TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7083:2010
ISO 11870:2009

Xuất bản lần 2

SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO – HƯỚNG DẪN CHUNG VỀ PHƯƠNG PHÁP DÙNG DỤNG CỤ ĐO CHẤT BÉO

Milk and milk products – Determination of fat content – General guidance on the use of butyrometric methods

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 7083:2010 thay thế TCVN 7083:2002;

TCVN 7083:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 11870:2009/IDF152:2009;

TCVN 7083:2010 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Hướng dẫn chung về phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo

Milk and milk products – Determination of fat content – General guidance on the use of butyrometric methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra các hướng dẫn về:

a) các phương pháp đã chuẩn hoá hiện hành (phương pháp chuẩn và phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo) để xác định chất béo trong các sản phẩm sữa khác nhau;

b) các nguyên tắc này ưu tiên cho phép phân tích chất béo có sử dụng axit (acid-butyrometric) và các yêu cầu thao tác cơ bản;

c) quy trình xác nhận giá trị sử dụng của phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo so với phương pháp chuẩn có liên quan.

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 5504 (ISO 2446), *Sữa – Xác định hàm lượng chất béo.*

TCVN 8172 (ISO 3433), *Phomat – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp Van Gulik.*

3 Nguyên tắc

Nguyên tắc của phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo bất kỳ đều không thay đổi, không phụ thuộc vào sản phẩm cần phân tích. Protein được phân huỷ bằng axit sulfuric. Chất béo trong sản phẩm được tách ra bằng cách ly tâm trong dụng cụ đo chất béo. Để tách chất béo được tốt hơn, nên cho thêm một lượng nhỏ cồn iso-amyl. Lấy số đọc trực tiếp trên thang đo của dụng cụ đo chất béo có hoặc không hiệu chỉnh.

4 Các phương pháp xác định hàm lượng chất béo

Các phương pháp xác định hàm lượng chất béo được dựa trên phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo sử dụng axit (axit butyrometric) và phương pháp khối lượng chuẩn.

Phương pháp Gerber được qui định trong TCVN 5504 (ISO 2446) và phương pháp Van Gulik được qui định trong TCVN 8172 (ISO 3433). Các phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo và phương pháp chuẩn hiện hành áp dụng hầu hết cho các sản phẩm sữa được liệt kê trong Bảng A.1.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước đã loại khoáng hoặc nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit sulfuric, tinh khiết, không màu hoặc màu hổ phách nhạt và không có tạp chất.

5.2 Cồn iso-amyl. Cồn iso-amyl ít nhất là 99 % phần thể tích bao gồm các alcohol bậc một 3-metylbutan-1-ol và 2-metylbutan-1-ol chỉ cho phép có tạp chất của 2-metylpropan-1-ol và butan-1-ol. Không được chứa các pentanol bậc 2, 2-metylbutan-2-ol, fural-2-al (furfural, furan-2-carboxaldehyt, 2-furaldehyt), gasolin (dầu mỏ) và các dẫn xuất của benzen. Không được chứa nước.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Dụng cụ đo chất béo và **nắp đậy**, phù hợp với phương pháp được dùng.

6.2 Bộ phân phối, dùng cho axit và cồn, để phân phối các thể tích yêu cầu chính xác và có độ lặp lại tốt.

6.3 Máy ly tâm, có thể quay dụng cụ đo chất béo, máy có hộp chỉ thị tốc độ để cho biết số vòng quay với mức dung sai tối đa là ± 70 r/min, dùng kiểu máy ly tâm kiểu đứng tốt hơn so với kiểu ngang.

Máy ly tâm cần duy trì được nhiệt độ của chất béo trong dụng cụ đo chất béo sau ly tâm trong khoảng từ 30 ^{o}C đến 50 ^{o}C.

Cho phép sử dụng máy ly tâm có gia nhiệt với điều kiện là các kết quả thu được phải thống nhất với kết quả từ phương pháp chuẩn.

Khi được nạp đầy, máy ly tâm có khả năng tạo được gia tốc ly tâm tương đối là 350 *g* ± 50 *g* tại miệng của dụng cụ đo chất béo, trong 2 min. Gia tốc này được tạo ra do ly tâm với bán kính hữu dụng (khoảng cách nằm ngang giữa tâm trục ly tâm và miệng của dụng cụ đo chất béo) được vận hành với tốc độ nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Gia tốc ly tâm

Bán kính hữu dụng mm	**Số vòng quay trên phút** ± 70 r/min
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

Gia tốc ly tâm tương đối được tạo ra trong máy ly tâm, α, tính bằng công thức sau đây:

$$\alpha = 1{,}12rn^2 \times 10^{-6}$$

Trong đó:

r là bán kính hữu dụng, tính bằng milimet (mm);

n là tốc độ quay, tính bằng số vòng trên phút (r/min).

6.4 Pipet hoặc **cân phân tích,** đủ chính xác để có thể phân phối đúng lượng cần thiết khi chuẩn bị mẫu thử.

6.5 Nồi cách thuỷ, khống chế được nhiệt độ, có thể duy trì ổn định toàn bộ thiết bị ở cùng một nhiệt độ mong muốn và có độ sâu đủ để đặt dụng cụ đo chất béo theo phương thẳng đứng với thang đo được ngập hoàn toàn.

7 Lấy mẫu

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

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

8 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với từng sản phẩm cần phân tích, xem phương pháp chuẩn có liên quan.

9 Cách tiến hành

Lấy nhanh và chính xác phần mẫu thử từ mẫu đồng nhất. Chuẩn bị phần mẫu thử bằng cách lắc để hoà tan protein, ghi lại kiểu lắc (theo hướng thẳng đứng hay nằm ngang, tần số và biên độ, v..v).

Li tâm trong thời gian qui định với lực li tâm qui định. Lấy nhanh dụng cụ đo chất béo ra khỏi nồi cách thuỷ và ghi ngay số đọc. Nếu chất béo nguội, thì thể tích giảm đi và kết quả thu được sẽ bị sai lệch.

Nếu thực hiện bằng tay, thì giữ dụng cụ đo chất béo theo phương thẳng đứng với điểm đọc ngang tầm mắt. Trong quá trình này, giữ nguyên nắp.

Nếu chất béo bị đục hoặc bị tối màu, hoặc nếu có chất màu trắng hoặc màu đen ở đáy cột chất béo, thì hàm lượng chất béo thu được không đáng tin cậy.

Nếu việc tách pha không rõ, thì việc li tâm hai lần có thể cho kết quả quá cao. Trong trường hợp này, lặp lại phép phân tích.

10 Bảo dưỡng dụng cụ đo chất béo

Sau khi đã lấy xong số đọc, lật úp các dụng cụ đo chất béo, các nút hướng lên phía trên, để trên giá. Trong khoảng 30 min, chất béo từ bầu và từ ống chia độ sẽ dâng đến dưới nút. Vì dụng cụ đo chất béo vẫn còn nóng nên cẩn thận khi tháo nút, để miệng của dụng cụ này sát với đáy của bồn rửa.

Rửa các dụng cụ đo chất béo rỗng khi chúng vẫn còn nóng bằng cách lắc mạnh với chất tẩy rửa thích hợp mà không dùng bàn chải. Nhúng dụng cụ đo chất béo vào nước chứa chất tẩy rửa và súc tráng mạnh vài lần, đặc biệt chú ý đến bầu nhỏ.

Sau đó các dụng cụ đo chất béo phải được tráng ba lần bằng nước nóng (nghĩa là ba lần với ba lượng riêng biệt lắc mạnh và mỗi lần dốc sạch nước).

Cuối cùng, lắc mạnh các dụng cụ đo chất béo và để ráo nước với đầu mở hướng xuống dưới. Các dụng cụ đo chất béo này có thể được sử dụng lại ngay khi vẫn còn ướt. Tuy nhiên, trước khi sử dụng cần phải lắc lại lần nữa để loại bỏ hết nước còn đọng phía trong.

11 Nguyên tắc xác nhận giá trị sử dụng của phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo bằng cách so sánh với phương pháp chuẩn tương ứng

Trong mọi trường hợp sử dụng phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo và với mọi sản phẩm được phân tích thì phương pháp này chỉ là phương pháp thực nghiệm. Kết quả thu được phải được so sánh với kết quả thu được của phương pháp chuẩn. Do đó, tất cả các phòng thử nghiệm nên đánh giá các phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo đó bằng cách so sánh với phương pháp chuẩn tương ứng.

Điều chỉnh các kết quả thu được bằng phương pháp dùng dụng cụ đo chất béo có sử dụng axit theo kết quả của phương pháp chuẩn bằng cách thay đổi giá trị của các tham số và đặc biệt theo:

a) nồng độ của axit;

b) nhiệt độ của nồi cách thuỷ;

c) các đặc tính vật lý của dụng cụ đo chất béo, như thể tích của bầu lớn, chiều dài và/hoặc bề rộng của ống chia độ, hình dạng của ống chia độ và thang chia độ.

Tiêu chí để điều chỉnh tối ưu là chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được bằng phương pháp thông dụng (đã sửa đổi) và kết quả của phương pháp chuẩn, cần được giảm đến mức tối thiểu.

Khi một tập hợp các điều kiện về phương pháp thông dụng được tìm thấy mà cho các kết quả tương đương, thì sự tương đương này cần được khẳng định bằng các phép xác định lặp lại so sánh với hai phương pháp thử trên vài mẫu. Các kết quả của mỗi một dãy mẫu có thể so sánh được bằng phép thử cổ điển.

CHÚ Ý – Phép thử này giả định rằng sự dao động của hai phương pháp là tương đương. Điều này nên được kiểm tra lại khi có nghi ngờ.

Vì các điều kiện tối ưu được tìm thấy có thể chỉ có giá trị đối với một dải nồng độ giới hạn của chất phân tích, nên phải thử nghiệm toàn bộ dải nồng độ bằng phương pháp thông dụng. Việc phân tích lặp lại có thể được thực hiện bằng cả hai phương pháp (phương pháp thông dụng và phương pháp chuẩn) với các mẫu đo trên toàn bộ dải hàm lượng chất béo. Sự tương đương của cả hai phương pháp cần được thiết lập bằng cách so sánh các kết quả đối với từng mẫu sử dụng phép thử *t*-test. Kết quả thử trên toàn bộ dải có thể được dùng để thiết lập bảng hiệu chỉnh, nếu cần (xem thêm ISO 8196) (tất cả các phần) [3].

Nên chú ý rằng, trong các phòng thử nghiệm thường kiểm tra cùng loại sản phẩm được sản xuất cùng một quy trình, thì việc chỉnh các kết quả thu được bằng phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo theo các kết quả thu được bằng phương pháp chuẩn phải càng chính xác càng tốt. Chênh lệch tuyệt đối phải xấp xỉ zero.

Nếu một phòng thử nghiệm xác định hàm lượng chất béo của các sản phẩm cùng loại nhưng khác nguồn gốc, thì sẽ gặp khó khăn trong việc chỉnh các kết quả của phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo để thu được giá trị giống hệt nhau cho từng trường hợp với giá trị thu được bằng phương pháp chuẩn.

Thậm chí đối với các phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo đã được chuẩn hoá, cũng nên kiểm tra thường xuyên vì các phương pháp này cũng có hạn chế ngoài tất cả các nguyên nhân thay đổi đã được liệt kê (xem Phụ lục A).

Phụ lục A

(Qui định)

Những hạn chế của các phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo

A.1 Phương pháp Gerber

Xem TCVN 5504 (ISO 2446).

Phương pháp này có thể áp dụng cho sữa nguyên liệu hoặc sữa thanh trùng, sữa nguyên chất hoặc sữa tách một phần chất béo, sữa dạng lỏng và có các sửa đổi để áp dụng cho:

a) sữa chứa chất bảo quản;

b) sữa đã được đồng hoá;

c) sữa gầy.

Tuy nhiên, phải chú ý rằng:

– thể tích của phần mẫu thử được sử dụng vẫn còn chưa được đồng thuận quốc tế, do đó chưa được hài hòa [với mọi thể tích của mẫu đã sử dụng, kết quả của phép phân tích phải phải phù hợp với phương pháp chuẩn; xem 6.1.2 của TCVN 5504 (ISO 2446)];

– các quy trình đã sửa đổi để áp dụng cho sữa đã đồng hoá và sữa gầy cho thấy không thoả mãn, do đó, ở một số quốc gia họ xây dựng qui trình riêng;

– sự có mặt của các chất được bổ sung, ví dụ: đường, chất tạo hương, socola v.v . . sẽ ảnh hưởng đến kết quả.

A.2 Phương pháp Van Gulik

Xem TCVN 8172 (ISO 3433).

Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại phomat. Tuy nhiên, phương pháp này không hoàn toàn thích hợp đối với các loại sau:

a) phomat có đường vân xanh: Sự có mặt của một lượng lớn hoặc nhỏ chất lắng tại cột chất béo làm trở ngại phép phân tích.

b) phomat làm chín lâu: sự phân giải lipit làm thay đổi thành phần của triglyxerol, dẫn đến làm sai kết quả hàm lượng chất béo thu được.

c) phomat được chế biến từ các sữa đã đồng hoá: các kết quả thu được thường quá thấp.

d) phomat có hàm lượng chất béo thấp hoặc cao: các kết quả thu được thường không phù hợp với các kết quả thu được của phương pháp chuẩn Schmid-Bondzýnki-Ratlaff.

e) phomat chứa các chất bổ sung: chúng có thể gây cản trở và có thể bị kết dính ở đáy cột, cho các kết quả quá thấp hoặc quá cao khi so sánh với kết quả phương pháp chuẩn Weibull-Berntrop.

f) phomat chế biến từ sữa không phải là sữa bò: thành phần milkfat khác nhau và vì thế các kết quả thu được khi tiến hành xác định bằng dụng cụ đo chất béo khác nhau là không đúng.

A.3 Kết luận

Với mọi phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo đã mô tả, vì chúng là các phương pháp thực nghiệm nên các kết quả thu được cần tương đương, hoặc ít nhất là mức tương tự như kết quả thu được bằng các phương pháp chuẩn.

Xem Bảng A.1.

Bảng A.1 –Tóm tắt về phương pháp chuẩn và các phương pháp đo chất béo

Sản phẩm	Phương pháp sử dụng dụng cụ đo chất béo có sử dụng axit	Phương pháp chuẩn
Sữa dạng lỏng	ISO 488/IDF 105 [1] [a] TCVN 5504 (ISO 2446) [b]	TCVN 6508 (ISO 1211)
Sữa bột	–	TCVN 8084 (SO 1736)
Phomat	TCVN 8172 (ISO 3432)[a] TCVN 8173 (ISO 3433)[b]	TCVN 8181 (ISO 1735)
Cream	–	ISO 2450/IDF 16 [8] ISO 7328/IDF 116 [12] TCVN 6688-2 (ISO 8262-2) [15]
Sữa bột và sữa đặc có đường	–	TCVN 8109 (SO 1737) [13]
Sữa gầy, whey, buttermilk	–	TCVN 6833 (ISO 7028) [11]
Whey phomat	–	ISO 1854/IDF 59 [7]
Thực phẩm từ sữa dành cho trẻ sơ sinh	–	TCVN 6687 (ISO 8381) [17]
Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh	–	TCVN 6688-1 (ISO 8262-1) [14]
Sản phẩm sữa (các trường hợp đặc biệt)	–	TCVN 6688-3 (ISO 8262-3)[16]
Casein và caseinat	–	ISO 5543/IDF 127 [10]
Sản phẩm khác	theo tiêu chuẩn này	–
a Qui định dụng cụ đo chất béo b Phương pháp phân tích.		

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] ISO 488, *Milk – Determination of fat content – Gerber butyrometers.*

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

[3] TCVN 6508 (ISO 1211), *Sữa – Xác định hàm lượng chất béo. Phương pháp khối lượng (phương pháp chuẩn).*

[4] TCVN 8181 (ISO 1735), *Phomat và sản phẩm phomat chế biến – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn).*

[5] TCVN 7084 (ISO 1736), *Sữa bột và sản phẩm sữa bột – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp trọng lượng (phương pháp chuẩn).*

[6] TCVN 8109 (ISO 1737), *Sữa cô đặc và sữa đặc có đường – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn).*

[7] ISO 1854/IDF 59, *Whey cheese – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).*

[8] ISO 2450/IDF 16, *Cream – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).*

[9] TCVN 8172 (ISO 3432), *Phomat – Xác định hàm lượng chất béo – Dụng cụ đo chất béo sữa (butyrometer) dùng cho phương pháp Van Gulik*

[10] ISO 5543, *Casein and caseinates – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).*

[11] TCVN 6833 (ISO 7208), *Sữa gầy, whey và buttermilk. Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (phương pháp chuẩn).*

[12] ISO 7328, *Milk-based edible ices and ice mixes – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).*

[13] ISO 8196/IDF 128 (all parts), *Milk – Definition and evaluation of the overall accuracy of indirect methods of milk analysis – Application to calibration procedure and quality control in dairy laboratory.*

[14] TCVN 6668-1(ISO 8262-1), *Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-berntrop (phương pháp chuẩn). Phần 1: Thực phẩm dành cho trẻ nhỏ.*

[15] TCVN 6668-2 (ISO 8262-2), *Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-berntrop (phương pháp chuẩn). Phần 2: Kem lạnh và kem lạnh hỗn hợp.*

[16] TCVN 6668-3 (ISO 8262-3), *Sản phẩm sữa và thực phẩm từ sữa – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng Weibull-berntrop (phương pháp chuẩn) – Phần 3: Các trường hợp đặc biệt.*

[17] TCVN 6687 (ISO 8381), *Thực phẩm từ sữa dành cho trẻ em nhỏ – Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng của Rose-Gottlieb (phương pháp chuẩn)*