

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

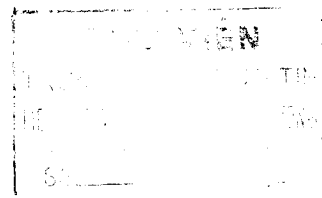
TCVN 6838 : 2001

ISO 12081: 1998

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

Milk – Determination of calcium content – Titrimetric method

HÀ NỘI – 2001



Lời nói đầu

TCVN 6838 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 12081 : 1998;

TCVN 6838 : 2001 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 ban hành.

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

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng định nghĩa sau :

2.1 Hàm lượng canxi của sữa: Phần khối lượng của các chất xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

Chú thích – Hàm lượng canxi được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Làm kết tủa các protein trong phần mẫu thử bằng axit tricloaxetic, sau đó lọc. Canxi trong dịch lọc được kết tủa là canxi oxalat và được tách ra bằng cách ly tâm. Chất kết tủa sau khi đã rửa và hoà tan được chuẩn độ bằng kali permagannat.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

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

4.1 Dung dịch axit tricloaxetic I, 200 g/l.

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

4.3 Amoni oxalat, dung dịch bão hoà, lạnh.

4.4 Dung dịch đỏ metyl.

TCVN 6838 : 2001

Hoà tan 0,05 g đỏ metyl trong 100 ml etanol (96% phần thể tích).

4.5 Dung dịch axit axetic, 20% phần thể tích.

4.6 Dung dịch amoniac I.

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

4.7 Dung dịch amoniac II.

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

4.8 Axit sunfuric.

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

4.9 Dung dịch thể tích chuẩn kali permanganat, $c(\text{KMnO}_4) = 0,004 \text{ mol/l} \pm 0,0001 \text{ mol/l}$.

Kiểm tra chuẩn độ bằng qui trình phòng thí nghiệm thông thường sử dụng axit oxalic hoặc natri oxalat.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và đặc biệt như sau :

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

5.2 Bình định mức, dung tích danh định 50 ml.

5.3 Pipet, dung tích danh định 20 ml.

5.4 Máy ly tâm, có thể tạo gia tốc quay 1 400 x g.

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

5.6 Pipet, xả hết 2 ml và 5 ml.

5.7 Dụng cụ hút, có ống mao dẫn.

5.8 Nồi cách thuỷ, có thể đun sôi nước.

5.9 Buret, được chia vạch 0,02 ml.

5.10 Giấy lọc không tro, để lọc chậm.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 : 1998 (ISO 707).

Điều quan trọng là phòng thí nghiệm nhận được đúng mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc bị thay đổi chất lượng trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Đưa mẫu thử của sữa hoặc sữa hoàn nguyên về $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ và trộn kỹ. 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 $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

Chuyển khoảng 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (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 các 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 50 ml. Lắc mạnh trong vài giây và để yên 30 phút. Lọc qua giấy lọc (5.10), chú ý dịch lọc thu được phải trong.

8.2.2 Kết tủa canxi theo oxalat và tách oxalat

Dùng pipet 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) vào ống ly 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 ly 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 ly tâm bằng nước đến 20 ml. Ly tâm ống này ở 1 400 x g trong 10 min. Dùng dụng cụ hút (5.7) để loại phần chất lỏng trong suốt nổi phía trên của ống ly tâm.

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

Lặp lại thao tác rửa này hai lần.

8.2.3 Chuẩn độ

Cho 2 ml axit sunfuric (4.8) và 5 ml nước vào chất lỏng canxi oxalat (8.2.2).

Đặt ống lên nồi cách thuỷ đang sôi để hoà tan hết chất lỏng canxi oxalat. Chuẩn độ canxi oxalat đã hoà tan bằng dung dịch kali permanganat (4.9) cho đến khi có màu hồng bền vững. 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, chính xác đến 0,01 ml, tính bằng mililit.

8.2.4 Thử mẫu trắng

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

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

9 Tính toán và biểu thị kết quả**9.1 Tính toán**

Tính hàm lượng canxi theo công thức sau đây :

$$w = 0.0004(V - V_0) \times \frac{1000f}{m} = 0.4(V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

trong đó

w là hàm lượng canxi, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng;

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

V₀ là thể tích dung dịch kali permanganat đã sử dụng cho thử mẫu trắng (8.2.4), tính bằng mililit;

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

f là hệ số hiệu chỉnh cho thể tích kết tủa từ việc kết tủa bằng axit tricloaxetic, như sau :

Hàm lượng chất béo của mẫu (%)	Hệ số hiệu chỉnh
3,5 đến 4,5	f = 0,972
3	f = 0,976
2	f = 0,980
1	f = 0,985
< 0,1	f = 0,989

9.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả đến chữ số thứ ba sau dấu phẩy.

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 thí nghiệm, do một người phân tích sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, lớn hơn 0,002% không vượt quá 5% các trường hợp.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra :

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng, tham khảo của tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thu được; hoặc
- nếu kiểm tra độ lặp lại, nêu kết quả thu được.

Phụ lục
Tài liệu tham khảo

[1] TCVN 6400 : 1998 (ISO 707) Sữa và sản phẩm sữa – Lấy mẫu.
