TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7728:2007

ISO 5536:2002

Xuất bản lần 1

SẢN PHẨM CHẤT BÉO SỮA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC – PHƯƠNG PHÁP KARL FISCHER

Milk fat products – Determination of water content – Karl Fischer method

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 7728:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 5536:2002;

TCVN 7728:2007 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.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp chuẩn độ bằng tay cho dù kỹ thuật này hiện nay đã bị lỗi thời. Về nguyên tắc, hiện sẵn có ba phương pháp phát hiện điểm kết thúc chuẩn độ: phương pháp nhìn bằng mắt thường được mô tả trong tiêu chuẩn này; kỹ thuật so màu sử dụng máy đo màu để phát hiện điểm kết thúc chuẩn độ sử dụng cùng một qui trình như mô tả trong tiêu chuẩn này và phương pháp chuẩn độ điện thế sử dụng dụng cụ chuẩn độ tự động.

Hiện nay đang bắt đầu nghiên cứu để đưa vào tiêu chuẩn này kỹ thuật tự động hiện đại hơn và thay thế các thuốc thử độc hại. Khi hoàn tất nghiên cứu ban đầu này thì sẽ đưa tiêu chuẩn này vào soát xét.

Xuất bản lần 1

Sản phẩm chất béo sữa – Xác định hàm lượng nước – Phương pháp Karl Fischer

Milk fat products – Determination of water content – Karl Fischer method

CẢNH BÁO – Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không thể đưa ra được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nước trong các sản phẩm chất béo sữa bằng phương pháp Karl Fischer.

Phương pháp này có thể áp dụng cho butteroil (butteroil, butterfat và milk fat dạng khan) có chứa hàm lượng nước không quá 1,0 % khối lượng.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng nước của sản phẩm chất béo sữa (water content of milk fat products)

Khối lượng nước xác định được bằng qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng nước được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được hoà tan, sau đó được chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer. Trong môi trường bazơ sulfua dioxit, metanol và iốt phản ứng với nhau tạo thành các lượng tương đương metyl sulfat và iôdua chỉ khi có mặt của nước. Hàm lượng nước của phần mẫu thử được tính từ lượng thuốc thử được sử dụng.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại phân tích và nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác. Tránh sự hấp thụ ẩm từ môi trường.

4.1 Thuốc thử Karl Fischer, loại bán sẵn trên thị trường không chứa pyridin, thuốc thử một thành phần hoặc hai thành phần, có nồng độ khoảng 4 mg/ml đến 5 mg/ml (được ghi trên nhãn). Tránh sử dụng các dung dịch thuốc thử đã để lâu có nồng độ thấp hơn.

4.2 Clorofom ($CHCl_3$), không chứa nước.

4.3 Metanol (CH_3OH), chỉ chứa 0,05 % phần thể tích nước.

CẢNH BÁO – Clorofom và metanol là chất độc. Phải hết sức thận trọng.

4.4 Hỗn hợp clorofom/metanol, theo tỷ lệ 3:1.

Cho ba thể tích clorofom (4.2) và một thể tích metanol (4.3) vào ống đong (5.4) và trộn.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

Tất cả các dụng cụ phải khô hẳn khi sử dụng.

5.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg, có thể đọc được đến 0,1 mg.

5.2 Buret, dung tích 10 ml hoặc 25 ml, có ống bảo vệ canxi clorua.

5.3 Bình nón, dung tích 150 ml, có nút hoặc nắp vặn bằng cao su, được đục lỗ để lắp vừa buret.

5.4 Chai, bằng thuỷ tinh màu nâu, dung tích 1 lít, có nắp đậy bằng thuỷ tinh mài.

5.5 Ống đong, dung tích thích hợp cho việc chuẩn bị hỗn hợp clorofom/metanol (4.4), có nắp đậy bằng thuỷ tinh mài và được chia vạch.

5.6 Pipet, dung tích 25 ml, có dụng cụ hút.

Có thể sử dụng xyranh 25 ml.

5.7 Hệ thống chuẩn độ

Có thể sử dụng hệ thống chuẩn độ Karl Fischer bán sẵn trên thị trường.

6 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị thay đổi hoặc hư hỏng 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).

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn mẫu thử nghiệm bằng cách khuấy đều ở khoảng 50 °C để cho nước được phân bố đều trong chất béo.

7.2 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng trước mỗi loạt phân tích, vì hàm lượng nước của hỗn hợp clorofom/metanol (4.4) không ổn định theo thời gian.

Dùng pipet (5.6) lấy 25 ml hỗn hợp clorofom/metanol (4.4) cho vào bình nón (5.3). Chuẩn độ hỗn hợp bằng thuốc thử Karl Fischer (4.1) cho đến khi màu của iốt nhạt (vàng-nâu) bền trong khoảng từ 3 s đến 5 s.

CHÚ THÍCH Trong một số hệ thống tự động, sự có mặt các vết nước được chuẩn độ tự động sao cho không có giá trị trắng.

7.3 Xác định

7.3.1 Chuẩn độ

Cân một giọt nước (khoảng 50 mg), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình nón 150 ml (5.3) đã cân trước. Đậy ngay nắp bình. Dùng pipet (5.6) cho thêm 25 ml hỗn hợp clorofom/metanol (4.4) và xoay bình trong 1 min.

Chuẩn độ dung dịch thu được bằng thuốc thử Karl Fischer (4.1) cho đến màu iốt nhạt (vàng-nâu) bền trong khoảng từ 3 s đến 5 s.

7.3.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu đã chuẩn bị (7.1), chính xác đến 1 mg, cho vào bình nón 150 ml (5.3).

Tốt nhất là dùng xyranh để lấy phần mẫu thử (7.1) cho vào bình nón 150 ml đã được cân trước chính xác đến 1 mg. Xác định khối lượng của phần mẫu thử đưa vào là chênh lệch khối lượng của hai lần cân.

Dùng pipet (5.6) lấy 25 ml hỗn hợp clorofom/metanol (4.4) cho vào phần mẫu thử. Hoà tan mẫu thử bằng cách khuấy trong khoảng 1 min. Chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer (4.1) cho đến màu iốt nhạt (vàng-nâu) bền trong khoảng từ 3 s đến 5 s.

Không thực hiện nhiều hơn hai lần chuẩn độ trong một hỗn hợp clorofom/metanol (4.4).

Có thể sử dụng phép chuẩn độ điện thế để phát hiện điểm kết thúc chuẩn độ ("điểm tắt")

CHÚ THÍCH Đối với các phép xác định thông thường có sử dụng hệ thống tự động, có thể cải tiến tốc độ phân tích bằng cách tăng thể tích dung môi và thực hiện nhiều lần chuẩn độ [ví dụ, sử dụng 40 ml hỗn hợp (4.4) cho bốn lần chuẩn độ].

8 Tính toán và biểu thị kết quả

8.1 Tính toán

8.1.1 Tính chuẩn độ, t, của dung dịch (7.3.1) bằng gam trên mililit, sử dụng công thức sau đây:

$$t = \frac{m}{V_1 - V_b}$$

trong đó

m là khối lượng của giọt nước (7.3.1), tính bằng gam;

V_1 là thể tích của thuốc thử Karl Fischer (4.1) đã dùng cho phép xác định chuẩn độ (7.3.1), tính bằng mililit;

V_b là thể tích của thuốc thử Karl Fischer (4.1) đã dùng cho phép thử trắng (7.2), tính bằng mililit.

8.1.2 Tính hàm lượng nước của mẫu, w, tính bằng phần trăm khối lượng, sử dụng công thức sau đây:

$$w = \frac{V_2 - V_b}{a} \times t \times 100\%$$

trong đó

V_2 là giá trị bằng số thể tích của thuốc thử Karl Fischer (4.1) đã dùng cho phần mẫu thử (7.3.2), tính bằng mililit;

V_b là giá trị bằng số thể tích của thuốc thử Karl Fischer (4.1) đã dùng cho phép thử trắng (7.2), tính bằng mililit.

a là giá trị bằng số khối lượng phần mẫu thử (7.3.2), tính bằng gam.

8.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến hai chữ số thập phân.

9 Độ chụm

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp đã được công bố (xem [4]). Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này được đánh giá phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2).

Các giá trị thu được này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

CHÚ THÍCH IDF 135 đưa ra hướng dẫn cho các phép thử liên phòng về các phương pháp phân tích đối với sữa và sản phẩm sữa. Hướng dẫn này được dựa vào ISO 5725.

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập thu được, khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

- đối với các mức < 0,1 %: 0,015 %;
- đối với các mức ≥ 0,1 %: 0,05 %.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được, khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do các người phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn:

- đối với các mức < 0,1 %: 0,03 %;
- đối với các mức ≥ 0,1 %: 0,10 %.

10 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 sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;

d) tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;

e) kết quả thử nghiệm thu được; và

f) nếu đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại thì nêu 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.

[2] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.

[3] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.

[4] STEIGER, G. and MARTENS, R. Interlaboratory collaborative studies. *Bulletin of the IDF*, No.235, 1988.