

Lời nói đầu

Xuất bản lần 2

TCVN 5483:2007 thay thế TCVN 5483:1991;

TCVN 5483:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 750:1998;

TCVN 5483:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F10

Rau quả và sản phẩm rau quả biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn

Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ

công bố.

Sản phẩm rau, quả – Xác định độ axit chuẩn độ được

Fruit and vegetable products – Determination of titratable acidity

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định độ axit chuẩn độ được trong các sản phẩm rau quả:

- phương pháp chuẩn độ điện thế chuẩn;
- phương pháp thông thường dùng chỉ thị màu.

Theo quy ước, phương pháp thứ hai này không áp dụng được cho rượu vang.

Đối với một số sản phẩm có màu, có thể khó xác định điểm kết thúc chuẩn độ trong phương pháp thứ hai này và nên sử dụng phương pháp thứ nhất.

CHÚ THÍCH Việc xác định độ axit chuẩn độ được sẽ không có ý nghĩa trong trường hợp những sản phẩm đã bổ sung sulphua dioxit.

2 Nguyên tắc

2.1 Phương pháp chuẩn độ điện thế

Chuẩn độ điện thế với dung dịch thể tích chuẩn natri hydroxit.

2.2 Phương pháp thông thường

Chuẩn độ với dung dịch thể tích chuẩn natri hydroxit dùng phenolphthalein làm chất chỉ thị.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử phải thuộc loại phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Natri hydroxit, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}^{1)}$.

3.2 Dung dịch đệm, đã biết trước độ pH.

3.3 Phenolphthalein, 10 g/l dung dịch trong etanol 95 % (V/V).

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Máy đồng nhất hoặc chày và cối.

4.2 Pipet, dung tích 25 ml, 50 ml hoặc 100 ml.

4.3 Bình nón, có thể lắp vừa với bộ ngưng đối lưu (4.7).

4.4 Bình định mức, dung tích 250 ml.

4.5 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml có máy khuấy từ hoặc máy khuấy cơ.

4.6 Buret, dung tích 50 ml.

4.7 Bộ ngưng đối lưu.

4.8 Cân phân tích, độ chính xác 0,01 g.

4.9 Máy đo pH, chính xác tới 0,05 đơn vị pH.

4.10 Nồi cách thủy.

5 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nếu chưa có tiêu chuẩn riêng về lấy mẫu cho sản phẩm rau quả, thì các bên có liên quan tự thỏa thuận về vấn đề này.

6 Chuẩn bị mẫu thử

6.1 Sản phẩm lỏng

Các sản phẩm lỏng bao gồm các sản phẩm mà có thể phân tách dễ dàng được chất lỏng (ví dụ: nước ép, sirô quả đóng hộp, nước dấm dấm, nước muối, nước của các sản phẩm lên men).

¹⁾ Trước đây biểu thị theo "dung dịch thể tích chuẩn 0,1 N".

Lấy một phần mẫu thử nghiệm đã được trộn trước và lọc qua bông thấm nước, giấy lọc hoặc vải. Dùng pipet (4.2) hút 25 ml dịch lọc (xem chú thích) cho vào bình định mức (4.4). Pha loãng bằng nước tới vạch và lắc kỹ.

Cân loại bỏ cacbon dioxit ra khỏi các sản phẩm lỏng được cacbonat hóa bằng cách lắc dưới áp suất thấp trong 3 đến 4 phút.

CHÚ THÍCH Cũng có thể lấy mẫu theo khối lượng, cân ít nhất 25 g mẫu thử nghiệm chính xác tới 0,01 g.

6.2 Sản phẩm khác

Loại bỏ các cuống, đất đá, các vách khoang hạt cứng và loại bỏ các hạt nếu có thể (sau khi đã rã đông đối với các sản phẩm đông lạnh và đông lạnh sâu). Trộn mẫu thật kỹ.

Cho phép các sản phẩm đông lạnh hoặc đông lạnh sâu rã đông trong các bình kín và gộp chất lỏng được tạo thành trong giai đoạn này với sản phẩm trước khi trộn hoặc nghiền.

Trong trường hợp các sản phẩm khô hoặc tách nước, thì cắt một phần mẫu thử nghiệm thành những mẫu nhỏ.

Làm đồng nhất sản phẩm hoặc nghiền trong cối (4.1).

Cân tối thiểu 25 g mẫu thử nghiệm, chính xác đến 0,01 g cho vào bình nón (4.3) với 50 ml nước nóng. Trộn đều cho đến khi đạt được độ đồng nhất.

Lắp bộ ngưng đối lưu (4.7) vào bình nón và đun nóng lượng chứa trong bình trong 30 phút trên nồi cách thủy đang sôi.

Để nguội, chuyển toàn bộ lượng chứa trong bình nón vào bình định mức (4.4) và pha loãng bằng nước tới vạch. Lắc kỹ và lọc.

7 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Nếu cần kiểm tra độ lặp lại (điều 9) thì tiến hành hai phép xác định theo 7.1.2 và 7.1.3 hoặc 7.2.1 và 7.2.2.

7.1 Phương pháp chuẩn độ điện thế (phương pháp chuẩn)

7.1.1 Kiểm định pH-mét

Kiểm tra độ chính xác của pH-mét (4.9) bằng các dung dịch đệm (3.2).

7.1.2 Phần mẫu thử

Dùng pipet (4.2) lấy 25 ml, 50 ml hoặc 100 ml mẫu thử đã pha loãng (xem điều 6) tùy theo lượng axit dự kiến, cho vào cốc có mỏ kèm theo máy khuấy (4.5).

7.1.3 Xác định

Bật máy khuấy và nhanh chóng dùng buret (4.6) thêm một lượng dung dịch natri hydroxit (3.1) cho tới khi pH đạt $7 \pm 0,2$. Sau đó, thêm từ từ cho tới pH bằng $8,1 \pm 0,2$.

7.2 Phương pháp dùng chỉ thị màu (Phương pháp thông thường)

7.2.1 Phần mẫu thử

Dùng pipet (4.2) lấy 25 ml, 50 ml hoặc 100 ml mẫu thử đã pha loãng (xem điều 6) tùy theo lượng axit dự kiến, cho vào cốc có mỏ kèm theo máy khuấy (4.5).

7.2.2 Xác định

Thêm từ 0,25 ml đến 0,5 ml dung dịch phenolphthalein (3.3) và vừa lắc vừa dùng buret chuẩn bằng dung dịch natri hydroxit (3.1) cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 30 giây.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính toán cho mẫu thử nghiệm lấy theo thể tích

Độ axit chuẩn độ được biểu thị theo số milimol $H^+/100$ ml sản phẩm, có tính đến sự pha loãng được tiến hành trong điều 6, được tính theo công thức sau đây:

$$\frac{250}{V} \times V_1 \times c \times \frac{100}{V_0} = \frac{1000V_1c}{V_0}$$

trong đó

V là thể tích của mẫu thử, tính bằng mililit, cụ thể là 25 ml;

V_0 là thể tích của phần mẫu thử (7.1.2 hoặc 7.2.1), tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit (3.1) đã dùng để xác định (7.1.3 hoặc 7.2.2), tính bằng mililit;

c là nồng độ chính xác của dung dịch natri hydroxit (3.1), tính bằng mol/lit.

Lấy kết quả đến một số thập phân.

8.2 Phương pháp tính toán cho mẫu thử nghiệm lấy theo khối lượng

Độ axit chuẩn độ được biểu thị theo số milimol H⁺/100 ml sản phẩm, có tính đến sự pha loãng được tiến hành trong điều 6, được tính theo công thức:

$$\frac{250}{m} \times V_1 \times c \times \frac{100}{V_0}$$

trong đó :

V_0 , V_1 và c cùng có ý nghĩa như trong 8.1;

m là khối lượng của mẫu thử (xem 6.1 và chú thích hoặc 6.2), tính bằng gam.

Lấy kết quả đến một số thập phân.

8.3 Các phương pháp biểu thị khác

Cũng có thể biểu thị độ axit chuẩn độ được quy ước bằng gam axit trong 100 g hoặc 100 ml sản phẩm bằng cách nhân của công thức (8.1 hoặc 8.2) bởi một hệ số thích hợp cho từng loại axit (xem bảng 1).

Bảng 1

Axit	Hệ số
Axit malic	0,067
Axit oxalic	0,045
Axit xitric monohydrat	0,070
Axit tartaric	0,075
Axit sunfuric	0,049
Axit axetic	0,060
Axit lactic	0,090
Axit xitric	0,064

9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập, 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 quá 5 % trong trường hợp lớn hơn 2 % giá trị trung bình của hai kết quả.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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 cùng với viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- (các) kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.