

Lời nói đầu

TCVN 7765:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 763:2003;

TCVN 7765:2007 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 tro không tan trong axit clohydric

Fruit and vegetable products – Determination of ash insoluble in hydrochloric acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tro không tan trong axit clohydric trong sản phẩm rau quả.

Phương pháp này dùng để xác định các tạp chất silic cũng như silic nội tại trong thực vật.

CHÚ THÍCH Phương pháp xác định tạp chất khoáng nói chung có nguồn từ đất được quy định trong tiêu chuẩn ISO 762¹⁾.

2 Nguyên tắc

Mẫu thử được nung ở nhiệt độ khoảng 525 °C và các chất khoáng không tan trong axit clohydric loãng được tách riêng.

3 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.1 Axit clohydric, dung dịch 10 % (phần khối lượng).

3.2 Bạc nitrat, dung dịch khoảng 17 g/l.

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 trộn.

¹⁾ ISO 762, Sản phẩm rau quả - Xác định hàm lượng tạp chất khoáng.

4.2 Lò nung, có thể duy trì ở nhiệt độ $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.3 Nồi cách thủy.

4.4 Tủ sấy, có thể duy trì ở nhiệt độ ở $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.5 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm hiệu quả.

4.6 Chén nung, làm bằng thạch anh hoặc platin.

4.7 Giấy lọc, không tro.

4.8 Cân phân tích, có thể cân chính xác tới $0,0002\text{ g}$.

5 Lấy mẫu

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

6 Chuẩn bị mẫu thử

Các sản phẩm lạnh đông hoặc lạnh đông sâu được làm tan băng trong bình kín và cho phần nước tan ra vào sản phẩm trước khi trộn. Trước khi lấy mẫu thử, trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm bằng máy trộn (4.1), nếu cần.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị chén thứ nhất

Sấy một chén rỗng (4.6) trong lò nung (4.2) ở nhiệt độ qui định. Để nguội chén trong bình hút ẩm (4.5) sau đó cân chính xác tới $0,0002\text{ g}$. Lặp lại cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.

7.2 Phần mẫu thử

Cân chính xác tới $0,01\text{ g}$ trong chén nung đã chuẩn bị trước (7.1), 4 g đến 25 g mẫu thử (điều 6) tùy theo hàm lượng nước của sản phẩm. Đối với sản phẩm lỏng, mẫu thử có thể lấy theo thể tích (xem 8.2).

7.3 Xác định

7.3.1 Sấy

Đặt chén nung có chứa phần mẫu thử vào nồi cách thủy (4.3) và cho bay hơi nước có trong sản phẩm. Sấy khô trong tủ sấy (4.4) đặt ở $103\text{ }^{\circ}\text{C}$. Không cần sấy đối với sản phẩm khô.

7.3.2 Nung

Sau khi sấy khô (nếu cần), đốt sơ bộ rồi tro hoá hoàn toàn sản phẩm trong lò nung (4.2) ở 525 °C; sau khi nung tro có thể có màu xám.

Đối với sản phẩm có hàm lượng đường cao để tránh việc tạo bọt và mất bọt, có thể cần nung sơ bộ ở nhiệt độ thấp hơn trước khi đặt vào lò nung. Đối với mục đích này, gia nhiệt từ từ mẫu đã sấy khô trên bếp điện cho tới khi than hoá hết các chất hữu cơ.

Nên giảm hàm lượng muối của sản phẩm có chứa nhiều hơn 2 % natri clorua bằng phương pháp sau đây. Nung trước mẫu sau đó rửa cặn cacbon vài lần với một lượng nhỏ nước cất nóng.

7.3.3 Xử lý với axit clohydric

Để nguội mẫu trong bình hút ẩm (4.5). Sau đó thêm 10 ml đến 25 ml dung dịch axit clohydric (3.1). Đậy bằng nắp mặt kính đồng hồ và gia nhiệt trong nồi cách thuỷ (4.3) khoảng 15 min ± 2 min.

Chuyển cặn sang giấy lọc không tro (4.7) đặt trong phễu. Tráng chén bằng nước nóng và chuyển phần nước rửa trong chén sang giấy lọc. Rửa giấy lọc và cặn cho đến khi không còn phát hiện được ion clo trong dịch chảy từ phễu [kiểm tra bằng dung dịch bạc nitrat (3.2)].

7.3.4 Chuẩn bị chén thứ hai

Chuẩn bị một chén nung mới (4.6) như quy định trong 7.1 hoặc làm sạch chén nung thứ nhất. Nung chén này trong lò nung (4.2) đến nhiệt độ qui định. Để nguội trong bình hút ẩm sau đó cân chính xác đến 0,000 2 g. Lặp lại cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.

7.3.5 Sấy khô và nung

Đặt giấy lọc và cặn vào chén nung. Sấy khô trong tủ sấy (4.4) ở nhiệt độ 103 °C, sau đó nung trong lò nung (4.2) ở nhiệt độ 525 °C khoảng 30 min ± 2 min.

Để nguội trong bình hút ẩm (4.5), sau đó cân chính xác đến 0,000 2 g. Lặp lại cho đến khi thu được khối lượng không đổi.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

Tro không tan trong axit clohydric, w , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau đây:

$$w = \frac{m_2 - m_3}{m_0 - m_1} \times 100\%$$

trong đó

m_0 là khối lượng của chén và phần mẫu thử (7.2), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của chén rỗng (7.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén và tro không tan trong axit (7.3.5), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của chén rỗng thứ hai (7.3.4), tính bằng gam;

Ghi kết quả đến hai chữ số thập phân.

8.2 Phương pháp biểu thị khác

Đối với sản phẩm dạng lỏng, có thể biểu thị kết quả bằng gam trên 100 ml sản phẩm, bằng cách lấy phần mẫu thử (7.2) tính theo thể tích và thay mẫu số ($m_0 - m_1$) trong công thức (xem 8.1) bằng V là thể tích phần mẫu thử.

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 % các trường hợp lớn hơn 0,01 g tro không tan trong axit clohydric trên 100 g mẫu.

10 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 nghiệm đã dùng 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;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.