

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4069 : 2009

Xuất bản lần 2

KẸO – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM

Candy – Determination of moisture content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4069 : 2009 thay thế TCVN 4069 : 1985;

TCVN 4069 : 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 độ ẩm

Candy – Determination of moisture content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định ba phương pháp xác định độ ẩm trong các sản phẩm kẹo.

- a) Phương pháp I: Sấy ở áp suất thường đến khối lượng không đổi (phương pháp trọng tài).
- b) Phương pháp II: Sấy chân không đến khối lượng không đổi.
- c) Phương pháp III: Chưng cất với dung môi hữu cơ.

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 Phương pháp I: Sấy ở áp suất thường đến khối lượng không đổi (phương pháp chuẩn)

3.1 Nguyên tắc

Sấy mẫu trong tủ sấy ở áp suất không khí, nhiệt độ 105 °C và cân đến khối lượng không đổi.

3.2 Vật liệu thử

3.2.1 Cát, đã xử lý.

Đổ cát qua rây có đường kính lỗ rây từ 4 mm đến 5 mm. Rửa qua bằng nước, sau đó rửa bằng axit clohydric (dung dịch 1 : 1), bằng cách đổ axit vào cát rồi khuấy. Sau khoảng 1 h rửa lại cát bằng nước cho

TCVN 4069 : 2009

tới khi hết axit, rồi rửa tiếp bằng nước cất, sấy khô và cho qua rây có đường kính lỗ từ 1 mm đến 1,5 mm, sau đó đem nung ở lò nung để loại bỏ tạp chất hữu cơ. Giữ cát trong hộp hoặc trong lọ đậy kín.

3.3 Thiết bị, dụng cụ

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

3.3.1 Tủ sấy, duy trì được nhiệt độ ở 105 °C.

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

3.3.3 Hộp sấy mẫu, đường kính từ 3 cm đến 5 cm, cao 2 cm.

3.3.4 Bình hút ẩm.

3.3.5 Đũa thủy tinh.

3.4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

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

3.5 Cách tiến hành

Cân khoảng 5 g đến 7 g mẫu, chính xác đến 1 mg vào hộp sấy (3.3.3) chứa khoảng 10 g đến 15 g cát (3.2.1) và một đũa thủy tinh (3.3.5) đã được sấy ở 105 °C đến khối lượng không đổi. Trộn đều mẫu với cát (3.2.1) sau đó đem sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 3 h. Lấy hộp chứa mẫu ra, đậy nắp lại và làm nguội trong bình hút ẩm (3.3.4) trong 30 min và đem cân. Tiếp tục sấy và cân cho đến khi thu được khối lượng không đổi (chênh lệch kết quả của hai lần cân liên tiếp không lớn hơn 2 mg), thời gian mỗi lần sấy tiếp theo là 30 min.

3.6 Tính và biểu thị kết quả

Độ ẩm của mẫu thử, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (1)$$

trong đó:

m_1 là khối lượng hộp và mẫu trước khi sấy, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng hộp và mẫu sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

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

4 Phương pháp II: Sấy chân không đến khối lượng không đổi

4.1 Nguyên tắc

Sấy mẫu trong tủ sấy ở nhiệt độ không quá 70 °C, áp suất chân không và cân cho đến khi thu được khối lượng không đổi.

4.2 Vật liệu thử

4.2.1 Chất hút ẩm, ví dụ canxi sulfat (CaSO_4) khan hoặc phospho pentoxit (P_2O_5) khan, hoặc chất hút ẩm thích hợp khác.

4.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.3.1 Tủ sấy chân không, duy trì được nhiệt độ ở 50 °C đến 80 °C và áp suất không quá 6,7 kPa (50 mmHg).

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

4.3.3 Đĩa đáy phẳng, bằng niken hoặc platin hoặc nhôm, có tay cầm.

4.3.4 Bình hút ẩm.

4.4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

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

4.5 Cách tiến hành

Cân từ 2 g đến 5 g mẫu khô, chính xác đến 1 mg, cho vào đĩa (4.3.3). Cân đĩa chứa mẫu và tiến hành sấy trong tủ sấy (4.3.1) 2 h ở nhiệt độ không quá 70 °C (tốt nhất 60 °C), dưới áp suất không quá 6,7 kPa (50 mmHg). Trong quá trình sấy, cho dòng không khí [đã được làm khô bằng cách cho qua chất hút ẩm (4.2.1)] đi qua để loại bỏ hơi nước. Lấy đĩa chứa mẫu ra, đậy nắp lại và làm nguội trong bình hút ẩm (4.3.4) và đem cân. Tiếp tục sấy và cân cho đến khi thu được khối lượng không đổi (chênh lệch kết quả của 2 lần cân liên tiếp không lớn hơn 2 mg), thời gian mỗi lần sấy tiếp theo là 1 h.

4.6 Tính và biểu thị kết quả

Độ ẩm của mẫu thử, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

TCVN 4069 : 2009

trong đó:

m_1 là khối lượng đĩa và mẫu trước khi sấy, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng đĩa và mẫu sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

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

5 Phương pháp III: Chưng cất với dung môi hữu cơ

5.1 Nguyên tắc

Chưng cất mẫu thử với dung môi hữu cơ và xác định lượng nước được lôi cuốn theo dung môi.

5.2 Thuốc thử

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

5.2.1 Toluene hoặc xylen, đã loại ẩm.

5.3 Thiết bị, dụng cụ

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

5.3.1 Thiết bị Dean-Stark, được trang bị bình chưng cất dung tích 500 ml (xem Hình 1).

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

5.3.3 Chén cân.

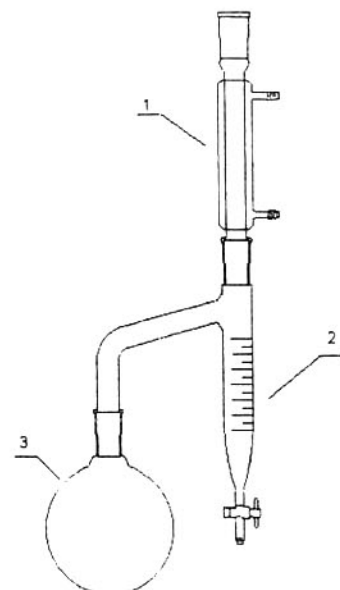
5.3.4 Đũa thủy tinh.

5.4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

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

5.5 Cách tiến hành

Cân khoảng 10 g đến 15 g mẫu, chính xác đến 1 mg cho vào bình chưng cất khô, sạch của thiết bị Dean-Stark (5.3.1) có chứa toluene hoặc xylen (5.2.1), thêm toluene hoặc xylen (5.2.1) vào bình đến khoảng 200 ml, lắp bộ chưng cất và tiến hành chưng cất. Toluene (hoặc xylen) bốc hơi cuốn theo nước và



- 1 – Ống sinh hàn
- 2 – Ống tách nước (có khắc vạch)
- 3 – Bình chưng cất

Hình 1 – Thiết bị Dean-Stark

ngưng tụ trong ống tách nước có khắc vạch. Lúc đầu cất với tốc độ chậm, sau đó tăng dần, tiếp tục chưng cất cho đến khi thể tích nước trong ống tách nước không đổi (khoảng 3 h). Nếu có những giọt nước dính trên ống sinh hàn thì dùng đĩa thủy tinh (5.3.4) đẩy xuống hoặc dùng toluen hoặc xylen (5.2.1) rửa xuống. Để nguội đến nhiệt độ phòng và đọc thể tích trong ống.

5.6 Tính và biểu thị kết quả

Độ ẩm của mẫu thử, X_3 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức:

$$X_3 = \frac{V_1 \times d}{m} \times 100 \quad (3)$$

trong đó:

- V_1 thể tích nước có trong ống tách nước có khắc vạch, tính bằng mililit (ml);
- d khối lượng riêng của nước, phụ thuộc vào nhiệt độ, tra theo Phụ lục A, tính bằng gam trên mililit (g/ml);
- m là khối lượng mẫu, tính bằng gam (g).

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

6 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.

Phụ lục A

(Quy định)

Bảng tra khối lượng riêng của nước theo nhiệt độ

Bảng A.1 – Bảng tra khối lượng riêng của nước theo nhiệt độ

Nhiệt độ, °C	Khối lượng riêng, g/ml	Nhiệt độ, °C	Khối lượng riêng, g/ml	Nhiệt độ, °C	Khối lượng riêng, g/ml
15,5	0,999023	20,5	0,998099	25,5	0,996914
16,0	0,998943	21,0	0,997992	26,0	0,996783
16,5	0,998860	21,5	0,997882	26,5	0,996649
17,0	0,998774	22,0	0,997770	27,0	0,996512
17,5	0,998686	22,5	0,997655	27,5	0,996373
18,0	0,998595	23,0	0,997538	28,0	0,996232
18,5	0,998501	23,5	0,997418	28,5	0,996089
19,0	0,998405	24,0	0,997296	29,0	0,995944
19,5	0,998305	24,5	0,997171	29,5	0,995796
20,0	0,998203	25,0	0,997044	30,0	0,995646

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC Official Method 925.45 *Moisture in Sugars*.
-