TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6508 : 2011

ISO 1211 : 2010

Xuất bản lần 3

SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO- PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)

Milk. Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 6508:2011 thay thế TCVN 6508:2007;

TCVN 6508:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 1211:2010/IDF 1:2010;

TCVN 6508:2011 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 – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)

Milk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method)

CẢNH BÁO – Việc áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không thể đưa ra được tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn sức khỏe thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất béo của sữa có đặc tính chất lượng li hóa tốt.

Phương pháp này có thể áp dụng cho sữa bò nguyên liệu, sữa cừu nguyên liệu, sữa dê nguyên liệu, sữa đã tách một phần chất béo, sữa gầy, sữa bảo quản bằng hóa chất và sữa chế biến dạng lỏng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng được khi yêu cầu độ chính xác cao hơn đối với sữa gầy, ví dụ: để thiết lập hiệu quả làm việc của bộ tách cream.

CHÚ THÍCH TCVN 6833 (ISO 7208)[7] quy định phương pháp đặc thù cho các sản phẩm sữa gầy.

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).

ISO 3889 *Milk and milk products – Mojonnier type fat extraction flasks (Sữa và sản phẩm sữa – Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng chất béo của sữa (fat content of milk)

Phần khối lượng của các chất xác định được bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng chất béo được tính bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử trong dung dịch etanol amoniac được chiết bằng dietyl ete và dầu nhẹ. Loại bỏ các dung môi bằng cách chưng cất hoặc cho bay hơi. Xác định khối lượng của các chất chiết được.

CHÚ THÍCH Nguyên tắc này thường được gọi là nguyên tắc Röse-Gottlieb

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác và sử dụng nước cất, nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương.

Các thuốc thử không được để lại lượng cặn đáng kể khi thực hiện phép thử theo quy định (xem 9.3.2).

5.1 Dung dịch amoniac, chứa khoảng 25 % khối lượng NH_3, [ρ_{20} (NH_3) = 910 g/l]

Nếu không có sẵn dung dịch amoniac nồng độ như trên thì có thể sử dụng dung dịch có nồng độ đậm đặc hơn đã biết (xem 9.5.1).

5.2 Etanol (C_2H_5OH), hoặc etanol đã được biến tính bằng metanol, có chứa ít nhất 94 % thể tích etanol (xem A.4).

5.3 Dung dịch đỏ Congo

Hoà tan 1 g đỏ Congo ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) trong nước đựng trong bình định mức một vạch dung tích 100 ml (6.14). Pha loãng bằng nước đến vạch.

CHÚ THÍCH Dung dịch này để phân biệt rõ hơn lớp phân cách giữa dung môi với nước và việc sử dụng dung dịch này là tuỳ chọn (xem 9.5.2). Có thể sử dụng các dung dịch màu khác với điều kiện là chúng không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

CẢNH BÁO – Đỏ Congo là chất gây ung thư.

5.4 Dietyl ete ($C_2H_5OC_2H_5$), không chứa các peroxit (xem A.3) và phù hợp với các yêu cầu đối với phép thử trắng (xem 9.3.2 và A.2).

CẢNH BÁO – Việc sử dụng dietyl ete có thể gây nguy hiểm. Cần tuân thủ các quy định về an toàn khi xử lí, sử dụng và thải bỏ thuốc thử này.

5.5 Dầu nhẹ, có dải nhiệt độ sôi từ 30 °C đến 60 °C hoặc tương đương, **pentan** ($CH_3[CH_2]_3CH_3$) có điểm sôi 36 °C, phù hợp với các yêu cầu cho phép thử trắng (xem 9.3.2, A.1 và A.2).

5.6 Dung môi hỗn hợp

Ngay trước khi sử dụng, trộn các thể tích bằng nhau của dietyl ete (5.4) và dầu nhẹ (5.5).

6 Thiết bị, dụng cụ

CẢNH BÁO – Vì việc xác định buộc phải sử dụng các dung môi bay hơi dễ cháy, nên các thiết bị điện được dùng phải tuân theo quy định an toàn khi sử dụng các dung môi này.

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

6.1 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc đến 0,1 mg.

6.2 Máy li tâm, có thể giữ các bình chiết chất béo hoặc các ống chiết (6.6) có thể quay với vận tốc từ 500 r/min đến 600 r/min để tạo ra được gia tốc hướng tâm khoảng 80*g* đến 90*g* tại miệng bình chiết hoặc ống chiết.

Việc sử dụng máy li tâm là tuỳ chọn, nhưng nên sử dụng loại thiết bị này (xem 9.5.5).

6.3 Thiết bị chưng cất hoặc **thiết bị làm bay hơi**, thích hợp để chưng cất các dung môi và etanol từ bình nón hoặc bình đun sôi, hoặc làm bay hơi từ các đĩa (xem 9.5.12) ở nhiệt độ không quá 100 °C.

6.4 Tủ sấy, chạy bằng điện, có cửa thông gió mở hoàn toàn, có thể duy trì được nhiệt độ 102 °C ± 2 °C trong toàn bộ khoang sấy.

Tủ sấy được gắn với một nhiệt kế thích hợp.

6.5 Nồi cách thuỷ, có thể duy trì nhiệt độ trong khoảng 35 °C đến 40 °C.

6.6 Bình chiết chất béo kiểu Mojonnier, theo quy định trong ISO 3889.

CHÚ THÍCH Cũng có thể dùng ống chiết chất béo, có si phông hoặc nối với chai rửa, nhưng khi đó quy trình này có khác (xem Phụ lục B).

Các bình chiết chất béo phải được đậy bằng nút bần chất lượng tốt hoặc nắp bằng vật liệu khác [ví dụ: cao su silicon hoặc polytetrafloetylen (PTFE)] không bị ảnh hưởng bởi thuốc thử được sử dụng. Nút bần phải được chiết bằng dietyl ete (5.4), ngâm trong nước ít nhất 15 min ở nhiệt độ 60 °C hoặc lớn hơn và sau đó được làm nguội trong nước sao cho chúng bão hòa nước khi được sử dụng.

6.7 Giá, thích hợp để giữ bình chiết chất béo (hoặc ống chiết chất béo) (6.6).

6.8 Chai rửa, thích hợp để sử dụng với dung môi hỗn hợp (5.6).

Không dùng chai rửa làm bằng chất dẻo.

6.9 Bình thu nhận chất béo, như bình đun sôi (đáy phẳng), có dung tích từ 125 ml đến 250 ml, bình nón có dung tích 250 ml hoặc các đĩa kim loại.

Nếu sử dụng đĩa kim loại thì đĩa phải bằng thép không rỉ, đáy phẳng, đường kính từ 80 mm đến 100 mm, chiều cao khoảng 50 mm.

6.10 Hạt trợ sôi, không chứa chất béo, bằng sứ không xốp hoặc cacbua silicon hoặc thủy tinh. Việc sử dụng chúng là tùy ý.

6.11 Ống đong, dung tích 5 ml và 25 ml, phù hợp với loại A của TCVN 8488 (ISO 4788)[4] hoặc dụng cụ bất kì khác thích hợp đối với sản phẩm.

6.12 Pipet chia độ, dung tích 10 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7150 (ISO 835)[2].

6.13 Bộ kẹp, bằng kim loại để giữ bình, cốc có mỏ hoặc đĩa.

6.14 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042)[3].

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)[1].

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

Bảo quản mẫu phòng thử nghiệm ở nhiệt độ trong khoảng từ 2 °C đến 6 °C từ khi lấy mẫu cho đến khi tiến hành thử nghiệm.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Làm ấm mẫu thử đến nhiệt độ 38 °C ± 2 °C bằng nồi cách thuỷ (6.5). Trộn kỹ mẫu thử một cách nhẹ nhàng, bằng cách lật ngược chai đựng mẫu, tránh tạo bọt hoặc tạo kem. Sau đó làm nguội nhanh mẫu thử đến khoảng 20 °C ± 2 °C.

Nếu có thể thu được mẫu thử đồng nhất mà không cần phải làm ấm trước (ví dụ: đối với các mẫu sữa gầy) thì đưa mẫu thử về nhiệt độ 20 °C ± 2 °C, trộn kỹ mẫu một cách nhẹ nhàng, bằng cách lật ngược chai đựng mẫu nhiều lần.

Giá trị thực của hàm lượng chất béo có thể sẽ không như mong muốn khi:

a) sữa bị đảo trộn mạnh;

b) cảm nhận được mùi đặc trưng của các axit béo tự do;

CHÚ THÍCH Sữa dê thường chứa các axit béo tự do ở mức thấp, mà thường không chiết được hoàn toàn bằng phương pháp này

c) nếu nhìn thấy hạt trắng bám trên thành của chai đựng mẫu hoặc những mảng chất béo nhỏ trên bề mặt mẫu thử trong hay sau khi chuẩn bị mẫu thử.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Nếu cần phải kiểm tra về giới hạn lặp lại (11.2) có đáp ứng được hay không thì tiến hành hai phép xác định riêng rẽ theo 9.2 đến 9.5.

CHÚ THÍCH Quy trình thay thế sử dụng ống chiết chất béo có gắn với si phông hoặc chai rửa (xem Chú thích trong 6.6) được nêu trong Phụ lục B.

9.2 Phần mẫu thử

Trộn mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 8) bằng cách đảo ngược chai nhẹ nhàng ba lần hoặc bốn lần. Cân ngay từ 10 g đến 11 g mẫu thử, trực tiếp hoặc gián tiếp, chính xác đến 1 mg, cho vào các bình chiết chất béo (6.6).

Chuyển càng triệt để càng tốt phần mẫu thử sang bầu thấp (nhỏ) hơn của bình chiết chất béo.

9.3 Phép thử trắng

9.3.1 Phép thử trắng đối với phương pháp

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định, sử dụng cùng quy trình và dùng cùng một loại thuốc thử, nhưng thay phần mẫu thử trong 9.2 bằng 10 ml nước (xem A.1).

Khi phân tích một mẻ mẫu thử thì số lần làm khô có thể khác nhau giữa các mẫu khác nhau. Nếu một mẫu trắng được sử dụng cho toàn bộ mẻ thì phải đảm bảo rằng giá trị mẫu trắng được dùng trong tính toán hàm lượng chất béo của bất kì mẫu riêng rẽ nào cũng đều thu được trong cùng các điều kiện giống với điều kiện của từng mẫu riêng rẽ.

Nếu giá trị thu được trong phép thử trắng này vượt quá 1,0 mg thì kiểm tra thuốc thử, nếu trước đó chưa được kiểm tra (9.3.2). Việc hiệu chỉnh giá trị lớn hơn 2,5 mg cần được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

9.3.2 Phép thử trắng đối với thuốc thử

Tiến hành phép thử trắng theo 9.3.1 để kiểm tra chất lượng của thuốc thử. Sử dụng thêm một bình thu nhận chất béo rỗng, được chuẩn bị theo 9.4 với mục đích kiểm soát khối lượng. Các thuốc thử không được để lại lượng cặn lớn hơn 1,0 mg (xem A.2).

Nếu phần cặn thu được trong phép thử trắng đối với thuốc thử lớn hơn 1,0 mg thì xác định lượng cặn của từng dung môi riêng rẽ bằng cách chưng cất lần lượt 100 ml dietyl ete (5.4) và dầu nhẹ (5.5). Sử dụng một bình thu nhận chất béo rỗng, được chuẩn bị theo mô tả ở trên với mục đích kiểm soát khối lượng, để thu được khối lượng thực của cặn, khối lượng này không được lớn hơn 1,0 mg.

Thay các thuốc thử, dung môi không đạt yêu cầu, hoặc chưng cất lại các dung môi.

9.4 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Làm khô bình thu nhận chất béo (6.9) cùng vài hạt trợ sôi (6.10) trong tủ sấy (6.4) duy trì nhiệt độ 102 °C ± 2 °C trong thời gian 1 h.

CHÚ THÍCH 1 Hạt trợ sôi là để giúp cho sôi nhẹ trong suốt quá trình loại bỏ các dung môi, đặc biệt trong trường hợp sử dụng bình thu nhận chất béo bằng thuỷ tinh.

Bảo vệ bình thu nhận chất béo khỏi bụi và để nguội đến nhiệt độ phòng cân. Làm nguội bình thu nhận chất béo bằng thủy tinh ít nhất trong 1 h, đĩa kim loại ít nhất 30 min. Không nên đặt bình thu nhận chất béo trong bình hút ẩm để tránh chưa đủ nguội hoặc thời gian làm nguội bị kéo dài.

Dùng bộ kẹp (6.13) đặt bình thu nhận chất béo lên cân. Cân bình thu nhận chất béo, chính xác đến 1,0 mg.

CHÚ THÍCH 2 Tốt nhất là dùng kẹp để tránh làm thay đổi nhiệt độ.

9.5 Phép xác định

9.5.1 Tiến hành xác định trong vòng 1 h khi mẫu được cân.

Thêm 2 ml dung dịch amoniac (5.1) hoặc một thể tích tương ứng của dung dịch amoniac đậm đặc hơn (xem Chú thích ở 5.1) vào phần mẫu thử trong bình chiết chất béo (9.2). Trộn kỹ phần mẫu thử đựng trong bầu nhỏ của bình chiết chất béo.

9.5.2 Thêm 10 ml etanol (5.2). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng bằng cách cho lượng chứa trong bình chiết chất béo chảy đi chảy lại giữa bầu lớn và bầu nhỏ. Tránh để cho chất lỏng dâng lên quá gần cổ bình. Nếu cần, thêm hai giọt dung dịch đỏ Congo (5.3).

9.5.3 Thêm 25 ml dietyl ete (5.4). Đậy bình chiết chất béo bằng nút bần đã bão hoà nước (xem 6.6) hoặc đậy bằng nắp làm bằng vật liệu khác đã được làm ẩm bằng nước (xem 6.6). Lắc mạnh bình trong vòng 1 min nhưng không lắc quá mạnh để tránh tạo nhũ.

Trong quá trình lắc, giữ bình chiết chất béo ở tư thế nằm ngang và bầu nhỏ hướng lên trên, định kì cho chất lỏng trong bầu lớn chảy sang bầu nhỏ. Cẩn thận mở nắp đậy, tráng nắp và phía trong cổ bình chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Dùng chai rửa (6.8) sao cho nước rửa chảy vào bình.

9.5.4 Thêm 25 ml dầu nhẹ (5.5). Đậy nắp bình. Trộn lại trong vòng 30 s theo 9.5.3.

9.5.5 Li tâm bình chiết chất béo đã đậy kín trong thời gian từ 1 min đến 5 min ở gia tốc quay từ 80*g* đến 90*g*. Nếu không có máy li tâm (6.2) thì để yên bình chiết chất béo đậy kín trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi lớp nổi phía trên trong và tách hẳn khỏi lớp nước.

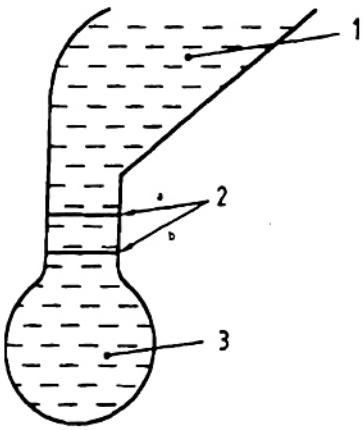
9.5.6 Cẩn thận tháo nắp bình, dùng một ít dung môi hỗn hợp (5.6) để tráng nắp và phía trong cổ bình chiết chất béo. Dùng chai rửa (6.8) để tráng sao cho nước rửa chảy vào bình. Nếu mặt lớp phân cách thấp hơn chỗ thắt cổ bình thì cần nâng cao mức này lên một chút bằng cách nhẹ nhàng thêm nước theo thành bình (xem Hình 1) để dung môi có thể gạn được dễ dàng.

CHÚ THÍCH Trong Hình 1 và Hình 2 mô tả một trong ba loại bình chiết chất béo được quy định trong ISO 3889, nhưng điều này không có nghĩa là loại bình này được ưu tiên hơn các loại khác.

9.5.7 Giữ bầu nhỏ của bình chiết chất béo và cẩn thận gạn càng triệt để càng tốt lớp nổi trên bề mặt (xem Hình 1) vào bình thu nhận chất béo đã chuẩn bị (9.4). Không gạn bất kì phần nào của lớp nước vào bình (xem Hình 2).

9.5.8 Tráng phía ngoài cổ bình chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Thu lấy nước rửa vào bình thu nhận chất béo. Chú ý không để dung môi hỗn hợp tràn ra bên ngoài bình chiết. Nếu cần, loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình thu nhận chất béo bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi theo 9.5.12.

9.5.9 Thêm 5 ml etanol (5.2) vào bình chiết chất béo. Trộn đều theo 9.5.2. Nếu trước đó đã dùng dung dịch đỏ Congo (5.3) thì không thêm dung dịch này nữa.



CHÚ DẪN

1 Dung môi

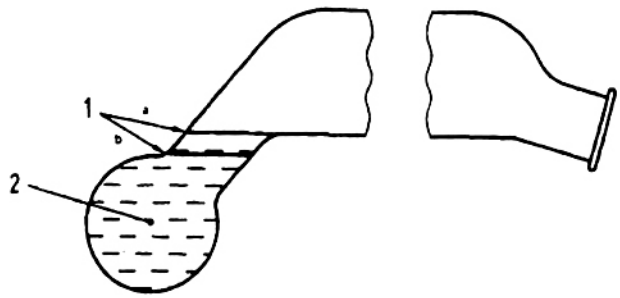
2 Lớp phân cách

3 Lớp chất lỏng

a Ở lần chiết thứ hai và lần chiết thứ ba

b Ở lần chiết thứ nhất

Hình 1 – Trước khi gạn



CHÚ DẪN

1 Lớp phân cách

2 Lớp chất lỏng

a Ở lần chiết thứ hai và lần chiết thứ ba

b Ở lần chiết thứ nhất

Hình 2 – Sau khi gạn

9.5.10 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác theo quy định trong 9.5.3 đến hết 9.5.7. Chỉ dùng 15 ml dietyl ete (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5) thay vì dùng 25 ml. Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách đến giữa cổ bình (xem Hình 1) bằng cách nhẹ nhàng thêm nước theo thành bình (xem Hình 1) để có thể gạn được dung môi càng triệt để càng tốt (xem Hình 2).

9.5.11 Thực hiện chiết lần ba, không cho thêm etanol, bằng cách lặp lại các thao tác theo quy định trong 9.5.3 đến 9.5.7. Chỉ sử dụng 15 ml dietyl ete (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5). Nếu cần, nâng cao mặt lớp phân cách đến giữa cổ bình (xem Hình 1) bằng cách nhẹ nhàng thêm nước theo thành bình để gạn được dung môi càng triệt để càng tốt (xem Hình 2).

Có thể bỏ qua lần chiết thứ ba đối với sữa có hàm lượng chất béo nhỏ hơn 0,5 % khối lượng.

9.5.12 Loại bỏ các dung môi (kể cả etanol) càng triệt để càng tốt khỏi bình thu nhận chất béo bằng cách chưng cất nếu sử dụng bình đun sôi hoặc bình nón, hoặc bằng cách làm bay hơi nếu sử dụng cốc có mỏ hoặc đĩa (xem 6.3). Tráng thành trong của cổ bình đun sôi hoặc bình nón bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6) trước khi bắt đầu chưng cất.

9.5.13 Đun nóng bình thu nhận chất béo trong tủ sấy (6.4) duy trì ở nhiệt độ 102 °C ± 2 °C trong thời gian 1 h, đối với bình nón hoặc bình đun sôi thì đặt chúng nằm nghiêng để hơi dung môi thoát ra được.

Lấy bình thu nhận chất béo ra khỏi tủ sấy và kiểm tra ngay xem chất béo đã trong hay chưa. Nếu chất béo không trong thì có thể chứa tạp chất béo và phải lặp lại toàn bộ quy trình. Nếu chất béo trong thì bảo vệ bình thu nhận chất béo khỏi bụi và để nguội bình đến nhiệt độ phòng cân. Làm nguội bình thu nhận chất béo bằng thuỷ tinh ít nhất là 1 h còn đối với đĩa kim loại ít nhất là 30 min. Tránh việc làm nguội chưa đủ hoặc làm nguội quá lâu, không làm nguội bình thu nhận chất béo trong bình hút ẩm.

Không lau bình thu nhận chất béo ngay trước lúc cân. Dùng bộ kẹp (6.13) để đặt bình thu nhận chất béo lên cân phân tích (6.1). Cân bình thu nhận chất béo, chính xác đến 1,0 mg.

9.5.14 Đun nóng bình thụ nhận chất béo thêm 30 min trong tủ sấy (6.4) được duy trì nhiệt độ 102 °C ± 2 °C, đối với bình nón hoặc bình đun sôi thì đặt chúng nằm nghiêng để hơi dung môi thoát ra được. Để nguội và cân lại theo 9.5.13. Nếu cần, lặp lại các quy trình đun nóng và cân cho đến khi chênh lệch khối lượng của bình thu nhận chất béo giữa hai lần cân liên tiếp bằng hoặc nhỏ hơn 2,0 mg. Ghi khối lượng tối thiểu là khối lượng của bình thu nhận chất béo và của chất chiết được.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng chất béo của mẫu thử, w_f, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo Công thức (1):

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \qquad (1)$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (9.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của bình thu nhận chất béo và chất chiết được, xác định được trong 9.5.14, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình thu nhận chất béo đã chuẩn bị (9.4), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của bình thu nhận chất béo sử dụng trong phép thử trắng (9.3.1) và chất chiết xác định được trong 9.5.14, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của bình thu nhận chất béo (9.4) sử dụng trong phép thử trắng (9.3.1), tính bằng gam (g).

10.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến hai chữ số thập phân.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ phép thử nghiệm liên phòng này được xác định theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)[5] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)[6].

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục C và Phụ lục D tương ứng (xem [8]). Các giá trị này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 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 được quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

a) 0,031 % khối lượng, đối với sữa bò gầy;

b) 0,036 % khối lượng, đối với sữa bò đã tách một phần chất béo;

c) 0,043 % khối lượng, đối với sữa bò nguyên chất;

d) 0,030 % khối lượng, đối với sữa dê;

e) 0,069 % khối lượng, đối với sữa cừu.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

a) 0,043 % khối lượng, đối với sữa bò gầy;

b) 0,042 % khối lượng, đối với sữa bò đã tách một phần chất béo;

c) 0,056 % khối lượng, đối với sữa bò nguyên chất;

d) 0,052 % khối lượng, đối với sữa dê;

e) 0,096 % khối lượng, đối với sữa cừu.

12 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) mọi điều kiện thao tác không quy 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) việc điều chỉnh, nếu giá trị lớn hơn 2,5 mg thu được trong phép thử trắng đối với phương pháp;

f) kết quả thử nghiệm thu được và nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(tham khảo)

Lưu ý về cách tiến hành

A.1 Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định (xem 9.3.1)

Giá trị thu được trong phép thử trắng, được tiến hành đồng thời với phép xác định, có thể cho giá trị biểu kiến của các chất chiết được từ phần mẫu thử ($m_1 - m_2$) phải được điều chỉnh theo sự có mặt của các chất không bay hơi chiết được từ thuốc thử cũng như khi có bất kì sự thay đổi nào về điều kiện môi trường của phòng cân và chênh lệch nhiệt độ giữa bình thu nhận chất béo và phòng cân của hai lần cân (9.5.14 và 9.4). Khi một mẫu trắng được sử dụng cho một mẻ mẫu thử thì phải đảm bảo rằng bình mẫu trắng cùng với các bình mẫu thử đạt tới khối lượng không đổi.

Để tính hàm lượng chất béo, sử dụng khối lượng bình thu nhận chất béo trong phép thử trắng tương ứng với chu kì sấy khô của bình đựng mẫu thử [nghĩa là đối với bình đựng mẫu thử đạt được khối lượng không đổi ở chu kì sấy khô n thì sử dụng khối lượng mẫu trắng ở chu kì sấy khô là n; đối với chu kì sấy (n + 1) thì sử dụng khối lượng mẫu trắng có chu kì sấy khô (n + 1)... (xem 9.3.1)].

Trong các điều kiện thích hợp như giá trị thấp trong phép thử trắng đối với thuốc thử, nhiệt độ của phòng cân không đổi, thời gian đủ để bình thu nhận chất béo nguội, thì giá trị này thường nhỏ hơn 1,0 mg và có thể được bỏ qua trong phần tính kết quả trong phép xác định thông thường. Cũng thường gặp các giá trị lớn hơn đến 2,5 mg (dương và âm). Sau khi điều chỉnh các giá trị này, sẽ thu được các kết quả đúng. Khi phải điều chỉnh giá trị lớn hơn 2,5 mg thì phải nêu trong báo cáo thử nghiệm (Điều 12).

Nếu giá trị thu được trong phép thử trắng thường lớn hơn 1,0 mg thì cần kiểm tra lại thuốc thử nếu ngay trước đó chưa kiểm tra. Thuốc thử có lẫn tạp chất hoặc có vết thì cần phải thay mới hoặc làm sạch lại (xem 9.3.2 và A.2).

A.2 Phép thử trắng để kiểm tra thuốc thử (xem 9.3.2)

Trong phép thử trắng này, bình thu nhận chất béo dùng để kiểm tra khối lượng được sử dụng để đảm bảo các thay đổi trong điều kiện môi trường của phòng cân hoặc ảnh hưởng nhiệt độ của bình thu nhận chất béo không ảnh hưởng đến việc xem xét sự có mặt hay không có mặt của chất không bay hơi có trong dịch chiết của thuốc thử.

Chênh lệch khối lượng biểu kiến ($m_3 - m_4$ trong 10.1) của bình thu nhận chất béo dùng cho mục đích kiểm chứng phải được xem xét khi kiểm tra khối lượng của bình thu nhận chất béo dùng trong phép

thử trắng. Khối lượng biểu kiến của bình thu nhận chất béo, được hiệu chính cho sự thay đổi khối lượng biểu kiến của bình kiểm chứng, không được tăng quá 1,0 mg.

Rất hiếm khi dung môi có chứa chất bay hơi, là những chất bị giữ lại nhiều trong chất béo. Nếu thấy sự có mặt của các chất đó, cần tiến hành phép thử trắng đối với tất cả các thuốc thử và đối với từng dung môi thì sử dụng bình thu nhận chất béo với khoảng 1 g butterfat khan. Nếu cần, chưng cất lại các dung môi với sự có mặt của 1 g butterfat trong 100 ml dung môi. Chỉ dùng các dung môi này trong khoảng thời gian ngắn sau khi chưng cất lại.

A.3 Phép thử đối với peroxit

Để thử peroxit, cho 1 ml dung dịch kali iodua 100 g/l mới chuẩn bị vào 10 ml dietyl ete (5.4) đựng trong ống đong nhỏ có nắp thuỷ tinh trước đó đã được tráng bằng cùng loại dung môi được sử dụng. Lắc ống đong và sau đó để yên trong 1 min. Không được có màu vàng trong lớp ete.

Có thể sử dụng các phương pháp thích hợp khác để thử peroxit.

Để đảm bảo dietyl ete không chứa peroxit, xử lí dietyl ete ít nhất là ba ngày trước khi sử dụng như sau:

Cắt lá kẽm thành những dải để ít nhất là chúng chạm được đến nửa chai đựng dietyl ete. Như vậy, cần đến khoảng 8 000 mm^2 lá kẽm cho 1 lít dietyl ete.

Trước khi sử dụng, nhúng hoàn toàn các dải lá kẽm này 1 min trong dung dịch chứa 10 g đồng(II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($CuSO_4.5H_2O$) và 2 ml axit sulfuric đậm đặc (98 % khối lượng) trên một lít. Rửa kỹ các dải này nhẹ nhàng bằng nước, rồi đặt các dải đã mạ đồng còn ướt này vào trong chai đựng dietyl ete và để chúng trong chai.

Có thể dùng các phương pháp khác với điều kiện là chúng không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

A.4 Etanol

Có thể sử dụng etanol được biến tính bằng cách thêm metanol với điều kiện là chất làm biến tính này không ảnh hưởng đến kết quả xác định.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Quy trình thay thế dùng ống chiết chất béo có si phông hoặc có nối với chai rửa

B.1 Yêu cầu chung

Nếu sử dụng ống chiết chất béo có si phông hoặc có nối với chai rửa thì tiến hành theo quy định trong Phụ lục này. Các ống này phải có nắp đậy hoặc nút bần chất lượng tốt như được quy định đối với bình cầu 6.6 (xem Hình B.1 như một ví dụ).

B.2 Cách tiến hành

B.2.1 Chuẩn bị mẫu thử

Xem Điều 8.

B.2.2 Phần mẫu thử

Tiến hành theo 9.2 nhưng dùng các ống chiết chất béo (xem Chú thích trong 6.6 và Hình B.1).

Phần mẫu thử này phải được chuyển vào đáy của ống chiết chất béo càng triệt để càng tốt.

B.2.3 Phép thử trắng

Xem 9.3 và A.1.

B.2.4 Chuẩn bị bình thu nhận chất béo

Xem 9.4.

B.2.5 Phép xác định

B.2.5.1 Tiến hành phép xác định ngay

Thêm 2 ml dung dịch amoniac (5.1), hoặc một thể tích tương đương của dung dịch amoniac đậm đặc hơn (xem Chú thích ở 5.1) vào phần mẫu thử đựng trong ống chiết chất béo (B.2.2). Trộn kỹ với phần mẫu thử đã xử lí trước ở trên đáy của ống chiết chất béo.

B.2.5.2 Thêm 10 ml etanol (5.2). Trộn kỹ một cách nhẹ nhàng hỗn hợp trên đáy của ống chiết chất béo. Nếu cần, thêm 2 giọt dung dịch đỏ Congo (5.3).

B.2.5.3 Thêm 25 ml dietyl ete (5.4). Đậy nắp ống chiết chất béo bằng nút bần đã bão hoà nước hoặc bằng nắp làm bằng chất liệu khác đã được làm ướt bằng nước (xem 6.6). Lắc mạnh ống chiết, nhưng không quá mạnh, bằng cách đảo chiều trong khoảng 1 min để tránh tạo nhũ. Cẩn thận mở nắp, sử dụng chai rửa (6.8) để tráng nắp và cổ ống chiết bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6) sao cho nước rửa chảy vào ống chiết.

B.2.5.4 Thêm 25 ml dầu nhẹ (5.5), đậy ống chiết chất béo bằng nút bần hoặc nút khác đã thấm lại nước (bằng cách ngâm vào trong nước). Lắc nhẹ ống 30 s như trong B.2.5.3.

B.2.5.5 Li tâm ống chiết chất béo đã đậy nắp trong máy li tâm (6.2) từ 1 min đến 5 min ở gia tốc 80*g* đến 90*g*. Nếu không có máy li tâm (6.2) thì đặt ống chiết đã đậy nắp trên giá đỡ (6.7) ít nhất 30 min cho đến khi lớp nổi phía trên trong và tách hẳn khỏi lớp nước. Nếu cần, làm nguội ống chiết dưới dòng nước chảy đến nhiệt độ phòng.

B.2.5.6 Cẩn thận tháo nắp, tráng nắp và cổ ống chiết chất béo bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Sử dụng chai rửa (6.8) sao cho nước rửa chảy vào ống chiết.

B.2.5.7 Lắp khớp nối si phông hoặc nối chai rửa vào ống chiết chất béo. Đẩy ống nối bên trong cho đến khi cao hơn mặt tiếp xúc giữa các lớp khoảng 4 mm. Ống nối phía bên trong phải song song với trục của ống chiết chất béo.

Cẩn thận gạn được càng triệt để càng tốt lớp nổi trên bề mặt của ống chiết chất béo vào bình thu nhận chất béo (xem 9.4) có chứa một vài hạt trợ sôi (6.10) trong trường hợp đối với bình đun sôi hoặc bình nón (tuỳ chọn). Không để lớp nước lẫn vào. Tráng phía ngoài khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, thu lấy nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

CHÚ THÍCH Lớp nổi phía trên có thể được chuyển ra khỏi ống chiết chất béo, ví dụ bằng cách dùng bầu cao su được nối với một thân ngắn để tạo áp lực.

B.2.5.8 Tháo khớp nối khỏi cổ của ống chiết chất béo. Nâng nhẹ ống nối và tráng phần thấp hơn của ống nối bên trong bằng một ít dung môi hỗn hợp (5.6). Hạ thấp và chèn lại ống nối và chuyển nước rửa vào bình thu nhận chất béo.

Tráng rửa lại khớp nối bằng một ít dung môi hỗn hợp, cho nước rửa vào bình thu nhận chất béo. Loại bỏ dung môi hoặc một phần dung môi khỏi bình thu nhận bằng cách chưng cất hoặc làm bay hơi theo 9.5.12, nếu cần.

B.2.5.9 Tháo lại khớp nối khỏi cổ của ống chiết. Nâng nhẹ ống nối và thêm 5 ml etanol vào trong ống chiết chất béo. Dùng etanol để tráng thành trong của khớp nối. Trộn đều theo B.2.5.2.

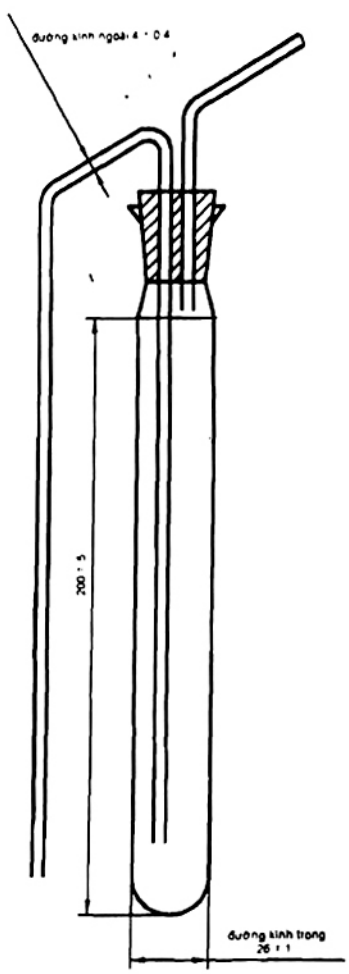
B.2.5.10 Thực hiện chiết lần hai bằng cách lặp lại các thao tác như trong B.2.5.3 đến hết B.2.5.8. Thay 25 ml bằng 15 ml dietyl ete (5.4) và 15 ml dầu nhẹ (5.5). Dùng dietyl ete để tráng thành trong của khớp nối, trong suốt quá trình tháo khớp nối ra khỏi ống chiết chất béo sau lần chiết trước.

B.2.5.11 Thực hiện chiết lần ba, không thêm etanol, bằng cách lặp lại các thao tác theo quy định trong B.2.5.3 đến B.2.5.8. Lặp lại, chỉ dùng 15 ml dietyl ete và 15 ml dầu nhẹ. Dùng dietyl ete để tráng thành trong của khớp nối như trong B.2.5.10.

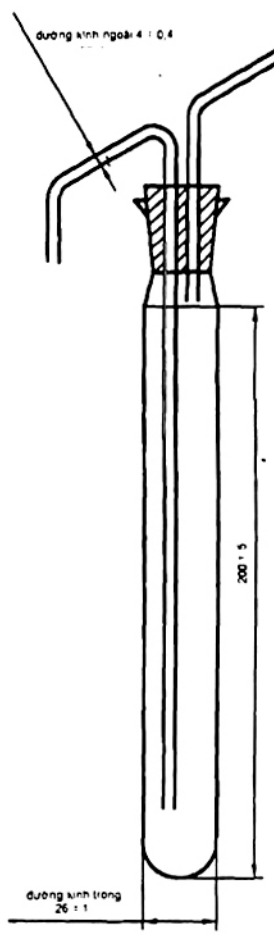
Lần chiết thứ ba nên bỏ qua đối với sữa có hàm lượng béo nhỏ hơn 0,5 % khối lượng.

B.2.5.12 Tiến hành tiếp theo như trong 9.5.12 đến 9.5.14.

Kích thước tính bằng milimét



a) có gắn ống si phông



b) có gắn bình rửa

CHÚ DẪN

1 Dung dịch khi tháo khớp nối 105 ml ± 5 ml.

2 Độ dày của thành 1,5 mm ± 0,5 mm

Hình B.1 – Các ví dụ về ống chiết chất béo

Phụ lục C

(Tham khảo)

Phép thử liên phòng quốc tế trên sữa nguyên liệu

C.1 Yêu cầu chung

Phép thử nghiệm liên phòng quốc tế gồm có 19 phòng thử nghiệm từ 13 nước đã tham gia thực hiện tháng 12 năm 2005[8]. Phép thử đã tiến hành trên 12 cặp mẫu mù gồm:

a) ba cặp mẫu sữa gầy có hàm lượng chất béo, w_f < 0,5 g/100 g;

b) ba cặp mẫu sữa tách một phần chất béo có hàm lượng chất béo trong dải 0,5 g/100 g ≤ w_f ≤ 2 g/100 g;

c) sáu cặp mẫu sữa nguyên liệu có hàm lượng chất béo trong dải 3 g/100 g ≤ w_f ≤ 6 g/100 g.

Phép thử liên phòng này do Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarase, Italy thổ chức.

Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)[5] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)[6] để thu được dữ liệu trong Bảng C.1, C.2 và C.3.

C.2 Các kết quả của phép thử

Bảng C.1 – Các kết quả đối với sữa gầy

Thông số	Mẫu			Trung bình tổng[a]
	3	12	1	
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	10	11	—
Giá trị trung bình, g/100g	0,222	0,336	0,487	0,348
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r, g/100 g	0,011	0,010	0,012	0,011
Giới hạn lặp lại r ($2{,}8s_r$), g/100 g	0,030	0,028	0,034	0,031
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	13,7	8,3	7,0	8,9
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, g/100 g	0,018	0,010	0,017	0,016
Giới hạn tái lập R ($2\,8s_R$), g/100 g	0,051	0,028	0,047	0,043
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	23,0	8,5	9,6	12,5

[a] Các giá trị trung bình được tính toán bằng cách sử dụng dữ liệu mẫu đã trừ ngoại lệ. Tất cả các giá trị trung bình thống kê khác được tính từ các căn bậc hai của trung bình của các độ lệch bình phương.

Bảng C.2 – Các kết quả đối với sữa đã tách chất béo

Thông số	Mẫu			Trung bình tổng[a]
	7	6	2	
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	11	11	—
Giá trị trung bình, g/100 g	0,561	1,368	2,039	1,323
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r, g/100 g	0,011	0,011	0,016	0,013
Giới hạn lặp lại r ($2,8s_r$), g/100 g	0,031	0,032	0,044	0,036
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	5,5	2,4	2,2	2,7
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, g/100 g	0,016	0,013	0,016	0,015
Giới hạn tái lập R ($2,8s_R$), g/100 g	0,044	0,036	0,045	0,042
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	7,8	2,6	2,2	3,2

[a] Các giá trị trung bình được tính toán bằng cách sử dụng dữ liệu mẫu đã trừ ngoại lệ. Tất cả các giá trị trung bình thống kê khác được tính từ các căn bậc hai của trung bình của các độ lệch bình phương.

Bảng C.3 – Các kết quả đối với sữa nguyên chất

Thông số	Mẫu						Trung bình tổng[a]
	9	5	10	4	11	8	
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	10	11	10	11	9	11	—
Giá trị trung bình, g/100 g	3,032	3,287	4,052	4,305	5,503	5,825	4,334
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r, g/100 g	0,010	0,017	0,011	0,022	0,014	0,013	0,015
Giới hạn lặp lại r ($2,8s_r$), g/100 g	0,028	0,047	0,031	0,063	0,040	0,038	0,043
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	0,9	1,4	0,8	1,5	0,7	0,7	1,0
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, g/100 g	0,014	0,021	0,013	0,025	0,015	0,025	0,020
Giới hạn tái lập R ($2,8s_R$), g/100 g	0,040	0,059	0,037	0,071	0,043	0,069	0,056
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	1,3	1,8	0,9	1,7	0,8	1,2	1,3

[a] Các giá trị trung bình được tính toán bằng cách sử dụng dữ liệu mẫu đã trừ ngoại lệ. Tất cả các giá trị trung bình thống kê khác được tính từ các căn bậc hai của trung bình của các độ lệch bình phương.

Phụ lục D

(Tham khảo)

Phép thử liên phòng quốc tế trên sữa cừu nguyên liệu và sữa dê nguyên liệu

D.1 Yêu cầu chung

Phép thử cộng tác quốc tế (xem [8]) gồm có 16 phòng thử nghiệm từ 9 nước tham gia thực hiện tháng 11 năm 2006.

Phép thử này tiến hành trên sáu cặp mẫu mù lặp lại đối với mỗi mẫu sữa. Các mẫu sữa cừu này chứa hàm lượng chất béo từ 4,5 g/100 g đến 8,5 g/100 g, còn các mẫu sữa dê thì chứa từ 1,5 g/100 g đến 5,0 g/100 g.

Các nghiên cứu này do Associazione Italiana Allevatori, Laboratorio Standard Latte, Maccarase, Italy thổ chức. Các kết quả thu được đã phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)[5] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)[6] để thu được dữ liệu trong Bảng D.1 và D.2.

D.2 Các kết quả thử nghiệm

Bảng D.1 – Các kết quả đối với sữa cừu

Thông số	Mẫu						Trung bình tổng[a]
	9	5	10	4	11	8	
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	12	13	14	12	14	—
Giá trị trung bình, g/100 g	6,492	4,497	5,554	8,334	7,312	7,877	6,678
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r g/100 g	0,032	0,022	0,013	0,032	0,012	0,028	0,025
Giới hạn lặp lạir (2,8 s_r), g/100 g	0,090	0,062	0,038	0,090	0,033	0,078	0,069
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	1,4	1,4	0,7	1,1	0,4	1,0	1,0
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, g/100 g	0,044	0,022	0,033	0,042	0,025	0,033	0,034
Giới hạn tái lập R ($2,8s_R$), g/100 g	0,123	0,062	0,091	0,119	0,069	0,092	0,096
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	1,9	1,4	1,6	1,4	0,9	1,2	1,4

[a] Các giá trị trung bình được tính toán bằng cách sử dụng dữ liệu mẫu đã trừ ngoại lệ. Tất cả các giá trị trung bình thống kê khác được tính từ các căn bậc hai của trung bình của các độ lệch bình phương.

Bảng D.2 – Các kết quả đối với sữa dê

Thông số	Mẫu						Trung bình tổng[a]
	1	2	3	4	5	6	
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	14	12	14	14	13	—
Giá trị trung bình, g/100g	3,017	1,542	4,870	2,200	4,405	3,673	3,285
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r g/100 g	0,008	0,012	0,011	0,008	0,012	0,010	0,011
Giới hạn lặp lại, $r(2,8s_r)$, g/100 g	0,023	0,035	0,031	0,023	0,035	0,029	0,030
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	0,7	2,3	0,6	1,1	0,8	0,8	0,9
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, g/100 g	0,017	0,018	0,020	0,019	0,023	0,015	0,019
Giới hạn tái lập $R(2,8s_R)$, g/100 g	0,048	0,051	0,055	0,053	0,063	0,042	0,052
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	1,6	3,3	1,1	2,4	1,4	1,1	1,6

[a] Các giá trị trung bình được tính toán bằng cách sử dụng dữ liệu mẫu đã trừ ngoại lệ. Tất cả các giá trị trung bình thống kê khác được tính từ các căn bậc hai của trung bình của các độ lệch bình phương.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*

[2] TCVN 7150 (ISO 835), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ*

[3] TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

[4] TCVN 8488 (ISO 4788), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Ống đong chia độ*

[5] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*

[6] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn*

[7] TCVN 6833 (ISO 7208), *Sữa gầy, whey và buttermilk – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)*

[8] INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Interlaboratory collaborative studies on reference method ISO 1211 | IDF 1 for the determination of the fat content in cow milk, sheep milk and goat milk. *Bull. Int. Dairy Fed.* 2009, (439), pp. 1-34