

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7729:2007

ISO 5537:2004

Xuất bản lần 1

**SỮA BỘT – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Dried milk – Determination of moisture content (Reference method)

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 7729:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 5537:2004;

TCVN 7729:2007 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.

Sữa bột – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)

Dried milk – Determination of moisture content (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 xác định độ ẩm của tất cả các loại sữa bột.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Độ ẩm (moisture content)

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

CHÚ THÍCH Độ ẩm được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được sấy khô 5 h trong tủ sấy ở 87 °C, không khí khô được đi qua khắp phần mẫu thử. Xác định hao hụt khối lượng phần mẫu thử (liên quan đến hàm lượng nước "không liên kết hoá học").

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc được đến 0,1 mg.

4.2 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở $87\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ khắp buồng làm việc, có thông gió cưỡng bức, kiểm soát được sự ổn định nhiệt độ, có các bộ phận sau đây (xem Hình A.1).

4.2.1 Khối kim loại, có các rãnh đường kính 4,3 mm để giữ các cột (4.4) trong tủ sấy.

4.2.2 Ống đồng, dài 1 500 mm, đường kính trong 2 mm, được nối với khối kim loại trong tủ sấy.

4.2.3 Bộ ổn định áp suất, có bộ khống chế có thể chuyển 33 ml/min không khí khô vào mỗi cột trong tủ sấy.

4.2.4 Ống, bằng polycacbonat, dài 350 mm, đường kính 40 mm, được nhồi bằng silica gel có chỉ thị độ ẩm.

Silica gel phải được sấy khô ở $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ nhiều hơn 12 h trước khi sử dụng. Dùng khí nén khô (4.11), chỉ thị độ ẩm không được thay đổi màu.

4.3 Tủ hút ẩm, chứa silica gel mới được sấy khô có chỉ thị độ ẩm.

4.4 Cột, bằng polypropylen cứng (Phenomenex 1213-10211)¹⁾ dài 90 mm, đường kính trong 20 mm, có hai bộ lọc polyetylen (Phenomenex 1212-1023)¹⁾, một đầu vượt nhỏ để lắp vừa vào khối kim loại (4.2.1).

4.5 Nắp đáy bằng chất liệu tổng hợp, bằng polyetylen mềm (Emergo 20273 B198 và 20371 U1)¹⁾.

4.6 Vật chứa, thích hợp để giữ các cột (4.4).

4.7 Vật chứa, thích hợp để giữ các nắp đáy bằng chất liệu tổng hợp (4.5).

4.8 Đũa, bằng polyvinyl clorua (PVC), dài 120 mm, đường kính 18 mm, thích hợp cho việc đặt các bộ lọc polyetylen vào cột (4.4).

4.9 Bộ kẹp, thích hợp để lấy bộ lọc polyetylen ra khỏi cột (4.4).

4.10 Máy đo màng xà phòng, thích hợp cho việc đo tốc độ 33 ml/min.

4.11 Khí nén khô, có áp suất tối thiểu 200 kPa, độ ẩm $\leq 0,01\text{ mg H}_2\text{O}$ trên lít ở áp suất không khí, không chứa chất hữu cơ. Chỉ sử dụng các ống kim loại để nối nguồn khí nén vào dụng cụ trong tủ sấy (4.2).

4.12 Dụng cụ, bằng thủy tinh, có nắp đáy kín khí.

¹⁾ Phenomenex và Emergo là các ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn.

CHÚ THÍCH Các dụng cụ được đề cập trong 4.2 và 4.4 đến 4.8 có bán sẵn trên thị trường (ví dụ: Elbanton và Funke Gerber)²⁾.

5 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc hư hỏng trong 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).

6 Chuẩn bị mẫu thử

Chuyển toàn bộ mẫu thử vào dụng cụ (4.12) khô, đậy kín, có dung tích lớn khoảng gấp đôi thể tích mẫu. Trộn kỹ bằng cách xoay và lắc mạnh vật chứa mẫu.

Sau khi mẫu đã được trộn kỹ như trên, nếu mẫu vẫn không đồng nhất thì sử dụng phương án lấy mẫu thống kê.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị cột

7.1.1 Để bộ điều chỉnh áp suất ổn định ở khoảng 100 kPa. Đo dòng không khí tại mỗi rãnh, sử dụng máy đo màng xà phòng (4.10). Tính tốc độ dòng trung bình cho mỗi rãnh. Nếu cần, chỉnh áp suất để thu được tốc độ dòng không khí trung bình là 33 ml/min ở mỗi rãnh.

7.1.2 Tháo cả hai nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp ra khỏi cột (4.4). Đặt các nắp này vào vật chứa (4.7) và bảo quản ở nhiệt độ phòng.

7.1.3 Đặt cột có các bộ lọc đúng vị trí như ở hình A.1, vào khối kim loại (4.2.1) trong tủ sấy (4.2) đặt ở 87 °C ít nhất 1 h.

Khi đặt cột vào vị trí, sử dụng áp suất nhẹ để làm cho kín khí.

²⁾ Elbanton và Funke Gerber là tên thương mại của các sản phẩm tương ứng do Elbanton b.v., Uitingstaat 18, 5331 E.J. Kerdiel (NL) và Funke-Dr.N.Gerber Labortechnik GmbH, Ringstrasse 42, 12105, Berlin cung cấp.

Thông tin trong chú thích 1 và 2 cuối trang đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và tổ chức ISO hoặc IDF không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm khác nếu cho các kết quả tương tự.

7.1.4 Lấy cột ra khỏi tủ sấy và đậy bằng nắp chất liệu tổng hợp (xem 7.1.2). Đặt cột đã đậy vào vật chứa (4.6) với các cột khác đã chuẩn bị. Đặt vật chứa và các cột vào tủ hút ẩm (4.3). Đóng tủ hút ẩm và để trong khoảng 60 min \pm 5 min cho nguội hẳn.

7.2 Chuẩn bị phần mẫu thử

7.2.1 Sau khi nguội (7.1.4), mỗi lần lấy một cột đậy kín ra khỏi vật chứa trong khi vẫn để nguyên vật chứa trong tủ hút ẩm. Sau khi lấy cột ra, đóng ngay tủ. Cân cột đậy kín chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng đến bốn chữ số thập phân.

7.2.2 Tháo nắp đậy bằng chất liệu tổng hợp ra khỏi cột đã cân trước (7.2.1). Dùng kẹp (4.9) lấy bộ lọc phía trên ra khỏi cột. Giữ nắp đậy và bộ lọc nơi khô trong phòng cân.

7.2.3 Cho 5,0 g \pm 0,3 g mẫu thử đã chuẩn bị (điều 6) vào cột. Dùng đũa (4.8) đặt bộ lọc phía trên trở lại vị trí ở trong cột. Lau sạch hết sữa bột phía trên bộ lọc bằng khăn giấy sạch. Đậy cột bằng hai nắp đậy (xem 7.2.2).

7.2.4 Cân ngay cột đã đậy kín chính xác đến 1 mg, ghi lại khối lượng đến bốn chữ số thập phân. Mở tủ hút ẩm, cho cột trở lại vật chứa và đậy nắp lại.

7.2.5 Khi phép phân tích cần nhiều hơn một mẫu thử, thì chuẩn bị tất cả các phần mẫu thử bằng cách lặp lại qui trình từ 7.2.1 đến 7.2.4 đối với từng phần mẫu thử riêng biệt. Mỗi lần chỉ xử lý một cột.

7.3 Xác định

7.3.1 Mở tủ hút ẩm. Một lần lấy một cột đậy kín với phần mẫu thử đã chuẩn bị (xem 7.2.4) ra khỏi vật chứa. Tháo cả hai nắp đậy ra khỏi mỗi cột. Đặt các nắp đậy vào vật chứa (4.7) và để ở nhiệt độ phòng.

7.3.2 Đặt từng cột cùng với lượng chứa bên trong vào khối kim loại (4.2.1) đã được đặt trong tủ sấy (4.2). Đóng ngay tủ sấy. Sấy khô các cột trong tủ sấy (4.2) đặt ở 87 °C trong 5 h.

7.3.3 Sau khi sấy, lấy từng cột ra khỏi khối kim loại. Đóng cả hai nắp cột. Mở tủ hút ẩm và đặt các cột đã sấy khô cùng với lượng chứa bên trong vào lại vật chứa (4.6). Đóng ngay tủ hút ẩm sau khi đặt cột cuối cùng vào vật chứa. Để yên cho nguội hẳn trong 60 min \pm 5 min.

7.3.4 Sau khi nguội (xem 7.3.3), mở tủ hút ẩm và trong trường hợp có nhiều hơn một mẫu thử thì mỗi lần lấy ra khỏi vật chứa một cột trong khi vật chứa vẫn còn để trong tủ sấy. Đóng ngay tủ sau mỗi lần lấy cột ra. Cân cột đậy kín chính xác đến 1 mg, ghi khối lượng của cột đến bốn chữ số thập phân.

8 Tính toán và biểu thị kết quả

8.1 Tính toán

Tính độ ẩm của mẫu, w , sử dụng công thức sau đây:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

trong đó

m_0 là giá trị khối lượng của cật, bộ lọc và nắp đậy (xem 7.2.1), tính bằng gam;

m_1 là giá trị khối lượng của phần mẫu thử, cật, bộ lọc và nắp đậy trước khi sấy (xem 7.2.4), tính bằng gam;

m_2 là giá trị khối lượng của phần mẫu thử, cật, bộ lọc và nắp đậy sau khi sấy (xem 7.3.4), tính bằng gam;

8.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến hai chữ số thập phân.

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được đưa ra trong phụ lục B. Các giá trị thu được từ phép thử này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

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 phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích sử dụng cùng một thiết bị, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,15 %;

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được, khi sử dụng cùng 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 lớn hơn 0,20 %.

10 Báo cáo thử nghiệm

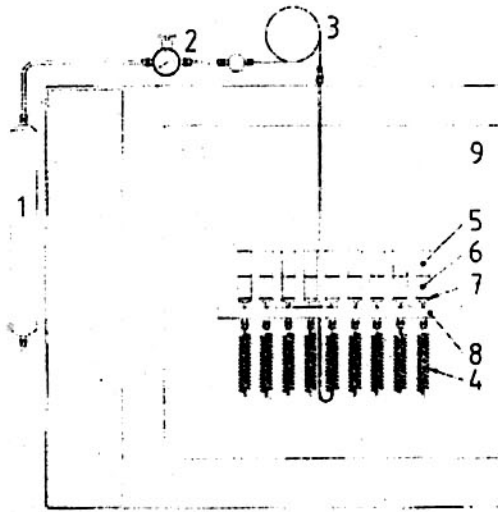
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- 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 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 nếu đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Dụng cụ sấy khô



Chú giải

- 1 ống polycacbonat
- 2 bộ điều chỉnh áp suất ổn định
- 3 bộ hãm
- 4 ống đồng
- 5 bộ lọc bằng polyetylen
- 6 vật chứa
- 7 bộ lọc bằng polyetylen
- 8 khối kim loại
- 9 tủ sấy

CHÚ THÍCH 1 Mỗi cột polypropylen cứng trong khối kim loại được nối riêng tới ống đồng (phía bên trong tủ dài 1,5 cm). Phía ngoài tủ, mỗi một ống đồng được nối với bộ hãm bằng ống nối tăng áp khoảng 1 ba.

CHÚ THÍCH 2 Trong suốt quá trình sấy, không khí khô được đun nóng trong tủ sấy qua ống đồng (có chiều dài 1,5 m và đường kính trong 2 mm) rồi đi qua các cột chứa mẫu sữa.

Hình A.1 – Dụng cụ xác định độ ẩm của sữa bột

Phụ lục B

(Tham khảo)

Các kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm (xem [5]) bao gồm tám phòng thử nghiệm tham gia, tiến hành trên tám mẫu sữa bột nguyên chất (WMP) và sữa bột gầy (SMP), thu được tương ứng từ Áo (1), Phần Lan (2) và Tây Ban Nha (3). Các mức về độ ẩm trong các mẫu bị biến đổi từ 2,38 % đến 3,93 % phần khối lượng. Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê 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.

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

	SMP (1)	SMP (2)	SMP (3)	WMP (1)	WMP (2)	WMP (3)
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	8	8	8	8	8	8
Giá trị trung bình, %	3,62	3,57	3,93	2,52	3,16	2,38
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , %	0,052	0,085	0,053	0,045	0,035	0,049
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,44	2,38	1,34	1,80	1,11	2,06
Giới hạn lặp lại, r , (2,8 s_r), %	0,146	0,238	0,148	0,126	0,084	0,137
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , %	0,058	0,096	0,074	0,055	0,060	0,098
Hệ số biến thiên tái lập, %	1,61	2,69	1,89	2,19	1,89	4,11
Giới hạn tái lập, R (2,8 s_R), %	0,162	0,296	0,207	0,154	0,168	0,274

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: Nguyên tắc và định nghĩa 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 xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.
 - [4] GROBECKER, K.H., RUCKOLD, S. and ANKLAM, E. Determination of the water content in milk powder: Report of collaborative study performed in the period. European Commission Report (August 1999), EU-DG JRC-IRMM & IHCP.
 - [5] DE KNEGT, R.J. and BRINK, H. v.d. Improvement of the Drying Oven Method for the Determination of the Moisture Content of Milk Powder, *Int. Dairy Journal*, **8**, 1998, pp. 733-738.
-