

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6511:2007**

**ISO 8156:2005**

Xuất bản lần 2

**SỮA BỘT VÀ SẢN PHẨM SỮA BỘT –  
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ KHÔNG HOÀ TAN**

*Dried milk and dried milk products – Determination of insolubility index*

HÀ NỘI - 2007

## Lời nói đầu

TCVN 6511:2007 thay thế TCVN 6511:1999;

TCVN 6511:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 8156:2005/IDF 129:2005;

TCVN 6511:2007 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 công bố.

## Lời giới thiệu

0.1 Hiện nay đã có một số phương pháp khối lượng xác định độ hoà tan của sữa bột (thí dụ: xem [1] và [2] nhưng đối với các mục đích thông thường, kể cả việc phân loại thì phương pháp áp dụng rộng rãi nhất là phương pháp xác định độ tan của Viện tiêu chuẩn sữa bột Mỹ (xem [3], theo phương pháp này, phần mẫu thử được trộn với nước và sản phẩm hoàn nguyên này được ly tâm, thể tích chất lắng cuối cùng thu được (cặn không tan) tính bằng mililit, là chỉ số hoà tan. Bởi vì chỉ số hoà tan là giá trị nghịch đảo của độ hoà tan, nên nó được dùng trực tiếp và hợp lý hơn so với thuật ngữ "chỉ số không hoà tan" để mô tả việc xác định bằng phương pháp "hoà tan" như trong trường hợp của ADMI. Do đó, "chỉ số không hoà tan" đã được áp dụng để xác định trong phương pháp đo thể tích được mô tả trong tiêu chuẩn này; việc áp dụng cách biểu thị mới này cũng cho phép phân biệt phương pháp mô tả trong tiêu chuẩn này với phương pháp xác định chỉ số hoà tan của ADMI.

Tuy phương pháp xác định chỉ số hoà tan của ADMI đã được sử dụng ở nhiều nước trong thời gian dài, nhưng đã có lúc người ta thấy độ chính xác (độ lặp lại, độ tái lập) của phương pháp này không được ổn định. Phương pháp này không thích hợp một vài loại sữa bột sấy màng nguyên chất và sữa bột sấy phun và các sản phẩm sữa. Điều này đã dẫn đến kết luận là dụng cụ và kỹ thuật của phương pháp ADMI không đáp ứng đầy đủ và không phù hợp cho vài loại sữa bột, và do vậy cả phương pháp của ADMI cũng cần phải qui định cụ thể hơn, và có thay đổi trong vài trường hợp, hoặc cần xây dựng phương pháp để thay thế. Việc xây dựng phương pháp thay thế đối chứng được ưu tiên hơn bởi vì khi dùng phương pháp ADMI gặp phải khó khăn trong việc trang bị máy trộn chuyên dụng sản xuất tại Mỹ. Tuy nhiên khi các đời máy trộn cải tiến sẽ được sản xuất ở nhiều nước khác nhau nên có thể dễ dàng mua được, thì mọi người lại tập trung chú ý nâng cao độ chính xác của phương pháp ADMI mà vẫn giữ lại những đặc tính nguyên lý của phương pháp, do đó đa số các số liệu chỉ số hoà tan theo phương pháp ADMI vẫn còn có thể sử dụng để phân loại.

0.2 Trong tất cả các phương pháp xác định độ tan theo thể tích phần kết tủa áp dụng cho sữa bột và các sản phẩm sữa bột, thì nhiệt độ khi hoàn nguyên phần mẫu thử là yếu tố chính ảnh hưởng đến kết quả. Trong phương pháp chỉ số hoà tan ADMI, nhiệt độ kiểm tra là 75° F (23,9° C) được áp dụng cho sữa bột sấy phun hoặc sữa bột sấy màng nguyên chất, sữa đã tách hoàn toàn chất béo và buttermilk, loại tan nhanh hoặc không tan nhanh. Nhưng trong phương pháp chỉ số không hoà tan việc chấp nhận nhiệt độ hoàn nguyên là 24 °C hoặc 50° C tùy thuộc vào loại sản phẩm để sử dụng thông thường, hoặc theo hướng dẫn hoàn nguyên riêng rẽ trong nước "lạnh" hoặc nước "ấm". **Điều này có nghĩa là nhiệt độ hoàn nguyên dùng trong phương pháp chỉ số không hoà tan, thường là 24° C đối với sản phẩm sữa bột sấy phun và 50 °C đối với sản phẩm sữa bột sấy màng.** Trường hợp ngoại lệ của qui luật chung này thì cần phải hoàn nguyên trong nước ấm đối với thức ăn cho trẻ nhỏ chế biến từ sữa bột sấy phun và một số trường hợp thực phẩm chế biến từ sữa bột nguyên chất sấy phun, hoặc từ sữa đã tách một phần chất béo. Tuy nhiên, cần chú ý là giá trị chỉ số không tan của sữa bột có chứa chất béo

thu được rất thấp khi xác định ở 50 °C, vì phương pháp này không xác định được sản phẩm đã bị làm khô quá mức do nhiệt dùng trong quá trình sản xuất hoặc bảo quản sai kỹ thuật. Điều này xảy ra do protein của sữa bị biến tính bởi nhiệt độ cao không thể tan ở 24 °C và cùng với chất béo hỗn hợp sẽ kết tủa-khi ly tâm; ở 50 °C protein bị biến tính (khi làm khô) do nhiệt độ có thể hoà tan đồng thời với sự giải phóng chất béo hỗn hợp, điều này có thể làm làm giảm đáng kể thể tích phần lắng (xem [4] đến [6]).

**0.3** Phương pháp chỉ số không tan được mô tả trong tiêu chuẩn này về cơ bản giống với phương pháp chỉ số hoà tan của ADMI, nhưng với toàn bộ thiết bị, dụng cụ và điều kiện thực nghiệm được xác định cụ thể và cũng như nhiệt độ hoàn nguyên chỉ là 24 °C hoặc 50 °C (xem 0.2). Việc đổi mới sau này có nghĩa là giá trị của chỉ số không hoà tan đòi hỏi kèm theo giá trị nhiệt độ hoàn nguyên đã dùng, ví dụ 0,25 ml (24 °C), 0,10 ml (50 °C). Độ chụm của phương pháp chỉ số không tan đã được kiểm tra trong nghiên cứu của liên phòng thử nghiệm và đã được công nhận.

## **Sữa bột và sản phẩm sữa bột – Xác định chỉ số không hoà tan**

*Dried milk and dried milk products – Determination of insolubility index*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định chỉ số không hoà tan để đánh giá độ hoà tan của sữa bột nguyên chất, sữa bột đã tách một phần chất béo và sữa bột gầy tan nhanh hoặc không tan nhanh.

**CHÚ THÍCH** Các loại sữa được xác định trong [7] là "Sữa bột nguyên chất", "Sữa bột đã tách một phần chất béo" và "Sữa bột gầy", tương ứng.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho whey bột, buttermilk bột và thực phẩm dùng cho trẻ nhỏ chế biến từ sữa bột, cũng như áp dụng cho các sản phẩm sữa bột mà trong đó chất béo của sữa đã được thay thế bằng chất béo khác, hoặc sản phẩm từ sữa được sấy màng thay cho sữa được sấy phun.

### **2 Thuật ngữ và định nghĩa**

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

#### **2.1**

**chỉ số không hoà tan** (insolubility index)

thể tích của phần lắng (cặn không tan), tính bằng mililit, thu được khi ly tâm dung dịch được hoàn nguyên từ sữa bột hoặc sản phẩm sữa bột ở các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

### **3 Nguyên tắc**

Cho thêm nước ở nhiệt độ 24 °C (hoặc 50 °C nếu thích hợp, xem 0.2) vào phần mẫu thử và hoàn nguyên bằng máy trộn chuyên dụng. Sau một khoảng thời gian qui định để ổn định, cho li tâm một thể tích nhất định của sữa hoàn nguyên hoặc sản phẩm sữa trong ống nghiệm có chia độ. Loại bỏ phần chất lỏng

nổi trên bề mặt và cho thêm nước có nhiệt độ như nhiệt độ hoàn nguyên vào phần lắng và khuấy lại. Lọc tâm hỗn hợp này và ghi lại thể tích phần lắng (cặn không tan) thu được.

#### 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc có độ tinh khiết tương đương.

##### 4.1 Chất chống tạo bọt silicon, thí dụ: nhũ tương chứa 30 % (phần khối lượng) silicon.

Kiểm tra tính phù hợp của chất chống tạo bọt silicon bằng cách thực hiện qui trình trong điều 7 mà không cho phần mẫu thử vào. Khi kết thúc qui trình, không được có nhiều vết silicon ( $\leq 0,01$  ml) ở đáy ống nghiệm.

#### 5 Thiết bị, dụng cụ

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

##### 5.1 Nhiệt kế, có thể đo nhiệt độ ở $24^{\circ}\text{C}$ và /hoặc $50^{\circ}\text{C}$ với sai số không quá $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ .

Do nhiệt độ hoàn nguyên là yếu tố thực nghiệm quan trọng nhất đối với kết quả xác định chỉ số không hoà tan, nên điều quan trọng cần sử dụng nhiệt kế có độ chính xác qui định cho các qui trình nêu trong 7.1 và 7.3 (và cả trong 7.4.8).

##### 5.2 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở $24,0^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ và /hoặc $50,0^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ , và có thể chứa được một hoặc vài bình trộn (5.3) (xem 9.3).

##### 5.3 Bình trộn, bằng thủy tinh, dung tích 500 ml, để dùng cho máy trộn (5.8).

Bình trộn (kiểu giao lộ có dạng vòng xoáy) được minh họa ở hình 1; các kích thước ghi là xấp xỉ.

##### 5.4 Muôi, có bề mặt nhẵn, hoặc giấy lấy mẫu, màu đen được mài nhẵn (kích thước 140 mm x 140 mm) dùng để cân phần mẫu thử (7.3).

##### 5.5 Cân, có độ chính xác tới 0,01 g.

##### 5.6 Ống đong, bằng plastic, có dung tích $100 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ (ở $20^{\circ}\text{C}$ )

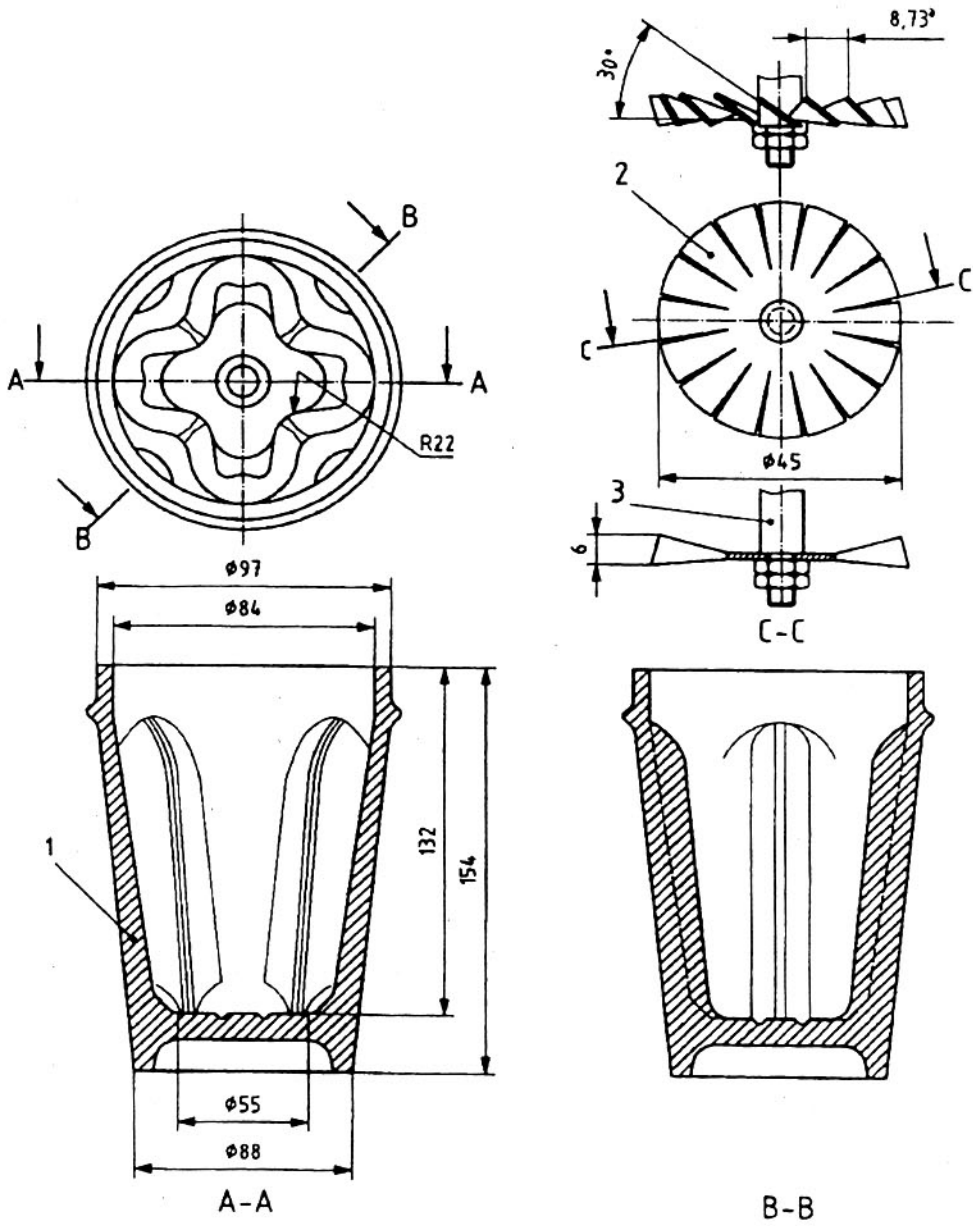
CHÚ THÍCH Nhiệt dung của ống plastic thấp hơn so với ống thủy tinh, điều này hạn chế khả năng thay đổi nhiệt độ của nước đựng trong ống (xem 7.4.1).

##### 5.7 Bàn chải, thích hợp để loại bỏ hết phần mẫu thử còn sót lại khỏi bề mặt muôi hoặc giấy lấy mẫu (5.4).

##### 5.8 Máy trộn chạy bằng điện, tương đương loại máy dùng trong phương pháp xác định chỉ số hoà tan của ADMI [3], với các đặc tính sau:

- a) Bánh công tác 16 lưỡi trộn (bằng thép không gỉ) có hình dáng và đường kính như trong Hình 1, và bánh công tác phải được lắp vào trục của máy trộn sao cho "bề mặt" của bánh công tác nằm ở phía dưới như trong Hình 1. Độ nghiêng của lưỡi trộn có hướng từ dưới lên trên, từ phải qua trái; theo chiều quay của kim đồng hồ (xem chú thích).
- b) Độ nghiêng của lưỡi trộn phải là  $30^\circ$  và khoảng cách theo chiều ngang giữa hai lưỡi (đo theo chu vi của bánh công tác) phải là 8,73 mm như Hình 1. Trong quá trình sử dụng bánh công tác các kích thước này có thể bị thay đổi, do vậy cần kiểm tra và bảo dưỡng định kỳ.
- c) Khi lắp bình trộn (5.3) vào máy trộn, độ dài của trục máy trộn phải đảm bảo sao cho khoảng cách từ phần thấp nhất của bánh công tác tới đáy bình trộn là  $10 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ ; điều này có nghĩa là đối với bình trộn có chiều sâu là 132 mm thì khoảng cách từ miệng bình tới phần thấp nhất của bánh công tác là  $122 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ , và tới mặt phẳng của phần thấp nhất của lưỡi trộn bánh công tác là  $115 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ . Bánh công tác cũng phải được lắp đồng trục với bình.
- d) Khi bình trộn có chứa 100 ml nước ở nhiệt độ  $24^\circ\text{C}$  có thêm phần mẫu thử hoặc không có thêm phần mẫu thử thích hợp (7.3), được lắp vào máy trộn, cho máy chạy, bánh công tác phải đạt được tốc độ làm việc cố định là 3 600 vòng/phút  $\pm$  100 vòng/phút trong khoảng thời gian dưới 5 giây. Bánh công tác quay theo chiều kim đồng hồ (nhìn từ trên xuống). Tần số quay của bánh công tác đã có tải (như mô tả ở trên) phải được kiểm tra định kỳ bằng máy đo tốc độ góc điện tử; điều này đặc biệt quan trọng đối với các máy trộn đời cũ khi dùng động cơ không đồng bộ, điều chỉnh tốc độ quay ở 3 600 vòng/phút (100 vòng/phút bằng bộ phận kiểm tra tốc độ và đồng hồ báo tốc độ (đồng hồ có thể không giữ được độ chính xác).

**CHÚ THÍCH** Một số máy trộn dùng cho phương pháp ADMI có bánh công tác quay ngược chiều kim đồng hồ (nhìn từ trên xuống). Các máy trộn này đòi hỏi bánh công tác với hướng nghiêng của lưỡi dao từ dưới lên trên, từ trái qua phải để cho chất lỏng trong bình trộn chuyển động như trong trường hợp bánh công tác quay theo chiều kim đồng hồ. Xét về mọi phương diện, kể cả cách lắp vào trục, khoảng cách từ trục tới đáy bình trộn, thì bánh công tác quay ngược chiều kim đồng hồ cũng tương tự như bánh công tác quay xuôi chiều kim đồng hồ.



**Chú giải**

1 Bình trộn

2 Bánh công tác

3 Trục máy trộn

\* Khoảng cách giữa các lưỡi dao theo phương nằm ngang

**Hình 1 – Bình trộn và bánh công tác**

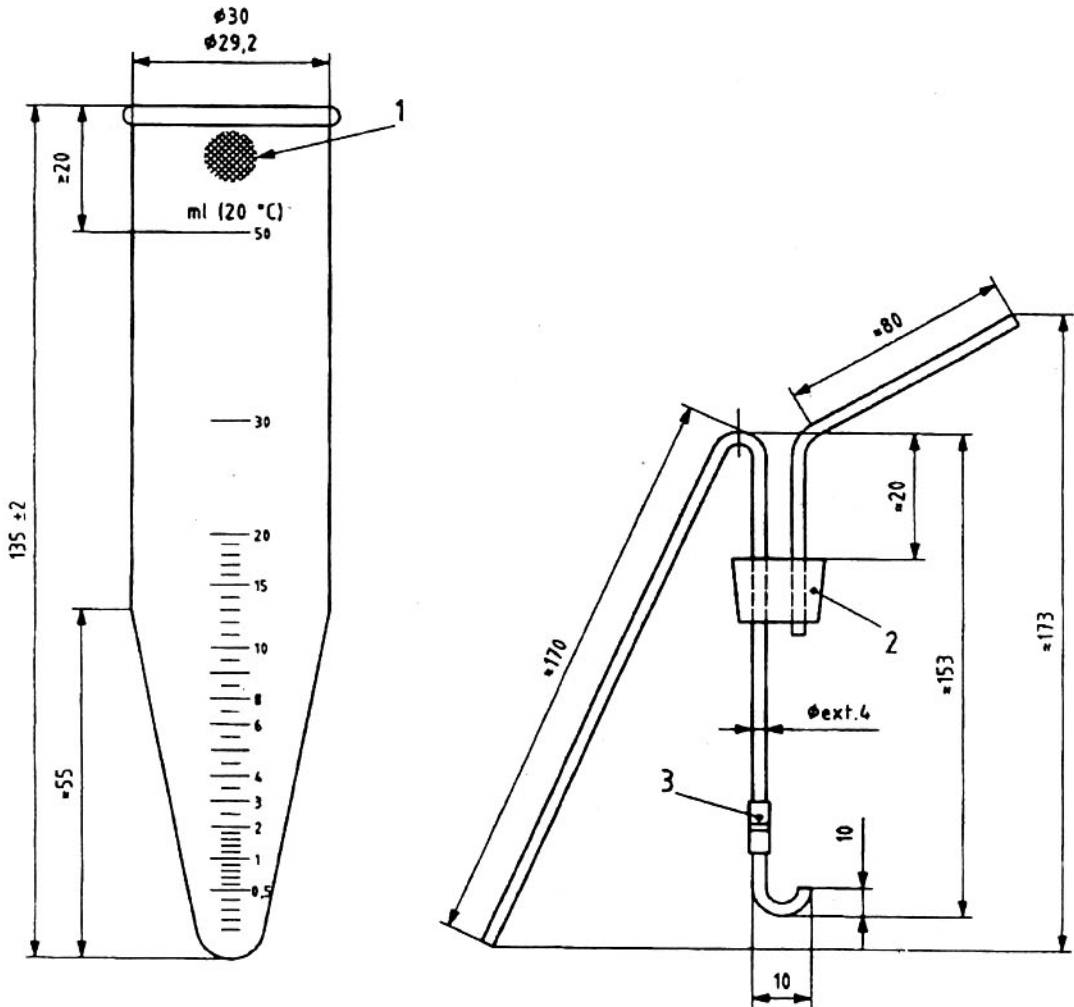


5.9 Đồng hồ hẹn giờ, chỉ rõ từ 0 giây đến 60 giây và từ 0 phút đến 60 phút.

5.10 Thìa trộn, có chiều dài khoảng 210 mm.

5.11 Ống ly tâm, bằng thủy tinh, hình nón, có hình dạng, kích thước, vạch thang chia độ và được gắn với một miếng có bề mặt nhám như trong Hình 2, có nắp bằng cao su.

Kích thước tính bằng milimét



### Chú giải

- 1 Mặt mớ
- 2 Núc cao su
- 3 Ống nhựa dẻo

Hình 2 – Ống ly tâm gắn với si phông

## TCVN 6511:2007

Các vạch chia độ, số lượng vạch và cách ghi "ml, 20 °C) phải được đánh dấu cố định và các vạch phải sắc nét, rõ ràng. Sai số lớn nhất ( $\pm$ ) của dung tích ở 20 °C phải đảm bảo như sau:

- tại 0,1 ml:  $\pm 0,05$  ml;
- từ 0,1 ml đến 1 ml:  $\pm 0,1$  ml;
- từ 1 ml đến 2 ml:  $\pm 0,2$  ml;
- từ 2 ml đến 5 ml:  $\pm 0,3$  ml;
- từ 5 ml đến 10 ml:  $\pm 0,5$  ml;
- tại 10 ml:  $\pm 1$  ml.

Để phục vụ mục đích kiểm tra sản xuất hàng ngày, có thể dùng các ống có các kích thước khác nhau, với điều kiện là chúng phải tuân theo các giới hạn sai số lớn nhất về dung tích như đã được liệt kê ở trên. Trong trường hợp có tranh cãi, hoặc khi cần kết quả chính xác thì phải dùng các ống qui định trong điều này.

**5.12 Máy ly tâm**, chạy bằng điện có đồng hồ báo tốc độ ( $\text{phút}^{-1}$  hoặc vòng/phút), có giá đỡ để lắp các ống ly tâm (5.11) theo chiều thẳng đứng và có khả năng tạo gia tốc  $160 g_n$  tại đáy trong của ống và duy trì nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C bên trong máy ly tâm.

**CHÚ THÍCH** Gia tốc  $g_n$ , do máy ly tâm tạo ra bằng  $1,12 r n^2 \times 10^{-6}$

trong đó

$r$  là bán kính ngang hữu ích của đường quay tròn, tính bằng milimet;

$n$  là tần số quay trong 1 phút.

**5.13 Ống si phông hoặc ống hút nối với bơm nước**, làm bằng thủy tinh và có đầu ống hướng lên trên dùng để hút bỏ lớp chất lỏng nổi ở trên ra khỏi ống ly tâm (5.11). Ống siphông thích hợp được nêu trong Hình 2.

**5.14 Đũa khuấy**, bằng thủy tinh dài 250 mm và có đường kính 3,5 mm.

**5.15 Kính lúp**, loại thích hợp để giúp cho việc đọc thể tích phần lắng (7.4.10).

## 6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không được hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Nếu cần, bảo quản mẫu trong hộp đựng mờ, khô ráo, sạch, kín khí, có thể dùng hộp bán lẻ còn nguyên chưa mở nắp. Nếu mẫu thử nghiệm đựng trong hộp trong suốt thì cần để hộp nơi tối.

Ghi lại mọi sai lệch so với các yêu cầu này.

## 7 Cách tiến hành (xem điều 10, cụ thể là 10.3)

### 7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi tiến hành xác định, cần đảm bảo rằng mẫu thử nghiệm (điều 6) được bảo quản ở nhiệt độ phòng thử nghiệm (từ 20 °C đến 25 °C) trong ít nhất 48 giờ để các ảnh hưởng của trạng thái vật lý của chất béo đến chỉ số không hoà tan của các mẫu đều như nhau. Sau đó trộn thật kỹ mẫu thử nghiệm bằng cách quay và đảo chiều vật chứa liên tục. Nếu vật chứa đầy quá không thể trộn kỹ được, cần chuyển mẫu thử nghiệm sang vật chứa khác khô, sạch, kín khí có dung tích phù hợp và trộn như mô tả ở trên.

Trong trường hợp sữa bột tan nhanh phải trộn thật nhẹ để tránh làm giảm cỡ hạt của mẫu.

### 7.2 Chuẩn bị bình trộn

Do việc đo chỉ số không hoà tan được thực hiện ở nhiệt độ 24 °C và 50 °C (xem 0.2), nên cần điều chỉnh riêng rẽ nhiệt độ của bình trộn (5.3) đến  $24,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  hoặc  $50,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  tương ứng, bằng cách để bình trộn trong nồi cách thủy (5.2) với mức nước gần ngập đến miệng bình, trong một khoảng thời gian đủ.

**CHÚ THÍCH** Trong tiêu chuẩn này, cụm từ "ở  $24,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  hoặc  $50,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  là thích hợp" có nghĩa là một trong hai nhiệt độ này đều có thể được chấp nhận.

### 7.3 Phần mẫu thử

Cân luôn phần mẫu thử trong muối hoặc trên giấy lấy mẫu (5.4), chính xác tới  $\pm 0,01\text{ g}$ , khối lượng mẫu thử là:

- 13,00 g trong trường hợp sữa bột nguyên chất, sữa đã tách chất béo một phần và thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh được chế biến từ hai loại sữa này;
- 10,00 g trong trường hợp sữa bột gầy và buttermilk bột, hoặc
- 7,00 g trong trường hợp whey bột.

(Xem 10.4).

### 7.4 Xác định

**7.4.1** Lấy bình trộn (xem 7.2) ra khỏi nồi cách thủy, lau khô thật nhanh bề ngoài bình, dùng ống đong (5.6) cho vào bình trộn 100 ml  $\pm 0,5$  ml nước ở nhiệt độ thích hợp  $24,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  hoặc  $50,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$  (xem chú thích trong 7.2).

## TCVN 6511:2007

**7.4.2** Cho thêm 3 giọt chất chống tạo bọt silicon (4.1) vào nước đựng trong bình trộn và chuyển phần mẫu thử (7.3) vào bình trộn, nếu cần phải dùng bàn chải (5.7) để cho hết được phần mẫu thử vào nước trong bình.

**7.4.3** Lắp bình trộn vào máy trộn (5.8), bật cho máy chạy, sau khi máy chạy được đúng 90 giây, tắt máy. Nếu máy trộn dùng động cơ không đồng bộ, có bộ phận điều chỉnh tốc độ và đồng hồ chỉ tốc độ ở  $3600 \text{ phút}^{-1} \pm 100 \text{ phút}^{-1}$  trong vòng 5 giây đầu tiên của chu kỳ 90 giây trộn.

**7.4.4** Tháo bình trộn ra khỏi máy trộn (để vài giây cho phần chất lỏng bám trên bánh công tác chảy hết xuống bình), để bình ở trạng thái tĩnh, ở nhiệt độ phòng thử nghiệm (xem 10.2) ít nhất 5 phút nhưng không quá 15 phút (xem 10.3).

**7.4.5** Cho thêm 3 giọt chất chống tạo bọt silicon vào hỗn hợp đựng trong bình trộn (xem 10.5), khuấy kỹ lượng đựng trong bình trộn bằng dao trộn (5.10) trong 10 giây (nhưng không được khuấy quá mạnh). Rót ngay hỗn hợp này vào ống ly tâm (5.11), rót đúng đến vạch, nghĩa là rót cho tới khi bề mặt trùng với vạch 50 ml.

**7.4.6** Đặt ống chạy ly tâm vào máy ly tâm (5.12) (đặt thật cân) để ở nhiệt độ từ  $20^\circ\text{C}$  đến  $25^\circ\text{C}$ . Cho máy chạy càng nhanh càng tốt để tạo gia tốc  $160 g_n$  tại đáy trong ống, để ống quay ở tốc độ này trong 5 phút.

**7.4.7** Lấy ống ly tâm ra khỏi máy ly tâm và dùng dao trộn (5.10) hớt bỏ lớp chất béo phía trên khỏi ống. Giữ ống ly tâm thẳng đứng dùng ống si phông (5.13) hoặc ống (5.13) hút bỏ chất lỏng nổi ở trên cho đến khi bề mặt trên trùng với vạch 15 ml, nếu sản phẩm cần thử là sữa sấy màng; hoặc trùng với vạch 10 ml, nếu sản phẩm cần thử là sữa đã sấy phun, chú ý để không khuấy trộn phần lắng. Tuy nhiên, nếu cho thấy thể tích của phần lắng vượt quá 15 ml hoặc 10 ml thì dừng qui trình lại ở giai đoạn này và ghi chỉ số không hoà tan là "lớn hơn 15 ml" hoặc "lớn hơn 10 ml", ghi kèm cả nhiệt độ hoàn nguyên như trong 8.1. Nếu không, tiến hành tiếp như mô tả trong 7.4.8.

**7.4.8** Cho thêm nước có nhiệt độ thích hợp  $24^\circ\text{C}$  hoặc  $50^\circ\text{C}$  (xem chú thích trong 7.2) vào ống ly tâm, cho đến khi bề mặt trên trùng với vạch 30 ml, dùng thìa khuấy (5.14) khuấy kỹ cho phần lắng phân tán hết, gõ nhẹ phần dưới của thìa vào thành trong của ống để chất lỏng bám trên thìa rơi hết xuống ống, cho thêm nước ở cùng nhiệt độ, cho đến khi bề mặt trên trùng với vạch 50 ml.

**7.4.9** Dùng nắp cao su đậy kín ống ly tâm. Lắc đảo chiều ống thật nhanh 5 lần, để trộn kỹ hỗn hợp trong ống, tháo bỏ nắp (gạt đáy nắp vào thành miệng ống để chất lỏng bám trên nắp rơi hết xuống ống), sau đó cho ống quay trong máy ly tâm trong vòng 5 phút với tốc độ quay và nhiệt độ theo yêu cầu như mô tả trong 7.4.6.

Nên đặt ống ly tâm vào trong máy ly tâm sao cho, khi ống ở trạng thái quay thì các vạch chia độ trên ống không nằm hướng lên trên hoặc xuống dưới mà nằm ở vị trí trung gian giữa hai vị trí này. Khi đó nếu bề mặt của phần lắng mà có bị nghiêng thì thể tích của phần lắng vẫn xác định được dễ dàng.

**7.4.10** Lấy ống ly tâm ra khỏi máy ly tâm, giữ ống thẳng đứng trên nền đen thích hợp (xem chú thích), để cho bề mặt của phần lắng bằng ngang tầm mắt, dùng kính lúp (5.15) đọc thể tích phần lắng chính xác tới 0,05 ml nếu thể tích nhỏ hơn 0,5 ml, và chính xác tới 0,1 ml nếu thể tích lớn hơn 0,5 ml. Ước tính thể tích nếu như bề mặt của phần lắng bị nghiêng. Nếu bề mặt của phần lắng không bằng phẳng, giữ yên ống theo chiều thẳng đứng trong vài phút; khi đó bề mặt của phần lắng sẽ bằng phẳng hơn và thể tích phần lắng sẽ đọc được dễ dàng hơn. Ghi nhiệt độ của nước đã dùng để hoàn nguyên (xem 7.4.8).

**CHÚ THÍCH** Quan sát ống trên nền sáng hoặc nền tối sẽ phân biệt được bề mặt của phần lắng rõ ràng hơn.

## 8 Biểu thị kết quả

Chỉ số không hoà tan của mẫu thử nghiệm đúng bằng thể tích của phần lắng, tính bằng milimet, ghi được ở 7.4.10. Ghi kết quả cùng với nhiệt độ của nước đã dùng để hoàn nguyên sữa, ví dụ như:

- 0,10 ml (24 °C);
- 4,1 ml (50 °C).

## 9 Độ chụm

### 9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị độ lặp lại và độ tái lập xác định được trong phép thử liên phòng thử nghiệm, được tiến hành theo ISO 5725<sup>1)</sup>, gồm 10 phòng thử nghiệm thử trên 10 mẫu.

### 9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thực hiện trên vật liệu giống hệt nhau, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một người phân tích sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá 0,138 *M*, trong đó *M* là trung bình cộng của hai kết quả.

### 9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do các người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá 0,328 *M*, trong đó *M* là trung bình cộng của hai kết quả.

<sup>1)</sup> ISO 5725:1986, Độ chụm của các phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập đối với phương pháp thử chuẩn bằng các phép thử liên phòng thử nghiệm (đã huỷ bỏ).

## 10 Chú thích về qui trình

10.1 Điều quan trọng là qui trình thử phải được thực hiện một cách liên tục không được ngừng lại ở bất kỳ giai đoạn nào và phải tuân thủ tuyệt đối mọi yêu cầu về nhiệt độ và thời gian.

10.2 Do việc xác định chỉ số không hoà tan có thể bị ảnh hưởng bởi nhiệt độ xung quanh, nên qui trình phải được thực hiện trong phòng thử nghiệm có nhiệt độ được duy trì trong khoảng từ 20 °C đến 25 °C.

10.3 Thực nghiệm cho thấy thời gian để bình ở trạng thái tĩnh (7.4.4) cho phép từ 5 phút đến 15 phút đã ảnh hưởng không đáng kể đến chỉ số không hoà tan. Khoảng thời gian 10 phút này cho phép kiểm tra một mẻ thử vài mẫu được hoàn nguyên ở cùng nhiệt độ, với điều kiện nhiệt độ của mỗi bình trộn được điều chỉnh đồng thời (xem 7.2) và các phần mẫu thử (7.3) được cân cùng với nhau. Trong hoàn cảnh đó, để có thể thuận lợi hơn nếu thay đổi qui trình mô tả trong 7.2 và 7.4.1 bằng cách cho thêm 100 ml ± 0,5 ml nước (nhiệt độ xấp xỉ với nhiệt độ yêu cầu) vào mỗi bình trộn để trên nổi cách thủy và khi nhiệt độ của nước đã ổn định đến giá trị cần thiết, thì lấy một bình ra khỏi nổi cách thủy và thực hiện tiếp như mô tả từ 7.4.1 đến hết 7.4.4, thực hiện tiếp như vậy lần lượt với mỗi bình. Sau đó đưa tất cả các ống của cả mẻ vào ly tâm đồng thời.

10.4 Mỗi phần mẫu thử (7.3) phải đảm bảo sao cho khi trộn với 100 ml nước, tổng lượng chất rắn, được biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng, phải xấp xỉ bằng tổng lượng chất rắn của sản phẩm dạng lỏng ban đầu. Khối lượng của phần mẫu thử đối với sữa bột nguyên chất, sữa bột đã tách hoàn toàn chất béo và buttermilk bột tương tự như qui định trong phương pháp chỉ số hoà tan [3], mà chỉ áp dụng cho ba loại sản phẩm này.

10.5 Việc cho thêm 3 giọt chất chống tạo bọt silicon (4.1) vào hỗn hợp 7.4.5 có thể không cần thiết đối với các mẫu có xu hướng tạo bọt ít. Tuy nhiên, luôn cần phải cho thêm 3 giọt để duy trì cho qui trình chính xác đối với tất cả các mẫu.

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra:

- 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 đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được và nếu độ lặp lại được kiểm tra thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] VAN KREVELD, and VERHOOG, J.H. The Netherlands Milk and dairy Journal, 17 (1963), trang 209.
- [2] Tiêu chuẩn của Anh 1743-2 : 1980. Phương pháp phân tích sữa bột và sản phẩm sữa bột, phần 2: xác định độ hoà tan của sữa bột, bột whey và buttermilk (phương pháp chuẩn).
- [3] Tiêu chuẩn về phân loại sữa bột và các phương pháp phân tích, Bulletin 916 (1971), Chicago: Viện nghiên cứu sữa bột của Mỹ.
- [4] WRIGHT, N, Journal of Dairy Research, 4 (1932), trang 122.
- [5] HOWAT, G.R. and WRIGHT, N.C. Journal of Dairy Research, 4, 1933, p. 265.
- [6] WAITE, R. and WHITE, J.C.D. Journal of Dairy Research, 16, 1949, p. 379.
- [7] FAO/WHO Standard A-5 for whole milk powder, partly skimmed milk and skimmed milk powder, elaborated under the Code of principles concerning milk and milk products, 8<sup>th</sup> edition (1984), Rome: Food and agriculture Organization of the United nations/World Health Organization.
- [8] TCVN 6404 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
-