

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8428:2010

ISO 15323:2002

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM PROTEIN SỮA DẠNG BỘT –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ HÒA TAN NITƠ**

Dried milk protein products – Determination of nitrogen solubility index

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8428:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 15323:2002/IDF 173:2002;

TCVN 8428:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm protein sữa dạng bột – Xác định chỉ số hòa tan nitơ

Dried milk protein products – Determination of nitrogen solubility index

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số hòa tan nitơ (NSI) trong các sản phẩm protein sữa dạng bột. Phép xác định này là một cách để đánh giá độ hòa tan của các hợp chất chứa nitơ.

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 8099-1:2009 (ISO 8968-1:2001), *Sữa – Xác định hàm lượng nitơ – Phần 1: Phương pháp Kjeldahl*.

TCVN 8099-2:2009 (ISO 8968-2:2001), *Sữa – Xác định hàm lượng nitơ – Phần 2: Phương pháp phân huỷ kin (Phương pháp Macro)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

chỉ số hòa tan nitơ (nitrogen solubility index)

tỷ lệ giữa hàm lượng nitơ của phần chất lỏng nổi phía trên sau khi ly tâm dung dịch mẫu thử, với hàm lượng nitơ trước khi ly tâm dung dịch nước, xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Chỉ số hòa tan nitơ (NSI) được biểu thị bằng phần trăm.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử của sản phẩm protein sữa dạng khô được hòa trong nước có pH cố định và hàm lượng nitơ của dung dịch được xác định. Dung dịch hòa tan được ly tâm rồi hàm lượng nitơ của phần chất lỏng nổi phía trên đã lọc được xác định. Tính được tỷ lệ giữa hai hàm lượng nitơ thu được.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được cất bằng dụng cụ thủy tinh hoặc nước đã có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

5.1 Natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

5.2 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

5.3 Thuốc thử để xác định nitơ, theo TCVN 8099-1 (ISO 8968-1), hoặc TCVN 8099-2 (ISO 8968-2).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

6.2 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

6.3 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml.

6.4 Ống đong, dung tích 100 ml.

6.5 Phễu thủy tinh nhỏ.

6.6 Chai rửa.

6.7 Máy khuấy từ.

6.8 Máy ly tâm cố định góc, nhiệt độ được kiểm soát để duy trì ở nhiệt độ $22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ và có khả năng tạo gia tốc hướng tâm 3 000 g ở đáy ống ly tâm.

6.9 Ống ly tâm, dung tích 50 ml.

6.10 Máy đo pH, có khả năng đọc đến 0,05 đơn vị pH.

6.11 Giấy lọc, loại trung bình (Whatman số 1¹⁾ hoặc loại tương đương).

¹⁾ Whatman số 1 là ví dụ về các sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, không ấn định phải sử dụng chúng.

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707) [2].

Bảo quản các mẫu sao cho không làm thay đổi chất lượng và thành phần của mẫu.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu thử bằng cách xoay và đảo chiều hộp đựng mẫu nhiều lần. Bảo quản mẫu thử trong vật chứa sao cho không bị hấp thụ nước.

Chuyển hết mẫu thử sang vật chứa kín khi có kích thước đủ để bảo quản mẫu có hiệu quả, nếu cần.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử

Cân một lượng mẫu thử đã được chuẩn bị (Điều 8), chính xác đến 0,001 g, tương đương với khoảng 1 g protein (0,16 g nitơ) cho vào cốc có mỏ (6.2).

9.2 Xác định

9.2.1 Thêm dần nước ở nhiệt độ $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào phần mẫu thử đến tổng thể tích khoảng 75 ml. Khuấy đều hỗn hợp trong khi thêm nước và làm vỡ các mảng vón cục.

Dùng máy đo pH (6.10) để chỉnh pH của dung dịch đến $\text{pH } 7,00 \pm 0,55$ bằng natri hydroxit (5.1) hoặc axit clohydric (5.2), nếu cần. Dùng một ít nước để tráng sạch điện cực pH. Khuấy dung dịch khoảng 2 h bằng máy khuấy từ (6.7) ở nhiệt độ $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Chỉnh pH đến 7,0 sau khi khuấy 1 h, nếu cần.

9.2.2 Chuyển dung dịch sang bình định mức 100 ml (6.3). Tráng rửa cốc có mỏ cẩn thận rồi cho nước tráng vào bình định mức. Thêm nước đến vạch và trộn kỹ.

9.2.3 Lấy một phần thích hợp của dung dịch (9.2.2). Xác định ngay hàm lượng nitơ của dung dịch bằng phương pháp Kjeldahl theo TCVN 8099-1 (ISO 8968-1) hoặc TCVN 8099-2 (ISO 8968-2).

Các sản phẩm có độ hòa tan thấp (ví dụ: lactalbumin khô) có xu hướng cho các giá trị lặp lại thấp. Trong trường hợp này, hàm lượng nitơ cần được xác định trong mẫu bột từ những sản phẩm đó. Sử dụng hàm lượng nitơ thu được trong phép tính thay thế. Độ ẩm của mẫu thử nghiệm có thể ảnh hưởng đến kết quả.

TCVN 8428:2010

9.2.4 Để yên dung dịch còn lại trong 2 min. Dùng ống đong (6.4), lấy 35 ml dung dịch này cho vào ống ly tâm (6.9).

Bật máy ly tâm (6.8) với tốc độ cần thiết để tạo gia tốc 3 000 g ở nhiệt độ 22 °C trong 10 min. Rót chất lỏng nổi phía trên qua giấy lọc (6.11). Chú ý không chuyển bất kỳ phần cặn nào sang giấy lọc.

9.2.5 Lấy một phần thích hợp của dịch lỏng nổi phía trên đã được lọc (9.2.4). Xác định hàm lượng nitơ của phần dịch lỏng nổi phía trên bằng phương pháp Kjeldahl theo TCVN 8099-1 (ISO 8968-1), hoặc TCVN 8099-2 (ISO 8968-2).

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính toán

Tính chỉ số hòa tan nitơ, NSI, theo công thức sau:

$$NSI = \frac{w_s}{w_d} \times 100\%$$

Trong đó:

NSI là chỉ số hòa tan nitơ của mẫu, tính bằng phần trăm (%);

w_s là hàm lượng nitơ của phần chất lỏng nổi phía trên thu được trong 9.2.5, tính bằng gam trên 100 ml (g/100 ml);

w_d là hàm lượng nitơ của dung dịch thu được trong 9.2.3, tính bằng gam trên 100 ml (g/100 ml).

10.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả 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 về độ chụm của phương pháp nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

CHÚ THÍCH: IDF 135 đưa ra hướng dẫn cụ thể cho các phép thử liên phòng thử nghiệm đối với các phương pháp phân tích và các sản phẩm sữa. Hướng dẫn này dựa trên TCVN 6910 (ISO 5725).

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, trong không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại r , đối với từng loại bột protein như trong Bảng A.1.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do các nhà phân tích khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau thực hiện, trong không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập R , đối với từng loại bột protein như trong Bảng A.1.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã dùng, cũng như viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thu được, hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả của thử nghiệm liên phòng

Một thử nghiệm cộng tác quốc tế được thực hiện trên ba loại bột protein nêu trong Bảng A.1. Phép thử này do nhóm ISO/IDF/AOAC (JAT) tổ chức, *Phép đo các đặc tính chức năng của các sản phẩm sữa bột*. Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo ISO 5725²⁾ để cung cấp các dữ liệu về độ chụm như trong Bảng A.1 và đã được công bố (tài liệu tham khảo [6]).

Bảng A.1 – Dữ liệu về độ chụm đối với các loại bột protein khác nhau

Sản phẩm	Số lượng phòng thử nghiệm	Giá trị trung bình NSI	Độ lặp lại			Độ tái lập		
			r	s_r	RSD	R	s_R	RSD
Whey protein đậm đặc	10	92,16 %	3,00	1,06	1,15	8,61	3,04	3,30
Đồng kết tủa	11	85,31 %	1,87	0,66	0,77	2,58	0,91	1,07
Caseinat	13	100,37 %	1,87	0,66	0,66	2,71	0,96	0,96

²⁾ Để thu được dữ liệu về độ chụm thu được đã sử dụng ISO 5725:1986 (hiện nay đã hủy).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa - Hướng dẫn lấy mẫu.*
 - [2] ISO 5725:1986, *Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*
 - [3] 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.*
 - [4] 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*
 - [5] IDF 135B:1991, *Milk and milk products – Precision characteristics of analytical methods – Outline of collaborative study procedure*
 - [6] MORR C.V., GERMAN B., KINSELLA J.E., REGENSTEIN J.M., van BURER J.P., KILARA A., LEVIS B.A. and MANGINO M.E. A collaborative study to develop a standard food protein solubility procedure. *J. Food Sci.* 50, 1985, pp. 1715.
-