

**TCVN**

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 4072 : 2009**

Xuất bản lần 2

**KẸO – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO**

*Candy – Determination of fat content*

HÀ NỘI – 2009

**Lời nói đầu**

TCVN 4072 : 2009 thay thế TCVN 4072 : 1985;

TCVN 4072 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, sản phẩm đường và mật ong biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Kẹo – Xác định hàm lượng chất béo

*Candy – Determination of fat content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chất béo trong các sản phẩm kẹo.

### 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 4067 : 1985, Kẹo – Phương pháp lấy mẫu.

### 3 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã loại ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

**3.1 Bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ )**, dung dịch 0,1 M.

**3.2 Ete dầu hoà**, được chưng cất bằng dụng cụ thủy tinh, có điểm sôi từ 30 °C đến 60 °C.

**3.3 Axit clohydric**, dung dịch 8 M.

**3.4 Silic cacbon (SiC)**, dạng hạt đã khử chất béo hoặc chất chống tạo bọt thích hợp khác.

**3.5 Bông thủy tinh**.

### 4 Thiết bị, dụng cụ

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

## **TCVN 4072 : 2009**

**4.1 Thiết bị chiết Soxhlet**, có các khớp nối dạng côn, dung tích xiphông khoảng 100 ml (ống chiết có đường kính trong 33 mm, chiều cao 80 mm), bình nón dung tích 250 ml và có lớp vỏ áo điều chỉnh nhiệt.

**4.2 Cốc có mỏ**, dung tích từ 250 ml đến 500 ml.

**4.3 Cân**, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

**4.4 Bình hút ẩm.**

**4.5 Nồi cách thủy**, duy trì được nhiệt độ từ 45 °C đến 50 °C.

**4.6 Giấy lọc gấp nếp**, Whatman 40 hoặc S&S 589, đường kính 15 cm, tốc độ lọc trung bình, hoặc loại tương đương.

**4.7 Mặt kính đồng hồ.**

**4.8 Tủ sấy**, có thể duy trì nhiệt độ ở 100 °C.

**4.9 Túi chiết**, bằng giấy lọc và đã khử chất béo.

## **5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

Tiến hành lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4067 : 1985.

## **6 Cách tiến hành**

Cân khoảng 4 g đến 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg và cho vào cốc có mỏ (4.2). Thêm từ từ 45 ml nước sôi, vừa thêm vừa khuấy, để có được huyền phù đồng nhất. Thêm 55 ml dung dịch axit clohydric (3.3) và vài hạt silic cacbon đã khử chất béo hoặc chất chống tạo bọt khác (3.4) và khuấy. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ (4.7), đun từ từ cho đến sôi, và để sôi nhẹ trong 15 min. Tráng mặt kính đồng hồ (4.7) bằng 100 ml nước, cho vào cốc có mỏ.

Lọc dịch thủy phân qua giấy lọc gấp nếp (4.6), tráng cốc có mỏ ba lần bằng nước. Tiếp tục lọc và tráng rửa cho đến khi phần dịch lọc cuối cùng không còn ion  $Cl^-$  [lấy khoảng 5 ml dịch lọc, cho vào vài giọt dung dịch  $AgNO_3$  (3.1), nếu không có kết tủa là đạt]. Chuyển giấy lọc ướt và mẫu thử vào túi chiết đã khử chất béo (4.9). Đặt túi chiết trong cốc có mỏ loại nhỏ và sấy ở 100 °C trong 6 h đến 18 h. Sau khi sấy, đặt nút bông thủy tinh (3.5) lên trên giấy lọc trong túi chiết.

Cho vài hạt chống tạo bọt đã khử chất béo vào bình nón 250 ml của thiết bị Soxhlet (4.1) và sấy khô trong 1 h ở 100 °C trong tủ sấy (4.8). Làm nguội trong bình hút ẩm (4.4) đến nhiệt độ phòng và cân, chính xác đến 0,1 mg.

Lắp túi chiết chứa mẫu thử đã sấy khô vào thiết bị chiết Soxhlet, cho vào ống vài viên bi thủy tinh. Tráng cốc có mỏ dùng để thủy phân phần mẫu thử, cốc có mỏ dùng để sấy túi chiết và mặt kính đồng hồ ba lần, mỗi lần dùng 50 ml ete dầu hoả (3.2), sau đó cho ete dầu hoả nói trên vào ống chiết của thiết bị chiết Soxhlet. Nối ống sinh hàn của thiết bị Soxhlet và thực hiện chiết chất béo trong 4 h, điều chỉnh nhiệt sao cho dung môi tràn qua xiphông ít nhất 30 lần (khoảng 7 lần đến 8 lần trong một giờ).

Sau khi chiết, tháo bình nón 250 ml ra khỏi thiết bị chiết Soxhlet và cho dung môi bay hơi trên nồi cách thủy (4.5). Sấy khô bình ở nhiệt độ 100 °C đến 101 °C trong 1,5 h đến 2 h, làm nguội trong bình hút ẩm (4.4) đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại thao tác sấy và cân đến khối lượng không đổi (chênh lệch kết quả của hai lần cân liên tiếp không lớn hơn 0,3 mg), mỗi lần sấy tiếp theo khoảng 30 min.

## 7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng chất béo,  $X$ , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó

- $m_1$  là khối lượng bình nón của thiết bị Soxhlet chứa các hạt chống tạo bọt và chất béo sau khi sấy, tính bằng gam (g);
- $m_2$  là khối lượng bình nón của thiết bị Soxhlet chứa các hạt chống tạo bọt, tính bằng gam (g);
- $m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định đồng thời là  $\pm 0,1$  % chất béo.

## 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi 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 quy định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] AOAC Official Method 963.15 *Fat in Cacao Products. Soxhlet Extraction Method.*
  - [2] AOAC Official Method 970.20 *Cacao Products. Preparation of Laboratory Sample. Procedure.*
-