

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11161:2015**

**ISO 5547:2008**

Xuất bản lần 1

**CASEIN -  
XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT TỰ DO (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Caseins - Determination of free acidity (Reference method)*

**HÀ NỘI - 2015**

**Lời nói đầu**

TCVN 11161:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 5547:2008;

TCVN 11161:2015 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 thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Casein - Xác định độ axit tự do (Phương pháp chuẩn)

*Caseins - Determination of free acidity (Reference method)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định độ axit tự do của các casein thu được bằng kết tủa axit hoặc lên men lactic và của các casein rennet.

### 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 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret.*

TCVN 7150 (ISO 835), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ.*

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

TCVN 8488 (ISO 4788), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Ống đong chia độ.*

TCVN 11163 (ISO 5550), *Casein và caseinat – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn).*

ISO 3310-1, *Sàng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và thử nghiệm – Phần 1: Sàng thử nghiệm bằng lưới kim loại.*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Độ axit tự do của casein** (free acidity of caseins)

Thể tích của dung dịch natri hydroxit chuẩn 0,1 mol/l cần để chuẩn độ dịch chiết của 1 g sản phẩm, tính bằng mililit.

#### 4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được chiết với nước ở 60 °C rồi lọc. Dịch lọc được chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn, sử dụng phenolphtalein làm chất chỉ thị.

#### 5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, không chứa cacbon đioxit bằng cách đun sôi trong 10 min trước khi sử dụng.

5.1 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch thể tích chuẩn 0,1 mol/l.

5.2 Phenolphtalein (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>), pha trong 10 g/l dung dịch etanol.

#### 6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,0 1 g.

6.2 Bình nón, dung tích 500 ml, có cổ mài và gắn nắp thủy tinh mài.

6.3 Pipet một vạch, dung tích 100 ml, phù hợp với yêu cầu loại A, TCVN 7151 (ISO 648).

6.4 Pipet, thích hợp để lấy 0,5 ml dung dịch chỉ thị (5.2), phù hợp với yêu cầu loại A, TCVN 7151 (ISO 648) hoặc loại A, TCVN 7150 (ISO 835).

6.5 Bình nón, dung tích 250 ml.

6.6 Ống đong, dung tích 250 ml, phù hợp với yêu cầu loại A, TCVN 8488 (ISO 4788).

6.7 Buret, được chia độ đến 0,1ml, phù hợp với yêu cầu loại A, TCVN 7150 (ISO 835).

6.8 Nồi cách thủy, có khả năng duy trì được nhiệt độ (60 ± 2) °C.

6.9 Bộ lọc thích hợp.

6.10 Dụng cụ nghiền, để nghiền mẫu phòng thử nghiệm, nếu cần (xem 8.1.4), không tăng nhiệt quá mức và không làm thất thoát hoặc hấp thụ độ ẩm. Không được sử dụng máy nghiền búa.

6.11 Sàng thử nghiệm, bằng dây vải, đường kính 200 mm, cỡ lỗ danh định 500 µm, có thiết bị hứng phù hợp với ISO 3310-1.

## 7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là 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 hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)<sup>[1]</sup>.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Chuẩn bị mẫu thử

**8.1.1** Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm bằng cách lắc và đảo chiều vật chứa (sau khi chuyển tất cả mẫu phòng thử nghiệm vào vật chứa kín khí có dung tích vừa đủ để thực hiện thao tác, nếu cần).

**8.1.2** Chuyển khoảng 50 g mẫu phòng thử nghiệm đã trộn kỹ vào sàng thử nghiệm (6.11).

**8.1.3** Nếu 50 g phần mẫu thử lọt hết qua sàng hoặc gần như lọt hết qua sàng thì sử dụng phép xác định mẫu như đã chuẩn bị trong 8.1.1.

**8.1.4** Cách khác, dùng dụng cụ nghiền (6.10), nghiền 50 g mẫu cho đến khi mẫu lọt hết qua sàng. Chuyển ngay tất cả mẫu đã sàng vào vật chứa kín khí có dung tích vừa đủ và trộn kỹ bằng cách lắc và đảo chiều nhiều lần. Trong quá trình thao tác, thật cẩn thận tránh làm thay đổi độ ẩm của sản phẩm.

**8.1.5** Sau khi mẫu thử được chuẩn bị, phép xác định (8.3) cần được thực hiện càng nhanh càng tốt.

Làm sạch dụng cụ sau mỗi lần nghiền từng mẫu.

### 8.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 10 g mẫu thử (8.1) chính xác đến 10 mg và chuyển mẫu vào bình nón (6.2).

### 8.3 Phép xác định

Dùng ống đong 250 ml (6.6), thêm 200 ml nước vừa đun sôi, đã được đưa về 60 °C. Đậy nắp bình, trộn bằng cách lắc bình và đặt trong nồi cách thủy ở 60 °C trong 30 min. Cứ khoảng 10 min lắc bình một lần.

Lọc và làm mát dịch lọc đến khoảng 20 °C. Dịch lọc phải trong.

Dùng pipet (6.3) chuyển 100 ml dịch lọc đã làm mát cho vào bình nón (6.5). Dùng pipet (6.4) thêm 0,5 ml dung dịch phenolphthalein (5.2). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (5.1) cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền trong ít nhất 30 s. Ghi lại thể tích đã sử dụng chính xác đến 0,01 ml.

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Tính kết quả

9.1.1 Độ axit tự do của casein,  $V_{\text{tac}}$ , biểu thị theo mililit, được tính bằng công thức (1):

$$V_{\text{tac}} = \frac{20 \times V_{\text{NaOH}} \times c}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

$V_{\text{NaOH}}$  là thể tích của dung dịch natri hydroxit chuẩn (5.1) đã sử dụng, tính bằng mililit (ml);

$c$  là nồng độ chất của dung dịch natri hydroxit chuẩn (5.1), tính bằng mol trên lít (mol/l);

$m$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Tính độ axit tự do chính xác đến 0,01 ml và báo cáo kết quả cuối cùng chính xác đến 0,1 ml.

9.1.2 Để tính độ axit tự do của mẫu tính theo chất khô, nhân kết quả thu được từ công thức (1) với hệ số (2):

$$\frac{100}{100 - w_w} \quad (2)$$

Trong đó  $w_w$  là độ ẩm của mẫu, xác định được theo TCVN 11163 (ISO 5550), tính bằng phần trăm khối lượng.

### 9.2 Độ chụm

#### 9.2.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,02 ml của dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l trên 1 g sản phẩm.

#### 9.2.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống thử hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,04 ml của dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l trên 1 g sản phẩm.

**10 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 sử dụng, 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 và kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra lặp lại.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
-