

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10581 : 2014**

Xuất bản lần 1

**THỨC ĂN CÔNG THỨC TỪ SỮA DÀNH CHO  
TRẺ SƠ SINH – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IODUA –  
PHƯƠNG PHÁP ĐIỆN CỰC CHỌN LỌC ION**

*Milk-based infant formula – Determination of iodide content –  
Ion-selective electrode method*

**HÀ NỘI - 2014**

## Lời nói đầu

TCVN 10581:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 992.24 *Iodide in ready-to-feed milk-based infant formula. Ion-selective electrode method*;

TCVN 10581:2014 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 iodua - Phương pháp điện cực chọn lọc ion

*Milk-based infant formula - Determination of iodide content -  
Ion-selective electrode method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp điện cực chọn lọc ion để xác định hàm lượng iodua có trong thực ăn công thức từ sữa dành cho trẻ sơ sinh.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng để xác định hàm lượng iodua từ 75 µg/l đến 150 µg/l.

### 2 Nguyên tắc

Protein trong phần mẫu thử được lấy ra bằng cách tạo kết tủa với axit. Iodua trong dịch lọc được xác định bằng cách sử dụng điện cực chọn lọc ion và phương pháp thêm chuẩn. Niken (II) nitrat được thêm vào để giảm các chất gây nhiễu phản ứng iodua của điện cực.

### 3 Thuốc thử

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

#### 3.1 Dung dịch axit axetic, 3 % (thể tích)

Chuyển 15 ml axit axetic băng sang bình định mức 500 ml (4.7) có chứa khoảng 250 ml nước. Thêm nước đến vạch và trộn đều.

#### 3.2 Dung dịch ngậm điện cực, dung dịch iodua 0,1 mg/l

Pha loãng 1 ml dung dịch chuẩn gốc Iot (3.5.2) trong nước đến 1 lit và trộn đều. Bảo quản dung dịch tránh ánh sáng. Loại bỏ dung dịch sau 3 tháng.

## **TCVN 10581:2014**

### **3.3 Chất điều chỉnh nồng độ ion (ISA), dung dịch natri nitrat 5 M**

Hòa tan 42,5 g natri nitrat trong khoảng 50 ml nước đựng trong bình định mức 100 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều.

### **3.4 Dung dịch nickel (II) nitrat, 2,0 M**

Hòa tan 58,2 g niken (II) nitrat ngậm sáu phân tử nước trong khoảng 50 ml nước đựng trong bình định mức 100 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều.

### **3.5 Dung dịch chuẩn iodua**

#### **3.5.1 Dung dịch chuẩn đối chứng, 0,100 M $\pm$ 0,001 M (tương đương với nồng độ iodua 12,69 g/l)**

Nên sử dụng các dung dịch natri iodua (NaI) hoặc kali iodua (KI) đã được chuẩn hóa, có thể truy xuất nguồn gốc với chất chuẩn đã được chứng nhận.

Bảo quản dung dịch chuẩn đối chứng iodua ở nhiệt độ phòng, tránh ánh sáng. Loại bỏ dung dịch sau khi chuẩn hóa 12 tháng hoặc 6 tháng sau khi mở vật chứa.

#### **3.5.2 Dung dịch chuẩn gốc, 101,5 mg/l**

Dùng pipet lấy 8,00 ml dung dịch chuẩn đối chứng (3.5.1) cho vào bình định mức 1 lit (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều. Bảo quản dung dịch này trong chai sẫm màu hoặc bảo vệ tránh ánh sáng. Loại bỏ dung dịch sau 2 tuần.

#### **3.5.3 Dung dịch chuẩn trung gian I, 1,0 mg/l**

Dùng pipet lấy 5,00 ml dung dịch chuẩn gốc (3.5.2) cho vào bình định mức 500 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều. Bảo quản dung dịch này trong chai sẫm màu hoặc bảo vệ tránh ánh sáng. Loại bỏ dung dịch sau 2 tuần.

#### **3.5.4 Dung dịch chuẩn trung gian II, 0,1 mg/l**

Dùng pipet lấy 10,00 ml dung dịch chuẩn trung gian I (3.5.3) cho vào bình định mức 100 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều. Bảo quản dung dịch này trong chai sẫm màu hoặc bảo vệ tránh ánh sáng. Loại bỏ dung dịch sau 2 tuần.

#### **3.5.5 Dung dịch thêm chuẩn đã biết**

Dùng pipet lấy 10,00 ml dung dịch chuẩn gốc (3.5.2) vào bình định mức 1 lit (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn đều. Pha loãng 100,00 ml dung dịch này với 1,0 ml mỗi dung dịch ISA (3.3), dung dịch niken (II) nitrat (3.4) và nước. Trộn đều. Chuẩn bị mới trong ngày sử dụng.

### **3.6 Axit nitric đặc, nồng độ từ 69 % đến 71 %.**

## 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 Máy trộn, có mô tơ chống nổ.

4.2 Điện cực chọn lọc iodua (ví dụ: loại Orion 94-53-00<sup>1)</sup> là thích hợp) và điện cực so sánh, điện cực ống nổi bạc/bạc clorua (ví dụ: Orion 90-01-00<sup>1)</sup> là thích hợp).

Bảo quản điện cực chọn lọc iodua trong dung dịch ngâm (3.2) khi không sử dụng, thay dung dịch ngâm hàng tuần.

4.3 Máy đo pH, loại kỹ thuật số, có thể đọc đến 0,1 mV.

4.4 Máy khuấy từ, được phủ lớp bọt styron hoặc vật liệu cách điện khác để ngăn truyền nhiệt vào mẫu.

4.5 Giấy lọc gấp nếp, lọc nhanh, có thể giữ lại các hạt kích thước 20 µm đến 25 µm (ví dụ: giấy Whatman 541).

4.6 Pipet, có thể phân phối các thể tích thích hợp.

4.7 Bình định mức, dung tích 100 ml, 250 ml, 500 ml và 1 lít.

4.8 Cốc có mớ.

4.9 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

## 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

### 6.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Chuyển 100 ml phần mẫu thử vào bình định mức 250 ml (4.7). Thêm 10 ml dung dịch axit axetic 3 % (3.1). Thêm nước đến vạch và trộn đều. Trộn trong máy trộn (4.1) ở tốc độ thấp, trong 2 min. Lọc để có được dịch lọc trong, loại bỏ 10 ml dịch lọc đầu tiên, nếu bị đục.

<sup>1)</sup> Loại sản phẩm thích hợp có bán sẵn, thông tin đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng các sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho các kết quả tương đương.

## 6.2 Xác định

**Lưu ý:** Ngay trước khi sử dụng, dùng máy khuấy từ để khuấy trộn tất cả các dung dịch.

### 6.2.1 Kiểm tra độ dốc của điện cực

Đặt các điện cực (4.2) vào 100,00 ml dung dịch chuẩn trung gian iodua II (3.5.4), bổ sung dung dịch ISA (3.3), dung dịch nickel (II) nitrat (3.4) và nước, mỗi loại 1,0 ml. Khi số đọc ổn định (khoảng 2 min đến 5 min), ghi lại số đọc  $E_1$ , chính xác đến 0,1 mV. Lấy các điện cực ra, tráng điện cực bằng nước và thấm khô.

Đặt các điện cực đã thấm khô vào 100,00 ml dung dịch chuẩn trung gian iodua I (3.5.3), bổ sung dung dịch ISA (3.3), dung dịch nickel (II) nitrat (3.4) và nước, mỗi loại 1,0 ml. Khi số đọc ổn định (khoảng 2 min đến 5 min), ghi lại số đọc  $E_2$ , chính xác đến 0,1 mV. Lấy các điện cực ra, tráng điện cực bằng nước và thấm khô.

Tính độ dốc,  $S$ , của cặp điện cực iodua/điện cực chuẩn,  $S = E_2 - E_1$ . Trong quá trình sử dụng điện cực, cứ 4 h lại đo điện thế và tính độ dốc. Sử dụng độ dốc vừa được xác định gần nhất để tính kết quả cho các phép đo iodua tiếp theo, nghĩa là đối với mỗi cặp  $E_4$  và  $E_3$  tiếp theo.

### 6.2.2 Đo dung dịch mẫu thử

Dùng pipet lấy 100,00 ml dịch lọc của phần mẫu thử (xem 6.1) cho vào cốc có mỏ (4.8) và khuấy bằng máy khuấy từ (4.4). Bổ sung dung dịch ISA (3.3), dung dịch nickel (II) nitrat (3.4) và dung dịch axit nitric đặc (3.6), mỗi loại 1,0 ml.

Đặt các điện cực (4.2) vào dung dịch mẫu thử trong cốc có mỏ. Khi số đọc ổn định (khoảng 2 min), ghi lại số đọc  $E_3$ , chính xác đến 0,1 mV.

Dùng pipet thêm nhanh 10,0 ml dung dịch thêm chuẩn đã biết (3.5.5) vào dung dịch mẫu thử trong cốc có mỏ. Khi số đọc ổn định (khoảng 2 min), ghi lại số đọc  $E_4$ , chính xác đến 0,1 mV.

## 7 Tính kết quả

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

$$X = C_0 \times D_1 \times D_2 \times Q$$

Trong đó:

$C_0$  là nồng độ iodua của dung dịch thêm chuẩn đã biết (3.5.5), tính bằng miligam trên lít (trong trường hợp này  $C_0 = 0,9854$  mg/l);

$D_1$  là hệ số pha loãng dung dịch mẫu thử từ 100 ml đến 250 ml (xem 6.1) ( $D_1 = 2,5$ );

$D_2$  là hệ số pha loãng 100 ml dịch lọc mẫu trong cốc có mô bằng các thuốc thử để có tổng thể tích là 103 ml (xem 6.2.2) ( $D_2 = 1,03$ );

$Q$  là hệ số, tính được theo công thức sau:

$$Q = \frac{\frac{V_2}{V_1 + V_2}}{\text{antilog}\left(\frac{E_4 - E_3}{S}\right) - \frac{V_1}{V_1 + V_2}}$$

$$Q = \frac{0,0885}{\text{antilog}\left(\frac{E_4 - E_3}{S}\right) - 0,912}$$

Trong đó:

$S$  là độ dốc của của cặp điện cực iodua/điện cực chuẩn (xem 6.2.1), tính bằng milivon (mV);

$E_1, E_2$  là các số đọc điện thế (xem 6.2.1), tính bằng milivon (mV);

$V_1$  là thể tích ban đầu của dịch lọc từ phần mẫu thử được lấy để đo (xem 6.2.2), tính bằng mililit (trong trường hợp này  $V_1 = 103$  ml);

$V_2$  là thể tích dung dịch thêm chuẩn đã sử dụng (xem 6.2.2), tính bằng mililit (trong trường hợp này  $V_2 = 10$  ml).

## 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- 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.

**Phụ lục A**  
**(Tham khảo)**

**Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm**

Kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm trên mẫu thức ăn công thức từ sữa dạng lỏng dành cho trẻ sơ sinh như sau:

	<b>Mẫu 1</b>	<b>Mẫu 2</b>	<b>Mẫu 3</b>
Hàm lượng iodua trung bình, $\mu\text{g/l}$	75,9	143,5	149,2
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ ), $\mu\text{g/l}$	6,2	16,4	5,6
Hệ số biến thiên lặp lại, $\text{RSD}_r$ , %	8,2	11,4	4,0
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ ), $\mu\text{g/l}$	13,7	26,1	18,9
Hệ số biến thiên tái lập, $\text{RSD}_R$ , %	18,1	18,2	13,5



**Thư mục tài liệu tham khảo**

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