TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8081 : 2009
ISO 6734 : 1989

Xuất bản lần 1

SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ TỔNG SỐ (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)

Sweetened condensed milk – Determination of total solids content (Reference method)

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8081 : 2009 cùng với TCVN 8082 : 2009 thay thế TCVN 5533 : 1991;

TCVN 8081 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 6734 : 1989;

TCVN 8081 : 2009 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa đặc có đường – Xác định hàm lượng chất khô tổng số (Phương pháp chuẩn)

Sweetened condensed milk – Determination of total solids content (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất khô tổng số trong sữa đặc có đường.

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 6400 (ISO 707), *Sữa và các sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Hàm lượng chất khô tổng số (total solids content):
Phần khối lượng của các chất còn lại sau khi sấy theo quy định trong tiêu chuẩn này.

Hàm lượng chất khô tổng số được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được sấy sơ bộ trên nồi cách thuỷ hoặc nồi hơi và sau đó mẫu đã trộn với cát được làm bay hơi tiếp trong tủ sấy ở nhiệt độ 102 °C ± 2 °C.

5 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu

Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

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

5.1 Cân phân tích.

5.2 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm hiệu quả (ví dụ: silica gel vừa mới được làm khô có chỉ thị ẩm)

5.3 Tủ sấy, được trang bị quạt, có khả năng duy trì được nhiệt độ ở 102 °C ± 2 °C trong toàn bộ khoang làm việc.

5.4 Đĩa đáy phẳng, có chiều cao 20 mm đến 25 mm, đường kính 50 mm đến 75 mm và làm bằng vật liệu thích hợp (ví dụ: thép không gỉ, niken hoặc nhôm), có nắp đậy khít và dễ dàng tháo ra được.

5.5 Nồi cách thuỷ hoặc **nồi hơi**, có thể đun đến sôi, có các vòng nắp có thể điều chỉnh kích thước.

5.6 Nồi cách thuỷ, có khả năng duy trì được ở nhiệt độ 30 °C đến 40 °C.

5.7 Que khuấy ngắn bằng thuỷ tinh, một đầu phẳng và có kích thước phù hợp với đĩa (5.4).

5.8 Cát thạch anh hoặc **cát biển**, lọt qua được sàng vải có cỡ lỗ danh định 500 µm, nhưng không lọt qua được sàng có cỡ lỗ danh định 180 µm, và phù hợp với phép thử dưới đây.

5.8.1 Cho khoảng 20 g cát vào đĩa cùng với que khuấy (5.7). Sấy đĩa cùng với cát, que khuấy và nắp được mở trong tủ sấy (5.3) ít nhất 2 h. Đậy nắp, để đĩa nguội trong bình hút ẩm (5.2) đến nhiệt độ phòng cân và cân chính xác đến 0,1 mg.

5.8.2 Làm ẩm cát bằng khoảng 5 ml nước, dùng que khuấy trộn kỹ cát với nước và sấy tiếp đĩa cùng với cát, que khuấy và nắp được mở trong tủ sấy (5.3) ít nhất 4 h. Đậy nắp, để đĩa nguội trong bình hút ẩm (5.2) đến nhiệt độ phòng và cân lại chính xác đến 0,1 mg.

Chênh lệch giữa hai lần cân không được quá 0,5 mg.

CHÚ THÍCH Nếu không đáp ứng được yêu cầu, cát có thể được làm phù hợp cho phép xác định như sau :

Ngâm cát trong axit clohydric 25 % (khối lượng) ($\rho_{20} \approx 1,12$ g/ml) trong 3 ngày. Thỉnh thoảng khuấy. Gạn dịch lỏng nổi phía trên càng nhiều càng tốt. Rửa cát bằng nước cho đến khi hết phản ứng axit.

Sấy cát ở nhiệt độ khoảng 160 °C ít nhất 4 h. Sau đó lặp lại phép thử đối với cát như mô tả ở trên.

6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

7 Chuẩn bị mẫu thử

Mở hộp chứa và trộn kỹ sữa bằng thìa hoặc dao trộn. Cho hộp chuyển động xoay theo chiều lên-xuống sao cho các lớp trên và phần ở đáy góc hộp trộn được với nhau. Chú ý gộp hết mẫu sữa còn dính trên thành và đáy hộp chứa.

Chuyển mẫu càng triệt để càng tốt sang bình thuỷ tinh thứ hai, đậy kín nắp bình. Đun nóng bình trên nồi cách thuỷ (5.6) được duy trì ở 30 °C đến 40 °C. Làm nguội về 20 °C đến 25 °C. Khuấy trộn kỹ mẫu đựng trong bình. Trộn cho đến khi thu được toàn bộ khối lượng mẫu đồng nhất. Đậy nắp bình.

Trong trường hợp mẫu đựng trong ống có thể gấp lại được, thì cắt mở ống và chuyển mẫu sang bình thuỷ tinh. Sau đó cắt hẳn ống và chuyển mẫu còn dính trong ống sang bình.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị đĩa

Sấy đĩa (5.4), có chứa khoảng 25 g cát (5.8), với nắp để bên cạnh và que khuấy (5.7) để trên nắp, trong tủ sấy (5.3) ít nhất 1 h.

Đậy nắp đĩa (có que khuấy trên nắp), chuyển ngay vào bình hút ẩm (5.2), để nguội đến nhiệt độ phòng (ít nhất 45 min) và cân đĩa cùng với nắp và que khuấy, chính xác đến 0,1 mg.

8.2 Phần mẫu thử

Nghiêng cát về một bên đĩa đã được chuẩn bị (8.1), cho lên phần trống sạch khoảng 2,0 g mẫu thử đã được chuẩn bị, đậy nắp với que khuấy trên nắp và cân lại chính xác đến 0,1 mg.

8.3 Xác định

8.3.1 Cho 5 ml nước vào phần mẫu thử trong đĩa và dùng que khuấy để trộn. Trộn kỹ phần mẫu thử đã được pha loãng với cát, dàn đều hỗn hợp trên đĩa. Để một đầu que khuấy trong hỗn hợp còn đầu kia dựa vào thành đĩa.

8.3.2 Sấy đĩa đã mở nắp khoảng 30 min trên nồi cách thuỷ hoặc nồi hơi (5.5) sao cho đáy đĩa tiếp xúc được với hơi càng nhiều càng tốt, trong giai đoạn đầu sao dùng que khuấy để đảo trộn hỗn hợp để hỗn hợp được thông khí tốt và trở nên dễ tơi.

8.3.3 Lấy đĩa ra khỏi nồi cách thuỷ hoặc nồi hơi ra sau đó để que khuấy đầu phẳng trong đĩa và sấy đĩa với nắp được mở để bên cạnh, trong tủ sấy trong 2 h. Lấy đĩa ra, đậy nắp và chuyển ngay vào bình hút ẩm (5.2).

8.3.4 Để đĩa nguội đến nhiệt độ phòng (ít nhất 45 min) rồi cân chính xác đến 0,1 mg.

8.3.5 Sấy lại đĩa với nắp được mở để bên cạnh, trong tủ sấy 1 h. Đậy nắp đĩa và chuyển ngay vào bình hút ẩm. Để đến nguội như trong 8.3.4 và cân chính xác đến 0,1 mg.

8.3.6 Lặp lại các thao tác đã mô tả trong trong 8.3.5 cho đến khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân không vượt quá 1 mg. Ghi lại khối lượng thu được thấp nhất.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Hàm lượng chất khô tổng số, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

trong đó

m_0 là khối lượng của đĩa (kể cả cát), nắp và que khuấy (xem 8.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa (kể cả cát), nắp, que khuấy và phần mẫu thử (xem 8.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa, nắp, que khuấy và phần mẫu thử khô (xem 8.3.6), tính bằng gam (g).

Làm tròn giá trị thu được chính xác đến 0,01 % (khối lượng).

9.2 Độ chụm

CHÚ THÍCH Giá trị độ lặp lại và độ tái lập được biểu thị ở mức xác suất 95 % và các kết quả từ phép thử liên phòng thử nghiệm (xem STEIGER, G và MARTENTS, R. *Bulletin of the international dairy federation, 1988*, No.235) đã được tiến hành theo ISO 5725 :1986, *precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*.

9.2.1 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi phân tích trên cùng vật liệu thử, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn và thực hiện đúng phương pháp, không được có nhiều hơn một trong 20 trường hợp có kết quả vượt quá 0,4 g chất khô so với trung bình tổng số chất khô trên 100 g sản phẩm.

9.2.2 Độ tái lập

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, riêng rẽ, thu được do hai người thực hiện, tiến hành ở các phòng thử nghiệm khác nhau, phân tích trên cùng vật liệu thử không được có nhiều hơn một trong 20 trường hợp có kết quả vượt quá 0,6 g chất khô so với trung bình tổng số chất khô trên 100 g sản phẩm.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ được phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng đề cập đến mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm tất cả các chi tiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.