

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8173 : 2009**

**ISO 3433 : 2008**

Xuất bản lần 1

**PHOMAT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO –  
PHƯƠNG PHÁP VAN GULIK**

*Cheese – Determination of fat content – Van Gulik method*

**HÀ NỘI – 2009**

**Lời nói đầu**

TCVN 8173 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 3433 : 2008;

TCVN 8173 : 2009 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.

## Phomat – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp Van Gulik

*Cheese – Determination of fat content – Van Gulik method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất béo trong phomat, tính bằng phần trăm khối lượng.

Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại phomat. Tuy nhiên, có thể không cho các kết quả thỏa mãn hoàn toàn khi áp dụng cho phomat có nấm mốc ở bên trong phomat (ví dụ: phomat có vân xanh).

CHÚ THÍCH Các loại phomat có vân xanh, xem Chú thích trong 8.3.11.

### 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 (Phương pháp thông thường)*.

TCVN 8173 : 2009 (ISO 3432 : 2008), *Phomat – Xác định hàm lượng chất béo – Dụng cụ đo chất béo sữa (butyrometer) dùng cho phương pháp Van Gulik*.

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Phương pháp Van Gulik** (Van Gulik method)

Qui trình thực nghiệm khi được áp dụng cho phomat có các giá trị về hàm lượng chất béo, tính bằng gam trên 100 g phomat, tương đương với kết quả thu được khi sử dụng phương pháp chuẩn như trong TCVN 8181 : 2009 (ISO 1735 : 2004).

### 3.2

#### Hàm lượng chất béo của phomat (fat content of cheese)

Phần khối lượng của các chất xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này

CHÚ THÍCH Hàm lượng chất béo được tính bằng gam trên 100 g, tương đương với phần trăm khối lượng.

## 4 Nguyên tắc

Protein được hòa tan trong axit sulfuric, sau đó chất béo của phomat được tách ra trong dụng cụ đo chất béo sữa (butyrometer) Van Gulik bằng ly tâm, thêm một lượng nhỏ alcohol amyl để phân tách được tốt hơn.

Hàm lượng chất béo tách ra được đọc trực tiếp trên thang đo butyrometer.

## 5 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 chất lượng tương đương.

### 5.1 Axit sulfuric

Axit sulfuric phải có khối lượng riêng  $1,522 \text{ g/ml} \pm 0,005 \text{ g/ml}$  ở  $20^\circ\text{C}$ , tương ứng với  $\text{H}_2\text{SO}_4$  nồng độ khối lượng 61,72 % đến 62,63 %. Axit phải không màu hoặc không sẫm hơn màu hổ phách và không được chứa tạp chất có thể ảnh hưởng đến kết quả.

### 5.2 Alcohol amyl

#### 5.2.1 Thành phần

Alcohol amyl<sup>1</sup> ít nhất 98 % thể tích, bao gồm các alcohol bậc một pentan-1-ol và 2-metylbutan-1-ol, chỉ cho phép lẫn 2-metylpropan-1-ol và butan-1-ol. Alcohol amyl không được chứa các pentanol, 2-metylbutan-2-ol, furan-2-al (furfural, furan-2-carboxaldehyde, 2-furaldehyde), gasolin (petrol) bậc 2 và các dẫn xuất từ bezen. Chỉ cho phép nước có mặt ở dạng vết.

#### 5.2.2 Trạng thái vật lý

Alcohol amyl phải trong và không màu.

#### 5.2.3 Khối lượng riêng

Alcohol amyl phải có khối lượng riêng  $0,808 \text{ g/ml}$  đến  $0,818 \text{ g/ml}$  ở  $20^\circ\text{C}$ .

<sup>1</sup> Ngoài phạm vi của tiêu chuẩn này, thuật ngữ này không được IUPAC chấp thuận, có thể dùng 8 dạng đồng phân của  $\text{C}_5\text{H}_{11}$

#### 5.2.4 Furan-2-ol và các tạp chất hữu cơ khác

Khi bổ sung 5 ml alcohol amyl vào 5 ml axit sulfuric (5.1) thì dung dịch phải có màu vàng tươi hoặc nâu nhạt.

#### 5.2.5 Dải chưng cất

Khi alcohol amyl được chưng cất ở áp suất 101,3 kPa<sup>2</sup>, thì alcohol amyl không nhỏ hơn 98 % thể tích phải được chưng cất ở nhiệt độ nhỏ hơn 132 °C và không lớn hơn 5 % thể tích thì phải được chưng cất ở nhiệt độ nhỏ hơn 128 °C. Sau khi chưng cất không được có cặn.

Nếu áp suất không khí trong suốt quá trình chưng cất thấp hơn hoặc cao hơn 101,3 kPa, thì nhiệt độ qui định cần được giảm hoặc tăng tương ứng 3,3 °C/kPa.

#### 5.2.6 Phép thử tính phù hợp

Alcohol amyl có thể đáp ứng các yêu cầu trong 5.2.1 đến 5.2.5 chưa hẳn có thể thích hợp cho phương pháp Van Gulik. Do đó, kiểm tra tính phù hợp của alcohol amyl trước khi sử dụng bằng cách thực hiện phép thử so sánh với alcohol amyl chuẩn.

##### 5.2.6.1 Alcohol amyl chuẩn

Chưng cất alcohol amyl đáp ứng các yêu cầu trong 5.2.1 đến 5.2.5, sử dụng cột phân đoạn thích hợp và thu lấy các phân đoạn nằm trong dải sôi 2 °C từ 128,9 °C đến 131,5 °C (xem chú thích 5.2.5). Áp dụng các phép thử sau đây:

- a) Khi được phân tích bằng sắc ký khí-lỏng, trong alcohol ít nhất 99 % thể tích phải gồm 3-metylbutan-1-ol và 2-metylbutan-1-ol. Chỉ cho phép có mặt các vết không phải của 2-metylpropan-1-ol và butan-1-ol.
- b) Khi chưng cất phân đoạn, 10 % thể tích thứ nhất và 10 % thể tích cuối cùng được thu lại, khi so sánh sử dụng qui trình trong 5.2.6.2 thì các kết quả về hàm lượng chất béo sữa không được chênh lệch quá 0,015 % khối lượng chất béo.

Nếu việc chưng cất phân đoạn đáp ứng được cả hai phép thử này thì có thể được coi là alcohol amyl chuẩn. Alcohol amyl chuẩn có thể được sử dụng trong vài năm khi được bảo quản nơi tối và mát.

##### 5.2.6.2 Qui trình so sánh

Xác định hai lần giống nhau về hàm lượng chất béo của bốn mẫu sữa nguyên chất có hàm lượng chất béo trung bình bằng phương pháp Gerber trong TCVN 5540 (ISO 2446), sử dụng butyrometer có sai

<sup>2</sup> 1 kPa = 10 mbar

## TCVN 8173 : 2009

số về thang chia xác định và axit sulfuric có chất lượng phù hợp. Sử dụng 1 ml alcohol amyl cân thử và 1 ml alcohol amyl chuẩn (5.2.6.1) cho một trong mỗi cặp phép thử kép.

Đặt butyrometer ngẫu nhiên trên giá lắc. Lấy các số đọc chính xác đến 0,02 % khối lượng chất béo (do ít nhất hai người đọc) và chỉnh sai số của thang đo butyrometer.

Hàm lượng chất béo trung bình của bốn mẫu sữa thu được với alcohol amyl cân thử nghiệm không được khác quá 0,015 % khối lượng chất béo so với giá trị trung bình thu được khi sử dụng alcohol amyl chuẩn.

Khi cần, có thể sử dụng alcohol amyl nhân tạo hoặc chất thay thế alcohol amyl được nhuộm màu, với điều kiện đáp ứng được các yêu cầu thử nghiệm theo qui trình qui định trong điều này.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

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

- 6.1 Butyrometer dùng cho phương pháp Van Gulik, phù hợp với TCVN 8172 : 2009 (ISO 3432 : 2008).
- 6.2 Dụng cụ cân [xem Điều 6 của TCVN 8173 : 2009 (ISO 3432 : 2008)], có thể gắn được với nắp đáy lớn của butyrometer. Cách khác, có thể sử dụng đĩa, ống hoặc tấm bằng chất dẻo.
- 6.3 Pipet hoặc dụng cụ đong tự động, để phân phối axit sulfuric (5.1).
- 6.4 Pipet hoặc dụng cụ đong tự động, để phân phối 1 ml  $\pm$  0,05 ml alcohol amyl (5.2).
- 6.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.
- 6.6 Máy ly tâm, trong đó butyrometer có thể quay, có gắn với bộ phận chỉ thị tần số quay, được chia độ theo số vòng quay trên phút, có dung sai tối đa  $\pm$  50 r/min và loại nạp thẳng tốt hơn loại nạp ngang.

Khi đã nạp đầy, trong vòng 2 min máy ly tâm phải đạt được gia tốc quay ly tâm  $350 g \pm 50 g$  ở miệng của nắp butyrometer. Gia tốc này tạo ra bởi các máy ly tâm có bán kính hữu dụng (khoảng cách nằm ngang giữa tâm của trục máy ly tâm với miệng của nắp butyrometer) vận hành ở tần số quay trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Bán kính hữu dụng của máy ly tâm và tần số quay để tạo gia tốc ly tâm  $350 g \pm 50 g$**

Bán kính hữu dụng mm	Tần số quay $\pm 70$ r/min
240	1140
245	1130
250	1120
255	1110
260	1100
265	1090
270	1080
275	1070
300	1020
325	980

CHÚ THÍCH Gia tốc ly tâm tương đối được tạo ra trong máy ly tâm được tính theo công thức (1):

$$1,12 r n^2 \times 10^{-6} \quad (1)$$

Trong đó

$r$  là bán kính nằm ngang hữu dụng, tính bằng milimét (mm);

$n$  là tần số quay, tính bằng số vòng quay trên phút.

**6.7 Nồi cách thủy dùng cho butyrometer**, có thể duy trì nhiệt độ ở  $65 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , có thể giữ được butyrometer (6.1) theo tư thế thẳng đứng với các thang đo ngập hẳn trong nước.

**6.8 Nhiệt kế**, thích hợp để đặt vào nồi cách thủy.

**6.9 Máy xay**, hoặc loại khác để xay phomat.

## 7 Lấy mẫu

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.

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

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi phân tích, loại bỏ cùi, các vết bẩn hoặc lớp bề mặt mốc của phomat sao cho thu được mẫu đại diện của phomat. Nghiền hoặc xay mẫu thử bằng dụng cụ nghiền thích hợp (6.9). Trộn nhanh mẫu và tốt nhất là nghiền nhanh lại lần nữa.

Nếu mẫu không thể nghiền (ví dụ: phomat mềm) thì trộn kỹ mẫu thử bằng khuấy và nhào trộn mạnh.

Chuyển ngay tất cả mẫu thử, hoặc phần đại diện của mẫu thử đã chuẩn bị sang hộp đựng có nắp đậy kín khí.

Phân tích ngay mẫu thử, càng sớm càng tốt sau khi nghiền. Tuy nhiên, nếu chưa thể thực hiện được ngay, thì phải chú ý để bảo quản mẫu đúng cách và tránh ẩm ngưng tụ trên thành trong của vật chứa. Khi phomat nghiền hoặc đã trộn cho thấy có mốc không mong muốn hoặc khi có dấu hiệu hư hỏng thì không tiến hành kiểm tra.

Làm sạch dụng cụ sau mỗi lần nghiền mẫu.

### 8.2 Phân mẫu thử

Cân 3,000 g mẫu thử (8.1) chính xác đến 0,005 g, vào dụng cụ cân (6.2) được gắn với nắp đậy thích hợp, hoặc vào trong ống hoặc trên tấm chất dẻo.

### 8.3 Phương pháp xác định

8.3.1 Nếu sử dụng dụng cụ cân có nắp, thì đậy nắp này vào cổ butyrometer (6.1), cả dụng cụ cân và phần mẫu thử, thêm axit sulfuric (5.1) vào miệng nhỏ cho đến khi mức axit chạm đến chiều cao hai phần ba của thân butyrometer và dụng cụ cân đã được axit sulfuric bao quanh.

Nếu dùng dụng cụ cân không nắp rộng, thì đậy miệng nhỏ nắp của butyrometer bằng nắp nhỏ và để cho axit sulfuric chảy vào butyrometer qua cổ bình cho đến khi mức axit chạm đến nửa chiều cao của thân butyrometer.

Chuyển phomat sang butyrometer. Nếu sử dụng tấm chất dẻo, thì chuyển phomat sang tấm này. Đậy cổ bình bằng nắp rộng, lật ngược butyrometer và tháo nắp nhỏ ra.

8.3.2 Đặt butyrometer sao cho cổ (miệng rộng) hướng xuống dưới nổi cách thủy (6.7) được duy trì ở 65 °C trong 5 min.

8.3.3 Lấy butyrometer ra khỏi nổi cách thủy và lắc kỹ trong 10 s.



**8.3.4** Lắp lại các thao tác trong 8.3.2 và 8.3.3 cho đến khi protein đã hòa tan hết, thường là 1 h. Lắp lại qui trình này trong 15 min sau khi protein đã hòa tan.

**CHÚ THÍCH** Có thể dùng các máy lắc cơ học với điều kiện là cho các kết quả giống như phương pháp thủ công ở trên

**8.3.5** Lấy butyrometer ra khỏi nồi cách thủy và sau khi lắc kỹ thì thêm 1 ml alcohol amyl (5.2) vào miệng nhỏ. Lắc ngay butyrometer ít nhất 3 s.

**8.3.6** Thêm axit sulfuric vào miệng nhỏ cho đến khi mức này chạm tới vạch chia 35 %. Đậy ngay cổ bình bằng nắp nhỏ, lật ngược butyrometer.

**8.3.7** Ngay sau khi chất béo đã dâng đến thân, lắc kỹ butyrometer trong 10 s. Lật ngược sao cho axit rút hết khỏi thân. Lắp lại việc lắc và lật butyrometer hai lần.

**8.3.8** Đặt butyrometer sao cho cổ hướng xuống dưới nồi cách thủy (6.7) trong 5 min, mức nước cần cao hơn đỉnh cột chất béo trong butyrometer.

**8.3.9** Lấy butyrometer ra khỏi nồi cách thủy, chỉnh nắp rộng để đưa cột chất béo trên thang đo và ly tâm butyrometer ở gia tốc ly tâm  $350 g \pm 50 g$  trong 10 min.

**8.3.10** Đặt butyrometer sao cho cổ hướng xuống dưới nồi cách thủy trong 5 min. Duy trì mức nước cao hơn đỉnh cột chất béo trong butyrometer.

**8.3.11** Lấy butyrometer ra khỏi nồi cách thủy và cẩn thận chỉnh nắp rộng để đưa đáy của cột chất béo với sự dịch chuyển nhỏ nhất của cột, đến vạch chia, tốt nhất là duy trì đúng vạch chia. Điều này có thể thực hiện tốt nhất bằng cách rút nắp đậy và không chuyển sang cổ. Chú ý để số đọc trên thang trùng với đáy cột chất béo và chú ý rằng cột chất béo không được chuyển động, ghi lại càng nhanh càng tốt số đọc trùng với điểm thấp nhất của mặt lõm chất béo tại đỉnh cột chất béo, lấy chính xác số đọc đến thang chia nhỏ nhất (0,25 %).

Trong khi lấy các số đọc, giữ butyrometer theo phương thẳng đứng và mắt phải để ngang tầm điểm đọc.

**CHÚ THÍCH** Nếu chất béo bị đục hoặc sẫm màu hoặc nếu có chất màu trắng hoặc đen trên đáy cột chất béo thì hàm lượng chất béo thu được sẽ không chính xác.

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Phương pháp tính

Tính hàm lượng chất béo trong phomat bằng gam trên 100 g phomat, theo công thức :

$$B - A$$

Trong đó

A là số đọc thu được trên đáy của cột chất béo;

B là số đọc thu được trên đỉnh của cột chất béo.

## **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, trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không vượt quá giá trị tương ứng với một thang chia nhỏ nhất (0,5 %).

## **9.3 Hiệu chỉnh kết quả**

Nếu các kết quả thu được bằng phương pháp này cần được hiệu chỉnh theo các giá trị thu được bằng phương pháp chuẩn [xem TCVN 8181 : 2009 (ISO 1735 : 2004)] thì phải nêu trong báo cáo thử nghiệm.

## **10 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về 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) tất cả các chi tiết tháo tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được, các chi tiết về việc hiệu chỉnh kết quả và nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi 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 8181 (ISO 1735), *Phomat và sản phẩm phomat chế biến – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (phương pháp chuẩn).*
-