

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10690:2015

EN 1133:1994

Xuất bản lần 1

NƯỚC RAU, QUẢ – XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ FORMOL

Fruit and vegetable juices – Determination of the formol number

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu

TCVN 10690:2015 hoàn toàn tương đương EN 1133:1994;

TCVN 10690:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F10 *Rau quả và sản phẩm rau quả* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nước rau, quả – Xác định chỉ số formol

Fruit and vegetable juices – Determination of the formol number

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số formol trong nước rau, quả và các sản phẩm liên quan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

ISO 5725:1986^{*)}, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Độ chụm của phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập đối với phương pháp thử chuẩn bằng phép thử liên phòng thử nghiệm)*

3 Thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ, định nghĩa và các ký hiệu sau:

3.1

Chỉ số formol (formol number)

Số milimol natri hydroxit tiêu tốn cho một lít mẫu thử theo phương pháp mô tả dưới đây. Để phù hợp với các phương pháp hiện hành (xem Thư mục tài liệu tham khảo), chỉ số formol được biểu thị theo số mililit dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ tiêu tốn cho 100 ml mẫu thử.

^{*)} ISO 5725:1986 đã hủy và được thay bằng bộ tiêu chuẩn ISO 5725 (gồm 6 phần) và đã được chấp nhận thành bộ tiêu chuẩn TCVN 6910 (ISO 5725).

3.2

Ký hiệu (symbols)

c là nồng độ chất;

ρ là nồng độ khối lượng

ω là phần khối lượng.

4 Nguyên tắc

Khi bổ sung dung dịch formaldehyt vào mẫu thử, một ion H^+ được giải phóng trên một phân tử axit amin có mặt. Ion này sau đó được xử lý bằng dung dịch natri hydroxit và được đo bằng điện thế. Chỉ số formol là số đo hàm lượng axit amin trong mẫu thử, với điều kiện sau: nhóm amin thứ hai của histidin không phản ứng; nhóm amin của prolin và hydroxyprolin phản ứng khoảng 75 %. Các nhóm nitơ thứ ba và guanidin không xảy ra phản ứng.

5 Thuốc thử

5.1 Yêu cầu chung

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước đạt loại 3 trong TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

5.2 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$.

5.3 Dung dịch formaldehyt, pH 8,1.

Dung dịch formaldehyt, $\omega(\text{CH}_2\text{O})$ ít nhất bằng 350 g/l, được điều chỉnh pH chính xác đến 8,1 bằng máy đo pH, dùng natri hydroxit nồng độ 0,25 mol/l (5.2). Phải chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

5.4 Hydro peroxit, $\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = 300 \text{ g/l}$.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy đo pH, có thể đo độ chính xác ít nhất 0,05 đơn vị pH.

6.2 Điện cực pH bằng thủy tinh.

6.3 Điện cực so sánh, ví dụ: điện cực calomen.

6.4 Điện cực pH bằng thủy tinh kết hợp (có thể sử dụng thay thế cho điện cực 6.2 và 6.3).

Máy đo pH và điện cực phải được hiệu chuẩn và thực hiện theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Thông thường các mẫu không cần xử lý trước và phép phân tích theo phương pháp này nên dựa vào thể tích, các kết quả được biểu thị trên 100 mililit mẫu. Đối với các mẫu cô đặc, có thể cũng tiến hành phân tích dựa vào thể tích, sau khi pha loãng đến tỷ trọng tương đối đã biết. Trong trường hợp này, tỷ trọng tương đối phải được nêu rõ. Dựa vào lượng mẫu đã cân và hệ số pha loãng, các kết quả có thể được biểu thị trên 100 g mẫu. Đối với các sản phẩm có độ nhớt cao và/hoặc có chứa lượng thịt quả rất cao thì thường tiến hành phép xác định theo khối lượng mẫu thử.

Đối với nước chanh hoặc nước quả có độ axit cao khác thì lấy 5 ml nước quả và 20 ml nước và thực hiện như dưới đây. Nếu mẫu chứa sulfua dioxit thì phải được xử lý bằng vài giọt dung dịch hydro peroxit (5.4) trước khi chuẩn độ.

7.2 Cách tiến hành

Vừa khuấy vừa thêm dung dịch (5.2) để chỉnh pH của 25 ml mẫu thử trong cốc có mỏ đến 8,1, sử dụng máy đo pH. Thêm 10 ml dung dịch (5.3) và tiếp tục khuấy. Để yên 1 min, sau đó tiếp tục khuấy, dùng dung dịch (5.2) chỉnh pH của dung dịch đến 8,1. Ghi lại số mililit (n) dung dịch (5.2) cần dùng để chuẩn độ. Nếu số mililit đã dùng để chuẩn độ vượt quá 20 ml, thì lặp lại phép chuẩn độ, dùng 15 ml dung dịch (5.3) thay vì 10 ml.

Chỉ sử dụng dung dịch natri hydroxit $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$ (5.2) cho phép xác định này, không tính chỉ số formol của mẫu thử.

8 Tính kết quả

Tính chỉ số formol như sau:

$$\text{Chỉ số formol} = 10 \times n$$

Bất kỳ độ pha loãng bổ sung nào và mối quan hệ của giá trị này với khối lượng hoặc thể tích (xem 7.1) đều phải được đưa vào phép tính. Nếu mẫu cô đặc đã được pha loãng đến nồng độ đơn (nồng độ ban đầu) thì phải ghi lại tỷ trọng tương đối của mẫu có nồng độ đơn đó. Chỉ số formol được tính trên 100 g mẫu thử, có tính đến tỷ trọng tương đối.

Ghi lại chỉ số formol bằng số mililit dung dịch natri hydroxit $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ trên 100 ml mẫu thử đến một chữ số thập phân.

9 Độ chụm

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 các phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với các dải nồng độ và nền mẫu đã nêu trong Phụ lục A.

9.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại r .

Độ lặp lại $r = 0,4$ mmol NaOH/100 ml.

9.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do hai phòng thử nghiệm phân tích, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập R .

Độ tái lập $R = 1,1$ mmol NaOH/100 ml.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu (loại mẫu, nguồn gốc mẫu, ký hiệu);
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày và kiểu quy trình lấy mẫu (nếu có thể);
- ngày nhận mẫu;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm và các đơn vị biểu thị;
- độ lặp lại của phương pháp đã được đánh giá;
- các điểm cụ thể quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm

Các thông số sau đây thu được trong phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với ISO 5725:1986 (Đối với tài liệu để đánh giá phương pháp, xem Thư mục Tài liệu tham khảo). Phép thử do Viện Max von Pettenkofer của Tổ chức Y tế liên bang, Cục hóa thực phẩm, Berlin, Đức tổ chức thực hiện.

Năm tiến hành phép thử liên phòng thử nghiệm	1982
Số lượng các phòng thử nghiệm	25 đến 28
Số lượng mẫu	3

Loại mẫu:

A: nectar anh đào;

B: nước nho trắng;

C: nước cam.

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

Mẫu	A	B	C
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi trừ ngoại lệ	23	25	23
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	2	2	5
Số lượng các kết quả được chấp nhận	114	123	117
Giá trị trung bình (\bar{x}) (mmol NaOH/100 ml)	13,4	14,8	22,5
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) (mmol NaOH/100 ml)	0,1276	0,1240	0,1352
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) [%]	0,95	0,84	0,60
Giới hạn lặp lại (r) (mmol NaOH/100 ml)	0,4	0,4	0,4
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) (mmol NaOH/100 ml)	0,4147	0,3555	0,4283
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) [%]	3,09	2,40	1,90
Giới hạn tái lập (R) (mmol NaOH/100 ml)	1,2	1	1,2

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Determination of the Formol number: No 30, 1984
- In: *Analyses* [Collection]/International Federation of fruit juice producers
 - Loose-leaf edition, as of 1989,
 - Zug: swiss fruit union.
- [2] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung des formolwertes von fruchtsäften: L31.00-8, 1983-11 [Food analysis: Determination of formol number of fruit juices: L31.00-8, 1983-11]
- In: *Amtliche sammlung von untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur probenahme und untersuchung von lebensmitteln, tabakerzeugnissen, kosmetischen, Mitteln und bedarfsgegenständen/bundesgesundheitsamt* [In: *Collection of official methods under article 35 of the german federal foods act: methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods/federal health office*] – Loseblattausgabe, stand 31.12.1991, Bd.I, [Loose-leaf].
-