

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11160:2015

ISO 5546:2010

Xuất bản lần 1

**CASEIN VÀ CASEINAT -
XÁC ĐỊNH PH (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Caseins and caseinates - Determination of pH (Reference method)

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11160:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 5546:2010;

TCVN 11160:2015 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 và caseinat - Xác định pH (Phương pháp chuẩn)

Caseins and caseinates - Determination of pH (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định pH của tất cả các loại casein (axit casein và casein rennet) và của caseinat.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

pH của casein và caseinat (pH of caseins and caseinates)

pH của dịch chiết casein hoặc dung dịch caseinat trong nước ở 20 °C được xác định bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

3 Nguyên tắc

Dùng máy đo pH để xác định pH của dịch chiết casein hoặc dung dịch caseinat trong nước.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước không hấp thụ cacbon dioxit, trừ khi có quy định khác.

4.1 Dung dịch đệm, để hiệu chuẩn máy đo pH (5.2).

Hai dung dịch đệm chuẩn có giá trị pH ở 20 °C, lấy đến số thập phân thứ hai và pH của mẫu nằm trong dải pH của hai dung dịch đệm, nghĩa là dung dịch đệm phtalat có pH 4 và dung dịch đệm borax có pH 9. Ngoài ra có thể sử dụng dung dịch đệm phosphat có pH 7.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

TCVN 11160:2015

- 5.1 Cân**, có thể cân chính xác đến 0,1 g.
- 5.2 Máy đo pH**, độ nhạy tối thiểu 0,05 đơn vị pH, có điện cực thủy tinh và calomen thích hợp hoặc điện cực chuẩn khác.
- 5.3 Nhiệt kế**, có thể đo chính xác 0,5 °C.
- 5.4 Bình nón**, dung tích 100 ml, có nắp thủy tinh mài.
- 5.5 Cốc có mỏ**, dung tích 50 ml.
- 5.6 Dụng cụ nghiền**, để nghiền mẫu phòng thử nghiệm, nếu cần (xem 7.4), không tăng nhiệt quá mức và không làm thất thoát hoặc hấp thụ ẩm. Không được sử dụng máy nghiền búa.
- 5.7 Sàng thử nghiệm**, bằng dây vải, đường kính 200 mm, cỡ lỗ danh định 500 µm, có bộ phận hứng phù hợp với ISO 3310-1^[2].
- 5.8 Máy trộn**
- 5.9 Cốc có mỏ**, dùng cho máy trộn (5.8), dung tích ít nhất là 250 ml.

6 Lấy mẫu

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)^[1].

7 Chuẩn bị mẫu thử

- 7.1 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).
- 7.2 Chuyển khoảng 50 g mẫu phòng thử nghiệm đã trộn kỹ vào sàng thử nghiệm** (5.7).
- 7.3 Nếu 50 g phần mẫu thử lọt qua sàng hoặc gần như lọt hết qua sàng thì sử dụng phép xác định mẫu như đã chuẩn bị trong 7.1.**
- 7.4 Cách khác**, dùng dụng cụ nghiền (5.6), 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.
- 7.5 Thực hiện phép xác định** (xem Điều 8) càng nhanh càng tốt sau khi mẫu thử được chuẩn bị.

8 Cách tiến hành

8.1 Hiệu chuẩn máy đo pH

Điều chỉnh nhiệt độ của dung dịch đệm (4.1) đến 20 °C và hiệu chuẩn máy đo pH theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Việc hiệu chuẩn nên được thực hiện trong khi các bình được để yên 20 min (xem 8.2.1 và 8.2.2).

Nếu một dãy mẫu được tiến hành thử nghiệm thì cứ 30 min kiểm tra việc hiệu chuẩn máy đo pH với một hoặc nhiều dung dịch đệm chuẩn.

8.2 Chuẩn bị dung dịch thử nghiệm

8.2.1 Casein

Cân 5,0 g mẫu thử (xem Điều 7), chính xác đến 0,1 g, cho vào bình nón (5.4), thêm 30 ml nước đã điều chỉnh trước đến 20 °C và đậy nắp bình. (Có thể lấy 7,0 g mẫu thử và 42 ml nước).

Lắc bình bằng tay trong 10 s và để yên 20 min ở khoảng 20 °C.

8.2.2 Caseinat

Chuyển 95 ml nước vào cốc có mỏ (5.9), thêm 5,0 g mẫu thử (xem Điều 7) và dùng máy trộn (5.8) để trộn trong 30 s.

Để yên trong 20 min ở khoảng 20 °C.

8.3 Đo pH

8.3.1 Casein

Gạn phần dịch lỏng phía trên cho vào cốc có mỏ (5.5) và dùng máy đo pH (5.2) xác định ngay pH của dịch lỏng này, sau đó cẩn thận tráng điện cực thủy tinh bằng nước.

8.3.2 Caseinat

Rót khoảng 20 ml dung dịch vào cốc có mỏ (5.5) và dùng máy đo pH (5.2) xác định ngay pH của dung dịch này, sau đó cẩn thận tráng điện cực thủy tinh bằng nước.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Casein

Giá trị pH của dịch chiết casein được ghi lại từ máy đo pH và lấy đến ít nhất một chữ số thập phân.

9.2 Caseinat

Giá trị pH của dung dịch caseinat trong nước được ghi lại từ máy đo pH và lấy đến ít nhất hai chữ số thập phân.

10 Độ chụm

10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được trên vật liệu thử giống hệt nhau, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 0,1 đơn vị pH đối với dịch chiết casein và 0,05 đơn vị pH đối với dung dịch caseinat trung bình không nhiều hơn một trong 20 trường hợp thông thường và hiệu chỉnh thao tác của phương pháp.

10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, riêng rẽ thu được khi thực hiện trong hai phòng thử nghiệm khác nhau trên cùng một vật liệu thử, không quá 0,3 đơn vị pH đối với dịch chiết casein và 0,15 đơn vị pH đối với dung dịch caseinat trung bình không nhiều hơn một trong 20 trường hợp thông thường và hiệu chỉnh thao tác của phương pháp.

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 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*
 - [2] ISO 3310-1, *Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth*
-