

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10580 : 2014**

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CÔNG THỨC TỪ SỮA DÀNH CHO  
TRẺ SƠ SINH – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLORUA –  
PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐIỆN THẾ**

*Milk-based infant formula – Determination of chloride content –  
Potentiometric method*

**HÀ NỘI - 2014**

**Lời nói đầu**

TCVN 10580:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 986.26  
*Chloride in milk-based infant formula. Potentiometric method;*

TCVN 10580:2014 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.

## Thực ăn công thức từ sữa dành cho trẻ sơ sinh - Xác định hàm lượng clorua - Phương pháp đo điện thế

*Milk-based infant formula - Determination of Chloride content -  
Potentiometric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo điện thế để xác định hàm lượng clorua trong thực ăn công thức từ sữa dành cho trẻ sơ sinh.

### 2 Nguyên tắc

Phản mẫu thử được hòa vào nước và axit hóa, hàm lượng clorua hòa tan được chuẩn độ điện thế bằng bạc nitrat.

### 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác.

#### 3.1 Nước cất hoặc nước đã loại ion, không chứa halogen, theo phép thử sau:

Cho 1 ml dung dịch bạc nitrat xấp xỉ 0,1 M và 5 ml dung dịch axit nitric loãng (3.2) vào 100 ml nước. Kết quả cho thấy dung dịch chỉ hơi đục.

#### 3.2 Axit nitric (HNO<sub>3</sub>) loãng

Pha loãng 20 ml axit nitric đặc (nồng độ từ 69 % đến 71 %) bằng nước đến 1 lít.

#### 3.3 Dung dịch chuẩn natri clorua (NaCl), 0,0856 M

Hòa tan 5,000 g natri clorua trong nước đựng trong bình định mức 1 lít (4.5) đã được sấy trước trong tủ sấy (4.6) 2 h ở 110 °C, thêm nước đến vạch.

### 3.4 Dung dịch chuẩn bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), 0,0856 M

Hòa tan 14,541 g bạc nitrat trong nước đựng trong bình định mức 1 lít (4.5), thêm nước đến vạch.

Kiểm tra nồng độ bạc nitrat như sau:

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch chuẩn natri clorua (3.3) cho vào cốc có mỏ 250 ml (4.7), pha loãng bằng nước đến khoảng 50 ml và thêm 50 ml dung dịch axit nitric loãng (3.2). Đưa các điện cực (4.4) vào dung dịch, bật máy khuấy từ (4.3) và khuấy kỹ với tốc độ không đổi, làm xáo trộn mạnh mà không gây văng bắn dung dịch.

Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat đã chuẩn bị, dùng buret (4.9), duy trì việc khuấy trong quá trình chuẩn độ. Dụng đường chuẩn của điện áp tính bằng milivon theo thể tích dung dịch bạc nitrat tính bằng mililit. Điều chỉnh lượng tăng thể tích dung dịch bạc nitrat theo tốc độ thay đổi điện áp (xem 4.2) để thu được đồ thị chính xác. Cho tổng cộng 50 ml dung dịch bạc nitrat để thu được đường chuẩn hoàn chỉnh.

Từ thể tích dung dịch chuẩn bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ, tính nồng độ mol trên lít của dung dịch.

Bảo quản dung dịch đã chuẩn bị trong bình thủy tinh chịu nhiệt tốt, tránh ánh sáng trực tiếp của mặt trời. Dung dịch bền ở nhiệt độ phòng.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

4.2 Máy đo pH, thích hợp để đọc trực tiếp, có thang chia độ nhỏ hơn hoặc bằng 10 mV; dải đo ít nhất là  $\pm 700$  mV, ví dụ: loại điện tử.

4.3 Máy khuấy từ, có thể chỉnh được tần số quay không đổi.

4.4 Điện cực bạc (ví dụ: Beckman số 39261 hoặc tương đương) hoặc chỉ thị bạc đơn (ví dụ: Beckman 39261, Orion 94-17-BN, Fisher 13-639-122 hoặc tương đương) và các điện cực chuẩn thủy tinh (ví dụ: Beckman 391419, Orion 90-02-00, Fisher 9-313-216 hoặc tương đương).

Trước khi sử dụng lần đầu và trước mỗi ngày sử dụng, nếu cần, làm sạch đầu điện cực bằng bột rửa hoặc vật liệu thích hợp khác và tráng rửa thật kỹ với nước (với một số loại mẫu có thể cần phải sử dụng nước nóng). Làm sạch các điện cực khác theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Làm sạch lại khi cần để ngăn chặn sự trôi của điểm kết thúc chuẩn độ khi đọc. Với một số mẫu thử, định kỳ tráng rửa các điện cực bằng nước và lau khô bằng khăn giấy để tránh tích tụ lớp màng. Không cần thiết dùng bạc clorua để bọc các điện cực bạc.

- 4.5 Bình định mức, dung tích 1 lít.
- 4.6 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở 110 °C.
- 4.7 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.
- 4.8 Pipet, có thể phân phối các thể tích thích hợp.
- 4.9 Buret, dung tích 10 ml, được chia vạch 0,05 ml.

## 5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400:2010 (ISO 707:2008)<sup>(1)</sup>.

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.

## 6 Cách tiến hành

Dùng pipet (4.8) lấy 50 ml phần mẫu thử cho vào cốc có mỏ 250 ml (4.7). Thêm 50 ml dung dịch axit nitric loãng (3.2), lắc đều. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn bạc nitrat (3.4) theo quy trình nêu trong 3.4.

Để có được độ chính xác cao nhất, khi thực hiện một dãy phép xác định trên cùng một loại mẫu thức ăn công thức, thì xác định điểm kết thúc chuẩn độ từ đường chuẩn của mẫu thức ăn công thức đó và sử dụng điểm kết thúc chuẩn độ này thay cho điểm kết thúc chuẩn độ của dung dịch chuẩn natri clorua.

Ghi lại thể tích dung dịch chuẩn bạc nitrat đã dùng, tính bằng mililit.

## 7 Tính kết quả

Hàm lượng clorua có trong phần mẫu thử, X, biểu thị bằng miligam trên lít (mg/l), tính được theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times C_M \times M_{Cl} \times 1000}{V_0}$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ (xem Điều 6), tính bằng mililit (ml);

C<sub>M</sub> là nồng độ dung dịch chuẩn bạc nitrat tinh được sau khi kiểm tra (xem 3.4), tính bằng mol trên lít (mol/l),

## TCVN 10580:2014

$M_{Cl}$  là khối lượng mol của ion clorua ( $Cl^-$ ), tính bằng gam trên mol ( $M_{Cl} = 35,453$  g/mol);

1000 là hệ số chuyển đổi từ lit sang mililit;

$V_0$  là thể tích phần mẫu thử, tính bằng mililit (trong trường hợp này  $V_0 = 50$  ml).

### 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về 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) kết quả thử nghiệm thu được;
- e) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6400:2010 (ISO 707:2008) *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*
-