

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12398:2018

Xuất bản lần 1

**MẬT ONG – XÁC ĐỊNH ĐỘ PH VÀ ĐỘ AXIT TỰ DO
BẰNG PHÉP ĐO CHUẨN ĐỘ ĐẾN PH 8,3**

Honey - Determination of pH and of free acidity by titration to pH 8,3

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 12398:2018 thay thế TCVN 5271:2008;

TCVN 12398:2018 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn của Ủy ban mật ong quốc tế (IHC), 2009 *Determination of pH and of free acidity by titration to pH 8.3*;

TCVN 12398:2018 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, mật ong và sản phẩm tinh bột biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Mật ong – Xác định độ pH và độ axit tự do bằng phép chuẩn độ đến pH 8,3

Honey – Determination of pH and of free acidity by titration to pH 8.3

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ pH và độ axit tự do của mật ong bằng phép chuẩn độ đến pH 8,3.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

pH của mật ong (pH of honey)

Đơn vị đo hoạt độ ion hydro trong dung dịch.

2.2

Độ axit tự do (free acidity)

FA

Hàm lượng của tất cả các axit tự do xác định được theo quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Độ axit tự do thể hiện bằng mili đương lượng/kg mật ong (meq/kg).

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được hòa tan trong nước, đo pH và chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1 M đến pH 8,3.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, không chứa cacbon đioxit bằng cách đun sôi trong 10 min trước khi sử dụng.

TCVN 12398:2018

4.1 Dung dịch đệm, để hiệu chuẩn máy đo pH ở 3,7 (hoặc 4,0) và 9,0.

4.2 Dung dịch natri hydroxit 0,1 M, đã được hiệu chuẩn (ví dụ Titrisol).

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy đo pH, có thể đo chính xác đến 0,01 đơn vị.

5.2 Máy khuấy từ, có thanh khuấy từ.

5.3 Dụng cụ chuẩn độ tự động hoặc buret dung tích 10 ml và 25 ml.

5.4 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

5.5 Sàng, cỡ lỗ 0,5 mm.

5.6 Nồi cách thủy, có thể kiểm soát ở nhiệt độ xác định.

5.7 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở 40 °C.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này.

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

7 Cách tiến hành

7.1 Hiệu chuẩn máy đo pH

Máy đo pH phải được hiệu chuẩn ở pH 3,0; 7,0 và 9,0.

7.2 Chuẩn bị mẫu thử

a) Mật ong lỏng hoặc mật ong kết tinh không chứa chất ngoại lai

Đồng hóa mẫu phòng thí nghiệm bằng cách khuấy kỹ (ít nhất 3 min). Tiến hành cẩn thận để hạn chế tối đa không khí bị khuấy lẫn vào mẫu. Nếu mẫu mật ong kết tinh thành một khối cứng và chắc, có thể làm mềm trước bằng cách làm nóng trong tủ sấy (5.7) hoặc nồi cách thủy (5.6) ở nhiệt độ không quá 40 °C.

b) Mật ong lỏng hoặc mật ong kết tinh chứa chất ngoại lai

Loại bỏ các chất thô, sau đó khuấy mật ong ở nhiệt độ phòng và lọc qua sàng cỡ lỗ 0,5 mm (5.5). Nhẹ nhàng ép mật ong đã kết tinh bằng thìa qua sàng.

c) Mật ong sáp (nguyên tố)

Tháo sáp ong ép qua sàng cỡ lỗ 0,5 mm (5.5) (không cần đun nóng) để tách mật ong ra khỏi sáp.

7.3 Phép xác định

Hoà tan 10 g phần mẫu thử trong 75 ml nước không chứa cacbon dioxit đựng trong cốc có mỏ dung tích 250 ml (5.4). Khuấy bằng máy khuấy từ (5.2), nhúng điện cực pH vào dung dịch và ghi lại trị số pH.

Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 M (4.2) đến pH 8,30 (để thu được kết quả ổn định nên đọc trong vòng 120 s khi bắt đầu chuẩn độ, nghĩa là, hoàn thành việc chuẩn độ trong vòng 2 min). Ghi lại số đọc chính xác đến 0,2 ml khi sử dụng buret 10 ml (5.3) và đến 0,01 ml với dụng cụ chuẩn độ tự động (5.3).

8 Tính và biểu thị kết quả

a) Biểu thị kết quả đo pH đến hai chữ số sau dấu phẩy.

b) Độ axit tự do của mẫu thử, FA, biểu thị bằng mili đương lượng trên kilogam (meq/kg) hoặc milimol axit trên kilogam (milimol axit/kg), được tính theo công thức sau:

$$FA = V \times 10$$

trong đó:

V là thể tích của dung dịch natri hydroxit 0,1 M, tính bằng mililit (ml).

Biểu thị kết quả tính độ axit tự do đến một chữ số sau dấu phẩy.

9 Độ chụm

Các giá trị độ chụm dưới đây được xác định từ dữ liệu phân tích 7 mẫu mật ong. Các giá trị độ chụm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với dải nồng độ và nền mẫu đã nêu.

9.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm 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 cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn lặp lại r nêu trong Bảng 1 (đối với pH) và Bảng 2 (đối với độ axit tự do).

9.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 1 (đối với pH) và Bảng 2 (đối với độ axit tự do).

Bảng 1 – Giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập đối với pH

Số thứ tự mẫu	pH	Giới hạn lặp lại, r	Giới hạn tái lập, R
1	3,6	0,07	0,5
2	3,7	0,07	0,7
3	3,9	0,06	0,5
4	4,0	0,04	0,4
5	4,0	0,06	0,5
6	4,0	0,04	0,2
7	4,3	0,06	0,2

Bảng 2 – Giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập đối với độ axit tự do

Số thứ tự mẫu	Độ axit tự do, meq/kg	Giới hạn lặp lại, r	Giới hạn tái lập, R
1	11,2	0,9	6,23
2	16,6	1,2	10,1
3	17,8	1,5	7,6
4	21,3	0,7	6,7
5	39,5	0,9	11,3
6	42,9	1,0	13,2
7	46,2	1,7	14,6

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ít nhất bao gồm các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không quy 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;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 11160:2015 (ISO 5546:2010) *Casein và caseinat – Xác định pH (Phương pháp chuẩn)*
 - [2] TCVN 11161:2015 (ISO 5547:2008) *Casein – Xác định độ axit tự do (Phương pháp chuẩn)*
 - [3] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
 - [4] DIN Norm, 10 756, *Bestimmung des Gehaltes an freier Säure*, (1995).
-