TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 8156 : 2009
ISO 15648 : 2004

Xuất bản lần 1

BƠ – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI – PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐIỆN THẾ

Butter – Determination of salt content – Potentiometric method

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8156 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 15648 : 2004;

TCVN 8156 : 2009 do Ban kĩ 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.

Hoà tan từ 13,6 g đến 20,4 g bạc nitrat trong nước đã được khử hoàn toàn cacbon dioxit. Thêm nước đến 1 000 ml. Chuẩn hoá dung dịch chuẩn bạc nitrat bằng natri clorua (NaCl) đã được sấy ở 300 °C trong 2 h.

Biểu thị nồng độ của dung dịch chuẩn bạc nitrat đến bốn chữ số thập phân. Bảo quản dung dịch tránh ánh sáng trực tiếp.

Có thể sử dụng các dung dịch pha sẵn.

4.2 Dung dịch axit nitric, $c(HNO_3) \approx 4$ mol/l.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.2 Dụng cụ đo điện thế, có điện cực đo phù hợp để xác định clorua (ví dụ điện cực bạc) và điện cực đối chứng [ví dụ điện cực thủy ngân (I) sulfat].

5.3 Bình, phù hợp để khuấy trộn và chuẩn độ.

5.4 Ống đong chia độ, dung tích 50 ml và 100 ml.

5.5 Buret, dung tích 50 ml, được chia độ đến 0,1 ml, hoặc tốt nhất là **buret dạng pittông tự động**, có thể đọc chính xác đến 0,01 ml, cả hai được làm bằng thuỷ tinh nâu hoặc ngăn cản ánh sáng.

5.6 Dụng cụ khuấy

Phù hợp với dụng cụ chuẩn độ (bán) tự động sử dụng trong 5.2 đến 5.6.

5.7 Thìa hoặc **dao trộn**.

6 Lấy mẫu

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

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

Bảo quản mẫu tránh bị hư hỏng và thay đổi thành phần.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Lấy mẫu thử đại diện.

Nếu mẫu thử thấy rõ không đồng nhất hoặc mẫu thử dự kiến thấy không đồng đều (thời gian bảo quản, điều kiện bảo quản), thì trộn mẫu thử như sau:

a) Làm ấm mẫu thử đựng trong hộp chứa nguyên chưa mở nắp, mẫu nên chiếm từ một phần hai đến hai phần ba dung tích hộp, đến nhiệt độ làm cho mẫu đủ mềm để dễ đồng hóa mẫu (dùng thiết bị lắc cơ học hoặc lắc bằng tay). Cẩn thận để nhiệt độ khi trộn không vượt quá 30 °C.

b) Làm nguội mẫu thử đến nhiệt độ phòng trong khi vẫn trộn cho đến khi nguội hẳn. Ngay sau đó, mở nắp hộp chứa và khuấy nhẹ (không quá 10 s) bằng dụng cụ phù hợp, ví dụ thìa hoặc dao trộn (5.7), trước khi đem cân.

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

Cân từ 2 g đến 4 g mẫu thử (Điều 7), chính xác đến 1 mg vào bình (5.3). Ghi lại khối lượng đến 0,1 mg.

8.2 Xác định

8.2.1 Thêm 100 ml nước sôi hoặc 100 ml nước nguội và đun sôi để hoà tan phần mẫu thử. Làm nguội huyền phù thu được xuống dưới 55 °C.

Đặt điện cực đo và điện cực đối chứng của dụng cụ đo điện thế (5.2) vào huyền phù.

Dùng dung dịch chuẩn bạc nitrat (4.1) chuẩn độ huyền phù bằng buret (5.5). Khuấy liên tục cho đến khi gần đến điểm kết thúc chuẩn độ. Sau đó chuẩn độ một cách cẩn thận đến điểm kết thúc.

CHÚ THÍCH Điểm kết thúc chuẩn độ tương ứng với chênh lệch điện thế cực đại thu được giữa hai lần thêm liên tiếp các thể tích bằng nhau (khoảng 0,05 ml) dung dịch chuẩn bạc nitrat.

8.2.2 Khi chuẩn độ, thêm 2 ml đến 3 ml dung dịch axit nitric (4.2) vào lượng chứa trong bình trước khi chuẩn độ. Bằng cách này, nghiên cứu công tác phòng thử nghiệm (xem Phụ lục A) đã cho thấy độ chính xác đạt được là như nhau.

8.3 Phép thử trắng

Dùng tất cả thuốc thử nhưng không có phần mẫu thử để tiến hành phép thử trắng.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Tính kết quả

Hàm lượng muối của mẫu thử, *w*, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính được theo công thức sau:

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5{,}84 \times c}{m}$$

trong đó:

V_0 là thể tích dung dịch chuẩn bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng (xem 8.3), tính bằng mililit (ml);

V_1 là thể tích dung dịch chuẩn bạc nitrat đã dùng để chuẩn độ phần mẫu thử (xem 8.2), tính bằng mililit (ml);

c là nồng độ thực dung dịch chuẩn bạc nitrat, tính bằng mol trên lít (mol/l);

5,84 là hệ số chuyển đổi hàm lượng Cl^- thu được thực tế về hàm lượng muối (NaCl);

m là khối lượng phần mẫu thử (xem 8.1), tính bằng gam (g).

9.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả thử đến hai chữ số thập phân.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A.

Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không được áp dụng cho các khoảng nồng độ và chất nền khác với khoảng nồng độ và chất nền đã nêu.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người phân tích và sử dụng cùng một thiết bị trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp lớn hơn 0,05 % phần khối lượng.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện và sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 0,08 % phần khối lượng.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ 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) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn, và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;

e) kết quả thử nghiệm thu được và kết quả cuối cùng, nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

A.1 Phép thử cộng tác liên phòng thử nghiệm quốc tế giữa mười một phòng thử nghiệm được thực hiện trên sáu mẫu bơ, mỗi mẫu được chia thành hai phần như nhau (nhân đôi) để thu được 12 mẫu thử.

Viện Phân tích Thực phẩm và Môi trường Na Uy tổ chức thử nghiệm. Kết quả thử nghiệm được tập hợp để phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) để thu được dữ liệu về độ chụm theo Bảng A.1.

Dựa trên các kết quả thu được, giới hạn lặp lại, r, được thiết lập ở mức 0,05 %. Giới hạn tái lập, R, được thiết lập ở mức 0,08 %.

Bảng A.1 – Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

	Mẫu bơ						
	A	B	C	D	E	F	Trung bình [b]
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	10	10	10	11	9	11	
Giá trị trung bình [a]	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r [a]	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Hệ số biến thiên lặp lại [a]	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Giới hạn lặp lại, r (= 2,8 s_r) [a]	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R [a]	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Hệ số biến thiên tái lập [a]	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Giới hạn tái lập, r (= 2,8 s_R) [a]	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078

[a] Phần trăm khối lượng.

[b] Giá trị trung bình không tính mẫu D.

A.2 Một nghiên cứu bổ sung được tổ chức với quy trình tương tự như quy trình được mô tả trong 8.2.1. Nghiên cứu này được tiến hành cho thấy có thể bổ sung axit nitric trước khi chuẩn độ. Không có sự khác biệt đáng kể giữa các kết quả thu được của phương pháp ban đầu và phương pháp đã điều chỉnh.

Kết quả thu được khi bổ sung axit nitric (phương pháp điều chỉnh) được đưa ra trong Bảng A.2

Bảng A.2 – Kết quả thử liên phòng thử nghiệm khi bổ sung HNO_3

	Mẫu bơ						
	A	B	C	D	E	F	Trung bình [b]
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	10	10	10	9	11	
Giá trị trung bình [a]	1,385	1,314	1,047	0,017	2,021	1,297	
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r [a]	0,012	0,010	0,013	0,002	0,011	0,023	0,014
Hệ số biến thiên lặp lại [a]	0,88	0,80	1,21	12.68	0,52	1,75	1,03
Giới hạn lặp lại, r (= 2,8 s_r) [a]	0,034	0,029	0,035	0,006	0,030	0,064	0,038
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R [a]	0,021	0,020	0,013	0,015	0,040	0,030	0,025
Hệ số biến thiên tái lập [a]	1,52	1,50	1,29	90,88	1,97	2,29	1,97
Giới hạn tái lập, r (= 2,8 s_R) [a]	0,059	0,055	0,038	0,043	0,112	0,083	0,069

[a] Phần trăm khối lượng.

[b] Giá trị trung bình không tính mẫu D.

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*

[5] BRATHEN, G. và MARTENS, R. *Bulletin of the IDF* (sẽ được xuất bản)