

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11038:2015

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM SÔCÔLA -
PHƯƠNG PHÁP PHÁT HIỆN ALGINAT**

Chocolate products - Determination of detection of alginates

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11038:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 959.06
Alginate in chocolate products.

TCVN 11038:2015 do tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F16/SC2
Cacao và sản phẩm cacao biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm sôcôla - Phương pháp phát hiện alginat

Chocolate products - Method of detection of alginates

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phát hiện alginat trong sản phẩm sôcôla.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Nguyên tắc

Phản mẫu thử được hòa tan trong nước sau đó lọc. Kiểm tra sự đổi màu của dịch lọc bằng bằng dung dịch sắt (III) hydroxit-axit sulfuric để khẳng định phép thử âm tính hoặc dương tính.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước đạt yêu cầu loại 1 theo quy định của TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), trừ khi có quy định khác.

4.1 Sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

4.2 Amoni hydroxit (NH_4OH) .

4.3 Axit sulfuric (H_2SO_4) , nồng độ 95 % đến 98 % (khối lượng)

4.4 Dung dịch sắt (III) hydroxit – axit sulfuric

Hòa tan hai phần, mỗi phần 10 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước (3.1) vào khoảng 100 ml nước đựng trong hai ống ly tâm và tạo kết tủa sắt (III) hydroxit $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ bằng cách thêm một lượng dư amoni hydroxit (NH_4OH) (4.2) đến khi có mùi. Rửa chất kết tủa với khoảng 5 phần nước, ly tâm rồi gạn cho đến khi vẫn còn một ít mùi amoniac (NH_3). Làm vỡ khối kết tủa đã ly tâm trước khi rửa. Làm khô chất kết tủa trên bề hơi nước (5.2) hoặc để trong tủ sấy qua đêm, làm vỡ khối kết tủa và làm khô lại. Trộn đều bằng thìa hoặc nghiền trong cối để thu được bột mịn. Bảo quản bột trong vật chứa kín.

Sắt (III) hydroxit (ẩm) có thể được sử dụng để thay cho sắt (III) hydroxit kết tủa ở trên. Chuyển sản phẩm này vào ống ly tâm, lắc, ly tâm, gạn, rửa và làm khô như trên. Cho 0,5 g bột khô vào ống chia vạch (5.6). Thêm 50 ml axit sulfuric (4.3), lắc mạnh và để yên cho đến khi dung dịch trong (thường từ 4 ngày đến 7 ngày). Quá trình này hình thành một lượng nhỏ sắt (III) sulfat $[(\text{Fe}_2\text{SO}_4)_3]$ bám vào thành ống, nhưng chỉ sử dụng thuốc thử sau 7 ngày. Chuẩn bị dung dịch mới sau 3 tuần. Trước khi sử dụng kiểm tra dung dịch như sau:

Hòa tan từ 1 mg đến 5 mg alginat (4.12) vào nước có chứa 5 giọt dung dịch natri hydroxit (4.5), thêm bốn phần thể tích etanol (4.10) để kết tủa alginat, ly tâm, gạn và làm khô trên bề hơi nước (5.2) cho đến khi hết etanol, dùng dòng không khí để đuổi hết các vết etanol cuối cùng. Bổ sung 3 giọt dung dịch natri hydroxit (4.5), khuấy bằng đũa thủy tinh (5.3), thêm 2 ml dung dịch sắt (III) hydroxit – axit sulfuric đã chuẩn bị. Dung dịch từ từ chuyển sang màu đỏ tía, thường mất 1 h nhưng cũng có thể dài hơn phụ thuộc vào hàm lượng alginat có mặt. Nếu dung dịch chuyển sang màu nâu thì thêm tiếp 2 ml dung dịch sắt (III) hydroxit – axit sulfuric rồi trộn đều bằng đũa thủy tinh (5.3) và để yên.

4.5 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 0,1 M.

4.6 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 10 % (khối lượng).

4.7 Dung dịch natri phosphat (Na_3PO_4), bão hòa.

4.8 Pancreatin.

4.9 Dung dịch formaldehyt (HCHO).

4.10 Etanol, không nhỏ hơn 99,5 % (thể tích).

4.11 Chất tẩy màu C.

4.12 Alginat, loại thương mại.

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 ly tâm.

5.2 Bể hơi nước hoặc tủ sấy.

5.3 Đũa thủy tinh.

5.4 Ống ly tâm, dung tích 250 ml.

5.5 Giấy lọc gấp nếp.

5.6 Ống chia vạch, có nắp đậy bằng thủy tinh, dung tích 50 ml.

6 Lấy mẫu

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

7 Cách tiến hành

Cân mẫu thử dự kiến chứa từ 10 mg đến 20 mg alginat (4.12) vào ống ly tâm 250 ml (5.4), thêm từ 40 ml đến 50 ml nước rồi hòa tan bằng cách khuấy. Chỉnh pH đến khoảng từ 8 đến 9 bằng dung dịch natri phosphat (4.7); thường 5 giọt là đủ. Thêm khoảng 0,5 g pancreatin (4.8) và 3 giọt formaldehyt (4.9), lắc mạnh trong 1 min. Để yên từ 2 h đến 16 h.

Ly tâm (5.1) ở 1 200 r/min trong 2 min đến 3 min, gạn hỗn hợp vào ống ly tâm 250 ml (5.4) rồi loại bỏ cặn. Thêm 3 đến 4 phần thể tích etanol (4.10), lắc và để yên hơn 1 h sau đó lắc tiếp vài lần. Ly tâm như trên và loại bỏ dịch lỏng. Cho 50 ml nước và một giọt dung dịch natri hydroxit (4.6) vào cặn và lắc mạnh để hòa tan. Thêm 3 g chất tẩy màu C (4.11) và lắc mạnh trong 1 h, tốt nhất dùng máy lắc. Không ly tâm nhưng rót trực tiếp vào giấy lọc gấp nếp (5.5) vài lần, thu lấy dịch lọc vào ống ly tâm (5.4). Nếu dịch lọc không trong, rót đi rót lại qua giấy lọc vài lần. Nếu lọc chậm thì để qua đêm trên giấy lọc. Vì chất tẩy màu C vẫn giữ lại alginat, nên cần chiết lại chất tẩy màu C bằng cách lắc với 50 ml nước khác và 5 giọt dung dịch natri hydroxit 0,1 M (4.5), sau đó gộp dịch lọc này vào dịch chiết đầu tiên.

Cho vào dịch lọc bốn phần thể tích etanol (4.10), lắc và để yên hơn 1 h hoặc để qua đêm. Ly tâm và gạn, giữ lại phần cặn. Cặn chứa alginat, gôm và gelatin. Dùng dòng khí để làm khô cặn trên bể hơi nước (5.2), cho đến khi không còn mùi etanol, nếu cần. Để nguội, thêm 3 giọt dung dịch natri hydroxit (4.5) và dùng đũa thủy tinh (5.3) để hòa tan hết cặn. Thêm 2 ml sắt (III) hydroxit-axit sulfuric (4.4), trộn đều bằng đũa thủy tinh. Nếu dung dịch nhanh chóng chuyển màu đỏ tía thì dung dịch sắt- axit sulfuric bổ sung đã đủ; còn nếu xuất hiện màu nâu thì thêm tiếp 2 ml dung dịch sắt (III) hydroxit-axit sulfuric. Để yên dung dịch qua đêm, vì màu xuất hiện chậm. Dung dịch duy trì màu đỏ tía chứng tỏ phép thử dương tính với alginat. Nếu phép thử âm tính với alginat thì lập lại phép xác định, dùng cỡ mẫu gấp đôi và tăng chất tẩy màu C đến 4 g rồi lắc trong 1,5 h để khẳng định sự có mặt của alginat.

8. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) kết quả thử nghiệm thu được.
-