

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10131-2:2013**

**ISO 8851-2:2004**

Xuất bản lần 1

**BƠ – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM,  
HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ KHÔNG BÉO VÀ HÀM LƯỢNG  
CHẤT BÉO (PHƯƠNG PHÁP THÔNG DỤNG) –  
PHẦN 2: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ KHÔNG BÉO**

*Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents (Routine methods) –  
Part 2: Determination of non-fat solids content*

HÀ NỘI – 2013

## Lời nói đầu

TCVN 10131-2:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 8851-2:2004;

TCVN 10131-2:2013 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;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10131 (ISO 8851), *Bộ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo (Phương pháp thông dụng)* gồm các phần sau:

- TCVN 10131-1:2013 (ISO 8851-1:2004), *Phần 1: Xác định độ ẩm;*
- TCVN 10131-2:2013 (ISO 8851-2:2004), *Phần 2: Xác định hàm lượng chất khô không béo;*
- TCVN 10131-3:2013 (ISO 8851-3:2004), *Phần 3: Tính hàm lượng chất béo.*

## **Bơ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo (Phương pháp thông dụng) – Phần 2: Xác định hàm lượng chất khô không béo**

*Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents (Routine methods) –  
Part 2: Determination of non-fat solids content*

**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 mọi 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 quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thông dụng để xác định hàm lượng chất khô không béo của bơ.

### **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, bổ sung (nếu có).

TCVN 10131-1 (ISO 8851-1), *Bơ – Xác định độ ẩm, hàm lượng chất khô không béo và hàm lượng chất béo (Phương pháp thông dụng) – Phần 1: Xác định độ ẩm*

### **3 Thuật ngữ và định nghĩa**

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

#### **3.1**

#### **Hàm lượng chất khô không béo (non-fat solids content)**

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

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

#### **4 Nguyên tắc**

Làm bay hơi nước ra khỏi một lượng bơ đã biết khối lượng. Chiết chất béo bằng ete dầu nhẹ và xác định khối lượng các chất còn lại.

#### **5 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích. Có thể sử dụng thuốc thử loại kỹ thuật nếu cho các kết quả chênh lệch không đáng kể so với thuốc thử tinh khiết phân tích.

**5.1 Ete dầu mỏ**, có dải sôi trong khoảng từ 40 °C đến 80 °C.

Ete dầu mỏ có dải sôi từ 60 °C đến 80 °C được ưu tiên sử dụng hơn ete dầu mỏ có dải sôi từ 40 °C đến 60 °C vì các lý do an toàn.

#### **6 Thiết bị, dụng cụ**

**CẢNH BÁO** – Phép xác định này có sử dụng đến các dung môi bay hơi dễ cháy nên mọi thiết bị điện được sử dụng phải tuân thủ các quy định liên quan đến an toàn khi sử dụng các dung môi này.

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

**6.1 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 1 mg.

**6.2 Tủ sấy**, dùng điện, có thông gió, kiểm soát được nhiệt độ ổn định và có thể duy trì ở nhiệt độ  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong toàn khoang sấy.

**6.3 Thiết bị gia nhiệt**, ví dụ: bếp điện, đèn Bunsen, đèn Teclu hoặc đèn cồn.

**6.4 Cốc có mỏ**, bằng nhôm, thép không gỉ hoặc thủy tinh, bề mặt nhẵn, có các kích thước sao cho tránh được các hao hụt do bị bắn ra ngoài hoặc tràn bọt.

Có thể dùng que khuấy thủy tinh cùng với cốc có mỏ. Cốc nên có đường kính từ 60 mm đến 80 mm và chiều cao từ 50 mm đến 70 mm.

CHÚ THÍCH: Cốc có mỏ bằng thủy tinh dung tích 250 ml đáp ứng được các yêu cầu này.

**6.5 Kẹp giữ cốc có mỏ**, để giữ phía ngoài cốc (6.4).

**6.6 Tấm kim loại hoặc miếng đá, phẳng**, để làm nguội nhanh cốc có mỏ (6.4).

**6.7 Ống đong**, dung tích 100 ml hoặc **bộ phận phân phối**, để đong lượng ete dầu mỏ.

**6.8 Bình hút ẩm**, chứa chất hút ẩm thích hợp, ví dụ silica gel mới sấy khô cùng với chỉ thị ẩm.

**6.9 Giá nghiêng**, để sử dụng cho cốc có mỏ (6.4).

**6.10 Que khuấy thủy tinh.**

## 7 Lấy mẫu

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

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

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đựng trong bình chứa có nắp đậy kín khí. Bình chứa cần có dung tích sao cho mẫu thử chiếm một phần hai đến hai phần ba dung tích của bình. Bảo quản mẫu trong bình kín khí ở nhiệt độ từ 5 °C đến 14 °C đến khi bắt đầu chuẩn bị mẫu thử.

## 8 Chuẩn bị mẫu thử

**8.1** Làm ẩm mẫu thử trong bình chứa đậy nắp đến nhiệt độ sao cho mẫu đủ mềm để trộn được đến trạng thái đồng nhất (trộn bằng thủ công hoặc bằng máy lắc) mà không làm hỏng trạng thái nhũ tương. Nhiệt độ thích hợp để trộn nên trong khoảng từ 24 °C đến 28 °C và không quá 35 °C.

**8.2** Khi thích hợp, vừa trộn vừa làm nguội mẫu thử đến nhiệt độ phòng cho đến khi mẫu nguội hoàn toàn. Ngay sau khi nguội, mở nắp bình chứa và dùng dụng cụ thích hợp (ví dụ: thìa hoặc dao trộn) để khuấy nhanh trong thời gian không quá 10 s trước khi cân.

## 9 Cách tiến hành

### 9.1 Phần mẫu thử

Nếu phần mẫu thử đã được dùng để phân tích độ ẩm theo TCVN 10131-1 (ISO 8851-1) thì bắt đầu phép xác định chất khô không béo theo 9.3.3 bằng cách thêm 30 ml ete dầu mỏ (5.1) vào phần mẫu thử đã khô còn lại từ phép phân tích độ ẩm. Tuy nhiên, nếu sử dụng phần mẫu thử vừa được lấy ra từ mẫu thử thì bắt đầu từ 9.2.

### 9.2 Chuẩn bị cốc có mỏ

**9.2.1** Sấy khô cốc có mỏ rỗng (6.4) (cùng với que khuấy nếu sử dụng) trong tủ sấy (6.2) ở 102 °C trong ít nhất 1 h.

**9.2.2** Để nguội cốc có mỏ trên tấm kim loại hoặc phiến đá (6.6). Cân cốc chính xác đến 1 mg.

CHÚ THÍCH: Thời gian nguội thường 15 min là đủ.

**9.3 Xác định**

**9.3.1** Cân từ 9,5 g đến 10,5 g mẫu thử (8.2), chính xác đến 1 mg, cho vào cốc có mỏ đã chuẩn bị (9.2.2).

**9.3.2** Đun nóng cốc có mỏ cùng với mẫu thử, khuấy trộn liên tục bằng cách xoay cốc trên thiết bị gia nhiệt (6.3) hoặc dùng que thủy tinh. Dùng kẹp (6.5) để giữ cốc, nếu cần. Kiểm soát quá trình gia nhiệt và khuấy trộn để tránh hao hụt do bị bắn ra ngoài và tràn bọt. Tiếp tục gia nhiệt đến khi ngừng tạo bọt, bọt bị vỡ và chất khô không béo chuyển thành màu nâu nhạt hoặc nâu vàng.

Nếu sử dụng bếp điện (6.3) thì nên để ở nhiệt độ trong khoảng từ 120 °C đến 160 °C. Tuy nhiên, khi bơ được chế biến theo công nghệ Ammix thì có thể cần đến nhiệt độ thấp hơn 120 °C khi bắt đầu gia nhiệt để tránh bắn tung tóe mẫu thử. Trong trường hợp này, nhiệt độ cuối cùng của bếp điện phải trong khoảng từ 140 °C đến 160 °C để đảm bảo loại hết ẩm.

CHÚ THÍCH: Thời gian gia nhiệt thường không quá 20 min.

**CẢNH BÁO – Từ bước 9.3.3 đến 9.3.12 cần được thực hiện trong tủ hút hoặc trên bàn thử có thông gió.**

**9.3.3** Lấy cốc có mỏ ra khỏi thiết bị gia nhiệt. Thêm 30 ml ete dầu mỏ (5.1) vào cốc.

**9.3.4** Gia nhiệt cốc có mỏ có chứa mẫu đến khi ete dầu mỏ sôi, chú ý phòng ngừa cháy. Sau đó để cốc nguội trên tấm kim loại hoặc phiến đá (6.6). Bước gia nhiệt này sẽ tránh được sự tạo bọt chất khô không béo trong ete dầu mỏ.

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng ete dầu mỏ có điểm sôi từ 60 °C đến 80 °C thì chỉ để sôi lăn tăn là đủ, không nên để sôi mạnh.

**9.3.5** Cho 60 ml ete dầu mỏ (5.1) vào cốc. Trộn kỹ bằng cách xoay cốc.

**9.3.6** Đặt cốc có mỏ trên giá nghiêng (6.9). Để yên cho chất khô không béo lắng trong 5 min hoặc cho đến khi tất cả chất khô không béo đã lắng xuống đáy cốc.

**9.3.7** Gạn bỏ phần ete dầu mỏ. Lau khô phía ngoài cốc và đặc biệt là vùng dung môi đã gạn bỏ, sử dụng giấy thấm ete dầu mỏ sạch (5.1) để loại bỏ hết chất béo còn lại.

Trong quá trình gạn dung môi, cần đảm bảo không làm thất thoát chất khô không béo, vì có thể làm định lượng sai lệch về hàm lượng chất khô không béo.

**9.3.8** Lặp lại bước chiết bằng dung môi ete dầu mỏ quy định trong 9.3.5 đến 9.3.7.

**9.3.9** Đun nhẹ cốc có mỏ [ví dụ: từ 70 °C đến 80 °C trên bếp điện (6.3)] cho đến khi loại bỏ hết dung môi và ẩm còn chất khô không béo thì khô hoàn toàn. Chú ý không để chất khô không béo kết tủa và tràn ra. Đun nhẹ cốc có mỏ. Quá trình sấy khô thường khoảng từ 10 min đến 15 min.

Ở giai đoạn này, chất khô không béo phải khô hẳn, nếu không thì sẽ khó làm tan các miếng vón cục (9.3.10).

**9.3.10** Lặp lại bước chiết bằng ete dầu mỏ bằng cách thêm 40 ml ete dầu mỏ (5.1) và làm tan các cục vón bằng que khuấy thủy tinh (6.10). Tráng que khuấy bằng 20 ml ete dầu mỏ, cho nước tráng vào cốc có mỡ. Trộn kỹ lượng chứa trong cốc bằng cách xoay cốc. Lặp lại các bước 9.3.6 và 9.3.7.

**9.3.11** Đun nhẹ cốc có mỡ [ví dụ: từ 70 °C đến 80 °C trên bếp điện (6.3)] cho đến khi chất khô không béo khô hoàn toàn. Khoảng thời gian này thường là 10 min.

**9.3.12** Làm nguội cốc có mỡ cùng lượng chứa bên trong ở trong bình hút ẩm (6.8), sau đó cân chính xác đến 1 mg.

## 10 Tính và biểu thị kết quả

### 10.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng chất khô không béo,  $w_s$ , bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

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

trong đó:

$m_0$  là khối lượng cốc có mỡ rỗng (9.2.2), hoặc khối lượng thu được từ phép xác định trong TCVN 10131-1 (ISO 8851-1) (8.1.2), tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng cốc có mỡ và chất khô không béo đã khô (9.3.12), tính bằng gam (g);

$m_2$  là khối lượng phần mẫu thử và cốc có mỡ (9.3.1), hoặc khối lượng thu được từ phép xác định trong TCVN 10131-1 (ISO 8851-1) (8.2.1), tính bằng gam (g).

### 10.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả thử đến một chữ số thập phân.

## 11 Độ chụm

### 11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm đối với độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với dải nồng độ và nền mẫu đã nêu.

## **TCVN 10131-2:2013**

### **11.2 Độ lặp lại**

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người phân tích và sử dụng cùng một thiết bị trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,20 %.

### **11.3 Độ tái lập**

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi tiến hành trên cùng một loại vật liệu thử, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,39 %.

## **12 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các thao tác chi tiết 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 hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.



**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Kết quả thử liên phòng thử nghiệm**

Các kết quả thu được từ hai nghiên cứu cộng tác <sup>[4], [5]</sup> được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Ngoài ra, phép phân tích tổng hợp được thực hiện để ước tính các giá trị độ chụm chung về độ lặp lại và độ tái lập theo công thức sau <sup>[5]</sup>:

$$x_p^2 = \frac{\sum v_i x_i^2}{\sum v_i}$$

Trong đó:

- $x_p$  là giá trị ước tính chung về độ lặp lại hoặc độ tái lập;
- $x_i$  là giá trị ước tính thứ  $i$  của độ lặp lại hoặc độ tái lập trong mỗi nghiên cứu cộng tác;
- $v_i$  là số bậc tự do tương ứng với giá trị ước tính  $x_i$ .

Bảng A.1 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Mẫu	Tài liệu tham khảo	Số phòng thử nghiệm	Giá trị trung bình % <sup>a</sup>	$r^b$ % <sup>a</sup>	$R^c$ % <sup>a</sup>	$RSD(r)^d$ %	$RSD(R)^e$ %
Bơ mặn Ammix	[4]	8	2,77	0,16	0,42	2,01	5,43
Bơ nhạt Ammix	[4]	8	2,49	0,24	0,44	3,38	6,33
Bơ không muối Fritz	[4]	8	3,01	0,20	0,52	2,40	6,19
Bơ mặn Fritz	[4]	8	1,73	0,27	0,41	5,57	8,43
Bơ mặn Fritz	[4]	8	3,06	0,28	0,57	3,24	6,60
Bơ không muối Fritz	[4]	8	1,24	0,19	0,39	5,43	11,27
Bơ mặn Fritz	[4]	8	1,33	0,14	0,22	3,86	6,00
Bơ không muối Fritz	[4]	8	2,57	0,17	0,42	2,32	5,80
Bơ mặn Fritz	[5]	9	2,73	0,17	0,41	2,27	5,35
Bơ không muối Fritz	[5]	9	1,30	0,19	0,41	5,23	11,15
Bơ mặn Fritz	[5]	9	2,60	0,21	0,43	2,88	5,96
Bơ mặn Fritz	[5]	9	2,85	0,17	0,24	2,07	3,05
Bơ mặn Fritz	[5]	9	3,23	0,11	0,29	1,18	3,25
Bơ mặn Ammix	[5]	9	2,64	0,19	0,29	2,54	3,98
Bơ nhạt Ammix	[5]	9	2,06	0,24	0,30	4,27	5,19
Bơ mặn Ammix	[5]	9	2,60	0,28	0,28	3,85	3,85

<sup>a</sup> Phần khối lượng.  
<sup>b</sup> Giới hạn lặp lại (2,8  $s_r$ ).  
<sup>c</sup> Giới hạn tái lập (2,8  $s_R$ ).  
<sup>d</sup> Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại.  
<sup>e</sup> Độ lệch chuẩn tương đối tái lập.

## 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] EVERS, J.M.; CRAWFORD, R.A.; WIGHTMAN, L.M. and KISSLING, R.C. Routine methods for the determination of solids-not-fat, moisture and fat (by difference) in butter - robustness, bias and precision. *International Dairy Journal*, 11(3), 2001 pp. 127-136
- [5] EVERS, J.M., CRAWFORD, R.A. and KISSLING, R.C. Determination of moisture, solids-not-fat and fat-by-difference in butter using routine methods according to ISO 8851|IDF 191 - an international collaborative study and a meta-analysis. *International Dairy Journal*. 13(1), 2003, pp 55-65
-