TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4071 : 2009

Xuất bản lần 2

KẸO – XÁC ĐỊNH TRO KHÔNG TAN TRONG AXIT CLOHYDRIC

Candy – Determination of insoluble ash in hydrochloric acid

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4071 : 2009 thay thế TCVN 4071 : 1985;

TCVN 4071 : 2009 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.

Kẹo – Xác định tro không tan trong axit clohydric

Candy – Determination of insoluble ash in hydrochloric acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro không tan trong axit clohydric trong các sản phẩm kẹo.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4067 : 1985, *Kẹo – Phương pháp lấy mẫu.*

3 Nguyên tắc

Mẫu thử được nung ở nhiệt độ khoảng 525 °C, hoà tan tro thu được trong axit clohydric loãng (dung dịch axit clohydric 10 %) và tách riêng các chất khoáng không tan được trong axit clohydric loãng.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng là nước đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

4.1 Axit clohydric (HCl), dung dịch 10 % khối lượng.

4.2 Bạc nitrat ($AgNO_3$), dung dịch 10 % khối lượng.

4.3 Dầu ô liu.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Bếp điện.

5.3 Chén nung, bằng platin hoặc thạch anh, dung tích 50 ml đến 100 ml.

5.4 Lò nung, điều chỉnh được nhiệt độ ở 525 °C ± 25 °C.

5.5 Cốc thuỷ tinh, dung tích 250 ml.

5.6 Giấy lọc định lượng, không tro.

5.7 Nồi cách thuỷ.

5.8 Bình hút ẩm.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Tiến hành lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4067 : 1985.

7 Cách tiến hành

Cân khoảng 5 g đến 10 g phần mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg cho vào chén nung (5.3) đã được nung và cân đến khối lượng không đổi. Đun chén đựng mẫu ở nhiệt độ 100 °C trên ngọn lửa hoặc dưới đèn hồng ngoại cho đến khô. Thêm vài giọt dầu ô liu (4.3) vào chén đựng mẫu và gia nhiệt từ từ cho đến khi ngừng sủi bọt.

Đưa chén đựng mẫu vào lò nung (5.4) đặt ở nhiệt độ khoảng 525 °C và nung cho đến khi thu được tro màu trắng. Làm ẩm tro bằng nước, sau đó làm khô trên nồi cách thuỷ (5.7), sấy khô trên bếp điện (5.2), rồi nung lại mẫu trong lò nung (5.4) ở nhiệt độ 525 °C trong khoảng 30 min. Lấy chén nung ra, để chén nguội đến nhiệt độ phòng.

Hoà tan tro thu được bằng 30 ml dung dịch axit clohydric 10 % (4.1), chuyển toàn bộ dung dịch vào cốc thuỷ tinh (5.6) rồi đun trên nồi cách thuỷ (5.7) trong 30 min. Lọc dung dịch qua giấy lọc (5.6) sau đó rửa cặn thu được bằng nước nóng cho đến khi không còn phát hiện được ion clo trong dịch chảy từ phễu [kiểm tra bằng dung dịch bạc nitrat (4.2)].

Chuyển giấy lọc cùng với cặn vào chén nung (5.3) đã được nung và cân đến khối lượng không đổi. Đem than hoá hoàn toàn trên bếp điện (5.2). Sau đó đưa chén đựng mẫu vào lò nung (5.4) đặt ở nhiệt độ

khoảng 525 °C và nung cho đến khi thu được tro màu trắng. Lấy chén nung ra, để chén nguội trong bình hút ẩm (5.8) đến nhiệt độ phòng rồi cân, chính xác đến 0,1 mg.

Làm ẩm tro bằng nước, sau đó làm khô trên nồi cách thuỷ (5.7), sấy khô trên bếp điện (5.2), rồi nung lại mẫu trong lò nung (5.4) ở nhiệt độ 525 °C trong khoảng 30 min. Lấy chén nung ra, để chén nguội trong bình hút ẩm (5.8) đến nhiệt độ phòng rồi cân, chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại quá trình này đến khi thu được khối lượng không đổi (chênh lệch kết quả của 2 lần cân liên tiếp không lớn hơn 0,3 mg).

8 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng tro không tan trong dung dịch axit clohydric 10 %, X, biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng chén nung và tro không tan trong axit clohydric, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng chén nung, tính bằng gam (g);

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định đồng thời là ± 0,01 %. Lấy kết quả chính xác đến 0,01 %.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] AOAC Official Method 900.02 *Ash of Sugars and Syrups.*