

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5535:2010

Xuất bản lần 2

SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SACAROZA

Sweetened condensed milk Determination of sucrose content

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 5535:2010 thay thế TCVN 5535:1991;

TCVN 5535:2010 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 920.115
Sweetened condensed milk;

TCVN 5535:2010 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 có đường – Xác định hàm lượng sacaroza

Sweetened condensed milk – Determination of sucrose content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng sacaroza trong sữa đặc có đường.

2 Nguyên tắc

Sacaroza của phần mẫu thử được xử lý bằng thủy ngân nitrat. Dung dịch được trung hoà với natri hydroxit. Lọc dung dịch rồi đo độ phân cực của phần dịch lọc thu được. Hàm lượng sacaroza được tính từ các số đọc trực tiếp và số đọc nghịch chuyển.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

3.1 Dung dịch thủy ngân nitrat [$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$]

Cho khoảng từ 300 ml đến 400 ml nước vào 220 g HgO và một lượng vừa đủ (khoảng 140 ml) HNO_3 để tạo thành dung dịch trong, dùng cân thận để lượng axit vượt quá mức cần thiết là nhỏ nhất. Pha loãng đến khoảng từ 800 ml đến 900 ml và thêm từ từ dung dịch NaOH 10 % (phần khối lượng trên thể tích), lắc liên tục cho đến khi hình thành kết tủa bền. Pha loãng đến 1 lít và lọc. Khi dung dịch có xu hướng trở thành axit do sự lắng của các muối thủy ngân, thì thỉnh thoảng thêm kiềm loãng cho đến khi hình thành kết tủa nhẹ và lọc lại.

3.2 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 0,5 M.

3.3 Axit nitric (HNO_3)

TCVN 5535:2010

3.4 Axit clohydric (HCl), $\rho = 1,1029$.

3.5 Giấy qui.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Ống đong, dung tích 25 ml và 50 ml.

4.2 Bình định mức, có nắp đậy kín, dung tích 100 ml, 500 ml, 1000 ml, được chia vạch 100 ml.

4.3 Ống đo độ phân cực, dài 200 mm, có nhánh bên và có túi nước

4.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

4.5 Pipet, dung tích 5 ml và 10 ml.

4.6 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ trong khoảng từ 30 °C đến 40 °C.

4.7 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 20 °C \pm 1 °C và ở 60 °C \pm 1 °C.

4.8 Giấy lọc khô.

4.9 Thìa và dao trộn.

5 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707) *Sữa và sản phẩm sữa – Lấy mẫu.*

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Mở hộp chứa và trộn kỹ sữa bằng thìa hoặc dao trộn (4.9). Cho hộp chuyển động xoay theo chiều lên-xuống sao cho các lớp trên và phần ở đáy góc hộp trộn được với nhau. Chú ý gộp hết mẫu sữa còn dính trên thành và đáy hộp chứa.

Chuyển mẫu càng triệt để càng tốt sang bình thủy tinh thứ hai, đậy kín nắp bình. Đun nóng bình trên nồi cách thủy duy trì ở 30 °C đến 40 °C (4.6). Khuấy trộn kỹ mẫu đựng trong bình. Trộn cho đến khi toàn bộ khối lượng mẫu đồng nhất. Đậy nắp bình.

Trong trường hợp mẫu đựng trong ống có thể gập lại được, thì cất mở ống và chuyển mẫu sang bình. Sau đó cất hẳn ống và chuyển mẫu còn dính trong ống sang bình.

Dùng cân (4.4) cân lấy 100 g mẫu đã đồng nhất, chính xác đến 0,01 g, cho vào bình định mức dung tích 500 ml (4.2), pha loãng bằng nước đến vạch và trộn kỹ.

6.2 Đo phân cực trực tiếp

Dùng ống đong (4.1) cho 50 ml dung dịch đã chuẩn bị sẵn trong 6.1 vào bình định mức dung tích 100 ml (4.2), thêm 25 ml nước sử dụng ống đong (4.1), trộn đều rồi dùng pipet (4.5) thêm 5 ml dung dịch $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (3.1) và lắc kỹ. Lắc liên tục và trung hòa với dung dịch NaOH 0,5 M (3.2) sử dụng giấy qui (3.5) để kiểm tra, tránh để xảy ra phản ứng kiềm (nên sử dụng khoảng từ 12 ml đến 13 ml). Thêm nước đến 100 ml, trộn kỹ và lọc qua giấy lọc khô (4.8).

Đo độ phân cực của phần dịch lọc trong ống đo phân cực 200 mm (4.3) ở nhiệt độ 20 °C. Lấy số đọc nhân với 2 để thu được số đọc nghịch chuyển.

Hiệu chỉnh số đọc về thể tích protein G và thể tích chất béo đã chiếm F: 1 g protein tương ứng 0,8 ml và 1 g chất béo tương ứng 1,075 ml.

6.3 Đo phân cực nghịch chuyển

Dùng ống đong (4.1) lấy 50 ml phần dịch lọc theo 6.2, cho vào bình định mức dung tích 100 ml (4.2) và thêm 20 ml nước. Dùng pipet (4.5) thêm từ từ 10 ml axit clohydric (3.4), vừa thêm vừa xoay bình. Làm nóng bình trong nồi cách thủy ở 60 °C (4.7), lắc bình liên tục trong 3 min, sau đó để yên trong nồi cách thủy đứng 7 min. Lấy bình ra và làm nguội bình trong nồi cách thủy (4.7) ở 20 °C.

Khi lượng chứa trong bình nguội đến 35 °C, thêm nước gần đến vạch, sau đó để tiếp trong nồi cách thủy ở 20 °C này thêm ít nhất 30 min và cuối cùng thêm nước đến vạch. Trộn kỹ và cho phân cực dung dịch trong ống phân cực (4.3), giữ ở nhiệt độ 20 °C. Lấy số đọc nhân với 2 để thu được số đọc nghịch chuyển.

Nếu thực hiện ở nhiệt độ khác 20 °C, trong giới hạn hẹp cho phép, thì các số đọc độ phân cực trực tiếp và nghịch chuyển phải được lấy ở chính xác một nhiệt độ.

7 Tính kết quả

Hàm lượng sacaroza, S , tính bằng phần trăm khối lượng, sử dụng các số đọc trực tiếp và các số đọc nghịch chuyển trong Điều 7, theo công thức sau:

$$S = \frac{100 \times (a - b)}{142,35 - \frac{t}{2}} \times \frac{26}{W}$$

Trong đó:

- a là độ phân cực trực tiếp đã được hiệu chỉnh;
- b là độ phân cực nghịch chuyển đã được hiệu chỉnh;
- t là nhiệt độ của dung dịch phân cực, tính bằng độ C ($^{\circ}\text{C}$);
- W là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g) (trong trường hợp này là 10 g).

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi 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 dùng, cũng như viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - d) 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.
-