

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8148 : 2009

ISO 1738 : 2004

Xuất bản lần 1

BƠ – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI

Butter – Determination of salt content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8148 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1738 : 2004;

TCVN 8148 : 2009 do Ban kĩ 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.

Bơ – Xác định hàm lượng muối

Butter – Determination of salt content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng muối trong bơ. Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại sản phẩm bơ chứa hàm lượng muối lớn hơn 0,1 % khối lượng.

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 7149-1 : 2002 (ISO 385-1 : 1984)¹⁾ *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret – Phần 1: Yêu cầu chung.*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức.*

ISO 4788, *Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders (Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Ống đong chia độ).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Hàm lượng muối (salt content)

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

CHÚ THÍCH: Hàm lượng muối được biểu thị theo hàm lượng tương đương của natri clorua tính bằng phần trăm khối lượng.

¹⁾ Đã được thay thế bằng TCVN 7149 : 2007 (ISO 385 : 2005), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*

4 Nguyên tắc

Phân mẫu thử của bơ được làm tan chảy bằng cách thêm nước sôi. Muối clorua hoà tan trong hỗn hợp được chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat với kali cromat làm chất chỉ thị (phương pháp Mohr).

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác, và sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, không chứa clorua.

5.1 Dung dịch chuẩn bạc nitrat (AgNO_3), nồng độ đã biết trong khoảng từ 0,08 mol/l đến 0,10 mol/l.

Hoà tan một lượng từ 13,6 g đến 20,4 g bạc nitrat trong nước đã được khử hoàn toàn cacbon dioxit trong bình định mức 1 000 ml. Thêm nước đến vạch. Hiệu chuẩn dung dịch bạc nitrat bằng 100 ml dung dịch natri clorua (NaCl) 0,400 g/l (natri clorua đã được sấy ở 300 °C), theo quy trình quy định trong 9.3.2 và 9.4. Biểu thị nồng độ của dung dịch bạc nitrat theo số mol trên lít đến bốn chữ số thập phân. Bảo quản dung dịch tránh ánh sáng trực tiếp.

CHÚ THÍCH Nếu sử dụng dung dịch bạc nitrat 14,53 g/l (0,085 5 mol/l), 1 ml dung dịch này tương đương với 5 mg natri clorua, thì sẽ dễ dàng tính hàm lượng muối trong bơ hơn.

5.2 Dung dịch chỉ thị kali cromat

Hoà tan 50 g kali cromat (K_2CrO_4) trong 1 000 ml nước.

CẢNH BÁO – Crom hoá trị 6 là tác nhân gây ung thư.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

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

6.2 Bình chuẩn độ, bằng thủy tinh, ví dụ bình nón hoặc cốc có mỏ dung tích 250 ml.

6.3 Ống đong chia độ, dung tích 100 ml, phù hợp với ISO 4788.

6.4 Pipet, có thể phân phối 2,0 ml, phù hợp với TCVN 7151 (ISO 648).

6.5 Buret, dung tích 50 ml, phù hợp với loại B của TCVN 7149 (ISO 385).

6.6 Giấy cân hoặc màng chất dẻo, không chứa clorua hoặc chứa hàm lượng clorua ở mức mà không làm ảnh hưởng đến kết quả. Không nên sử dụng giấy lọc.

7 Lấy mẫu

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

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

Bảo quản mẫu tránh bị hư hỏng và thay đổi thành phần.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Lấy mẫu bơ đại diện để thử nghiệm.

Nếu mẫu thử thấy rõ không đồng nhất hoặc mẫu thử dự kiến cho thấy không đồng đều (thời gian bảo quản, điều kiện bảo quản), thì trộn mẫu thử như sau. Làm ấm mẫu thử trong bình chứa đầy nắp ban đầu, sao cho mẫu được làm đầy một phần hai đến hai phần ba bình, tốt nhất là ở nhiệt độ không vượt quá 30 °C. Ở nhiệt độ này mẫu sẽ đủ mềm để trộn hoàn toàn đến trạng thái đồng nhất (dùng thiết bị lắc cơ học hoặc lắc bằng tay).

Làm nguội mẫu đến nhiệt độ môi trường, trộn liên tục cho đến khi nguội hoàn toàn. Ngay sau khi nguội, mở nắp vật chứa và khuấy nhẹ bằng dụng cụ thích hợp, ví dụ dùng thìa hoặc dao trộn, không quá 10 s trước khi đem cân.

9 Cách tiến hành

9.1 Số lượng phép xác định

Nếu cần đáp ứng yêu cầu giới hạn lặp lại (11.1), tiến hành hai phép xác định riêng rẽ theo 9.2 và 9.3.

9.2 Phần mẫu thử

Cân từ 4,5 g đến 5,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 0,05 g và chuyển trực tiếp vào bình chuẩn độ (6.2) hoặc cho lên mảnh giấy cân hoặc màng chất dẻo (6.6) rồi chuyển vào bình chuẩn độ. Thêm 100 ml nước sôi hoặc 100 ml nước nguội và đun sôi. Trộn lượng chứa trong bình.

9.3 Xác định

9.3.1 Việc chuẩn độ có thể thực hiện trên dung dịch nóng hoặc khi đã nguội. Điều này là cần thiết, tuy nhiên, mỗi phòng thử nghiệm chuẩn hoá qui trình xác định của mình bằng cách luôn luôn đưa nhiệt độ của lượng chứa trong bình chuẩn độ đến xấp xỉ nhiệt độ trước khi chuẩn độ.

Tiến hành chuẩn độ ở nhiệt độ khoảng 50 °C. Nhiệt độ này có thể ngăn cản (một phần) sự đông tụ của butterfat làm ảnh hưởng đến màu vàng da cam.

TCVN 8148 : 2009

9.3.2 Làm nguội trong khi trộn lượng chứa trong bình chuẩn độ đến nhiệt độ chuẩn hoá của phòng thử nghiệm. Thêm 2,0 ml chất chỉ thị kali cromat (5.2).

Dùng dung dịch bạc nitrat (5.1) để chuẩn độ, trong quá trình chuẩn độ luôn luôn khuấy cho đến khi thu được màu vàng da cam bền trong 30 s. Ghi lại thể tích bạc nitrat đã dùng, tính bằng mililit

9.4 Phép thử trắng

Dùng tất cả thuốc thử nhưng không có phần mẫu thử để tiến hành phép thử trắng.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính kết quả

10.1.1 Hàm lượng muối của bơ, w , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức sau:

$$w = \frac{5,844 \times c_s \times (V_s - V_0)}{m} \%$$

trong đó:

V_s là thể tích dung dịch bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ phần mẫu thử (9.3.2), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng (9.4), tính bằng mililit (ml);

c_s là nồng độ dung dịch bạc nitrat, tính bằng mol trên lít (mol/l);

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

5,844 là khối lượng NaCl tương đương với 1 ml dung dịch chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$, chia cho hệ số 10 [thu được bằng cách chia 1 000 (ml) cho 100 (%)].

10.1.2 Nếu sử dụng dung dịch bạc nitrat 14,53 g/l và cân được 5 g phần mẫu thử, chính xác đến 0,01 g, thì có thể tính hàm lượng muối của bơ, w , theo công thức sau đây:

$$w = \frac{(V_s - V_0)}{10} \%$$

trong đó V_s là thể tích dung dịch bạc nitrat 14,53 g/l, tính bằng mililit (ml);

10.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến 0,01% khối lượng.

11 Độ chụm

Các chi tiết về phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong tài liệu tham khảo [5]. Nghiên cứu này đã từng được tiến hành theo ISO 5725:1986 (nay đã hủy). Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không được áp dụng cho các khoảng nồng độ và chất nền khác với khoảng nồng độ và chất nền đã nêu.

11.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử 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 phân tích và sử dụng cùng một thiết bị trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp lớn hơn 0,03 % khối lượng.

11.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện và sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,05 % khối lượng.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ 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) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.
- f) kết quả cuối cùng thu được, nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400:1998 (ISO 707:1997), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*
 - [2] ISO 5725:1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Độ chụm của phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp thử tiêu chuẩn bằng phép thử liên phòng thử nghiệm) (đã huỷ bỏ)*
 - [3] 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*
 - [4] 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*
 - [5] BRATHEN, G. và MARTENS, R. *Bulletin of the IDF*, 235, 1988, pp. 20-33.
-