Lời nói đầu

TCVN 7931:2008 được xây dựng trên cơ sở AOAC 971.27 *Sodium Chloride in Canned Vegetables*;

TCVN 7931:2008 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xuất bản lần 1

Rau đóng hộp – Xác định hàm lượng natri clorua – Phương pháp chuẩn độ điện thế

Canned vegetables – Determination of sodium chloride – Potentiometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng natri clorua (NaCl) trong rau đóng hộp với hàm lượng natri clorua lớn hơn hoặc bằng 0,03 %, bằng phương pháp chuẩn độ điện thế.

2 Nguyên tắc

Sản phẩm được hoà tan trong nước và được axit hoá, clorua hoà tan được chuẩn độ bằng chỉ thị điện thế với dung dịch chuẩn $AgNO_3$. Để thuận tiện trong việc tính kết quả, khối lượng hoặc thể tích và nồng độ mol được quy định sao cho 1 ml $AgNO_3$ = 0,1 % NaCl. Nếu không có sẵn cân để cân nhanh khối lượng quy định thì có thể sử dụng khối lượng mẫu thử và dung dịch $AgNO_3$ nồng độ mol thích hợp. (Xem 6.2.3).

3 Thuốc thử

3.1 Axit nitric loãng, pha loãng 20 ml HNO_3 bằng nước đến 1000 ml.

3.2 Dung dịch chuẩn bạc nitrat, 0,0856 M

Hoà tan 14,541 g $AgNO_3$ trong nước và pha loãng bằng nước đến vạch 1000 ml đựng trong bình định mức (4.5). Chuẩn hoá lại theo điều 5 và chỉnh đến nồng độ mol chính xác quy định sao cho với lượng mẫu thử yêu cầu thì 1 ml = 0,1 % NaCl. Bảo quản dung dịch trong bình Pyrex, tránh ánh nắng trực tiếp. Dung dịch này ổn định trong điều kiện ánh sáng của phòng.

3.3 Dung dịch chuẩn natri clorua, 0,0856 M

Hoà tan 5,000 g NaCl đã được sấy trước 2 h ở 110 °C vào nước (nếu hàm lượng NaCl < 100,0 % thì chia 5,000 g cho % NaCl/100 để thu được khối lượng chính xác) và pha loãng đến 1000 ml trong bình định mức (4.5).

3.4 Nước

Nước cất hoặc đã loại ion, không chứa nhóm halogen, được kiểm tra theo cách sau:

Cho 1 ml dung dịch $AgNO_3$ 0,1 M và 5 ml HNO_3 (1 + 4) vào nước và thêm nước đến 100 ml. Dung dịch chỉ được phép hơi đục.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cân, có thể cân được trên 200 g và đọc được đến ≤ 0,01 g.

4.2 Điện cực

Điện cực tổ hợp thanh Ag hoặc các điện cực chỉ thị Ag và điện cực so sánh thuỷ tinh. Trước khi bắt đầu và sau mỗi ngày sử dụng, làm sạch đầu tip điện cực thanh Ag, nếu cần, dùng bột làm sạch hoặc vật liệu thích hợp khác và tráng rửa kỹ bằng nước (đối với một số mẫu phòng thử nghiệm có thể phải dùng nước nóng để rửa). Làm sạch các điện cực khác theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Làm sạch lại nếu cần, để tránh trôi số đọc cuối. Đối với một số mẫu thử, tráng rửa định kỳ các điện cực bằng nước và lau khô bằng giấy thấm để tránh tích tụ thành màng trên điện cực. Không cần thiết phải phủ các điện cực thanh Ag bằng AgCl.

4.3 Máy khuấy từ

Máy khuấy từ được vận hành qua máy biến áp cho phép ổn định dải tốc độ đã cài đặt.

4.4 Máy đo pH

Tốt nhất là loại có thể đọc trực tiếp, có các thang chia độ nhỏ hơn hoặc bằng 10 mV và có dải đo ít nhất là ± 700 mV, ví dụ như loại kỹ thuật số.

4.5 Bình định mức, dung tích 100 ml và 1000 ml.

4.6 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

5 Chuẩn hoá

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch chuẩn hoá NaCl cho vào cốc có mỏ 250 ml (4.6), pha loãng bằng nước đến khoảng 50 ml và bổ sung 50 ml dung dịch HNO_3 (1 + 49). Đặt các điện cực vào, bật máy khuấy từ (4.3) và liên tục khuấy mạnh với tốc độ ổn định trong quá trình chuẩn độ mà không làm bắn dung dịch ra ngoài. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn $AgNO_3$ và điều chỉnh sự tăng tốc độ thay đổi điện áp (bằng

cách thay đổi tốc độ thêm thuốc thử) sao cho thu được đồ thị chính xác của mV dựa theo ml dung dịch $AgNO_3$. Bổ sung tất cả 50 ml dung dịch $AgNO_3$ để có được đường cong hoàn chỉnh.

Xác định điểm uốn bằng cách vẽ 2 đường thẳng có độ dốc 45^0 với các trục và tiếp tuyến với đường chuẩn độ tại 2 điểm có độ cong lớn nhất. Điểm uốn là điểm giao giữa đường chuẩn độ với đường vẽ song song và ở giữa 2 đường tiếp tuyến nói trên. Từ thể tích dung dịch $AgNO_3$ đã sử dụng, tính nồng độ mol và hiệu chỉnh đến 0,0856 M. Thỉnh thoảng chuẩn hoá lại. Dùng điểm uốn là điểm kết thúc chuẩn độ mẫu thử. Thỉnh thoảng kiểm tra lại điện thế cuối và khi thay điện cực đơn lẻ hoặc điện cực tổ hợp, hoặc máy đo pH thì xác định lại bằng cách chuẩn bị đường chuẩn độ mới.

Để có độ chính xác lớn nhất, khi thực hiện một dãy các phép xác định trên cùng một loại thực phẩm, thì tiến hành xác định và sử dụng điểm kết thúc từ đường chuẩn độ của loại thực phẩm đó hơn là sử dụng điểm kết thúc thu được bằng dung dịch chuẩn NaCl.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.1 Các sản phẩm dạng dung dịch trong có độ sánh thấp

Nước ép quả, nước xúp trong, rượu vang, v.v...: được sử dụng trực tiếp làm mẫu thử.

6.1.2 Các sản phẩm dạng vụn

Nước ép cà chua, nước sốt cà chua, rau nghiền v.v...: Lắc kỹ hộp chưa mở để trộn đều mọi chất lắng. Chuyển toàn bộ lượng chứa sang bình thuỷ tinh hoặc bát sứ lớn và trộn kỹ, khuấy liên tục hơn 1 min. Sau đó chuyển hết sang bình thuỷ tinh có nắp đậy, lắc hoặc khuấy kỹ mỗi lần trước khi lấy các phần mẫu thử để phân tích.

6.1.3 Sản phẩm không đồng nhất (cá, thịt v.v..), có độ ẩm thấp (sản phẩm ngũ cốc v.v...) và khó phân tán, các thực phẩm đồng nhất (phomat, bơ lạc v.v...)

Cân 50,0 g mẫu thử, cho vào bình 1000 ml (4.5) của máy nghiền tốc độ cao và thêm 450 g nước. Đậy nắp, bật máy nghiền ở tốc độ thấp bằng cách dùng biến áp biến đổi được để phân tán sơ bộ và nghiền kỹ với tốc độ cao (thường 1 min đến 2 min là đủ). Dùng pipet 50 ml đã tháo bỏ đầu tip để chuyển một lượng tương đương với 5 g mẫu thử (tương đương với 50,0 gam hỗn hợp sau khi nghiền). Trộn kỹ huyền phù của mẫu thử ngay trước khi dùng pipet để lấy phần mẫu thử để phân tích, sao cho phần chất rắn được phân tán đều.

6.1.4 Các thực phẩm ở dạng khác

Chuẩn bị mẫu thử theo 6.1.1, 6.1.2, 6.1.3 hoặc bằng phương pháp thích hợp khác.

Để bảo quản các mẫu thử hoặc các huyền phù mẫu thử dùng cho phân tích sau này, thêm 0,5 ml dung dịch HCHO khoảng 37 % cho 100 g mẫu thử hoặc huyền phù mẫu thử, trộn kỹ và bảo quản ở nhiệt độ phòng. Chỉnh độ pha loãng bởi dung dịch HCHO bằng cách nhân % NaCl với 1,005.

6.2 Phương pháp xác định

6.2.1 Đối với các sản phẩm chứa ít hơn 5 % natri clorua

Cho 5,00 g (hoặc 5,00 ml nếu nồng độ được tính theo khối lượng trên thể tích) mẫu thử đã chuẩn bị trong 6.1.1 hoặc 6.1.2, hoặc 50,0 g trong 6.1.3 cho vào cốc có mỏ 250 ml (4.6). Thêm nước đến khoảng 50 ml nếu sử dụng mẫu thử đã chuẩn bị trong 6.1.1 hoặc 6.1.2 (để làm tan chảy chất béo của mẫu như bơ thì dùng nước sôi). Thêm 50 ml HNO_3 (1 + 49). Chuẩn độ theo điều 5, sử dụng buret 10 ml nếu hàm lượng natri clorua nhỏ hơn hoặc bằng 1 %.

$$\% \ NaCl = ml \ AgNO_3 \text{ nồng độ } 0{,}0856 \ M \ / 10$$

Khi nồng độ $AgNO_3$ khác với 0,0856 M thì tính như sau

$$\% \ NaCl = ml \ AgNO_3 \times C \ / 0{,}0856 \ / 10$$

trong đó C là nồng độ mol của dung dịch $AgNO_3$ đã dùng để chuẩn độ

6.2.2 Đối với các sản phẩm chứa bằng hoặc lớn hơn 5 % natri clorua

Cho 5,00 g (hoặc 5,00 ml nếu nồng độ được tính theo khối lượng trên thể tích) mẫu thử đã chuẩn bị trong 6.1.1 hoặc 6.1.2, cho vào bình định mức 100 ml (4.5) và pha loãng bằng nước đến vạch. Trộn đều và chuyển dịch lỏng chứa từ 50 mg đến 250 mg NaCl cho vào cốc có mỏ 250 ml (4.6). Nếu mẫu thử được chuẩn bị theo 6.1.3 thì chuyển phần dịch lỏng đã cân chứa từ 50 mg đến 250 mg NaCl sang cốc có mỏ 250 ml (4.6). Chuẩn độ theo điều 5, bắt đầu từ đoạn "..pha loãng bằng nước đến khoảng 50 ml".

$$\% \ NaCl = F \times ml \ AgNO_3 \text{ nồng độ } 0{,}0856 \ M \ / 10$$

trong đó F là hệ số pha loãng = 100/ml phần dịch lỏng đã chuẩn độ nếu mẫu thử đã chuẩn bị trong 6.1.1 hoặc 6.1.2, hoặc 50/g mẫu thử được chuẩn bị theo 6.1.3.

Khi nồng độ $AgNO_3$ khác với 0,0856 M thì tính như sau:

$$\% \ NaCl = F \times ml \ AgNO_3 \times C \ / \ 0{,}0856 \ / \ 10$$

trong đó C là nồng độ mol của dung dịch $AgNO_3$ đã dùng để chuẩn độ.

6.2.3 Trường hợp chung

Cân chính xác phần mẫu thử đã nêu (cân dưới 5 g mẫu nếu hàm lượng NaCl bằng hoặc lớn hơn 5 %, pha loãng đến 100 ml). Sử dụng dung dịch $AgNO_3$ khoảng 0,1 M, đã được chuẩn hoá chính xác theo điều 5, không điều chỉnh nồng độ mol và chuẩn độ theo điều 5.

$$\% \text{ NaCl} = \text{ml } AgNO_3 \times \text{M } AgNO_3 \times 0{,}05844 \times 100/\text{g mẫu thử}$$

trong đó M là nồng độ mol của dung dịch chuẩn $AgNO_3$ đã dùng.

Nếu mẫu thử đã chuẩn độ quá thì thêm chính xác một thể tích dung dịch chuẩn NaCl và hoàn thành chuẩn độ. Điều chỉnh thể tích dung dịch $AgNO_3$ theo thể tích dung dịch chuẩn NaCl đã thêm vào.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.