

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7730:2007

ISO/TS 9941:2005

Xuất bản lần 1

**SỮA VÀ SỮA CÔ ĐẶC ĐÓNG HỘP – XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG THIẾC – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ**

*Milk and canned evaporated milk – ~~Determination~~ of tin content –
Spectrometric method*

HÀ NỘI · 2007

Lời nói đầu

TCVN 7730:2007 hoàn toàn tương đương với ISO/TS 9941:2005;

TCVN 7730:2007 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 (soát xét phương pháp IDF) qui định phương pháp đo phổ để xác định hàm lượng thiếc trong sữa cô đặc đóng hộp. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 5 mg/kg.

Cho dù đã có nhiều cố gắng, nhưng nhóm hành động chung của IDF-ISO (JAT) về *Các hợp chất nhỏ* không thể tổ chức được nghiên cứu cộng tác với một lượng đủ các phòng thử nghiệm tham gia phù hợp với TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Do đó, không có các số liệu của độ chụm về độ lặp lại và độ tái lập. Tuy nhiên, phương pháp đã được chứng minh là đáng tin cậy bởi ít nhất ba phòng thử nghiệm có kinh nghiệm và đặc biệt là độ đúng của phương pháp.

Do đó phương pháp này đã được chấp nhận thành Qui định kỹ thuật chứ chưa phải là tiêu chuẩn quốc tế.

Sữa và sữa cô đặc đóng hộp – Xác định hàm lượng thiếc – Phương pháp đo phổ

Milk and canned evaporated milk – Determination of tin content – Spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này (Phương pháp IDF được soát xét) qui định phương pháp xác định hàm lượng thiếc trong sữa cô đặc đóng hộp bằng đo phổ. Giới hạn xác định của phương pháp là 5 mg/kg.

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 4851–89 (ISO 3696:1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng thiếc (tin content)

Phần khối lượng của các chất được xác định bằng qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng thiếc được biểu thị bằng miligam trên kilogam mẫu.

4 Nguyên tắc

Chất hữu cơ được khoáng hoá bằng hỗn hợp axit nitric và axit sulfuric. Nước, axit clohydric và dung dịch natri cacbonat được bổ sung vào. Các ion sắt (III) gây nhiễu được che bằng dung dịch thioure và thiếc (IV) tạo phức với quercetin. Đo độ hấp thụ của dung dịch màu vàng ở bước sóng hấp thụ cực đại (437 nm).

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại phân tích không chứa thiếc, ngoại trừ dung dịch thiếc chuẩn (5.11).

5.1 **Nước**, được cất hai lần hoặc nước có chất lượng tương đương, phù hợp với nước loại 2 của TCVN 4851-89 (ISO 3696:1987).

5.2 **Etanol** ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), khoảng 96 % phần thể tích.

5.3 **Dietyl ete** [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$].

5.4 **Axit sulfuric**, đậm đặc, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ g/ml.

5.5 **Axit nitric**, đậm đặc, $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,42$ g/ml.

5.6 **Dung dịch hydro peroxit**, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{O}_2) = (1,099$ đến $1,103)$ g/ml.

Bảo quản dung dịch hydro peroxit trong tủ lạnh.

5.7 **Axit clohydric**, loãng $c(\text{HCl}) = 2,5$ mol/l.

Pha loãng 221 ml axit clohydric đậm đặc [$\rho_{20}(\text{HCl}) = (1,17$ đến $1,18)$ g/ml] bằng nước đến 1 000 ml và trộn.

5.8 **Dung dịch natri cacbonat**, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 200$ g/l.

Hoà tan 200 g natri cacbonat khan trong nước. Pha loãng bằng nước đến 1 000 ml và trộn.

5.9 **Dung dịch thioure**, $c[\text{CS}(\text{NH}_2)_2] = 90$ g/l.

Hoà tan 45 g thioure trong nước. Pha loãng bằng nước đến 500 ml và trộn.

5.10 **Dung dịch quercetin**, $c(\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7) = 0,75$ g/l.

Hoà tan 750 mg quercetin (3,3',4',5,7-pentahydroxyflavon) trong etanol (5.2). Pha loãng bằng etanol (5.2) đến 1 000 ml và trộn. Lọc dung dịch quercetin qua giấy lọc. Bảo quản dung dịch nơi tối không quá một tuần.

5.11 Dung dịch thiếc chuẩn, $c(\text{Sn}) = 1,000 \text{ g/l}$.

Hoà tan sản phẩm bán sẵn trên thị trường có chứa chính xác 1,000 g Sn (ví dụ: Sn(IV), Titrisol No.9929¹⁾ là thích hợp) bằng axit clohydric loãng (5.7) đến 1 000 ml và trộn kỹ.

5.12 Sữa, có hàm lượng thiếc thấp, ví dụ: sữa cô đặc hoặc sữa thanh trùng nguyên kem đóng chai.

5.13 Dung dịch natri clorua (NaCl), chứa 0,5 % natri clorua (phần khối lượng).

6 Thiết bị, dụng cụ

Giữ các dụng cụ thuỷ tinh sạch, bao gồm các viên bi thuỷ tinh (hoặc thạch anh) (6.5) trong axit nitric 10 % (phần khối lượng). Trước khi sử dụng, tráng dụng cụ thuỷ tinh và viên bi thuỷ tinh ba lần bằng nước cất và ba lần bằng nước cất hai lần. Làm khô bằng cách tráng liên tiếp sử dụng etanol (5.2) và dietyl ete (5.3), nếu cần.

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 1 mg.

6.2 Nồi cách thuỷ, có thể duy trì ở $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, ở $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ và từ $40 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $60 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.3 Đầu đốt nhỏ dùng khí, không phát ra các hạt thiếc, hoặc **bếp điện**.

6.4 Bình khoáng hoá, (bình Kjeldahl), dung tích khoảng 70 ml, có khớp nối thuỷ tinh mài (NS 19, có nút đậy kín bằng thuỷ tinh), được chia độ bằng vạch trên phần dưới cổ 50 ml.

6.5 Bi bằng thuỷ tinh hoặc thạch anh.

6.6 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml, 500 ml và 1 000 ml.

6.7 Pipet chia độ, dung tích 1 ml, 2 ml và 5 ml, có chia vạch 0,1 ml.

6.8 Pipet một vạch, có phân phối được 3 ml, 10 ml và 20 ml.

6.9 Micro pipet, có thể phân phối được 10 μl , 20 μl , 50 μl , 100 μl và 150 μl .

6.10 Máy đo phổ, có thể đo độ hấp thụ ở 437 nm, được gắn với các cuvet thuỷ tinh hoặc thạch anh có chiều dài đường quang 10 mm, có nắp đậy bằng polytetrafloetylen.

¹⁾ Titrisol No 9929 là một ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và tổ chức ISO hoặc IDF không ấn định phải sử dụng chúng

TCVN 7730:2007

9.5.3 Dùng pipet chuyển từng dung dịch sang cuvet quang 10 mm của máy đo phổ (6.10).

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch trong dãy sáu dung dịch thiếc chuẩn dựa vào nước ở bước sóng 437 nm. Lấy các giá trị thu được của năm dung dịch trừ đi giá trị của dung dịch zero.

9.5.4 Đánh dấu các giá trị độ hấp thụ thu được dựa theo lượng dung dịch thiếc chuẩn được bổ sung vào bình khoáng hoá (xem 9.5.1) (hệ số hấp thụ phân tử riêng ở $3,38 \times 10^3 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$). Vẽ đường thẳng đi qua các điểm thu được để có đường chuẩn, hoặc tính đường hồi qui sử dụng phương pháp bình phương tối thiểu.

9.5.5 Hàng tuần kiểm tra đường chuẩn thu được.

9.6 Kiểm tra sự thất thoát thiếc

Do thiếc (IV) tetraclorea có khả năng bay hơi mạnh, nên sự thất thoát thiếc có thể xảy ra trong quá trình khoáng hoá. Trong trường hợp có nghi ngờ, nên thực hiện bước khoáng hoá bằng qui trình trong 9.5.1 đến 9.5.5 nhưng thay lượng sữa (5.12) được sử dụng trong (9.5.1) bằng 1 ml nước (5.1) và thực hiện song song với 1 ml dung dịch natri clorua (5.13). Việc khoáng hoá được thực hiện đúng khi cả hai đường hiệu chuẩn trùng nhau.

9.7 Đo phổ

Dùng pipet chuyển dung dịch thử (9.3) sang cuvet đường quang 10 cm của máy đo phổ (6.10). Đo độ hấp thụ của dung dịch thử (9.3) và của dung dịch thử trắng (9.4) dựa vào nước (5.1) ở bước sóng 437 nm. Lấy giá trị độ hấp thụ thu được từ dung dịch thử trừ đi giá trị độ hấp thụ của dung dịch thử trắng. Sử dụng giá trị hiệu chỉnh này để đọc hàm lượng thiếc từ đường chuẩn, hoặc tính lượng thiếc từ đường hồi qui thu được bằng cách sử dụng phương pháp bình phương tối thiểu.

9.8 Số lần xác định

Thực hiện tất cả các phép xác định, kể cả phép thử trắng (9.4) hai lần.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

10.1 Tính toán

Tính hàm lượng thiếc của mẫu, w , bằng miligam trên kilogam, sử dụng công thức sau đây:

$$w = \frac{m_1}{m_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam;

m , là khối lượng thiếc, đọc được từ đường chuẩn (hoặc tính được từ đường hồi qui thu được bằng phương pháp bình phương tối thiểu) (9.7), tính bằng microgam.

10.2 Biểu thị kết quả

Kết quả là giá trị trung bình của các kết quả thử nghiệm thu được, lấy đến một chữ số thập phân.

11 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.