

**TCVN**

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8175 : 2009

ISO 2962 : 1984

Xuất bản lần 1

**PHOMAT VÀ SẢN PHẨM PHOMAT CHÉ BIẾN –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOSPHO TỔNG SỐ –  
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỒ HẤP THỤ PHÂN TỬ**

*Cheese and processed cheese products – Determination  
of the total phosphorous content – Molecular absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2009

**Lời nói đầu**

TCVN 8175 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 2962 : 1984;

TCVN 8175 : 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.

**Phomat và sản phẩm phomat chế biến –  
Xác định hàm lượng phospho tổng số –  
Phương pháp đo phổ hấp thụ phân tử**

*Cheese and processed cheese products – Determination of the total phosphorous content –Molecular absorption spectrometric method*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng phospho tổng số trong phomat bằng đo phổ hấp thụ phân tử. Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại phomat và sản phẩm phomat chế biến.

### **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 sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.*

### **3 Nguyên tắc**

Phân hủy mẫu phomat bằng axit sulfuric và hydro peroxit.

Bổ sung dung dịch axit molybdat-ascorbic để tạo thành xanh molybden. Đo phổ hấp thụ phân tử của dung dịch tạo thành màu xanh ở bước sóng 820 nm.

**CHÚ THÍCH** Có thể sử dụng tro hóa khô với điều kiện là qui trình này cho cùng kết quả như phân hủy ướt.

#### 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước đã loại khoáng hoặc nước đã loại ion không chứa các hợp chất phospho.

**4.1 Axit sulfuric đậm đặc** ( $H_2SO_4$ ),  $\rho_{20} = 1,84$  g/ml.

**4.2 Hydro peroxit**, dung dịch chứa khoảng 30 g  $H_2O_2$  trong 100 ml.

#### 4.3 Dung dịch axit molybdat-ascorbic

##### 4.3.1 Dung dịch natri molybdat

Hòa tan 12,5 g natri molybdat ngậm hai phân tử nước ( $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ ) trong dung dịch axit sulfuric 5 mol/l, pha loãng bằng dung dịch axit sulfuric đến 500 ml và trộn.

##### 4.3.2 Dung dịch axit ascorbic

Hòa tan 10 g axit ascorbic ( $C_6H_8O_6$ ) trong nước và thêm nước đến 200 ml và trộn.

CHÚ THÍCH Dung dịch này không bảo quản được.

##### 4.3.3 Dung dịch hỗn hợp

Trộn ngay 25 ml dung dịch 4.3.1 với 10 ml dung dịch 4.3.2, pha loãng bằng nước đến 100 ml ngay trước khi sử dụng và trộn.

**4.4 Phospho**, dung dịch chuẩn chứa tương ứng 100  $\mu$ g P trên ml.

Làm khô 1 g kali dihydronorthophosphat ( $KH_2PO_4$ ) ít nhất 48 h trong bình hút ẩm có chứa chất hút ẩm hiệu quả, ví dụ: axit sulfuric đậm đặc.

Hòa tan trong nước 0,4394 g phosphat đã làm khô trước, thêm nước đến 1 000 ml và trộn.

#### 5 Thiết bị, dụng cụ

Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch với chất tẩy rửa không chứa phospho và tráng rửa bằng nước cất.

5.1 Cân phân tích.

5.2 Dụng cụ xay hoặc nghiền, để làm sạch.

5.3 Nồi cách thủy.

**5.4 Bình phân hủy** (bình Kjeldahl hoặc ống phân hủy), dung tích 25 ml.

**5.5 Thiết bị gia nhiệt.**

**5.5.1 Đầu đốt khí cỡ nhỏ**, để làm nóng bình Kjeldahl.

CHÚ THÍCH Có thể dùng bếp điện.

**5.5.2 Bùng đốt**, để làm nóng ống phân hủy.

**5.6 Bí thủy tinh.**

**5.7 Ống đong**, dung tích 5 ml và 25 ml.

**5.8 Bình định mức một vạch**, dung tích 50 ml và 100 ml.

**5.9 Pipet một vạch**, có thể phân phối 1 ml, 2 ml, 3 ml, 5 ml và 10 ml.

**5.10 Máy đo phổ**, thích hợp để đo các bước sóng 820 nm, có cuvet 10 mm.

## **6 Lấy mẫu**

**6.1 Lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).**

**6.2 Bảo quản các mẫu** sao cho không làm hư hỏng hoặc ảnh hưởng đến thành phần của mẫu.

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Trước khi phân tích, loại bỏ cùi, các vết bẩn hoặc lớp bề mặt mốc của phomat sao cho thu được phần đại diện của phomat ấn được. Nghiền hoặc xay mẫu thử bằng dụng cụ nghiền hoặc xay (5.2). Trộn nhanh mẫu đã nghiền hoặc đã xay, nghiền hoặc xay lần thứ hai và trộn kỹ, nếu cần. Nếu mẫu không thể nghiền hoặc xay được thì trộn kỹ bằng cách khuấy trộn mạnh.

Chuyển mẫu thử sang vật chứa kín khí cho đến khi phân tích, tiến hành phân tích càng sớm càng tốt ngay sau khi nghiền hoặc xay mẫu. Nếu chưa thể thực hiện được ngay, thì phải chú ý bảo quản mẫu đúng cách và tránh làm ngưng tụ ẩm phía trong của vật chứa.

Rửa sạch dụng cụ nghiền sau mỗi lần nghiền hoặc xay mẫu.

### **7.2 Xác định**

**7.2.1 Cân 0,5 g đến 1,0 g mẫu thử**, chính xác đến 1 mg, cho vào bình phân hủy (5.4).

## **TCVN 8175 : 2009**

Thêm ba viên bi thủy tinh và 4 ml axit sulfuric đậm đặc (4.1).

**CHÚ THÍCH** Nếu hàm lượng nước của phomat ít hơn 50 % (khối lượng), thì khoảng 0,5 g mẫu thử là đủ. Đối với phomat tươi thì có thể lấy khoảng 1,0 g.

### **7.2.2 Đun nóng bình phân hủy trong tủ hút tốt.**

**CHÚ THÍCH** Phải đặt bình Kjeldahl ở tư thế nghiêng.

Chỉnh độ cao của ngọn lửa để hạn chế việc tạo bọt trong bình cầu. Cho phép bọt dâng đến cổ bình nhưng không được tràn.

Giữ cho hỗn hợp sôi nhẹ. Tránh làm nóng cục bộ và cao quá mặt chất lỏng đựng trong bình.

### **7.2.3 Ngay sau khi ngừng tạo bọt, làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cẩn thận cho thêm vài giọt dung dịch hydro peroxit (4.2) và đun nóng lại.**

Lặp lại qui trình này cho đến khi dung dịch chứa trong bình trở nên trong suốt và không màu. Trong quá trình đun nóng, luôn xoay bình để trộn. Tránh quá nóng cục bộ.

### **7.2.4 Tráng cổ bình bằng 2 ml nước. Đốt nóng lại bình cho đến khi nước bay hơi hết.**

Cho chất lỏng sôi 30 min để phá hủy hết các vết hydro peroxit. Tránh quá nóng cục bộ.

### **7.2.5 Làm nguội đến nhiệt độ phòng. Chuyển hết lượng chất lỏng sang bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.8). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.**

### **7.2.6 Dùng pipet lấy 1 ml dung dịch cho vào bình định mức một vạch 50 ml (5.8). Pha loãng bằng nước đến 25 ml. Thêm 20 ml dung dịch axit molybdat-ascorbic (4.3.3). Thêm nước đến vạch và trộn.**

### **7.2.7 Đun nóng bình cầu 15 min trên nồi cách thủy (5.3).**

### **7.2.8 Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bể làm lạnh. Đo độ hấp thụ của dung dịch dựa vào dung dịch thử trắng (xem 7.4) ở bước sóng 820 nm trong vòng 1 h.**

## **7.3 Đường chuẩn**

### **7.3.1 Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch phospho chuẩn (4.4) cho vào bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.8). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.**

### **7.3.2 Dùng pipet lấy tương ứng 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml và 5 ml dung dịch chuẩn đã pha loãng (7.3.1) cho vào năm bình định mức một vạch dung tích 50 ml (5.8), nghĩa là 0 µg, 10 µg, 20 µg, 30 µg và 50 µg P tương ứng. Pha loãng mỗi bình bằng nước đến khoảng 20 ml.**

7.3.3 Thêm vào mỗi bình 20 ml dung dịch axit molybdat-ascorbic (4.3.3), pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

Tiến hành theo 7.2.7.

7.3.4 Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong nước lạnh. Đo độ hấp thụ của từng dung dịch chuẩn dựa vào nước để so sánh ở bước sóng 820 nm trong vòng 1 h.

7.3.5 Vẽ các độ hấp thụ dựa vào các lượng phospho đã bổ sung.

## 7.4 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo qui trình qui định trong 7.2 nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Tính toán

Tính hàm lượng phospho tổng số, theo phần trăm khối lượng bằng công thức sau:

$$\frac{m_1}{100 \times m_0}$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng của phospho đọc được từ đường chuẩn (hoặc tính được từ đường hồi qui thu được bằng phương pháp bình phương nhỏ nhất), tính bằng microgam ( $\mu\text{g}$ ).

Biểu thị các kết quả thu được đến hai chữ số sau dấu phẩy.

### 8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá một trong 20 các trường hợp thao tác đúng phương pháp vượt quá 0,03 g phospho trên 100 g sản phẩm tính theo trung bình.

### 8.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, không quá một trong 20 trường hợp thao tác đúng phương pháp vượt quá 0,06 g phospho trên 100 g sản phẩm tính theo trung bình.

**9 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp thử nghiệm đã dùng và kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

---