

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11677:2016
ISO/TS 17758:2014**

Xuất bản lần 1

**SỮA BỘT TAN NHANH -
XÁC ĐỊNH ĐỘ PHÂN TÁN VÀ ĐỘ THẤM NƯỚC**

Instant dried milk - Determination of the dispersibility and wettability

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11677:2016 hoàn toàn tương đương với ISO/TS 17758:2014;

TCVN 11677:2016 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 thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Mức độ mà sữa bột "tan nhanh" phụ thuộc vào tính chất khác nhau có thể phân loại được như độ thấm nước, độ ngấm nước, độ phân tán và độ hòa tan. Ba tác động đầu tiên ở một mức nhất định, vì thế, độ phân tán, như định nghĩa và xác định trong tiêu chuẩn này, có lẽ là tiêu chí tốt nhất cho việc đánh giá các đặc tính tan nhanh của sữa bột. Khuyến cáo đối với các giá trị độ phân tán chấp nhận được với sữa bột đã tách béo tan nhanh và sữa bột nguyên chất tan nhanh được nêu trong Phụ lục A. Mặc dù độ thấm nước là một tính chất không dễ phân biệt với độ ngấm nước và rất khó để đo lường chính xác, trong bột sữa, xác định gần đúng của độ thấm nước, mà có thể được thực hiện nhanh chóng, cung cấp một dấu hiệu hữu ích của các mức độ mà sữa khô có đặc tính tan nhanh. Phụ lục B đưa ra phương pháp nhanh thông dụng để xác định các độ thấm nước (thời gian làm ẩm) trong nước của sữa bột tan nhanh.

Sữa bột tan nhanh - Xác định độ phân tán và độ thấm nước

Instant dried milk - Determination of the dispersibility and wettability

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ phân tán của sữa bột tan nhanh trong nước.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho sữa bột đã tách chất béo tan nhanh được chế biến bằng quá trình "ép thẳng" hoặc "làm ẩm lại" và cũng có thể áp dụng cho sữa bột nguyên chất tan nhanh.

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 (nếu có).

TCVN 7729 (ISO 5537) *Sữa bột – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)*

TCVN 8082 (ISO 6731) *Sữa, cream và sữa cô đặc – Xác định hàm lượng chất khô tổng số (Phương pháp chuẩn)*

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử đã biết độ ẩm được dàn đều trên bề mặt nước ở nhiệt độ 25 °C. Hỗn hợp được khuấy bằng tay trong một thời gian ngắn; sau đó, phần hỗn hợp này được lọc qua sàng và xác định hàm lượng chất rắn tổng số của chất lỏng thu được. Độ phân tán được tính từ khối lượng của phần mẫu thử và độ ẩm và hàm lượng chất rắn tổng số.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5 Thiết bị, dụng cụ

- 5.1 **Vật chứa**, có dung tích lớn gấp hai lần thể tích mẫu phòng thử nghiệm (Điều 6), có nắp đậy kín khí.
- 5.2 **Dụng cụ**, theo quy định trong TCVN 7729 (ISO 5537).
- 5.3 **Cân bàn**, có khả năng đọc chính xác đến 0,1 g.
- 5.4 **Thìa**, phù hợp để chuyển các mẫu thử (8.3.2) để cân.
- 5.5 **Nhiệt kế**, phù hợp để đo nhiệt độ ở $(25 \pm 1) ^\circ\text{C}$.
- 5.6 **Cốc thủy tinh có mỏ**, dung tích 600 ml, đường kính ngoài (90 ± 2) mm, tổng chiều cao (126 ± 3) mm, được chia vạch ở mức 150 ml và 250 ml, có miệng song song với đáy [xem Hình 1 a)].
- 5.7 **Phiến kính**, kích thước 120 mm x 120 mm, dày 2,5 mm, các cạnh được mài [xem hình 1 a)].
- 5.8 **Ống thủy tinh**, dài 65 mm, đường kính ngoài $(80 \pm 1,8)$ mm, thành dày $(2,5 \pm 0,3)$ mm, hai đầu được mài, song song với nhau và vuông góc với trục dọc [xem Hình 1 a)].
- 5.9 **Giá và kẹp**, để giữ các ống thủy tinh (5.8).
- 5.10 **Bàn chải**, để lấy hết phần mẫu thử ra khỏi thìa (5.4).
- 5.11 **Dao trộn bằng thép không gỉ**, dày 1 mm, tổng chiều dài 250 mm, chiều dài của lưỡi dao 135 mm, chiều rộng của lưỡi dao 25 mm [xem Hình 1 b)].
- Dao trộn có kích thước càng giống quy định trên càng tốt.
- 5.12 **Đồng hồ bấm giờ**, 60 s, đánh số ở các khoảng cách 5 s, có các vạch ở 1 s và 0,5 s (hoặc ít hơn).
- Tốt nhất là được đánh dấu ở 5 s, 25 s và 55 s.
- 5.13 **Sàng thử nghiệm**, đường kính 200 mm, bằng lưới kim loại, cỡ lỗ danh nghĩa 150 μm , có bộ thu nhận phù hợp với TCVN 2230 (ISO 565)^[11].
- 5.14 **Bình nón**, dung tích 250 ml, có nắp.
- 5.15 **Phễu thủy tinh**, thích hợp để chuyển lượng chứa trong bộ thu nhận vào bình nón (xem 8.3.9).
- 5.16 **Thiết bị**, theo quy định trong TCVN 8082 (ISO 6731).

6 Lấy mẫu

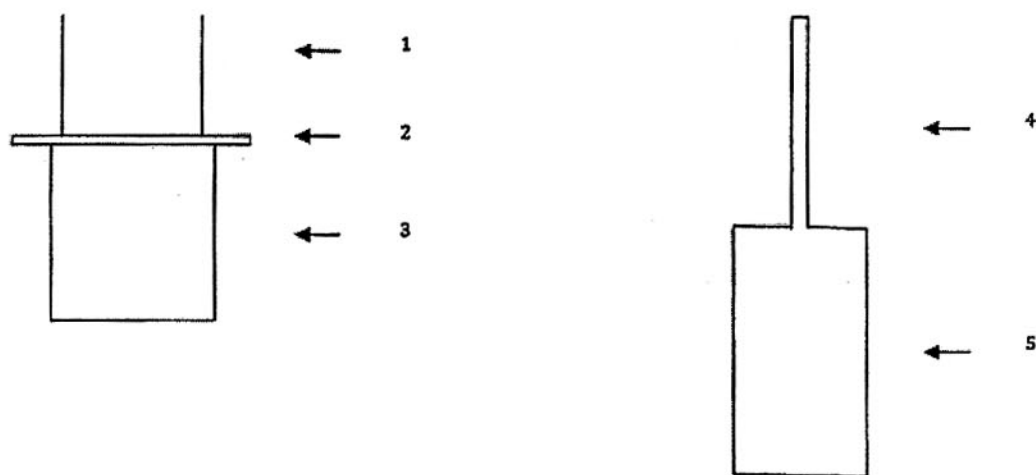
Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)^[2].

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

Mẫu phòng thử nghiệm phải được cho vào vật chứa khô, sạch, đậy kín khí. Với sữa bột tan nhanh, cần chú ý trong khi lấy mẫu để tránh giảm kích thước hạt của sữa bột và để tránh điều này xảy ra trong quá trình vận chuyển mẫu phòng thử nghiệm, vật chứa mẫu phải được đổ đầy hoàn toàn. Ghi lại và báo cáo mọi sự sai lệch so với các yêu cầu này.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuyển tất cả mẫu phòng thử nghiệm, ở nhiệt độ môi trường vào vật chứa (5.1) và đậy ngay nắp. Trộn kỹ mẫu bằng cách đảo chiều và xoay nhẹ vật chứa sao cho không làm giảm kích thước hạt của mẫu.



CHÚ DẪN:

- | | |
|-----------------------------|------------------------|
| 1 ống thủy tinh (5.8) | 4 cán dao trộn (5.11) |
| 2 phiến kính (5.7) | 5 lưới dao trộn (5.11) |
| 3 cốc thủy tinh có mỏ (5.6) | |

Hình 1 – Dụng cụ xác định độ phân tán và thời gian làm ẩm (sơ đồ)

8 Cách tiến hành

8.1 Xử lý mẫu thử

Trước khi tiến hành các thao tác trong 8.2 và 8.3, đảm bảo rằng mẫu thử (Điều 7) đã đạt đến nhiệt độ phòng thử nghiệm (20 °C đến 25 °C) trong ít nhất 48 h. Việc xử lý này là cần thiết đối với tất cả các mẫu thử nghiệm sao cho bất kỳ ảnh hưởng nào đến độ phân tán do trạng thái vật lý của chất béo là không đổi từ mẫu này đến mẫu khác.

TCVN 11677:2016

8.2 Độ ẩm của mẫu thử đã xử lý sơ bộ

Thực hiện hai lần quy trình quy định trong TCVN 7729 (ISO 5537) để thu được hai giá trị riêng rẽ (chính xác đến 0,01 % khối lượng) về độ ẩm của mẫu thử nghiệm đã xử lý sơ bộ (8.1). Ghi lại giá trị trung bình độ ẩm này chính xác đến 0,1 % khối lượng.

8.3 Phương pháp thử

8.3.1 Thực hiện phép thử lặp lại hai lần để thu được hai giá trị độ phân tán riêng rẽ.

8.3.2 Trộn mẫu thử đã xử lý sơ bộ (8.1) bằng cách đảo chiều và xoay nhẹ vật chứa vài lần. Sử dụng cân (5.3) cân thìa (5.4) và 26 g \pm 0,1 g mẫu sữa bột đã tách chất béo hoặc 34 g \pm 0,1 g sữa bột nguyên chất tan nhanh.

8.3.3 Cân 250 g \pm 0,1 g nước đã đưa về nhiệt độ 25 °C \pm 1 °C trong cốc thủy tinh có mỏ khô (5.6), chú ý để phần bên trong cốc phía trên mức nước được giữ khô.

CHÚ THÍCH: Nên dùng nước ở nhiệt độ 25 °C. Trong các phòng thử nghiệm, sử dụng nước ở 25 °C đối với sữa bột đã tách chất béo và sử dụng nước ở 40 °C đối với sữa bột nguyên chất.

8.3.4 Đặt cốc đúng theo phương nằm ngang trên giá (5.9), để phiến kính (5.7) lên trên miệng cốc và đặt ống thủy tinh (5.8) trên phiến kính, kẹp ống sao cho ống nằm ở chính giữa miệng cốc và phiến kính có thể rút ra dễ dàng [xem hình 1 a)].

8.3.5 Chuyển tất cả phần mẫu thử (8.3.2) vào ống thủy tinh, dùng bàn chải (5.10) nếu cần và dùng dao trộn (5.1.1) dàn đều phần mẫu thử trên phiến kính.

8.3.6 Bật đồng hồ bấm giờ (5.12) và sau 1 min đồng hồ chỉ 0/60 s, rút phiến kính bằng một tay (giữ cốc bằng tay kia) để phần mẫu thử rơi từ từ xuống nước. Việc rút nhẹ phiến kính ra phải được thực hiện trong khoảng 2,5 s.

8.3.7 Lấy ngay cốc thủy tinh có mỏ (5.6) từ bên dưới ống thủy tinh ra. Khi đồng hồ bấm giờ chỉ 5 giây, hạ thấp dao trộn xuống cốc cho đến khi chạm đáy. Trong 5 s tiếp theo, dùng dao khuấy trộn lượng chứa trong cốc, thực hiện một lần khuấy trong mỗi giây, tức là chuyển động liên tục dao trộn từ bên này sang bên kia và quay lại trong 1 s, lưỡi dao liên tục chạm đáy cốc và hơi nghiêng dao trộn đi từ phía bên này cốc vào cuối mỗi nửa lần chuyển động khuấy để giảm thiểu sự tích tụ của sữa chưa thấm nước trên thành cốc. Liên tục khuấy trong 15 s theo cách tương tự, dao trộn được duy trì ở vị trí thẳng đứng trong suốt quá trình khuấy. Khi thực hiện 20 thao tác khuấy trong 20 s, liên tục xoay cốc thủy tinh trên để sao cho đạt được khoảng một vòng hoàn chỉnh (360°) trong thời gian khuấy.

8.3.8 Sau khi khuấy xong, để yên lượng chứa trong cốc 30 s, nghĩa là cho đến khi đồng hồ bấm giờ chỉ 55 s và sau đó để không làm sáo trộn, rót nhanh đến vạch 150 ml để phần chất lỏng gạn được phân bố đều trên sàng thử nghiệm (5.13), có lớp bột thu nhận ở dưới. Trong khi sàng không nghiêng

hoặc di chuyển sàng. Để tạo thuận tiện chất lỏng đi qua sàng, nên làm ẩm sàng bằng nước trước khi sử dụng. Dùng khăn để thấm hết phần nước dư ở mặt trên và mặt dưới của sàng. Bộ thu nhận phải sạch và khô.

8.3.9 Sau khi bắt đầu sàng 30 s, nghĩa là đồng hồ bấm giờ đã trở lại vị trí 25 s, chuyển hoàn toàn lượng chứa trong bộ thu nhận vào bình nón (5.14) bằng phễu (5.15) và đậy nắp bình.

8.3.10 Trộn kỹ phần chất lỏng trong bình bằng cách liên tục đảo chiều bình. Thực hiện lặp lại hai lần quy trình quy định trong TCVN 8082 (ISO 6731) để thu được hai giá trị riêng rẽ (chính xác đến 0,01 % khối lượng) về hàm lượng chất rắn tổng số của chất lỏng. Ghi lại giá trị trung bình này chính xác đến 0,1 % khối lượng là hàm lượng chất khô tổng số.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Tính mỗi giá trị độ phân tán, D , lặp lại hai lần, bằng phần trăm của sữa bột đã tách chất béo, sử dụng Công thức (1) đối với sữa đã tách béo tan nhanh:

$$w_D = \frac{w_1 \times 962}{100 - (w_{H_2O} + w_1)} \quad (1)$$

và sử dụng Công thức (2) đối với sữa bột nguyên chất:

$$D = \frac{w_1 \times 735}{100 - (w_{H_2O} + w_1)} \quad (2)$$

Trong đó:

w_1 là hàm lượng chất rắn tổng số của phần chất lỏng (8.3.10), tính bằng phần trăm khối lượng;

w_{H_2O} là độ ẩm của phần mẫu thử đã xử lý sơ bộ (8.2), tính bằng phần trăm khối lượng.

Với điều kiện là các giá trị này đáp ứng được các yêu cầu trong 9.2, ghi độ phân tán của mẫu phòng thử nghiệm là giá trị trung bình chính xác đến 1 %.

CHÚ THÍCH: Các công thức thu được như sau. Nếu khối lượng chất khô và độ ẩm, m_{2+H_2O} tính bằng gam có trong phần mẫu thử m_3 tính bằng gam, được phân tán trong 250 g nước, khi đó:

$$w_1 = \frac{m_{2+H_2O} \times \left[\frac{(100 - w_{H_2O})}{100} \right] \times 100}{250 + m_{2+H_2O}} \quad (3)$$

Và do đó:

$$m_{2+H_2O} = \frac{250 \times w_1}{100 - (w_{H_2O} + w_1)} \quad (4)$$

Vi

$$D = \frac{m_{2+H_2O} \times \left[\frac{(100 - w_{H_2O})}{100} \right] \times 100}{m_3 \times \left[\frac{(100 - w_{H_2O})}{100} \right]} = \frac{m_{2+H_2O} \times 100}{m_3} \quad (5)$$

Khi đó:

$$D = \frac{250 \times w_1}{100 - (w_{H_2O} + w_1)} \times \frac{100}{m_3} \quad (6)$$

Đối với sữa bột đã tách chất béo, thay $m_3 = 26$ vào Công thức (6) để có Công thức (1). Đối với sữa bột nguyên chất, thay $m_3 = 34$ vào Công thức (6) để có Công thức (2).

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai giá trị độ phân tán riêng rẽ thu được trong khoảng thời gian ngắn do cùng một người phân tích không quá 4 %.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử, bao gồm cả ngày tháng nhận mẫu và phân tích mẫu;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được, biểu thị bằng phần trăm;
- kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại.

Phụ lục A
(tham khảo)

Giải thích các giá trị độ phân tán

Trên cơ sở các kiến thức và kinh nghiệm tại thời điểm công bố tiêu chuẩn này, khuyến cáo rằng sữa bột "tan nhanh" được coi là không có đủ các đặc tính tan nhanh nếu có độ phân tán (nghĩa là trung bình của các giá trị riêng rẽ), khi xác định theo tiêu chuẩn này, nhỏ hơn 95 % đối với sữa bột đã tách chất béo và nhỏ hơn 90 % đối với sữa bột nguyên chất.

Phụ lục B
(tham khảo)

Xác định độ làm ẩm (thời gian làm ẩm) của sữa bột tan nhanh

B.1 Yêu cầu chung

Thời gian làm ẩm của sữa bột tan nhanh, được định nghĩa và xác định trong phụ lục này, cho thấy mối tương quan nghịch đảo gần đúng đối với độ phân tán (9.1), nhưng mối tương quan định lượng là khác nhau đối với sữa bột đã tách chất béo được sản xuất bằng các quá trình khác nhau và đối với sữa bột nguyên chất. Những mối tương quan này chỉ gần đúng vì độ chính xác mà thời gian làm ẩm có thể được xác định không cao và các đặc tính khác như độ ngậm và độ phân tán có thể ảnh hưởng lớn đến thời gian làm ẩm hoặc độ phân tán. Theo đó, thời gian làm ẩm chấp nhận được cũng như mối tương quan giữa thời gian làm ẩm và độ phân tán không được đưa ra trong phụ lục này. Tuy nhiên, nếu các giá trị so sánh về thời gian làm ẩm và độ phân tán được tích lũy, ví dụ do nhà sản xuất, thì việc xác định thời gian làm ẩm này có thể được thực hiện nhanh, cần chỉ ra đối với sữa bột tan nhanh có độ phân tán chấp nhận được.

Phụ lục này quy định phương pháp nhanh thông dụng để xác định thời gian làm ẩm trong nước của sữa bột tan nhanh. Phương pháp này có thể áp dụng cho sữa bột đã tách chất béo được sản xuất bằng quá trình "ép thẳng" hoặc "làm ẩm lại" và cũng có thể áp dụng cho sữa bột nguyên chất.

B.2 Nguyên tắc

Phân mẫu thử được trải đều trên bề mặt của nước ở nhiệt độ 25 °C sử dụng dụng cụ và kỹ thuật quy định trong Điều 5 và 8.3. Ghi lại thời gian cần thiết để làm ẩm tất cả các hạt của mẫu, nghĩa là các hạt chìm xuống dưới bề mặt nước và bất kỳ phần nào còn lại trên bề mặt nước được coi là "ướt bên ngoài".

B.3 Thuốc thử và dụng cụ

Theo quy định trong Điều 4, 5.1 và trong 5.3 đến 5.12.

B.4 Lấy mẫu

Theo quy trong các Điều 6 và 7.

B.5 Cách tiến hành

B.5.1 Xử lý sơ bộ mẫu thử

Theo quy định trong 8.1.

B.5.2 Phương pháp thử

B.5.2.1 Thực hiện phương pháp thử nghiệm lặp lại ba lần để thu được ba giá trị riêng rẽ trong thời gian làm ẩm.

B.5.2.2 Trộn mẫu thử đã xử lý sơ bộ (B.5.1) bằng cách đảo chiều và xoay nhẹ vật chứa vài lần. Sử dụng cân (5.3), cân thìa (5.4) và $(10 \pm 0,1)$ g sữa bột đã tách chất béo hoặc sữa bột nguyên chất tan nhanh.

B.5.2.3 Cân (250 ± 1) g nước đã đưa về nhiệt độ (25 ± 1) °C cho vào cốc thủy tinh có mỡ (5.6) khô, chú ý giữ khô thành bên trong cốc phía trên mực nước.

B.5.2.4 Thực hiện các thao tác quy định trong 8.3.4 đến 8.3.6.

B.5.2.5 Sau đó, nhẹ nhàng lấy ngay cốc thủy tinh từ dưới ống thủy tinh ra và để yên. Ngay sau khi tắt cả các hạt của mẫu thử đã ướt (xem B.2), dừng đồng hồ bấm giờ và ghi lại thời gian tính bằng giây (đến giây gần nhất) kể từ khi bắt đầu bấm đồng hồ.

B.6 Biểu thị kết quả

B.6.1 Phương pháp tính

Tính giá trị riêng rẽ của ba lần lặp lại về thời gian làm ẩm, t_1 , tính bằng giây, sử dụng Công thức (9):

$$t_1 = t_2 - 60 \quad (9)$$

trong đó t_2 là thời gian tính bằng giây, được ghi lại (B.5.2.5).

Báo cáo giá trị trung bình biểu thị đến giây gần nhất là thời gian làm ẩm của mẫu phòng thử nghiệm (xem B.6.2).

B.6.2 Độ lặp lại

Vì độ lặp lại của phương pháp thử có thể khác nhau giữa các mẫu, do đó việc đưa giá trị về thông số độ chụm này là không thích hợp; đó cũng là nguyên nhân để phương pháp thử được thực hiện lặp lại ba lần với mỗi mẫu. Khi mức độ thống nhất của các giá trị lặp lại ba lần thì có thể chỉ ra sự đồng đều với sự hòa tan hoàn toàn, đặc biệt là với sữa bột nguyên chất tan nhanh thì nên lấy giá trị trung bình của ba giá trị riêng rẽ.

B.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

TCVN 11677:2016

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử, bao gồm cả ngày tháng nhận mẫu và phân tích mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được, tính bằng giây (xem B.6.2);
- f) kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2230 (ISO 565), *Sàng thử nghiệm – Lưới kim loại đan, tấm kim loại đột lỗ và lưới đột lỗ bằng điện – Kích thước lỗ danh nghĩa*
- [2] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
-