

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8137 : 2009

ISO 1444 : 1996

Xuất bản lần 1

**THỊT VÀ SẢN PHẨM THỊT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHẤT BÉO TỰ DO**

Meat and meat products – Determination of free fat content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8137 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1444:1996;

TCVN 8137 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F8
Thịt và sản phẩm thịt biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thịt và sản phẩm thịt – Xác định hàm lượng chất béo tự do

Meat and meat products – Determination of free fat content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất béo tự do trong thịt và sản phẩm thịt bằng cách chiết.

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 8135 : 2009 (ISO 1442 : 1997), *Thịt và sản phẩm thịt – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn)*.

3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng chất béo tự do trong thịt và sản phẩm thịt (free fat content of meat and meat products):
Khối lượng của chất béo chiết được dưới các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này chia cho khối lượng phần mẫu thử. Hàm lượng chất béo tự do được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

3.2

Kết quả thử nghiệm (test result)

Giá trị thu được khi tiến hành theo phương pháp thử quy định.

TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)

4 Nguyên tắc

Dùng *n*-hexan hoặc dầu nhẹ chiết phần đã khô thu được theo phương pháp xác định độ ẩm được quy định trong TCVN 8135 : 2009 (ISO 1442 : 1997). Loại bỏ dung môi bằng cách cho bay hơi sau đó sấy khô và cân chất chiết.

5 Thuốc thử và vật liệu

5.1 Dung môi chiết, *n*-hexan hoặc dầu nhẹ chưng cất ở 40 °C đến 60 °C và có chỉ số bromua nhỏ hơn 1. Đối với dung môi, sau khi làm bay hơi hoàn toàn không được để lại lượng cặn vượt quá 0,002 g/ 100 ml.

5.2 Hạt trợ sôi.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Thiết bị đồng hoá, bằng cơ hoặc bằng điện, có khả năng đồng hoá mẫu thử. Thiết bị này gồm: máy cắt quay tốc độ cao, hoặc máy xay có gắn tấm đục lỗ, đường kính lỗ không quá 4,5 mm.

6.2 Túi chiết, bằng giấy lọc và đã khử chất béo.

6.3 Bông vải, đã khử chất béo.

6.4 Thiết bị chiết, liên tục hoặc bán liên tục, ví dụ thiết bị Soxhlet.

CHÚ THÍCH 1 Thay cho kỹ thuật dùng thiết bị Soxhlet cổ điển, quy trình chiết cũng có thể được thực hiện bằng hệ thống chiết có khả năng chiết đồng thời nhiều mẫu, ví dụ như thiết bị Soxtec hoặc thiết bị tự động tương tự khác.

6.5 Bể cát hoặc nổi cách thủy, đốt nóng bằng điện hoặc thiết bị thích hợp tương tự.

6.6 Tủ sấy, đốt nóng bằng điện, có khả năng duy trì được ở 103 °C ± 2 °C.

6.7 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm hiệu quả, ví dụ silica gel.

6.8 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến ± 0,001 g.

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc không bị biến đổi chất lượng trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo ISO 3100-1 : 1991¹⁾.

Khối lượng mẫu phòng thử nghiệm không được nhỏ hơn 200 g.

Bảo quản mẫu sao cho mẫu không bị giảm chất lượng và không bị thay đổi thành phần.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Đồng hoá mẫu thử bằng thiết bị thích hợp (6.1). Chú ý để nhiệt độ của mẫu không tăng quá 25 °C. Nếu sử dụng máy xay, thì xay mẫu ít nhất hai lần.

8.2 Cho đầy mẫu đã được chuẩn bị vào vật chứa thích hợp. Đậy nắp vật chứa và bảo quản sao cho không bị giảm chất lượng và thay đổi thành phần. Phân tích mẫu càng sớm càng tốt, chỉ trong vòng 24 h sau khi đồng hoá.

9 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Nếu cần phải kiểm tra độ lặp lại, thì tiến hành hai lần xác định theo 9.1 và 9.2 dưới các điều kiện lặp lại.

9.1 Phần mẫu thử

Lấy khoảng 5 g đến 8 g mẫu đã chuẩn bị, cân chính xác đến 0,001 g (m_0) và sấy theo quy trình quy định trong TCVN 8135 : 2009 (ISO 1442 : 1997). Có thể dùng phần mẫu thử đã sấy từ phép xác định độ ẩm để xác định hàm lượng chất béo tự do, nếu cần.

Để các phép đo có thể tin cậy được, thì mức chất béo thấp nhất có mặt trong phần mẫu thử phải là 0,05 g.

9.2 Xác định

Sấy bình của thiết bị chiết (6.4), chứa vài hạt trợ sôi (5.2), 1 h trong tủ sấy (6.6) ở 103 °C. Để bình nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.7) và cân chính xác đến 0,001 g (m_1).

Chuyển lượng phần mẫu thử đã sấy (9.1) vào túi chiết (6.2). Dùng bông vải (6.3) đã được làm ẩm bằng dung môi chiết (5.1) lau sạch hết các vết mẫu thử đã sấy và cho bông vải này vào túi chiết. Cho túi chiết vào ống chiết. Rót dung môi chiết vào bình thiết bị chiết; lượng dung môi ít nhất phải gấp rưỡi hoặc gấp đôi dung tích của túi chiết thiết bị. Lắp bình vào thiết bị chiết. Đun nóng bình trong ít nhất 6 h trên bề cát hoặc trong nồi cách thủy (6.5), tùy theo tốc độ chiết và thiết bị sử dụng.

Khi sử dụng Soxtec hoặc quy trình tự động tương tự, thì thời gian đun nóng ít nhất phải 2 h.

¹⁾ ISO 3100-1 : 1991 (đã được biên soạn thành TCVN 4833-1 : 2002).

Hiện nay, ISO 3100-1 : 1991 đã bị hủy và được thay thế bằng ISO 17604 : 2003 (được biên soạn thành TCVN 7925 : 2008 *Vì sinh vật trong thực phẩm và thức ăn chăn nuôi - Phương pháp lấy mẫu thân thí tằm để phân tích vi sinh vật*).

Sau khi chiết, lấy bình chứa dịch lỏng từ thiết bị chiết, và chưng cất hết dung môi, ví dụ trên bề cát hoặc trong nồi cách thủy. Làm bay hơi hết các vết dung môi bằng cách thổi khí, nếu cần.

Sấy bình 1 h trong tủ sấy (6.6) ở 103 °C và sau khi để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.7), cân chính xác đến 0,001 g. Lặp lại quá trình gia nhiệt, làm nguội và cân cho đến khi các kết quả của hai lần cân liên-tiếp, trong 1 h gia nhiệt, không chênh lệch quá 0,1 % khối lượng phần mẫu thử (m_2).

Kiểm tra xác nhận quá trình chiết đã hoàn thành hay chưa bằng cách chiết lần thử hai thêm 1 h với phần dung môi mới. Chênh lệch khối lượng không được quá 0,1 % phần mẫu thử.

10 Tính toán

Tính hàm lượng chất béo tự do, w_1 , bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau đây:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \%$$

trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử lấy để sấy, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng bình chiết với các hạt trợ sôi, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng bình và hạt trợ sôi cùng với chất béo sau khi sấy, tính bằng gam (g).

Kết quả được làm tròn đến một chữ số thập phân.

11 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi phép thử liên phòng thử nghiệm (xem [4]), tiến hành theo ISO 5725²⁾. Đối với các giá trị thu được về độ lặp lại, r , và giới hạn tái lập R , mức xác suất 95 %.

11.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả thử nghiệm của hai lần xác định độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên cùng một loại vật liệu thử trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn giới hạn lặp lại r được tính bằng công thức sau đây:

$$r = -0,05 + 0,06 w_1$$

trong đó \bar{w}_1 là trung bình của hai kết quả thử nghiệm, được biểu thị theo phần trăm khối lượng

²⁾ ISO 5725 - 1986 được dùng để thu dữ liệu độ chụm. Tiêu chuẩn này hiện nay đã bị thay và được thay thế bằng ISO 5725-1 (được biên soạn thành TCVN 6910-1) và các phần khác

11.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên cùng một loại vật liệu thử trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện và sử dụng các thiết bị khác nhau, không được lớn hơn giới hạn tái lập R , được tính bằng công thức sau đây:

$$R = 0,04 + 0,06 \bar{w}_r$$

trong đó \bar{w}_r là trung bình của hai kết quả thử nghiệm, được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- phương pháp tiến hành lấy mẫu (nếu biết);
- phương pháp đã sử dụng;
- kết quả thử nghiệm thu được; và
- nếu đáp ứng được yêu cầu độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Báo cáo thử nghiệm cũng cần đề cập đến mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy ý, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 3100-1 : 1991, *Thịt và sản phẩm thịt - Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử - Phần 1: Lấy mẫu.*
- [2] ISO 5725 : 1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standar test method by inter-laboratory tests.*
- [3] TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1 : 1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung).*
- [4] Foster, M.L. and Sharon, E.G. Soxtec fat analyzer fo determination of total fat in meat.: Collaborative study. *J.Assoc.Off.Anal.Chem.*, 75, 1992, pp. 288-292.
-