

TCVN 5533-1991

(ST SEV 735-77)

SỮA ĐẶC VÀ SỮA BỘT

Xác định hàm lượng chất khô và
hàm lượng nước



LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5533-1991 phù hợp với ST SEV 735-77 .

TCVN 5533-1991 do Hội Tiêu chuẩn Việt nam biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 654/QĐ ngày 30 tháng 10 năm 1991.

SỮA ĐẶC VÀ SỮA BỘT

Xác định hàm lượng chất khô và hàm lượng nước

Condensed milk and powdered milk

Determination of solids content and water content

Tiêu chuẩn này áp dụng cho sữa đặc có đường và không có đường, và sữa bột và qui định phương pháp xác định hàm lượng chất khô trong sữa đặc có đường và không có đường, và xác định hàm lượng nước trong sữa bột.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ST SEV 735-77.

1. Xác định hàm lượng chất khô trong sữa đặc có đường và không có đường

1.1. Thuật ngữ và định nghĩa .

Chất khô của sữa đặc có đường và không có đường là phần còn lại của mẫu sau khi được sấy khô ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi và được biểu thị bằng gam trên 100g sản phẩm.

1.2. Bản chất của phương pháp.

Pha loãng bằng nước, trộn với cát, đem sấy khô ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$.

Khối lượng sau khi sấy là khối lượng chất khô.

1.3. Thiết bị và vật liệu phụ .

1.3.1. Cân phân tích có giới hạn cân 200g với giá trị vạch chia 0,0001g .

1.3.2. Bình hút ẩm trong có chứa silicagen với các chất chỉ thị độ ẩm hoặc can xi clorua đã được nung.

1.3.3. Tủ sấy điều chỉnh được nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$.(nhiệt độ phải đều trong mọi vị trí của tủ).

1.3.4. Chén cân bằng kim loại không bị ăn mòn (nhôm, niken, thép không gỉ) hoặc thủy tinh, có chiều cao khoảng 2,5cm và đường kính khoảng 7cm, và có nắp đậy kín.

1.3.5. Cát thạch anh, cát biển hoặc cát sông có cỡ hạt lọt qua sàng 10 lỗ/cm² (đường kính lỗ từ 1 đến 1,5 mm).

Cát sông được rửa sạch bằng nước một vài lần cho đến khi nước trong. Sau đó ngâm cát (cát thạch anh, cát biển, cát sông) vào axit clohidric đậm đặc và nóng hoặc axit clohidric loãng (1:1) từ 9 đến 10 giờ. Khuấy một vài lần bằng đũa thủy tinh. Sau rửa sạch axit bằng nước, sau bằng nước cất cho đến khi không còn phản ứng iôn clo (phản ứng bạc nitrat), sấy khô, nung và bảo quản trong bình có nắp kín. Kiểm tra độ sạch của cát sông bằng cách sấy lượng cát cân ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi, rồi làm ẩm cát bằng nước cất, rồi sấy đến khối lượng không đổi. Khối lượng cát không được thay đổi.

1.3.6. Bình, lọ có nắp đậy kín dùng để trộn mẫu.

1.3.7. Đũa thủy tinh có đầu dẹt ;

1.3.8. Pi pet dung tích 5 ml ;

1.3.9. Nhiệt kế có giới hạn đo từ 0 đến 100^oC và từ 0 đến 150^oC , có giá trị vạch chia 1^oC ;

1.3.10. Dụng cụ đốt nóng ;

1.3.11. Thìa hoặc bay trộn bằng vật liệu không rỉ ;

1.3.12. Nồi cách thủy không chế được nhiệt độ :

a) Từ 30 đến 40^oC với sữa đặc có đường ;

b) Từ 40 đến 60^oC đối với sữa đặc không đường ;

1.3.13. Nồi cách thủy ở nhiệt độ nước sôi ;

1.3.14. Nước cất .

1.4. Lấy mẫu .

Lấy mẫu theo sự thỏa thuận của các bên.

1.5. Chuẩn bị mẫu .

1.5.1. Lấy hộp sữa đặc không có đường mới sản xuất, lắc mạnh và lật vài lần, sau đó mở nắp hộp và rót sữa sang bình (chú ý lấy hết sữa còn dính ở nắp, đáy và thành bình), dùng thìa khuấy đều , rồi rót từ bình nọ sang bình kia vài lần và đậy kín bình.

Nếu mẫu sản phẩm đã cũ hoặc đã bị phân lớp thì trước khi mở

nắp, cho hộp sữa vào nồi cách thủy có nhiệt độ từ 40 đến 60°C trong hai giờ, cứ 15 phút lấy hộp sữa ra và lắc mạnh. Làm nguội hộp sữa đến nhiệt độ phòng, mở nắp hộp và dùng thìa khuấy đều trên dưới cân thận rót hết sữa sang hộp khác và đậy kín.

1.5.2. Nếu sữa đặc có đường mới sản xuất, lắc mạnh và lật hộp vài lần, mở nắp hộp, dùng thìa hoặc bay trộn khuấy thật đều lớp trên và lớp dưới. Trút hết sữa sang bình khác (chú ý lấy hết sữa còn dính ở nắp, đáy và thành hộp), đậy nắp bình.

Nếu sữa được bao gói ở dạng túi (tuýp) thì bóp cho hết sữa vào bình sau đó cắt dọc túi và lấy hết sữa trong bao bì cho vào bình khuấy đều và đậy nắp.

Nếu sữa đã cũ hoặc phân lớp, lấy hộp hoặc túi đựng sữa cho vào nồi cách thủy ở nhiệt độ 30 đến 40°C trong 2 giờ. Cứ 15 phút lại lấy hộp hoặc túi ra và lắc thật mạnh. Mở nắp hộp hoặc túi, lấy hết sữa sang bình khác, vét hết sữa dính trên bao bì, để nguội đến nhiệt độ phòng, khuấy đều và đậy nắp.

1.6. Tiến hành thử

Cho vào chén khoảng 25 g cát và đĩa thủy tinh đặt chén cân đã mở nắp và nắp chén vào tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ trong 2 giờ. Làm nguội chén đã đậy nắp trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân, phép cân này và các phép cân sau được tiến hành với độ chính xác đến 0,0001g.

Gạt cát sang một bên của chén cân và rót vào đó 1,5g mẫu, hơi nghiêng chén cân và rót 5 ml nước ở nhiệt độ 80 đến 90°C sao cho nước không lẫn với cát. Dùng đĩa thủy tinh khuấy đều sữa với nước, sau đó trộn lẫn với cát để lại đĩa thủy tinh trong chén cân.

Đặt chén cân vào nồi cách thủy sôi trong 20 phút, thỉnh thoảng dùng đĩa khuấy đều. Chuyển chén cân có hỗn hợp đó và đĩa thủy tinh vào tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ trong khoảng 90 phút, đậy nắp chén cân và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và đem cân. Cho phép sấy lần thứ nhất trong tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ từ 2 - 3 giờ không dùng nồi cách thủy.

Sấy lại trong 1 giờ, làm nguội và cân lặp lại việc sấy cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa 2 lần cân của 2 lần sấy liên tiếp không lớn hơn 0,0005g. Nếu sau khi sấy lại mà khối lượng tăng, lấy kết quả nhỏ nhất.

1.7. Tính toán kết quả

Hàm lượng chất khô (X) tính bằng gam, trên 100 g sản phẩm tính theo công thức :

$$X = \frac{M_3 - M_1}{M_2 - M_1} \cdot 100, \quad (1)$$

Trong đó : M_1 - Khối lượng chén cân có cát, dĩa, nắp, g ;

M_2 - Khối lượng ban đầu của chén cân có cát, dĩa nắp và mẫu thử, g ;

M_3 - Khối lượng cuối cùng của chén cân có cát, dĩa, nắp và mẫu thử, g .

Kết quả thử là trung bình cộng của hai phép xác định tính chính xác đến 0,01g.

1.8. Đánh giá kết quả

Chênh lệch kết quả của một mẫu giữa hai phép xác định song song (do cùng một người thực hiện đồng thời hoặc hai lần liên tiếp không được lớn hơn 0,1g chất khô cho 100g sản phẩm).

Chênh lệch kết quả thử được thực hiện ở hai phòng thí nghiệm không được lớn hơn 0,2g chất khô cho 100g sản phẩm.

2. Xác định hàm lượng nước của sữa bột

2.1. Thuật ngữ, định nghĩa

Hàm lượng nước của sữa bột là khối lượng bị mất sau khi sấy sản phẩm ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi, tính bằng gam trên 100g sản phẩm.

2.2. Bản chất của phương pháp

Làm bốc hơi nước của mẫu thử bằng cách sấy nóng mẫu trong tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ đến khi đạt khối lượng không đổi.

2.3. Thiết bị và vật liệu phụ

2.3.1. Cân phân tích giới hạn cân 200g, giá trị vạch chia 0,0001g .

2.3.2. Bình hút ẩm chứa silicagen có chất chỉ thị độ ẩm hoặc

clorua canxi đã được nung.

2.3.3. Tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$. Nhiệt độ phải đều trong mọi vị trí.

2.3.4. Chén cân bằng kim loại không bị ăn mòn (nhôm, niken, thép không gỉ) hoặc thủy tinh trung tính có chiều cao khoảng 2,5cm, đường kính khoảng 5cm có nắp kín.

2.3.5. Bình hoặc lọ (có nắp kín) dùng để trộn mẫu.

2.3.6. Nhiệt kế phòng thí nghiệm có giới hạn đo từ 0 đến 150°C giá trị vạch chia 1°C .

2.3.7. Thìa hoặc bay trộn bằng kim loại không bị ăn mòn.

2.4. Lấy mẫu

Lấy mẫu được tiến hành theo thỏa thuận giữa các bên.

2.5. Chuẩn bị mẫu

Cho mẫu sữa bột vào bình khô, cổ dung tích gấp đôi thể tích mẫu. Đậy ngay nắp lại, trộn mẫu thử bằng cách lắc và lật bình cho đều mẫu.

Trong quá trình chuẩn bị mẫu phải hạn chế tiếp xúc với không khí để tránh hút ẩm. Mẫu phải có nhiệt độ phòng.

2.6. Tiến hành thử

Đặt chén cân không có nắp và nắp vào tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ. Đậy nắp chén cân và làm nguội chén đến nhiệt độ phòng bằng cách cho vào bình hút ẩm, sau đó cân bình, phép cân này và các phép cân sau được tiến hành với độ chính xác 0,0001g.

Cho 2g sữa khô vào chén cân, đậy nắp và cân nhanh. Sau đó đặt chén cân không đậy nắp và nắp vào tủ sấy ở nhiệt độ $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ trong 2 giờ. Đậy nắp lại và đưa sang bình hút ẩm làm nguội đến nhiệt độ phòng và cân nhanh.

Lại đưa chén vào tủ sấy, sấy trong 1 giờ, rồi làm nguội và cân.

Lặp lại việc sấy trong khoảng 2 đến 3 giờ cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân, của 2 lần sấy không lớn hơn 0,0005g. Sau khi sấy mà khối lượng tăng, lấy kết quả nhỏ nhất.

2.7. Tính kết quả

Hàm lượng nước (X) tính bằng gam cho 100g sản phẩm xác định

$$X = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \cdot 100 \quad (2)$$

Trong đó :

M_1 - Khối lượng chén cân tính cả nắp, g ;

M_2 - Khối lượng ban đầu của chén cân (tính cả nắp) có mẫu lấy để phân tích , g ;

M_3 - Khối lượng lần cuối của chén cân (tính cả nắp) có mẫu lấy để phân tích , g .

Kết quả thử là trung bình cộng của hai phép xác định, tính chính xác đến 0,01g .

2.8. Đánh giá kết quả

Chênh lệch kết quả thử của một mẫu giữa hai phép xác định song song (do cùng một người thực hiện đồng thời hoặc liên tiếp) không lớn hơn 0,06g nước trên 100g sản phẩm. Chênh lệch kết quả thử giữa hai phòng thí nghiệm không được vượt quá 0,12g nước trên 100g sản phẩm.
