũ tương. Nhiệt độ thường không được quá 35 °C đối với mẫu bơ và nhũ tương dầu và không được quá 30 °C đối với các mẫu chất béo dạng phết.

7.2 Khi có thể, làm nguội mẫu thử đến nhiệt độ phòng trong khi vẫn trộn cho đến khi nguội hẳn. Ngay sau đó, mở hộp chứa mẫu và khuấy nhanh bằng dụng cụ thích hợp trong 10 s, ví dụ: dùng dao trộn hoặc thìa, trước khi cân.

8 Cách tiến hành

8.1 Phép thử trắng

8.1.1 Phép thử trắng đối với phương pháp thử

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định phần mẫu thử (xem 8.4), sử dụng cùng qui trình chuẩn bị bình thu nhận chất béo (xem 8.2) nhưng không cân phần mẫu thử (xem 8.3) và bổ sung dung dịch đỏ Congo (xem 8.4.1) (nghĩa là chỉ bổ sung các dung môi).

8.1.2 Phép thử trắng đối với dung môi chiết

Để kiểm tra chất lượng của dung môi chiết (4.1), cho bay hơi 60 ml dung môi ra khỏi bình thu nhận chất béo trống đã chuẩn bị (xem 8.2). Ngoài ra, sử dụng một bình thu nhận chất béo trống đã chuẩn bị khác (xem 8.2) với mục đích kiểm soát khối lượng. Các dung môi chiết không được để lại lượng cặn lớn hơn 1,0 mg (xem Phụ lục A). Thay hoặc chưng cất lại các dung môi chiết không đáp ứng yêu cầu.

8.2 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

8.2.1 Sấy bình thu nhận chất béo trống (5.4) cùng với 1 ít chất trợ sôi (5.5) trong tủ sấy (5.2) đặt ở 102 °C trong ít nhất 30 min.

8.2.2 Để bình thu nhận chất béo nguội đến nhiệt độ phòng cân trong bình hút ẩm (5.3) và cân bình. Ghi lại khối lượng của bình thu nhận chất béo cùng với chất trợ sôi chính xác đến 0,1 mg.

Thời gian nguội phụ thuộc vào số lượng bình thu nhận chất béo và kích thước của bình hút ẩm được dùng. Đảm bảo rằng khoảng thời gian làm nguội đối với bình thu nhận chất béo trống thực tế cũng như bình thu nhận chất béo cùng với chất béo chiết được.

8.3 Chuẩn bị phân mẫu thử

8.3.1 Bơ và nhũ tương dầu thực phẩm

Cân từ 4 g đến 6 g mẫu thử (xem 7.2) cho vào ống ly tâm kín (5.7). Nếu tách các pha bằng trọng lực (xem 8.4.3), thì cân từ 2 g đến 3 g mẫu thử cho vào ống ly tâm kín. Trong cả hai trường hợp, ghi lại khối lượng của phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg.

8.3.2 Chất béo dạng phết

Cân từ 1 g đến 2 g mẫu thử (xem 7.2) cho vào ống ly tâm kín (5.7). Ghi lại khối lượng của phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg.

8.4 Tiến hành xác định

8.4.1 Cho 20 ml dung môi chiết (4.1) và một giọt dung dịch đỏ Congo (4.3) vào phần mẫu thử (xem 8.3.1 hoặc 8.3.2) vào ống ly tâm kín. Vặn chặt nắp ống ly tâm.

CHÚ THÍCH 1 Số lần chiết và thể tích dung môi yêu cầu cho các lần chiết khác nhau phụ thuộc vào loại sản phẩm và phương pháp tách pha (xem Bảng 1).

CHÚ THÍCH 2 Việc sử dụng dung dịch đỏ Congo (4.3) là tùy chọn, nhưng trong thực tế dung dịch này rất cần cho một số chất béo dạng phết để tách pha rõ rệt.

8.4.2 Trộn lượng chứa trong ống ly tâm đã đậy kín (xem 8.4.1) bằng máy trộn vortex (5.8) cho đến khi mẫu thử được hòa tan hết.

8.4.3 Cho ly tâm ống đã đậy kín cho đến khi thu được pha dung môi chiết trong. Chú ý an toàn khi ly tâm ống có chứa ete.

CHÚ THÍCH Tốc độ ly tâm phụ thuộc vào kiểu máy ly tâm (5.9). Lớp dung môi chiết trong thường thu được trong vòng từ 3 min đến 5 min với gia tốc hướng tâm từ 50 g đến 100 g.

Nếu không có sẵn máy ly tâm (5.9), thì để tự tách lớp cho đến khi phân rõ lớp của dung môi trong và nước.

Nếu phần mẫu thử là chất béo dạng phết và sau khi tách pha thu được pha dung môi màu đục hoặc nhũ tương bền thì mở nắp ống và bổ sung 2 ml etanol (4.2) vào lượng chứa trong ống ly tâm. Đậy nắp ống ly tâm và cho ly tâm để trộn như trên.

8.4.4 Mở nắp ống ly tâm và kiểm tra sự rò rỉ ống bằng cách quan sát chất béo phía ngoài vành ống. Nếu thấy có hao hụt chất béo thì lặp lại phép phân tích.

Dùng pipet (5.10) chuyển hết pha dung môi chiết sang bình thu nhận chất béo tương ứng (xem 8.2.2) mà không bị lẫn pha nước. Chuyển pha dung môi này sang bàn có bộ phận hút khói hoặc tủ hút khói.

Không nhúng đầu pipet quá sâu vào pha dung môi chiết. Luôn để đầu pipet thấp dưới bề mặt và khi lấy ra khỏi dung môi chiết tháo đầu xuống phía dưới.

TCVN 8154 : 2009

CHÚ THÍCH 1 Kỹ thuật này sẽ giảm được nhiều lượng chất béo bám trên mặt ngoài của đầu pipet

Tránh làm nhiễm bẩn chéo chất béo từ mẫu này sang mẫu khác. Nếu sử dụng pipet tự động để chuyển dung môi thì sử dụng các đầu pipet khác nhau (được đánh số, nếu cần) cho mỗi bình thu nhận chất béo. Khi đã chuyển xong thì có thể sẽ có một ít chất béo bám phía ngoài đầu pipet. Đặt đầu pipet ở tư thế sao cho tránh được thất thoát phần chất béo này (nghĩa là đặt nằm ngang trên giá hoặc để đầu pipet nghiêng một góc trong bình thu nhận chất béo, nhưng không để trong dịch chiết dung môi thu nhận được).

Nút cao su trong pipet (5.10) đã sử dụng để chuyển dung môi chiết có thể bị hư hỏng. Kiểm tra để đảm bảo rằng pipet có thể sử dụng được để chuyển dung môi hoặc dùng pipet chuyên dụng cho phương pháp này.

CHÚ THÍCH 2 Ở lần chiết thứ nhất, pha dung môi chiết chứa lượng chất béo tương đối cao. Thậm chí sự thất thoát nhỏ của pha dung môi chiết trong quá trình chuyển từ ống sang bình thu nhận chất béo cũng ảnh hưởng đáng kể đến kết quả chất béo (cho kết quả thấp) thu được.

8.4.5 Tiến hành chiết lần hai bằng cách cho vào ống ly tâm một thể tích dung môi chiết mới (4.1) như trong Bảng 1, tùy thuộc vào mẫu thử và qui trình tách. Trong quá trình bổ sung dung môi, tránh phía trong và phía ngoài của phần dưới đầu pipet.

Vặn lại nắp ống, cho ly tâm trên máy Vortex 15 s như trong 8.4.3. Lặp lại việc chuyển dung môi chiết như trong 8.4.4, cho pha dung môi chiết vào dịch chiết trước đó đựng trong bình thu nhận chất béo.

8.4.6 Tiến hành chiết lần ba theo qui trình trong 8.4.5 nhưng lấy một lượng dung môi (4.1) như trong Bảng 1 đối với lần chiết thứ ba, tùy thuộc vào mẫu thử và qui trình tách. Cho pha dung môi chiết lần ba vào dịch chiết của hai lần trước đó đựng trong bình thu nhận chất béo.

8.4.7 Nếu sử dụng cách chiết bằng tách trọng lượng, thì tiến hành chiết lần bốn, sử dụng dung môi chiết mới (4.1) và thực hiện theo 8.4.5, nhưng lấy một lượng dung môi tùy thuộc vào mẫu thử như trong Bảng 1 đối với lần chiết thứ tư. Cho pha dung môi chiết lần bốn vào dịch chiết của ba lần trước đó đựng trong bình thu nhận chất béo.

8.4.8 Lấy càng triệt để càng tốt dung môi ra khỏi bình thu nhận chất béo (8.4.6 hoặc 8.4.7) bằng cách sử dụng thiết bị chưng cất hoặc bay hơi (5.11). Trong khi chưng cất hoặc làm bay hơi dung môi, phải chú ý về an toàn và để loại trừ nguy cơ cháy.

8.4.9 Đặt bình thu nhận chất béo có chứa chất béo (xem 8.4.8) trong tủ sấy (5.2) ở 102 °C trong 30 min. Làm nguội trong bình hút ẩm (8.2.2). Cân bình, ghi lại khối lượng chính xác đến 0,1 mg.

Lặp lại qui trình sấy và làm nguội cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp của bình thu nhận chất béo đã hiệu chỉnh theo kết quả của phép thử trắng, chênh lệch không quá 1,0 mg hoặc cho đến khi khối lượng tăng tiếp. Sử dụng phần khối lượng nhỏ nhất để tính kết quả.

CHÚ THÍCH Thời gian sấy phụ thuộc vào kiểu bình thu nhận chất béo được sử dụng. Đối với đĩa kim loại, thì 30 min là đủ, nhưng đối với các bình thủy tinh thì thời gian sấy phải 1 h (để giảm số lần sấy và làm nguội).

Nếu thực hiện nhiều phép phân tích, thì cân bình thu nhận chất béo được sử dụng cho phép thử trắng đối với phương pháp đồng thời đối với các phần mẫu thử cho đến khi tất cả các bình thu nhận chất béo có khối lượng không đổi.

Nếu bình thu nhận chất béo phải cân nhiều lần để thu được khối lượng không đổi, thì sử dụng giá trị trắng tương ứng với khối lượng nhỏ nhất của bình thu nhận riêng lẻ để tính hàm lượng chất béo.

Bảng 1 – Số lần chiết và thể tích dung môi chiết cần sử dụng cho mỗi lần chiết để tách bằng ly tâm và tự tách pha đối với các loại mẫu thử khác nhau

Mẫu thử	Dung môi chiết (4.1), ml						
	Tách bằng ly tâm			Tự tách pha			
	Số lần chiết			Số lần chiết			
	1	2	3	1	2	3	4
Bơ, nhũ tương dầu	20	10	10	20	20	10	10
Chất béo dạng phết	20	20	20	20	20	20	20

CHÚ THÍCH Nếu giảm các thể tích dung môi chiết dưới các mức trong bảng này sẽ không thu hồi hết chất béo.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng chất béo trong mẫu, w , tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

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

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (8.3.1 hoặc 8.3.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của bình thu nhận chất béo và chất chiết được, xác định được trong 8.4.9, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình thu nhận chất béo đã chuẩn bị (8.2.2), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của bình thu nhận chất béo sử dụng trong phép thử trắng và chất chiết xác định được trong 8.4.9, tính bằng gam (g);

TCVN 8154 : 2009

m_4 là khối lượng của bình thu nhận chất béo sử dụng trong phép thử trắng (xem 8.2.2), tính bằng gam (g).

9.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến hai chữ số thập phân.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong Phụ lục B. Các giá trị được biểu thị cho mức xác suất 95 % và có thể không thể áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

CHÚ THÍCH IDF 135 đưa ra hướng dẫn cụ thể về các phép thử liên phòng thử nghiệm về phương pháp phân tích đối với sữa và sản phẩm sữa và được dựa trên ISO 5725.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, 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 quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,26 %.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do các người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,45 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- 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) tất cả các điều kiện thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy ý, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Qui định)

Phép thử trắng để kiểm tra dung môi chiết

A.1 Trong phép thử trắng này (xem 8.1.2), bình thu nhận chất béo (5.4) được dùng để kiểm tra khối lượng được sử dụng để đảm bảo các thay đổi trong điều kiện môi trường của phòng cân hoặc ảnh hưởng nhiệt độ của 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 dung môi chiết. Bình thu nhận chất béo này có thể được dùng như bình đối trọng trong trường hợp cân có hai đĩa cân. Chuẩn mực của dung môi trắng là sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo với bình chứa dung môi chiết đã làm bay hơi, được hiệu chỉnh theo sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo với mục đích kiểm tra, không được tăng quá 1,0 mg.

A.2 Rất hiếm khi dung môi chiết (4.1) có chứa chất bay hơi bị giữ lại nhiều trong chất béo. Nếu thấy sự có mặt của các chất như thế, thì tiến hành phép thử trắng đối với tất cả các dung môi sử dụng bình thu nhận chất béo với khoảng 4 g butterfat khan. Bình thu nhận chất béo chứa 4 g butterfat khan được sử dụng cho mục đích kiểm tra khối lượng sao cho việc oxi hóa chất béo sữa, thay đổi về điều kiện môi trường hoặc ảnh hưởng nhiệt độ của bình thu nhận chất béo sẽ được hiệu chỉnh. Nếu cần, chúng cất lại các dung môi chiết (4.1) với sự có mặt của 1 g butterfat trong 100 ml dung môi. Chỉ dùng các dung môi này trong khoảng thời gian ngắn sau khi chúng cất lại.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Các kết quả của các nghiên cứu khác nhau thu được phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) cho dữ liệu về độ chụm như trong Bảng B.1. Phép siêu phân tích của năm phép nghiên cứu đã được thực hiện để thu được sự đánh giá chung về độ lặp lại và độ tái lập theo công thức sau đây:

$$x_p^2 = \frac{\sum v_i x_i^2}{\sum v_i}$$

trong đó

x_p là đánh giá chung về độ lặp lại và độ tái lập;

x_i là lần đánh giá thứ i ;

v_i là độ tự do liên quan đến đánh giá x_i .

Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chụm

Mẫu	Tài liệu tham khảo	Số lượng phòng thử nghiệm	Trung bình % ^a	r % ^a	R % ^a	CV(r) ^b % ^a	CV(R) ^c %
Bơ mặn	[6]	4	81,51	0,11	0,17	0,05	0,07
Bơ mặn	[6]	4	81,53	0,14	0,23	0,06	0,10
Bơ không mặn	[6]	4	83,16	0,22	0,30	0,09	0,13
Bơ mặn	[6]	4	81,49	0,09	0,26	0,04	0,11
Bơ mặn	[6]	4	82,57	0,08	0,14	0,04	0,06
Bơ mặn	[6]	4	80,88	0,18	0,24	0,08	0,10
EOE ^d (Bơ kiểu Nga)	[7]	11	77,3	0,36	0,48	0,17	0,22
EOE (hỗn hợp xúc xích trắng)	[7]	11	77,5	0,27	0,43	0,12	0,20
Bơ có hàm lượng muối cao	[7]	11	81,0	0,11	0,34	0,05	0,15
Bơ mặn	[7]	10	81,3	0,28	0,75	0,12	0,33
Bơ nhào	[7]	11	81,4	0,19	0,23	0,08	0,10
Bơ không mặn	[7]	11	82,4	0,20	0,36	0,09	0,15
Bơ lactic	[7]	11	82,7	0,10	0,34	0,04	0,14
Bơ không mặn	[7]	11	82,7	0,23	0,48	0,10	0,21
Dầu thực vật dạng phết	[8]	5	23,0	0,21	0,62	0,32	0,95
Sữa dạng phết	[8]	5	37,8	0,28	0,50	0,26	0,47
Sữa dạng phết	[8]	5	38,0	0,24	0,31	0,22	0,29
Sữa dạng phết	[8]	5	38,4	0,17	0,36	0,16	0,33
Dầu thực vật dạng phết	[8]	5	49,3	0,18	0,40	0,13	0,29
Dầu thực vật dạng phết	[8]	5	55,6	0,50	0,50	0,32	0,32
Hỗn hợp	[8]	5	60,2	0,34	0,34	0,20	0,20
Dầu thực vật dạng phết	[8]	5	60,2	0,23	0,25	0,14	0,15
Dầu thực vật dạng phết	[8]	5	64,5	0,20	0,49	0,11	0,27
Hỗn hợp	[8]	5	82,2	0,24	0,51	0,10	0,22
Dầu thực vật dạng phết	[9]	11	22,91	0,19	0,33	0,30	0,51
Sữa dạng phết	[9]	12	38,99	0,20	0,34	0,19	0,31
Dầu thực vật dạng phết	[9]	12	49,37	0,23	0,46	0,16	0,33
Hỗn hợp	[9]	12	59,90	0,19	0,40	0,11	0,24
Dầu thực vật dạng phết	[9]	12	60,19	0,28	0,48	0,16	0,29
Dầu thực vật dạng phết	[9]	12	74,49	0,15	0,58	0,07	0,28
Margarine	[9]	12	75,60	0,26	0,43	0,12	0,20
Hỗn hợp	[9]	12	82,27	0,33	0,48	0,14	0,21
Bơ	[10]	3	82,59	0,35	0,45	0,15	0,19
Sữa dạng phết	[10]	4	40,71	0,35	0,75	0,30	0,65
Margarine	[10]	4	80,30	0,20	0,41	0,09	0,18
Dầu thực vật dạng phết	[10]	4	39,50	0,35	0,59	0,31	0,53
Hỗn hợp	[10]	4	59,44	0,43	1,06	0,26	0,63
Hỗn hợp	[10]	4	40,71	0,26	0,48	0,22	0,42

a Phần khối lượng.

b CV(r) là hệ số biến thiên lặp lại.

b CV(R) là hệ số biến thiên tái lập.

d EOE là nhũ tương dầu thực phẩm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
 - [2] TCVN 9313-3 (ISO 3727-3) *Bơ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo – Phần 3: Tính hàm lượng chất béo*
 - [3] 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*
 - [4] 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*
 - [5] IDF 135, *Milk and milk products— Precision characteristics of analytical methods— Outline of collaborative study procedure*
 - [6] EVERS, J.M., CRAWFORD, R.A., WIGHTMAN, L.M., BEUTICK, G.J., CONTARINI, G., FARRINGTON, D.S. An accurate and rapid method for the direct determination of fat in butter, butter-margarine blends and milk fat spreads. *International Dairy Journal*, 9(10), 1999, pp. 675-682
 - [7] EVERS, J.M., CRAWFORD, R.A. Direct determination of the total fat content of butter and edible oil emulsions - An international collaborative study. *International Dairy Journal*, 10 (12), 2000, pp. 809-813
 - [8] EVERS, J.M., WIGHTMAN, L.M., CRAWFORD, R.A., CONTARINI, G., COORS, U., FARRINGTON, D.S., MOKKENTIN, J., NICOLAS, M. A precise method to measure the total fat content of spreadable fats. *International Dairy Journal*, 10 (12), 2000, pp. 815-827
 - [9] EVERS, J.M., CRAWFORD, R.A. Direct determination of fat using ISO 171891 IDF 194 —An international collaborative study of spreadable fats and a meta-analysis. *International Dairy Journal*, 11 (11/12), 2001, pp. 849-853
 - [10] MOKKENTIN, J., COORS, U., EVERS, J., MIEBS, A., Comparison of two methods for the direct determination of fat in butter, blended spreads, and margarine *European Journal of Lipid Science and Technology*, 103 (12), 2001, pp. 798-803
-