

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8080 : 2009**

Xuất bản lần 1

**SỮA ĐẶC – XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

*Condensed milk – Determination of titratable acidity*

HÀ NỘI – 2009

**Lời nói đầu**

TCVN 8080 : 2009 và TCVN 8079 : 2009 thay thế TCVN 5448 : 1991;

TCVN 8080 : 2009 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Sữa đặc – Xác định độ axit bằng phương pháp chuẩn độ

*Condensed milk – Determination of titratable acidity*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ axit chuẩn độ trong sữa đặc.

Trong tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp xác định sau đây:

- Phương pháp I: Phương pháp Soxhlet – Henkel;
- Phương pháp II: Phương pháp Turner.

### 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 6400 (ISO 707), *Sữa và các sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

**Độ axit chuẩn độ của sữa đặc** (titratable acidity of condensed milk):

Số mililit dung dịch natri hydroxit có nồng độ xác định cần để chuẩn độ một lượng sữa hoàn nguyên tương ứng với 100 g sữa đặc được xác định theo các quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

### 4 Phương pháp I: Phương pháp Soxhlet – Henkel

#### 4.1 Nguyên tắc

Pha loãng một lượng sữa đặc trong nước và chuẩn độ hỗn hợp thu được bằng dung dịch natri hydroxit 0,25 mol/l, dùng phenolphthalein làm chất chỉ thị và dung dịch coban sulfat để tạo dung dịch màu chuẩn.

## **TCVN 8080 : 2009**

Lượng dung dịch natri hydroxit cần thiết phụ thuộc vào lượng chất đệm tự nhiên có trong sản phẩm và chất hiện màu hoặc axit hoặc kiềm được bổ sung.

### **4.2 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã loại ion không chứa cacbon dioxit bằng cách đun sôi trong 10 min trước khi sử dụng.

**4.2.1 Dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$ .**

**4.2.2 Dung dịch phenolphthalein**

Hoà tan 2 g phenolphthalein vào rượu etylic 70 % và cho thêm rượu đến 100 ml.

**4.2.3 Dung dịch coban sulfat ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )**

Hoà tan 5 g coban sulfat vào nước và thêm nước đến 100 ml. Dung dịch này có thể ổn định được trong vòng 6 tháng.

### **4.3 Thiết bị, dụng cụ**

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

**4.3.1 Cân phân tích, có thể cân được 200 g, có chia vạch 0,01 g.**

**4.3.2 Bình nón, dung tích 150 ml.**

**4.3.3 Chai thủy tinh, dung tích 250 ml, có nút đậy bằng nhựa hoặc cao su.**

**4.3.4 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 30 °C đến 40 °C và 40 °C đến 60 °C.**

**4.3.5 Hộp đựng mẫu, có nắp đậy kín.**

**4.3.6 Thìa hoặc dao trộn.**

**4.3.7 Buret, bằng thủy tinh đặc biệt để xác định độ axit.**

**4.3.8 Bi thủy tinh, đường kính 5 mm.**

### **4.4 Lấy mẫu**

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

## 4.5 Chuẩn bị mẫu thử

### 4.5.1 Sữa đặc không đường

Lắc và đảo chiều hộp chứa mẫu. Mở hộp chứa mẫu và rót từ từ mẫu sang hộp thứ hai (có nắp đậy kín). Chuyển mẫu qua lại giữa hai hộp để trộn. Cuối cùng, chuyển hết sản phẩm sang hộp thứ hai (chú ý lấy hết chất béo hoặc thành phần khác của mẫu còn dính lại trên thành và đáy hộp thứ nhất).

Khi mẫu đựng trong hộp kín còn nguyên, thì để hộp chưa mở trên nồi cách thủy (4.3.4) duy trì ở 40 °C đến 60 °C. Cứ sau 15 min lấy hộp ra và lắc mạnh. Sau 2 h, lấy hộp ra và để nguội đến nhiệt độ phòng và dùng thìa hoặc dao trộn để trộn kỹ sản phẩm. Sản phẩm được chuyển hết sang một hộp khác và đậy kín.

### 4.5.2 Sữa đặc có đường

Mở hộp đựng mẫu và dùng thìa hoặc dao trộn để trộn kỹ sản phẩm theo chiều lên xuống sao cho các lớp phía trên và ở góc hộp trộn được với nhau. Chú ý lấy hết mẫu còn dính lại thành và đáy hộp thứ nhất. Cuối cùng, chuyển hết sản phẩm sang hộp thứ hai có nắp và đậy nắp kín hộp.

Khi mẫu đựng trong ống có thể gập được, thì cắt mở ống và chuyển lượng chứa bên trong ống sang hộp đựng mẫu. Sau đó, cắt mở hẳn ống và chuyển hết sản phẩm trong ống sang hộp và đậy kín nắp hộp.

Khi mẫu đựng trong hộp kín còn nguyên, thì để hộp chưa mở trên nồi cách thủy (4.3.4) duy trì ở 30 °C đến 40 °C. Cứ sau 15 min lấy hộp ra và lắc mạnh. Sau 2 h, lấy hộp ra và để nguội đến nhiệt độ phòng và dùng thìa hoặc dao trộn để trộn kỹ sản phẩm. Sản phẩm được chuyển hết sang một hộp khác và đậy kín.

## 4.6 Cách tiến hành

### 4.6.1 Sữa đặc không đường

Chuẩn bị dung dịch màu chuẩn đối với sữa đặc không đường bằng cách trộn 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.1) với 20 ml nước đã được đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C và 2 ml dung dịch coban sulfat (4.2.3) đựng trong bình nón dung tích 150 ml (4.3.2). Chỉ sử dụng dung dịch màu chuẩn này trong vòng 3 h sau khi chuẩn bị.

Cân 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.1) cho vào bình nón dung tích 150 ml (4.3.2), rót thêm 20 ml nước đã đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C, khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 2 ml dung dịch phenolphthalein (4.2.2). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (4.2.1) đến khi xuất hiện màu hồng, trùng với màu chuẩn bên trong 30 s. Ghi lại thể tích dung dịch natri hydroxit đã dùng để chuẩn độ, chính xác đến 0,05 ml.

## TCVN 8080 : 2009

### 4.6.2 Sữa đặc có đường

Chuẩn bị dung dịch màu chuẩn đối với sữa đặc có đường bằng cách trộn 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.2) với 30 ml nước đã được đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C và 2 ml dung dịch coban sulfat (4.2.3) đựng trong bình nón dung tích 150 ml (4.3.2). Chỉ sử dụng dung dịch màu chuẩn này trong vòng 3 h sau khi chuẩn bị.

Cân 20 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.2) cho vào bình nón dung tích 150 ml (4.3.2), rót thêm 30 ml nước đã đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C, khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 2 ml dung dịch phenolphthalein (4.2.2). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (4.2.1) đến khi xuất hiện màu hồng, trùng với màu chuẩn bên trong 30 s. Ghi lại thể tích dung dịch natri hydroxit đã dùng để chuẩn độ, chính xác đến 0,05 ml.

**CHÚ THÍCH** Khi hoà tan sữa đặc bằng phương pháp thủ công, chuyển mẫu và nước ở nhiệt độ 40 °C vào chai thủy tinh dung tích 250 ml (4.3.3), bổ sung thêm 25 g bi thủy tinh (4.3.8), đậy nắp chai lại và lắc mạnh bằng tay khoảng từ 3 đến 4 min (75 đến 80 chuyển động trong 1 min).

### 4.7 Tính kết quả

Độ axit chuẩn độ, *SH*, xác định bằng phương pháp Soxhlet – Henkel tính theo công thức sau:

$$SH = 5 \times A$$

trong đó *A* là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,25 mol/l (4.2.1) đã dùng để chuẩn độ sữa đặc không đường (xem 4.6.1) hoặc sữa đặc có đường (xem 4.6.2), tính bằng mililit.

Biểu thị kết quả đến một chữ số thập phân.

### 4.8 Độ chụm

#### 4.8.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được lớn hơn 0,25 ml dung dịch natri hydroxit 0,25 mol/l (4.2.1) cho 100 g sữa đặc không đường hoặc sữa đặc có đường.

#### 4.8.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử riêng rẽ, thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không được lớn hơn 0,5 ml dung dịch natri hydroxit 0,25 mol/l cho 100 g sữa đặc không đường hoặc sữa đặc có đường.

## 5 Phương pháp II: Phương pháp Turner

### 5.1 Nguyên tắc

Pha loãng một lượng sữa đặc trong nước và chuẩn độ hỗn hợp thu được bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l, dùng phenolphthalein làm chất chỉ thị và dung dịch coban sulfat để tạo dung dịch màu chuẩn.

Lượng dung dịch natri hydroxit cần thiết phụ thuộc vào lượng chất đệm tự nhiên có trong sản phẩm và chất hiện màu hoặc axit hoặc kiềm được bổ sung.

### 5.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã loại ion không chứa cacbon dioxit bằng cách đun sôi trong 10 min trước khi sử dụng.

**5.2.1 Dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

**5.2.2 Dung dịch phenolphthalein**

Hoà tan 2 g phenolphthalein vào rượu etylic 70 % và cho thêm rượu đến 100 ml.

**5.2.3 Dung dịch coban sulfat ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )**

Hoà tan 2,5 g coban sulfat vào nước và thêm nước đến 100 ml. Dung dịch này có thể ổn định được trong vòng 6 tháng.

### 5.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem 4.3.

### 5.4 Lấy mẫu

Xem 4.4.

### 5.5 Chuẩn bị mẫu thử

Xem 4.5.

### 5.6 Cách tiến hành

#### 5.6.1 Sữa đặc không đường

Chuẩn bị dung dịch màu chuẩn đối với sữa đặc không đường bằng cách trộn 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.1) với 50 ml nước đã được đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C và 2 ml dung dịch coban sulfat (5.2.3) đựng trong bình nón dung tích 150 ml (4.3.2). Chỉ sử dụng dung dịch màu chuẩn này trong vòng 3 h sau khi chuẩn bị.

## TCVN 8080 : 2009

Cân 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.1) cho vào bình nón dung tích 150 ml (4.3.2), rót thêm 50 ml nước đã đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C, khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 0,3 ml dung dịch phenolphthalein (5.2.2). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (5.2.1) đến khi xuất hiện màu hồng, trùng với màu chuẩn bền trong 30 s. Ghi lại thể tích dung dịch natri hydroxit đã dùng để chuẩn độ, chính xác đến 0,05 ml.

### 5.6.2 Sữa đặc có đường

Chuẩn bị dung dịch màu chuẩn đối với sữa đặc có đường bằng cách trộn 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.2) với 65 ml nước đã được đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C và 2 ml dung dịch coban sulfat (5.2.3) đựng trong bình nón dung tích 150 ml (4.3.2). Chỉ sử dụng dung dịch màu chuẩn này trong vòng 3 h sau khi chuẩn bị.

Cân 10 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem 4.5.1) cho vào bình nón dung tích 150 ml (4.3.2), rót thêm 65 ml nước đã đun nóng khoảng 50 °C đến 60 °C, khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 0,3 ml dung dịch phenolphthalein (5.2.2). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (5.2.1) đến khi xuất hiện màu hồng, trùng với màu chuẩn bền trong 30 s. Ghi lại thể tích dung dịch natri hydroxit đã dùng để chuẩn độ, chính xác đến 0,05 ml.

**CHÚ THÍCH** Khi hoà tan sữa đặc bằng phương pháp thủ công, chuyển mẫu và nước ở nhiệt độ 40 °C vào chai thủy tinh dung tích 250 ml (4.3.3), bổ sung thêm 25 g bi thủy tinh (4.3.8), đậy nắp chai lại và lắc mạnh bằng tay khoảng từ 3 min đến 4 min (75 đến 80 chuyển động trong 1 min).

## 5.7 Tính kết quả

Độ axit chuẩn độ,  $T$ , xác định bằng phương pháp Ternar tính theo công thức sau:

$$T = 10 \times A$$

trong đó  $A$  là lượng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l (5.2.1) đã dùng để chuẩn độ sữa đặc không đường (xem 5.6.1) hoặc sữa đặc có đường (xem 5.6.2), tính bằng mililit.

Biểu thị kết quả đến một chữ số thập phân.

## 5.8 Độ chụm

### 5.8.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được lớn hơn 0,5 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l (5.2.1) cho 100 g sữa đặc không đường và sữa đặc có đường.



### 5.8.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử riêng rẽ, thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không được lớn hơn 1,0 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l cho 100 g sữa đặc không đường hoặc có đường.

## 6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ được phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng đề cập đến mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm tất cả các chi tiết để nhận biết đầy đủ về mẫu.

---