



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

SỮA ĐẶC VÀ SỮA BỘT

Phương pháp xác định độ axit chuẩn độ

TCVN 5448-91

(ST SEV 736 - 77)

VIỆN
KỸ THUẬT
CÔNG NGHIỆP
HÀ NỘI

Hà Nội

Cơ quan biên soạn:

Trung tâm Tiêu chuẩn-Đo lường -
Chất lượng Khu vực I

Cơ quan đề nghị ban hành và trình duyệt:

Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường -
Chất lượng

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học Nhà nước

Quyết định ban hành số 424/QĐ ngày 17 tháng 07
năm 1991

!		!	!
!	SỮA ĐẶC VÀ SỮA BỘT	!	TCVN 5448-91!
!	Phương pháp xác định độ axit	!	(ST SEV
!	chuẩn độ	!	736-77) !
!	Condensed milk and	!	-----!
!	powdered milk	!	Khuyến khích !
!	Acidity determination!	!	áp dụng !
!	by titration	!	!
!		!	!

Tiêu chuẩn này áp dụng cho sữa đặc không đường, sữa đặc có đường và sữa bột.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ST SEV 736-77.

1. XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT BẰNG PHƯƠNG PHÁP XOCLET-HENKEL

1.1. Thuật ngữ và định nghĩa.

Độ axit chuẩn độ xác định bằng phương pháp Xoclet-Henkel là lượng dung dịch natri hidroxit 0,25N cần để thay đổi màu hỗn hợp chuẩn độ theo mục 1.7 với chất chỉ thị phenolphthalein và tính trên 100g sữa đặc (không đường và có đường) hay 100 cm³ sữa bột hoà tan.

1.2. Nội dung phương pháp

Pha loãng một lượng sữa đặc hay sữa bột bằng nước và chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit 0,25N, dùng phenolphthalein làm chất chỉ thị và dung dịch coban sunfat để tạo dung dịch màu mẫu chuẩn. Lượng dung dịch cần thiết của dung dịch natri hidroxit phụ thuộc vào hàm lượng protein, muối axit, khí của sữa cũng như các chất có tính axit hay kiềm có trong sữa và được thêm vào sữa.

1.3. Thiết bị và dụng cụ

- 1.3.1. Cân thí nghiệm 200g, độ chia 0,01g
- 1.3.2. Máy trộn bằng điện có tần số quay 108 S^{-1} chạy không tải với cốc dung tích 1 dm^3 , hay máy trộn loại khác đảm bảo sự hoà tan của sữa bột.
- 1.3.3. Microburet có vạch chia không quá 0,05 cm^3
- 1.3.4. Pipet loại 50 cm^3
- 1.3.5. Pipet loại 2 cm^3 với vạch chia 0,1 cm^3
- 1.3.6. Ống đong định mức 100 cm^3
- 1.3.7. Bình định mức 100 cm^3
- 1.3.8. Bình nón loại 150 và 250 cm^3 .
- 1.3.9. Chai loại 250 cm^3 với nút nhựa hoặc cao su
- 1.3.10. Nhiệt kế phòng thí nghiệm từ 0 - 100°C với vạch chia 1°C
- 1.3.11. Nồi cách thủy điều chỉnh được nhiệt độ :

Đối với sữa bột	60 - 70°C
Đối với sữa đặc có đường	30 - 40°C
Đối với sữa đặc không đường	40 - 60°C
- 1.3.12. Hộp có nắp dậy khít để trộn mẫu
- 1.3.13. Thìa, dao
- 1.3.14. Buret thủy tinh đặc biệt để xác định độ axit
- 1.3.16. Bi thủy tinh đường kính 5mm.

1.4. Thuốc thử

Tất cả thuốc thử phải có độ tinh khiết không thấp hơn tinh khiết phân tích.

- 1.4.1. Nước cất
- 1.4.2. Natri hidroxit, dung dịch 0,25N
- 1.4.3. Rượu etylic tinh khiết hoặc biến chất
- 1.4.4. Phenolphthalein, dung dịch : hoà tan 2 g phenolphthalein vào rượu 70% và cho thêm rượu đến 100 cm^3 .

1.4.5. Coban sunfat ($Có SO_4 \cdot 7 H_2O$) dung dịch.

Hoà tan 5 g coban sunfat vào nước và thêm nước đến 100 cm^3 . Thời hạn bảo quản dung dịch 6 tháng.

1.5. Lấy mẫu

Lấy mẫu theo sự thoả thuận giữa các bên.

1.6. Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu sản phẩm cần giữ ở nhiệt độ phòng.

1.6.1. Mẫu sữa bột cho vào bình khô sạch với nắp đậy kín có dung tích chứa gấp 2 lần thể tích mẫu. Bình có mẫu lập tức đậy kín, trộn sữa cẩn thận, lắc đều. Trong khi chuẩn bị mẫu cần hạn chế sự tiếp xúc của mẫu với không khí để độ ẩm được hấp thụ ít nhất.

1.6.2. Khi chuẩn bị mẫu sữa đặc mới không đường lắc đều và lật vài lần hộp đựng sản phẩm, sau đó mở hộp (cẩn thận khỏi chảy) rót sang hộp khác, đổ thêm toàn bộ khối lượng các phần của sản phẩm còn lại ở đáy, nắp, thành hộp đầu tiên. Khuấy sản phẩm bằng thìa, sau đó rót vài lần từ hộp này sang hộp khác. Dùng nắp đậy chặt hộp có sản phẩm.

Nếu mẫu sản phẩm quá cũ, hay trong mẫu kết lại thành lớp. hộp chưa mở có sản phẩm để 2 giờ trong nồi cách thủy và đun nóng đến 40 - 60°C. Trong khi đó cứ 15 phút lại lấy hộp ra khỏi nước và lắc mạnh. Để nguội sản phẩm đến nhiệt độ phòng, mở hộp và cẩn thận khuấy sản phẩm bằng thìa cả lớp trên và lớp dưới. Sản phẩm được chuyển toàn bộ sang hộp khác và đậy kín.

1.6.3. Khi chuẩn bị mẫu sữa đặc có đường mới, lắc đều và lật vài lần hộp có sản phẩm. Sau đó mở hộp và cẩn thận khuấy sản phẩm bằng que khuấy, khuấy cả lớp trên và lớp dưới. Chuyển sản phẩm sang dụng cụ chứa đựng khác (hình, hộp) đổ

thêm toàn bộ phần sản phẩm còn lại ở đáy, nắp và thành hộp đầu tiên. Dùng nắp đậy chặt hộp có sản phẩm.

Nếu sản phẩm đóng trong ống, đưa sản phẩm đó vào hộp, sau đó cắt ống theo chiều dọc và cẩn thận lấy phần còn lại trên bề mặt đổ thêm vào lượng chung. Quấy đều sản phẩm và dùng nắp đậy kín hộp.

Nếu mẫu sản phẩm quá cũ hay trong mẫu kết lại thành lớp, hộp chưa mở có sản phẩm để 2 giờ trong nồi cách thủy được nung nóng đến 30 - 40°C. Trong khi đó cứ 15 phút lại lấy hộp ra và lắc mạnh. Sau đó mở hộp, chuyển toàn bộ sản phẩm sang ống, hộp khác, chuyển cả phần sản phẩm còn lại trên bề mặt bình, ống đầu tiên. Sản phẩm để nguội đến nhiệt độ phòng, khuấy cẩn thận và dùng nắp đậy kín hộp.

1.7. Tiến hành thử

1.7.1. Mẫu chuẩn đối với sữa đặc không đường nhận được bằng cách trộn trong hộp, chuẩn độ 20 g sản phẩm với 20cm³ nước đã được đun nóng đến 50 - 60°C và 2 cm³ dung dịch coban sunfat. Cân lần cân sau tiến hành với độ chính xác đến 0,01 g đối với việc cân lần này. Mẫu chuẩn (lúc này và về sau) công hiệu trong thời gian 3 giờ.

1.7.2. Cân 20g sữa đặc không đường cho vào bình nón dung tích 150 cm³, rót thêm 20 cm³ nước đã được đun nóng đến 50 - 60°C khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 2 cm³ dung dịch phenolphthalein. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit đến xuất hiện màu hồng, trùng với màu chuẩn. Màu của dung dịch không mất đi trong thời gian 30 giây. Ghi thể tích kiểm tiêu hao khi chuẩn độ, với độ chính xác đến 0,05 cm³.

1.7.3. Màu chuẩn đối với sữa đặc có đường nhận được khi trộn trong bình chuẩn độ 20 gam sản phẩm, 30 cm^3 nước đã được đun nóng đến $50 - 60^\circ\text{C}$, và 2 cm^3 dung dịch coban sunfat.

1.7.4. Cân 20 gam sữa đặc có đường cho vào bình nón dung tích 150 cm^3 , rót thêm 30 cm^3 nước đun nóng đến $50 - 60^\circ\text{C}$, khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng. Đổ thêm 2 cm^3 dung dịch phenolphthalein. Chuẩn độ như ở điều 1.7.2.

1.7.5. Tiến hành hoà tan sữa bột theo tỷ lệ : sữa nguyên chất 13,50 g, mỡ 12 g, không mỡ 10 g, trên 100 cm^3 nước.

Khi hoà tan sữa bột bằng phương pháp cơ học, chuyển lượng cân sữa đặc và nước ở nhiệt độ 24°C vào máy trộn, khuấy đều trong điều kiện đảm bảo để sản phẩm tan hoàn toàn.

Khi sử dụng máy trộn bằng điện với tần số quay 109 s^{-1} (không tải) tiến hành khuấy trong khoảng thời gian 90 giây.

Khi hoà tan sữa đặc bằng phương pháp thủ công, chuyển lượng cân sữa đặc và nước ở nhiệt độ 40°C vào chai thủy tinh dung tích 250 cm^3 đổ thêm 25 g bi thủy tinh, đậy nắp chai lại và lắc mạnh bằng tay thời gian 3 - 4 phút (75 - 80 chuyển động trong 1 phút).

Sữa hoà tan rót vào bình nón, đậy nắp, làm nguội đến nhiệt độ phòng và để nguyên trong thời gian 20 phút.

1.7.6. Màu của mẫu chuẩn cho sữa đặc hoà tan nhận được khi trộn 50 cm^3 sữa hoà tan và 1 cm^3 dung dịch coban sunfat.

1.7.7. Cho 50 cm^3 sữa, 2 cm^3 dung dịch phenolphthalein vào trong bình nón dung tích 150 cm^3 và khuấy đều. Chuẩn độ theo điều 1.7.2.

1.8. Tính toán kết quả

Độ axit chuẩn độ, xác định bằng phương pháp Xoalet - Henkel tính theo công thức sau :

$$\text{Đối với sữa đặc SX} = 5 \times A_1 \quad (1)$$

$$\text{Đối với sữa bột SX} = 5 \times A_2 \quad (2)$$

Trong đó :

A_1, A_2 - lượng dung dịch natri hidroxit 0,25N, tiêu hao khi chuẩn độ sữa đặc và sữa bột tương ứng, với cm^3 .

Khi tính toán kết quả cần nêu phương pháp thử.

1.9. Lính giá kết quả.

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song do một người thực hiện đồng thời hoặc nhanh liên tiếp, không được lớn hơn $0,25 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,25N trong 100 g sữa đặc không đường và có đường và $0,1 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,25N cho 100 cm^3 sữa bột hoà tan.

Chênh lệch giữa các kết quả xác định ở hai phòng thí nghiệm không được lớn hơn $0,5 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,25N cho 100 g sữa đặc không đường và có đường, và $0,2 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,25N cho 100 cm^3 sữa bột hoà tan.

Chú thích. Khi sử dụng ống chuẩn độ bằng buret cần thay đổi một cách tương ứng lượng sữa đặc có đường và không đường và sữa bột hoà tan sử dụng để chuẩn độ.

2. XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT THEO PHƯƠNG PHÁP TERNER

2.1. Thuật ngữ và định nghĩa.

Độ axit đã được chuẩn xác định bằng phương pháp Ternier (T) - lượng cm^3 dung dịch natri hidroxit 0,1 N cần thiết để thay đổi màu hỗn hợp chuẩn độ theo điều 2.7 khi có chất chỉ

thị phenolphtalein và tính trên 100 g sữa đặc (không đường và có đường) hay trong 100 cm³ sữa bột hoà tan.

2.2. Nội dung phương pháp

Pha loãng lượng sữa đặc hay sữa bột xác định một lượng chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit 0,1N, sử dụng phenolphtalein làm chất chỉ thị và dung dịch coban sunfat để nhận màu của mẫu thử. Lượng cần thiết dung dịch natri hidroxit phụ thuộc hàm lượng prôtein, muối axit, khí sữa cũng như các chất có đặc tính axit hay kiềm có trong sữa và được thêm vào sữa.

2.3. Dụng cụ và thiết bị

Dụng cụ và thiết bị theo điều 1.3.

2.4. Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử dưới đây phải có độ tinh khiết, không thấp hơn tinh khiết phân tích.

2.4.1. Nước cất

2.4.2. Natri hidroxit, dung dịch 0,1N

2.4.3. Rượu etylic sạch hoặc biến tính

2.4.4. Phenolphtalein, dung dịch

Hoà tan 1g phenolphtalein, vào rượu 70% và đổ thêm rượu đến 100cm³.

2.4.5. Coban sunfat (CoSO₄ . 7H₂O) dung dịch.

Hoà tan 2,5 g coban sunfat vào nước và thêm nước đến 100 cm³.

Thời hạn bảo quản dung dịch 6 tháng.

2.5. Lấy mẫu

Lấy mẫu theo sự thoả thuận giữa các bên.

2.6. Chuẩn bị mẫu thử theo điều 1.6.

2.7. Tiến hành thử

2.7.1. Mẫu chuẩn đối với sữa đặc không đường nhận được khi trộn trong bình chuẩn độ 10 g sản phẩm và 50 cm³ nước đã được đun nóng đến 50 - 60°C, và 2 cm³ dung dịch coban sunfat. Cân và lần cân sau lấy chính xác đến 0,01g. Màu chuẩn có công hiệu trong thời gian 3 giờ.

2.7.2. Cân 10 g sữa đặc không đường cho vào trong bình nón dung tích 150 cm³ và rót 50 cm³ nước đã được đun nóng đến 50 - 60°C, khuấy và làm nguội đến nhiệt độ phòng. Để thêm 0,3 cm³ dung dịch phenolphtalein. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit đến khi mất hiện màu hồng trùng với màu của mẫu chuẩn. Màu của dung dịch không bị mất đi trong thời gian 30 giây. Ghi thể tích kiềm tiêu hao khi chuẩn độ tính đến 0,05 cm³.

2.7.3. Màu chuẩn đối với sữa đặc có đường nhận được khi trộn trong bình chuẩn độ 10 g sản phẩm 65 cm³ nước đã đun nóng đến 50 - 60°C và 2 cm³ dung dịch coban sunfat.

2.7.4. Cân 10 g sữa đặc có đường cho vào bình nón dung tích 250 cm³ và rót 65 cm³ nước đã được đun đến 50 - 60°C, khuấy và làm nguội đến nhiệt độ phòng. Để thêm 0,3 cm³ phenolphtalein. Chuẩn độ theo chỉ dẫn ở điều 2.7.2.

2.7.5. Hoà tan sữa bột tiến hành theo điều 1.7.5.

2.7.6. Màu chuẩn đối với sữa bột nhận được khi trộn trong bình chuẩn độ 20 cm³ sữa hoà tan, 40 cm³ nước và 2 cm³ dung dịch coban sunfat.

2.7.7. Cho 20 cm³ sữa hoà tan, 40 cm³ nước, và 0,3 cm³ dung dịch phenolphtalein vào trong bình nón dung tích 150cm³. Khuấy và chuẩn độ theo chỉ dẫn ở điều 2.7.2.

2.8. Tính toán kết quả

Độ axit chuẩn độ xác định bằng phương pháp Turner (T) tính theo công thức sau :

Đối với sữa đặc $T = 10 \times A_1$ (1)

Đối với sữa bột $T = 5 \times A_2$ (2)

Trong đó :

A_1, A_2 -- lượng dung dịch natri hidroxit 0,1N tiêu hao khi chuẩn độ sữa đặc và sữa bột tương ứng, cm^3

Khi tính toán kết quả cần nêu phương pháp thử.

2.9. Đẩu. giá kết quả

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song do một người thực hiện đồng thời hoặc nhanh liên tiếp, không được lớn hơn $0,5 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,1N trong 100 g sữa đặc không đường và có đường và $0,25 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,1N trên 100 cm^3 sữa bột hoà tan.

Chênh lệch giữa các kết quả xác định ở hai phòng thí nghiệm không được lớn hơn $1,0 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,1 N trên 100 g sữa đặc không đường và có đường và $0,5 \text{ cm}^3$ dung dịch natri hidroxit 0,1 N trên 100 cm^3 sữa bột hoà tan.
