

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6688-1:2007**

**ISO 8262-1:2005**

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 1: THỰC PHẨM DÀNH CHO TRẺ SƠ SINH**

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

*Part 1: Infant foods*

HÀ NỘI – 2007

## Lời nói đầu

TCVN 6688-1:2007 thay thế TCVN 6688-1:2001;

TCVN 6688-1:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 8262-1:2005/ IDF 124-1:2005;

TCVN 6688-1:2007 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, nằm trong số một loạt 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 loại thực phẩm từ sữa và các loại thực phẩm khác dành cho trẻ sơ sinh chứa tinh bột hoặc dextrin, hoặc rau, quả, thịt ... lớn hơn 5% (tính theo chất khô), 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, thì cặn khô trên phễu lọc không còn chứa các hợp chất có thể chiết được bằng xăng nhẹ.
- d) Ở một số quốc gia đã sử dụng phương pháp mô tả trên đây để xác định hàm lượng chất béo và được Ủy ban Codex về các phương pháp Phân tích và Lấy mẫu khuyến cáo sử dụng.

Phương pháp Weibull đầu tiên được áp dụng cho bánh mì; sau đó được Berntrop phát triển, sửa đổi một cách đáng kể như qui định trong tiêu chuẩn này. Phương pháp này hiện nay đã được áp dụng rộng rãi để xác định hàm lượng chất béo trong 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 1: Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh

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

*Part 1: Infant foods*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo trong thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh khi không xác định được bằng phương pháp Rose-Gottlieb [tức là các loại thực phẩm từ sữa và các loại thực phẩm khác dành cho trẻ sơ sinh chứa nhiều hơn 5 % phần khối lượng (tính theo chất khô) tinh bột hoặc dextrin, hoặc rau, quả, thịt ...]

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho các sản phẩm chứa một lượng đáng kể các axit béo tự do hoặc những mảng cứng mà không tan hoàn toàn trong amoniac.

**CHÚ THÍCH** Có thể dùng phương pháp thống nhất dựa trên nguyên tắc của RG đưa ra trong TCVN 6687 (ISO 8381) để kiểm tra các loại thực phẩm khác từ sữa dành cho trẻ sơ sinh. Các Malto-Dextrin không chứa các dextrin có phân tử lượng cao thường có trong thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh không gây nhiều quá trình chiết theo nguyên tắc RG kể cả khi có mặt với hàm lượng lớn.

### 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

Thuỷ phân phần mẫu thử bằng cách đun sôi với axit clohydric loãng. Phần thuỷ phân nóng được lọc qua giấy lọc ướt để giữ lấy chất béo, sau đó chất béo được chiết bằng *n*-hexan hoặc xăng nhẹ qua giấy lọc khô. Loại bỏ dung môi bằng cách chưng cất hoặc cho bay hơi và cân lượng chất vừa chiết được. (Điều này 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 khoảng 20 % (phần khối lượng) HCl,  $\rho_{20}$  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 rộng 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 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 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 rộng (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 Lactosa 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 có 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 sậy 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 7.1.1);
- từ 30 °C đến 40 °C (xem 7.1.2).

**5.7 Dụng cụ gia nhiệt**, dùng cho thiết bị 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 như: hạt thủy tinh, hoặc các mảnh sứ khó vỡ, không xốp hoặc cacbua silic.

**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.

## **TCVN 6688-1:2007**

**5.13 Dụng cụ chưng cất**, có thể chiết được dễ dàng dung môi ra khỏi 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 °C ± 2 °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).

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

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Chuẩn bị mẫu thử**

#### **7.1.1 Sản phẩm 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 đồng 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 nguyên chưa mở vào nồi 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.

### 7.1.2 Sản phẩm sánh hoặc nhão

Mở nắp hộp chứa và trộn kỹ lượng chứa bên trong bằng thìa hoặc dao trộn. Nếu có thể, sử dụng máy quay để trộn từ 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. Nếu sản phẩm vẫn còn chứa các thành phần ở dạng từng mảng hoặc từng miếng thì chúng phải được đồng hoá 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 nồi 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. Vết 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.

### 7.1.3 Sản phẩm dạng khô

Trộn kỹ bằng cách quay và đảo chiều hộp chứa nhiều lần. Nếu cần, chuyển mẫu 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 đồng hoá 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 trực tiếp trong bình nón (5.9) hoặc bằng cách khác, khoảng từ 3 g đến 20 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, 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 đáy bình nón (5.9).

## 7.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, sử dụng cùng một qui trình và cùng loại thuốc thử, nhưng thay phần mẫu thử đã pha ioăng (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) đặt ở nhiệt độ 102 °C ± 2 °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.



## **TCVN 6688-1:2007**

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 tủ hút ẩm.

Đặc biệt là để tránh làm 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** Thêm nước có nhiệt độ 30 °C vào phần mẫu thử (7.2) để đạt 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** Đối với việc bổ sung lactoza là tùy ý, xem **CHÚ THÍCH** của 7.5.3.

**7.5.2** Cho 50 ml dung dịch axit clohydric (4.1) vào phần mẫu thử đã pha loãng, đồng thời tráng luôn thành bình nón 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 cm<sup>2</sup> 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. 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 quỳ (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) đạt ở 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.

Cần sấy khô giấy lọc, nếu không chất béo sẽ không chiết được hết. Trong trường hợp giấy lọc quá ướt và dùng bộ chiết liên tục thì sẽ có vài giọt hợp chất tan được trong nước có thể lẫn vào chất chiết, điều đó làm cho chất chiết có màu tối và hàm lượng chất béo thu được sẽ 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 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 chung cất hết dung môi ra khỏi bình. Nếu sử dụng nối cách thủy, thì lau thật khô phía ngoài bình.

**7.5.10** Sấy bình chiết (để nghiêng bình cho dung môi có thể thoát ra) trong tủ sấy (6.14) đặt ở nhiệt độ 102 °C trong 1 giờ. 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** Lặp lại các thao tác mô tả trong 7.5.10 cho đến khi chênh lệch khối lượng của bình giữa hai lần cân liên tiếp không quá 1,0 mg. Ghi lại khối lượng tối thiểu là khối lượng của 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*<sub>0</sub> là khối lượng phần mẫu thử (7.2), tính bằng gam;

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

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

*m*<sub>3</sub> 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*<sub>4</sub> 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 trên thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh phù hợp với ISO 5725<sup>2)</sup>.

### 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 thử 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 5 % (khối lượng): 0,2 g chất béo/100 g sản phẩm;
- b) Đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo bằng hoặc nhỏ hơn 5 % (khối lượng): 0,1 g chất béo/100 g sản phẩm;
- c) Đối với các sản phẩm dạng lỏng: 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 5 % (khối lượng): 0,4 g chất béo/100 g sản phẩm;
- b) Đối với sản phẩm có hàm lượng chất béo bằng hoặc nhỏ hơn 5 % (khối lượng): 0,2 g chất béo/100 g sản phẩm;
- c) Đối với các sản phẩm dạng lỏng: 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

<sup>2)</sup> ISO 5725:1986 đã được sử dụng để thu được số liệu về độ chụm (đã hủy bỏ).

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 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, chúng 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 chúng 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 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:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi 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;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu độ lặp lại được kiểm tra thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
- 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] TCVN 6687 (ISO 8381), Thực phẩm từ sữa dùng cho trẻ nhỏ. Xác định hàm lượng chất béo. Phương pháp khối lượng (phương pháp chuẩn).
  - [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.
-