

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8181 : 2009

ISO 1735 : 2004

Xuất bản lần 1

**PHOMAT VÀ SẢN PHẨM PHOMAT CHÉ BIẾN –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Cheese and processed cheese products – Determination of fat content –
Gravimetric method (Reference method)*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8181 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1735 : 2004;

TCVN 8181 : 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 sản phẩm phomat chế biến – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)

Cheese and processed cheese products – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method)

CẢNH BÁO – Khi 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 qui định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo trong tất cả các loại phomat và sản phẩm phomat chế biến chứa hàm lượng lactoza thấp hơn 5 % (khối lượng) của chất khô không béo.

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).

ISO 3889 *Milk and milk products – Determination of fat content – Mojonnier type fat extraction flasks* (Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Hàm lượng chất béo của phomat và sản phẩm phomat chế biến (fat content of cheese and processed cheese products)

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

CHÚ THÍCH Hàm lượng chất béo được tính bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Phân mẫu thử được phân hủy bằng axit clohydric sau đó bổ sung etanol. Dung dịch axit-etanol được chiết bằng ete dietyl và dầu nhẹ, các dung môi được loại bỏ bằng cách chưng cất hoặc cho bay hơi. Xác định khối lượng của các chất chiết được. Nguyên tắc này thường được gọi là nguyên tắc Schmid-Bondzynski-Ratzlaff.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác. Tất cả các thuốc thử chỉ được phép để lại lượng cặn không đáng kể khi thực hiện phép thử theo qui định (5.1).

5.1 Độ tinh khiết của thuốc thử

Để kiểm tra chất lượng của các thuốc thử, tiến hành phép thử trắng theo 9.2. Sử dụng bình thu nhận chất béo trống đã chuẩn bị theo 9.3, dùng cho các mục đích kiểm soát khối lượng.

Tất cả các thuốc thử để lại lượng cặn không lớn hơn 0,5 mg (xem A.1 của Phụ lục A).

Nếu thuốc thử để lại lượng cặn lớn hơn 0,5 mg, thì xác định lượng cặn của từng dung môi riêng rẽ bằng cách chưng cất 100 ml ete dietyl và dầu nhẹ, tương ứng. Sử dụng một bình kiểm chứng chất béo trống, để thu được khối lượng thực của cặn không lớn hơn 0,5 mg. Thay các thuốc thử hoặc dung môi không đạt yêu cầu, hoặc chưng cất lại các dung môi.

Rất hiếm khi các dung môi có thể chứa chất bay hơi mà bị giữ lại nhiều trong chất béo. Nếu có các dấu hiệu cho thấy sự có mặt của các chất như thế, thì tiến hành các phép thử trắng đối với tất cả các thuốc thử và đối với từng dung môi, sử dụng một bình thu nhận chất béo với khoảng 1 g butterfat khan. Nếu cần, chưng cất lại các dung môi trong sự có mặt 1 g butterfat khan trên 100 ml dung môi. Sử dụng dung môi này ngay sau khi chưng cất lại.

5.2 Axit clohydric đậm đặc, ρ_{20} (HCl) = 1,18 g/ml.

5.3 Axit clohydric loãng, ρ_{20} (HCl) = 1,125 g/ml.

Pha 675 ml axit clohydric đậm đặc (5.2) bằng nước đến 1 000 ml và trộn.

5.4 Etanol, hoặc etanol đã bị metanol làm biến tính, chứa ít nhất 94 % (thể tích) etanol (xem A.5).

5.5 Ete dietyl, không chứa peroxit (xem A.4), phù hợp với các yêu cầu của phép thử trắng.

5.6 Dầu nhẹ, có dải sôi từ 30 °C đến 60 °C hoặc pentan [CH₃(CH₂)₃CH₃] có điểm sôi ở 36 °C.

CHÚ THÍCH Nên sử dụng pentan vì pentan có độ tinh khiết cao hơn và chất lượng ổn định.

5.7 Dung môi hỗn hợp.

Ngay trước khi sử dụng, trộn các thể tích bằng nhau của ete dietyl (5.5) và dầu nhẹ (5.6).

6 Thiết bị, dụng cụ

CẢNH BÁO – Vì việc xác định buộc phải 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 phòng thử nghiệm thông thường và các dụng cụ sau:

6.1 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc đến 0,1 mg.

6.2 Máy ly tâm, có các bình cầu chiết chất béo hoặc có các ống chiết (6.6) có thể quay từ 500 r/min đến 600 r/min để tạo ra được trường hấp dẫn khoảng 80 g đến 90 g tại miệng của bình chiết hoặc ống chiết.

CHÚ THÍCH Việc sử dụng máy ly tâm là tùy chọn, nhưng khuyến cáo sử dụng loại thiết bị này (xem 9.4.7).

6.3 Thiết bị chưng cất hoặc làm bay hơi, để chưng cất các dung môi và etanol từ các bình cầu hoặc có thể làm bay hơi từ các cốc và đĩa (xem 9.4.13) ở nhiệt độ không quá 100 °C.

6.4 Tủ sấy, được đốt nóng bằng điện, có cửa thông gió mở hoàn toàn, có thể duy trì được nhiệt độ ở $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ trong suốt khoang sấy. Tủ được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

6.5 Nồi cách thủy hoặc bếp điện.

6.6 Bình cầu chiết chất béo kiểu Mojonnier, như qui định trong ISO 3889.

CHÚ THÍCH Cũng có thể dùng ống nghiệm chiết chất béo, có si phòng hoặc nối với chai rửa, nhưng qui trình này có khác và được qui định trong Phụ lục B.

Các bình này phải được đậy bằng nút bần chất lượng tốt, hoặc được đậy bằng nắp bằng vật liệu khác không bị ảnh hưởng bởi thuốc thử được sử dụng. Nút bần được chiết bằng ete dietyl (5.5), rồi đặt vào nước ở 60 °C hoặc lớn hơn trong ít nhất 15 min. Sau đó được làm nguội trong nước sao cho chúng bão hòa nước khi được sử dụng.

6.7 Giá, để giữ bình chiết chất béo (hoặc ống chiết chất béo) (6.6).

6.8 Chai rửa, thích hợp để dùng với dung môi hỗn hợp (5.7). Không dùng chai rửa làm bằng chất dẻo.

6.9 Bình thu nhận chất béo, ví dụ: bình đun sôi, đáy phẳng, có dung tích từ 125 ml đến 250 ml, bình nón có dung tích 250 ml, hoặc các đĩa bằng thép không gỉ, đáy phẳng, đường kính từ 80 mm đến 100 mm, chiều cao khoảng 50 mm. Không sử dụng đĩa nhôm.

TCVN 8181 : 2009

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

6.11 Ống đong, dung tích 5 ml và 25 ml.

6.12 Pipet chia độ, để phân phối được 10 ml.

6.13 Bộ kẹp, bằng kim loại để giữ bình, cốc hoặc đĩa.

6.14 Tấm màng mỏng xenlulo, không sơn, tan được trong axit clohydric, dày từ 0,03 mm đến 0,05 mm, kích thước 50 mm x 75 mm. Các tấm này phải trở với các điều kiện thử nghiệm.

6.15 Máy nghiền hoặc xay thích hợp, để làm sạch, dùng để chuẩn bị mẫu thử.

7 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).

Tất cả các mẫu thử nghiệm phải được bảo quản ở nhiệt độ trong khoảng từ 0 °C đến 20 °C từ khi lấy mẫu cho đến khi tiến hành thử nghiệm.

8 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 (6.15). Trộn nhanh mẫu đã nghiền và đối với phomat cứng hoặc nửa cứng thì nghiền lần thứ hai, nếu cần và trộn kỹ. Tốt nhất đối với phomat cứng hoặc nửa cứng là cắt thành các miếng có kích thước 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 thì trộn kỹ bằng cách nhào trộn mạnh ví dụ bằng cối và chày. Chú ý không để thất thoát ẩm.

Bảo quản mẫu thử 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 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 kết hợp hết vào mẫu thử. Khi phomat nghiền cho thấy có mốc không mong muốn hoặc khi có dấu hiệu hư hỏng thì không tiến hành kiểm tra.

Tất cả quá trình chuẩn bị mẫu thử phải được tiến hành theo cách sao cho giảm thiểu sự thất thoát ẩm. Việc thất thoát ẩm sẽ làm tăng hàm lượng chất béo biểu kiến.

9 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Một qui trình thay thế khác sử dụng ống chiết chất béo có gắn với si phông hoặc chai rửa được qui định trong Phụ lục B.

9.1 Phân mẫu thử

Trộn mẫu thử (Điều 8) bằng cách khuấy trộn nhẹ. Cân ngay, từ 1 g đến 3 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho trực tiếp hoặc gián tiếp vào bình chiết chất béo (6.6), cốc có mỏ hoặc bình cầu 100 ml.

Cân khoảng 3 g phomat chứa hàm lượng chất béo đến 30 % phần khối lượng. Đối với phomat chứa hàm lượng chất béo cao hơn 30 % thì chỉnh phần mẫu thử thích hợp sao cho thu được khối lượng chất béo chiết được từ 750 mg đến 1 000 mg.

Phần mẫu thử có thể được cân trên tấm màng xenlulo (6.14), sau đó được gấp lại và cho vào bình đã chọn. Chuyển phần mẫu thử càng hết càng tốt sang bầu thấp (bầu nhỏ) của bình chiết chất béo.

9.2 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, sử dụng cùng qui trình và dùng cùng một loại thuốc thử, nhưng bỏ qua phần mẫu thử (xem A.2).

Nếu giá trị thu được trong phép thử trắng này vượt quá 1,0 mg, thì kiểm tra thuốc thử, nếu trước đó chưa được kiểm tra (xem 5.1). Việc điều chỉnh giá trị lớn hơn 2,5 mg cần được nêu ra trong báo cáo thử nghiệm.

9.3 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Làm khô bình thu nhận chất béo (6.9) cùng vải chất trợ sôi (6.10) trong tủ sấy (6.4) đặt ở 102 °C trong 1 h.

CHÚ THÍCH Chất trợ sôi là để giúp cho sôi nhẹ trong suốt quá trình loại bỏ các dung môi, đặc biệt trong trường hợp sử dụng bình thu nhận chất béo bằng thủy tinh; tùy ý trong trường hợp dùng đĩa kim loại.

Đặt bình thu nhận chất béo (tránh bụi) nguội đến nhiệt độ phòng cân (bình thủy tinh để ít nhất trong 1 h, đĩa kim loại ít nhất 30 min).

Không nên đặt bình thu nhận chất béo trong tủ hút ẩm để tránh chưa đủ nguội hoặc thời gian làm nguội bị kéo dài.

Dùng kẹp đặt bình thu nhận chất béo lên cân để tránh làm thay đổi nhiệt độ. Cân bình chính xác đến 1 mg.

9.4 Xác định

9.4.1 Tùy thuộc vào hình dạng của thiết bị chiết và cỡ mẫu thử, thêm từ 8 ml đến 10 ml axit clohydric loãng (5.3). Thêm axit clohydric để rửa phần mẫu thử sang bầu nhỏ của bình chiết chất béo (6.6) hoặc lên đáy cốc hoặc bình và trộn.

9.4.2 Làm nóng lọ hoặc bình chiết chất béo bằng cách di chuyển nhẹ nhàng (không để cháy) trên nồi cách thủy hoặc trên bếp điện (6.5) hoặc trên ngọn lửa cho đến khi các hạt đã tan hết.

CHÚ THÍCH Một số bình chiết chất béo kiểu Mojonnier không được làm nóng trên ngọn lửa.

9.4.3 Để yên lọ hoặc bình chiết chất béo từ 20 min đến 30 min trên nồi cách thủy (6.5) hoặc giữ cho sôi nhẹ trên ngọn lửa hoặc trên bếp điện (6.5) trong 10 min. Làm nguội dưới dòng nước chảy.

9.4.4 Nếu việc phân hủy được thực hiện trong thiết bị chiết chất béo, thì thêm 10 ml etanol (5.4). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu mà không để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Tiến hành tiếp như trong 9.4.5.

Cách khác, nếu việc phân hủy được thực hiện trong lọ khác với bình chiết chất béo (6.6), thì rót lượng chứa trong lọ sang bình chiết chất béo. Tráng lọ bằng 10 ml etanol (5.4). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu mà không để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Tráng tiếp lọ bằng 25 ml dietyl ete (5.5) và rót lượng chứa trong lọ sang bình chiết chất béo, trong khi đó tráng đầu tip và miệng bình bằng một lượng dietyl ete bổ sung. Đậy nắp bình chiết chất béo bằng nút bản đã bão hòa nước hoặc nút làm bằng vật liệu khác đã làm ướt bằng nước (xem 6.6) và lắc bình cầu như trong 9.4.5. Cuối cùng tráng lại lọ bằng 25 ml dầu nhẹ (5.6) và rót dung môi này vào bình chiết chất béo, trong khi đó cũng tráng đầu tip và miệng bình bằng một lượng dầu nhẹ bổ sung. Đậy nắp bình chiết chất béo và lắc bình như trong 9.4.6. Sau đó tiếp tục qui trình ly tâm như trong 9.4.7.

9.4.5 Thêm 25 ml ete dietyl (5.5). Đậy bình bằng nút bản đã bão hòa nước hoặc đậy bằng nút làm bằng chất liệu khác (xem 6.6) đã được làm ướt bằng nước.

Lắc mạnh bình trong vòng 1 min nhưng không lắc quá mạnh để tránh tạo nhũ bền. Trong quá trình lắc, giữ bình ở tư thế nằm ngang và bầu nhỏ hướng lên trên, cho chất lỏng trong bầu lớn chảy sang bầu nhỏ một cách định kỳ. Nếu cần, làm mát bình dưới dòng nước chảy.

Tháo nút một cách cẩn thận, tráng nút và cổ bình cầu bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.7). Dùng chai rửa (6.8) sao cho nước rửa chảy vào bình chiết chất béo.

9.4.6 Cho thêm 25 ml dầu nhẹ (5.6). Đậy bình bằng nút bần hoặc nút khác đã làm ướt lại bằng nước (ngâm vào trong nước).

Lắc nhẹ bình cầu trong 30 s như mô tả trong 9.4.5.

9.4.7 Cho ly tâm bình chiết chất béo đã đậy kín từ 1 min đến 5 min ở tần số quay từ 500 ⁻¹ đến 600 ⁻¹. Nếu không có máy li tâm, thì đặt bình cầu đậy kín trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi có lớp nổi trên bề mặt rõ rệt và phân biệt rõ với lớp chất lỏng. Làm mát bình cầu dưới dòng nước chảy, nếu cần.

9.4.8 Cẩn thận lấy nút ra, dùng một ít dung môi hỗn hợp (5.7) để tráng nút vào phía trong cổ bình chiết chất béo. Dùng chai rửa (6.8) để tráng bình sao cho nước rửa chảy vào bình cầu.

Nếu mặt lớp phân cách thấp hơn chỗ thắt cổ bình, thì cần nâng cao mức này lên một chút bằng cách nhẹ nhàng cho thêm nước theo thành bình (xem Hình 1) để dung môi có thể gạn được dễ dàng.

CHÚ THÍCH Trong Hình 1 và Hình 2 mô tả một trong ba loại bình được qui định trong ISO 3889 đã được chọn, nhưng điều này không có nghĩa là nó được ưu tiên hơn loại khác.

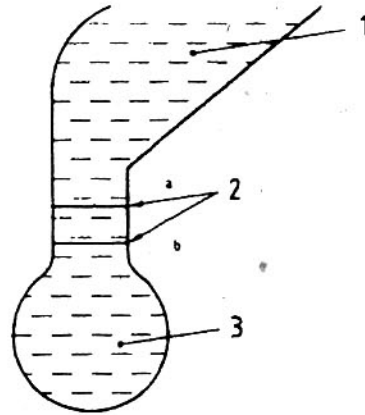
9.4.9 Giữ bình chiết chất béo tại bầu nhỏ, cẩn thận gạn được càng nhiều càng tốt lớp nổi trên bề mặt vào bình thu nhận chất béo (9.3) đã được chuẩn bị có chứa một ít chất trợ sôi (6.10) (đối với đĩa kim loại thì tùy chọn). Tránh không gạn bất kỳ một chút chất lỏng nào vào bình (xem Hình 2).

9.4.10 Tráng phía ngoài cổ bình chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.7). Thu lấy nước rửa vào bình thu nhận chất béo; chú ý không để dung môi hỗn hợp tràn ra thành ngoài của bình chiết. Tốt nhất, nên loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình thu nhận chất béo bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi như mô tả trong 9.4.13.

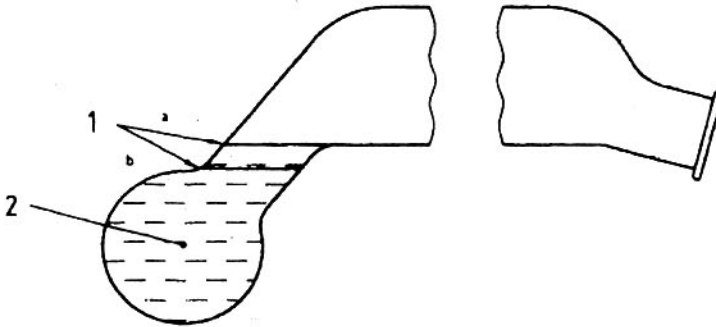
9.4.11 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác như mô tả trong 9.4.5 đến hết 9.4.9, dùng 15 ml ete dietyl (5.5) và 15 ml dầu nhẹ (5.6) để thay cho 25 ml. Dùng ete dietyl để tráng thành trong của cổ bình chiết chất béo. Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách đến giữa cổ bình chiết chất béo (xem Hình 1) bằng cách nhẹ nhàng cho thêm nước theo thành bình (xem Hình 1) để có thể gạn hết dung môi càng nhiều càng tốt (xem Hình 2).

CHÚ DẪN

- 1 Dung môi
- 2 Lớp phân cách
- 3 Lớp chất lỏng
- 4 Ở lần chiết thứ hai và lần chiết thứ ba
- 5 Ở lần chiết thứ nhất



Hình 1 – Trước khi gạn



CHÚ DẪN

- 1 Lớp phân cách
- 2 Lớp chất lỏng
- 3 Ở lần chiết thứ hai và lần chiết thứ ba
- 4 Ở lần chiết thứ nhất

Hình 2 – Sau khi gạn

9.4.12 Thực hiện chiết lần ba bằng cách lặp lại các thao tác như mô tả trong 9.4.5 đến hết 9.4.9. Chỉ sử dụng 15 ml ete dietyl (5.5) và 15 ml dầu nhẹ (5.6). Dùng ete dietyl để tráng bên trong cổ bình chiết chất béo. Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách đến giữa cổ bình (xem Hình 1) để có thể gạn hết dung môi càng nhiều càng tốt (xem Hình 2).

Lần chiết thứ ba có thể bỏ qua đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo nhỏ hơn 3 %.

9.4.13 Loại bỏ các dung môi (kể cả etanol) càng hết càng tốt khỏi bình thu nhận chất béo bằng cách chưng cất, hoặc bằng cách làm bay hơi nếu sử dụng cốc có mỏ hoặc đĩa (xem 6.3). Tráng thành trong của cốc bình nón bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.7) trước khi bắt đầu chưng cất.

9.4.14 Sấy bình thu nhận chất béo 1 h để trong tủ sấy (6.4) ở nhiệt độ 102 °C. Lấy bình thu nhận chất béo ra khỏi lò sấy và kiểm tra ngay xem chất béo đã trong hay chưa. Nếu chất béo không trong, thì trong chất béo bị coi là có tạp chất và phải lặp lại toàn bộ qui trình. Nếu chất béo trong, thì bảo quản bình thu nhận chất béo khỏi bụi và để nguội bình đến nhiệt độ phòng cân (đối với bình thủy tinh tối thiểu 1 h còn đối với đĩa kim loại tối thiểu là 30 min).

CHÚ THÍCH Tùy thuộc vào bình thu nhận chất béo được sử dụng, nhưng nên đặt nghiêng bình trong tủ sấy để dung môi thoát ra dễ hơn.

Không lau bình thu nhận chất béo ngay trước lúc cân. Dùng kẹp để đặt bình thu nhận chất béo lên cân để tránh làm thay đổi nhiệt độ. Cân chính xác đến 1,0 mg.

9.4.15 Sấy bình thu nhận chất béo 3 min trong tủ sấy (6.4) ở nhiệt độ 102 °C. Cân lại theo 9.4.14. Nếu cân, lặp lại các qui trình sấy và cân cho đến khi chênh lệch khối lượng của bình thu nhận chất béo giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 mg. Ghi khối lượng tối thiểu là khối lượng của bình thu nhận chất béo và của chất chiết được.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Phương pháp tính

Tính hàm lượng chất béo, w , 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 (9.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của bình thu nhận chất béo và chất chiết được, xác định được trong 9.4.15, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình thu nhận chất béo đã chuẩn bị (9.3), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của bình thu nhận chất béo sử dụng trong thử mẫu trắng (9.2) và chất chiết xác định được trong 9.4.15, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của bình thu nhận chất béo (9.3) sử dụng trong phép thử trắng (9.2), tính bằng gam (g).

10.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến hai chữ số thập phân.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong Phụ lục C. Các giá trị thu được từ phép thử này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các giá trị đã nêu.

Các phòng thử nghiệm sử dụng phương pháp này cần lưu ý đối với các loại phomat cụ thể, trong thực tế có thể thu được giá trị cao hơn r và R .

11.2 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 0,30 %.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, 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 0,40 %.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- 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

(Tham khảo)

Các chú ý về cách tiến hành

A.1 Phép thử trắng để kiểm tra thuốc thử (xem 5.1)

A.1.1 Trong phép thử trắng này, bình thu nhận chất béo (6.9) 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 phần chiết của thuốc thử. Bình kiểm chứng có thể được dùng như bình đối trọng trong trường hợp cân có hai đĩa cân. Mặt khác, chênh lệch khối lượng biểu kiến $[(m_3 - m_4)$ trong 10.1] của bình kiểm chứng phải được xem xét khi kiểm tra khối lượng của bình thu nhận chất béo dùng trong phép thử trắng. Do đó, sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình kiểm tra, được điều chỉnh theo sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo cho mục đích kiểm chứng, sẽ không tăng quá 1,0 mg.

A.1.2 Rất hiếm khi dung môi có chứa chất bay hơi bị giữ lại nhiều trong chất béo. Nếu thấy sự có mặt của các chất như thế, cần tiến hành phép thử trắng đối với tất cả các thuốc thử và từng dung môi thì sử dụng bình thu nhận chất béo với khoảng 1 g butterfat khan. Nếu cần, chưng cất lại các dung môi 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 chưng cất lại.

A.2 Tiến hành phép thử trắng đồng thời với việc xác định (9.2)

Giá trị thu được trong thử mẫu trắng, tiến hành đồng thời với việc xác định, cho phép khối lượng biểu kiến của các chất chiết được từ phần mẫu thử $(m_1 - m_2)$ điều chỉnh cho sự có mặt của chất không bay hơi chiết được từ thuốc thử. Nhưng sự điều chỉnh cần có một vài thay đổi về điều kiện môi trường của phòng cân và chênh lệch nhiệt độ giữa bình thu nhận chất béo (6.9) và phòng cân của hai lần cân (9.4.15 hoặc 9.3).

Trong các điều kiện thích hợp (giá trị thấp trong phép thử trắng đối với thuốc thử, nhiệt độ cân bằng của phòng cân, thời gian để cho bình thu nhận chất béo đủ nguội), thì giá trị này sẽ luôn luôn nhỏ hơn 1,0 mg và sau này có thể được bỏ qua trong phần tính kết quả trong trường hợp xác định thông thường. Cũng thường gặp giá trị lớn hơn đến 2,5 mg (dương và âm). Sau khi điều chỉnh các giá trị này, các kết quả sẽ đúng. Khi điều chỉnh giá trị lớn hơn 2,5 mg được sử dụng thì phải nêu lên trong phần báo cáo kết quả (Điều 12).

TCVN 8181 : 2009

Nếu giá trị thu được trong phép thử trắng thường lớn hơn 1,0 mg thì cần kiểm tra lại thuốc thử nếu ngay trước đó chưa kiểm tra. Thuốc thử không tinh khiết thì cần phải thay mới hoặc làm sạch lại (xem 5.1 và A.1).

A.3 Thử đối với peroxit

Để thử peroxit, cho 1 ml dung dịch kali iodua 100 g/l mới chuẩn bị vào 10 ml ete dietyl (5.5) đựng trong ống đong nhỏ có nắp thủy tinh trước đó đã được tráng bằng ete. Lắc ống đong và sau đó để yên trong 1 min. Không quan sát thấy màu vàng trong từng lớp.

Có thể sử dụng các phương pháp thử nghiệm thích hợp khác đối với peroxit.

Để đảm bảo cho ete dietyl không chứa peroxit, xử lý ete ít nhất là ba ngày trước khi sử dụng như sau:

Cắt lá kẽm thành những dải để ít nhất là chúng chạm được đến nửa chai đựng ete, dùng khoảng 80 cm² lá kẽm cho 1 lít ete dietyl.

Trước khi sử dụng, nhúng toàn bộ các dải lá kẽm này 1 min trong dung dịch chứa 10 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước (CuSO₄.5H₂O) và 2 ml axit sulfuric [98 %(khối lượng)] đậm đặc trên lít.

Rửa kỹ các dải này nhẹ nhàng bằng nước, rồi đặt các dải đã mạ đồng còn ướt này vào trong chai đựng ete dietyl và để chúng trong chai.

Có thể sử dụng các phương pháp khác với điều kiện là không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

A.4 Ete dietyl có chứa chất chống oxi hoá

Ete dietyl có chứa khoảng 1 mg/kg chất chống oxi hoá có bán sẵn ở một số quốc gia, đặc biệt dùng để xác định chất béo. Hàm lượng này không dùng cho mục đích đối chứng.

Tại một số quốc gia có bán sẵn ete dietyl chứa hàm lượng chất chống oxi hoá cao hơn, ví dụ: đến 7 mg/kg. Những ete dietyl như thế chỉ nên sử dụng đối với các phép xác định thường xuyên và phải tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, để điều chỉnh những sai số hệ thống do lượng dư của chất chống oxi hoá gây ra. Đối với mục đích đối chứng, thì loại ete dietyl như vậy luôn phải chưng cất trước khi sử dụng.

A.5 Etanol

Có thể sử dụng etanol đã bị metanol làm biến tính với điều kiện là etanol đó không làm ảnh hưởng đến kết quả của việc xác định.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Cách tiến hành khác dùng ống chiết chất béo có si phông hoặc có nối với chai rửa

B.1 Khái quát

Nếu sử dụng ống chiết chất béo (6.6) có si phông hoặc có nối với chai rửa (Xem ví dụ ở Hình B.1) thay cho bình chiết chất béo (6.6) thì tiến hành theo qui định trong Phụ lục này. Các ống này phải có nắp đậy hoặc nút bần chất lượng tốt như được qui định đối với bình chiết chất béo (6.6).

B.2 Cách tiến hành

B.2.1 Chuẩn bị mẫu thử

Xem Điều 8.

B.2.2 Phân mẫu thử

Tiến hành theo qui định trong 9.1 nhưng dùng các ống chiết chất béo (6.6)

Phân mẫu thử này phải chuyển được hết vào đáy của ống chiết chất béo.

B.2.3 Phép thử trắng

Xem 9.2 và A.2.

B.2.4 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Xem 9.3.

B.2.5 Xác định

B.2.5.1 Tiến hành xác định ngay

Cho thêm 10 ml dung dịch axit clohydric loãng (5.3) để rửa phần mẫu thử (B.2.2) trên đáy ống chiết chất béo, cốc có mỏ hoặc hình và trộn.

B.2.5.2 Làm nóng ống hoặc bình chiết chất béo bằng cách di chuyển nhẹ nhàng (không để cháy) trên nồi cách thủy hoặc trên bếp điện (6.5) hoặc trên ngọn lửa cho đến khi các hạt đã tan hết.

B.2.5.3 Để yên ống hoặc bình chiết chất béo từ 20 min đến 30 min trên nồi cách thủy (6.5) hoặc giữ cho sôi nhẹ trên ngọn lửa hoặc trên bếp điện (6.5) trong 10 min. Làm nguội dưới dòng nước chảy.

B.2.5.4 Nếu việc phân hủy được thực hiện trong thiết bị chiết chất béo, thì thêm 10 ml etanol (5.4). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu mà không để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Tiến hành tiếp như trong B.2.5.5.

Cách khác, nếu việc phân hủy được thực hiện trong ống khác với bình cầu chiết chất béo (6.6), thì rót lượng chứa trong lọ sang bình chiết chất béo. Tráng lọ bằng 10 ml etanol (5.4). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu mà không để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Tráng tiếp lọ bằng 25 ml dietyl ete (5.5) và rót lượng chứa trong lọ sang bình chiết chất béo, trong khi đó tráng đầu tip và miệng bình bằng một lượng dietyl ete bổ sung. Đậy nắp bình bằng nút bần đã bão hòa nước hoặc nút làm bằng vật liệu khác đã làm ướt lại bằng nước (xem 6.6) và lắc bình cầu như trong B.2.5.5. Cuối cùng tráng lại lọ bằng 25 ml dầu nhẹ (5.6) và rót dung môi này vào bình chiết chất béo, trong khi đó cũng tráng đầu tip và miệng bình bằng một lượng dầu nhẹ bổ sung. Đậy nắp bình chiết chất béo và lắc bình như trong B.2.5.6. Sau đó tiếp tục qui trình ly tâm như trong B.2.5.7.

B.2.5.5 Thêm 25 ml ete dietyl (5.5). Đậy bình bằng nút bần đã bão hòa nước hoặc đậy bằng nút làm bằng chất liệu khác đã được làm ướt bằng nước (xem 6.6).

Lắc mạnh bình trong vòng 1 min nhưng không lắc quá mạnh để tránh tạo nhũ bền. Trong quá trình lắc, giữ bình ở tư thế nằm ngang và bầu nhỏ hướng lên trên, cho chất lỏng trong bầu lớn chảy sang bầu nhỏ một cách định kỳ. Nếu cần, làm mát bình dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng.

Tháo nút một cách cẩn thận, tráng nút và cổ bình cầu bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.7). Dùng chai rửa (6.8) sao cho nước rửa chảy vào bình chiết chất béo.

B.2.5.6 Cho thêm 25 ml dầu nhẹ (5.6). Đậy bình chiết chất béo bằng nút bần hoặc nút khác đã là ướt lại bằng nước (ngâm vào trong nước).

Lắc bình cầu nhẹ nhàng trong vòng 30 s như mô tả trong B.2.5.5.

B.2.5.7 Cho ly tâm ống chiết chất béo đã đậy kín từ 1 min đến 5 min ở tần số quay từ 500 \cdot^{-1} đến 600 \cdot^{-1} . Nếu không có máy li tâm, đặt ống đậy kín trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi thấy có lớp nổi trên bề mặt rõ rệt và phân biệt rõ với lớp chất lỏng. Nếu cần, làm mát ống dưới dòng nước chảy.

B.2.5.8 Cẩn thận lấy nút ra, dùng một ít dung môi hỗn hợp (5.7) để tráng nút và cho chảy vào trong cổ ống. Dùng chai rửa (6.8) để tráng bình sao cho nước rửa chảy vào ống.

B.2.5.9 Lắp khớp nối si phông hoặc nối với chai rửa vào ống. Đẩy ống nối bên trong cho đến khoảng 4 mm cao hơn mặt tiếp xúc giữa các lớp. Ống nối phía bên trong phải song song với trục của ống chiết chất béo.

Cẩn thận gạt lớp nối trên bề mặt của ống vào bình thu nhận chất béo (xem 9.3) có chứa một ít chất trợ sôi (6.10) trong trường hợp đối với bình (còn đối với đĩa kim loại thì tùy chọn). Không để lớp chất lỏng lẫn vào. Tráng phía ngoài khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, thu lấy nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

B.2.5.10 Tháo khớp nối khỏi cổ của ống. Nâng nhẹ ống nối và tráng phần thấp hơn của ống nối bên trong bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.7). Hạ thấp và chèn lại ống nối và chuyển nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

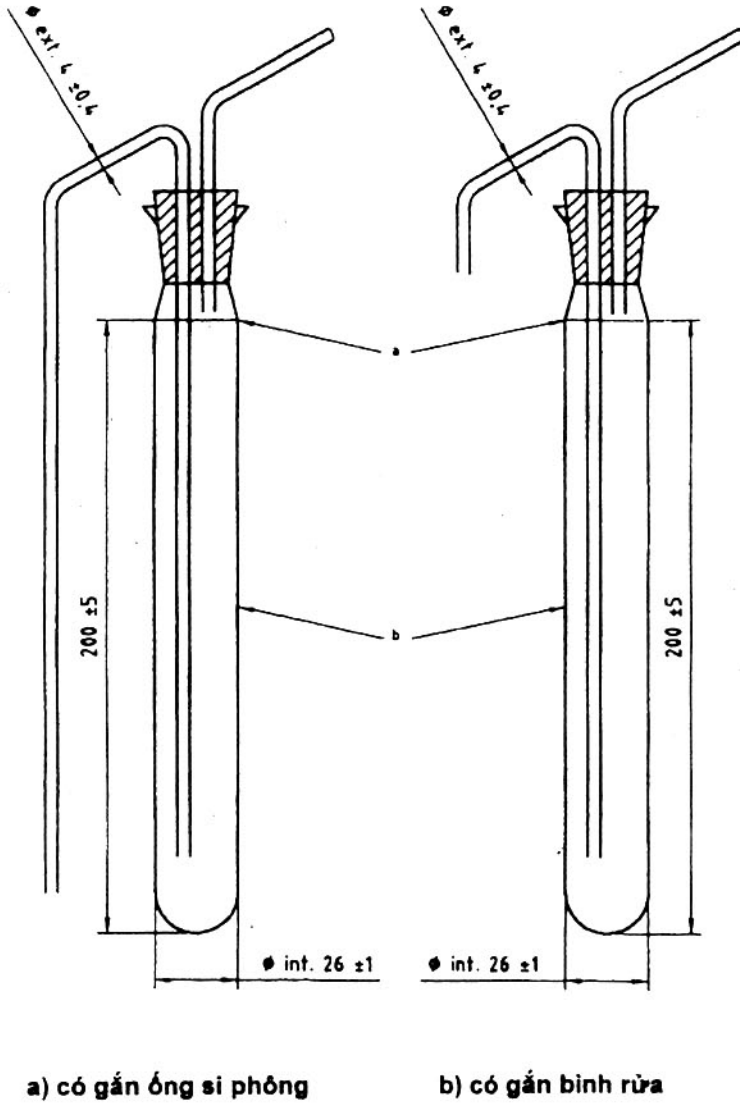
Tráng rửa lại khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, cho nước rửa vào lọ. Loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình nhận bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi như trong 9.4.13, nếu yêu cầu.

B.2.5.11 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác như mô tả trong B.2.5.5 đến B.2.5.10, nhưng thay 25 ml bằng 15 ml ete dietyl (5.5) và 15 ml dầu nhẹ (5.6). Dùng ete dietyl để tráng thành trong của khớp nối. Trong suốt quá trình tháo khớp nối ra khỏi ống chiết chất béo sau lần chiết lần trước.

B.2.5.12 Thực hiện chiết lần ba, bằng cách lặp lại các thao tác như mô tả trong B.2.5.3 đến B.2.5.10 chỉ dùng 15 ml ete dietyl (5.5) và 15 ml dầu nhẹ (5.6) để tráng thành trong của khớp nối như mô tả trong B.2.5.10.

Lần chiết ba có thể bỏ qua đối với phomat có hàm lượng béo nhỏ hơn 3 %.

B.2.5.13 Tiến hành tiếp theo như mô tả trong 9.4.13 đến 9.4.15.



CHÚ DẪN

- a Dung dịch khi tháo khởp nổi $105 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$.
- b Độ dày của thành $1,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$.

Hình B.1 – Các ví dụ về các ống chiết chất béo

Phụ lục C

(Tham khảo)

Phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử công tác quốc tế gồm 12 phòng thử nghiệm của sáu quốc gia tham gia thực hiện trên hai mẫu khác nhau của bốn loại phomat. Tám 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) để cho các số liệu về độ chụm như trong Bảng C.1.

	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	11	11	12	11
Giá trị trung bình, %	27,12	26,99	29,98	30,69	14,54	9,64	33,01	31,50
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,117	0,062	0,116	0,070	0,044	0,039	0,102	0,125
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,43	0,23	0,39	0,23	0,30	0,40	0,31	0,40
Giới hạn lặp lại, r (2,8 s_r), %	0,332	0,174	0,328	0,197	0,124	0,110	0,290	0,354
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , %	0,169	0,096	0,124	0,106	0,081	0,065	0,166	0,210
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,62	0,36	0,41	0,35	0,56	0,67	0,50	0,67
Giới hạn tái lập, R (2,8 s_R), %	0,479	0,252	0,352	0,299	0,228	0,187	0,470	0,593
^a Phomat Emmenthaler. ^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.*
-