

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

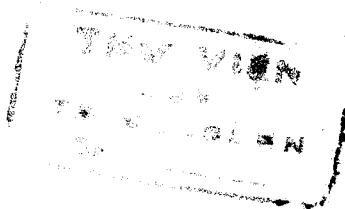
M

TCVN 5563-1991

BIA

Phương pháp xác định hàm lượng cacbon
dioxid (CO_2)

W



HÀ NỘI-1991

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5563-1991 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 655/QĐ ngày 30 tháng 10 năm 1991.

BIA

Phương pháp xác định hàm lượng
cacbon dioxit

Beer

Methods for determination of cacbon
dioxide content (CO_2)

Tiêu chuẩn này áp dụng cho bia và qui định phương pháp xác định hàm lượng cacbondioxide (CO_2) bằng phương pháp chuẩn độ và phương pháp manomet.

1. Xác định hàm lượng cacbon dioxit bằng phương pháp chuẩn độ .

1.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp dựa vào phản ứng của cacbon dioxit (CO_2) có trong bia với một thể tích xút dư tạo thành muối natri cacbonat. Dùng axit sunfuric chuẩn lượng muối natri cacbonat này, từ đó tính ra hàm lượng cacbon dioxit (CO_2) có trong bia.

1.2. Dụng cụ thuốc thử

Bình tam giá nút mài dung tích 500 ml cổ vạch mức 200 ml và 250 ml

Bình tam giác dung tích 250 ml;

Buret, dung tích 25 ml ;

Pipet, dung tích 1,5 , 10, 25 ml ;

Ống dòng hình trụ dung tích 250 ml, 500 ml ;

Ống cao su dài 35 cm ;

Phễu lọc ;

Giấy lọc ;

Natri hydroxit, dung dịch 2N không chứa CO_2

Cân 80,0g natri hydroxit hòa tan với nước cất không chứa CO_2 và thêm nước đến vừa đủ 1000 ml, để lắng trong, sau một tuần lọc sạch dung dịch.

Axit sunfuric dung dịch 0,1N

Phenolphthalein, dung dịch 1% trong cồn 60°

Metyl da cam, dung dịch 0,1%

Nước cất không chứa CO_2

1.3. Chuẩn bị để phân tích.

1.3.1. Chuẩn bị mẫu từ bia hơi

Chuẩn bị hai ống đong hình trụ dung tích 250 ml có nút. Rót vào mỗi ống 20 ml dung dịch natri hydroxit 2N. Dùng một ống hút bằng cao su dài 30 cm đường kính 1cm có gắn một đoạn ống thủy tinh 1-2cm. Để ống hút ngược lên rồi từ từ mở van thùng bia. Bia chảy ra đến khi bia trong ống hút không còn bọt nữa thì đưa nhanh ống hút vào miệng ống đong và đổ đến vạch 220 ml (thể tích bia mẫu lấy là khoảng 200 ml) sau đó đậy nút ống đong lại, lắc đều trong 5+10 phút (trừ phần bọt). Đọc chính xác tổng thể tích bia mẫu và xút (B).

1.3.2. Chuẩn bị mẫu từ bia chai

1.3.2.1. Giữ chai bia mẫu trong tủ lạnh một ngày đêm hoặc trong bể nước đá trong 1 giờ. Chuẩn bị hai bình tam giác có nút dung tích 500 ml đã sơ bộ đánh dấu mức thể tích khoảng 200 và 250 ml. Rót vào mỗi bình 20ml dung dịch natri hydroxit 2N. Mở nút hai chai bia mẫu một cách cẩn thận nhẹ nhàng và rót nhanh bia mẫu của từng chai vào từng bình tam giác cho đến khoảng 200 ml và không vượt quá 250ml. Đậy nút bình lại, lắc đều trong 5 + 10 phút. Để yên và rót toàn bộ thể tích mẫu bia và xút vào ống đong rồi đọc chính xác thể tích này. (B) (trừ phần bọt).

1.3.2.2. Nếu không có tủ lạnh hoặc điều kiện làm lạnh bia, chuẩn bị mẫu từ bia chai như sau: Rửa sạch phía ngoài chai bia mẫu và tráng rửa bằng nước cất. Dùng dây buộc chặt ống cao su vào cổ chai. Dùng ống đong rót vào ống cao su 25 ml dung dịch natri hydroxit 2N đối với chai bia 0,33l hoặc 40 ml đối với chai bia 0,5l. Cho tiếp vào ống cao su một khóa mở bia. Dùng dây buộc chặt đầu ống cao su còn lại. Mở nút chai bia để bia tác dụng với dung dịch Natri hydroxit. Đốc lên đốc xuống vài lần cho bia tác dụng với xút thật hết. Xong để toàn bộ thể tích bia đã kiềm hóa vào ống đong rồi đọc chính xác thể tích này. (Trừ phần bọt). (B)

1.4. Tiến hành thử

Dùng pipet hút 10 ml bia mẫu đã được chuẩn bị theo 1.1.3 vào bình tam giác dung tích 250 ml. Thêm 50 ml nước cất và 1 + 3

giọt phenolphthalein. Dùng axit sunfuric 0,1N để loại lượng xút dư trong bia mẫu. Nhỏ từ từ bằng buret dung dịch H_2SO_4 0,1N vào bình nón cho đến mất màu hồng. Không tính lượng axit sunfuric đã tiêu tốn này. Thêm vào bình nón 1 - 3 giọt metyl da cam, dung dịch có màu vàng. Tiếp tục chuẩn độ bằng axit sunfuric 0,1N cho đến khi dung dịch trong bình nón chuyển màu da cam. Đọc thể tích axit sunfuric đã tiêu tốn khi chuẩn độ.

Phải tiến hành làm đồng thời mẫu trắng bằng cách hút 10 ml bia mẫu đã loại bỏ CO_2 cho vào bình nón, thêm 1 ml dung dịch natri hydroxit 2N và 50 ml nước cất và tiến hành phân tích tương tự như mẫu thử.

1.5. Tính kết quả

1.1.5.1. Hàm lượng cacbon đioxit (CO_2) có trong bia biểu thị bằng g/l tính theo công thức

$$X = \frac{0,0044 \times V_B \times (V_1 - V_2) \times 1000}{V_A \times V_C}, \text{ g/l}$$

trong đó :

0,0044 - hàm lượng cacbon đioxit CO_2 tương ứng với 1 ml dung dịch H_2SO_4 , 0,1N

V_A - thể tích bia mẫu lấy đã kiềm hóa, ml

V_B - thể tích bia đã kiềm hóa, ml

V_C - thể tích bia đã kiềm hóa lấy để phân tích, ml

V_1 - số ml H_2SO_4 0,1N đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, ml

V_2 - số ml H_2SO_4 0,1N đã tiêu tốn khi chuẩn bị mẫu trắng, ml

1000 - hệ số tính chuyển ra lít.

1.5.2. Kết quả phân tích là trung bình cộng các kết quả xác định song hành, cho phép sai lệch giữa chúng không vượt quá 0,1g/l.

Kết quả cuối cùng được làm tròn đến số thập phân thứ nhất.

2. Xác định hàm lượng cacbon đioxit CO_2 của bia chai bằng phương pháp manomet.

2.1. Bản chất phương pháp :

Phương pháp dựa trên cơ sở áp suất của khí trong trạng thái cân bằng với chất lỏng tỷ lệ thuận với khối lượng khí tan trong chất lỏng.

2.2. Dụng cụ - thuốc thử .

Áp kế - manomet

Bếp cách thủy

Nhiệt kế thủy ngân

Ống đong dung tích 50 ml

2.3. Chuẩn bị phân tích

2.3.1. Chai bia mẫu được đặt vào bếp cách thủy đã được đun nóng sẵn đến $25 \pm 1^\circ\text{C}$, đặt ngập hoàn toàn trong nước và giữ ổn định độ trên trong 1 giờ. Nếu trong thời gian này quan sát thấy có khí thoát ra khỏi nút chai, nghĩa là nút không được gắn kín, phải đổi lấy chai khác.

2.3.2. Sau 1 giờ chai được lấy ra, lau khô, dùng bút chì sáp đánh dấu mức bia trong chai. Để đảm bảo an toàn chai bia nên được quán trong vải bọc dày hoặc da.

2.4. Tiến hành phân tích.

2.4.1. Đặt chai bia lên đĩa có đệm lớp cao su. Dùng đầu nhọn của ống kim loại đục thủng nút chai bia rồi xiết chặt áp kế vào chai bia không cho thoát CO_2 ra ngoài.

2.4.2. Cầm chai bia lắc nhiều lần cho kim chỉ áp xuất lên ổn định ở số cực đại. Sau đó đọc số chỉ trên áp kế P.

2.4.3. Toàn bộ hệ thống phải thật kín. Để kiểm tra được độ kín này, sau khi ngừng lắc, để yên áp kế vẫn gắn vào cổ chai trong khoảng 1 + 2 phút và quan sát kim của áp kế. Nếu áp suất không giảm thì toàn bộ hệ thống là kín.

2.4.4. Sau khi bỏ áp kế ra khỏi chai rửa sạch áp kế bằng nước .

2.4.5. Đổ bia trong chai ra ngoài và thêm nước vào chai đến vạch mức đã vạch trước khi phân tích. Dùng ống đong thêm nước cho đầy tới miệng chai và bằng cách này xác định được thể tích khí ở phần rỗng phía trên bề mặt bia trong chai, ml.

2.5. Tính kết quả

2.5.1. Hàm lượng cacbon dioxit(CO₂) trong bia (X), tính ra % theo công thức

$$X = (P + 1) \cdot (0,122 + A)$$

trong đó

P : Số chỉ trên áp kế

A : Hệ số, giá trị của nó phụ thuộc vào thể tích khí, theo bảng 1.

Bảng 1

| Thể tích khí ml | Hệ số A | |
|-----------------|-------------------|--------------------|
| | Đối với chai 0,5l | Đối với chai 0,33l |
| 8 - 12 | 0,003 | 0,006 |
| 13 - 17 | 0,005 | 0,009 |
| 18 - 22 | 0,007 | 0,011 |
| 23 - 27 | 0,009 | 0,013 |
| 28 - 32 | 0,011 | 0,016 |
| 33 - 37 | 0,013 | 0,019 |
| 38 - 42 | 0,014 | 0,022 |
| 43 - 47 | 0,016 | 0,024 |
| 48 - 52 | 0,018 | 0,027 |

Để tính hàm lượng CO₂ trong bia chai loại 0,5l và 0,33l còn có thể sử dụng bảng 2.

2.5.2 Kết quả phân tích là trung bình cộng các kết quả xác định song hành, cho phép sai lệch giữa chúng không vượt quá 0,1 g/l.

Tính toán chính xác đến 0,001 % và kết quả làm tròn đến 0,01%.