# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.248 Lần ban hành: 02

Ngày ban hành: 15/09/2017

Trang: **1/4** 

# XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG BÉO TRONG SỮA VÀ CÁC SẢN PHẨM TỪ SỮA BẰNG PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

# (DETERMINATION OF TOTAL FAT IN MILK AND MILK PRODUCTS BY GRAVIMETRIC METHOD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
01	D.	Bổ sung nội dung "Bảo đảm kết quả thử nghiệm"	15/09/2017

A. GIỚI THIỆU

# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.248 Lần ban hành: 02

Ngày ban hành: 15/09/2017

Trang: **2/4** 

#### I. Pham vi áp dung

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng béo trong sữa, sữa bột nguyện chất, sữa bột tách một phần chất béo, sữa bột gầy, whey bột, buttermilk bôt và butter serum bôt.
- Phương pháp này không áp dụng cho sữa bột chứa các mảng cứng không tan trong dung dịch ammoniac hoặc sữa bột có chứa một lượng đáng kể acid béo tự do

#### II. Tài liệu tham khảo

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 7084:2010.

#### III. Nguyên tắc

- Phương pháp này cho phép xác định hàm lượng chất béo bằng cách dùng dung dịch etanol amoniac thủy phân mẫu, sau đó chiết bằng dung môi dietyl eter. Hàm lượng cặn còn lại sau khi dung môi được thổi khô chính là hàm lượng béo tổng.

#### VI. An toàn phòng thí nghiệm

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết (thao tác pha axít HCl 8M và sử dụng diethyl ete...)
- Phương pháp có sử dụng diethyl ete lá hoá chất dễ gây cháy nổ, cần tránh tiếp xúc với các nguồn gây cháy nổ như ngọn lửa, tia lửa điện...
- Các thao tác với hoá chất độc hai phải được thực hiện trong tủ hút.
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.
- Tuyệt đối không được hút thuốc và ăn uống trong khu vực thử nghiệm

#### B. PHÂN TÍCH

#### I. Thiết bị và dụng cụ

- Cân phân tích 0 200g với độ chính xác 0,1 mg
- Tử sấy  $0 200^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
- Bình hút ẩm
- Máy wortex, máy ly tâm, máy cô quay
- Bình cầu 250ml, phễu thủy tinh, ống ly tâm 50ml có nắp đây
- Bếp đun cách thủy.

#### II. Hoá chất và chất chuẩn

# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.248 Lần ban hành: 02

Ngày ban hành: 15/09/2017

Trang: **3/4** 

- NH3 25%
- Ethanol 95%
- Dietl eter và eter dầu
- Natri sulphate khan

## III. Kiểm soát QA/QC

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất:
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.

#### VI. Xử lý mẫu

#### 1. Chuẩn bị mẫu:

- Mẫu được đồng nhất theo "hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm – HD.KT.022"
- Mẫu được bảo quản từ  $2^{\circ}$ C  $6^{\circ}$ C từ khi lấy mẫu đến khi phân tích.

#### 2. Phân tích mẫu:

- Bình cầu được sấy ở  $102^{\circ}$ C khoảng 1 giờ, sau đó để trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân. Lặp lại quá trình trên đến khi đạt khối lượng không đổi  $m_0$  ( $\pm$  1 mg).
- Cân từ 1-2g mẫu tùy thuộc vào hàm lượng béo có trong mẫu vào ồng ly tâm 50ml, thêm vào 10ml nước đã được làm ấm tới 65°C ± 5°C, lắc đều bằng máy vortex khoảng 1 phút cho đến khi mẫu thử bị phân tán hoàn toàn. Thêm vào 2ml NH<sub>3</sub> 25%, đậy nắp, lắc đều bằng máy vortex trong 5 giây. Đặt trên bếp cách thủy đun ở 65°C trong 15 phút đến 20 phút. Lấy ra làm nguội tới nhiệt độ phòng.
- Cho vào ngay 10ml ethanol, lắc đều bằng máy vortex trong 5 giây. Chiết mẫu bằng 25ml dietyl eter, lắc trong 1 phút, sau đó tiếp tục thêm 25ml dầu nhẹ, lắc và ly tâm, chuyển phần dung môi vào bình cầu qua lớp Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> khan.
- Lập lại quá trình chiết thêm 3 lần nữa. Thu thập dịch chiết 3 lần vào bình cầu, cô quay
  để đuổi hết dung môi.
- Sấy bình cầu ở 102°C ít nhất 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng,
  cân. Lặp lại bước sấy, để nguội trong bình hút ẩm, cân đến khi thấy khối lượng không
  đổi (*m*<sub>2</sub>) (± 1 mg).

# C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.248 Lần ban hành: 02

Ngày ban hành: 15/09/2017

Trang: **4/4** 

Hàm lượng béo tổng trong mẫu được tính như sau:

Béo (%) = 
$$\frac{(m_2 - m_0) * 100}{m_1}$$

#### Trong đó:

- m<sub>0</sub>: khối lượng bình cầu sau khi sấy (g)
- m<sub>1</sub>: khối lượng mẫu (g)
  m<sub>2</sub>: khồi lượng cặn + khối lượng bình cầu sau khi sấy, g

# D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq$ 10 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá 5% các trường hợp lớn hơn phần chất béo của:

- a. 0.20% đối với các sữa bột nguyên chất và sữa bột có hám lượng chất béo cao;
- b. 0.15% đối với sữa bột tách một phần chất béo và buttermilk;
- c. 0.10% đối với sữa bột gầy và whey bột.

# E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
  - BM.15.04b
  - BM.15.06