

**TCVN 7083 : 2002**

**ISO 11870 : 2000**

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
CHẤT BÉO – HƯỚNG DẪN CHUNG SỬ DỤNG  
PHƯƠNG PHÁP ĐO CHẤT BÉO**

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

**HÀ NỘI – 2002**

## **Lời nói đầu**

TCVN 7083 : 2002 hoàn toàn tương đương với ISO 11870 : 2000;

TCVN 7083 : 2002 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 ban hành.

# Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Hướng dẫn chung sử dụng phương pháp 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 hướng dẫn các vấn đề sau:

- các phương pháp hiện hành đã được tiêu chuẩn hoá (phương pháp chuẩn và phương pháp đo chất béo) để xác định hàm lượng chất béo trong các sản phẩm sữa khác nhau;
- các nguyên tắc cơ bản về phép phân tích bằng cách đo chất béo có sử dụng axit (acid-butyrometric) và các yêu cầu thao tác cơ bản;
- quy trình xác nhận giá trị sử dụng của phương pháp đo chất béo so với phương pháp chuẩn liên quan.

## 2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 5504:1991 (ISO 2446 : 1976) Sữa – Phương pháp xác định hàm lượng chất béo (Phương pháp thông dụng).

ISO 3433 Cheese - Determination of fat content – Van Gulik method (Phomat – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp Van Gulik).

## 3 Nguyên tắc

Nguyên tắc của phương pháp đo chất béo này không phụ thuộc vào sản phẩm cần phân tích. Protein được phân huỷ bằng axit sunfuric. 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 rượu amyl. Số đọc trực tiếp trên thang đo của thiết bị đo chất béo có thể hiệu chỉnh hoặc không hiệu chỉnh.

## 4 Phương pháp xác định hàm lượng chất béo

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

Phương pháp Gerber được qui định trong TCVN 5504-91 (ISO 2446) và phương pháp Van Gulik được qui định trong ISO 3433. Phương pháp đo chất béo hiện hành và các phương pháp chuẩn áp dụng hầu hết cho các sản phẩm sữa được liệt kê trong bảng A.1.

## 5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**5.1 Axit sunfuric**, tinh khiết, không màu hoặc màu xanh xám, màu hổ phách và không có tạp chất.

**5.2 Rượu amyl** (1-pentanol), không chứa pentanol bậc 2, 2-metylbutan-2-ol, 2-furfuraldehyt, dầu hoả (xăng) và dẫn xuất của benzen.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị phòng thử nghiệm thông thường và đặc biệt như sau:

**6.1 Dụng cụ đo chất béo và nút**, thích hợp cho phương pháp được dùng.

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

**6.3 Máy li tâm**, có thể quay dụng cụ đo chất béo, được trang bị bộ chỉ thị tốc độ chỉ rõ tần số quay với dung sai tối đa  $\pm 70$  vòng/phút, loại đặt đứng tốt hơn là loại đặt ngang.

Máy li tâm nên có khả năng duy trì nhiệt độ của lượng chứa trong dụng cụ đo chất béo ở nhiệt độ từ  $30^{\circ}\text{C}$  đến  $50^{\circ}\text{C}$  sau khi li tâm.

Chú thích – Cho phép dùng máy li tâm đã gia nhiệt với điều kiện là kết quả thu được phù hợp với kết quả của phương pháp chuẩn.

Khi đã đặt xong mẫu, máy li tâm phải tạo được gia tốc tương đối là  $350\text{ g} \pm 50\text{ g}$  tại đầu ra của nút dụng cụ đo chất béo trong vòng 2 phút. Gia tốc này được tạo ra bằng lực ly tâm với bán kính hiệu dụng (khoảng cách nằm ngang giữa tâm của trục quay của máy li tâm và đầu ra của nút dụng cụ đo chất béo) như được đưa ra trong bảng 1, được vận hành ở tốc độ qui định.

**Bảng 1 – Gia tốc của máy li tâm**

<b>Bán kính hiệu dụng</b> mm	<b>Số vòng trên phút</b> + 70 vòng/phút
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 li tâm tương đối được tạo ra trong máy li tâm,  $A_c$ , được tính bằng công thức sau:

$$A_c = 1,12 \times 10^{-6} \times RN^2$$

trong đó

$R$  là bán kính ngang hiệu dụng, tính bằng milimet;

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

**6.4 Pipet hoặc cân phân tích**, đủ độ chính xác để đảm bảo phân phối chính xác khi chuẩn bị mẫu thử.

**6.5 Nội cách thủy**, 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 : 1998 (ISO 707).

Điều quan trọng là phòng thử nghiệm nhận được đúng mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc không bị biến đổi chất lượng trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

## 8 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với từng sản phẩm cần phân tích, tham khảo 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, chú ý cách 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 đã 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.

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

Nếu chất béo bị đục hoặc có màu đen, hoặc nếu có màu trắng hoặc màu đen ở đáy của cột chất béo, thì hàm lượng chất béo 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 đó thì làm lại phép phân tích.

## **10 Bảo dưỡng đối với dụng cụ đo chất béo**

Sau khi đã lấy xong số đọc, lật ngược các dụng cụ đo chất béo, các nút hướng lên phía trên, để trên giá. Trong khoảng 30 phút, chất béo từ bầu và từ ống chia độ sẽ tăng về phía dưới nút. Vì dụng cụ đo chất béo vẫn còn nóng nên cẩn thận khi tháo nút, giữ đầu mở gần với đáy của bồn rửa.

Các dụng cụ đo chất béo rộng vẫn còn nóng phải được rửa sạch bằng cách lắc mạnh với một lượng chất tẩy rửa thích hợp mà không dùng bàn chải. Các dụng cụ đo chất béo nên được nhúng 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 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 đo chất béo bằng cách so sánh với phương pháp chuẩn tương ứng**

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

Điều chỉnh các kết quả thu được bằng phương pháp 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:

- nồng độ của axit;
- nhiệt độ của nồi cách thuỷ;
- 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.

Việc điều chỉnh tối ưu là chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được bằng phương pháp thông thường (đã được 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 thường được tìm thấy mà cho các kết quả tương đương, thì sự tương đương này nên được khẳng định bằng các phép xác định kép so sánh với hai phương pháp thử trên một vài mẫu. Các kết quả của mỗi một bộ mẫu có thể được so sánh bằng việc sử dụng phép thử - t Student cổ điển.

**Chú ý - Thử nghiệm này giả định rằng sự thay đổi 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 mẫu thử, nên phải thử nghiệm toàn bộ dải nồng độ dùng cho phương pháp thông thường được sử dụng. Việc phân tích kép có thể được thực hiện bằng cả hai phương pháp (phương pháp thông thường và phương pháp chuẩn) với các mẫu đo trên toàn bộ dải hàm lượng chất béo. Sự tương đương của cả hai phương pháp nên 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 một bảng kết quả hiệu chỉnh, nếu cần (xem thêm ISO 8196).

Nên chú ý rằng, trong các phòng thử nghiệm thường kiểm tra các loại sản phẩm giống nhau được sản xuất bằng quy trình như nhau, thì việc hiệu chỉnh các kết quả thu được bằng phương pháp đo chất béo theo các kết quả thu được bằng phương pháp chuẩn phải càng đúng 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 điều chỉnh các kết quả của phương pháp đo chất béo để thu được giá trị giống hệt trong mỗi trường hợp với giá trị của phương pháp chuẩn.

Thậm chí đối với các phương pháp đo chất béo đã được tiêu chuẩn hoá, nên kiểm tra thường xuyên vì các phương pháp như vậy có mặt hạn chế, và ngoài ra do tất cả các nguyên nhân thay đổi đã được liệt kê (xem phụ lục A).

## Phụ lục A

(qui định)

### Hạn chế của các phương pháp đo chất béo

#### A.1 Phương pháp Gerber [xem TCVN 5504-91 (ISO 2446)]

Phương pháp này 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 sữa đổi để áp dụng cho:

- sữa chứa chất bảo quản;
- sữa đã được đồng hoá;
- sữa gầy.

Tuy nhiên, cần phải chú ý:

- thể tích của phần mẫu thử được sử dụng còn chưa được đồng thuận quốc tế, do đó nó không được thống nhất [thể tích của mẫu sử dụng, kết quả của phép phân tích cần phải phù hợp với phương pháp chuẩn; xem TCVN 5504:1991 (ISO 2446:1976), 6.1.2];
- các quy trình đã sửa đổi dùng cho sữa đã đồng hoá và sữa gầy cho thấy không thoả mãn;
- sự có mặt của các chất được bổ sung, thí dụ như đường, hương liệu, chocolat . . . sẽ ảnh hưởng đến kết quả.

#### A.2 Phương pháp Van Gulik (xem 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 phomat sau:

- Phomat Blue-veined: Sự có mặt của một lượng lớn hoặc nhỏ chất lắng tại cật chất béo làm trở ngại phép phân tích.
- Phomat Long-matured: sự phân giải lipit làm thay đổi thành phần của triglyxerid, dẫn đến làm sai kết quả hàm lượng chất béo thu được.
- Phomat được chế biến từ các sữa đã đồng hoá: các kết quả thu được thường quá thấp.
- Phomat có hàm lượng chất béo thấp hoặc cao: các kết quả thu được thường không phù hợp với các kết quả của phương pháp chuẩn SBR.
- Phomat chứa các chất bổ sung: chúng có thể gây cản trở và có thể bị dính ở đáy cật, cho các kết quả quá thấp hoặc quá cao khi so sánh với kết quả phương pháp chuẩn Weibull-Berntrop.



- 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 đo chất béo là sai.

### A.3 Kết luận

Với mọi phương pháp đo chất béo đã mô tả, vì chúng là các phương pháp thực nghiệm nên cần cho các kết quả 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 đo chất béo có sử dụng axit		Phương pháp chuẩn	
	ISO	IDF	ISO	IDF
Sữa dạng lỏng	ISO 488 <sup>a</sup> TCVN 5504-91 <sup>b</sup> (ISO 2446 <sup>b</sup> )	IDF 105 <sup>a</sup>	TCVN 6508:1999 (ISO 1211)	IDF 1D
Sữa bột	–	–	ISO 1736	IDF 9C
Phomat	ISO 3432 <sup>a</sup> ISO 3433 <sup>b</sup>		ISO 1735	IDF 5B
Cream			ISO 2450 ISO 7328 TCVN 6688 - 2:2000 (ISO 8262-2 )	IDF 16C IDF 116C IDF 125A
Sữa bột và sữa đặc có đường	–	–	ISO 1737	IDF 13C
Sữa gầy, whey, buttermilk	–	–	TCVN 6833:2001 (ISO 7028)	IDF 22B
Whey Phomat	–	–	ISO 1854	IDF 59A
Thực phẩm làm từ sữa dành cho trẻ nhỏ	–	–	TCVN 6687:2000 (ISO 8381)	IDF 123A
Thực phẩm dành cho trẻ nhỏ	–	–	TCVN 6688-1:2000 (ISO 8262-1)	IDF 124A
Sản phẩm sữa (trường hợp đặc biệt)	–	–	TCVN 6688-3:2000 (ISO 8262-3)	IDF 126A
Casein và caseinat	–	–	ISO 5543	IDF 127A
Sản phẩm khác	ISO 11870	IDF 152		

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 6400:1998 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
- [3] TCVN 6508:1999 (ISO 1211), Sữa – Xác định hàm lượng chất béo. Phương pháp khối lượng (phương pháp chuẩn)
- [4] ISO 1735, Cheese and processed cheese products – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
- [5] TCVN 7084 : 2002 (ISO1736), Sữa bột và sản phẩm sữa bột – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp trọng lượng (phương pháp chuẩn).
- [6] ISO 1737, Evaporated milk and sweetened condensed milk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
- [7] ISO 1854, Whey cheese – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
- [8] ISO 2450, Cream – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
- [9] ISO 3432, Cheese – Determination of fat content – Butyrometer for VAn Gulik method.
- [10] ISO 5543, Casein and caseinates – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).
- [11] TCVN 6833:2001 (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, 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 6668-1:2000 (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 6668-2:2000 (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 6668-3:2000 (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.

[10] TCVN 6687 : 2000 (ISO 8381) Thực phẩm từ sữa dùng cho trẻ em nhỏ. Xác định hàm lượng chất béo bằng phương pháp khối lượng của Rose-Gottlieb (phương pháp chuẩn)

[18] TCVN 7083 : 2002 (ISO 11870), Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Hướng dẫn chung sử dụng phương pháp đo chất béo.

[19] IDF 1D, Milk – Determination of fat content – Rose-Gottlieb – Gravimetric method (Reference method).

[20] IDF 5 B, Cheese & processed cheese products – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method).

[21] IDF 9 C, Dried milk, dried whey, dried whey, dried butter milk & dried butter serum – Determination of fat content – Rose-Gottlieb reference method.

[22] IDF 13 C, Evaporated milk and sweetened condensed milk – Determination of fat content – Rose-Gottlieb reference method.

[23] IDF 16 C, Cream – Determination of fat content – Rose-Gottlieb reference method.

[24] IDF 22 B, Skimmed milk, whey & butter milk – Determination of fat content – Rose-Gottlieb gravimetric method (Reference method).

[25] IDF 59 A, Whey cheese – Determination of fat content – Rose-Gottlieb gravimetric method (Reference method).

[26] IDF 105, Milk – Determination of fat content – Gerber butyrometers.

[27] IDF 116 C, Milk-based edible & ice mixes – Determination of fat content – Rose-Gottlieb gravimetric method (Reference method).

[28] IDF 124 A, Infant foods – Determination of fat content – Rose-Gottlieb gravimetric method (Reference method).

[29] IDF 124 A, Infant foods – Determination of fat content – Rose-Gottlieb gravimetric method (Reference method).

[30] IDF 125 A, Edible ices & ice mixes – Determination of fat content – Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method).

[31] IDF 126 A, Milk products & milk-based foods (special cases) – Determination of fat content – Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method).

[32] IDF 127 A Casein & caseinates - Determination of fat content – Schmid-Bondzynski-ratzlaff gravimetric method (Reference method).