

CACBON ĐIOXIT DÙNG CHO THỰC PHẨM

KHÍ VÀ LỎNG

*Carbon dioxide for food stuff
Gaseous and liquid*

Tiêu chuẩn này áp dụng cho sản phẩm cacbon đioxit dạng khí và lỏng dùng để sản xuất các loại nước uống có ga, ướp lạnh và bảo quản thực phẩm bằng phương pháp tiếp xúc trực tiếp hoặc gián tiếp.

Công thức hoá học : CO₂

Khối lượng phân tử : 44,009.

1 Yêu cầu kỹ thuật

1.1 Cacbon đioxit dùng cho thực phẩm dạng lỏng và dạng khí phải đạt các chỉ tiêu hoá lý qui định trong bảng 1.

Bảng 1

Tên chỉ tiêu	Mức và yêu cầu
1. Hàm lượng cacbon đioxit theo thể tích, tính ra phần trăm, không thấp hơn	98,8
2. Cacbon oxit (CO)	Phù hợp với phép thử ở mục 2.4
3. Dầu mỡ	Phù hợp với phép thử ở mục 2.5
4. Hydro sunfua	Phù hợp với phép thử ở mục 2.6
5. Axit clohydric	Phù hợp với phép thử ở mục 2.7
6. Các axit sunfuro, nitro và các hợp chất hữu cơ (rượu ete, andehyd và các axit hữu cơ)	Phù hợp với phép thử ở mục 2.8
7. Amoniac và etanolamin	Phù hợp với phép thử ở mục 2.9
8. Mùi, vị	Phù hợp với phép thử ở mục 2.10
9. Hàm lượng nước, tính ra phần trăm khối lượng, không lớn hơn	0,1
10. Các hợp chất cacbua-hydro thơm	Phù hợp với phép thử ở mục 2.12

Chú thích : Đối với cacbon đioxit lỏng sản xuất bằng phương pháp lên men rượu, bia các chỉ tiêu 2, 5 và 7 không qui định.

2 Phương pháp thử

2.1 Quy định chung

2.1.1 Hoá chất và thuốc thử dùng để thử nghiệm nếu không có quy định gì khác phải là loại có chất lượng cấp "TKHH" hoặc "TKPT".

2.1.2 Nước dùng để pha dung dịch và thử nghiệm phải là nước cất nước theo TCVN 2717-77 hoặc có độ sạch tương đương.

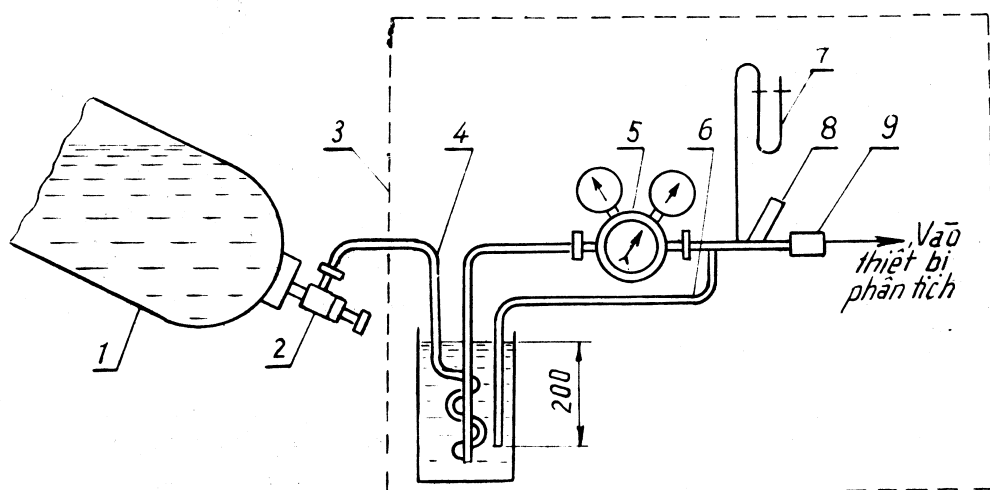
2.2 Lấy mẫu

2.2.1 Để kiểm tra chất lượng cacbon đioxit lỏng trong các bom, mẫu thử phải được lấy từ 2% số bom trong lô nhưng không ít hơn 2 bom ở những lô nhỏ.

2.2.2 Để kiểm tra chất lượng cacbon đioxit lỏng trong bom, lấy mẫu từ vòi van hướng lên trên của bom nằm ngang hoặc nằm nghiêng. Đối với bom có ống thông từ van xả tới đáy bình thì lấy mẫu từ bom đặt đứng.

Khi kiểm tra hàm lượng CO_2 , lấy mẫu từ pha khí trong bom đứng thẳng, hướng van lên trên. Đối với bom có ống thông từ van xả tới đáy bình thì đặt bom nghiêng để miệng ống xả nằm trong pha khí.

2.2.3 Mẫu cacbon đioxit để kiểm tra tất cả các chỉ tiêu lấy từ bom (1) qua bộ lấy mẫu (hình 1) bao gồm các chi tiết :



1. Bom chứa cacbon đioxit lỏng
2. Van khí
3. Bộ lấy mẫu
4. Bộ bay hơi

5. Bộ giảm áp
6. Khoá thuỷ lực
7. Manomet nước hình chữ U
8. Ống nối bằng cao su

Hình 1.

Manomet thủy tinh hình chữ U;

Bộ hoá hơi mẫu kiểu ống xoắn, nhúng trong bình đựng nước nóng đến $70 - 80^{\circ}\text{C}$ (hoặc một bộ hoá hơi có kết cấu bất kỳ) bảo đảm chuyển đổi cacbon đioxit lỏng sang trạng thái khí và nhiệt độ của khí là $20 - 30^{\circ}\text{C}$ sau khi giảm áp suất tới áp suất khí quyển;

Bộ giảm áp một nấc dùng cho bơm oxi hoặc cacbon đioxit;

Nhiệt kế thủy ngân có thang đo từ 0 đến 100°C ;

Ống cao su;

Khoá thủy lực làm từ ống đồng, được lắp vào hệ thống trong trường hợp sử dụng các dụng cụ thủy tinh;

Để nhận được dòng khí nhỏ, đều và tránh làm vỡ các dụng cụ thủy tinh, giảm áp suất của khí bằng bộ giảm áp xuống $9,8 \cdot 10^{-4} \text{KG/cm}^2$ (10mm nước).

Trước khi tiến hành thử nghiệm phải thổi sạch hệ thống lấy mẫu từ điểm lấy mẫu đến thiết bị phân tích trong 10 - 15 phút bằng cacbon đioxit sẽ phân tích:

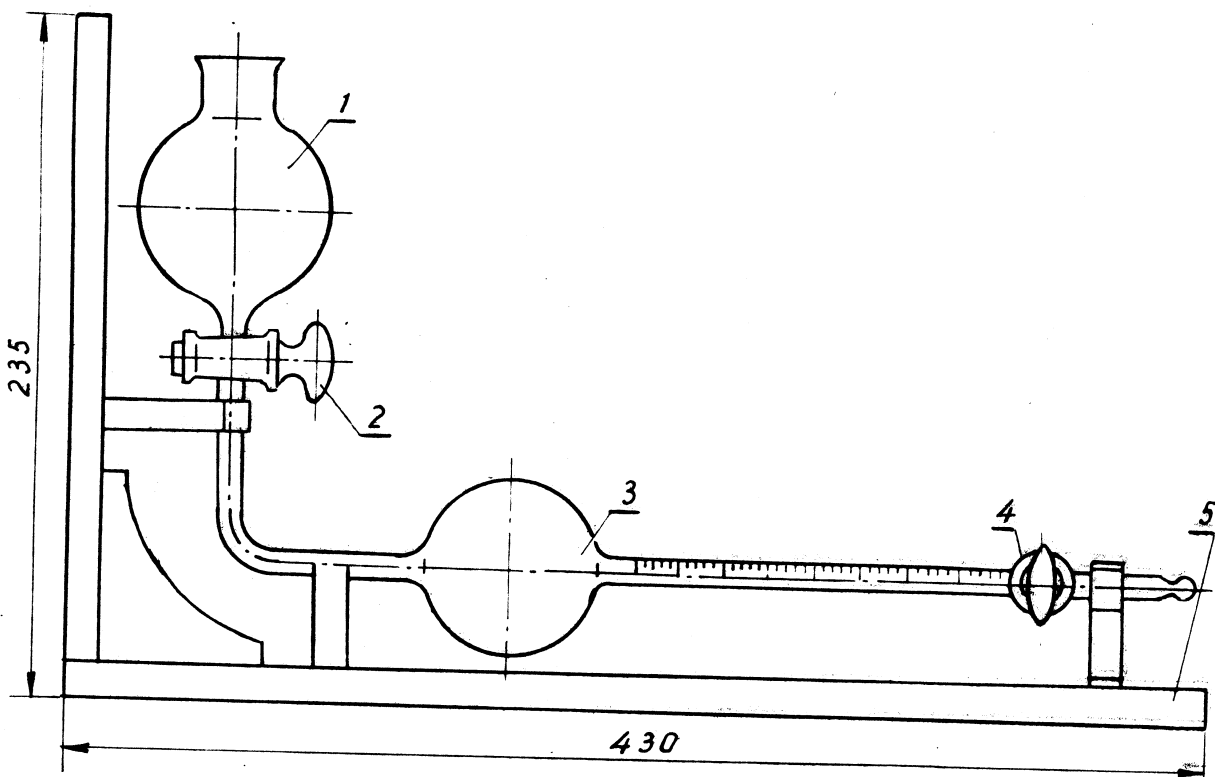
Có thể lấy mẫu vào bơm chuyên dùng để lấy mẫu dung tích 5 lít đã được rửa sạch dầu mỡ bằng tetraclorua cacbon (hoặc dung môi khác tương tự) và thổi sạch bằng cacbon đioxit cần lấy mẫu.

2.3 Xác định hàm lượng cacbon đioxit

2.3.1 Thiết bị và thuốc thử

Buret chuyên dùng để đo thể tích khí (hình 2);

Kali hydroxit, dung dịch 30%;



1. Bình chứa

2, 4. Khoá

3. Buret

5. Giá đỡ.

Hình 2.

2.3.2 Tiến hành thử

Nối đầu buret đặt đứng với hệ thống lấy mẫu bằng ống cao su, thổi sạch buret bằng cacbon đioxit 4 - 5 phút. Đóng van 2 trước sau đó đóng van 4 và tháo buret ra khỏi hệ thống lấy mẫu.

Để cân bằng áp suất trong buret với áp suất khí quyển đóng mở nhanh vài lần van 2. Sau đó đặt buret nằm ngang.

Rót vào bình chứa 1 đến vạch 105ml dung dịch kali hydroxit và từ từ mở van 2 sao cho bọt khí CO_2 không thoát qua dung dịch ra ngoài. Theo mức độ hấp thụ CO_2 dung dịch kali hydroxit nhanh chóng điền đầy buret. Để hấp thụ hoàn toàn cacbon đioxit ở giai đoạn cuối, lắc nhẹ buret sao cho toàn bộ mặt trong buret được láng ướt bằng dung dịch kali hydroxit.

Khi mức dung dịch trong bình chứa không còn giảm nữa, đóng van, đặt buret đứng, van 4 ở trên và theo vạch chia đọc thể tích dung dịch kali hydroxit, trị số thể tích này tương ứng với hàm lượng cacbon đioxit tính ra phần trăm thể tích.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình số học các kết quả của hai lần thử song song, sai số cho phép giữa chúng không được vượt quá 0,1% giá trị tuyệt đối với xác suất tin cậy $P = 0,95$.

3.4 Xác định sự có mặt của cacbon oxit

3.4.1 Thiết bị, vật liệu và thuốc thử

Bộ xác định hàm lượng cacbon oxit (hình 3) bao gồm: một bếp điện hoặc bếp cách dầu, các bình rửa khí, (xem phụ lục 1) các ống nối bằng thủy tinh, chai thủy tinh xăm màu dung tích 1 lít hoặc một chai thủy tinh khác được bọc bằng dây amiăng phù hợp cho thử nghiệm ở nhiệt độ 250°C , một tủ sấy hoặc một thiết bị đun nóng bằng điện tương đương và một bơm phun tia (xem phụ lục 1).

Bông thủy tinh.

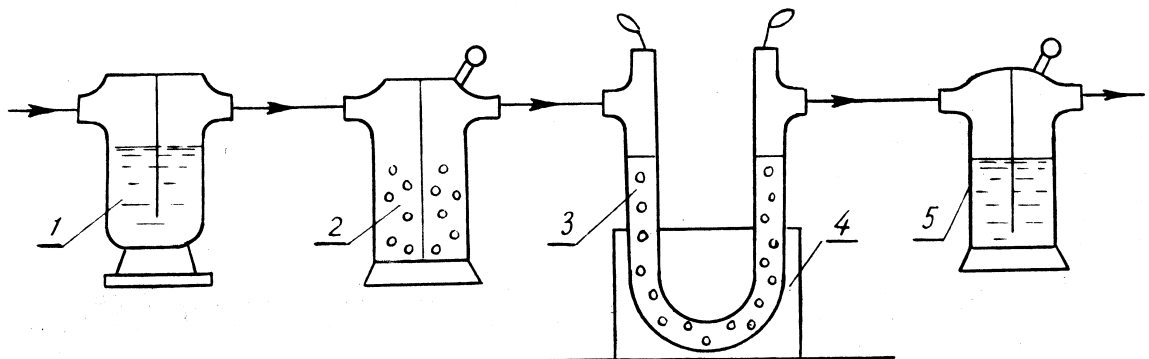
Anhidrit iodic (khô) tinh thể (I_2O_5).

Kali iodua, dung dịch 0,2 và 20% không chứa iod tự do.

Axit sunfuric.

Hồ tinh bột, dung dịch 0.5% mới chuẩn bị.

Silicagel, dạng hạt.



1. Bình rửa khí chứa axit sunfuric
2. Bình rửa khí chứa silicagen
3. Ống phản ứng hình chữ U
4. Bếp điện hoặc bếp cách dầu
5. Bình hấp thụ hơi iod.

Hình 3.

2.4.2 Chuẩn bị phân tích

Cho anhidrit iodic tinh thể vào bát sứ, thấm ướt bằng nước để tạo thành hồ nhão và sấy ngoài không khí hoặc trên bếp cách thủy đến khi tạo thành một khối rắn, sau đó đập vỡ thành hạt và sàng. Lấy phần hạt có kích thước 2 - 3mm cho vào bình (chai) phản ứng bằng thủy tinh xam màu dung tích 1 lít. Đậy bình bằng nút có hai ống thủy tinh, trong đó: một ống xuống sâu tận đáy bình, ống khác kết thúc ngay dưới đáy nút. Đặt bình vào tủ sấy trên một tấm đệm amiăng để cổ bình thò ra ngoài. Đậy kín tủ sấy bằng một tấm amiăng có 1 lỗ cho cổ bình và 1 lỗ cho nhiệt kế.

Nối ống thủy tinh dài sát đáy bình với hệ thống làm sạch không khí, nối ống khác với bình thu hồi hơi iod thải ra trong thời gian đun nóng anhidrit iodic và tiếp sau là bơm phun tia.

Hệ thống làm sạch không khí bao gồm các bình rửa khí nối tiếp với nhau trong đó chứa các chất hấp thụ, phụ thuộc vào mức độ nhiễm bẩn của không khí xung quanh: dung dịch kali hydroxit 30% để hấp thụ khí CO_2 , dung dịch natri thiosunfat 40% để hấp thụ Cl_2 , dung dịch chì acetat 10% để hấp thụ H_2S ; dung dịch axit sunfuric đặc và dung dịch kali pemanganat 5% để hấp thụ các tạp chất hữu cơ.

Bình để thu hồi hơi iod chứa dung dịch kali iodua 20%.

Trong hệ thống, trước và sau bình phản ứng có lắp thêm một bình thủy tinh sạch, rỗng.

Sau khi đã nối các bộ phận của hệ thống với nhau, mở nước vào bơm phun tia và kiểm tra độ kín của hệ thống. Các bọt không khí phải từ từ (3 - 4 bọt trong 1 giây) xuyên qua tất cả các dung dịch. Nếu hệ thống đã được lắp đặt đúng thì bật nhiệt vào tủ sấy. Lúc đầu giữ bình phản ứng ở nhiệt độ 90 - 100°C trong 2 - 3 giờ. Sau đó không ngừng cấp không khí từ từ nâng nhiệt độ của tủ sấy lên 200 - 240°C (không được cao hơn) và giữ ở nhiệt độ này 2,5 - 3 giờ.

Sau khi tắt tủ sấy và để nguội đến 30 - 40°C, khoá nước vào bơm phun tia, thay nút bình có hai ống thủy tinh bằng một nút cao su hoặc nút nhựa khác và đậy kín bình. Đặt bình vào chỗ tối để bảo quản.

Khi tiến hành thử, lấy 8 - 10g thuốc thử đã chuẩn bị ở trên cho vào ống phản ứng hình chữ U, đậy hai đầu ống bằng nút bông thủy tinh, lắp bình vào hệ thống (xem hình 3) và kiểm tra sự phù hợp của thuốc thử bằng cách thổi không khí với tốc độ 3 - 4 bọt khí trong một giây qua ống phản ứng hình chữ U chứa anhidrit iodic và bình rửa khí chứa 10ml dung dịch kali iodua 0,2% với 2 - 3 ml hồ tinh bột. Màu dung dịch không được chuyển sang xanh, chứng tỏ sự phù hợp của thuốc thử.

Sau đó ngừng cấp không khí vào hệ thống và tăng nhiệt vào tủ sấy hoặc bếp cách dầu chứa ống phản ứng hình chữ U để nâng nhiệt độ lên 140 - 150°C. Giữ nhiệt độ này trong suốt quá trình phân tích.

Tiến hành không quá 10 lần thử trên thiết bị đã chuẩn bị.

2.4.3 Tiến hành thử

Thổi qua thiết bị đã chuẩn bị để xác định cacbon oxit, (hình 3) khí cacbon đioxit cần phân tích đã được làm sạch trong các bình rửa khí, với tốc độ 3 - 4 bọt khí 1 giây trong 10 phút. Khi ra khỏi ống phản ứng hình chữ U đi vào bình rửa chứa 10ml dung dịch kali iodua 0,2% và 2 - 3ml hồ tinh bột.

Để tránh ngưng tụ hơi iod, ống thủy tinh nối giữa ống phản ứng và bình hấp thụ chứa dung dịch kali iodua và hồ tinh bột không được dài quá 200mm.

Sản phẩm được coi là đạt yêu cầu nếu màu của dung dịch trong bình hấp thụ không chuyển sang xanh.

2.5 Xác định sự có mặt của dầu mỡ

2.5.1 Vật liệu

Túi vải sợi bông, dệt thưa.

Giấy lọc dùng trong phòng thí nghiệm.

2.5.2 Tiến hành thử

Đặt bom nằm ngang, trùm túi vải lên ống xả của van và buộc chặt lại. Nhanh chóng xả một lượng nhất định cacbon dioxit vào túi. Lấy một cục cacbon dioxit rắn từ túi vải khối lượng khoảng 10g đặt lên tờ giấy lọc. Sau khi bay hơi hết cacbon dioxit, trên giấy lọc không được phép có vết dầu mỡ.

Sau mỗi lần thử, rửa sạch túi vải trong xăng và sấy khô ở 120°C.

2.6 Xác định sự có mặt của sunfua hydro

2.6.1 Dụng cụ, thuốc thử và dung dịch

Bình rửa khí kiểu 1 (phụ lục 1) dung tích 200ml hoặc một bình tương tự bất kỳ.

Axit axetic.

Chì axetat, dung dịch 5% (có cho thêm 30ml axit axetic vào 1 lít dung dịch).

2.6.2 Tiến hành thử

Cho vào bình rửa dung tích 200ml : 100ml nước, 2ml dung dịch chì axetat. Sục khí cacbon dioxit cần phân tích qua dung dịch nhận được với tốc độ 3 - 4 bọt khí trong 1 giây trong 10 phút.

Sản phẩm được coi là đạt yêu cầu nếu dung dịch trong bình rửa khí không có màu hoặc bị tối đi.

2.7 Xác định sự có mặt của axit clohydric

2.7.1 Thiết bị và thuốc thử

Bình rửa khí kiểu 3 (phụ lục 1) dung tích 25ml hoặc thiết bị tương đương.

Axit nitric.

Bạc nitrat dung dịch 0,1N.

2.7.2 Tiến hành thử

Dùng microburet hoặc pipet có vạch chia đến 0,05ml cho vào bình rửa khí 0,1ml dung dịch bạc nitrat, 5ml nước cất và axit hoá bằng vài giọt axit nitric đặc. Sục khí cacbon dioxit cần phân tích qua dung dịch nhận được với tốc độ 3 - 4 bọt khí một giây trong 15 phút.

Sản phẩm được coi là đạt yêu cầu nếu dung dịch trong bình rửa khí không có vẩn đục màu trắng.

2.8 Xác định sự có mặt của các axit sunfuro và nitro và các hợp chất hữu cơ (rượu, ete, andehyd và các axit hữu cơ)

2.8.1 Thiết bị và thuốc thử

Bình rửa khí kiểu 3 (phụ lục 1) dung tích 25ml hoặc một thiết bị thí nghiệm tương tự.

Kali pemanganat, dung dịch 0,1N.

Axit sunfuric, tỷ trọng 1,83 - 1,84.

2.8.2 Tiến hành thử

Cho vào bình rửa khí dung tích 25ml : 0,1ml dung dịch kali pemanganat, 5ml nước cất và vài giọt axit sunfuric.

Sục khí cacbon đioxit cần phân tích qua dung dịch nhận được với tốc độ 3 - 4 bọt khí một giây trong 15 phút.

Sản phẩm được coi là đạt yêu cầu nếu dung dịch trong bình rửa khí vẫn giữ nguyên màu hồng.

Dung dịch thay đổi màu hoặc mất màu chứng tỏ trong khí cacbon đioxit có các axit sunfuro và nitro cũng như các tạp chất hữu cơ (rượu, este, andehyd và các axit hữu cơ).

2.9 Xác định sự có mặt của amoniac và etanolamin

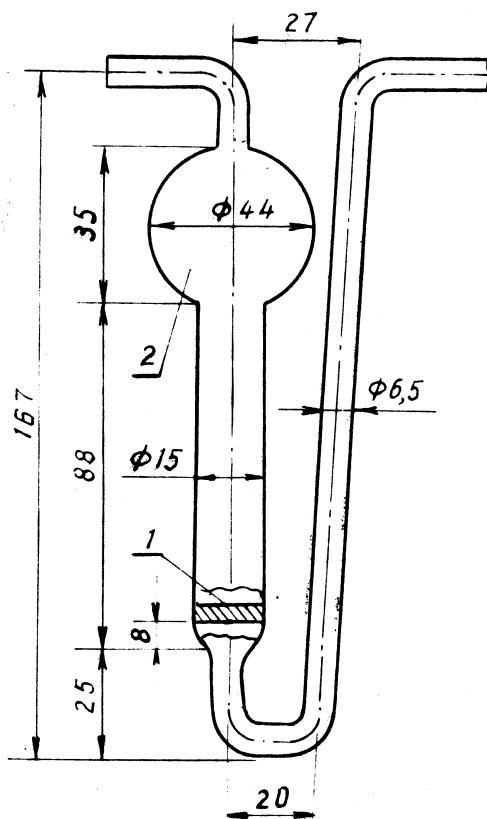
2.9.1 Thiết bị và thuốc thử

Thiết bị đo lưu lượng khí loại bất kỳ với giải đo từ 60 đến 100 lít/giờ.

Bình hấp thụ (hình 4) có tấm xốp thủy tinh.

Axit sunfuric, dung dịch 0,01N.

Metyl da cam, dung dịch 0,1%.



1. Tấm xốp thủy tinh

2. Phần hình cầu.

Hình 4.

2.9.2 Tiến hành thử

Cho vào bình hấp thụ 0,1ml dung dịch axit sunfuric, thêm 1 giọt metyl da cam, 5ml nước và đánh dấu mức dung dịch có màu vàng da cam.

Đồng thời để so sánh, chuẩn bị một mẫu trắng như sau : cho vào 1 ống nghiệm thủy tinh không màu, có đường kính tương tự bình hấp thụ: 1 giọt metyl da cam và 5ml nước. Dung dịch nhận được có màu vàng.

Thổi qua bình hấp thụ 30 lít cacbon đioxit cần phân tích trong thời gian 30 phút. Dung dịch phải giữ nguyên màu vàng da cam. Nếu có amoniac và các etanolamin màu dung dịch sẽ chuyển sang vàng như màu của dung dịch so sánh. Để so màu phải điều chỉnh mức dung dịch trong bình hấp thụ bằng nước tới vạch đã đánh dấu.

2.10 Xác định mùi, vị

Mùi và vị của cacbon đioxit xác định bằng phương pháp cảm quan.

Cacbon đioxit thổi ra từ một van mở nhỏ không được phép có mùi.

Cho vào cốc 200ml nước uống sạch có nhiệt độ không quá 10°C và sục một dòng cacbon đioxit mạnh qua đó trong 20 phút.

Nước bão hoà cacbon đioxit phải có vị hơi chua, dễ chịu và không được phép có mùi lạ.

2.11 Xác định hàm lượng nước

2.11.1 Thiết bị

Cân kỹ thuật có giới hạn cân từ 200mg đến 500g.

2.11.2 Tiến hành thử

Đặt bom chứa cacbon đioxit lỏng ở tư thế dốc ngược để cho van quay xuống phía dưới. Sau 15 phút từ từ mở van và giữ van ở trạng thái mở. Hứng nước chảy ra từ bom vào một bình đã được cân trước chính xác đến 0,001g cho đến khi bắt đầu tạo thành luồng tuyết từ cacbon đioxit. Sau đó đóng van và đặt bom ở trạng thái đứng như cũ.

Nước thu được đem cân hoặc đo thể tích.

Hàm lượng nước (X), tính ra phần trăm khối lượng được xác định theo công thức :

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

trong đó :

m_1 - khối lượng nước, kg;

m - khối lượng cacbon đioxit trong bom, kg.

2.12 Xác định sự có mặt của các hợp chất cacbua hydro thơm

2.12.1 Thiết bị và thuốc thử:

Bình rửa khí kiểu 3 (phụ lục 1), dung tích 25ml hoặc một thiết bị thí nghiệm tương tự;

Axit sunfuric; $d = 1,84$;

Focmalin kỹ thuật, dung dịch 30%;

Dung dịch hấp thụ; chuẩn bị như sau : thêm 50ml axit sunfuric vào 1ml dung dịch focmalin 30%. Dung dịch thu được bảo quản trong bình nút mài. Nếu dung dịch có màu phải chuẩn bị dung dịch mới.

2.12.2 Tiến hành thử

Mẫu lấy từ bom dẫn vào bình rửa khí như đã mô tả ở mục 2.2.

Rót dung dịch hấp thụ vào bình rửa khí đến phần phình ra của bình hoặc đến nửa chiều cao của bình. Sự khuếch tán của khí cacbon đioxit cần phân tích qua bình với tốc độ 4 - 5 bọt khí một giây trong 10 phút.

Sản phẩm được coi là đạt yêu cầu nếu mẫu dung dịch trong bình rửa khí không bị biến đổi.

Để dễ so sánh, dùng một bình rửa khí tương tự chứa dung dịch hấp thụ ban đầu.

3 Bao gói, ghi nhãn, vận chuyển và bảo quản

3.1 Cacbon đioxit dùng cho thực phẩm được đóng trong các bình thép chịu áp suất, không có mối hàn.

3.2 Các bình chứa cacbon đioxit dùng cho thực phẩm phải được thử áp lực sơn và ghi nhãn theo đúng "Quy phạm kỹ thuật an toàn bình chịu áp lực" qui định trong TCVN 4179-85.

3.3 Trên cổ bình đóng các số qui định

- Tháng, năm thử áp suất;
- Thời hạn thử tiếp theo;
- Áp suất nạp của bình;
- Áp suất thử của bình;
- Khối lượng bình không (không kể van và nắp);
- Số hiệu của bình, số kiểm nghiệm;
- Dấu cơ quan kiểm tra;
- Số hiệu tiêu chuẩn;

3.4 Mỗi bình xuất xưởng phải kèm theo một giấy chứng nhận chất lượng trong đó ghi rõ :

- Tên cơ sở sản xuất, địa chỉ;
- Tên sản phẩm ghi rõ: Cacbon đioxit dùng cho thực phẩm;
- Các chỉ tiêu chất lượng;
- Khối lượng lô hàng;

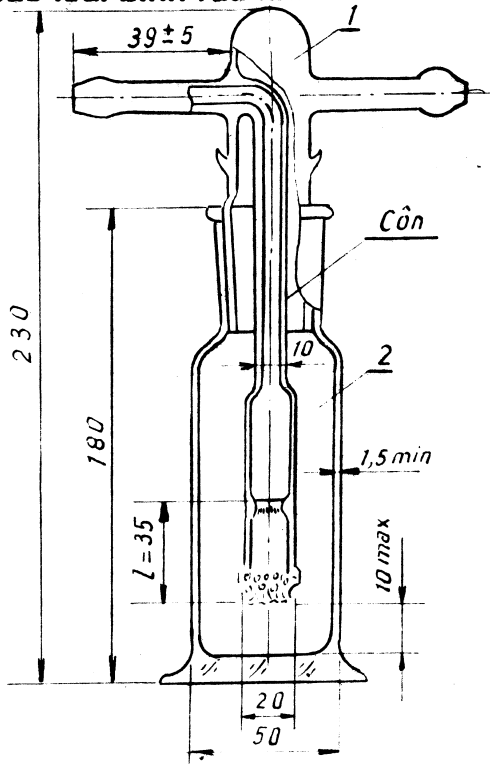
3.5 Không được dùng bình chứa amoniac, clo hoặc khí thiên nhiên để chứa cacbon đioxit dùng cho thực phẩm.

3.6 Các bình dùng để chứa cacbon đioxit dùng cho thực phẩm sau khi thử áp lực phải được rửa bằng nước nóng (68 - 80°C) và thổi sạch bằng khí cacbon đioxit dùng cho thực phẩm.

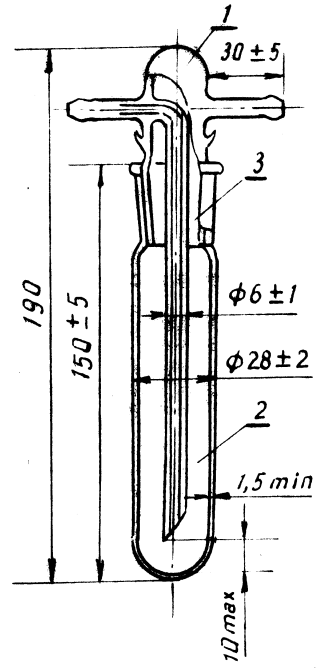
3.7 Khi làm việc, vận chuyển và bảo quản cacbon đioxit dùng cho thực phẩm phải tuyệt đối tuân theo "Quy phạm kỹ thuật an toàn bình chịu áp lực" qui định trong TCVN 4179-85.

Phụ lục A

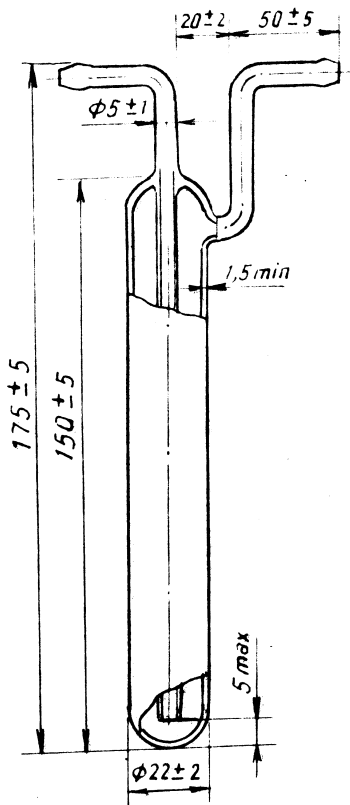
1 Các loại bình rửa khí



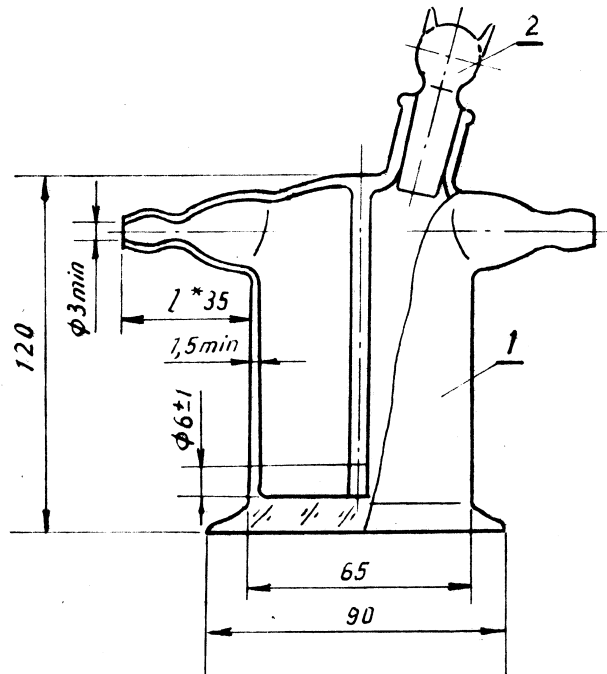
Kiểu 1



Kiểu 2



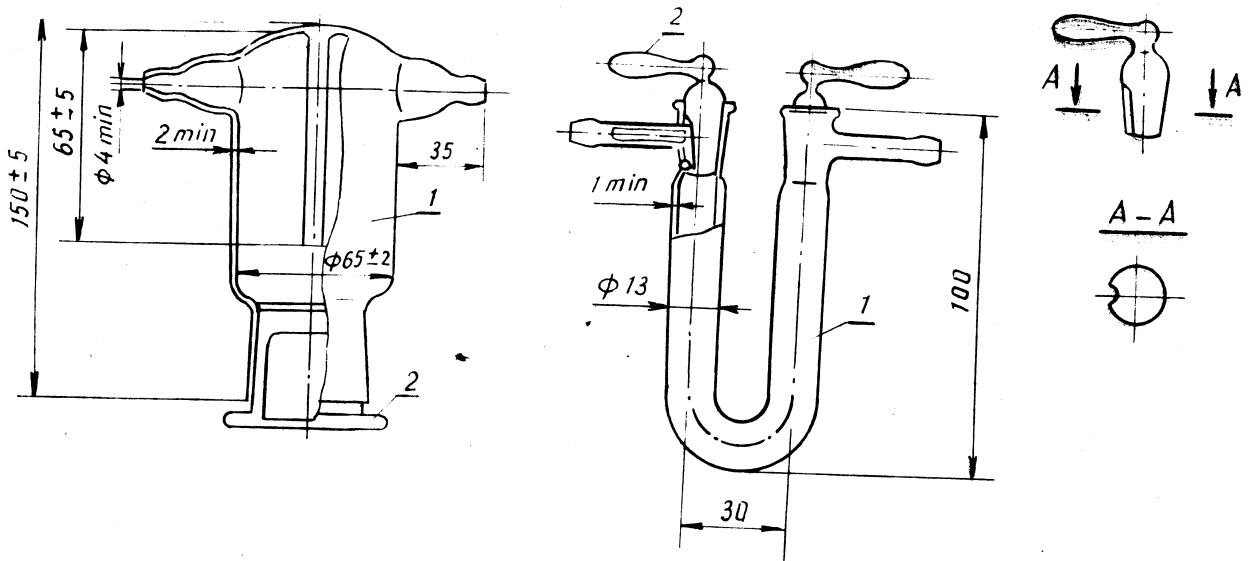
Kiểu 3



Kiểu 4

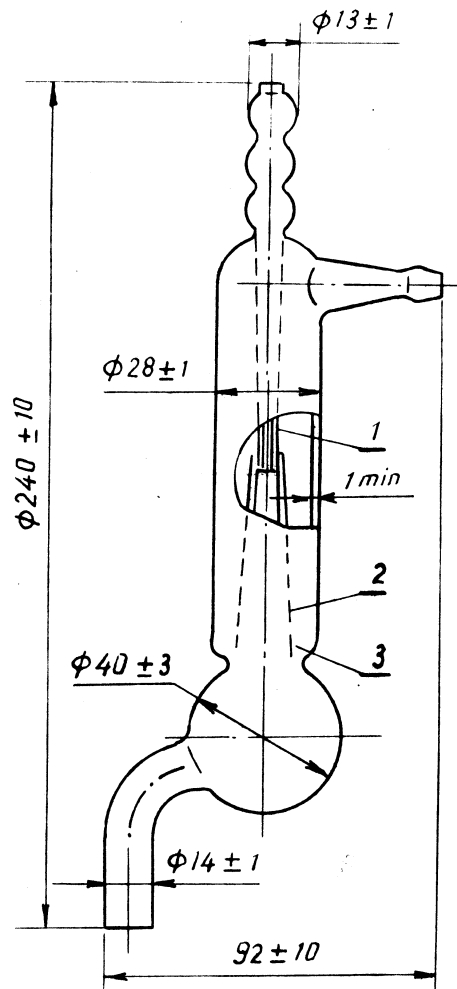
Phụ lục A (tiếp theo)

2 Ống phản ứng hình chữ U



Bình rửa khí, Kiểu 5

3 Bom phun tia



Phụ lục B

Tính chất sản phẩm và các biện pháp an toàn lao động

1 Cacbon đioxit dạng khí không màu, không mùi, ở nhiệt độ 20°C và áp suất 760mm thủy ngân có khối lượng riêng là 1,839 kg/m³.

Cacbon đioxit dạng lỏng là chất lỏng không màu, không mùi. Trên thị trường tồn tại hai loại: loại áp suất cao từ 34 - 73 kg/m² (áp suất tới hạn) và loại nhiệt độ thấp từ 34 - 52 kg/cm² (điểm ba) ở nhiệt độ từ 0 đến âm 56,5°C.

Cacbon đioxit không độc, không cháy nổ.

2 Nồng độ giới hạn cho phép của cacbon đioxit trong không khí ở nơi làm việc là 9,2 g/m³ (0,5% thể tích). Khi nồng độ lớn hơn 5% (92 g/m³) cacbon đioxit tác động xấu đến sức khỏe của người vì nó nặng hơn không khí 5 lần và dễ tích tụ trên mặt nền ở những nơi thông gió không tốt, làm giảm nồng độ oxy và ngạt thở.

3 Cacbon đioxit lỏng khi hạ áp suất tới áp suất khí quyển chuyển thành khí và tuyết có nhiệt độ âm 78,5°C dễ gây thương tổn cho da và niêm mạc mắt.

4 Khi lấy mẫu cacbon đioxit lỏng phải đeo kính bảo vệ và dùng găng tay. Khi làm việc ở những nơi có nồng độ cacbon đioxit cao phải đeo mặt nạ phòng độc.

5 Tại các nơi sản xuất cacbon đioxit phải được trang bị hệ thống thông gió chung và quạt bảo hiểm.

6 Bình để chứa cacbon đioxit lỏng và khí phải được thử và đạt các yêu cầu về an toàn đối với bình chịu áp lực qui định trong TCVN 4179-85.

7 Khi nạp bình bảo quản, vận chuyển và sử dụng cacbon đioxit khí và lỏng phải tuyệt đối tuân thủ qui phạm an toàn được qui định trong TCVN 4179-85.