TCVN TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6960 : 2001

ĐƯỜNG TRẮNG – XÁC ĐỊNH ĐƯỜNG KHỬ BẰNG PHƯƠNG PHÁP KNIGHT VÀ ALLEN EDTA – PHƯƠNG PHÁP CHÍNH THỨC

White sugar – Determination of reducing sugars by the Knight and Allen EDTA method – Official

HÀ NỘI – 2001

Lời nói đầu

TCVN 6960 : 2001 thay thế điều 2.5 của TCVN1696 - 1987;

TCVN 6960 :2001 hoàn toàn tương đương với GS2/3 - 5 (1997) của ICUMSA Đường trắng – Xác định đường khử bằng phương pháp EDTA của Knight và Allen – Phương pháp chính thức;

TCVN 6960 : 2001 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/SC3 Đường biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Đường trắng – Xác định đường khử bằng phương pháp Knight và Allen EDTA – Phương pháp chính thức

White sugar — Determination of reducing sugars by the Knight and Allen EDTA method – Offcial

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này thích hợp cho việc xác định các hàm lượng đường khử thấp, ví dụ: trong các loại đường trắng kể cả đường trắng thượng hạng, có hàm lượng đường khử không quá 0,02% và các mẫu thử được pha loãng với đường sacaroza "ít chuyển hóa" tới mức dưới 0,10%. Tuy nhiên, trong trường hợp thứ 2 độ chính xác sẽ thấp hơn, xem 6.2. Các mức đường khử thấp kể trên sẽ không thể xác định chính xác được bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch Fehling.

2 Nguyên tắc

Đun nóng dung dịch đường với thuốc thử đồng kiềm tính trong nồi cách thủy chứa nước sôi. Các ion đồng (II) sẽ bị khử thành oxit đồng (I) bởi lượng đường khử có trong mẫu. Sau khi làm nguội, các ion đồng (II) còn dư sẽ được chuẩn độ với dung dịch EDTA, sử dụng chỉ thị murexit.

3 Thuốc thử

Cảnh báo và lưu ý về an toàn – Người thực hiện phương pháp này nên tham khảo các qui định của nhà nước về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như các chỉ dẫn của nhà cung cấp hóa chất trước khi sử dụng các loại thuốc thử dưới đây, đặc biệt cần chú ý tránh hít phải bột metylen xanh trong quá trình nghiền ở bước 3.3

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

3.1 Thuốc thử đồng kiềm tính. Hòa tan 25 g cacbonat natri và 25 g muối kép kali natri tartrat (muối Rochelle) trong khoảng 600 ml nước có chứa 40,0 ml dung dịch natri hydroxit nồng độ 1,0 mol/l trong

bình định mức 1 lít. Hòa tan 6,000 g sunfat đồng ($CuSO_4.5H_2O$) trong khoảng 100 ml nước và bổ sung hết vào dung dịch tartrat kiềm tính. Pha loãng hỗn hợp này đến 1 lít và lắc đều.

3.2 Dung dịch EDTA nồng độ 0,0025 mol/l. Pha dung dịch có chứa 0,930 g/l muối dinatri EDTA theo yêu cầu và loại bỏ ngay sau khi sử dụng.

Cũng có thể pha loãng 50 ml dung dịch EDTA 0,01 mol/l (dung dịch bán sẵn) tới 200 ml theo yêu cầu .

3.3 Chất chỉ thị murexit. Chuẩn bị bằng cách nghiền lẫn 0,5 g murexit ở dạng bột với 0,15 g metylen xanh dạng bột và 40 g muối natri clorua. Tốt nhất nên bảo quản chất chỉ thị này trong bình hút ẩm có silica gel vì độ ẩm có thể gây nên vón cục. Dạng dung dịch của chỉ thị này sẽ không bền vững.

Chú thích – Murexit và metylen xanh đều sẵn có ở dạng chỉ là hóa chất thông dụng hoặc được bán dưới dạng chất chỉ thị.

3.4 Đường sacaroza có chứa ít hơn 0,002% đường khử (được xem như "ít chuyển hóa").

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cân, có thể đọc tới 2 mg.

4.2 Ống nghiệm, 150 mm x 20 mm.

4.3 Bát sứ trắng, dùng trong chuẩn độ, cho phép phát hiện điểm kết thúc dễ dàng hơn.

4.4 Nồi cách thủy, một nồi giữ nước ở nhiệt độ sôi và tốt nhất nên có các bộ gá đỡ các ống nghiệm, ví dụ: các lỗ khoan trên nắp, và một nồi khác chứa nước lạnh từ vòi cấp.

4.5 Buret và pipet

5 Cách tiến hành

5.1 Cân chính xác 5,0 g đường vào một ống nghiệm và hòa tan trong 5 ml nước cất bằng cách lắc nhưng không đun nóng. Thêm chính xác 2 ml dung dịch đồng kiềm tính (3.1). Trộn đều và đặt ống nghiệm vào nồi nước cách thuỷ sôi, ngâm trong 5 phút, sau đó làm nguội ngay trong nồi nước lạnh.

5.2 Chuyển dung dịch trong ống nghiệm và nước tráng vào một bát sứ trắng và thêm khoảng 0,1 g chất chỉ thị bằng một thìa nhỏ hoặc đũa thủy tinh dẹt.

Chú thích – Nếu ống nghiệm và dung dịch được để yên trước khi chuẩn độ thì kết tủa của oxit đồng sẽ dần dần tan trở lại.

5.3 Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (3.2) trong khi khuấy bằng đũa thủy tinh. Dung dịch EDTA cần được thêm từ buret vào bát sứ một cách liên tục trong suốt quá trình chuẩn độ. Luôn luôn khuấy dung dịch trong bát. Khi gần đạt đến điểm kết thúc, tốc độ thêm EDTA có thể chậm lại tới mức 2-3 giọt / giây nhưng không được phép ngắt quãng cho đến khi đạt tới điểm kết thúc. Sở dĩ như vậy là vì màu được tạo ra có thể biến mất ngay do sự oxy hóa, nghĩa là, nếu quá trình chuẩn độ bị ngưng giữa chừng thì có thể dẫn tới một nhận định sai về điểm kết thúc sau khi ta tiếp tục chuẩn độ.

Sự đổi màu diễn ra một cách từ từ trong khi chuẩn độ. Dung dịch ban đầu màu xanh lá, sẽ chuyển sang màu xám và cuối cùng thành màu đỏ tím. Những biến đổi về màu tuy diễn ra một cách tuần tự song ta có thể coi là đạt đến điểm kết thúc khi lần đầu tiên màu đỏ tím xuất hiện đầy đủ (nghĩa là, khi thấy toàn bộ dung dịch mẫu chuyển sang màu đỏ tím). Kết thúc chuẩn độ, không cần quan tâm đến hiện tượng màu vừa tạo thành đang dần biến mất, vì đó là do quá trình oxi hóa và như vậy, không cần thêm EDTA nữa.

Cần thực hiện phân tích song song đối với từng mẫu thử để đảm bảo định lượng chính xác đường khử. Ghi lại giá trị trung bình của hai lần chuẩn độ, T ml.

Phương pháp này yêu cầu: Nếu mức đường khử lớn hơn 0,017 % thì cần sử dụng một loại đường làm loãng đã biết trước là có hàm lượng đường khử thấp (3.4). Tính chất chuyển màu từ từ có nghĩa là các điểm kết thúc ở xấp xỉ 2 ml thường rất khó xác định, do đó kết quả cuối cùng sẽ thiếu chính xác.

Nếu lượng chuẩn < 4 ml thì nên sử dụng loại đường làm loãng nói trên để tăng độ chính xác cho kết quả thử.

Giảm lượng cân của mẫu thử xuống 1 g hoặc 2 g. Sử dụng đường làm loãng (3.4) để bổ sung cho đủ tổng lượng cân là 5 g.

Hàm lượng đường khử của đường làm loãng (3.4) này cũng cần phải được định lượng. Xác định giá trị trung bình của 2 lần chuẩn song song trong cả hai trường hợp: đường làm loãng (3.4) và mẫu thử được pha loãng.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Tính toán : Hàm lượng đường khử có thể thu được hoặc từ bảng tra dưới đây hoặc tốt hơn là từ một đồ thị chuẩn được xây dựng bằng cách thêm những lượng đường khử đã biết trước vào dung dịch đường sacaroza "ít chuyển hóa" (3.4) và tiến hành các bước như trên.

Thể tích chuẩn độ *T ml* . Dung dịch EDTA (3.2)	% Hàm lượng đường khử
1,7 - 2,2	0,017
2,3 - 2,9	0,016
3,0 - 3,6	0,015
3,7 - 4,2	0,014
4,3 - 4,8	0,013
4,9 - 5,5	0,012
5,6 - 6,2	0,011
6,3 - 6,8	0,010
6,9 - 7,5	0,009
7,6 - 8,1	0,008
8,2 - 8,7	0,007
8,8 - 9,4	0,006
9,5 - 10,1	0,005
10,2 - 10,7	0,004
10,8 - 11,3	0,003
11,4 - 11,8	0,002

Chuẩn bị một dung dịch đường khử 10 g/l như đã trình bày trong ICUMSA - Phương pháp GS 1/3/7-3. Pha loãng để có dung dịch 0,2 g/l đường khử. và chuẩn bị các dung dịch chuẩn 0,020 %; 0,016%; 0.012%: 0,008%; 0,004% và 0,000 % đường khử bằng cách thêm các lượng tương ứng của dung dịch đường khử này vào các ống nghiệm khô, sạch và pha loãng tới 5 ml. Thêm 5 g đường sacaroza "ít chuyển hóa" và tiến hành qui trình thử như trên.

Phương pháp đồ thị này cho thấy có mối quan hệ tuyến tính ở các mức hàm lượng nhỏ hơn 0,02 g đường khử/ 100 g sacaroza.

Ví dụ về các mẫu thử được pha loãng. Ví dụ này giả định là mẫu đường cần kiểm tra được biết sẽ có hàm lượng đường khử vượt quá 0.017 % , do đó cần thiết phải pha loãng. Trong trường hợp này tỉ lệ pha là 2 mẫu: 3 đường loãng. Hàm lượng đường khử của mẫu thử sẽ được tính toán như sau:

$$\%\,RS = \frac{\%\,RS \text{ từ bảng tra kết quả chuẩn độ} \times 5}{\text{khối lượng đường mẫu đã sử dụng}}$$

$$= \frac{\%RS \text{ của đường làm loãng} \times \text{khối lượng đã sử dụng}}{5}$$

Ví dụ: Lượng mẫu thử đã sử dụng = 2,0 g

Giá trị chuẩn độ thu được = 6,3 và 6,8 ml (giá trị tra bảng là 0,010 %)

Lượng đường làm loãng đã sử dụng = 3,0 g

RS của đường làm loãng = 0,002 %

% RS trong mẫu thử = $\frac{1.010 \times 5.0}{2.0} - \frac{0.002 \times 3.0}{5.0}$

= 0,025 - 0,0012

= 0,0238 %

6.2 Độ chụm

Tỉ số Horwitz đối với 4 mẫu được thử nghiệm phối hợp trong năm 1997, trong đó mỗi mẫu có chứa ít hơn 0,02 % đường khử (giới hạn trên của phương pháp chính thức), là : 4,30 (trung bình RS = 0,002 %). 4,20 (trung bình RS = 0,003 %) ; 1,44 (trung bình RS= 0,010 %); và 2,91 (trung bình RS= 0,012 %). điều này chỉ ra rằng, với 3 trong số 4 mẫu thử đó độ chính xác thu được là không thỏa đáng. Đối với 2 mẫu thử có chứa hàm lượng cao hơn, như 0,027 % và 0,054 % đường khử thì tỉ số Horwitz thậm chí còn kém phù hợp hơn, chúng sẽ lần lượt là 6,26 và 9,06. Điều này chứng tỏ rằng, phép thử không chính xác lắm trong trường hợp phải pha loãng mẫu thử với đường "ít chuyển hóa" trước khi tiến hành phân tích.

Phụ lục

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

Schneider F.ed.(1979): Sugar Analysis ICUMSA Methods, 59-61

Parkin G (1998) Referee' s Report General Subject 2, ICUMSA