**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** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **GIỚI THIỆU**
2. **Phạm vi áp dụng**

* 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 bột và butter serum bột.
* 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

1. **Tài liệu tham khảo**

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

1. **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.

1. **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 hại 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

1. **PHÂN TÍCH**
2. **Thiết bị và dụng cụ**

* Cân phân tích 0 – 200g với độ chính xác 0,1 mg
* Tủ sấy 0 – 200oC ± 3oC
* Bình hút ẩm
* Máy wortex, máy ly tâm, máy cô quay
* Bình cầu 250ml, phễu thủy tinh, ống ly tâm 50ml có nắp đậy
* Bếp đun cách thủy.

1. **Hoá chất và chất chuẩn**

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

1. **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 20C – 60C từ khi lấy mẫu đến khi phân tích.

**2. Phân tích mẫu:**

* Bình cầu được sấy ở 1020C 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 *m0* (± 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 650C ± 50C, lắc đều bằng máy vortex khoảng 1 phút cho đến khi mẫu thử bị phân tán hoàn toàn. Thêm vào 2ml NH3 25%, đậy nắp, lắc đều bằng máy vortex trong 5 giây. Đặt trên bếp cách thủy đun ở 650C 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 Na2SO4 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 102oC 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 (*m2*) (± 1 mg).

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ**

Hàm lượng béo tổng trong mẫu được tính như sau:

Béo (%) **= **

**Trong đó:**

* m0: khối lượng bình cầu sau khi sấy (g)
* m1: khối lượng mẫu (g)

m2: khồi lượng cặn + khối lượng bình cầu sau khi sấy, g

1. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

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

1. 0.20% đối với các sữa bột nguyên chất và sữa bột có hám lượng chất béo cao;
2. 0.15% đối với sữa bột tách một phấn chất béo và buttermilk;
3. 0.10% đối với sữa bột gầy và whey bột.
4. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

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