TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6838:2011
ISO 12081:2010

Xuất bản lần 2

SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

Milk – Determination of calcium content – Titrimetric method

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 6838:2011 thay thế TCVN 6838:2001;

TCVN 6838:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 12081:2010/IDF 36:2010;

TCVN 6838:2011 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 canxi – Phương pháp chuẩn độ

Milk – Determination of calcium content – Titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng canxi trong sữa và sữa hoàn nguyên từ sữa cô đặc, sữa đặc có đường hoặc từ sữa bột.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng canxi trong sữa (calcium content in milk)

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

CHÚ THÍCH Hàm lượng canxi được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Các chất protein trong phần mẫu thử được kết tủa bằng axit tricloaxetic, sau đó lọc. Canxi trong phần dịch lọc được kết tủa là canxi oxalat và được tách ra bằng li tâm. Chất kết tủa sau khi đã rửa và hoà tan được chuẩn độ bằng kali permaganat.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại 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.

4.1 Dung dịch axit tricloaxetic I ($C_2HCl_3O_2$), 200 g/l.

4.2 Dung dịch axit tricloaxetic II, 120 g/l.

4.3 Amoni oxalat ($C_2H_8N_2O_4$), dung dịch bão hoà, lạnh.

4.4 Dung dịch đỏ metyl

Hoà tan 0,05 g đỏ metyl ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) trong 100 ml etanol (96 % thể tích).

4.5 Dung dịch axit axetic ($C_2H_4O_2$), 20 % thể tích.

4.6 Dung dịch amoniac I

Trộn các thể tích bằng nhau của dung dịch amoniac (NH_3) (25 % khối lượng) và nước.

4.7 Dung dịch amoniac II

Pha loãng 2 ml dung dịch amoniac (25 % khối lượng) bằng nước đến 100 ml.

4.8 Axit sulfuric (H_2SO_4)

Cho 20 ml axit sulfuric (98 % khối lượng) vào 80 ml nước.

4.9 Dung dịch thể tích chuẩn kali permanganat, $c(KMnO_4)$ = 0,004 mol/l ± 0,000 1 mol/l

Kiểm tra chuẩn độ bằng quy trình phòng thử nghiệm thông thường, sử dụng axit oxalic hoặc natri oxalat.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 g, có thể đọc được đến 0,001 g.

5.2 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042)[4].

5.3 Pipet, dung tích 20 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648)[2].

5.4 Máy li tâm, có thể tạo gia tốc hướng tâm 1 400 *g*.

5.5 Ống li tâm, hình trụ và đáy tròn, dung tích khoảng 30 ml, được chia vạch 20 ml.

5.6 Pipet, dung tích 2 ml và 5 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648)[2].

5.7 Dụng cụ hút, có ống mao quản.

5.8 Nồi cách thuỷ, có thể duy trì nước ở nhiệt độ sôi.

5.9 Buret, được chia vạch 0,02 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7149 (ISO 385)[1].

5.10 Giấy lọc, không tro, để lọc chậm.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)[3].

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

7 Chuẩn bị mẫu thử

Đưa mẫu thử của sữa hoặc sữa hoàn nguyên đến nhiệt độ 20 °C ± 2 °C và trộn kĩ. Nếu không thu được sự phân bố đồng nhất của chất béo thì đun nóng nhẹ mẫu đến 40 °C, sau đó trộn nhẹ nhàng bằng cách lật đi lật lại hộp đựng và làm nguội đến 20 °C ± 2 °C.

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

Chuyển khoảng 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem Điều 7) vào bình định mức (5.2), sử dụng pipet (5.3). Cân mẫu chính xác đến 0,01 g.

8.2 Tiến hành xác định

8.2.1 Kết tủa protein

Vừa lắc vừa cho từ từ dung dịch axit tricloaxetic I (4.1) vào phần mẫu thử (8.1) cho đến khi thu được thể tích 50 ml. Lắc mạnh trong vài giây và để yên 30 min. Lọc qua giấy lọc (5.10), chú ý dịch lọc thu được phải trong.

8.2.2 Kết tủa canxi dưới dạng oxalat và tách oxalat

Dùng pipet (5.6) lấy 5 ml dịch lọc trong (8.2.1), 5 ml dung dịch axit tricloaxetic II (4.2), 2 ml dung dịch amoni oxalat (4.3), hai giọt dung dịch đỏ metyl (4.4) và 2 ml dung dịch axit axetic (4.5) cho vào ống li tâm (5.5). Trộn bằng cách xoay ống.

Cho từng giọt dung dịch amoniac I (4.6) vào các dung dịch hỗn hợp trong ống li tâm cho đến khi có màu vàng nhạt. Sau đó cho vài giọt dung dịch axit axetic (4.5) cho đến khi xuất hiện màu hồng. Để yên 4 h ở nhiệt độ phòng.

Pha loãng lượng chứa trong ống li tâm bằng nước đến 20 ml. Li tâm ống này ở 1 400 *g* trong 10 min. Dùng dụng cụ hút (5.7) để loại phần chất lỏng trong suốt nổi phía trên của ống li tâm.

Dùng 5 ml dung dịch amoniac II (4.7) tráng thành của ống li tâm. Chú ý không làm khuấy trộn kết tủa canxi oxalat. Li tâm lại ống li tâm ở 1 400 *g* trong 5 min. Dùng dụng cụ hút (5.7) để loại phần chất lỏng nổi phía trên của ống li tâm.

Lặp lại thao tác rửa này hai lần.

8.2.3 Chuẩn độ

Cho 2 ml axit sulfuric (4.8) và 5 ml nước vào kết tủa canxi oxalat (xem 8.2.2).

Đặt ống lên nồi cách thuỷ đang sôi (5.8) để hoà tan hoàn toàn kết tủa canxi oxalat. Chuẩn độ canxi oxalat đã hoà tan bằng dung dịch kali permanganat (4.9) cho đến khi có màu hồng bền. Chú ý để nhiệt độ của dung dịch trong quá trình chuẩn độ luôn cao hơn 60 °C.

Ghi lại thể tích của dung dịch kali permanganat đã dùng, tính bằng mililit, chính xác đến 0,01 ml.

8.2.4 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng song song với phép xác định, sử dụng 20 ml nước thay cho phần mẫu thử.

Ghi lại thể tích của dung dịch kali permanganat đã dùng, tính bằng mililit, chính xác đến 0,01 ml.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng canxi, w_{Ca}, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau đây :

$$w_{Ca} = 0{,}0004(V - V_0) \times \frac{1000f}{m}$$

$$= 0{,}4(V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch kali permanganat đã sử dụng cho phần mẫu thử (8.2.3), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch kali permanganat đã sử dụng cho phép thử trắng (8.2.4), tính bằng mililit (ml);

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

f là hệ số hiệu chính cho thể tích kết tủa do sự kết tủa bằng axit tricloaxetic, được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Hệ số hiệu chính, *f*, là hàm số của hàm lượng chất béo của mẫu thử

Hàm lượng chất béo của mẫu % khối lượng	Hệ số hiệu chính *f*
từ 3,5 đến 4,5	0,972
3	0,976
2	0,980
1	0,985
< 0,1	0,989

9.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả đến ba chữ số thập phân.

10 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp thử, trên vật liệu thử giống hệt nhau, tiến hành trong một phòng thử nghiệm, do 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 0,002 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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 đã dùng, 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) kết quả thử nghiệm thu được;

f) kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh – Buret*

[2] TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh – Pipet một mức*

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

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