

TCVN 4835 : 2002

ISO 2917 : 1999

Soát xét lần 1

**THỊT VÀ SẢN PHẨM THỊT –
ĐO ĐỘ PH – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN**

Meat and meat products – Measurement of pH – Reference method

Lời nói đầu

TCVN 4835 : 2002 thay thế TCVN 4835 : 1989;

TCVN 4835 : 2002 hoàn toàn tương đương với ISO 2917 : 1999;

TCVN 4835 : 2002 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F 8 Thịt và sản phẩm thịt biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Thịt và sản phẩm thịt – Đo độ pH – Phương pháp chuẩn

Meat and meat products –

Measurement of pH – Reference method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để đo giá trị pH trong tất cả các loại thịt và sản phẩm thịt, kể cả thịt gia cầm.

Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có thể đồng hoá được và cũng dùng để thực hiện phép đo không phá huỷ của thân thịt, thịt thăn và thịt bắp.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng định nghĩa sau:

3.1 Độ pH của thịt và sản phẩm thịt (pH of meat and meat products): Kết quả phép đo thu được khi thực hiện theo đúng trình tự tiến hành được quy định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Giá trị pH được xác định thông qua phép đo sự chênh lệch điện thế giữa điện cực thủy tinh và điện cực chuẩn được đặt trong mẫu thịt hoặc sản phẩm thịt hoặc dịch chiết của chúng.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử cấp tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

5.1 Nước, ít nhất phải sử dụng nước phù hợp với loại 3 của TCVN 4851 - 89 (ISO 3696).

Ngoài ra, nước dùng để chuẩn bị các dung dịch đệm phải là nước mới được đun sôi hoặc được làm sạch bằng nitơ không chứa cacbondioxit để loại cacbondioxit.

5.2 Dung dịch đệm, để hiệu chuẩn pH-met

Có thể sử dụng các dung dịch đệm sau:

- a) các dung dịch đệm bán sẵn để sử dụng ngay, có giá trị pH đảm bảo độ chính xác ít nhất đến 0,01 đơn vị pH;
- b) các dung dịch đệm được chuẩn bị từ các hỗn hợp dạng khô bán sẵn;
- c) các dung dịch đệm tự chuẩn bị như mô tả trong 5.2.1 đến 5.2.3.

5.2.1 Dung dịch đệm, pH = 4,00 ở 20 °C

Sấy kali hydro phtalat ở nhiệt độ 110 °C đến 130 °C đến khối lượng không đổi. Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

Hoà tan 10,21 g kali hydro phtalat đã sấy như trên với khoảng 800 ml nước cất trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Giá trị pH của dung dịch này ở 0 °C và 10 °C là 4,00, ở 30 °C là 4,01.

5.2.2 Dung dịch đệm, pH = 6,88 ở 20 °C

Sấy kali dihydro photphat (KH_2PO_4 khan) và dinatri hydro photphat (Na_2HPO_4 khan) ở nhiệt độ từ 110 °C đến 130 °C đến khối lượng không đổi. Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

Hoà tan 3,40 g KH_2PO_4 và 3,55 g Na_2HPO_4 đã sấy khô với khoảng 800 ml nước trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Giá trị pH của dung dịch này ở 0 °C là 6,98; ở 10 °C là 6,92 và ở 30 °C là 6,85.

Dung dịch này có thể bảo quản trong tủ lạnh trong vòng 3 tháng.

5.2.3 Dung dịch đệm, pH = 5,45 ở 20 °C.

Hoà tan 7,01 g axit xitric ngâm một phân tử nước ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) vào khoảng 500 ml nước cất trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml. Thêm 375 ml dung dịch natri hydroxit (5.3), pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

5.3 Dung dịch natri hydroxit, $c(NaOH) = 1,0 \text{ mol/l}$.

Hoà tan 40 g natri hydroxit trong nước và pha loãng đến 1000 ml.

5.4 Dung dịch kali clorua, $c(KCl) = 0,1 \text{ mol/l}$

Hoà tan 7,5g kali clorua vào nước trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc.

Nếu dùng để đo pH của thịt bắp trước giai đoạn chết cứng, cần thêm vào 925 mg axit iodoaxetic cho mỗi lít dung dịch để đình chỉ sự thủy phân glycogen. Chính pH của dung dịch đến 7,0 bằng dung dịch natri hydroxit (5.3).

5.5 Chất lỏng làm sạch

5.5.1 Dung dịch dietyl ete, bão hoà trong nước.

5.5.2 Dung dịch etanol, (C_2H_5OH) 95% phần thể tích.

6 Thiết bị và dụng cụ

Sử dụng các thiết bị thông thường phòng thí nghiệm và đặc biệt là:

6.1 Thiết bị đồng hoá kiểu cơ học hoặc điện, có khả năng đồng hoá mẫu phòng thử nghiệm

Thiết bị này gồm máy cắt quay tốc độ cao, hoặc máy xay gắn một tấm chắn có các lỗ với đường kính không quá 4,0 mm.

6.2 pH-met, hiển thị bằng kỹ thuật số hoặc kỹ thuật tương tự, với độ chính xác đến 0,01 đơn vị pH.

Nếu không có hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ, cần thực hiện các phép đo ở 20 °C. pH met cần được cách ly và bảo vệ, tránh ảnh hưởng của dòng điện cảm ứng gây ra do các dòng điện hoặc nguồn điện bên ngoài trong suốt quá trình đo.

6.3 Điện cực kép

Điện cực tổ hợp bao gồm một điện cực chỉ thị thủy tinh và một điện cực chuẩn Ag/AgCl hoặc Hg/HgCl₂ được nối thông nhau qua một cầu nối điện cực.

Điện cực thủy tinh có thể có hình cầu, hình nón, hình trụ hoặc hình que.

TCVN 4835 : 2002

Chú thích – Để tránh các sự cố do các mẫu có nhiều chất béo gây ra, có thể sử dụng điện cực thủy tinh và điện cực chuẩn riêng rẽ bởi cầu nối là chất lỏng để phục hồi pH.

6.4 Máy đồng hoá kiểu trục quay, có thể hoạt động với tần số quay là 20 000 vòng/phút.

6.5 Máy khuấy từ

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4833 - 1 : 2002 (ISO 3100 - 1 [1]).

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

Mẫu đại diện phải có khối lượng ít nhất là 200 g.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Phép đo không phá huỷ

Chọn một vị trí đại diện cho mẫu thử để đo pH. Trình tự tiến hành theo điều 9 của tiêu chuẩn này.

8.2 Phép đo phá huỷ

Đồng hoá mẫu thí nghiệm bằng thiết bị đồng hoá thích hợp (6.1). Cần khống chế để nhiệt độ của mẫu không vượt quá 25 °C. Nếu sử dụng máy xay thì phải thực hiện quá trình xay ít nhất 2 lần.

Cho mẫu đã được chuẩn bị vào một vật chứa có nắp đậy kín, phù hợp. Đậy nắp vật chứa lại và bảo quản trong các điều kiện thích hợp để tránh làm hư hỏng mẫu hoặc làm biến đổi thành phần mẫu thử. Tiến hành phân tích mẫu thử càng sớm càng tốt, nhưng thường là trong vòng 24 h sau khi đã đồng hoá.

9 Cách tiến hành

Chú thích – Nếu phải kiểm tra giới hạn của độ lặp lại (11.2), thì thực hiện hai phép xác định độc lập theo 9.2 đến 9.4 của tiêu chuẩn này.

9.1 Hiệu chuẩn pH-met

Sử dụng hai dung dịch đệm có giá trị pH gần bằng hoặc nằm trong khoảng giá trị pH dự kiến của mẫu thử tại nhiệt độ đo để hiệu chuẩn pH met (6.2), trong suốt quá trình hiệu chuẩn phải khuấy dung dịch đệm bằng máy khuấy từ (6.5).

Nếu pH-met không có hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ, thì nhiệt độ của dung dịch đệm phải nằm trong khoảng (20 ± 2) °C.

Đối với các sản phẩm đã qua đồng hóa, trình tự tiến hành theo 9.2.

Đối với phép đo không phá huỷ, trình tự tiến hành theo 9.4.

9.2 Phần mẫu thử

Sử dụng máy đồng hoá kiểu trục quay (6.4) để đồng hoá một lượng mẫu thử đã được chuẩn bị (xem 8.2) với một lượng dung dịch kali clorua (5.4) nhiều gấp 10 lần khối lượng mẫu.

Xem thêm 5.4.

9.3 Đo trên dịch chiết của mẫu

Đặt các điện cực vào mẫu chiết và hiệu chỉnh hệ thống đặt nhiệt độ của pH-met (6.2) cho phù hợp với nhiệt độ của mẫu chiết. Nếu pH-met không có hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ thì phải duy trì nhiệt độ của mẫu chiết trong khoảng $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Trong khi khuấy bằng máy khuấy từ (6.5), đo độ pH sử dụng qui trình thích hợp đối với pH-met, đọc trực tiếp giá trị pH trên dụng cụ đo, chính xác đến 0,01 đơn vị pH khi đạt giá trị không đổi.

Tiến hành theo 9.5.

9.4 Đo trực tiếp trên mẫu

Dùng dao sắc hoặc dụng cụ sắc nhọn khoét hoặc đục một lỗ trên mẫu có kích thước vừa khít với cực điện khi đặt vào.

Đặt hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ của pH-met (6.2) đến nhiệt độ của mẫu cần đo. Nếu pH-met không có hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ thì phải duy trì nhiệt độ của mẫu chiết trong khoảng $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Đo độ pH sử dụng qui trình thích hợp đối với pH-met. Đọc trực tiếp giá trị pH trên dụng cụ đo, chính xác đến 0,01 đơn vị pH khi đạt giá trị không đổi.

Khi đo pH của thịt tươi ở nhiệt độ từ $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $5\text{ }^{\circ}\text{C}$, sử dụng pH-met có hệ thống hiệu chỉnh nhiệt độ, nếu cần.

Lặp lại phép đo trên cùng một điểm rạch ban đầu.

Lặp lại các phép đo tại nhiều điểm khác nhau nếu cần phải xác định sự chênh lệch giá trị pH tại các điểm khác nhau của mẫu.

9.5 Làm sạch điện cực

Sử dụng lần lượt các mảnh vải len hoặc vải bông lần lượt thấm dietyl ete (5.5.1) và etanol (5.5.2) để lau sạch các điện cực. Sau đó rửa lại bằng nước cất (5.1) và bảo quản chúng theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

10.1 Phép đo không phá huỷ

Lấy kết quả là giá trị trung bình số học của hai giá trị pH đo được tại mỗi vị trí đo. Đọc giá trị pH trung bình số học tại mỗi vị trí đo, chính xác đến 0,05 đơn vị pH.

Khi thực hiện các phép đo tại nhiều vị trí khác nhau của mẫu, cần lập sơ đồ và ghi lại các điểm đo cùng với các giá trị pH trung bình tương ứng đo được.

10.2 Các sản phẩm đã được đồng hoá

Đọc kết quả chính xác đến 0,05 đơn vị pH.

11 Độ chụm

11.1 Thử liên phòng thí nghiệm

Độ chụm của phương pháp thu được bằng kết quả thử liên phòng thí nghiệm tiến hành theo ISO 5725 : 1986 [2].

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong một phòng thí nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong khoảng một thời gian ngắn vượt quá 0,04 đơn vị pH không lớn hơn 5% các trường hợp.

Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) phải ở khoảng 0,014 đơn vị pH.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau vượt quá 0,12 đơn vị pH không lớn hơn 5% các trường hợp.

Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) phải ở khoảng 0,042 đơn vị pH.

12 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 dùng, nêu rõ phép đo đã dùng là phá huỷ hay không phá huỷ;
- tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thu được và nếu kiểm tra độ lặp lại, nêu kết quả thu được.

Tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 4833 - 1 : 2002, Thịt và sản phẩm thịt – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử – Phần 1: Lấy mẫu.
- [2] ISO 5725:1986, Precision of test method – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.
- [3] TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1:1994) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.
- [4] 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 đô tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.