

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10035:2013

ISO 11289:1993

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM ĐÃ QUA XỬ LÝ NHIỆT ĐỘ TRONG
BAO BÌ KÍN – XÁC ĐỊNH pH**

Heat-processed foods in hermetically sealed containers – Determination of pH

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10035:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11289:1993;

TCVN 10035:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13
Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn
Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm đã qua xử lý nhiệt đựng trong bao bì kín – Xác định pH

Heat-processed foods in hermetically sealed containers – Determination of pH

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo điện thế để xác định pH của pha nước trong tất cả các loại thực phẩm.

Tiêu chuẩn này đặc biệt được sử dụng để kiểm tra tính ổn định sinh học của thực phẩm.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho bốn loại sản phẩm sau:

Loại 1: các sản phẩm đồng nhất dạng lỏng hoặc dạng đặc hoặc các sản phẩm chứa phần lớn pha lỏng hoặc pha đặc được coi là có pH đồng đều.

Loại 2: các sản phẩm đồng nhất dạng nhão hoặc sản phẩm không đồng nhất cần phải đồng hóa.

Loại 3: các sản phẩm không đồng nhất có các thành phần rắn lớn.

Loại 4: các sản phẩm mà pha lỏng phần lớn là dầu hoặc nhũ tương dầu/nước.

Các phép đo có thể thực hiện ở 20 °C hoặc 25 °C, nhiệt độ được chọn cần được nêu rõ trong báo cáo thử nghiệm.

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.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1 pH của sản phẩm (pH of preserves)

Chênh lệch điện thế tại nhiệt độ đo giữa hai điện cực được nhúng trong pha nước của sản phẩm hoặc trong mẫu thử được chuẩn bị theo quy trình quy định trong tiêu chuẩn này. Chênh lệch điện thế này được biểu thị bằng đơn vị pH, chính xác đến 0,1 đơn vị pH.

4 Nguyên tắc

Chuẩn bị mẫu thử phù hợp với từng loại sản phẩm cần thử nghiệm. Đo chênh lệch điện thế giữa điện cực thủy tinh và điện cực so sánh được nhúng chìm trong mẫu thử.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các loại thuốc thử tinh khiết phân tích.

5.1 Nước, phù hợp với loại 1 theo TCVN 4851 (ISO 3696), được chưng cất ngay trước khi sử dụng để tránh hấp thụ cacbon dioxid.

5.2 Dung dịch đệm, dùng để hiệu chuẩn máy đo pH.

Sử dụng hai dung dịch đệm chuẩn đã biết pH đến hai chữ số thập phân ở nhiệt độ đo, bao trùm pH của pha nước thu được từ mẫu thử.

CHÚ THÍCH 1 Về nguyên tắc, sử dụng một dung dịch đệm có pH khoảng 4 và một dung dịch đệm khác có pH khoảng 7.

Có thể được sử dụng các dung dịch đệm sau đây:

5.2.1 Dung dịch đệm có pH 4,00 ở 20 °C và pH 4,01 ở 25 °C

Hòa tan 10,120 g kali hydro phtalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), đã sấy trước ở 120 °C đến khối lượng không đổi, vào trong nước (5.1) trong bình định mức một vạch 1 lít. Thêm nước ở nhiệt độ đo đến vạch và trộn kỹ.

Bảo quản dung dịch bằng cách bổ sung khoảng 2 ml clorofom hoặc cacbon tetraclorea.

5.2.2 Dung dịch đệm có pH 6,88 ở 20 °C và pH 6,86 ở 25 °C

Hòa tan 3,388 g kali dihydro phosphat (KH_2PO_4) và 3,533 g dinatri hydro phosphat (Na_2HPO_4), đã sấy trước ở 120 °C đến khối lượng không đổi, vào trong nước (5.1) trong bình định mức một vạch 1 lít. Thêm nước ở nhiệt độ đo đến vạch và trộn kỹ.

Bảo quản dung dịch bằng cách bổ sung khoảng 2 ml clorofom hoặc cacbon tetraclorea.

CHÚ THÍCH 2 Có thể sử dụng các sản phẩm có bán sẵn nhưng cần tuân thủ nghiêm ngặt các hướng dẫn của nhà sản xuất.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy đo pH, có thể đo chính xác ít nhất 0,01 đơn vị pH, được gắn với điện cực thủy tinh và điện cực so sánh thích hợp, có sự bù trừ nhiệt độ.

CHÚ THÍCH 3 Điện cực kép (điện cực thủy tinh và điện cực so sánh) thường được sử dụng.

6.2 Nhiệt kế, có thể đo chính xác đến khoảng 1 °C.

6.3 Máy đồng hóa, có bộ trộn quay thích hợp hoặc bộ khuấy trộn nhu động hoặc dao trộn.

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nếu không có tiêu chuẩn cụ thể về việc lấy mẫu sản phẩm, thì nên lấy mẫu theo sự thỏa thuận của các bên có liên quan.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Sản phẩm loại 1

Các sản phẩm loại này bao gồm cả các sản phẩm đồng nhất, dạng lỏng hoặc dạng đặc (ví dụ: súp, cream) hoặc các sản phẩm chứa phần lớn pha lỏng hoặc pha đặc có pH đồng đều sao cho các phép đo pH đại diện cho toàn bộ sản phẩm (ví dụ: pure đậu cove, đậu Hà Lan, ngô).

Trộn kỹ toàn bộ sản phẩm, sử dụng máy khuấy hoặc dao trộn.

8.2 Sản phẩm loại 2

Loại này bao gồm các sản phẩm đồng nhất dạng nhão (ví dụ: mayonnaise) hoặc các sản phẩm không đồng nhất (ví dụ: thịt bò ướp muối đã qua xử lý nhiệt, patê) cần được đồng hóa trong mỗi lần đo pH sao cho phép đo pH đại diện cho toàn bộ sản phẩm.

Đồng hóa toàn bộ sản phẩm, sử dụng dao trộn (6.3) hoặc dụng cụ thích hợp. Nếu sử dụng dao trộn thì phải trộn kỹ.

TCVN 10035:2013

CHÚ THÍCH 4 Trong một số trường hợp, để thu được sản phẩm lỏng hơn, có thể bổ sung nhiều nhất từ 10 ml đến 20 ml nước cất vào 100 g sản phẩm. Một lượng nhỏ nước cất được bổ sung vào không làm thay đổi pH của hầu hết các sản phẩm, nhưng đặc biệt cần chú ý đến các sản phẩm có khả năng đệm thấp.

8.3 Sản phẩm loại 3

Loại này gồm các sản phẩm có các thành phần rắn lớn (ví dụ: ra-gu thịt và đậu, bắp cải muối chua).

Tách từng thành phần chính (ví dụ: rau, thịt) ra khỏi mẫu.

Nếu cần, đồng hóa từng loại riêng rẽ theo quy định trong 8.2.

8.4 Sản phẩm loại 4

Loại này gồm các sản phẩm có pha lỏng là chủ yếu chứa dầu hoặc nhũ tương dầu/nước (ví dụ: cá trích ngâm dầu).

Sau khi mở vật chứa, chuyển pha lỏng của mẫu phòng thử nghiệm vào phễu chiết. Thu lấy pha nước và loại bỏ pha dầu.

Trong các trường hợp có thể áp dụng được, kết hợp pha nước với phần rắn của mẫu phòng thử nghiệm. Tiến hành như trong 8.2 sau khi bổ sung nhiều nhất từ 10 ml đến 20 ml nước (5.1) vào 100 g phần rắn, nếu cần.

9 Cách tiến hành

9.1 Hiệu chuẩn máy đo pH

Điều chỉnh nhiệt độ dung dịch đệm (5.2) đến nhiệt độ đo được chọn (20 °C hoặc 25 °C) và hiệu chuẩn máy đo pH theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

CHÚ THÍCH 5 Đối với dãy các phép thử, cần kiểm tra hiệu chuẩn của máy đo pH bằng một hoặc hai dung dịch đệm ít nhất 30 min một lần.

CHÚ THÍCH 6 Trong một số trường hợp, cần kiểm tra các điện cực thường xuyên hơn sử dụng các dung dịch chuẩn (ví dụ: đối với các sản phẩm chứa rất nhiều chất béo, một số loại sản phẩm ngâm muối). Ngay khi phát hiện có sự bất thường (độ lệch ít nhất là 0,1 đơn vị pH do tắc nghẽn) thì cần làm sạch các điện cực (xem 9.4).

9.2 Phần mẫu thử

9.2.1 Sản phẩm loại 1

Thực hiện các phép đo trực tiếp trên phần mẫu thử đồng nhất đựng trong vật chứa mẫu.

Trong trường hợp vật chứa lớn (lớn hơn 5 lít) thì tiến hành đo trên ít nhất 200 g mẫu đại diện.

9.2.2 Sản phẩm loại 2

Thực hiện các phép đo trên mẫu thử đã đồng hóa.

9.2.3 Sản phẩm loại 3

Tiến hành các phép đo trên từng thành phần chính của mẫu thử hoặc đối với vật chứa mẫu lớn thì đo trên một lượng mẫu thử đại diện cho từng thành phần chính, sau khi đồng nhất, nếu cần.

Đối với từng thành phần và tùy thuộc vào đặc tính riêng của mỗi thành phần mà thực hiện các phép xác định riêng rẽ.

- trong pha nước hoặc pha lỏng, và
- trên các thành phần rắn (ví dụ: các mảnh vụn của thịt, xúc xích).

9.2.4 Sản phẩm loại 4

Thực hiện các phép đo

- trong pha nước, hoặc
- trong dịch đồng chất (pha nước và sản phẩm rắn).

9.3 Xác định

Thực hiện một phép xác định là đủ đối với sản phẩm loại 1 và đối với pha nước (hoặc pha lỏng) của sản phẩm loại 3 và sản phẩm loại 4.

Tiến hành ba phép xác định trên cùng một phần mẫu thử đối với sản phẩm loại 2 và sản phẩm loại 4 đã đồng hóa và trên từng phần rắn đối với sản phẩm loại 3.

Đặt nhiệt kế (6.2) vào phần mẫu thử (sản phẩm loại 1 và sản phẩm loại 2) hoặc trong pha nước (sản phẩm loại 3 và sản phẩm loại 4). Đọc nhiệt độ đo, rồi đặt các điện cực vào phần mẫu thử.

Tiến hành xác định sử dụng quy trình thích hợp đối với máy đo pH được dùng. Khi số đọc ổn định, đọc trực tiếp pH trên thang đo của thiết bị, chính xác đến 0,1 đơn vị pH.

9.4 Làm sạch điện cực

Làm sạch điện cực bằng cách tráng các điện cực lần lượt bằng axeton ở nhiệt độ phòng và bằng nước ở 30 °C đến 35 °C. Lau kỹ các điện cực bằng giấy sạch.

Để tránh hiện tượng tắc nghẽn và lão hóa các điện cực, cần làm sạch thường xuyên theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

CHÚ THÍCH 7 Các điện cực cũng có thể được làm sạch bằng cách sử dụng dung dịch enzym thích hợp, nếu cần. Trong trường hợp bị nhiễm khuẩn thì làm sạch điện cực bằng etanol 70 %.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Sản phẩm loại 1 và các pha lỏng, pha nước của sản phẩm loại 3 và loại 4

Ghi lại pH, chính xác đến 0,1 đơn vị pH và nhiệt độ đo.

10.2 Sản phẩm loại 2 và loại 4 đã đồng hóa và các phần rắn của sản phẩm loại 3

Lấy trung bình cộng của ba giá trị thu được đối với từng mẫu thử hoặc đối với từng thành phần rắn (sản phẩm loại 3), nếu thỏa mãn các điều kiện về độ lặp lại. Nếu không lặp lại phép thử.

Tính pH trung bình đối với từng phần rắn chính xác đến 0,1 đơn vị pH.

11 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 0,15 đơn vị pH.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- phương pháp lấy mẫu đã dùng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải chỉ rõ mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Đối với các sản phẩm không đồng nhất có các thành phần rắn lớn thì cần chỉ rõ các thành phần rắn khác nhau và điểm có pH đã đo được.