

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN-6688-2:2007

ISO 8262-2:2005

Xuất bản lần 2

**SẢN PHẨM SỮA VÀ THỰC PHẨM TỪ SỮA –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO BẰNG
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG WEIBULL-BERNTROP
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

PHẦN 2: KEM LẠNH VÀ KEM LẠNH HỖN HỢP

*Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by
the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method)*

Part 2: Edible ices and ice-mixes

HÀ NỘI - 2007

Lời nói đầu

TCVN 6688-2:2007 thay thế TCVN 6688-2:2000;

TCVN 6688-2:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 8262-2:2005/ IDF 124-2:2005;

TCVN 6688-2:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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 6688:2007 (ISO 8262:2005) Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-Berntrop (phương pháp chuẩn), bao gồm các phần sau:

- Phần 1: Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh;
- Phần 2: Kem lạnh và kem lạnh hỗn hợp;
- Phần 3: Các trường hợp đặc biệt.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất béo của sữa, sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa, là một trong số các phương pháp chuẩn được hài hoà tới mức tối đa. Các phương pháp này dựa trên các nguyên tắc của Rose-Gottlieb (RG), hoặc Weibull-Berntrop (WB) hoặc Schmid – Bondzynski-Ratzlaff (SBR).

Tiêu chuẩn này liên quan đến các sản phẩm kem lạnh và hỗn hợp kem lạnh từ sữa và các loại kem lạnh khác có bổ sung các hàm lượng quả, lòng trắng trứng, chất nhũ hoá... cao mà phương pháp dựa trên nguyên tắc Weibull-Berntrop (WB) này được chọn vì:

- a) qui trình Rose-Gottlieb (RG) là không thích hợp vì sản phẩm chứa các thành phần trên đây với hàm lượng lớn sẽ không thể chiết hết được chất béo, do đó hàm lượng chất béo chiết được bị thấp đi.
- b) qui trình Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR) là không thích hợp vì sản phẩm có hàm lượng cacbon hydrat cao sẽ làm tăng các hợp chất có thể chiết được bằng ete khi thuỷ phân bằng axit, do đó cho giá trị hàm lượng chất béo thu được sẽ quá cao.
- c) qui trình Weibull-Berntrop (WB) tuy cũng sử dụng quá trình thuỷ phân bằng axit nhưng không ảnh hưởng ngược đến các hợp chất có thể chiết bằng ete, vì phần thuỷ phân bằng axit đã được lọc và rửa, cặn khô trên phễu lọc không còn chứa các hợp chất có thể chiết được bằng xăng nhẹ.
- d) tại nhiều quốc gia đã sử dụng phương pháp mô tả trên đây để xác định hàm lượng chất béo.

Phương pháp Weibull đầu tiên được áp dụng cho bánh mì; sau đó được Berntrop phát triển, rồi được sửa đổi một cách đáng kể như qui định trong tiêu chuẩn này. Phương pháp này đã được áp dụng rộng rãi để xác định hàm lượng chất béo cho nhiều loại sản phẩm thực phẩm.

Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-Berntrop (phương pháp chuẩn)

Phần 2: Kem lạnh và kem lạnh hỗn hợp

*Milk products and milk-based foods – Determination of fat content by
the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method)*

Part 2: Edible ices and ice-mixes

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo trong kem lạnh và kem lạnh hỗn hợp khi không xác định được bằng phương pháp Rose-Gottlieb (tức là các sản phẩm chứa một hàm lượng lớn các chất ổn định, hoặc chất làm dày, hoặc lòng trắng trứng, hoặc trái cây hoặc hỗn hợp các thành phần này).

CHÚ THÍCH Khi kem lạnh và kem hỗn hợp từ sữa không chứa hoặc có chứa không quá vài phần trăm các thành phần trên thì có thể xác định bằng phương pháp Rose-Gottlieb qui định trong ISO 7328.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

hàm lượng chất béo (fat content)

tất cả các chất xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

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

3 Nguyên tắc

Thủy phân phần mẫu thử bằng cách đun sôi với axit clohydric loãng. Phần thủy phân nóng được lọc qua giấy lọc ướt để giữ lấy chất béo, sau đó chất béo được qua giấy lọc khô chiết bằng *n*-hexan hoặc xăng

TCVN 6688-2:2007

nhẹ. Loại bỏ dung môi bằng cách chưng cất hoặc cho bay hơi và cân lượng chất vừa chiết được. (Điều này thường được gọi là nguyên tắc Weibull-Berntrop).

4 Thuốc thử và vật liệu

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và khi tiến hành xác định theo phương pháp này không được để lại lượng cặn đáng kể. Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã khử ion, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit clohydric loãng, chứa HCl khoảng 20 % (phần khối lượng), ρ_{20} xấp xỉ 1,10 g/ml.

Pha loãng 100 ml axit clohydric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) bằng 100 ml nước và trộn.

4.2 Dung môi chiết, không chứa nước: *n*-hexan hoặc xăng nhẹ có điểm sôi trong khoảng từ 30 °C đến 60 °C.

Để kiểm tra chất lượng của dung môi chiết, chưng cất 100 ml dung môi này từ bình chiết (5.4) đã chuẩn bị theo 7.4. Dùng một bình chiết rỗng đã chuẩn bị theo cùng phương thức để kiểm tra khối lượng (xem 10.1). Dung môi chiết không được để lại lượng cặn vượt quá 1,0 mg.

Thay hoặc chưng cất dung môi nếu không đáp ứng được các yêu cầu ở trên.

4.3 Giấy lọc gấp nếp, loại trung bình, tốt nhất là loại đã khử chất béo, đường kính 150 mm.

Tiến hành các phép thử trắng như qui định trong 7.3 để kiểm tra chất lượng của giấy lọc, sử dụng dung môi thoả mãn yêu cầu trong 4.2. Dùng một bình chiết rỗng (5.4) đã chuẩn bị như qui định trong 7.4 để kiểm tra khối lượng (xem 10.1). Giấy lọc không được để lại lượng cặn vượt quá 2,5 mg.

Thay các giấy lọc không thoả mãn điều kiện trên.

4.4 Giấy qui xanh.

4.5 Diatomit (tùy chọn; xem 7.5.3).

4.6 Lactoza tinh khiết (tùy chọn; xem 7.5.3).

4.7 Sợi bông, đã khử chất béo bằng cách chiết với dung môi (4.2) trong 1,5 giờ và sấy khô.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.1 Cân phân tích.

5.2 Bộ trộn, để làm đồng nhất mẫu thử nghiệm, nếu cần. Ví dụ: máy xay thực phẩm hoặc bộ trộn tốc độ cao có bình trộn dung tích 1 lít, có nắp đậy.

5.3 Thiết bị chiết, có thể chiết liên tục hoặc bán liên tục. Ví dụ: kiểu Soxhlet, gồm một bình chiết (đáy phẳng, cổ ngắn) dung tích 150 ml, một bộ chiết có si phông dung tích từ 40 ml đến 60 ml và bộ sinh hàn gắn với ống sấy hoặc nút bông.

5.4 Bình chiết, dung tích 150 ml, đáy phẳng, cổ ngắn.

5.5 Ống chiết, làm bằng giấy lọc đã khử chất béo, thủy tinh, alumin hoặc bằng polytetrafluoroetylen (PTFE) không được để một lượng cặn đáng kể trong thử trắng, hoặc làm bằng xeluloza, có đường kính trong 22 mm và chiều dài biên 80 mm để sử dụng với thiết bị chiết (5.3).

5.6 Nồi cách thủy, có thể duy trì ở các khoảng nhiệt độ sau:

- từ 40 °C đến 60 °C (xem 7.1.2);
- từ 30 °C đến 40 °C (xem 7.1.3).

5.7 Dụng cụ gia nhiệt, dùng cho dụng cụ chiết. Ví dụ: nồi cách thủy, bể cát hoặc bếp điện kiểm soát được nhiệt độ.

5.8 Chất trợ sôi, không chứa chất béo: hạt thủy tinh, hoặc các mảnh sứ khó vỡ, không xốp hoặc silicon cacbua.

5.9 Bình nón, dung tích 250 ml, được gắn với bộ sinh hàn, tốt nhất là kiểu Liebig.

5.10 Dụng cụ gia nhiệt, dùng cho bình nón gắn với bộ sinh hàn. Ví dụ: lưới kim loại và đầu đốt bằng khí, bếp điện hoặc bể cát.

5.11 Phễu lọc, thích hợp để sử dụng với giấy lọc gấp nếp (4.3).

5.12 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml và 250 ml.

5.13 Dụng cụ chung cất, có thể chiết được dung môi nhẹ từ các bình ở nhiệt độ không quá 100 °C.

5.14 Tủ sấy, đốt nóng bằng điện, có các cổng thông gió mở hoàn toàn, có thể duy trì ở $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trong toàn bộ khoang sấy.

Tủ sấy được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

5.15 Ống đong, dung tích 50 ml, 100 ml và 250 ml.

5.16 Kẹp, làm bằng kim loại, thích hợp để giữ bình hoặc giữ cốc.

5.17 Cặp, có đầu tù để giữ giấy lọc và ống.

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 bảo quản hoặc vận chuyển.

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

Bảo quản tất cả các mẫu thử nghiệm dạng lỏng, dạng sánh hoặc dạng nhão ở nhiệt độ từ 2 °C đến 4 °C, kể từ khi lấy mẫu cho đến khi tiến hành thử. Trong trường hợp mẫu đựng trong bao bì kín, thì bảo quản nguyên như thế ở nhiệt độ dưới 20 °C.

Các mẫu kem đông lạnh phòng thử nghiệm cần được bảo quản ở -18 °C ngay từ thời điểm lấy mẫu cho đến khi bắt đầu thử nghiệm.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

7.1.1 Kem lạnh thực phẩm, dạng đóng băng

Cắt mẫu thử nghiệm thành từng miếng nhỏ sau khi loại bỏ vỏ, nhưng không phải là kem.

Khi cần phải xác định hàm lượng chất béo trong từng lớp của sản phẩm, thì phải tách riêng từng lớp một cách chính xác trong khi chúng vẫn còn đóng băng, nếu có thể. Chuẩn bị các mẫu thử riêng rẽ của từng lớp để phân tích riêng theo phương thức sau đây.

Chọn vài miếng một cách ngẫu nhiên để tạo một khối lượng tổng thể khoảng 100 g (nếu có thể). Đặt chúng vào bình trộn, đậy nắp bình và để tan chảy ở nhiệt độ phòng thử nghiệm. Trộn đều sản phẩm trong 2 phút, còn đối với các sản phẩm chứa các hạt (thí dụ như hạt lạc, đường phèn) thì trộn không quá 7 phút để thu được hỗn hợp đồng nhất.

Tại bất kỳ thời điểm nào trong quá trình làm mềm và trộn sản phẩm cũng không để nhiệt độ vượt quá 12 °C.

Nếu việc tách chất béo hoặc "đánh kem" xuất hiện, thì loại bỏ hỗn hợp và lặp lại qui trình chuẩn bị với thời gian trộn ngắn hơn. Chuyển ngay mẫu đã trộn sang hộp chứa kín và tiến hành xác định trong vòng 1 giờ.

7.1.2 Kem hỗn hợp dạng lỏng

Lắc và đảo chiều hộp chứa mẫu. Mở nắp, rót từ từ sản phẩm sang hộp chứa thứ hai (có nắp đậy kín) và trộn bằng cách chuyển qua chuyển lại sản phẩm, tránh để chất béo hoặc bất kỳ thành phần nào khác

trong mẫu sót lại trên thành và đáy của hộp thứ nhất. Nếu sản phẩm vẫn còn chứa các thành phần khác ở dạng từng mảng hoặc từng miếng thì đông hoá chúng trong bộ trộn thích hợp (5.2). Cuối cùng, chuyển hết sản phẩm sang hộp chứa thứ hai. Đậy nắp hộp.

Nếu cần, để hộp chứa đang đậy kín vào nổi cách thuỷ (5.6) ở nhiệt độ từ 40 °C đến 60 °C. Cứ 15 phút lại lấy ra và lắc mạnh. Sau 2 giờ, lấy hộp chứa ra, dùng khăn khô lau mặt ngoài của hộp và để nguội đến nhiệt độ phòng. Mở hẳn nắp và trộn kỹ lưỡng chứa bằng thìa hoặc dao trộn. (Nếu chất béo đã tách hẳn, thì không thử mẫu). Chuyển hết sản phẩm sang hộp chứa thứ hai. Đậy nắp hộp.

7.1.3 Kem lạnh hỗn hợp dạng sánh hoặc nhão

Mở nắp hộp chứa và trộn kỹ lưỡng chứa bên trong bằng dao trộn. Nếu có thể, sử dụng máy quay để trộn dưới lên trên theo cách sao cho các lớp trên cùng với các phần ở các góc dưới của hộp chứa trộn được với nhau. Tránh để chất béo hoặc bất kỳ thành phần nào khác trong mẫu sót lại trên thành và đáy của hộp chứa thứ nhất. Nếu sản phẩm vẫn còn chứa các thành phần ở dạng từng mảng hoặc từng miếng thì làm đông nhất chúng trong bộ trộn thích hợp (5.2). Cuối cùng, chuyển hết sản phẩm sang hộp chứa thứ hai (có nắp đậy kín). Đậy nắp hộp.

Nếu cần, để hộp chứa đang đậy kín vào nổi cách thuỷ (5.6) ở nhiệt độ từ 30 °C đến 40 °C. Lấy hộp chứa ra, dùng khăn lau khô mặt ngoài hộp và mở nắp. Vét sạch tất cả sản phẩm phía trong hộp chứa cho sang đĩa đủ rộng để có thể trộn được kỹ và trộn cho đến khi thu được mẫu đồng nhất. Chuyển hết sản phẩm sang hộp chứa thứ hai như trên. Đậy nắp hộp.

7.1.4 Sản phẩm dạng khô

Trộn kỹ bằng cách quay và đảo chiều hộp chứa. Nếu cần, chuyển mẫu phòng thử nghiệm sang một hộp chứa kín thích hợp có dung tích đủ rộng để thực hiện thao tác này.

Nếu sản phẩm vẫn còn chứa các thành phần ở dạng từng mảng hoặc từng miếng thì làm đông nhất chúng trong bộ trộn thích hợp (5.2).

7.2 Phần mẫu thử

Trộn mẫu thử (7.1) bằng cách khuấy (đối với sản phẩm dạng sánh, dạng nhão hoặc dạng khô), hoặc bằng cách đảo chiều hộp chứa nhẹ nhàng ba hoặc bốn lần (đối với sản phẩm dạng lỏng) và cân ngay vào nình nón (5.9), khoảng từ 3 g đến 20 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, hoặc bằng cách khác, sao cho tương ứng với 3,0 g đến 3,5 g chất khô. Phần mẫu thử không chứa quá 1,0 g chất béo; để thoả mãn yêu cầu này, có thể cần phải lấy phần mẫu thử nhỏ hơn.

Phần mẫu thử phải được chuyển hết sang bình nón (5.9).

7.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, sử dụng cùng một trình tự và cùng loại thuốc thử, nhưng thay phần mẫu thử đã pha loãng (xem 7.5.1) bằng 25 ml nước (xem 10.2).

7.4 Chuẩn bị bình chiết

Sấy bình (5.4) trong tủ sấy (5.14) ở nhiệt độ 102 °C trong 1 giờ, có chứa một ít chất trợ sôi (5.8), để làm sôi nhẹ trong quá trình chiết và loại bỏ tiếp dung môi.

Để nguội bình (bảo vệ khỏi bụi) ít nhất 30 phút đến nhiệt độ phòng cân.

Để tránh không đủ nguội hoặc thời gian làm nguội bị kéo dài, không nên đặt bình trong bình hút ẩm.

Đặc biệt là để tránh thay đổi nhiệt độ, dùng kẹp (5.16) đặt bình lên cân (5.1) và cân chính xác đến 0,1 mg.

7.5 Xác định

7.5.1 Cho nước ở nhiệt độ 30 °C vào phần mẫu thử (7.2) để có được tổng thể tích 25 ml (để thu được dung dịch axit clohydric 4 mol/l trong 7.5.2) và lắc nhẹ.

CHÚ THÍCH Xem chú thích của 7.5.3 khi có bổ sung lactoza.

7.5.2 Cho thêm 50 ml dung dịch axit clohydric (4.1) vào phần mẫu thử đã pha loãng, trong khi thêm tráng luôn thành bình và trộn nhẹ bằng cách xoay bình. Nối bình với bộ sinh hàn, đun nóng bình cho đến khi lượng chứa trong bình bắt đầu sôi và để sôi nhẹ trong 30 phút, thỉnh thoảng xoay bình.

7.5.3 Lấy 150 ml nước nóng (ở nhiệt độ ít nhất là 80 °C), dùng khoảng 75 ml để tráng phía trong bộ sinh hàn, tháo bình nón ra khỏi bộ ngưng và cho nốt 75 ml nước nóng còn lại vào bình sao cho tráng được cổ và phía trong thành bình. Nếu cần, cho thêm 1 g diatomit (4.5) hoặc khoảng 100 cm² giấy lọc đã khử chất béo được xé nhỏ để lọc nhanh hơn. Điều này nên dùng khi mẫu chứa một hàm lượng nhỏ các chất khô không chứa chất béo.

CHÚ THÍCH Để lọc nhanh hơn, có thể thêm 1 g lactoza tinh khiết (4.6) vào phần mẫu thử đã pha loãng trong 7.5.1.

7.5.4 Lọc ngay lượng chứa trong bình, rót chất lỏng qua đĩa thủy tinh vào giấy lọc gấp nếp (4.3) đã được làm ướt kỹ bằng nước nóng và đặt vào trong phễu lọc (5.11). Tráng kỹ bình ba lần bằng nước nóng, cho nước rửa vào giấy lọc qua đĩa thủy tinh và cuối cùng rửa giấy lọc ít nhất ba lần bằng nước nóng cho đến khi nước rửa không còn chứa axit khi thử bằng giấy quì (4.4). Không sử dụng quá 400 ml nước. Để cho giấy lọc ráo hẳn nước.

7.5.5 Dùng cặp (5.17) lấy giấy lọc ra khỏi phễu và đặt vào ống chiết (5.5) sao cho mép trên của giấy thấp hơn miệng ống ít nhất là 20 mm. Đặt ống vào cốc có mỏ dung tích 100 ml (5.12).

7.5.6 Sấy cốc cùng với lượng chứa bên trong và bình nón cùng với đĩa thủy tinh trong tủ sấy (5.14) ở nhiệt độ 102 °C từ 1 giờ đến 1 giờ 30 phút để sấy khô kỹ. Lấy cốc và bình cùng với đĩa thủy tinh ra khỏi tủ và để nguội.

Cán sấy khô giấy lọc, nếu không chất béo sẽ không chiết được hết. Trong trường hợp giấy lọc rất ướt và dùng bộ chiết liên tục thì vài giọt của hợp chất tan được trong nước có thể lẫn vào chất chiết, điều này sẽ làm cho chất chiết có màu tối và hàm lượng chất béo thu được cao.

7.5.7 Dùng cặp (5.17) để giữ ống chiết, nút nhẹ ống bằng sợi bông đã khử chất béo (4.7) và đặt vào bộ chiết. Dùng ống đong lấy 100 ml *n*-hexan hoặc xăng nhẹ (4.2). Sử dụng các phần dung môi để tráng đầu kẹp, phía trong cốc, bình nón và đĩa thủy tinh, thu lấy nước tráng cho vào bình chiết đã chuẩn bị (xem 7.4). Cho nốt phần dung môi còn lại vào bình chiết để tráng luôn phía trong cổ bình.

7.5.8 Nối bình chiết với bộ chiết đựng ống chiết. Nối bộ chiết với bộ sinh hàn và đun nóng bình khoảng 4 giờ sao cho ống chiết và lượng chứa trong ống chiết được với ít nhất là 1 000 ml dung môi (20 lần hút bằng si phông).

7.5.9 Lấy bình chiết ra khỏi thiết bị chiết, tráng phía trong cổ bình và đỉnh của bộ ngưng bằng một ít dung môi. Sau đó cẩn thận chùng cất hết dung môi ra khỏi bình. Nếu sử dụng nối cách thủy, thì lau thật khô phía ngoài bình.

7.5.10 Để bình chiết trong tủ sấy (5.14) ở nhiệt độ 102 °C trong 1 giờ (để sao cho dung môi có thể thoát ra được). Lấy bình ra khỏi tủ và để nguội (không để trong bình hút ẩm, nhưng tránh bụi) đến nhiệt độ phòng cân (ít nhất là 30 phút) và cân chính xác đến 0,1 mg. Không lau bình ngay trước lúc cân. Dùng kẹp đặt bình lên cân (đặc biệt tránh thay đổi nhiệt độ).

7.5.11 Lập lại các thao tác mô tả trong 7.5.10 cho đến khi thu được khối lượng của bình giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch khoảng 1,0 mg. Ghi lại khối lượng nhỏ nhất là khối lượng bình và chất chiết được.

8 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng chất béo, *w*, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau :

$$w = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \% \quad (1)$$

trong đó

*m*₀ là khối lượng phần mẫu thử (7.2), tính bằng gam;

*m*₁ là khối lượng bình chiết cùng với chất chiết xác định được trong 7.5.11, tính bằng gam;

*m*₂ là khối lượng bình chiết đã chuẩn bị (xem 7.4), tính bằng gam;

TCVN 6688-2:2007

m_3 là khối lượng bình chiết sử dụng trong phép thử trắng (7.3) và các chất chiết xác định được trong 7.5.11, tính bằng gam;

m_4 là khối lượng bình chiết đã chuẩn bị (xem 7.4), dùng trong phép thử trắng (7.3), tính bằng gam;

Ghi kết quả chính xác đến 0,01 %.

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về giới hạn độ lặp lại và độ tái lập được biểu thị ở mức xác suất 95 % và thu được từ kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm được thực hiện theo ISO 5725 ²⁾.

9.2 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 vượt quá các giá trị sau:

- a) đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo lớn hơn 20 % (phần khối lượng): 1 % hàm lượng chất béo;
- b) đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo lớn hơn 5 % đến nhỏ hơn hoặc bằng 20 % (khối lượng): 0,2 g chất béo/100 g sản phẩm;
- c) đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo nhỏ hơn hoặc bằng 5 % (khối lượng): 0,1 g chất béo/100 g sản phẩm;
- d) đối với các sản phẩm dạng lỏng có hàm lượng chất béo lớn hơn 5 % (khối lượng): 1 % hàm lượng chất béo;
- e) đối với các sản phẩm dạng lỏng có hàm lượng chất béo nhỏ hơn hoặc bằng 5 % (khối lượng): 0,05 g chất béo/100 g sản phẩm.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do các người phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá các giá trị sau đây:

- a) đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo lớn hơn 20 % (phần khối lượng): 2 % hàm lượng chất béo;

²⁾ ISO 5725:1986 (hiện nay đã huỷ bỏ) đã được sử dụng để thu được số liệu về độ chụm.

- b) đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo lớn hơn 5 % đến nhỏ hơn hoặc bằng 20 % (khối lượng): 0,4 g chất béo/100 g sản phẩm;
- c) đối với các sản phẩm có hàm lượng chất béo nhỏ hơn hoặc bằng 5 % (khối lượng): 0,2 g chất béo/100 g sản phẩm;
- d) đối với các sản phẩm dạng lỏng có hàm lượng chất béo lớn hơn 5 % (khối lượng): 2 % hàm lượng chất béo;
- e) đối với các sản phẩm dạng lỏng có hàm lượng chất béo nhỏ hơn hoặc bằng 5 % (khối lượng): 0,1 g chất béo/100 g sản phẩm.

10 Chú ý về cách tiến hành

10.1 Phép thử trắng để kiểm tra dung môi và giấy lọc

Trong phép thử trắng này, bình thu nhận chất béo 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 này 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 công thức (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 thu nhận chất béo, được điều chỉnh theo sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình kiểm tra, sẽ không tăng quá 0,5 mg.

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 sử dụng bình 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.

10.2 Tiến hành phép thử trắng đồng thời với việc xác định

Giá trị thu được trong phép thử trắng, tiến hành đồng thời với việc xác định, cho phép giá trị 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 và cũng như khi có bất kì sự thay đổi nào về điều kiện môi trường của phòng cân và chênh lệch nhiệt độ giữa bình thu nhận chất béo và phòng cân của hai lần cân (7.4 và 7.5.11).

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 thường nhỏ hơn 3 mg. Cũng thường gặp phải các giá trị hơi cao hơn, lên đến 5 mg. Sau khi chỉnh lại giá trị thử trắng, các kết

TCVN 6688-2:2007

quả sẽ chính xác. Khi thực hiện hiệu chỉnh với giá trị lớn hơn 5 mg thì phải nêu thực tế này trong báo cáo thử nghiệm (xem điều 11).

Nếu giá trị thu được trong phép thử trắng thường lớn hơn 3 mg, thì phải kiểm tra lại dung môi và giấy lọc (nếu ngay trước đó chưa thực hiện) và được thay mới hoặc làm sạch dung môi và giấy lọc (xem 4.2 và 4.3).

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ 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 đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu độ lặp lại được kiểm tra thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
- f) giá trị thử trắng $[(m_3 - m_4)$ trong công thức (1)] nếu nó vượt quá 5 mg.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
 - [2] ISO 7238, Milk-based edible ices and ice mixes – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
 - [3] WEIBULL, M., Z. angew. Chemie, 1892, p.450.
 - [4] WEIBULL, M., Z. angew. Chemie, 1894, p.199.
 - [5] BERNTROP, J. C., Z. angew. Chemie, 1902, p. 11.
 - [6] KONING, J. C. và Mooy, W. C., W. C., Pharmaceutisch Weekblad, 53, 1916, p. 50.
 - [7] SCHULLER, P.L., Report of the Collaborative study of CX/MAS on fat determination in infant foods. Codex committee on Method of Analysis and Sampling, CX/MAS 75/10, 1975.
-