

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5536:2007

ISO 2911:2004

Xuất bản lần 2

**SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
SUCROZA – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHÂN CỰC**

*Sweetened condensed milk – Determination of sucrose content –
Polarimetric method*

HÀ NỘI 2007

Lời nói đầu

TCVN 5536:2007 thay thế TCVN 5536-91;

TCVN 5536:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 2911:2004;

TCVN 5536:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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 sucroza –

Phương pháp đo phân cực

*Sweetened condensed milk – Determination of sucrose content –
Polarimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo phân cực để xác định sucroza trong sữa đặc có đường.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho sữa đặc có đường chế biến chỉ từ sữa nguyên chất, sữa tách một phần chất béo, sữa gầy và chỉ có sucroza và không chứa sucroza biến tính.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 7151 (ISO 648), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Pipet một mức.

TCVN 7153 (ISO 1042), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Bình định mức.

ISO 1737 Evaporated milk and sweetened condensed milk – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference method) [Sữa cô và sữa đặc có đường – Xác định hàm lượng chất béo – Phương pháp khối lượng (Phương pháp chuẩn)].

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng sucroza trong sữa đặc có đường (sucrose content of sweetened condensed milk)

TCVN 5536:2007

Hàm lượng của sucroza không biến đổi (sacaroza) xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng sucroza được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử được xử lý bằng amoni hydroxit để đưa lactoza về trạng thái cân bằng. Mẫu thử được trung hoà và được làm sạch bằng cách bổ sung lần lượt kẽm axetat và kali hexaxyanoferrat (II), rồi lọc.

Sự quay quang được xác định trên phần dịch lọc.

Trên một phần dịch lọc khác, để tạo nghịch chuyển (theo nguyên tắc Clerget) thì dùng axit yếu để thuỷ phân sucroza, để tránh làm ảnh hưởng đến lactoza và các loại đường khác. Sau khi nghịch chuyển đường, xác định độ quay quang.

Hàm lượng sucroza được tính theo thay đổi trong độ quay quang trên sự nghịch chuyển.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

5.1 Dung dịch kẽm axetat, 1,0 mol/l.

Hoà tan 21,9 g kẽm axetat ngậm hai phân tử nước $[Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O]$ trong nước và thêm 3 ml axit axetic băng. Lắc trộn và pha loãng đến 100 ml.

5.2 Dung dịch kali hexaxyanoferrat (II), 0,25 mol/l.

Hoà tan 10,6 g kali hexaxyanoferrat (II) ngậm ba phân tử nước $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ và pha loãng đến 100 ml.

5.3 Dung dịch axit clohydric loãng, $c(HCl) = (6,35 \pm 0,20)$ mol/l [từ 20 % đến 22 % (phần khối lượng)].

5.4 Dung dịch amoni hydroxit, $c(NH_4OH) = (2,0 \pm 0,2)$ mol/l [3,5 % (phần khối lượng)].

5.5 Axit axetic loãng, $c(CH_3CO_2H) = (2,0 \pm 0,2)$ mol/l [12 % (phần khối lượng)] biết chính xác nồng độ.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

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

- 6.2 Cốc thủy tinh có mỏ**, dung tích 100 ml.
- 6.3 Bình định mức**, dung tích 200 ml và 50 ml phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042).
- 6.4 Pipet**, dung tích 20 ml phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648), hoặc 40 ml có độ chính xác tương ứng.
- 6.5 Ống đong chia độ**, dung tích 25 ml.
- 6.6 Pipet chia độ**, dung tích 10 ml.
- 6.7 Phễu lọc**, đường kính từ 8 cm đến 10 cm và **giấy lọc** gấp nếp loại trung bình đường kính 15 cm.
- 6.8 Ống đo phân cực**, có chiều dài chính xác 2 dm.
- 6.9 Máy đo phân cực hoặc máy đo độ đường.**
- 6.9.1 Máy đo phân cực**, sử dụng ánh sáng natri hoặc ánh sáng xanh thủy ngân (đèn hơi thủy ngân có lăng kính hoặc màn chắn Wratten số 77A đặc biệt), có khả năng đọc chính xác ít nhất là 0,05 độ góc.
- 6.9.2 Máy đo độ đường**, có thang đường quốc tế, sử dụng ánh sáng trắng đi qua bộ lọc có chiều sâu 15 mm của dung dịch kali dicromat 6 %, hoặc ánh sáng natri có thể đọc chính xác đến ít nhất là 0,1 độ đường quốc tế.
- 6.10 Nồi cách thủy**, có thể duy trì được nhiệt độ tương ứng ở 40 °C và 60 °C ± 1 °C.

7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

8.1.1 Mẫu sản phẩm vừa mới sản xuất dự đoán không có sự tách các thành phần

Mở hộp, vét toàn bộ lượng sữa bám dính trên nắp hộp sang hộp chứa và trộn kỹ bằng cách dùng thìa khuấy theo chiều lên xuống sao cho các lớp sữa ở trên hộp và dưới hộp được khuấy trộn đều với nhau. Nếu sản phẩm đựng trong hộp, thì chuyển toàn bộ lượng sữa vào bình có nắp đậy kín. Nếu sản phẩm

TCVN 5536:2007

đựng trong ống có thể gấp, thì chuyển đến mức tối đa lượng sữa từ ống vào bình có nắp đậy kín, sau đó cắt mở ống, vét hết sữa bám dính trên bề mặt trong ống cho sang bình. Trộn kỹ lượng sữa trong bình như cách nêu trên.

8.1.2 Mẫu sản phẩm sản xuất đã lâu và mẫu dự đoán có sự phân tách các thành phần

Đun nóng bình chứa mẫu trong nồi cách thủy (6.10) ở nhiệt độ khoảng 40 °C cho đến khi mẫu gần đạt tới nhiệt độ này. Mở nắp bình chứa và tiến hành như mô tả trong 8.1.1. Nếu sản phẩm đựng trong hộp hoặc ống, thì chuyển hết mẫu sang bình, vét hết sữa bám dính trên thành ống (trong trường hợp sữa đựng trong ống có thể gấp, sau khi đã cắt mở ống) và tiếp tục khuấy trộn cho đến khi thu được mẫu sữa đồng nhất, dùng đũa thủy tinh nghiền nhỏ các hạt tinh thể lớn. Đậy nắp bình. Để cho mẫu nguội.

8.2 Phép thử kiểm tra

Để kiểm tra qui trình, kiểm tra các thuốc thử và dụng cụ, tiến hành thử kiểm tra như sau: thực hiện hai lần, với hỗn hợp gồm 100 g sữa nguyên chất (hoặc 110 g sữa gầy) và 18,00 g sucroza tinh khiết. Hỗn hợp này tương ứng với 40,00 g sữa đặc chứa 45,0 % sucroza.

Tính hàm lượng đường theo công thức (2) trong 9.1, trong đó m , F và P tương ứng với khối lượng sữa, hàm lượng chất béo và hàm lượng protein của sữa và trong công thức (1) thì m bằng 40,00.

Trung bình cộng của các giá trị thu được phải nằm trong khoảng $(45 \pm 0,1)$ % (phần khối lượng).

8.3 Xác định

8.3.1 Cân phần mẫu thử khoảng 40 g mẫu sữa đã được trộn kỹ, chính xác đến 0,01 g, cho vào cốc thủy tinh có mỏ (6.2). Thêm 50 ml nước nóng (từ 80 °C đến 90 °C) và trộn kỹ.

8.3.2 Chuyển hết lượng mẫu đã được trộn kỹ vào 1 bình định mức 200 ml (6.3), tráng cốc vài lần bằng nước ở 60 °C cho đến khi thu được tổng lượng dung dịch từ 120 ml đến 150 ml. Khuấy trộn kỹ và để nguội đến $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

8.3.3 Thêm 5 ml dung dịch amoni hydroxit (5.4). Trộn kỹ rồi để yên 15 min ở nhiệt độ $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

8.3.4 Trung hoà amoni hydroxit bằng cách thêm 1 lượng tương ứng với dung dịch axit axetic (5.5). Trộn.

8.3.5 Thêm 12,5 ml dung dịch kẽm axetat (5.1), vừa thêm vừa trộn nhẹ bằng cách xoay tròn bình ở tư thế nghiêng.

8.3.6 Bằng cách tương tự như khi thêm dung dịch kẽm axetat, cho thêm 12,5 ml dung dịch kali hexaxyanoferrat (II) (5.2).

8.3.7 Đưa nhiệt độ hỗn hợp trong bình định mức về 20 °C và thêm nước ở 20 °C đến vạch.

Ở giai đoạn này, khi thêm nước và thuốc thử phải chú ý sao cho không tạo ra bọt khí và trong tất cả các công đoạn trộn cần xoay bình mà không được lắc bình. Trước khi thêm đủ đến 200 ml, nếu thấy bọt khí xuất hiện thì phải loại bọt khí bằng cách nổi bình với bơm hút chân không và xoay tròn bình.

8.3.8 Dùng nắp khô đậy bình lại và trộn kỹ bằng cách lắc mạnh bình.

8.3.9 Để vài phút cho tủa lắng xuống sau đó lọc dung dịch qua giấy lọc khô, loại bỏ 25 ml dịch lọc đầu tiên.

8.4 Đo phân cực trực tiếp

Xác định độ quay quang của dịch lọc (8.3.9) ở nhiệt độ $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

8.5 Nghịch chuyển

Dùng pipet lấy 40 ml (nếu không có sẵn pipet 40 ml, thì có thể lấy 2 lần mỗi lần 20 ml) dịch lọc (8.3.9) cho vào bình định mức dung tích 50 ml (6.3). Thêm 6,0 ml axit clohydric loãng (5.3).

Đặt bình vào nồi cách thủy (6.10) ở nhiệt độ $60 ^\circ\text{C}$ trong 15 phút, ngâm bình trong nước cho nước ngập đến cổ bình. Trộn bằng cách xoay bình trong 5 min đầu, trong thời gian này nhiệt độ của lượng chứa trong bình đạt được nhiệt độ của nước trong nồi cách thủy. Để nguội đến $20 ^\circ\text{C}$ và pha loãng bằng nước $20 ^\circ\text{C}$ đến vạch. Trộn và để yên 1 h ở nhiệt độ này.

8.6 Phân cực nghịch chuyển

Xác định độ quay quang của dung dịch nghịch chuyển ở $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Nếu nhiệt độ của dịch trong ống đo phân cực trong quá trình đo chênh lệch quá $0,2 ^\circ\text{C}$ so với $20 ^\circ\text{C}$, thì cần hiệu chỉnh nhiệt độ [công thức (4)] trong 9.1.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng sucroza, w_s của mẫu, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính như sau:

$$w_s = \frac{A - 1,25B}{Q} \times \frac{V - \Delta V}{V} \times \frac{V}{L \times m} \quad (1)$$

trong đó

m là khối lượng của phần mẫu thử (8.3.1), tính bằng gam;

A là chỉ số đo quay quang trực tiếp trước khi nghịch chuyển (8.4);

B là chỉ số đo quay quang sau khi nghịch chuyển (8.6);

L là chiều dài của ống đo quay quang, tính bằng deximet;

Q là hệ số chia nghịch chuyển (giá trị này nêu trong 9.2);

V là thể tích mẫu đa pha loãng trước khi lọc, tính bằng mililit, (8.3.7);

ΔV là hệ số hiệu chỉnh đối với thể tích của phần kết tủa được tạo ra khi lọc, tính bằng mililit:

$$\Delta V = \frac{m}{100} (1,08F + 1,55P) \quad (2)$$

trong đó

m là khối lượng của phần mẫu thử (8.3.1), tính bằng gam;

F là khối lượng của chất béo trong mẫu, xác định được theo ISO 1737, tính bằng phần trăm;

P là khối lượng của protein trong mẫu (bằng 6,38 lần hàm lượng nitơ), tính bằng phần trăm.

CHÚ THÍCH Khi cân chính xác 40,00 g sữa đặc và đo phân cực với ánh sáng natri, sử dụng độ góc và ống đo dài 2 dm ở $(20 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$, hàm lượng sucroza của sữa đặc bình thường [nghĩa là khi C xác định được trong 9.2 là 9% (phần khối lượng)] có thể tính được theo công thức sau:

$$w_s = (A - 1,25 B) (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P) \quad (3)$$

Nếu đo phân cực nghịch chuyển ở nhiệt độ, t , khác với $20 ^\circ\text{C} \pm 0,2 ^\circ\text{C}$, thì giá trị B phải được nhân với hệ số hiệu chỉnh

$$1 + 0,0037 (t - 20) \quad (4)$$

và sử dụng giá trị đã hiệu chỉnh này để tính toán.

9.2 Giá trị của hệ số chia nghịch chuyển, Q

Các công thức sau đây cho các giá trị chính xác đối với Q , đối với các nguồn sáng khác nhau có thể phải hiệu chỉnh về nồng độ và nhiệt độ, nếu cần.

Ánh sáng natri và máy đo phân cực với thang đo độ góc:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (t - 20) \quad (5)$$

Ánh sáng thủy ngân xanh và đo phân cực với thang đo độ góc:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (t - 20) \quad (6)$$

Ánh sáng trắng có bộ lọc dicromat hoặc ánh sáng natri và máy đo độ đường với thang quốc tế:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - (0,0095 (t - 20)) \quad (7)$$

trong đó

C là khối lượng của đường tổng số trong dung dịch nghịch chuyển tương ứng chỉ số đo phân cực, tính bằng phần trăm;

t là nhiệt độ của dung dịch nghịch chuyển trong quá trình đo phân cực, tính bằng độ C.

CHÚ THÍCH 1 Khối lượng của đường toàn phần, C , trong dung dịch nghịch chuyển có thể tính được từ kết quả đo trực tiếp và qui đổi sang nghịch chuyển bằng cách thông thường, sử dụng các giá trị độ quay đặc trưng của sucroza, lactoza và đường nghịch chuyển.

Hệ số hiệu chỉnh 0,000 6 ($C - 9$) v.v.. trong các công thức (5), (6) và (7) chỉ chính xác khi C gần bằng 9; đối với sữa đặc thông thường, có thể bỏ qua hệ số hiệu chỉnh này và C gần bằng 9.

CHÚ THÍCH 2 Sự chênh lệch nhiệt độ so với 20 °C gây ra sai số nhỏ trong số đọc trực tiếp, nhưng sự chênh lệch quá 0,2 °C thì phải hiệu chỉnh số đọc ngược. Hệ số hiệu chỉnh nêu trong công thức (4) trong 9.1 chỉ đúng trong khoảng nhiệt độ từ 18 °C đến 22 °C.

10 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được của hai lần thử nghiệm độc lập riêng rẽ, khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do cùng một người tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, dùng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,3 g sucroza trên 100 g sữa đặc có đường.

11 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;
- tất cả các điều kiện thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy ý, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

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