

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11157:2015

ISO 5543:2004

Xuất bản lần 1

**CASEIN VÀ CASEINAT -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO -
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Caseins and caseinates - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11157:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 5543:2004;

TCVN 11157:2015 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

Tiêu chuẩn này được xây dựng trên cơ sở hài hòa tối đa với phương pháp xác định hàm lượng chất béo trong sữa, sản phẩm sữa và thực phẩm có chứa sữa.

Phương pháp này dựa trên nguyên tắc của Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR), trong đó có bước phân hủy mẫu bằng axit clohydric; việc lựa chọn phương pháp này là do:

- a) nhiều loại casein khó hòa tan trong amoniac, vì chúng chứa hoặc bao gồm các cục vón cứng hoặc vì chúng không tan hoặc rất ít tan (ví dụ: casein rennet), do đó không thể kiểm tra theo phương pháp dùng cho sữa và hầu hết sản phẩm sữa dựa trên nguyên tắc Röse-Gottlieb (RG);
- b) tất cả casein và caseinat đều chứa hàm lượng lactose thấp [nhỏ hơn 5 % (khối lượng) chất khô], do đó có thể kiểm tra theo nguyên tắc SBR; so với phương pháp Weibull, phương pháp này có ưu điểm là có thể thực hiện đồng thời và sử dụng cùng thiết bị dùng cho phương pháp RG nhưng tốn ít thời gian hơn;
- c) các phương pháp dựa trên nguyên tắc SBR đã được sử dụng rộng rãi tại nhiều quốc gia để làm phương pháp chuẩn hay phương pháp trọng tài trong việc kiểm tra đối với tất cả các loại casein và caseinat.

Casein và caseinat - Xác định hàm lượng chất béo - Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)

*Caseins and caseinates - Determination of fat content -
Gravimetric method (Reference method)*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo của tất cả các loại casein và caseinat.

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 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*.

TCVN 9966 (ISO 3889) *Sữa và sản phẩm sữa – Yêu cầu kỹ thuật đối với bình chiết chất béo kiểu Mojonier*.

TCVN 11163 (ISO 5550), *Casein và caseinat – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng chất béo của casein và caseinat (fat content of caseins and caseinates)

Tất cả các chất xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng chất béo của casein và caseinat được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được phân hủy trong axit clohydric, sau đó có bổ sung etanol. Dung dịch etanol axit được chiết bằng dietyl ete và sau đó bằng dầu nhẹ, loại bỏ các dung môi bằng cách chưng cất hoặc cho bay hơi. Xác định khối lượng của các chất chiết hòa tan trong dầu nhẹ. (Nguyên tắc này được gọi là nguyên tắc Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

Thực hiện phép thử trắng thuốc thử như quy định trong 8.3 để kiểm tra chất lượng thuốc thử. Sử dụng bình thu nhận chất béo rỗng cho mục đích kiểm soát khối lượng (xem 11.1), được chuẩn bị như quy định trong 8.4. Thuốc thử không được chứa lượng cặn lớn hơn 0,5 mg.

Nếu lượng cặn của phép thử trắng thuốc thử lớn hơn 0,5 mg thì xác định lượng cặn của dung môi riêng rẽ bằng cách chưng cất với 100 ml ete dietyl và dầu nhẹ tương ứng. Sử dụng bình kiểm soát rỗng để thu được khối lượng thực của cặn không được vượt quá 0,5 mg.

Thay các thuốc thử hoặc dung môi không đạt yêu cầu hoặc chưng cất lại các dung môi.

5.1 Dung dịch axit clohydric loãng, ρ_{20} (HCl) $\approx$ 1,125 g/ml (Xem Chú thích trong 8.5.1.)

Pha loãng 675 ml axit clohydric [ρ_{20} (HCl) $\approx$ 1,18 g/ml] bằng nước đến 1 000 ml.

5.2 Etanol (C₂H₅OH) hoặc metanol (CH₃OH) ít nhất là 94 % (thể tích).

Có thể sử dụng etanol biến tính hoặc metanol với điều kiện là chất làm biến tính không làm ảnh hưởng đến kết quả của phép xác định.

5.3 Ete dietyl (C₂H₅OC₂H₅) không chứa peroxit (xem 11.3) và không chứa hoặc chứa ít hơn 2 mg/kg chất chống oxi hóa và phù hợp với các yêu cầu đối với phép thử trắng thuốc thử (xem đoạn giới thiệu ở trên và trong 11.1 và 11.4).

5.4 Dầu nhẹ, có dải nhiệt độ sôi từ 30 °C đến 60 °C.

5.5 Dung môi hỗn hợp, chuẩn bị nhanh trước khi sử dụng bằng cách trộn các thể tích bằng nhau của ete dietyl (5.3) và dầu nhẹ (5.4).

5.6 Dung dịch đỏ Congo

Hòa tan 1 g đỏ Congo trong nước và thêm nước đến 100 ml.

CHÚ THÍCH Sử dụng dung dịch này để phân biệt rõ hơn lớp phân cách giữa dung môi và lớp nước là tùy chọn (xem 8.5.4) và chỉ thích hợp đối với các sản phẩm không màu hoặc có màu nhẹ. Có thể sử dụng các dung dịch màu dạng nước khác với điều kiện là chúng không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

6 Thiết bị, dụng cụ

CẢNH BÁO – Vì việc xác định buộc phải sử dụng các dung môi bay hơi dễ cháy, nên các thiết bị điện được dùng phải tuân theo quy định 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, thích hợp để cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc đến 0,1 mg.

6.2 Máy ly tâm, có thể giữ các bình chiết chất béo có nắp đậy hoặc các ống chiết (6.6) quay với vận tốc từ 500 r/min đến 600 r/min để tạo ra được gia tốc hướng tâm khoảng 80g đến 90g tại miệng bình chiết hoặc ống chiết.

CHÚ THÍCH Việc sử dụng máy ly tâm là tùy chọn, nhưng nên sử dụng loại thiết bị này (xem 8.5.7).

6.3 Thiết bị chưng cất hoặc thiết bị làm bay hơi, thích hợp để chưng cất các dung môi và etanol từ bình thu nhận chất béo, hoặc làm bay hơi từ cốc có mỡ và các đĩa (xem 8.5.10 và 8.5.12) ở nhiệt độ không quá 100 °C.

6.4 Tủ sấy, được đốt nóng bằng điện, có các lỗ thông hơi mở hoàn toàn, có thể duy trì được nhiệt độ ở $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ tại tất cả các vị trí trong khoang sấy và được gắn với một nhiệt kế thích hợp; hoặc **tủ sấy chân không**, có thể duy trì nhiệt độ ở 70 °C đến 75 °C, ở áp suất nhỏ hơn 600 mbar (50 mmHg).

6.5 Nồi cách thủy hoặc bếp điện (xem 8.5.2).

6.6 Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier, như quy định trong TCVN 9966 (ISO 3889) (xem Chú thích trong 8.5.2).

CHÚ THÍCH Cũng có thể dùng ống chiết chất béo (hoặc bình), có xi phông hoặc gắn với chai rửa, nhưng quy trình này có khác và được quy định trong phần Phụ lục A. Chiều dài bên trong của ống nối có thể có phần cuối hình móc nếu muốn.

Các bình chiết chất béo phải được đậy bằng nút bần chất lượng tốt, hoặc nắp bằng vật liệu khác [ví dụ: cao su silicon hoặc polytetrafluoroetylen (PTFE)] mà không bị ảnh hưởng bởi thuốc thử được sử dụng. Nút bần phải được rửa bằng ete dietyl (5.3), ngâm trong nước ít nhất 15 min ở nhiệt độ 60 °C hoặc lớn hơn và sau đó được làm nguội trong nước đến bão hòa khi được sử dụng.

6.7 Giá, thích hợp để giữ bình chiết chất béo (hoặc ống) (xem 6.6).

6.8 Chai rửa, thích hợp để sử dụng với dung môi hỗn hợp (5.5). Không dùng chai rửa bằng chất dẻo.

TCVN 11157:2015

6.9 Bình thu nhận chất béo, ví dụ: bình đun sôi (đáy phẳng), có dung tích từ 125 ml đến 250 ml, bình nón có dung tích 250 ml, hoặc các đĩa kim loại.

Nếu sử dụng đĩa kim loại thì tốt nhất phải làm bằng thép không gỉ, đáy phẳng, có miệng rót, đường kính từ 80 mm đến 100 mm, chiều cao khoảng 50 mm.

6.10 Hạt trợ sôi, không chứa chất béo, bằng sứ không xốp hoặc cacbua silicon hoặc bi thủy tinh (tùy chọn trong trường hợp đĩa kim loại).

6.11 Ống đông, dung tích 5 ml và 25 ml.

6.12 Pipet chia độ, dung tích 10 ml.

6.13 Bộ kẹp, bằng kim loại để giữ bình, cốc có mỏ hoặc đĩa.

6.14 Dụng cụ nghiền, để nghiền mẫu phòng thử nghiệm, nếu cần. Thiết bị không được tăng nhiệt quá mức và không được làm thất thoát ẩm. Không được sử dụng máy nghiền búa.

6.15 Sàng thử nghiệm, được dệt bằng dây vải, đường kính 200 mm, cỡ lỗ danh định 500 μm với vật chứa thích hợp theo yêu cầu trong TCVN 2230 (ISO 565).

6.16 Vật chứa có nắp đậy, kín khí, có dung tích thích hợp để mẫu thử có thể được trộn đều bằng cách lắc.

7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản và vận chuyển.

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

8 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Quy trình thay thế sử dụng ống chiết chất béo có gắn với xi phông hoặc chai rửa (xem chú thích trong 6.6) được nêu trong Phụ lục B.

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

8.1.1 Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm (Điều 7), nếu cần sau khi chuyển hết mẫu vào vật chứa kín khí có dung tích thích hợp, bằng cách lắc và đảo vật chứa nhiều lần.

8.1.2 Chuyển 50 g mẫu phòng thử nghiệm vào sàng thử nghiệm (6.15). Nếu mẫu không lọt hết qua sàng thì dùng dụng cụ nghiền để thực hiện. Chuyển ngay tất cả mẫu đã sàng vào vật chứa (6.16) và