

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9041:2012

ISO 7466:1986

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM RAU QUẢ – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
5-HYDROXYMETHYLFURFURAL (5-HMF)**

*Fruit and vegetable products –
Determination of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) content*

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu

TCVN 9041:2012 hoàn toàn tương đương với ISO 7466:1986;

TCVN 9041:2012 do Cục An toàn vệ sinh thực phẩm tổ chức biên soạn,
Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm rau, quả –

Xác định hàm lượng 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF)

Fruit and vegetable products – Determination of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) trong các sản phẩm rau, quả đã qua chế biến nhiệt.

2 Nguyên tắc

Chuẩn bị dung dịch mẫu thử bằng cách cho thêm nước vào phần mẫu thử.

Đối với các sản phẩm chứa nhiều hơn 10 mg sulfua dioxit tự do trong một lít, thì thêm axetaldehyd.

Thêm dung dịch axit barbituric và *p*-toluidin vào một phần của dung dịch mẫu thử, dung dịch màu đỏ tạo thành là do phản ứng của 5-hydroxymethylfurfural có mặt trong dung dịch mẫu thử.

Thực hiện đo phổ ở bước sóng 550 nm.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, vừa mới được đun sôi.

3.1 Dung dịch Carrez (I)

Hòa tan 150 g kali hexacyanoferrat(II) trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 000 ml.

3.2 Dung dịch Carrez (II)

Hòa tan 300 g kẽm sulfat ngậm bảy phân tử nước và pha loãng bằng nước đến 1 000 ml.

3.3 Dung dịch axit barbituric

Hòa tan 0,500 g axit barbituric trong 70 ml nước, làm nóng trên nồi cách thủy, nếu cần và chuyển định lượng sang bình định mức một vạch 100 ml, nếu cần thì để nguội rồi pha loãng đến vạch.

Dung dịch này cần được bảo quản trong tủ lạnh.

3.4 Thuốc thử *p*-toluidin

Hòa tan 10,0 g *p*-toluidin (nóng chảy ở nhiệt độ 45 °C) trong khoảng 50 ml propan-2-ol, làm nóng trên nồi cách thủy, nếu cần và thêm 10 ml axit axetic băng, chuyển định lượng sang bình định mức một vạch 100 ml, nếu cần thì để nguội rồi pha loãng đến vạch bằng propan-2-ol.

Dung dịch này khi được bảo quản trong chai màu nâu sẫm, để trong tủ lạnh có thể bền được 1 tháng.

3.5 Axetaldehyd, dung dịch 1 % thể tích (dùng trong trường hợp hàm lượng sulfua dioxit tự do trong sản phẩm vượt quá 10 mg/l).

3.6 Dung dịch chuẩn 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF)

CHÚ THÍCH: Có thể tinh sạch các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường chưa biết độ tinh khiết bằng cách chưng cất chân không (115 °C ± 3 °C; 1,333 Pa) và bảo quản trong môi trường nitơ.

3.6.1 Dung dịch gốc

Hòa tan 200 mg 5-HMF trong nước, chuyển định lượng sang bình định mức một vạch 200 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và trộn kỹ.

3.6.2 Dung dịch làm việc

Chuyển 1 ml dung dịch gốc (3.6.1) sang bình định mức một vạch 100 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và trộn kỹ.

4 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu

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

4.1 Máy đo phổ, có thể đo được ở bước sóng 550 nm và được trang bị các cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

4.2 Bình định mức một vạch, dung tích 25 ml, 100 ml và 200 ml.

4.3 Ống nghiệm, được chia vạch 10 ml, có nút mài.

4.4 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 20 °C ± 1 °C.

4.5 Cân phân tích.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Loại bỏ các hạt và vỏ cứng, nếu cần, rồi trộn kỹ mẫu. Một số mẫu chỉ cần lọc là đủ.

Rã đông các sản phẩm đông lạnh hoặc đông lạnh sâu trong bình kín và cho phần chất lỏng tạo thành trong quá trình rã đông vào sản phẩm trước khi trộn.

5.2 Phần mẫu thử

Lấy 20 ml hoặc 20 g mẫu thử.

CHÚ THÍCH: Đối với các sản phẩm chứa hàm lượng 5-HMF cao thì lấy các phần mẫu thử nhỏ hơn, ví dụ: 10 ml hoặc 10 g, 5 ml hoặc 5 g.

5.3 Chuẩn bị dung dịch thử

5.3.1 Sản phẩm đồng nhất có màu nhạt hoặc không màu

Chuyển phần mẫu thử sang bình định mức một vạch 100 ml (4.2). Đặt trong nồi cách thủy (4.4), kiểm soát nhiệt độ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pha loãng bằng nước đến vạch.

Lọc dung dịch và loại bỏ 20 ml dịch lọc đầu tiên, nếu cần.

5.3.2 Sản phẩm đã đồng hóa và có màu đậm

Chuyển phần mẫu thử sang bình định mức một vạch 100 ml (4.2) và thêm 50 ml nước.

Dùng pipet thêm cẩn thận 2 ml dung dịch Carrez (I) (3.1) và 2 ml dung dịch Carrez (II) (3.2). Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Lọc dung dịch và loại bỏ 20 ml dịch lọc đầu tiên.

5.4 Xác định

5.4.1 Sản phẩm chứa hàm lượng sulfua dioxit tự do nhỏ hơn 10 mg/l

5.4.1.1 Dùng pipet chuyển vào hai ống nghiệm (4.3) (A và B) mỗi ống 2 ml dung dịch thử (5.3.1 hoặc 5.3.2). Thêm 5 ml dung dịch thuốc thử *p*-toluidin (3.4), đậy nắp và lắc. Để yên 1 min đến 2 min.

5.4.1.2 Cho 1 ml nước vào ống A và lắc. Đổ đầy dung dịch này (dung dịch đối chứng) vào cuvet đo phổ.

5.4.1.3 Cho 1 ml dung dịch axit barbituric (3.3) vào ống B và lắc. Đổ đầy dung dịch này vào cuvet đo phổ và sau khi thêm dung dịch axit barbituric từ 3 min đến 4 min đo độ hấp thụ ở bước sóng 550 nm, so với dung dịch đối chứng (5.4.1.2).

TCVN 9041:2012

CHÚ THÍCH: Ở thời điểm sau khi bổ sung dung dịch axit barbituric trong khoảng từ 3 min đến 4 min thì độ hấp thụ đo được của dung dịch đạt tối đa sau đó hạ xuống đột ngột. Lấy số đọc ở độ hấp thụ tối đa.

5.4.2 Sản phẩm chứa hàm lượng sulfua dioxit tự do lớn hơn 10 mg/l

5.4.2.1 Loại bỏ sơ bộ sulfua dioxit

Chuyển 15 ml dung dịch thử (5.3.1 hoặc 5.3.2) vào bình định mức một vạch 25 ml, thêm 2 ml dung dịch axetaldehyd (3.5), lắc và pha loãng bằng nước đến vạch rồi lắc tiếp.

5.4.2.2 Tiến hành tiếp theo quy định trong 5.4.1.

5.5 Chuẩn bị đường chuẩn

Chuyển vào một dãy sáu ống nghiệm (4.3) tương ứng: 0,2 ml, 0,6 ml, 1,0 ml, 1,4 ml, 1,8 ml và 2,0 ml dung dịch chuẩn làm việc 5-HMF (3.6.2). Thêm nước vào từng ống nghiệm (trừ ống cuối cùng) để có tổng thể tích là 2 ml.

Các dung dịch này chứa tương ứng: 2 µg; 6 µg; 10 µg; 14 µg; 18 µg và 20 µg 5-HMF.

Tiến hành tiếp theo quy định trong 5.4.1. Vẽ đồ thị hàm lượng 5-HMF tính bằng µg theo độ hấp thụ tương ứng

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng 5-HMF, được biểu thị bằng miligam trên lit hoặc miligam trên kilogam, theo công thức:

$$\frac{m_1 \times V_1}{V_2 \times V_0}$$

hoặc

$$\frac{m_1 \times V_1}{V_2 \times m_0}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (trường hợp phần mẫu thử được tính theo khối lượng), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của 5-MHF tương ứng với độ hấp thụ đo được trong 5.4.1 hoặc 5.4.2 đọc được từ đường chuẩn, tính bằng microgam (µg);

V_0 là thể tích của phần mẫu thử (trường hợp mẫu thử được tính theo thể tích), tính bằng mililit (ml).

V_1 là thể tích của dung dịch thử (trường hợp này là 100 ml), tính bằng mililit (ml).

V_2 là thể tích của phần dung dịch thử được dùng để xác định (trường hợp này là 2 ml), tính bằng mililit (ml).

Biểu thị kết quả đến số nguyên gần nhất, như sau:

- a) đối với nước quả: bằng miligam trên lit;
- b) đối với các dạng sản phẩm khác: bằng miligam trên lit hoặc miligam trên kilogam.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp thử đã dùng và kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

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