

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6333:2010

GS 2/3-9:2005

Xuất bản lần 3

**ĐƯỜNG – XÁC ĐỊNH ĐỘ MÀU
CỦA DUNG DỊCH ĐƯỜNG Ở pH 7,0**

The determination of sugar solution colour at pH 7.0

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 6333:2010 thay thế TCVN 6333:2001;

TCVN 6333:2010 hoàn toàn tương đương với GS 2/3-9:2005;

TCVN 6333:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, sản phẩm đường và mật ong biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đường – Xác định độ màu của dung dịch đường ở pH 7,0

The determination of sugar solution colour at pH 7.0

1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định độ màu của dung dịch đường [2].

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại đường trắng dạng bột, dạng tinh thể, xirô có độ tinh khiết cao với độ màu lên đến 600 IU [1], với điều kiện là dung dịch thử đã được lọc, được chuẩn bị theo quy trình quy định trong tiêu chuẩn này. Phương pháp này không thích hợp với các loại đường có chứa chất màu, bị đục hay các phụ gia mà thực tế không lọc được.

3 Thuật ngữ và định nghĩa [3]

Trong tiêu chuẩn này, sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1

Độ truyền quang của dung dịch (transmittance of solution)

Độ truyền quang của dung dịch, T , được tính theo công thức:

$$T = \frac{I_2}{I_1}$$

Trong đó:

I_1 là năng lượng bức xạ tới bề mặt thứ nhất của dung dịch;

I_2 là năng lượng bức xạ khi ra khỏi bề mặt thứ hai của dung dịch.

(100 T là độ truyền quang tính theo phần trăm)

TCVN 6333:2010

3.2

Hệ số truyền quang T_s (transmittancy)

Hệ số truyền quang của dung dịch, T_s , được tính theo công thức:

$$T_s = \frac{T_{s0n}}{T_{s0v}}$$

Trong đó:

T_{s0n} là độ truyền quang của cuvet chứa dung dịch;

T_{s0v} là độ truyền quang của cùng loại cuvet hoặc cuvet kép chứa dung môi tinh khiết.

3.3

Hệ số hấp thụ (hệ số tắt) [absorbancy (extinction)]

Hệ số hấp thụ của dung dịch, A_s , được tính theo công thức:

$$A_s = -\log_{10} T_s$$

3.4

Chỉ số hấp thụ (chỉ số tắt) [absorbancy index (extinction index)]

Chỉ số hấp thụ của dung dịch, a_s , được tính theo công thức:

$$a_s = \frac{A_s}{b \times c}$$

Trong đó

b là chiều dài của lớp dung dịch mà ánh sáng đi qua, tính bằng centimet (cm);

c là nồng độ của dung dịch đường, tính bằng gam trên mililit (g/ml).

3.5

Độ màu ICUMSA (ICUMSA colour)

Giá trị của chỉ số hấp thụ nhân với 1 000 được gọi là độ màu ICUMSA, tính theo đơn vị ICUMSA ở pH 7,0 ($IU_{7,0}$).

4 Nguyên tắc

Dung dịch đường có pH 7,0 được chuẩn bị bằng cách hoà tan đường trong dung dịch đệm.

Dung dịch này được lọc qua bộ lọc màng để loại bỏ phần đục. Hệ số hấp thụ của dung dịch lọc được đo ở bước sóng 420 nm và từ đó tính độ màu của dung dịch đường.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO VÀ CHÚ Ý VỀ AN TOÀN – Những người sử dụng phương pháp này cần tuân thủ quy định quốc gia về an toàn và sức khoẻ trước khi tiếp xúc với các thuốc thử này.

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Dung dịch triethanolamin (TEA), nồng độ khoảng 0,1 mol/l

Hoà tan 7,460 g triethanolamin dạng lỏng bằng nước trong bình định mức 500 ml, sau đó thêm nước đến vạch.

5.2 Dung dịch axit clohydric, nồng độ khoảng 0,1 mol/l

Dùng pipet lấy cẩn thận 8,9 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho = 1,18$ g/ml) cho vào bình định mức 1 lít có chứa sẵn khoảng ba phần tư nước và lắc đều, xoay bình để trộn đều rồi thêm nước đến vạch. Cách khác, sử dụng dung dịch axit clohydric 0,1 mol/l có bán sẵn.

5.3 Dung dịch đệm triethanolamin/ axit clohydric (đệm TEA/HCl)

Chuyển 500 ml dung dịch triethanolamin (5.1) vào cốc có mỏ 1 lít có điện cực pH được nhúng chìm, vừa khuấy vừa chỉnh pH của dung dịch đến 7,0 bằng dung dịch axit clohydric (5.2). Cần dùng khoảng 420 ml dung dịch HCl để có được thể tích cuối cùng của dung dịch đệm TEA/HCl là 920 ml.

Chuẩn bị dung dịch đệm một ngày trước khi sử dụng và bảo quản trong tủ lạnh ở nhiệt độ khoảng 4 °C. Để dung dịch ổn định ở nhiệt độ phòng trước khi sử dụng. Đo pH của dung dịch đệm trước khi sử dụng và chỉnh pH đến 7,0 bằng dung dịch HCl (5.2) hoặc dung dịch triethanolamin (dung dịch này rất ít khi được sử dụng), nếu cần.

CHÚ THÍCH: Khi được bảo quản ở nhiệt độ 4 °C, dung dịch đệm có thể bền được 1 tuần.

5.4 Chất trợ lọc, để dùng cho đường dạng bột có chứa chất chống vón cục.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Thiết bị

Có thể sử dụng máy đo quang phổ hoặc máy đo màu để đo độ truyền ánh sáng ở bước sóng 420 nm với độ rộng băng sóng nhỏ nhất, ví dụ ± 10 nm. Thiết bị này cần được gắn với bộ đơn sắc bằng lăng kính, cách tử hoặc kính lọc giao thoa.

TCVN 6333:2010

6.2 Cuvet quang

Nên dùng cuvet có chiều dài quang ít nhất là 4 cm. Tốt nhất là dùng cuvet có chiều dài quang 10 cm hoặc lớn hơn để đo các loại đường trắng có độ màu thấp. Có thể dùng cuvet thứ hai hoặc cuvet đối chứng với điều kiện là khi kiểm tra bằng nước cất cho thấy hai cuvet này chỉ sai khác nhau trong khoảng 0,2 %.

6.3 Bộ lọc màng, bằng xenluloza nitrat, cỡ lỗ 0,45 μm , đường kính 50 mm.

CHÚ THÍCH: Cỡ lỗ được xác định bằng thử nghiệm "điểm sùi tăm".

6.4 Giá đỡ bộ lọc màng, tốt nhất là được gắn với giá đỡ bằng thép không gỉ.

6.5 Tủ sấy chân không, bình hút ẩm chân không hoặc bể siêu âm, để đuổi khí ra khỏi dung dịch đường đã lọc.

6.6 Máy đo khúc xạ.

6.7 Cân phòng thí nghiệm, có thể đọc được đến 0,1 g.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu

Trộn kỹ mẫu. Cân 50,0 g \pm 0,1 g mẫu cho vào bình nón 250 ml, thêm 50,0 g \pm 0,1 g dung dịch đệm TEA/HCl (5.3) và hoà tan đường bằng cách xoay bình ở nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH: Đối với đường dạng bột có chứa chất chống vón cục, thì thêm 0,2 g chất trợ lọc (5.4) và trộn kỹ trước khi lọc.

Lọc dung dịch mẫu qua bộ lọc màng (6.3) cho vào bình nón khô, sạch trong điều kiện chân không.

Dịch lọc được đuổi khí 1 h ở nhiệt độ phòng trong tủ sấy chân không hoặc bình hút ẩm chân không. Có thể đuổi khí bằng cách ngâm bình nón có chứa dung dịch đường vào bể siêu âm khoảng 3 min.

Đo hàm lượng chất khô của dung dịch (RDS) bằng máy đo khúc xạ, chính xác đến \pm 0,1 g/100 g, theo phương pháp ICUMSA^[5] như trong phương pháp GS4-13 *Determination of Refractometric Dry Substance (RDS %) of Molasses and Very Pure Syrups (Liquid Sugars) [Xác định hàm lượng chất khô (% RDS) của rỉ mật và xirô có độ tinh khiết rất cao (đường dạng lỏng)]* bằng máy đo khúc xạ.

7.2 Đo màu

Cài đặt thiết bị đo màu (6.1) theo hướng dẫn của nhà sản xuất và chỉnh bước sóng đến 420 nm. Tráng cuvet đo bằng dung dịch đường, sau đó cho dung dịch đường vào đáy cuvet. Xác định hệ số hấp thụ

(A_s hoặc $-\log_{10}T_s$) của dung dịch, sử dụng dung dịch đệm TEA/HCl đã loại khí và đã lọc như chuẩn đối chứng để hiệu chỉnh về không.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính toán

Tính nồng độ chất rắn của dung dịch mẫu, c , từ chất khô đo được trong 7.1. Để tính nồng độ của dung dịch đệm TEA/HCl trong dung dịch thử, lấy RDS đo được nhân với hệ số 0,989 và cho kết quả "RDS đã hiệu chỉnh" ^[6].

Sử dụng RDS đã hiệu chỉnh để tra khối lượng riêng, ρ , tính bằng kilogam trên mét khối (kg/m^3), của dung dịch thử từ Bảng 1 bằng phương pháp nội suy, Bảng ICUMSA tương ứng trong SPS-4 hoặc bằng công thức có liên quan ^[7]. Nồng độ của dung dịch thử tính bằng gam trên mililit (g/ml), được tính theo công thức sau:

$$c = \frac{(\text{RDS đã hiệu chỉnh}) \times \rho}{10^5}$$

Bảng 1

% RDS	Khối lượng riêng, kg/m^3
47	1213,3
48	1218,7
49	1224,2
50	1229,7
51	1235,2
52	1240,7
53	1246,3

Từ định nghĩa nêu trong 3.5, độ màu ICUMSA, tính theo $IU_{7,0}$, theo công thức sau đây:

$$\frac{1\ 000 \times A_s}{b \times c} = \frac{10^6 \times A_s}{b \times (\text{RDS đã hiệu chỉnh}) \times \rho}$$

Biểu thị kết quả đến số nguyên gần nhất.

CHÚ THÍCH 1: Khi dùng các Bảng SPS-4 thì sử dụng các dữ liệu để tính tỉ số của khối lượng và thể tích dung dịch thử (m/V), không sử dụng dữ liệu để tính ρ . Tuy nhiên, sai số khi sử dụng dữ liệu để tính ρ chỉ ở mức 0,1 %.

TCVN 6333:2010

CHÚ THÍCH 2: Việc lựa chọn phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này hoặc TCVN 8462:2010 (GS 2/3-10:2005) Đường – Xác định độ màu của dung dịch đường trắng hoặc GS 1/3-7 Determination of the Solution Colour of Raw Sugars, Brown Sugars and Coloured Syrups at pH 7.0 (Xác định độ màu của dung dịch đường thô, đường nâu và xi rô có màu ở pH 7,0) cần được nêu trong báo cáo kết quả.

8.2 Độ chụm

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA đến 50 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện lặp lại, không được lớn hơn 3 IU_{7,0}^[9].

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA đến 50 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện tái lập, không được lớn hơn 7 IU_{7,0}^[9].

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA từ 50 IU_{7,0} đến 200 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện lặp lại, không được lớn hơn 9 IU_{7,0}^[9].

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA từ 50 IU_{7,0} đến 200 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện tái lập, không được lớn hơn 22 IU_{7,0}^[9].

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA từ 200 IU_{7,0} đến 600 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện lặp lại, không được lớn hơn 44 IU_{7,0}^[9].

Đối với các loại đường có các giá trị độ màu ICUMSA từ 200 IU_{7,0} đến 600 IU_{7,0}, thì chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được dưới các điều kiện tái lập, không được lớn hơn 109 IU_{7,0}^[9].

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Proc. Interim 24 th session ICUMSA, 2004, 92
 - [2] Proc. 20th Sesssion ICUMSA, 1990, 49
 - [3] Schneider F, ed. (1979): Sugar Analysis: ICUMSA Methods, 125-126
 - [4] Millipore Laboratory Catalogue (1991): Millipore Intertech, Bedford, **Mass**, 9
 - [5] Schneider F, ed (1979): Sugar Analysis: ICUMSA Methods, 120-121
 - [6] Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 380
 - [7] Proc. 28th Session ICUMSA, 1990, 267-268
 - [8] Ibid, 38 – 45
 - [9] Proc. Interim 24 th Session ICUMSA, 2004, 55-58
-