

TCVN 6269 : 1997

ISO 8070 : 1987 (E)

**SỮA BỘT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI
VÀ KALI – PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
PHÁT XẠ NGỌN LỬA**

*Dried milk – Determination of sodium and potassium contents –
Flame emission spectrometric method*

HÀ NỘI – 1997

Lời nói đầu

TCVN 6269 : 1997 noan toàn tương đương với ISO 8070 : 1987 (E)

TCVN 6269 : 1997 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, Công nghệ và Môi trường t an hành.

Sữa bột - Xác định hàm lượng natri và kali - Phương pháp quang phổ phát xạ ngọn lửa

*Dried milk - Determination of sodium and potassium contents --
Flame emission spectrometric method*

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quang phổ phát xạ ngọn lửa để xác định hàm lượng natri và kali trong tất cả các loại sữa bột.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 707 Sữa và các sản phẩm của sữa - Các phương pháp lấy mẫu;

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Định nghĩa

Hàm lượng natri và kali trong sữa bột : Là hàm lượng các chất được xác định bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này và được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Hòa tan sữa bột trong nước ấm. Nguyên tử hóa dung dịch và các dung dịch đối chiếu trực tiếp trên ngọn lửa của máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa và đo cường độ ánh sáng phát xạ.

5 Thuốc thử

Sử dụng tất cả các thuốc thử thuộc loại phân tích. Dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, theo qui định của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696), loại 2.

5.1 Axit clohidric, khoảng 4 mol/l.

Pha loãng 300 ml axit clohidric đậm đặc [37% (m/m)] bằng nước tới 1 000 ml và lắc đều.

5.2 Các dung dịch chuẩn

Bảo quản các dung dịch chuẩn trong các bình polyetylen cứng hoặc được chế tạo từ vật liệu khác có chất lượng ít nhất phải tương đương.

5.2.1 Natri, dung dịch chuẩn

Hòa tan trong nước 1,0168 g natri clorua (NaCl) đã sấy khô tới khối lượng không đổi từ 110°C đến 120°C, pha loãng tới 1 000 ml và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,4 mg Na.

5.2.2 Kali, dung dịch chuẩn

Hòa tan trong nước 1,9068 g kali clorua (KCl) đã sấy khô tới khối lượng không đổi từ 110°C đến 120°C, pha loãng tới 1 000 ml và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 1 mg K.

5.2.3 Canxi, dung dịch chuẩn

Hòa tan 2,4972 g canxi cacbonat (CaCO_3) đã sấy khô tới khối lượng không đổi từ 110°C đến 120°C, trong 15 ml axit hydrocloric (5.1), pha loãng bằng nước tới 1 000 ml và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 1 mg Ca.

5.2.4 Phospho, dung dịch chuẩn

Hòa tan trong nước 10,660 g diamoni monohydro octophotphat $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$, pha loãng tới 1 000 ml và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 2,5 mg P.

6 Thiết bị

Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được rửa kỹ và tráng lại bằng nước cất để đảm bảo rằng trong kiện thử nghiệm các dụng cụ thủy tinh không chứa natri và kali.

Sử dụng các dụng cụ thí nghiệm thông thường và đặc biệt là:

- 6.1 Cân phân tích.
- 6.2 Cốc thủy tinh, dung tích 50 ml.
- 6.3 Bình định mức một vạch dung tích 100 ml, 500 ml và 1 000 ml, theo qui định của ISO 1042, loại B.
- 6.4 Ống đong chia độ, dung tích 50 ml, theo qui định của ISO 4788.
- 6.5 Pipet một vạch, loại 10 - 15 - 20 - 25 - 30 - 40 - 45 - 50 - 60 ml, theo qui định của ISO 648, loại A, hoặc ISO 835.

Chú thích – Có thể dùng buret thay cho pipet.

- 6.6 Đũa thủy tinh.
- 6.7 Máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa có đầu đốt, dùng hỗn hợp axetylen với không khí, hoặc của hỗn hợp propan với không khí, và có các bộ lọc với độ truyền quang cực đại ở 589 nm và 768 nm tương ứng cho natri và kali, hoặc có gắn một bộ tách đơn sắc.

7 Lấy mẫu

- 7.1 Lấy mẫu theo ISO 707.
- 7.2 Bảo quản mẫu sao cho mẫu không bị hư hỏng và không thay đổi thành phần.

8 Cách tiến hành

Chú ý – Tránh sự nhiễm bẩn, đặc biệt với sự đọng hơi nước.

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Cho mẫu vào bình chứa có dung tích khoảng gấp đôi thể tích của mẫu, có nắp đậy kín. Đậy nắp bình ngay và lắc đều mẫu thật kỹ bằng cách lắc và đảo chiều bình liên tục.

Trong quá trình chuẩn bị, tránh để mẫu tiếp xúc với môi trường không khí càng ít càng tốt, để làm giảm tối đa sự hấp thụ ẩm của môi trường.

8.2 Phần mẫu thử

Cân 1,25 g mẫu thử chính xác tới 1 mg, cho vào cốc thủy tinh có mỏ (6.2).

8.3 Chuẩn bị dung dịch thử

Hòa tan phần mẫu thử (8.2) vào khoảng 20 ml nước ấm (40°C đến 50°C), dùng đũa thủy tinh (6.6) để khuấy. Chuyển lượng mẫu trong cốc thủy tinh sang bình định mức một vạch dung tích 500 ml (6.3), dùng một lượng nước để tráng cốc, làm nguội đến 20°C và pha loãng đến vạch. Lắc đều lượng chứa trong bình.

Chú thích

- 1) Dùng sữa bột nguyên chất thông thường, dung dịch này chứa khoảng 10 mg natri và 40 mg kali trong 1 lít.
- 2) Nếu dung dịch này chứa các hạt không hòa tan thì sẽ không thu được kết quả tin cậy.

8.4 Chuẩn bị dung dịch đối chiếu natri và kali

Dùng pipet, cho lần lượt vào bảy bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml các thể tích của dung dịch chuẩn (5.2.1, 5.2.2 và 5.2.3) như ghi trong bảng 1 và pha loãng với nước đến 900 ml. Thêm vào mỗi bình 10 ml dung dịch chuẩn photpho (5.2.4), pha loãng với nước cho đến vạch và lắc đều.

Bảng 1 – Chuẩn bị và thành phần của dung dịch đối chiếu natri và kali

Dung dịch đối chiếu	Thể tích của dung dịch chuẩn natri (5.2.1) ml	Hàm lượng natri tương ứng mg/l	Thể tích của dung dịch chuẩn kali (5.2.2) ml	Hàm lượng kali tương ứng mg/l	Thể tích của dung dịch chuẩn canxi (5.2.3) ml	Hàm lượng canxi tương ứng mg/l	Thể tích của dung dịch chuẩn photpho (5.2.4) ml	Hàm lượng photpho tương ứng mg/l
1	15	6	50	50	30	30	10	25
2	20	8	45	45	30	30	10	25
3	25	10	40	40	30	30	10	25
4	30	12	40	40	30	30	10	25
5	40	16	35	35	35	35	10	25
6	50	20	30	30	35	35	10	25
7	60	24	25	25	35	35	10	25

Chú thích

- 1) Dung dịch đối chiếu số 7 là không bắt buộc.
- 2) Các dung dịch đối chiếu này có thể để trong ít nhất là một tháng nếu bảo quản trong bình polyetylen cứng hoặc các chất liệu khác có chất lượng tương đương.

8.5 Xác định

8.5.1 Hàm lượng natri

Nguyên tử hóa lần lượt các dung dịch đối chiếu (8.4), bắt đầu từ dung dịch có hàm lượng natri thấp nhất, và dung dịch thử (8.3), trong ngọn lửa của máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa, theo hướng dẫn của nhà sản xuất và sử dụng bộ lọc natri hoặc dụng cụ đơn sắc đã được điều chỉnh ở 589 nm. Ghi lại các số đo.

8.5.2 Hàm lượng kali

Nguyên tử hóa lần lượt các dung dịch đối chiếu (8.4), bắt đầu từ dung dịch có hàm lượng kali thấp nhất, và dung dịch thử (8.3), trong ngọn lửa của máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa, theo hướng dẫn của nhà sản xuất và sử dụng bộ lọc kali hoặc dụng cụ đơn sắc đã được điều chỉnh ở bước sóng 768 nm. Ghi lại các số đo.

8.5.3 Pha loãng

Nếu chỉ số của máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa đối với dung dịch thử (8.3) vượt quá chỉ số của dung dịch đối chiếu có nồng độ cao nhất, thì lập lại phép đo quang phổ của mẫu thử (8.3) thích hợp đã pha loãng và của các dung dịch đối chiếu tương ứng. Với mục đích này, chuẩn bị các dung dịch đối chiếu có các nồng độ natri, kali, canxi và photpho càng gần với nồng độ dự kiến càng tốt của dung dịch thử đã pha loãng.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng natri và kali của mẫu biểu thị bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$\left[\frac{I_x - I_1}{I_2 - I_1} (c_2 - c_1) + c_1 \right] \frac{f}{m}$$

trong đó

- I_x là chỉ số trên máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa đối với dung dịch mẫu thử (8.3);
- I_1 là chỉ số thấp hơn gần nhất trên máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa đối với dung dịch đối chiếu có nồng độ c_1 ;
- I_2 là chỉ số cao hơn gần nhất trên máy đo quang phổ phát xạ ngọn lửa đối với dung dịch đối chiếu có nồng độ c_2 ;
- c_1 là nồng độ của dung dịch đối chiếu cho chỉ số I_1 , tính bằng miligam trên lít;
- c_2 là nồng độ của dung dịch đối chiếu cho chỉ số I_2 , tính bằng miligam trên lít;

f là hệ số chuyển đổi để biểu thị kết quả như tỷ lệ phần trăm khối lượng (đối với natri và kali, $f = 0,04$);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

Chú thích – Cần tính tới độ pha loãng dung dịch thử (xem 8.5.3).

Ghi kết quả hàm lượng natri và kali chính xác đến 0,01% (m/m).

9.2 Độ chính xác

Chú thích – Các chỉ số về độ lặp lại và độ tái lập có được từ kết quả thí nghiệm liên phòng phù hợp với TCVN 4550 : 1988 (ISO 5725) Độ chính xác của phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập của các thử nghiệm của liên phòng thí nghiệm .

9.2.1 Độ lặp lại

Độ chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định được tiến hành đồng thời hoặc liên tục, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, không được vượt quá 6% trung bình cộng của các kết quả đối với cả natri và kali.

9.2.2 Độ tái lập

Độ chênh lệch giữa kết quả của hai lần thử nghiệm riêng rẽ và độc lập, thu được do hai nhà phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thí nghiệm khác nhau, trên cùng một nguyên liệu thử, không được vượt quá 8% giá trị trung bình cộng của các kết quả đối với cả natri và kali.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được. Cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các tình huống bất thường khác làm ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ mẫu thử.