

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 1764:1975

NƯỚC CHẤM

PHƯƠNG PHÁP THỬ

Tiêu chuẩn này quy định quy tắc lấy mẫu, phương pháp xác định các chỉ tiêu cảm quan và hóa học của nước chấm sản xuất bằng phương pháp dùng vi sinh vật.

1. LẤY MẪU

1.1. Chất lượng của nước chấm được xác định theo từng lô hàng đồng nhất trên cơ sở những kết quả kiểm nghiệm mẫu thử trung bình của lô hàng đó.

Lô hàng đồng nhất là lô hàng bao gồm những sản phẩm cùng tên, loại, cùng một cơ sở sản xuất, cùng giao nhận một lần.

1.2. Trước khi lấy mẫu cần xác định tính đồng nhất của lô hàng, đối chiếu với giấy tờ kèm theo, kiểm tra tình trạng bao bì.

1.3. Lô hàng có từ 1 đến 5 đơn vị chứa thì lấy mẫu trong tất cả các đơn vị chứa.

Lô hàng có từ 6 đơn vị chứa trở lên thì số đơn vị được chỉ định lấy mẫu là 5% số đơn vị chứa nhưng không nhỏ hơn 5 đơn vị.

1.4. Khi lấy mẫu ở đơn vị nào, phải khuấy đảo nước chấm thật đều và lấy ở các vị trí trên, giữa, dưới của đơn vị chứa. Lượng mẫu lấy ở mỗi đơn vị chứa bằng một phần nghìn lượng nước chấm có trong đơn vị chứa đó. Tập trung số nước chấm đã lấy vào một dụng cụ sạch, khô, khuấy đều rồi lấy ra 1 lít làm mẫu thử trung bình.

Trong trường hợp không đủ 1 lít thì nâng tỷ lệ lượng mẫu lấy trong các đơn vị chỉ định cho đủ 1 lít.

1.5. Mẫu thử trung bình được chia vào 2 chai, mỗi chai 500 ml. Một chai gửi đến phòng thí nghiệm để phân tích, một chai lưu lại để phân tích khi có tranh chấp.

Chai đựng mẫu thử phải sạch, khô, niêm phong cẩn thận có dán nhãn ghi:

tên cơ quan mà cơ sở sản xuất trực thuộc;

tên cơ sở sản xuất;

tên và loại sản phẩm;

ngày, tháng sản xuất;

khối lượng của lô hàng;

ngày tháng lấy mẫu;

họ tên người lấy mẫu.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ CẢM QUAN

Lắc kỹ chai đựng mẫu thử, mở nút chai, rót khoảng 100 – 150ml nước chấm vào cốc thủy tinh không màu, sạch, khô, dung tích 250ml để xác định các chỉ tiêu cảm quan.

2.1. Xác định màu sắc

Khi xác định màu sắc phải đặt cốc đựng mẫu thử ở nơi sáng, trên nền trắng. Mắt người quan sát ở cùng phía với nguồn sáng chiếu vào mẫu thử.

2.2. Xác định độ trong

Đặt cốc đựng mẫu thử ở giữa nguồn sáng và mắt người quan sát, lắc nhẹ cốc, để xác định độ trong.

2.3. Xác định mùi vị

Rót 50ml nước chấm từ chai mẫu vào cốc thủy tinh khô, sạch, dung tích 250ml để xác định mùi vị. Cần tiến hành thử ở nơi thoáng, không có mùi lạ ảnh hưởng đến việc nhận xét mùi mẫu thử. Nếm nước chấm để xác định vị.

3. PHƯƠNG PHÁP THỬ HÓA HỌC

Thuốc thử dùng trong phân tích phải là loại tinh khiết hóa học hay tinh khiết để phân tích.

3.1. Xác định hàm lượng nitơ toàn phần

3.1.1. Thuốc thử và dụng cụ

Axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$) và dung dịch 0,1N;

Hỗn hợp xúc tác: đồng sunfat và kali tinh thể, tỷ lệ 1:10;

Natri hidroxit dung dịch 25% và dung dịch 0,1N;

Chỉ thị hỗn hợp metyla đỏ - metyla xanh: 1 thể tích metyla đỏ 0,2% trong etanola 60% trộn với 1 thể tích metyla xanh 0,1% trong etanola 60%;

Nước không có amoniac;

Máy cất đạm kiểu pacnat.

3.1.2. Tiến hành thử

Dùng ống hút lấy 5ml nước chấm cho vào bình Kendan, dung tích 100ml. Cho tiếp 2g hỗn hợp xúc tác, 10-15ml axit sunfuric đậm đặc. Khi rót axit chú ý rót vào cổ bình và xoay tròn để axit cuốn hết các hạt tinh thể dính ở thành bình, đập phễu nhỏ vào miệng bình.

Đặt bình nghiêng 45° trên bếp. Đun nhẹ khoảng 15 phút, sau đun mạnh. Đun đến khi dung dịch hoàn toàn trong suốt là được (đun trong tủ hút).

Đề nguội bình và chuyển mẫu thử vào bình định mức, dung tích 100ml. Tráng bình Kendan nhiều lần rồi thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Lấy chính xác 20ml axit sunfuric 0,1N và 0,5ml chỉ thị hỗn hợp vào cốc dung tích 500ml. Đặt cốc sao cho đầu ống sinh hàn của máy ngập hẳn trong cốc.

Dùng ống hút lấy 10ml dung dịch từ bình định mức cho vào bình cất của máy cất đạm, cho tiếp 10 – 15ml NaOH 25%.

Cho nước lạnh chảy vào ống sinh hàn, chưng cất theo hơi nước liên tục trong 30 phút, kể từ khi dung dịch bắt đầu sôi. Nhấc cốc rời khỏi đầu ống sinh hàn, dùng bình tia rửa đầu ống sinh hàn tiếp tục chưng cất 1 – 2 phút nữa. Kiểm tra nước ngưng ở đầu ống sinh hàn bằng giấy quỳ, nếu không có màu xanh là được. Dùng bình tia rửa đầu ống sinh hàn. Dùng natri hydroxit 0,1N chuẩn axit dư trong cốc đến khi dung dịch chuyển từ màu tím sang xanh lá mạ.

Tiến hành xác định nitơ toàn phần của mẫu trắng với lượng thuốc thử như trên.

3.1.3. Tính kết quả

Hàm lượng nitơ toàn phần (X_1) tính bằng g/l, theo công thức:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 100 \cdot 1000}{5 \cdot 10} \quad 2,8 (V_1 - V_2)$$

Trong đó:

V_1, V_2 – thể tích natri hydroxit, tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng và chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

0,0014 – số gam nitơ tương ứng với 1 ml NaOH 0,1N;

100 – dung tích của bình định mức, tính bằng ml;

1000 – hệ số để đổi ra g/l;

5 – thể tích mẫu nguyên đã lấy để vô cơ hóa, tính bằng ml;

10 – thể tích mẫu đã pha loãng cho vào máy cất, tính bằng ml;

Chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song không được vượt quá 0,25 g/l.

3.2. Xác định hàm lượng nitơ amoniac

3.2.1. Thuốc thử và dụng cụ

Axit sunfuric, dung dịch 0,1N;

Natri hydroxit, dung dịch 0,25%;

Chỉ thị hỗn hợp;

Máy cất đậm kiểu pacnat.

3.2.2. Tiến hành thử

Lấy chính xác 20 ml axit sunfuric 0,1N và 0,5ml hỗn hợp chỉ thị vào cốc dung tích 500 ml. Đặt cốc sao cho đầu ống sinh hàn của máy ngập hẳn vào dung dịch trong cốc.

Lấy chính xác 5 ml nước chấm cho vào máy cất, cho tiếp 2 ml dung dịch natri hydroxit 25%, sau đó thêm nước cất vào cho đủ 50 ml dung dịch.

Tiến hành các giai đoạn sau như quá trình chưng cất nitơ toàn phần.

Tiến hành xác định nitơ amoniac của mẫu trắng với các lượng thuốc thử như trên.

3.2.3. Tính kết quả

Hàm lượng nitơ amoniac (X_2), tính bằng g/l, theo công thức:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0014 \cdot 1000}{5} \quad 0,28 (V_1 - V_2)$$

Trong đó:

5 – thể tích mẫu nguyên đã lấy cho vào máy cất.

3.3. Xác định hàm lượng nitơ foomon

3.3.1. Thuốc thử

Natri hydroxit, dung dịch 0,1N và 0,05N;

Chỉ thị hỗn hợp: 5 thể tích bromotimon xanh 0,04% và 3 thể tích fenolptalein 0,5% trong etanola 60%;

Foomon trung tính, dung dịch 40%, chuẩn bị như sau: cho 1 ml fenolptalein vào 50ml foomon rồi dùng natri hydroxit 0,1N trung hòa đến màu hồng nhạt.

3.3.2. Tiến hành thử

Lấy 10ml nước chấm cho vào bình định mức, dung tích 250ml thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều. Giữ dung dịch này để xác định hàm lượng muối. Dùng ống hút lấy 10ml nước, 15 giọt chỉ thị hỗn hợp sau đó cho vào từng giọt natri hydroxit 0,1N đến khi dung dịch có màu phớt xanh; cho tiếp 5 ml foomon trung tính (dung dịch chuyển sang màu vàng xanh), chuẩn dung dịch này bằng natri hydroxit 0,05N đến khi màu dung dịch chuyển từ vàng sang xanh tím.

Tiến hành xác định nitơ foomon của mẫu trắng với các lượng thuốc thử như trên.

3.3.3. Tính kết quả

Hàm lượng nitơ foomon (X_3), tính bằng g/l, theo công thức:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0007 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} \quad 1,75 (V_1 - V_2)$$

Trong đó:

$V_1 - V_2$ – thể tích natri hydroxit 0,05N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng và chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

0,0007 – số gam nitơ tương ứng với 1 ml NaOH 0,05N;

1000 – hệ số để đổi ra g/l;

250 – dung tích bình định mức, tính bằng ml;

10 – thể tích mẫu nước chấm nguyên, tính bằng ml;

10 – thể tích mẫu đã pha loãng tính bằng ml.

3.4. Xác định hàm lượng muối NaCl

3.4.1. Thuốc thử

Bạc nitrat, dung dịch 0,1N;

Kali cromat, dung dịch 10%.

3.4.2. Tiến hành thử

Lấy 5 ml dung dịch pha theo điều 3.3.2 cho vào bình nón, dung tích 250 ml, cho tiếp nước cất cho đủ 100 ml. Thêm 1 ml dung dịch kali cromat. Dùng bạc nitrat 0,1N chuẩn dung dịch trong bình nón đến khi toàn bộ dung dịch có màu đỏ nâu bền vững.

3.4.3. Tính kết quả

Hàm lượng muối natri clorua (X_4), tính bằng g/l, theo công thức:

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,00585 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 5} \quad 29,25 V.$$

Trong đó:

V – thể tích bạc nitrat 0,1N, tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử tính bằng ml;

0,00585 – số gam natri clorua tương ứng với 1 ml bạc nitrat 0,1N;

1000 – hệ số độ đổi ra g/l;

250 – dung tích bình định mức, tính bằng ml;

10 – thể tích mẫu nước chấm nguyên, tính bằng ml;

5 – thể tích mẫu đã pha loãng, tính bằng ml.

3.5. Xác định hàm lượng axit

Natri hydroxit, dung dịch 0,1N;

Fenolptalein, dung dịch 1% trong etanola 60%.

3.5.2. Tiến hành thử

Lấy 20 ml dung dịch pha theo điều 3.3.2 cho vào bình nón dung tích 150 ml, cho tiếp nước cất cho đủ 50 ml, thêm 5 giọt fenolptalein. Dùng natri hydroxit 0,1N chuẩn dung dịch trong bình nón đến khi màu của dung dịch chuyển sang màu phớt hồng (nên dùng mẫu đối chứng).

3.5.3. Tính kết quả

Độ axit (X_5) tính theo số ml NaOH 0,1N dùng để trung hòa 1 ml mẫu, tính theo công thức:

$$X_5 = \frac{V \cdot 250}{10 \cdot 20} \quad 1,25 V,$$

Trong đó:

V – thể tích natri hydroxit 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

250 – dung tích bình định mức, tính bằng ml;

20 – thể tích mẫu đã pha loãng, tính bằng ml;

10 – thể tích mẫu nước chấm nguyên, tính bằng ml.