TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6510:2007
ISO 1740:2004

Xuất bản lần 2

BƠ VÀ SẢN PHẨM CHẤT BÉO CỦA SỮA - XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT CỦA CHẤT BÉO (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)

Milk fat products and butter – Determination fat acidity (Reference method)

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6510:2007 thay thế 6510:1999;

TCVN 6510:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 1740:2004;

TCVN 6510:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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.

Xuất bản lần 2

Bơ và sản phẩm chất béo của sữa – Xác định độ axit của chất béo (Phương pháp chuẩn)

Milk fat products and butter – Determination of fat acidity (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ axit của chất béo trong các sản phẩm chất béo sữa[1)] và trong bơ.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

độ axit của chất béo có trong sản phẩm chất béo sữa hoặc trong bơ (fat acidity of a milk fat or butter) lượng kiềm cần thiết để trung hoà hết các axit béo tự do có trong phần mẫu thử, được xác định bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này, chia cho khối lượng của phần mẫu thử.

CHÚ THÍCH 1 Độ axit của chất béo được biểu thị bằng milimol trên 100 g chất béo.

CHÚ THÍCH 2 Các phương pháp thay thế sau đây để biểu thị độ axit của chất béo đã từng được dùng nhưng được khuyến cáo không nên dùng tiếp:

a) số miligam kali hydroxit cần để trung hoà các axit tự do có trong 1 g chất béo (bằng chỉ số axit);

b) số gam axit oleic trên 100 g chất béo (bằng tỷ lệ phần trăm của các axit béo tự do)

3 Nguyên tắc

Riêng đối với bơ, trước tiên cần tách chất béo ra khỏi bơ tan chảy bằng cách ly tâm.

Trong tủ sấy, sản phẩm chất béo sữa đã tan chảy hoặc chất béo từ bơ được lọc qua giấy lọc.

[1)] Theo định nghĩa trong tiêu chuẩn A-2 của FAO/WHO, Phần A đối với sản phẩm chất béo sữa dạng khô và dầu bơ dạng khô và phần B đối với bơ từ sữa trâu.

Phần dịch lọc được hoà tan trong hỗn hợp propan-2-ol và xăng nhẹ, sau đó được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit, dùng xanh thymol làm chất chỉ thị.

4 Thuốc thử

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

4.1 Tetra-n-butyl amoni hydroxit, dung dịch chuẩn $c(C_{16}H_{37}NO)$ = 0,1 mol/l, trong hỗn hợp propan-2-ol/metanol, 3 + 1 (tính theo phần thể tích).

Nồng độ của dung dịch chuẩn tetra-*n*-butyl amoni hydroxit có thể bị thay đổi trong quá trình bảo quản và khi được chuyển vào buret. Do đó, nồng độ thực của dung dịch này cần được xác định chính xác tới 4 chữ số thập phân ngay trước khi dùng, bằng cách chuẩn độ đối chứng với dung dịch chuẩn kali hydro phtalat ($KHC_8H_4O_4$) dùng xanh thymol làm chỉ thị.

Tuy nhiên, nếu buret được lắp một bộ phận ngăn cách không cho cacbon dioxit lọt vào thì nồng độ của dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit sẽ ổn định lâu hơn. Trong trường hợp này, nồng độ thực của dung dịch phải được kiểm tra đối với mỗi loạt phép xác định bằng cách tiến hành thử kiểm tra (7.5) dùng chất béo đối chứng (4.4).

4.2 Dung dịch xanh thymol, $p(C_{27}H_{30}O_5S)$ = 0,1 g/l, trong propan-2-ol.

Hoà tan 0,1 g muối natri của xanh thymol vào 100 ml propan-2-ol để chuẩn bị dung dịch gốc. Trước khi dùng, pha loãng một thể tích dung dịch gốc này với chín thể tích propan-2-ol.

4.3 Dung môi dùng cho chất béo

4.3.1 Trộn một thể tích dung dịch xanh thymol (4.2) với bốn thể tích xăng nhẹ (dải nhiệt độ sôi từ 60 °C đến 80 °C). Bảo quản hỗn hợp này nơi tối. Hỗn hợp này có thể bảo quản được đến 1 tháng.

4.3.2 Nếu phép thử trắng (7.4) cho kết quả cao, thì trung hoà dung môi dùng cho chất béo bằng dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit (4.1) cho đến khi tạo thành mầu xanh lục nhạt.

4.4 Chất béo đối chứng (dùng để kiểm tra định kỳ toàn bộ qui trình chuẩn độ)

4.4.1 Chuẩn bị các mẫu chất béo đối chứng

Hoà tan một lượng axit palmitic ($C_{16}H_{32}O_2$) đã biết trong chất béo sữa đã rửa (xem 4.4.2). Nồng độ thích hợp của axit palmitic là 0,5 mmol đến 2,0 mmol trên 100 g chất béo.

Độ axit của chất béo tính theo milimol axit palmitic có mặt trong 100 g chất béo đối chứng.

CHÚ THÍCH Giá trị tính được này có thể dùng làm giá trị đối chứng.

4.4.2 Chất béo sữa đã được rửa

Rửa một lượng chất béo của sữa có chất lượng tốt [2] bằng dung dịch kali hydroxit [c(KOH) = 0,1 mol/l]. Sau đó rửa tiếp bằng nước, chạy ly tâm và lọc qua giấy lọc.

4.4.3 Bảo quản

Phân phối chất béo đối chứng vào các chai và đậy nắp kín. Nếu chất béo được dùng trong vòng 4 tuần thì có thể bảo quản chai ở nơi tối, nhiệt độ không quá 4 °C. Nếu cần giữ chất béo đối chứng lâu hơn thì làm đông lạnh ngay và bảo quản nơi tối.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

5.2 Máy ly tâm, có khả năng tạo gia tốc quay tối thiểu là 350 *g*, loại rôto quay thí dụ như máy ly tâm Gerber (xem ISO 2446) [2].

5.3 Ống ly tâm.

5.4 Phễu thuỷ tinh và giấy lọc (loại trung bình).

5.5 Pipet phân phối hoặc xyranh, dung tích từ 5 ml đến 10 ml.

5.6 Pipet phân phối hoặc xyranh, dung tích 50 ml ± 0,5 ml.

5.7 Bình chuẩn độ, thí dụ bình hình nón có dung tích khoảng từ 100 ml đến 250 ml.

5.8 Buret, được chia độ đến 0,02 ml.

5.9 Nitơ, không chứa cacbon dioxit.

5.10 Lò sấy, được làm nóng bằng điện, có khả năng duy trì nhiệt độ ở 50 °C ± 2 °C.

6 Lấy mẫu

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

---

[2] Về yêu cầu "chất lượng tốt" xem tiêu chuẩn A-2 phần A của FAO/WHO.

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

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

7.1.1 Bơ

Cài đặt nhiệt độ lò sấy (5.10) ở 50 °C.

Làm tan chảy một lượng thích hợp của mẫu thử trong ống ly tâm (5.3) trong lò sấy và tách chất béo bằng cách ly tâm ở gia tốc quay tối thiểu là 350 *g* trong máy ly tâm (5.2) trong 5 phút. Lọc phần chất béo bơ đã tách qua giấy lọc khô gấp nếp ở trong lò sấy. Chất béo bơ đã lọc phải trong và không chứa nước cũng không chứa các hợp chất không phải chất béo.

7.1.2 Sản phẩm chất béo sữa (chất béo sữa dạng khan, dầu bơ dạng khan hoặc chất béo bơ dạng khan, dầu bơ, chất béo bơ hoặc sữa trâu).

Cài đặt nhiệt độ lò sấy (5.10) ở 50 °C.

Làm tan chảy một lượng thích hợp sản phẩm chất béo sữa trong lò sấy và lọc qua giấy lọc khô gấp nếp trong lò sấy.

7.2 Phần mẫu thử

Cân từ 5 g đến 10 g mẫu thử (7.1) chính xác tới 0,01 g, dùng pipet hoặc xyranh (5.5) để chuyển chất béo vào bình chuẩn độ (5.7).

7.3 Xác định

7.3.1 Dùng pipet hoặc xyranh (5.6) lấy 50 ml dung môi chất béo (4.3) cho vào phần mẫu thử (7.2) và hoà tan chất béo.

7.3.2 Chuẩn độ chất béo đã hoà tan bằng dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit (4.1) dưới dòng khí nitơ (5.9) cho đến khi xuất hiện màu vàng đến màu xanh lục nhạt ổn định trong vòng ít nhất 5 giây.

Ghi lại thể tích dung dịch (4.1) đã dùng, chính xác tới 0,01 ml.

ĐIỀU QUAN TRỌNG – Để đáp ứng yêu cầu về độ chính xác, điều cơ bản là cần loại bỏ cacbon dioxit khỏi bình chuẩn độ trong quá trình chuẩn độ; có thể thực hiện điều này bằng cách tiến hành chuẩn độ trong môi trường khí nitơ.

Cách khác, có thể tiến hành chuẩn độ bằng thiết bị chuẩn độ tự động và đo màu để xác định tại thời điểm kết thúc chuẩn độ (xem [6] và [7])

7.4 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với việc xác định, áp dụng cùng một qui trình, cùng một loại thuốc thử, nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

Giá trị thu được trong phép thử trắng phải nhỏ hơn 5 % giá trị chuẩn độ mẫu thử thấp nhất. Nếu giá trị thu được trong thử trắng cao hơn thì cần trung hoà dung môi cho chất béo trước khi dùng (xem 4.3.2).

7.5 Thử kiểm tra

Tiến hành thử kiểm tra trước khi bắt đầu mỗi dãy xác định, sử dụng cùng một qui trình, dùng cùng một loại thuốc thử, nhưng thay mẫu thử bằng chất béo đối chứng (4.4). Việc thử kiểm tra phải được thực hiện ít nhất hai lần đối với một chất béo đối chứng.

Kiểm tra yêu cầu về độ lặp lại (9.2). Nếu đáp ứng được, thì kết quả cuối cùng sẽ là trung bình cộng của các kết quả thu được. Ngoài ra, chênh lệch kết quả cuối cùng so với giá trị tối đa 0,05 mmol trên 100 g chất béo, tính được trong 4.4.1, phải nhỏ hơn 5%.

Nếu kết quả không thoả mãn đầy đủ các yêu cầu trên, kiểm tra riêng rẽ từng loại thuốc thử, thiết bị và qui trình.

8 Biểu thị kết quả

Độ axit của chất béo của phần mẫu thử, w_a, tính bằng milimol trên 100 g chất béo theo công thức sau:

$$w_a = \frac{(V_1 - V_2)c}{m} \times 100$$

trong đó

V_1 là thể tích của dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit (4.1) đã dùng để chuẩn độ mẫu thử đã pha loãng (7.3.2), tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit (4.1) dùng để chuẩn độ trong phép thử trắng (7.4) tính bằng mililit;

c là nồng độ chính xác của dung dịch chuẩn tetra-n-butyl amoni hydroxit (4.1), tính bằng mol/lit;

m là khối lượng phần mẫu thử (7.2), tính bằng gam.

Tính độ axit của chất béo đến hai chữ số thập phân. Nếu độ lặp lại được kiểm tra và đáp ứng mọi yêu cầu (xem 9.2) thì lấy kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả này.

CHÚ THÍCH Sau đây là cách biểu thị kết quả về độ axit của chất béo (xem chú thích 2 của định nghĩa 2.1), các phương pháp thay thế khác để tính kết quả:

a) Độ axit của chất béo w_{ar}, tính bằng miligam kali hydroxit trên gam chất béo, dùng công thức sau:

$$w_{ar} = \frac{M_1 w_a}{100}$$

trong đó

w_a là độ axit của chất béo của phần mẫu thử, tính bằng milimol trên 100 g chất béo;

M_1 là phân tử lượng của kali hydroxit (M_1 = 56,1).

b) Hàm lượng axit béo tự do w_{fa}, tính bằng số gam axit oleic trên 100 g chất béo, dùng công thức sau

$$w_{fa} = \frac{M_2 w_a}{1000}$$

trong đó

w_a là độ axit của chất béo của phần mẫu thử, tính bằng milimol trên 100 g chất béo;

M_2 là phân tử lượng của axit oleic (M_2 = 282).

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ các kết quả do các liên phòng thử nghiệm thực hiện và được đánh giá là phù hợp với ISO 5725 [3] và được công bố trong [8].

Các yêu cầu về độ chụm đòi hỏi các mẫu có độ axit của chất béo nằm trong khoảng từ 0,20 mmol đến 2,00 mmol trên 100 g chất béo. Đối với các mẫu có độ axit của chất béo ở mức cao hơn thì yêu cầu này khó có thể đạt được.

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu thử, do cùng một người phân tích trong cùng một phòng thử nghiệm, dùng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,05 mmol trên 100 g.

Nếu chênh lệch giữa hai lần thử nghiệm vượt quá 0,05 mmol trên 100 g thì huỷ bỏ cả hai kết quả và tiến hành hai phép xác định độc lập mới.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do các kỹ thuật viên khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, thực hiện ở các phòng thử nghiệm khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,08 mmol trên 100 g.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ:

a) mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ 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) mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

e) kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu có kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 6400 (ISO 707) Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.

[2] TCVN 5504-91 (ISO 2446:1976) Sữa. Phương pháp xác định hàm lượng chất béo (Phương pháp chuẩn).

[3] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for standard tests methods by inter-laboratory tests (hiện nay đã hủy).

[4] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.

[5] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) 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.

[6] Driessen, F.M., Jellema, A., Van Luin, F.J.P., Stadhouders, G.J.M. Ước tính độ axit của chất béo trong sữa nguyên liệu. Chấp nhận phương pháp BDI, phù hợp cho phân tích thông thường. Neth. Milk Dairy, tập 31, 1977, trang 40-55.

[7] Cartier, P., Chilliard, Y. và Chazal, M.P. Dosage de l' activité lipasique et des acides gras libres du lait par titration automatique colorimetrique. Le Lait, tập 64, 1984, trang 340-355.

[8] Jellema, A., Oger, R. và Van Reusel, A. Các sản phẩm sữa béo. Xác định độ axit của chất béo. Công trình nghiên cứu cộng tác của nhóm các chuyên gia E39 của IDF/ISO/AOAC. Tạp chí Hiệp hội Sữa Quốc tế, No.235, 1988, trang 81-91.