

Lời nói đầu

TCVN 7771:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 2173:2003;

TCVN 7771:2007 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 chất rắn hòa tan – Phương pháp khúc xạ

Đinh Cửu Phong

Fruit and vegetable products – Determination of soluble solids –
Refractometric method

7.1.3 Sản phẩm dạng sệt (Jams, Jellies v.v..)

Cân kỹ lưỡng (5,5) một lượng thích hợp (đến 40 g) mẫu phom tinh thử nghiệm chính xác đến 0,1 g và cho vào nồi đun nóng với 100 ml đến 150 ml nước. Đun nóng cồn đến khi và để sôi nhẹ từ 2 min đến 3 min, khuấy bằng tay thường xuyên. Để nguội sau đó lấy phần mỏng nhất phần sủi bọt phần và đo nồng độ bằng cách

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định chất rắn hòa tan trong sản phẩm rau, quả bằng khúc xạ.

Phương pháp này có thể áp dụng riêng cho các sản phẩm dạng sệt, huyền phù và sản phẩm giàu đường. Nếu sản phẩm chứa các chất không hòa tan khác, kết quả có thể chỉ là tương đối; tuy nhiên, để thuận tiện thì có thể quy ước kết quả thu được bằng phương pháp này là hàm lượng chất rắn hòa tan.

CHÚ THÍCH Để xác định chất rắn hòa tan trong nước quả (không có huyền phù) và trong nước quả cô đặc (đã làm trong) có thể áp dụng phương pháp tỷ trọng quy định trong ISO 2172.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Chất rắn hòa tan xác định được bằng phương pháp khúc xạ (soluble solids determined by the refractometric method)

Hàm lượng sacaroza trong một dung dịch lỏng có cùng chỉ số khúc xạ giống với sản phẩm cần phân tích, trong điều kiện quy định về cách chuẩn bị và nhiệt độ.

CHÚ THÍCH Nồng độ này được biểu thị theo phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Chỉ số khúc xạ của dung dịch thử được xác định ở $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ sử dụng máy đo khúc xạ. Chỉ số khúc xạ tương quan với lượng chất rắn hòa tan (biểu thị theo nồng độ sacaroza) sử dụng các bảng tỷ lệ khối lượng chất rắn hòa tan hoặc đọc trực tiếp trên máy đo khúc xạ.

4 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích.

4.1 Nước

Nước sử dụng phải được cất hai lần trong thiết bị thuỷ tinh bosilicat hoặc tối thiểu là nước có độ tinh khiết tương đương.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy đo khúc xạ

Sử dụng một trong các loại sau đây:

5.1.1 Máy đo khúc xạ biểu thị chỉ số khúc xạ, được chia độ đến 0,001, cho phép đọc đến 0,0002.

Máy đo khúc xạ phải điều chỉnh sao cho đo được chỉ số khúc xạ của nước cất 1,333 0 ở $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

5.1.2 Máy đo khúc xạ biểu thị tỷ lệ khối lượng sacaroza, được chia độ đến 0,10 %.

Máy đo khúc xạ này phải điều chỉnh sao cho đo được phần khối lượng của chất rắn hòa tan (sacaroza) của nước cất là 0 ở $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

5.2 Tuần hoàn nước, để duy trì nhiệt độ lăng kính của máy đo khúc xạ (5.1.1 hoặc 5.1.2) không đổi trong nhiệt độ quy định $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ (xem 8.1).

5.3 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

6 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.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

7.1.1 Sản phẩm dạng lỏng trong

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm và sử dụng trực tiếp để xác định.

7.1.2 Sản phẩm dạng bán sệt (purees, v.v...)

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm. Ép một phần của mẫu qua lưới thép được gấp tư, loại bỏ giọt dịch đầu tiên và dành phần còn lại của dịch lỏng để xác định.

7.1.3 Sản phẩm dạng sệt (jams, jellies v.v...)

Cân trừ bì (5.3) một lượng thích hợp (đến 40 g) mẫu phòng thử nghiệm chính xác đến 0,01 g và bổ sung khoảng từ 100 ml đến 150 ml nước. Đun nóng cốc đến sôi và để sôi nhẹ từ 2 min đến 3 min, khuấy bằng đũa thuỷ tinh. Để nguội và trộn kỹ.

Sau 20 min, cân chính xác tới 0,01 g, sau đó lọc qua dụng cụ lọc có rãnh hoặc phễu Buchner vào một bình khô. Sử dụng dịch lọc để xác định.

7.1.4 Sản phẩm dạng đông lạnh

Sau khi làm tan băng mẫu và nếu cần, loại bỏ hạt, vỏ cứng của hạt, trộn lẫn sản phẩm với nước tan băng và tiến hành tiếp theo như mô tả trong 7.1.2 hoặc 7.1.3.

7.1.5 Sản phẩm dạng khô

Cắt một phần mẫu phòng thử nghiệm thành các miếng nhỏ. Bỏ hạt, vỏ cứng của hạt, nếu cần, rồi trộn cẩn thận. Sau đó cân 10 g đến 20 g mẫu vào một bình có mỗ đã trừ bì, chính xác đến 0,01 g. Thêm lượng nước gấp 5 đến 10 lần lượng mẫu và đặt vào bể nước sôi trong 30 min, khuấy liên tục bằng đũa thuỷ tinh. Nếu cần, kéo dài thời gian gia nhiệt cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất. Để nguội cốc và trộn kỹ.

Sau 20 min, cân chính xác tới 0,01 g rồi lọc vào bình khô. Giữ lại dịch lọc để xác định.

Nếu dung dịch thử màu quá đậm để đọc trong máy đo khúc xạ thì pha loãng dung dịch thử với dung dịch đường đậm đặc; không được dùng nước để pha loãng. Trộn lượng dịch kiểm tra đã biết khối lượng với dung dịch đường tinh khiết có cùng nồng độ (xem [1]).

7.2 Xác định

Điều chỉnh sự tuần hoàn nước (5.2) để vận hành tại nhiệt độ yêu cầu (giữa 15 °C và 25 °C) và cho nó chảy để nhiệt độ các lăng trụ của máy đo khúc xạ (5.1.1 hay 5.1.2) tới cùng nhiệt độ, nhiệt độ này sẽ được duy trì trong khoảng ± 0,5 °C trong suốt quá trình xác định.

Đưa dịch thử (7.1) tới nhiệt độ đo. Cho một lượng nhỏ dung dịch thử (khoảng từ 2 giọt đến 3 giọt) lên trên lăng trụ cố định của máy đo khúc xạ (5.1.1 hay 5.1.2) và điều chỉnh ngay lăng trụ di động. Chiếu sáng thích hợp trường quan sát. Việc sử dụng một đèn hơi natri cho phép thu được những kết quả chính xác hơn (đặc biệt là trong trường hợp những sản phẩm có màu và tối màu).

Đưa dải phân cách phần sáng và phần tối của bề mặt vào trường quan sát và tới điểm giao cắt của các phần. Đọc giá trị chỉ số khúc xạ hoặc phần khối lượng sacaroza tùy theo dụng cụ sử dụng (5.1.1 hoặc 5.1.2).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Hiệu chỉnh

8.1.1 Nếu việc xác định được tiến hành ở nhiệt độ khác với $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ thì cần hiệu chỉnh như sau:

a) Đối với thang chỉ thị chỉ số khúc xạ (5.1.1) áp dụng công thức sau đây:

$$n_D^{20} = n_D' + 0,0013(t - 20)$$

trong đó

n_D^{20} là chỉ số khúc xạ ở 20°C ;

n_D' là chỉ số khúc xạ ở nhiệt độ xác định;

t là nhiệt độ xác định, tính bằng độ C;

b) Đối với thang đo khối lượng sacaroza (5.1.2), thì hiệu chỉnh kết quả theo bảng A.1.

8.1.2 Nếu việc xác định được tiến hành cho các sản phẩm có bổ sung muối, thì hiệu chỉnh việc đọc máy đo khúc xạ, được biểu thị theo nồng độ sacaroza tại $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, đối với muối bổ sung bằng công thức sau đây (xem [2]):

$$S = (R - N) \times 1,016$$

trong đó

S là phần khối lượng chất rắn hòa tan, tính theo phần trăm, theo sacaroza, đã hiệu chỉnh đổi với NaCl bổ sung;

R là số đọc trên máy đo khúc xạ của sacaroza, tính bằng phần trăm phần khối lượng;

N là lượng clorua tổng số biểu thị theo NaCl, tính bằng phần trăm phần khối lượng;

1,016 là hệ số hiệu chỉnh đối với muối bổ sung.

8.1.3 Nếu tiến hành đổi với sản phẩm axit cao, như nước quả và nước quả cô đặc, thì hiệu chỉnh số đọc của máy đo khúc xạ, biểu thị theo khối lượng sacaroza ở $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, bằng cách thực hiện bổ sung sau đây vào số đọc khúc xạ (xem [3]):

$$0,012 + 0,193 \times M - 0,0004 \times M^2$$

trong đó M là axit tổng số tính theo gam trên 100 g, ở $\text{pH} = 8,1$, biểu thị theo axit xitic khan (xem [4]). Các giá trị hiệu chỉnh cho công thức này được nêu trong bảng A.2.

8.2 Phương pháp tính

8.2.1 Máy đo khúc xạ với thang đo chỉ số khúc xạ

8.2.1.1 Từ bảng A.3, phần khối lượng của chất rắn hòa tan tương ứng với giá trị đọc được theo 7.2, hiệu chỉnh nếu cần theo 8.1.1 a). Trong trường hợp sản phẩm dạng lỏng hoặc bán sệt (7.1.1 hoặc 7.1.2), thì khối lượng chất rắn hòa tan bằng chính số đọc được. Nếu việc xác định được tiến hành với dịch pha loãng (7.1.3 hoặc 7.1.5), thì phần khối lượng chất rắn hòa tan, tính theo phần trăm, được tính bằng công thức sau đây:

$$(P \cdot m_1)/m_0$$

trong đó

P là phần khối lượng chất rắn hòa tan trong dịch pha loãng, tính theo phần trăm;

m_0 là khối lượng mẫu, tính bằng gam, trước khi pha loãng (7.1.3 hoặc 7.1.5);

m_1 là khối lượng mẫu, tính bằng gam, sau khi pha loãng (7.1.3 hoặc 7.1.5).

8.2.1.2 Nếu tiến hành xác định đối với dịch có màu quá đậm (xem 7.1.5) đã được pha loãng với dung dịch đường đậm đặc, thì khối lượng chất rắn hòa tan, tính theo phần trăm, được tính bằng công thức sau đây (xem [1]):

$$\left[\frac{[(m_w + m_\beta)C - m_\beta D]}{m_w} \right]$$

trong đó

m_w là khối lượng mẫu đã pha loãng với dịch đường, tính bằng gam;

m_B là khối lượng dung dịch đường đã sử dụng để pha loãng, tính bằng gam;

C là phần khối lượng chất rắn hòa tan trong hỗn hợp ($m_W + m_B$), thu được từ chỉ số khúc xạ, tính bằng phần trăm;

D là phần khối lượng chất rắn hòa tan trong dung dịch đường tinh khiết, thu được từ chỉ số khúc xạ, tính bằng phần trăm.

Ghi kết quả đến một chữ số thập phân.

8.2.2 Máy đo khúc xạ với thang đo sacaroza

Trong trường hợp sản phẩm dạng lỏng hoặc bán sệt (7.1.1 hoặc 7.1.2), khối lượng chất rắn hòa tan, tính theo phần trăm theo sacaroza, sẽ bằng giá trị đọc được theo 8.1.1 b). Nếu tiến hành trên dung dịch pha loãng (7.1.3 hoặc 7.1.5), thì khối lượng chất rắn hòa tan được tính là trung bình cộng của công thức nêu trong 8.2.1.1 hoặc trong 8.2.1.2 đối với dung dịch có màu quá đậm pha loãng với dung dịch đường (xem 7.1.5).

Ghi kết quả tới một chữ số thập phân.

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 % trường hợp lớn hơn 0,5 g chất rắn hòa tan trên 100 g hoặc 100 ml sản phẩm.

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 thu được;
- nếu đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Đơn vị đo độ ngọt khúc xạ	đođit trung bình ± 0,8 = Hàm lượng (Quy định)	đođit trung bình ± 0,5 = Hàm lượng (đođit xác ướp chất cồn)
18,0	18,0	18,0
28,0	28,0	28,0
38,0	38,0	38,0

Bảng hiệu chỉnh và bảng chuyển đổi**Bảng A.1 – Hiệu chỉnh số đọc giá trị trên máy đo khúc xạ với thang đo chỉ thị sacaroza cho nhiệt độ khác với $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$**

Nhiệt độ °C	Thang đọc đối với chất rắn hòa tan, % (khối lượng)									
	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
Hiệu chỉnh trừ										
15	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08
Hiệu chỉnh cộng										
21	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
25	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40

Bảng A.2 – Hiệu chỉnh axit (đối với nước quả và nước quả cô đặc)

Axit tổng số pH = 8,1 biểu thị theo axit xitric khan (g axit/100 g)	Giá trị hiệu chỉnh ^a	Axit tổng số pH = 8,1 biểu thị theo axit xitric khan (g axit/100 g)	Giá trị hiệu chỉnh ^a
0,2	0,04	4,2	0,81
0,4	0,08	4,4	0,85
0,6	0,12	4,6	0,89
0,8	0,16	4,8	0,93
1,0	0,20	5,0	0,97
1,2	0,24	5,2	1,01
1,4	0,28	5,4	1,04
1,6	0,32	5,6	1,07
1,8	0,36	5,8	1,11
2,0	0,39	6,0	1,15
2,2	0,43	6,2	1,19
2,4	0,47	6,4	1,23
2,8	0,51	6,6	1,27
2,8	0,55	6,8	1,30
3,0	0,58	7,0	1,34
3,2	0,62		
3,4	0,66		
3,6	0,70		
3,8	0,74		
4,0	0,78		

^a Giá trị hiệu chỉnh được nêu sẽ được cộng thêm vào số đọc trên máy đo khúc xạ với thang đo chỉ thị sacaroza thu được ở 20 °C ± 0,5 °C.

Bảng A.3 – Chỉ số khúc xạ và phần khói lượng chất rắn hòa tan tương ứng (sacaroza)

Chỉ số khúc xạ	Chất rắn hòa tan (sacaroza)						
n_D^{20}	% (khói lượng)						
1,333 0	0	1,367 2	22	1,407 6	44	1,455 8	66
1,334 4	1	1,368 9	23	1,409 6	45	1,458 2	67
1,335 9	2	1,370 6	24			1,460 6	68
1,337 3	3	1,372 3	25	1,411 7	46	1,463 0	69
1,338 8	4			1,413 7	47	1,465 4	70
1,340 3	5	1,374 0	26	1,415 8	48		
		1,375 8	27	1,417 9	49	1,467 9	71
1,341 8	6	1,377 5	28	1,420 1	50	1,470 3	72
1,343 3	7	1,379 3	29			1,472 8	73
1,344 8	8	1,381 1	30	1,422 2	51	1,475 3	74
1,346 3	9			1,424 3	52	1,477 8	75
1,347 8	10	1,382 9	31	1,426 5	53		
		1,384 7	32	1,428 6	54	1,480 3	76
1,349 4	11	1,386 5	33	1,430 8	55	1,482 9	77
1,350 9	12	1,388 3	34			1,485 4	78
1,352 5	13	1,390 2	35	1,433 0	56	1,488 0	79
1,354 1	14			1,435 2	57	1,490 6	80
1,355 7	15	1,392 0	36	1,437 4	58		
		1,393 9	37	1,439 7	59	1,493 3	81
1,357 3	16	1,395 8	38	1,441 9	60	1,495 9	82
1,358 9	17	1,397 8	39			1,498 5	83
1,360 5	18	1,399 7	40	1,444 2	61	1,501 2	84
1,362 2	19			1,446 5	62	1,503 9	85
1,363 8	20	1,401 6	41	1,448 8	63		
		1,403 6	42	1,451 1	64		
1,365 5	21	1,405 6	43	1,453 5	65		

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC Official Method 932.14, *Solids in sirups*. AOAC Official Methods of Analisys, 1995, 44.1.04.
- [2] AOAC Official Method 970.59, *Solids (Soluble) in Tomato Products: Refractive index method*.
AOAC Official Methods of Analysis, 1995, 42.1.10.
- [3] EN 12143:1996, *Fruit and vegetable juices – Estimation of soluble solids content – Refractometric method*
- [4] TCVN 5483:2007 (ISO 750:1998), *Sản phẩm rau quả – Xác định độ axit chuẩn độ được*.
- [5] ISO 2172:1983, *Fruit juice – Determination of soluble solids content – Pycnometric method*.