

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8174 : 2009

ISO 5534 : 2004

Xuất bản lần 1

**PHOMAT VÀ PHOMAT CHẾ BIẾN –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ TỔNG SỐ
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Cheese and processed cheese –
Determination of the total solids content (Reference method)*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8174 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 5534 : 2004;

TCVN 8174 : 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.

Phomat và phomat chế biến – Xác định hàm lượng chất khô tổng số (Phương pháp chuẩn)

Cheese and processed cheese –

Determination of the total solids content (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất khô tổng số trong phomat và sản phẩm phomat.

CHÚ THÍCH Phương pháp này có thể không áp dụng cho các sản phẩm phomat được chuẩn bị để xác định trong Qui phạm về Tiêu chuẩn Nguyên tắc A-8.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Hàm lượng chất khô tổng số trong phomat (total solids content of cheese)

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

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

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử đã cân được trộn với cát rồi sấy khô trong tủ sấy ở 102 °C. Phần mẫu thử đã sấy khô được cân để xác định hao hụt khối lượng.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước đã loại khoáng hoặc nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

TCVN 8174 : 2009

4.1 **Axit clohydric loãng** (HCl), 25 % khối lượng.

4.2 **Cát thạch anh hoặc cát biển.**

4.2.1 Cát được sàng qua lưới có cỡ lỗ danh định 600 μm và giữ lại trên sàng cỡ lỗ danh định 150 μm .

Cát phải đáp ứng được các yêu cầu về phép thử tính phù hợp nêu trong 4.2.2.

4.2.2 Cho khoảng 20 g cát vào đĩa đáy phẳng (5.4) có que khuấy (5.5). Sấy đĩa nung đựng cát, cùng que khuấy và nắp đã mở để trong tủ sấy ở 102 °C trong ít nhất 2 h. Đậy nắp đĩa nung và làm nguội trong bình hút ẩm (5.2) đến nhiệt độ của phòng cân. Cân đĩa nung đã đậy nắp chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

Mở đĩa nung và làm ướt cát với khoảng 5 ml nước. Dùng que khuấy để trộn cát với nước. Sấy đĩa đã mở nắp, que khuấy và nắp trong tủ sấy (5.3) ở 102 °C trong ít nhất 4 h. Đậy nắp đĩa nung và làm nguội trong bình hút ẩm (5.2) đến nhiệt độ của phòng cân. Cân đĩa nung đã đậy nắp chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến bốn chữ số thập phân. Chênh lệch giữa hai lần cân không được vượt quá 1,0 mg.

4.2.3 Nếu không đáp ứng được yêu cầu này thì xử lý lại cát như sau:

Ngâm cát trong axit clohydric loãng (4.1) trong 3 ngày, thỉnh thoảng khuấy. Gạn lớp chất lỏng phía trên càng triệt để càng tốt. Rửa cát bằng nước cho đến khi phản ứng clorua trên lớp nổi phía trên là âm tính. Đốt cát ở nhiệt độ khoảng 160 °C ít nhất 4 h. Lặp lại phép thử theo 4.2.2.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng 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, có thể đọc chính xác đến 0,1 mg.

5.2 **Bình hút ẩm**, chứa chất làm khô hiệu quả (ví dụ: silica gel mới sấy khô với chất chỉ thị về ẩm).

Cách khác, có thể sử dụng tấm kim loại hoặc thủy tinh thích hợp để làm nguội nhanh các đĩa. Tấm này được đặt trong tủ kín có luồng không khí khô đi qua.

5.3 **Tủ sấy thông khí cưỡng bức**, được gia nhiệt bằng điện, có cửa mở thông khí hoàn toàn, có thể duy trì nhiệt độ ở 102 °C \pm 2 °C trong khắp buồng sấy. Tủ được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

5.4 **Đĩa đáy phẳng**, bằng vật liệu thích hợp như thép không gỉ, niken hoặc nhôm có chiều cao 20 mm đến 25 mm và đường kính từ 60 mm đến 80 mm, có nắp đậy kín, dễ dàng tháo rời.

5.5 **Que khuấy**; bằng thủy tinh hoặc kim loại, có đầu bằng, có chiều dài sao cho mỗi que khuấy có thể dựa vào góc tại thành trong ngay dưới mép đĩa.

5.6 Dụng cụ xay hoặc nghiền, để làm sạch, thích hợp cho việc chuẩn bị mẫu thử.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải 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 qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Bảo quản các mẫu ở nhiệt độ từ 0 °C đến 20 °C ngay từ khi lấy mẫu đến thời điểm phân tích. Trong quá trình bảo quản mẫu chú ý để không làm ảnh hưởng đến thành phần của mẫu.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi phân tích, loại bỏ cùi, các vết bẩn hoặc lớp bề mặt mốc của phomat sao cho thu được mẫu thử đại diện của phomat.

Nghiền hoặc xay mẫu thử bằng dụng cụ nghiền hoặc xay (5.6). Trộn nhanh mẫu đã nghiền và nghiền lần thứ hai đối với phomat cứng hoặc nửa cứng và trộn kỹ, nếu cần .

Đối với phomat cứng hoặc phomat nửa cứng, thì tốt nhất là cắt mẫu thành các miếng có kích thước 15 mm x 15 mm x 15 mm. Trộn các miếng hình khối này bằng cách lắc hộp chứa. Nghiền hoặc xay mẫu thử như mô tả ở trên. Làm sạch máy nghiền sau mỗi lần chuẩn bị mẫu.

Nếu mẫu không thể nghiền hoặc xay được thì trộn kỹ bằng cách giã mạnh ví dụ bằng cối và chày. Chú ý không để thất thoát ẩm.

Bảo quản mẫu trong vật chứa kín khí cho đến khi phân tích, sau khi nghiền tiến hành phân tích càng sớm càng tốt.

Tuy nhiên, nếu chưa thể thực hiện được ngay, thì phải chú ý để bảo quản mẫu đúng cách. Nếu được bảo quản lạnh thì phải đưa mẫu về nhiệt độ phòng. Trộn kỹ mẫu để ngăn ngừa hút ẩm vào trong phomat có thể xuất hiện trong quá trình làm mát và làm ẩm. Đảm bảo rằng tất cả ẩm ngưng tụ trên thành trong của vật chứa được gộp hết lại vào mẫu thử. Khi phomat nghiền thấy có mốc không mong muốn hoặc khi có dấu hiệu hư hỏng thì không tiến hành kiểm tra.

8 Cách tiến hành

8.1 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với việc xác định trên phần mẫu thử (8.3), sử dụng cùng một qui trình cho việc chuẩn bị đĩa (8.2) và việc xác định (8.3), nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

8.2 Chuẩn bị đĩa

8.2.1 Sấy đĩa đã mở (5.4) chứa khoảng 20 g cát (4.2), cùng với nắp và que khuấy thích hợp (5.5) trong tủ sấy (5.3) ở 102 °C. Trước tiên cho đĩa chứa mẫu đạt đến 102 °C, sau đó sấy mẫu tối đa 1 h.

Quá trình sấy đề cập trong 8.2.1, 8.3.3 và 8.3.5 bắt đầu từ lúc nhiệt độ của mẫu trong đĩa đạt đến 102°C. Thời gian để đạt đến 102 °C phụ thuộc vào khả năng đốt, tốc độ thông gió và kích thước của tủ sấy. Điều này phụ thuộc vào số lượng, khối lượng và vật liệu của đĩa được đặt trong tủ sấy và cần được xác định bằng thực nghiệm.

8.2.2 Đậy nắp đĩa và chuyển ngay đĩa sang bình hút ẩm (5.2). Để đĩa nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm đậy kín. Sau khi để nguội, mở bình hút ẩm và cân đĩa đã nguội, cùng với nắp và que khuấy, chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

Thời gian làm nguội đề cập trong 8.2.2, 8.3.4 và 8.3.5 phụ thuộc vào khả năng của bình hút ẩm nhưng cũng phụ thuộc vào số lượng, khối lượng và vật liệu của đĩa được đặt trong tủ và cần được xác định bằng thực nghiệm.

8.3 Phương pháp xác định

8.3.1 Nghiêng đĩa để cát dồn vào một bên. Cho khoảng 3 g mẫu thử (Điều 7) vào phần trống trong đĩa và cân đĩa, cùng với nắp và que khuấy, chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

8.3.2 Trộn kỹ mẫu thử cùng với cát và dàn đều trên đáy đĩa. Để đầu cuối que khuấy trong hỗn hợp còn đầu kia dựa vào thành đĩa.

CHÚ THÍCH Thêm khoảng 3 ml nước cất làm ướt cát để thuận tiện cho việc trộn phomat cứng.

8.3.3 Sấy đĩa, với nắp để bên cạnh, trong tủ sấy (5.3) ở 102 °C. Trước tiên cho đĩa chứa mẫu đạt đến 102 °C, sau đó sấy mẫu tối đa 3 h.

8.3.4 Đậy nắp đĩa. Để đĩa nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.2). Cân đĩa đậy nắp và que khuấy, chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

8.3.5 Sấy lại đĩa cùng với nắp như trong 8.3.3 trong 1 h thay cho 3 h. Đậy nắp đĩa và để đĩa nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.2). Cân lại đĩa đã đậy nắp, chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

8.3.6 Lặp lại qui trình trong 8.3.5 cho đến khi khối lượng của đĩa đã đậy nắp giữa hai lần cân chênh lệch nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 mg. Ghi lại khối lượng nhỏ nhất của đĩa.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Tính hàm lượng chất khô tổng số, w_1 , của mẫu thử, theo phần trăm khối lượng bằng công thức sau:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_0) - (m_3 - m_4)}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

trong đó

m_0 là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị (8.2.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử và đĩa trước khi sấy (8.3.1), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử và đĩa sau khi sấy (8.3.6), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của đĩa được sử dụng trong phép thử trắng (8.1) trong cùng thời gian sấy (8.3.6) như m_2 , tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của đĩa đã chuẩn bị (8.2.2) được sử dụng trong phép thử trắng (8.1), tính bằng gam (g);

9.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị các kết quả thu được 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 về độ chụm của phương pháp được đưa ra 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 giá trị đã nêu. Trong thực tế, các giá trị cao hơn về độ lặp lại và độ tái lập có thể tìm thấy đối với các loại phomat nhất định.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá 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 vượt quá 0,55 %.

11 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 sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử nghiệm đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- e) kết quả thử nghiệm thu được; nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử công tác quốc tế gồm 12 phòng thử nghiệm tham gia thực hiện trên hai mẫu khác nhau của bốn loại phomat. 8 mẫu thử thu được như vậy đã được chia thành 16 mẫu kép không biết. Phép thử này do COKZ (NL) tổ chức. Tất cả các giá trị được biểu thị theo khối lượng.

Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) cho các số liệu về độ chụm như trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

	Phomat 1 ^a		Phomat 2 ^b		Phomat 3 ^c		Phomat 4 ^d	
	A	B	A	B	A	B	A	B
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	12	12	12	12	12
Giá trị trung bình, %	57,94	58,59	58,87	59,45	46,06	41,38	52,43	51,55
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,088	0,096	0,113	0,118	0,102	0,107	0,142	0,125
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,15	0,16	0,19	0,20	0,22	0,25	0,27	0,24
Giới hạn lặp lại, r ($=2,8 s_r$), %	0,251	0,273	0,321	0,335	0,288	0,303	0,402	0,353
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , %	0,135	0,139	0,150	0,154	0,248	0,253	0,165	0,181
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,23	0,24	0,25	0,26	0,54	0,61	0,31	0,35
Giới hạn tái lập, R ($= 2,8 s_R$), %	0,383	0,393	0,444	0,457	0,735	0,751	0,489	0,536

^a Phomat mà trong quá trình chế biến có giai đoạn lên men axit propionic.

^b Phomat Gouda.

^c Phomat chế biến.

^d Phomat mềm của Pháp.

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: Các định nghĩa và nguyên tắc 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 để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
-