

TCVN 5366--1991

(ISO 1026--1982)

SẢN PHẨM RAU QUẢ

Xác định hàm lượng chất khô bằng phương pháp làm khô dưới áp suất thấp và xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chưng cất đẳng phí.

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5366-1991 phù hợp với ISO 1026 - 1982 .

TCVN 5366-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng khu vực 1 biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 343/QĐ ngày 11 tháng 6 năm 1991.

SẢN PHẨM RAU QUẢ

Xác định hàm lượng chất khô bằng phương pháp làm khô dưới áp suất thấp và xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chưng cất đẳng phí

Fruit and vegetable products.

Determination of dry matter content by drying under reduced pressure and of water content by azeotropic distillation

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất khô trong rau quả bằng cách làm khô dưới áp suất thấp từ các sản phẩm mà khi làm khô có thể thay đổi trạng thái thành phần và các sản phẩm có hàm lượng nước dưới 10%, về phương pháp xác định hàm lượng nước bằng cách chưng cất đẳng phí. Các sản phẩm hòa tan trong nước hay benzen, các sản phẩm chứa nhiều chất bay hơi hoặc các sản phẩm lên men.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 1026-1982(E)

1. Xác định hàm lượng chất khô.

1.1. Định nghĩa

Chất khô: Toàn bộ các chất không bay hơi ở các điều kiện làm khô qui định trong tiêu chuẩn này.

1.2. Nguyên tắc: Sau khi trộn, làm nóng đến khối lượng không đổi các sản phẩm lỏng hay bán lỏng đã được dàn trên một bề mặt hấp phụ, hoặc các sản phẩm dạng sệt được trộn với một thứ bột trợ ở 70°C dưới áp suất thấp.

1.3. Thiết bị. Các thiết bị thí nghiệm thông thường và đặc biệt là:

1.3.1. Tủ sấy: Cho phép quá trình làm khô được tiến hành ở 70°C dưới áp suất khoảng 3kPa (30 mBar) đồng thời cho phép dòng không khí khô (1.7.3) vào từ từ ở một tốc độ thích hợp là 10 hoặc 40 l/h, do ở áp suất khí quyển trước khi chảy vào tủ sấy; Không khí được cung cấp qua vòi phải được sấy khô ví dụ như bằng cách cho đi qua chai chứa exit sunfuric đặt trước vòi. Việc cung cấp

khí phải đầy đủ. Nhiệt độ trong toàn bộ tủ sấy phải đồng đều.

1.3.2. Bình hút ẩm: Có sẵn chất hút ẩm còn tác dụng.

1.3.3. Hộp cân bằng kim loại chống ăn mòn (nhôm, niken, hay tốt nhất là thép không gỉ mỏng) hình trụ đáy phẳng (thí dụ: đường kính khoảng 60 mm, cao 25 mm) và có nắp đậy kín (xem 1.7.1):

1.3.4. Đũa thủy tinh, có chiều dài tương ứng kích thước hộp. (xem 1.3.3.)

1.3.5. Cân phân tích.

1.4. Vật liệu.

1.4.1. Băng giấy, cho các sản phẩm lỏng.

Dùng giấy lọc không tro. Có thể dùng giấy lọc được xử lý bằng cách rửa 8h trong dung dịch axit clohydric 2g/l, tráng 5 lần bằng nước cất và hong khô trong không khí. Cắt giấy thành từng dải rộng 20 mm. Gấp giấy theo mẫu với các đường gấp nếp kín, hay, đơn giản hơn là cuộn giấy theo lõi hình tam giác với cạnh là 1 cm. Băng giấy được tự tháo một phần tạo ra hình xoắn nhiều cạnh. Đặt 4 đến 4,5 g giấy vào từng hộp, tương đương 3 m băng giấy nếu dùng giấy từ 60-70 g/m² hoặc 1m nếu dùng giấy dày hơn 180-200 g/m².

1.4.2. Đĩa giấy: cho các sản phẩm nửa lỏng.

Sử dụng các đĩa bằng giấy lọc hoàn toàn không tro, gấp nếp và cắt để đường kính hơi nhỏ hơn đường kính hộp. Nếu không có giấy lọc không tro thì xử lý giấy lọc như điều 1.4.1.

1.4.3. Cát sạch: cho các sản phẩm dạng bánh hoặc đặc.

Dùng cát sạch đã được ngâm rửa trong dung dịch axit clohydric 5% khối lượng, rửa sạch axit (kiểm tra sự có mặt của các ion clorua trong nước rửa bằng dung dịch bạc nitrat). Sàng để thu được các hạt cát có kích thước khoảng 100-400 μ m, sau đó đem canxi hóa.

1.5. Trình tự thử.

Chú thích: Dùng nước cất hay nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

1.5.1. Chuẩn bị mẫu thử: Trộn kỹ mẫu thí nghiệm.

1.5.2. Chuẩn bị thiết bị:

1.5.2.1. Các sản phẩm lỏng hay nửa lỏng.

Sấy trong tủ sấy theo các điều kiện qui định ở điều 1.3.1.

một hộp cân (1.3.3.) (xem 1.7.1.) kèm nắp đậy bên cạnh, trong hộp này đặt các gói giấy (1.4.1.) hay hai hộp giấy (1.4.2) là thích hợp. Sấy 1h, cân các hộp với độ chính xác 0,0002g sau khi làm nguội trong bình hút ẩm (1.3.3.) và đậy nắp trước khi lấy hộp ra khỏi tủ sấy.

1.5.2.2. Các sản phẩm đặc nhão hay không đồng nhất.

Sấy một hộp cân (1.3.3.) (xem 1.7.1.) trong tủ sấy, theo các điều kiện qui định trong điều 1.3.1. với nắp hộp đậy bên cạnh. Trong hộp đậy 10 đến 20g cát (1.4.3.) và một đĩa thủy tinh (1.3.4.). Sấy 1h, cân hộp với độ chính xác 0,0002g sau khi đã làm nguội trong bình hút ẩm (1.3.2.) và đậy nắp trước khi lấy hộp ra khỏi tủ sấy.

1.5.3. Phân mẫu thử

1.5.3.1. Sản phẩm lỏng hay nửa lỏng. Dùng pipet lấy 10 ml (đối với sản phẩm lỏng - xem chú thích) hay vài ml (đối với sản phẩm nửa lỏng) mẫu thử (1.5.1.) và nhúng hoàn toàn các băng giấy hay hộp giấy, tùy loại sản phẩm, vào hộp và tránh không để rớt các chất lỏng thừa ra thành hộp kim loại.

Thao tác này càng nhanh càng tốt để tránh bốc hơi. Đậy nắp hộp và cân với độ chính xác 0,0002g. Trong trường hợp sản phẩm nửa lỏng, việc phúng có thể được tiến hành bằng cách làm ướt các hộp giấy với nước trước khi cân phần mẫu thử.

Chú thích: Đối với các sản phẩm lỏng, nếu yêu cầu thể hiện hàm lượng chất khô bằng g/100 ml sản phẩm thì lấy 10 ml sản phẩm bằng cách sử dụng pipet kê trên. Trong trường hợp này bỏ qua đoạn thứ hai ở trên.

1.5.3.2. Các sản phẩm đặc, nhão hay không đồng nhất.

Chuyển 2 đến 5g mẫu thử vào hộp và cân với độ chính xác 0,0002g. Dùng đĩa thủy tinh trộn kỹ sản phẩm với cát, cẩn thận sao cho sản phẩm hoặc cát không rơi ra ngoài hộp. Nếu khó trộn, có thể cho thêm ít nước sau khi đã cân phần mẫu thử.

1.5.4. Xác định

Đặt hộp chứa giấy, phần mẫu thử cùng với các thứ kèm theo đã được cân cùng với hộp (điều 1.5.3.1., 1.5.3.2.) vào tủ sấy (1.3.1.) được giữ ở 70°C, nắp đậy cạnh hộp. Giảm áp suất xuống 3kPa khi cho dòng khí khô đi qua ở mức 40l/h (xem 1.3.1., 1.6.2., và 1.7.3.)

Sấy 3h đối với các sản phẩm lỏng hoặc nửa lỏng, hoặc 4h đối

với các sản phẩm khác. Làm nguội trong bình hút ẩm, Đậy nắp trước khi lấy ra khỏi tủ sấy và sau đó cân với độ chính xác 0,0002g.

Lặp lại thao tác sấy đến khi sự khác biệt giữa hai lần cân liên tiếp, với một khoảng cách là 1h không vượt quá 0,001g.

1.5.5. Số lần xác định

Tiến hành hai lần xác định trên cùng một mẫu thử (1.5.1.).

1.6. Trình bày kết quả

1.6.1. Phương pháp và công thức tính toán:

Hàm lượng chất khô (X) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$X = (m_2 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0}$$

Trong đó: m_0 : khối lượng của hộp và chất kèm theo (giấy hoặc cát và dũa, nắp) (xem 1.5.2.1. hoặc 1.5.2.2.), bằng gam.

m_1 : khối lượng của chính hộp đó có chứa phần mẫu thử trước khi sấy (xem 1.5.3.1. hoặc 1.5.3.2.), bằng gam.

m_2 : khối lượng của chính hộp đó sau khi sấy, tính bằng gam.

Kết quả là trung bình cộng của các giá trị thu được trong hai lần xác định (1.5.5.) miễn là thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại(xem1.6.2).

Chú thích:

1. Trong trường hợp các sản phẩm có hàm lượng nước thấp, kết quả có thể được thể hiện bằng phần trăm của khối lượng nước.

2. Đối với các sản phẩm lỏng, nếu phần mẫu thử được lấy bằng thể tích (xem ghi chú ở 1.5.3.1.) thì hàm lượng chất khô (X_1) được thể hiện bằng gam trên 100 ml sản phẩm và bằng:

$$X_1 = (m_2 - m_0) \cdot \frac{100}{V}$$

Trong đó: V là thể tích, tính bằng mililit của phần mẫu thử.
 m_2 và m_0 đã giải thích ở trên.

1.6.2. Độ lặp lại

Sự khác nhau giữa các giá trị thu được trong hai lần xác định (1.5.5.) được tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp do cùng một kiểm nghiệm viên tiến hành, không được vượt quá:

1% (tương đối) đối với các hàm lượng chất khô lớn hơn 10 g trong 100g hoặc 100 ml mẫu thử.

2% (tương đối) đối với các hàm lượng chất khô nhỏ hơn hay bằng 10g trong 100g hay 100ml mẫu thử.

1.7. Những điều cần chú ý khi thao tác.

1.7.1. Nếu một vật đỡ bằng giấy lọc được sử dụng, độ kín khít của hộp (1.3.3.) có thể được kiểm tra như sau:

Khối lượng của một hộp có chứa giấy lọc và đã được sấy như qui định ở 1.5.2.1. và sau đó đậy nắp kín và để ở không khí phòng thí nghiệm sau khi đã làm nguội trong bình hút ẩm (1.3.2.) không được tăng quá 0,001g trong 1 giờ.

1.7.2. Trong một số trường hợp, đặc biệt đối với các loại phân tích, có thể quy định trước các điều kiện sấy bằng cách sử dụng phương pháp kiểm tra sau:

Dung dịch 100 ± 1 g/l sacaroza tinh khiết phải còn lại tổng dư lượng các chất rắn 100 ± 1g trên lít.

Dung dịch 10 g/l axit lactit tinh khiết phải tách được tổng dư lượng các chất rắn tối thiểu 9,5 g trên lít.

Chú thích: Dung dịch axit lactit phải được chuẩn bị như sau: pha loãng 10 ml axit lactic tinh khiết với khoảng 100 ml nước, đun nóng dung dịch trong một đĩa trên một bếp cách thủy trong 4h, bổ sung nước nếu thể tích dung dịch giảm xuống khoảng 50 ml. Pha loãng dung dịch trong đĩa đến 1 lít trong bình định mức và chuẩn độ axit lactit trong 10 ml dung dịch này với một dung dịch kiềm 0,1 mol/l.

Điều chỉnh nồng độ đến 10 g/l. Cố định thời gian trong tủ sấy tốc độ dòng khí khô, hoặc áp suất trong tủ thỏa mãn các điều kiện này.

1.7.3. Trong một số trường hợp, cho phép trong giờ đầu tiên tiến hành sấy ở 70°C và 13,2 kPa (132 mbar) và sau đó giảm áp suất còn 3,3 kPa (33 mbar).

1.7.4. Nếu có nguy cơ bị ôxy hóa khi sử dụng không khí thì thay khí trợ để thổi vào thiết bị.

2. Xác định hàm lượng nước.

2.1. Định nghĩa

2.1.1. Nước: Phần cất của nước, được lôi cuốn và được thu hồi bằng phương pháp lôi cuốn quy định trong tiêu chuẩn này.

Hàm lượng nước được tính bằng phần trăm khối lượng.

2.1.2. Chất khô: là phần kết quả thu được từ khối lượng sản phẩm trừ khối lượng nước được lôi cuốn ở các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

2.2. Nguyên tắc

Sự lôi cuốn nước ở dạng hơi bằng một dung môi dễ bay hơi không trộn lẫn được với nước, ngưng tụ và tách trong một xiphông ngược dòng, thu hồi và đo thể tích nước trong một ống chia độ.

2.3. Thuốc thử

Benzen hay toluen. 1/

2.4. Thiết bị

Các thiết bị thí nghiệm thông thường và đặc biệt là:

2.4.1. Thiết bị lôi cuốn. Bao gồm các chi tiết sau và được nối với nhau bằng các mối ghép thủy tinh mài.

2.4.1.1. Bình nón: thể tích không nhỏ hơn 500 ml.

2.4.1.2. Ống ngưng lạnh ngược dòng.

2.4.1.3. Bình thu hồi gồm một ống được chia độ 0,1 ml có thể lắp với bình nón và ống ngưng lạnh (xem hình vẽ).

Chú thích: Để loại các vết dầu, mỡ trong ống chia độ và bên trong bình ngưng, làm sạch thiết bị ví dụ như bằng một hỗn hợp axit cromic-sulfuric, và rửa lần lượt bằng nước cất và axêton. Sau đó làm khô thiết bị trong một dòng khí, không gia nhiệt.

2.4.2. Bếp điện với hệ thống điều khiển và một máy khuấy từ hoặc một bếp cách thủy.

2.4.3. Cân.

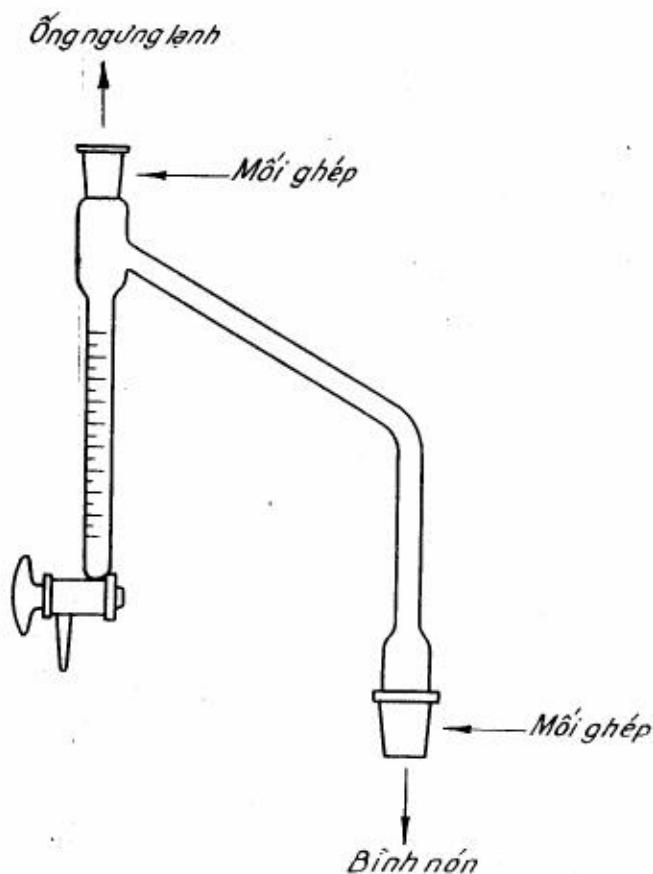
2.5. Trình tự thử.

2.5.1. Chuẩn bị mẫu thử: Trộn kỹ mẫu thí nghiệm.

2.5.2. Lượng mẫu cân

Cân, với độ chính xác 0,1g, lượng lớn nhất của mẫu thí nghiệm

(2.5.1.) (lượng mẫu cân khoảng 50g là thích hợp).



Hình: Thiết bị thu hồi.

2.5.3. Xác định

Chuyển toàn bộ lượng mẫu cân (2.5.2.) vào bình nón (2.4.1.1.) cùng với một lượng dung môi (2.3.) xấp xỉ với khối lượng lượng mẫu cân. Đối với sản phẩm dạng bánh, cho thêm một chất điều chỉnh mức độ sôi, ví dụ như một vài mẫu đá bọt.

Nối bình thu hồi (2.4.3.1.) với bình nón và ống ngưng lạnh sau đó nối các ống dẫn của ống ngưng lạnh.

Đốt nóng cẩn thận bình nón trên bếp điện hoặc bếp cách thủy, (2.4.4.) (xem 2.7.2.), duy trì sự sôi nhẹ cho đến khi dung môi được cất trở nên trong và không còn nước tách nữa (khoảng 3h). Phần cất được phải giở từng giọt một từ đáy của bình ngưng với tốc độ khoảng 2 giọt/giây.

Nước thu hồi trong ống chia độ.

Vào cuối quá trình cất, ngừng việc đun nóng và lắc bình ngưng để tránh các giọt nước và dung môi dính vào thành bình.

Làm nguội ống chia độ đến nhiệt độ môi trường xung quanh, nếu cần thì ngâm vào nước.

Đọc thể tích nước thu hồi được trong ống chia độ sau khi đã để một khoảng thời gian cần thiết để nước hoàn toàn ngưng tụ sao cho không có vùng bị nhũ tương hóa (xem 2.7.1.).

2.5.4. Số lần xác định.

Tiến hành hai lần xác định trên cùng một mẫu thử (2.5.1.).

2.6. Tính kết quả.

Hàm lượng nước (H), được tính bằng phần trăm khối lượng sản phẩm và bằng:

$$H = \frac{V}{m} \cdot 100.$$

Trong đó: m - Khối lượng mẫu cân, gam (2.5.2)

V - Thể tích nước, tính bằng mililít thu hồi được trong ống chia độ (khối lượng riêng của nước được coi là 1g/ml).

2.6.2. Hàm lượng chất khô (X) tính bằng phần trăm khối lượng và $X = 100 - H$.

trong đó H là hàm lượng nước tính ở 2.6.1.

2.7. Những điều cần chú ý khi thử.

2.7.1. Nếu vạch chia độ ở phần dưới của ống chia độ bị nghi ngờ, điều này có thể xảy ra, trước khi đưa lượng mẫu cân vào bình nón, đổ dung môi vào bình, thêm một lượng nước nhỏ, lượng này phụ thuộc vào thể tích phần dưới của ống chuẩn độ, chung cất cho đến khi thể tích nước của ống chuẩn độ không đổi. Mặt khum của nước sau đó luôn ở phần chính xác của ống thu hồi. Lúc này có thể tiến hành xác định được.

Cũng có thể đổ nước vào ống chuẩn độ đến một vạch độ, xác định trước khi tiến hành chung cất.

2.7.2. Trong trường hợp sản phẩm nhão, nên dùng bếp cách thủy để hâm nóng bình nón.

3. Biên bản thử.

Trong biên bản thử, phải chỉ rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Phải nêu cả các thao tác chi tiết không quy định ở tiêu chuẩn này hoặc được coi như không bắt buộc cũng như bất kỳ việc gì có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Biên bản thử phải bao gồm mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết toàn diện mẫu thử.
