|  |
| --- |
|  **TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA** |
| **TCVN……..:2017****Xuất bản lần 1****SẢN PHẨM THỦY SẢN - CHUẨN BỊ MẪU, PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG NƯỚC TRONG SẢN PHẨM CÁ TRA (PANGASIUS HYPOPHTHALMUS) PHI LÊ ĐÔNG LẠNH****FISHERIES PRODUCTS - SAMPLING AND ANALYTICAL METHODS FOR WATER CONTENT IN Frozen Tra fish (*Pangasius hypophthalmus*) fillet****HÀ NỘI - 2017** |
|  |

**Lời nói đầu**

TCVN …….:2017 do Trung tâm Kiểm nghiệm kiểm chứng và Tư vấn chất lượng Nông lâm thủy sản biên soạn, Cục Quản lý Chất lượng Nông lâm sản và Thủy sản – Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

|  |  |
| --- | --- |
| **TIÊU CHUẨN VIỆT NAM** | **TCVN…………:2017** |

**CHUẨN BỊ MẪU, PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG NƯỚC TRONG SẢN PHẨM CÁ TRA PHI LÊ ĐÔNG LẠNH**

1. **Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các cơ sở sản xuất, kinh doanh sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh, các phòng kiểm nghiệm được Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn chỉ định, các cơ quan quản lý chất lượng nông lâm thủy sản.

1. **Tài liệu viện dẫn**

Codex sampling plans for prepackaged foods (AQL 6.5) – Codex stan 233- 1969;

General guidelines on sampling (CAC/GL 50 – 2004);

Tiêu chuẩn AOAC 950.46;

TCVN 5276-90 Thủy sản –Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

1. **Thuật ngữ và định nghĩa**
	1. **Cá tra phi lê đông lạnh**

Là những miếng cá không xương được lấy từ phần thân của cá tra bằng cách cắt dọc theo xương sống, còn da hoặc không còn da, được cắt tỉa hoặc không cắt tỉa,được cấp đông trong thiết bị thích hợp sao cho khoảng nhiệt độ kết tinh tối đa vượt qua nhanh chóng và kết thúc khi nhiệt độ tâm của sản phẩm đạt -18 0C hoặc thấp hơn.

* 1. **Lỗi**

Một “lỗi” là một đơn vị mẫu có kết quả phân tích hàm lượng lớn hơn so với mức công bố của lô hàng hoặc vượt quá giới hạn tối đa cho phép.

* 1. **Lô hay lô kiểm tra**

Là tập hợp các hộp nguyên hay các đơn vị mẫu cùng kích thước, chủng loại, kiểu dáng được sản xuất hay chế biến trong các điều kiện tương đồng.

* 1. **Mẫu phân tích**

Là lượng sản phẩm (số miếng cá tra phi lê) được rút ra từ mẫu trung bình dùng để xác định chỉ tiêu hàm lượng nước.

* 1. **Hàm lượng nước**

Là khối lượng nước mất đi trong quá trình sấy khô mẫu bằng phương pháp làm khô theo qui định trong tiêu chuẩn này. Hàm lượng nước được biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng.

* 1. **Hàm lượng nước công bố**

Là giá trị hàm lượng nước đã biết trước của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh.

* 1. **Mức hàm lượng nước trung bình**

Là giá trị hàm lượng nước trung bình của lô hàng được xác định sau khi phân tích các mẫu được lấy theo số lượng mẫu theo tiêu chuẩn này.

1. **Phương pháp lấy mẫu**
	1. **Số lượng mẫu phân tích**

Để kiểm tra hàm lượng nước công bố của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh thì số lượng mẫu phân tích được lấy theo hướng dẫn tại Phụ lục A – Kế hoạch lấy mẫu để kiểm tra hàm lượng nước công bố của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh.

Để xác định mức hàm lượng nước trung bình của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh thì số lượng mẫu phân tích được lấy theo hướng dẫn tại Phụ lục B – Kế hoạch lấy mẫu để xác định hàm lượng nước trung bình của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh.

1. Nếu sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh được đóng gói ở dạng khối (block) không thể tách rời: sau khi lấy đủ số lượng block theo Phụ lục A hoặc Phụ lục B, tiến hành làm tan băng các block, mỗi block lấy một miếng cá tra phi lê để làm mẫu phân tích.

Lưu ý: Chỉ làm tan băng block cho tới khi nào có thể tách được từng miếng cá phi lê, miếng cá cần được giữ nguyên ở trạng thái đông cứng.

1. Nếu sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh được đóng gói từ các miếng cá phi lê tách rời hoặc block có thể tách rời từng miếng cá phi lê: mỗi đơn vị sản phẩm bao gói nhỏ nhất, lấy một miếng cá philê để làm mẫu phân tích theo số lượng tại Phụ lục A hoặc B.
	1. **Phương pháp**

Lấy mẫu theo TCVN 5276-90 “*Thủy sản – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu*”.

1. **Xác định hàm lượng nước**
	1. **Chuẩn bị mẫu**

Mẫu phân tích được chuẩn bị theo hướng dẫn tại Phụ lục C – Chuẩn bị mẫu để phân tích hàm lượng nước trong sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh.

* 1. **Phân tích mẫu**

Tiến hành phân tích mẫu theo hướng dẫn tại Phụ lục D – Phân tích hàm lượng nước đối với sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh.

* 1. **Đảm bảo kết quả thử nghiệm**
		1. **Độ lặp lại (Sr)**

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả 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. Kết quả phân tích khảo nghiệm cho thấy độ lệch chuẩn lặp lại của phương pháp là Sr = 0.58.

* + 1. **Độ tái lập (SR)**

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. Kết quả phân tích khảo nghiệm cho thấy độ lệch chuẩn tái lập giữa các PKN đối với phương pháp là SR = 1.29.

* + 1. **Báo cáo kết quả thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải ít nhất bao gồm các thông tin sau:

1. Mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
2. Phương pháp tiến hành lấy mẫu (nếu biết);
3. Phương pháp sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
4. Kết quả thử nghiệm thu được;
5. Nếu kiểm tra về độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
6. Mọi chi tiết thao tác khác với quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cũng như các sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.
7. **Chấp nhận lô hàng**
	1. **Chấp nhận lô hàng cá tra phi lê đông lạnh với mức giá trị hàm lượng nước công bố**

Theo kế hoạch lấy mẫu tại Phụ lục A, lô hàng được đáp ứng với giá trị hàm lượng nước công bố (M) khi:

* (n – c) mẫu có kết quả phân tích < M;
* Và không có mẫu nào trong (n) mẫu phân tích có kết quả > M.

Trong đó:

M: Giá trị hàm lượng nước công bố của lô hàng;

n: Số lượng mẫu cá tra phân tích hàm lượng nước;

c: Số lượng mẫu cá tra phân tích có kết quả phân tích hàm lượng nước > M.

* 1. **Xác định mức hàm lượng nước trung bình cho lô hàng cá tra phi lê đông lạnh**

Theo kế hoạch lấy mẫu tại Phụ lục B, mức hàm lượng nước của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh có giá trị là:

M = $\overline{x}$ + $\frac{t\_{α}×s}{\sqrt{n}}$

Trong đó:

M: là hàm lượng nước trung bình lớn nhất của lô hàng (%)

$\overline{x}$ : là giá trị hàm lượng nước trung bình của các mẫu phân tích, $\overline{x}$ = $\frac{\sum\_{i=1}^{n}x\_{i}}{n}$ (%)

S: là độ lệch chuẩn của các mẫu phân tích



$t\_{α}$: là giá trị phân phối Student cho việc lựa chọn cỡ mẫu phân tích với mức tin cậy α = 5% (Phụ lục E – Giá trị t – values của phân phối Student tương ứng với số lượng mẫu phân tích ở mức tin cậy α = 5%)

n : Số lượng mẫu phân tích.

**Phụ lục A**

(Quy định)

**Kế hoạch lấy mẫu để kiểm tra hàm lượng nước công bố của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh**

**A.1. Lô hàng với bao gói nhỏ nhất có khối lượng tịnh nhỏ hơn hoặc bằng 1 kg**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Số lượng bao gói nhỏ nhất (N)** | **Số lượng mẫu (n)** | **Số lỗi có thể chấp nhận (c)\*** |
| ≤ 4.800 | 6 | 1 |
| 4,801 - 24.000 | 13 | 2 |
| 24.001 - 48.000 | 21 | 3 |
| 48.001 - 84.000 | 29 | 4 |
| 84.001 - 144.000 | 38 | 5 |
| 144.001 - 240.000 | 48 | 6 |
| > 240.000 | 60 | 7 |

**A.2. Lô hàng với bao gói nhỏ nhất có khối lượng tịnh lớn hơn 1kg nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 4,5 kg**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Số lượng bao gói nhỏ nhất (N)** | **Số lượng mẫu (n)** | **Số lỗi có thể chấp nhận (c)\*** |
| ≤ 2.400 | 6 | 1 |
| 2.401 - 15.000 | 13 | 2 |
| 15.001 - 24.000 | 21 | 3 |
| 24.001 - 42.000 | 29 | 4 |
| 42.001 - 72.000 | 38 | 5 |
| 72.001 - 120.000 | 48 | 6 |
| > 120.000 | 60 | 7 |

**A.3. Lô hàng với bao gói nhỏ nhất có khối lượng tịnh lớn hơn 4.5 kg**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Số lượng bao gói nhỏ nhất (N)** | **Quy mô mẫu (n)** | **Số lỗi có thể chấp nhận (c)\*** |
| ≤600 | 6 | 1 |
| 601 - 2.000 | 13 | 2 |
| 2.001 - 7.200 | 21 | 3 |
| 7.201 - 15.000 | 29 | 4 |
| 15.001 - 24.000 | 38 | 5 |
| 24.001 - 42.000 | 48 | 6 |
| > 42.000 | 60 | 7 |

*-* Số lỗi có thể chấp nhận (c)\*: Là số lỗi tối đa được phép có trong mẫu với từng kế hoạch lấy mẫu cụ thể.

*-* Kế hoạch lấy mẫu trên được tham chiếu Phụ lục 1, Tiêu chuẩn CODEX 233 – 1969.

**Phụ lục B**

(Quy định)

**Kế hoạch lấy mẫu để xác định hàm lượng nước trung bình của lô hàng cá tra phi lê đông lạnh**

|  |  |
| --- | --- |
| **Số lượng bao gói nhỏ nhất (N)** | **Số lượng mẫu (n)** |
| 2 – 8 | 3 |
| 9 – 15 | 3 |
| 16 – 25 | 3 |
| 26 – 50 | 3 |
| 51 – 90 | 3 |
| 91 – 150 | 3 |
| 151 – 280 | 4 |
| 281 – 500 | 5 |
| 501 – 1.200 | 7 |
| 1.201 – 1.320 | 10 |
| 1.321 – 10.000 | 15 |
| 10.000 – 35.000 | 20 |
| 35.001 – 150.000 | 25 |
| 150.001 – 500.000 | 35 |
| ≥ 500.001 | 50 |

*(Phụ lục B được tham chiếu theo Bảng 14, CAC/GL 50 – 2004)*

**Phụ lục C**

(Quy định)

 **Chuẩn bị mẫu để phân tích hàm lượng nước**

 **trong sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh**

**C.1. Bước 1 - Tách lớp mạ băng**

**C.1.1. Đối với sản phẩm đông rời (IQF):**

 Miếng cá phi lê đông lạnh được cho vào túi nilon, buộc kín rồi ngâm vào bể nước (hoặc bể điều nhiệt), kiểm soát nhiệt độ nước trong khoảng từ 25- 30 oC. Khuấy nhẹ và để lớp băng trên bề mặt miếng cá tự rã đông trong khoảng 45 – 60 phút. Chú ý: không được để nước bên ngoài vào trong túi nilon, tiếp xúc trực tiếp với miếng cá. Quá trình tách lớp mạ băng kết thúc khi bề mặt miếng cá phi lê không còn lớp nước đá bám dính.

**C.1.2. Đối với sản phẩm đông khối (block):**

 Khối cá phi lê đông lạnh (được bao kín bằng túi PE) được cho vào rổ có kích thước phù hợp và ngâm vào bể nước (hoặc bể điều nhiệt), kiểm soát nhiệt độ nước trong khoảng từ 25 – 300C. Giữ mẫu chìm trong nước, đảo nhẹ. Tách nhẹ nhàng các miếng cá phi lê rời ra khỏi khối. Tiến hành tách lớp băng trên miếng cá rời như đối với sản phẩm đông rời như **Mục 1** ở trên.

**C.2. Bước 2 - Làm ráo nước**

 Sau khi lớp mạ băng tan hết, lấy miếng cá phi lê ra khỏi túi, để ráo nước khoảng 2 phút trên rây hoặc rổ, đặt nghiêng khoảng 30o cho ráo nước. Dùng giấy thấm nước, thấm nhẹ để thấm hút hết và lau khô các giọt nước bám dính trên bề mặt miếng cá và phần mặt dưới phần miếng cá tiếp xúc với rây.

**C.3. Bước 3 - Xay mẫu**

 Sau khi kết thúc quá trình làm ráo nước, cắt miếng cá phi lê thành từng miếng nhỏ trước khi cho vào cối xay mẫu, loại bỏ các phần da hoặc mỡ cá còn dính trên miếng cá phi lê (nếu có). Tiến hành xay nhuyễn và đồng nhất mẫu, lưu ý thời gian xay mẫu hoặc đồng nhất mẫu quá lâu khối thịt cá sẽ sinh nhiệt và rỉ nước gây ảnh hưởng tới kết quả phân tích. Tiến hành thực hiện quá trình phân tích hàm lượng nước.

**PHỤ LỤC D**

(Quy định)

**PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG NƯỚC**

Phân tích hàm lượng nước trong mẫu đã chuẩn bị tại **Phụ lục C** theo phương pháp được mô tả trong AOAC 950.46.

**D.1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng**

Phương pháp này mô tả cách định lượng hàm lượng nước trong sản phẩm cá tra phi lê đông lạnh.

**D.2. Nguyên tắc**

Hàm lượng nước xác định theo tỉ lệ % (g/100g), được xác định bằng phương pháp phân tích độ ẩm theo tiêu chuẩn AOAC 950.46. Mẫu được làm khô trong tủ sấy ở 103 °C ± 2 °C đến khối lượng không đổi. Hàm lượng nước tự do là khối lượng mất đi sau khi sấy khô đến khối lượng không đổi.

**D.3. Thiết bị, dụng cụ**

**D.3.1. Thiết bị**

* Cân phân tích có độ chính xác đến 0,1mg.
* Máy xay phòng thí nghiệm.
* Tủ sấy, được làm nóng bằng điện, có khả năng hoạt động ở 103 °C ± 2 °C.

**D.3.2. Dụng cụ:**

* Chén kim loại, sứ hoặc thủy tinh (vd: nhôm, niken, thép không rỉ, thủy tinh), đường kính ≥ 50 mm, cao **≤** 40 mm.
* Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm (ví dụ: Silicagel)
* Dụng cụ cách nhiệt (găng tay cách nhiệt, kéo gắp).
* Thìa cân mẫu.

**D.4. Bảo quản và chuẩn bị mẫu:**

**D.4.1. Bảo quản mẫu:**

Mẫu được bảo quản trong túi nylon. Lưu mẫu ở nhiệt độ tối đa +50C trong 24 giờ. Nếu mẫu không phân tích kịp trong 24 giờ thì lưu mẫu ở nhiệt độ **≤** -180C.

**D.4.2. Chuẩn bị m****ẫu:**

Như mô tả trong Phụ lục B của tiêu chuẩn.

**D.4.3.Tiến hành:**

Chén cân được làm sạch, sấy khô ở 103 °C ± 2 °C trong 2h và làm nguội trong bình hút ấm sau đó tiến hành cân, đánh dấu và ghi lại khối lượng, chính xác 0,1mg. Phết đều khoảng 2 g mẫu đã được xay nhuyễn và đồng nhất lên trên đáy của chén cân (đã sấy khô và cân trước khối lượng) và cân. Cân chính xác đến 0,1 mg.

Sấy bằng tủ sấy thường: Làm khô mẫu trong tủ sấy ở 103 °C ± 2 °C trong khoảng 16÷18 giờ.

Làm nguội mẫu đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm

Cân chính xác đến 0,1 mg, ghi lại khối lượng.

Tiến hành sấy mẫu lại khoảng 1 giờ

Làm nguội mẫu đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm

Cân chính xác đến 0,1 mg, ghi lại khối lượng

(“Nếu khối lượng không đổi thì ngừng và ghi lại kết quả còn nếu thay đổi thì phải tiếp tục sấy lại mẫu thêm lần nữa khoảng 1 giờ và lặp lại cho đến khi khối lượng không đổi”.)

**D.5. Xử lý số liệu****:**

 Hàm lượng nước (g nước/100g) của mẫu:

M = (a-b)\*100/a

Trong đó:

a : khối lượng mẫu cân(g)

b : khối lượng mẫu sau khi sấy = khối lượng chén cân mẫu sau khi sấy - khối lượng chén không chứa mẫu (g)

Kết quả hàm lượng nước được báo cáo với 2 số phần thập phân; mỗi mẫu lặp lại 02 lần, lấy kết quả trung bình.

**Phụ lục E**

(Quy định)

**Giá trị t – values của phân phối Student tương ứng với số lượng**

**mẫu phân tích ở mức tin cậy α = 5%**

|  |  |
| --- | --- |
| **Số lượng mẫu phân tích** | **t­­ α (α = 5%)** |
| 3 | 2,13 |
| 4 | 2,13 |
| 5 | 2,13 |
| 7 | 1,83 |
| 10 | 1,76 |
| 15 | 1,73 |
| 20 | 1,71 |
| 25 | 1,70 |
| 30 | 1,69 |
| 35 | 1,68 |
| 40 | 1,68 |
| 45 | 1,68 |
| 50 | 1,68 |

(Bảng trên được tham chiếu tại Mục 3.3, CAC/GL-2004)