

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5504:2010

ISO 2446:2008

Xuất bản lần 2

SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO

Milk – Determination of fat content

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 5504:2010 thay thế TCVN 5504:1991;

TCVN 5504:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 2446:2008/IDF 226:2008;

TCVN 5504:2010 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 – Xác định hàm lượng chất béo

Milk – Determination of fat content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp Gerber để xác định hàm lượng chất béo trong sữa và bao gồm phần hướng dẫn để xác định dung tích thích hợp của pipet sữa và hướng dẫn hiệu chỉnh các kết quả nếu sữa không chứa hàm lượng chất béo trung bình (xem 6.1). Quy trình kiểm tra dung tích của pipet sữa được mô tả trong Phụ lục A.

Phương pháp này áp dụng cho sữa dạng lỏng nguyên chất hoặc đã tách một phần chất béo, sữa tươi nguyên liệu hoặc sữa thanh trùng. Với một vài sữa đổi chi tiết như đã nêu, phương pháp này cũng có thể áp dụng cho:

- a) sữa có chứa một số chất bảo quản nhất định (xem Điều 11).
- b) sữa đã qua quá trình đồng hóa, cụ thể là sữa tiệt trùng và sữa tiệt trùng ở nhiệt độ cao (UHT) (xem Điều 12).
- c) sữa gầy (xem Điều 13).

CHÚ THÍCH: Kết quả thu được bằng quy trình qui định trong Điều 12 (đã sửa đổi để áp dụng cho sữa đã qua quá trình đồng hóa) có thể hơi cao.

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 6508 (ISO 1211), Sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)

TCVN 5504:2010

ISO 488/IDF 105, *Milk – Determination of fat content – Gerber butyrometers (Sữa – Xác định hàm lượng chất béo – Dụng cụ đo tỷ trọng Gerber)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Phương pháp Gerber (Gerber method)

Quá trình thực nghiệm cho biết giá trị hàm lượng chất béo tính theo phần khối lượng hoặc tính theo nồng độ khối lượng tùy thuộc vào dung tích của pipet sữa được sử dụng, cũng như hoặc là có liên quan đến giá trị thu được bằng phương pháp chuẩn nêu trong TCVN 6508 (ISO 1211).

CHÚ THÍCH: Phần khối lượng được biểu thị bằng gam chất béo trên 100 g sữa và nồng độ khối lượng được biểu thị bằng gam chất béo trên 100 ml sữa.

4 Nguyên tắc

Chất béo của sữa trong dụng cụ đo chất béo được tách ra bằng ly tâm sau khi hoà tan protein bằng axit sulfuric, thêm một lượng nhỏ cồn *iso-amyl* để chất béo tách được dễ hơn. Dùng dụng cụ đo chất béo (butyrometer) chia độ để đọc trực tiếp hàm lượng chất béo.

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

5.1.1 Các yêu cầu

Axit sulfuric phải có khối lượng riêng là $(1,816 \pm 0,004)$ g/ml ở 20 °C, tương ứng với $(90,4 \pm 0,8)$ % phần khối lượng của axit sulfuric. Axit không được có màu hoặc có màu không đậm hơn màu hổ phách nhạt, không được chứa huyền phù và phù hợp để dùng trong phép thử theo quy định trong 5.1.2.

5.1.2 Phép thử về tính phù hợp

5.1.2.1 Mục đích phép thử

Axit sulfuric có thể đáp ứng được yêu cầu cụ thể trong 5.1.1 về khối lượng riêng và màu sắc, nhưng có thể vẫn không thích hợp cho phương pháp Gerber. Do đó, phải kiểm tra lại tính phù hợp của axit trước khi sử dụng bằng phép thử so sánh sau đây với axit sulfuric chuẩn.

5.1.2.2 Axit sulfuric chuẩn

Cho axit sulfuric [ví dụ: $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98\%$ phần khối lượng; $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$] vào nước để thu được một dung dịch có khối lượng riêng nằm trong dải quy định trong 5.1.1.

CHÚ THÍCH: Để thu được khoảng 1 lit axit sulfuric chuẩn cần cho 908 ml axit sulfuric 98 % phần khối lượng vào 160 ml nước, kiểm tra khối lượng riêng của axit đã pha loãng bằng tỷ trọng kế thích hợp và điều chỉnh khối lượng riêng, nếu cần, thêm một thể tích nhỏ của nước hoặc axit 98 % phần khối lượng.

5.1.2.3 Qui trình so sánh

Xác định lặp lại hai lần hàm lượng chất béo của bốn mẫu sữa nguyên chất có hàm lượng chất béo ở mức trung bình bằng phương pháp Gerber như qui định, sử dụng dụng cụ đo chất béo có sai số chia độ trên toàn bộ thang đo nhỏ hơn 0,0 1% và sử dụng cồn *iso-amyl* chuẩn (5.2.6.2). Tại một mẫu trong số mỗi cặp mẫu thử kép dùng 10 ml axit sulfuric đang cần thử và tại mẫu còn lại dùng 10 ml axit sulfuric chuẩn (5.1.2.2). Giữ các dụng cụ đo chất béo này ở các thứ tự ngẫu nhiên kể từ giai đoạn lắp đến các giai đoạn tiếp theo. Đọc kết quả chính xác đến 0,01 % chất béo (ít nhất do hai người đọc). Hàm lượng chất béo trung bình của bốn mẫu thử thu được với axit sulfuric cần thử không được sai khác quá 0,015 % chất béo so với giá trị trung bình thu được với khi dùng axit sulfuric chuẩn.

5.2 Cồn *iso-amyl*

5.2.1 Thành phần

Cồn *iso-amyl* tối thiểu 98 % phần thể tích phải chứa các rượu bậc một 3-metyl butan 1-ol và 2-metyl butan 1-ol, chỉ được phép có tạp chất chủ yếu là 2-metyl propan 1-ol và butan-1-ol. Rượu này không được chứa các pentanol bậc hai, 2 metyl butan-2-ol, furan-2-al (furfural, furan-2-carboxaldehyt, 2-furaldehyt), gasolin (xăng) và các dẫn xuất của benzen và không được lẫn nước.

5.2.2 Trạng thái vật lý

Cồn *iso-amyl* phải trong và không màu.

5.2.3 Khối lượng riêng

Cồn *iso-amyl* phải có khối lượng riêng là 0,808 g/ml đến 0,818 g/ml ở 20 °C.

5.2.4 Furan-2-al và các tạp phẩm hữu cơ khác

Khi thêm 5 ml cồn *iso-amyl* vào 5 ml axit sulfuric (5.1) chỉ xuất hiện màu vàng hoặc nâu nhạt.

5.2.5 Dài chung cất

Khi còn *iso*-amyl được chưng cất ở áp suất 101,3 kPa¹⁾, không ít hơn 98 % phần thể tích phải được chưng cất dưới 132 °C và không nhiều hơn 5 % phần thể tích được chưng cất dưới 128 °C. Sau khi cất không được có cặn rắn.

Nếu áp suất không khí trong quá trình chưng cất thấp hơn hoặc cao hơn 101,3 kPa, thì nhiệt độ phải được giảm đi hoặc tăng lên ứng với 0,3 °C/kPa.

5.2.6 Phép thử tính phù hợp

5.2.6.1 Mục đích của phép thử

Còn *iso*-amyl có thể đáp ứng được các yêu cầu từ 5.2.1 đến 5.2.5, nhưng có thể không thích hợp cho phương pháp Gerber. Do đó, phải kiểm tra lại tính phù hợp của còn *iso*-amyl trước khi dùng bằng phép thử so sánh sau đây với còn *iso*-amyl chuẩn.

5.2.6.2 Còn *iso*-amyl chuẩn

Chưng cất còn *iso*-amyl đã đáp ứng được các yêu cầu từ 5.2.1. đến 5.2.5 bằng cột chưng cất phân đoạn thích hợp và thu lấy phần cất trong khoảng sôi 2 °C từ 128 °C đến 131,5 °C (xem đoạn 2 của 5.2.5). Áp dụng các phương pháp thử sau đây đối với phần cất.

a) Khi phân tích bằng sắc ký khí lỏng, ít nhất là 99 % phần thể tích phải chứa 3-metyl butan-1-ol và 2-metyl butan-1-ol, chỉ cho phép có các tạp chất ở dạng vết ngoài 2-metylpropan-1-ol và butan-1-ol.

b) Khi chưng cất phân đoạn, thì thu lấy 10 % đầu tiên và 10 % cuối cùng, khi so sánh bằng cách sử dụng qui trình trong 5.2.6.3 thì phải cho các giá trị hàm lượng chất béo sữa không sai khác quá 0,015 % chất béo.

Nếu các phần cất thoả mãn cả hai phép thử này, thì các rượu này được coi là còn *iso*-amyl chuẩn. Còn *iso*-amyl chuẩn có thể dùng trong vài năm, nếu được bảo quản ở chỗ tối và nơi mát.

5.2.6.3 Qui trình so sánh

Xác định lặp lại hai lần hàm lượng chất béo của bốn mẫu sữa nguyên chất có hàm lượng chất béo ở mức trung bình bằng phương pháp Gerber như qui định, sử dụng dụng cụ đo chất béo có sai số chia độ trên toàn bộ thang đo nhỏ hơn 0,01 % và sử dụng axit sulfuric chuẩn (5.1.2.2). Trong mỗi cặp mẫu thử kép một mẫu dùng 1 ml còn *iso*-amyl cần thử và mẫu kia dùng 1 ml còn *iso*-amyl chuẩn (5.2.6.2).

Giữ dụng cụ đo chất béo theo thứ tự ngẫu nhiên từ giai đoạn lắc đến các giai đoạn tiếp theo. Đọc kết quả chính xác đến 0,01 % chất béo (ít nhất có hai người đọc).

Hàm lượng chất béo trung bình của bốn mẫu thử thu được với cồn *iso*-amyl cần thử không được sai khác quá 0,015 % chất béo so với giá trị trung bình thu được khi dùng với cồn *iso*-amyl chuẩn.

Để thay cho cồn *iso*-amyl đã quy định, có thể dùng cồn *iso*-amyl nhân tạo hoặc cồn *iso*-amyl thay thế, có màu, nếu cần, với điều kiện là việc sử dụng như thế đã được chứng minh qua thực nghiệm để không dẫn tới bất cứ một sai khác có ý nghĩa nào về kết quả của phép xác định.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Pipet sữa

6.1.1 Pipet sữa phải có đường chia vạch đơn, có bầu bóp, dung tích được xác định theo thể tích nước ở 20 °C (vùng nhiệt đới là 27 °C) tính bằng mililit, loại pipet xả hết nêu trong Phụ lục A.

Dung tích của pipet xác định bằng phương pháp qui định trong Phụ lục A, không được sai khác với dung tích danh nghĩa quá 0,03 ml khi được xác định theo 6.1.3.

6.1.2 Dung tích của pipet sữa phải đáp ứng được yêu cầu như sau, khi pipet được sử dụng theo qui định trong 9.2 (nghĩa là sử dụng đỉnh mặt lõm của sữa khi điều chỉnh sữa theo vạch chia độ) và chấp nhận bất cứ phương pháp nào để thể hiện kết quả (xem Điều 3) thì giá trị hàm lượng chất béo tìm được thống nhất với giá trị thu được bằng phương pháp chuẩn, sử dụng sữa nguyên chất có hàm lượng chất béo tương đương với mức trung bình được chấp nhận.

Có một số loại pipet sữa cho phép quan sát được phần đáy mặt lõm của sữa trong khi lấy bằng pipet. Nếu sử dụng các pipet đó, thì dung tích của chúng phải sao cho khi sử dụng chúng với sữa có hàm lượng chất béo trung bình thì đáp ứng được các yêu cầu nói trên.

6.1.3 Dung tích thích hợp (xem 6.1.1 và 6.1.2) của pipet sữa phải được thiết lập bằng các phép xác định so sánh dùng phương pháp Gerber qui định và phương pháp chuẩn qui định trong TCVN 6508 (ISO 1211) trên một lượng lớn sữa nguyên chất bao trùm dải rộng về giá trị hàm lượng chất béo. Việc phân tích thống kê các kết quả của các phép xác định này cùng với việc đã biết về hàm lượng chất béo trung bình của sữa trên toàn quốc sẽ được dùng để thiết lập dung tích thích hợp cho pipet sữa. Những phép xác định so sánh này trên sữa nguyên chất cùng với các phép xác định tương tự trên sữa đã tách một phần chất béo hoặc sữa gầy sẽ đưa ra các hiệu chỉnh cho các giá trị Gerber khi cần, trong trường hợp sữa không thuộc loại có hàm lượng chất béo trung bình. Đối với các phép xác định so sánh này, phải dùng dụng cụ đo chất béo có sai số chia độ trên thang đo nhỏ hơn 0,01 % và các dụng cụ đo chất béo có thể đọc chính xác đến 0,01 % chất béo.

6.1.4 Nếu giá trị của chất béo được tính bằng gam chất béo trong 100 ml sữa thì cơ sở của việc so sánh với phương pháp chuẩn phải được nói rõ.

¹⁾ 1 kPa = 10 mbar

TCVN 5504:2010

6.2 Dụng cụ đo chất béo và nắp đầy, theo qui định trong ISO 488.

Sử dụng dụng cụ đo chất béo có thang đo thích hợp đối với hàm lượng chất béo dự kiến của mẫu. Đối với sữa gầy, sử dụng dụng cụ đo chất béo có thang đo từ 0 % đến 0,5 %.

Đối với dụng cụ đo chất béo loại cổ có rãnh khía, thì có thể dùng nắp khoá hoặc nút cao su hai đầu.

Đối với dụng cụ đo chất béo loại cổ phẳng, nên dùng loại nút khoá.

6.3 Dụng cụ đo tự động hoặc **pipet an toàn** để phân phối $10,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ axit sulfuric và đối với sữa gầy thì có thể phân phối $20,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ axit sulfuric (5.1).

6.4 Dụng cụ đo tự động hoặc **pipet an toàn** để phân phối $1,0 \text{ ml} \pm 0,05 \text{ ml}$ axit sulfuric và đối với sữa gầy thì có thể phân phối $2,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ cồn *iso-amyl* (5.2).

6.5 Giá bảo vệ, để lắc các dụng cụ đo chất béo (6.2).

6.6 Máy ly tâm, có thể quay dụng cụ đo chất béo, máy có hộp chỉ thị tốc độ để cho biết số vòng quay trong một min, với mức dung sai tối đa là $\pm 50 \text{ r/min}$ và dùng kiểu máy ly tâm kiểu đứng tốt hơn so với kiểu ngang.

Thiết kế của máy ly tâm phải sao cho nhiệt độ của chất béo trong dụng cụ đo chất béo sau ly tâm (xem 9.6) trong khoảng từ $30 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $50 \text{ }^\circ\text{C}$.

Khi được nạp đầy, máy ly tâm có khả năng tạo được gia tốc ly tâm tương đối là $350 \text{ g} \pm 50 \text{ g}$ trong 2 min tại miệng của dụng cụ đo chất béo. 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 – Bán kính hữu dụng và tốc độ quay để tạo ra gia tốc ly tâm $350 g \pm 50 g$

| 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 |

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

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

Trong đó:

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

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

6.7 Nồi cách thủy, dùng cho dụng cụ đo chất béo có khả năng duy trì được nhiệt độ ở $65^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ và được thiết kế sao cho có thể được giữ được dụng cụ đo chất béo theo tư thế thẳng đứng với phần chia độ ngập hoàn toàn trong nước.

6.8 Nhiệt kế, thích hợp để đặt vào nồi cách thủy (6.7).

6.9 Nồi cách thủy, để chuẩn bị mẫu thử (xem 8.1), nếu cần.

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) [1].

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Điều chỉnh nhiệt độ của mẫu phòng thử nghiệm đến khoảng từ 20 °C đến 30 °C, dùng nồi cách thủy, nếu cần. Trộn kỹ sữa nhẹ nhàng bằng cách đảo chiều chai đựng mẫu nhiều lần nhưng không tạo bọt hoặc tách kem của chất béo. Nếu khó làm phân tán lớp kem hoặc nếu thấy có nổi kem, thì làm ấm sữa trong nồi cách thủy từ từ lên 34 °C đến 40 °C và khuấy nhẹ. Nếu cần, có thể sử dụng dụng cụ khuấy trộn thích hợp để làm phân tán chất béo. Khi chất béo đã phân bố đều, thì nhanh chóng điều chỉnh nhiệt độ của sữa về khoảng 20 °C (vùng nhiệt đới là khoảng 27 °C), ở nhiệt độ pipet được hiệu chuẩn). Để yên sữa sau khi điều chỉnh nhiệt độ lần cuối cùng, để cho bọt khí nổi lên. Thường từ 3 min đến 4 min là đủ, nếu đã dùng thiết bị khuấy trộn thì phải cần tới 2 h sau đó điều chỉnh nhiệt độ tiếp.

CHÚ THÍCH: Nếu sau khi chuẩn bị mẫu thử, thấy có các hạt trắng ở thành chai đựng mẫu hoặc thấy chất béo ở thể lỏng nổi trên bề mặt của mẫu, thì có thể không thu được giá trị đúng về hàm lượng chất béo.

8.2 Ngay sau khi chuẩn bị mẫu thử, tiến hành và hoàn thiện ngay qui trình qui định trong các Điều 9, 11, 12 hoặc Điều 13, khi thích hợp.

9 Cách tiến hành đối với sữa nguyên chất và sữa tách một phần chất béo

CẢNH BÁO – Cần phải có cách để phòng thích hợp, như phải mang tấm che mặt để tránh axit sulfuric bắn vào.

9.1 Lấy 10 ml ± 0,2 ml axit sulfuric (5.1) cho vào dụng cụ đo chất béo (6.2) bằng cách dùng dụng cụ đo tự động hoặc pipet an toàn (6.3), không để axit dính vào cổ dụng cụ đo chất béo hoặc để lọt không khí vào.

9.2 Lật ngược nhẹ nhàng chai đựng mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 8) từ 3 đến 4 lần và đo ngay lấy một thể tích sữa cần thiết cho vào dụng cụ đo chất béo theo cách sau đây.

Hút phần mẫu thử vào pipet sữa (6.1) tới khi mức sữa hơi cao hơn vạch chia độ và lau mặt ngoài của đầu nối của pipet. Giữ pipet thẳng đứng, vạch chia độ ngang tầm mắt và đầu nối chạm vào mặt trong của cổ chai mẫu để nghiêng, để cho sữa ở pipet chảy xuống tới khi đường đỉnh mặt lõm của sữa (không phải đáy của mặt lõm vì như vậy rất khó nhìn) trùng với vạch chia độ (xem đoạn 2 của 6.1.2).

Tháo đầu nối ra khỏi chai đựng mẫu, với dụng cụ đo chất béo giữ ở tư thế thẳng đứng và pipet được giữ nghiêng một góc khoảng 45° với đầu nối ngay dưới cổ dụng cụ đo chất béo, để sữa chảy từ từ vào bên trong dụng cụ đo chất béo để tạo thành một lớp ở bên trên axit, cố gắng tránh làm lẫn sữa với axit. Khi sữa chảy hết, đợi 3 s để đầu pipet chạm vào phần dưới của cổ dụng cụ đo chất béo rồi rút pipet ra. Cần thận để sữa không làm ướt cổ dụng cụ đo chất béo.

9.3 Lấy 1 ml \pm 0,05 ml còn *iso-amyl* (5.2) cho vào dụng cụ đo chất béo, bằng dụng cụ đo tự động hoặc pipet an toàn (6.4). Không để còn *iso-amyl* làm ướt cổ dụng cụ đo chất béo và tránh làm lẫn các chất lỏng có trong dụng cụ đo chất béo ở giai đoạn này.

9.4 Nút chặt dụng cụ đo chất béo mà không làm xáo trộn các chất bên trong. Khi dùng nút có hai đầu, thì phải xiết chặt tới khi phần rộng nhất của nút ít nhất bằng đỉnh cổ. Khi dùng nút khoá thì chèn nút cho đến khi mép của nút tiếp xúc với cổ dụng cụ đo chất béo.

9.5 Lắc và lật ngược dụng cụ đo chất béo, để trong giá bảo vệ (6.5) để phòng dụng cụ bị vỡ hoặc nút bị tuột, cho đến khi các chất chứa bên trong được trộn đều và tới khi protein bị hoà tan hoàn toàn, nghĩa là tới khi không còn thấy có những hạt màu trắng.

9.6 Đặt ngay dụng cụ đo chất béo vào máy ly tâm (6.6), cho ly tâm với tốc độ cần thiết để đạt được gia tốc ly tâm tương đối là $350 g \pm 50 g$ trong 2 min, duy trì tốc độ này trong 4 min.

9.7 Lấy dụng cụ đo chất béo ra khỏi máy ly tâm và nếu cần, điều chỉnh lại nút đẩy để đưa cột chất béo lên thang đo. Đặt dụng cụ đo chất béo, nút đẩy hướng xuống dưới, vào nồi cách thủy (6.7) ở nhiệt độ $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong dưới 3 min và không quá 10 min. Mực nước phải cao hơn đỉnh cột chất béo.

9.8 Lấy dụng cụ đo chất béo ra khỏi nồi cách thủy và cẩn thận chỉnh lại nút đẩy để đưa đáy cột chất béo về tới mép trên của vạch chia độ, tốt nhất là vạch chính, nhưng không làm dịch chuyển cột chất béo. Nếu dùng nút cao su cứng, thì việc điều chỉnh nên thực hiện bằng cách nới nhẹ nút, không đẩy nút quá sâu vào cổ. Nếu dùng nút khoá, thì chèn khoá vào và tác dụng một lực vào vừa đủ để nâng cột chất béo lên vị trí cần thiết.

Chú ý sao cho các số đọc của thang đo trùng khớp số đọc của đáy cột chất béo, chú ý không làm dịch chuyển cột chất béo, ghi lại càng nhanh càng tốt điểm trùng số đọc của thang đo với điểm thấp nhất của mặt lõm chất béo tại đỉnh cột chất béo. Lấy số đọc tại đỉnh cột chất béo chính xác đến một nửa vạch chia nhỏ nhất. Trong khi đọc, giữ dụng cụ đo chất béo thẳng đứng với điểm cần đọc ở ngang tầm mắt. Ghi lại sự sai khác giữa hai lần đọc (xem 10.1).

CHÚ THÍCH: Nếu chất béo bị vẩn đục hoặc có màu tối hoặc thấy có chất màu đen hoặc màu trắng ở đáy cột chất béo, thì giá trị hàm lượng chất béo thu được sẽ không chính xác.

9.9 Nếu muốn kiểm tra lại giá trị thu được, thì đặt dụng cụ đo chất béo vào nồi cách thủy (6.7) ở $65^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ không dưới 3 min và không quá 10 min, sau đó lấy dụng cụ đo chất béo ra khỏi nồi cách thủy và tiến hành đọc như trong 9.8.

9.10 Các phép xác định so sánh định kỳ bằng phương pháp Gerber qui định trong tiêu chuẩn này và bằng phương pháp chuẩn nêu trong TCVN 6508 (ISO 1211) cần được thực hiện để đảm bảo rằng phương pháp Gerber đáp ứng được định nghĩa nêu trong 3.1.

TCVN 5504:2010

10 Biểu thị kết quả

10.1 Phương pháp tính toán

Hàm lượng chất béo trong sữa là:

$$B - A$$

Trong đó: A là số đọc tại đáy cột chất béo;

B là số đọc tại đỉnh cột chất béo.

Biểu thị hàm lượng chất béo theo gam chất béo trong 100 g sữa hoặc 100 ml sữa tùy theo đơn vị được sử dụng trên thang đo của pipet.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không vượt quá giá trị tương ứng với một vạch chia nhỏ nhất của dụng cụ đo chất béo. Khi dùng dụng cụ đo chất béo có sai số chia độ thang chia nhỏ hơn 0,01 % (ví dụ xem 6.1.3) thì chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định thu được theo qui định không được vượt quá giá trị tương ứng với một nửa vạch chia nhỏ nhất của thang chia.

10.3 Hiệu chỉnh kết quả

Nếu kết quả đạt được nằm ngoài khoảng giới hạn mà trong đó pipet sữa cụ thể đã dùng cho các kết quả thống nhất với kết quả của phương pháp chuẩn, thì có thể áp dụng hiệu chỉnh thích hợp (xem 6.1.3), nếu cần.

10.4 Độ chụm đặc biệt

Đối với các phép xác định so sánh đã nêu trong 9.10 và đối với các mục đích đặc biệt khác đòi hỏi giá trị Gerber cho chất béo càng chính xác càng tốt, thì sử dụng dụng cụ đo chất béo có sai số chia độ trên thang chia nhỏ hơn 0,01 % và đọc dụng cụ đo chất béo chính xác đến 0,01 % chất béo. Nếu cần, áp dụng việc hiệu chỉnh nêu trong 10.3.

11 Quy trình sửa đổi đối với sữa có chứa chất bảo quản

11.1 Quy trình sau đây áp dụng cho một số trường hợp cụ thể đối với sữa nguyên chất và sữa đã tách một phần chất béo, sữa tươi nguyên liệu hoặc sữa thanh trùng đã bổ sung chất bảo quản (ví dụ: Kali dicromat, thủy ngân (II) clorua hoặc hỗn hợp của cả hai loại). Quy trình này có thể áp dụng với điều kiện

nồng độ của chất bảo quản trong sữa, thời gian và điều kiện bảo quản của loại sữa này phải đảm bảo kết quả của phép xác định cũng giống như kết quả thu được đối với sữa tươi không có chất bảo quản.

Nếu sữa chứa các chất bảo quản là sữa đã qua quá trình đồng hóa, thì thực hiện theo qui trình trong Điều 12, nhưng nếu cần phải đảm bảo rằng protein được hoà tan hoàn toàn ở giai đoạn thích hợp trong qui trình như qui định trong 11.4.

Nếu sữa chứa các chất bảo quản là sữa gầy, thì thực hiện theo qui trình trong Điều 13, nhưng nếu cần phải đảm bảo rằng protein được hoà tan hoàn toàn ở giai đoạn thích hợp trong qui trình như qui định trong 11.4.

11.2 Sử dụng các thuốc thử và các thiết bị như qui định trong Điều 5 và Điều 6.

11.3 Chuẩn bị mẫu thử như trong Điều 8. Sữa chứa các chất bảo quản thường đòi hỏi một giai đoạn làm nóng từ từ lên khoảng 35 °C đến 40 °C để đảm bảo cho lớp kem được phân tán hoàn toàn.

11.4 Thực hiện qui trình trong Điều 9. Đối với sữa có chứa chất bảo quản, thì có thể gặp khó khăn khi hoà tan hoàn toàn protein (xem 9.5). Trong trường hợp này, đặt dụng cụ đo chất béo, nút đáy hướng xuống dưới, vào nồi cách thuỷ (6.7) để ở 65 °C ± 2 °C, thỉnh thoảng lắc và lật ngược dụng cụ đo chất béo đến khi không còn thấy các hạt màu trắng. Sau đó tiến hành theo qui định trong 9.6 đến 9.9.

Nếu thời gian cần thiết đặt dụng cụ đo chất béo trong nồi cách thuỷ để hoà tan protein vượt quá 10 min, thì phương pháp này không cho kết quả chính xác và không áp dụng cho mẫu.

11.5 Tính hàm lượng chất béo theo 10.1. Áp dụng các yêu cầu nêu trong 10.2, 10.3 và 10.4

12 Qui trình sửa đổi áp dụng cho sữa đã qua quá trình đồng hóa (xem chú thích trong Điều 1)

12.1 Sử dụng các thuốc thử và các thiết bị được qui định trong các Điều 5 và 6, tương ứng.

12.2 Chuẩn bị mẫu thử như theo qui định trong Điều 8.

12.3 Thực hiện qui trình qui định trong 9.1 đến 9.8 và thu được giá trị đầu tiên về hàm lượng chất béo.

Khi cần kiểm tra đồng thời một số mẫu thì bắt đầu đọc mẫu đầu tiên của loạt mẫu sau 3 min. Sau khi đọc, đặt lại từng dụng cụ đo chất béo vào nồi cách thuỷ (6.7) ở 65 °C ± 2 °C. Số lượng dụng cụ đo chất béo không được quá nhiều để có thể đọc trong giới hạn thời gian quy định ở 9.7.

12.4 Lập lại qui trình nêu trong 9.6, 9.7, 9.8 và thu được giá trị thứ hai về hàm lượng chất béo. Nếu giá trị thứ hai không vượt giá trị thứ nhất quá một nửa khoảng chia nhỏ nhất của thang chia, thì giá trị thứ hai sẽ được ghi là hàm lượng chất béo của sữa.

TCVN 5504:2010

12.5 Nếu giá trị thứ hai vượt giá trị thứ nhất quá một nửa vạch chia nhỏ nhất của thang chia thì lập lại qui trình trong 9.6, 9.7, 9.8 để thu được giá trị thứ ba của hàm lượng chất béo. Nếu giá trị thứ ba không vượt giá trị thứ hai quá một nửa vạch chia nhỏ nhất của thang chia thì giá trị này sẽ là hàm lượng chất béo của sữa.

12.6 Nếu giá trị thứ ba vượt giá trị thứ hai quá một nửa vạch chia nhỏ nhất của thang chia, thì lập lại qui trình trong 9.6, 9.7, 9.8 và thu được giá trị thứ tư về hàm lượng chất béo. Giá trị thứ tư sẽ được ghi là hàm lượng chất béo của sữa nhưng nếu giá trị này vượt quá giá trị thứ ba quá một nửa vạch chia nhỏ nhất của thang chia thì độ chính xác còn bị nghi ngờ.

12.7 Tính hàm lượng chất béo theo 10.1. Áp dụng các yêu cầu nêu trong 10.2, 10.3 và 10.4.

CHÚ THÍCH: Nếu sau một vài lần ly tâm mà chất béo bị đục hoặc có màu tối hoặc nếu có các chất màu đen và màu trắng tại đáy cột chất béo thì giá trị của hàm lượng chất béo sẽ không chính xác.

13 Qui trình sửa đổi đối với sữa gầy

13.1 Sử dụng dụng cụ đo tự động hoặc pipet an toàn (6.3 và 6.4) để phân phối $20,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ axit sulfuric (5.1) và $2,0 \text{ ml} \pm 0,05 \text{ ml}$ cồn *iso-amyl* (5.2), tương ứng, vào dụng cụ đo chất béo (6.2) từ 0 % đến 0,5 %.

13.2 Dùng pipet sữa (6.1) cho phần mẫu thử với thể tích gấp đôi bình thường ($2 \times 10,77$) ml, đã chuẩn bị theo Điều 8, ở nhiệt độ $20 \text{ }^\circ\text{C}$, vào dụng cụ đo chất béo.

13.3 Tiến hành qui trình trong 9.1 đến 9.7. Sau đó lấy dụng cụ đo chất béo ra khỏi nồi cách thủy, cho ly tâm ngay (9.6) và chỉnh nhiệt độ (5.7) rồi tiếp tục.

13.4 Tính hàm lượng chất béo biểu kiến theo 10.1. Áp dụng việc hiệu chỉnh thích hợp như đã được xác định bằng phân tích thống kê các kết quả của phép xác định so sánh trên các loại sữa gầy có các hàm lượng chất béo khác nhau bằng phương pháp Gerber (xem 10.3) và phương pháp chuẩn Rose-Gottlieb trong TCVN 6508 (ISO 1211) (xem 6.1.3).

Nếu không đủ chất béo trong dụng cụ đo chất béo để lấy được số đọc trên thang đo, thì hàm lượng chất béo không thể tính được theo 10.1, trong trường hợp này, ghi lại hàm lượng chất béo biểu kiến là (ví dụ): "không có", "dạng vết".

14 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử nghiệm đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- e) kết quả thử nghiệm thu được;
- f) phương pháp biểu thị "hàm lượng chất béo" (theo phần khối lượng hoặc theo nồng độ khối lượng);
- g) dung tích của pipet sữa;
- h) dải thang đo của dụng cụ đo chất béo;
- i) nêu rõ kết quả đã được hiệu chỉnh hay không hiệu chỉnh theo 10.3 và khi có thực hiện qui trình trong 10.4;
- j) mọi quan sát cho thấy kết quả bị nghi ngờ (ví dụ, xem các chú thích trong 8.1, 9.8 và 12.7, đoạn hai của 11.4 và 12.6).

Phụ lục A

(Quy định)

Quy trình kiểm tra dung tích của pipet sữa

- A.1** Tiến hành các thao tác sau đây ở nhiệt độ phòng và với nước và pipet cũng ở nhiệt độ phòng.
- A.2** Hút nước cất vào trong một pipet sữa đã rửa sạch cho đến khi mức nước cao hơn vạch chia độ một vài milimet, sau đó lau sạch nước ở bên ngoài đầu nối của pipet. Giữ pipet thẳng đứng với vạch chia để ngang tầm mắt, để cho nước chảy từ pipet cho đến khi điểm thấp nhất của mặt lõm trùng với vạch chia độ. Loại bỏ nước dính ở đầu của đầu nối bằng cách cho đầu này chạm vào mặt trong của cốc thủy tinh có mở để nghiêng.
- A.3** Giữ pipet theo phương thẳng đứng và đầu nối chạm vào phần bên trong của cốc cân để nghiêng (cốc này đã được cân) và để cho nước chảy tự do từ pipet cho đến khi thấy nước ngừng chảy. Sau 3 s lấy cốc cân khỏi vòi, đẩy nút lại và đưa cân, tính khối lượng nước do pipet chuyển sang. Ghi lại nhiệt độ của nước chính xác đến 0,1 °C. Sử dụng các Bảng thích hợp dùng trong hiệu chuẩn thể tích dụng cụ thủy tinh, tính dung tích của pipet theo thể tích của nước, bằng mililit ở 20,0 °C (ở các nước nhiệt đới là 27,0 °C) do pipet chuyển sang.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Lấy mẫu.*
-