

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4073 : 2009

Xuất bản lần 2

KẸO – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG AXIT

Candy – Determination of acid content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4073 : 2009 thay thế TCVN 4073 : 1985;

TCVN 4073 : 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 hàm lượng axit

Candy – Determination of acid content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng axit trong các sản phẩm kẹo:

- a) Phương pháp dùng máy đo pH;
- b) Phương pháp dùng chỉ thị phenolphtalein.

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 dùng chỉ thị phenolphtalein

3.1 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được hoà tan trong nước ấm, sau đó dùng dung dịch natri hydroxit 0,1 M để trung hoà lượng axit có trong mẫu thử với chỉ thị phenolphtalein.

3.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

TCVN 4073 : 2009

3.2.1 Phenolphthalein, dung dịch 1 % trong rượu 60°.

3.2.2 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 0,1 M.

Cân 4 g natri hydroxit (NaOH) cho vào bình định mức 1 000 ml (3.3.2), hoà tan bằng nước sôi để nguội và thêm nước đến 1 000 ml. Xác định nồng độ chính xác của dung dịch NaOH như sau:

Cân khoảng 0,5 g kali biphtalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$, đã được sấy trước 2 h ở $103\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, sau đó để nguội trong bình hút ẩm) chính xác đến 0,1 mg và cho vào cốc (3.3.4). Hoà tan lượng kali biphtalat nói trên bằng 80 ml đến 100 ml nước, thêm 3 giọt chỉ thị phenolphthalein (3.2.1), chuẩn độ bằng dung dịch NaOH đã pha và đã để qua đêm, kết thúc chuẩn độ khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền trong 30 s.

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

3.3.2 Bình định mức, dung tích 250 và 1 000 ml.

3.3.3 Bông vải.

3.3.4 Cốc thủy tinh hoặc bình nón, dung tích 250 ml.

3.3.5 Pipet, dung tích 25 ml.

3.3.6 Phễu lọc thủy tinh.

3.3.7 Buret, dung tích 10 ml.

3.3.8 Microburet, dung tích 2 ml.

3.3.9 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 10 g đến 20 g mẫu thử chính xác đến 0,1 mg, cho vào cốc (3.3.4), thêm 100 ml nước ấm ở nhiệt độ 60 °C đến 70 °C. Dùng đũa (3.3.9) khuấy cho tan mẫu. Rót dung dịch vào bình định mức 250 ml (3.3.2), dùng nước tráng rửa cốc để chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức và thêm nước gần đến vạch. Để nguội đến nhiệt độ phòng sau đó thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua bông vải (3.3.3) vào bình nón (3.3.4) khô, sạch. Tráng bỏ phần dịch lọc đầu tiên. Lấy chính xác 25 ml

dịch lọc (nếu kẹo màu đậm có thể lấy một thể tích dịch lọc ít hơn để dễ nhận màu) cho vào bình nón (3.3.4), thêm 100 ml nước và ba giọt chỉ thị màu phenolphthalein (3.2.1), sau đó chuẩn độ bằng dung dịch NaOH (3.2.2) đến màu hồng bền trong 30 s, sử dụng buret (3.3.7) và microburet (3.3.8).

3.6 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng axit có trong mẫu thử, X_1 , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính được theo công thức sau đây:

$$X_1 = \frac{C_M \times M \times V_1 \times V_2}{1000 \times m \times V} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

C_M là nồng độ mol của dung dịch natri hydroxit, tính bằng mol trên lít (mol/l) (ở đây $C_M = 0,1$ mol/l);

M là khối lượng của axit tương ứng với 1 mol NaOH, tính bằng gam trên mol (với axit xitric thì $M = 64$ g/mol);

V_1 là dung tích bình định mức, tính bằng mililit (ml) (ở đây $V_1 = 250$ ml);

V_2 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích dịch lọc lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ mililit sang lít.

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

CHÚ THÍCH: Nồng độ chính xác của dung dịch natri hydroxit, C_M , biểu thị bằng mol trên lít, tính theo công thức sau đây:

$$C_M = \frac{m \times 1000}{V \times 204,23} \quad (2)$$

trong đó

m là khối lượng kali biphtalat, tính bằng gam (g);

V là thể tích dung dịch natri hydroxit (NaOH) dùng để chuẩn độ (xem 3.2.2), tính bằng mililit (ml);

204,23 là khối lượng mol của kali biphtalat, tính bằng gam trên mol (g/mol).

4 Phương pháp dùng máy đo pH

4.1 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được hoà tan bằng nước không chứa cacbon dioxit, sau đó được chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,05 M (4.2.1), kết thúc chuẩn độ ở pH 8,5, sử dụng máy đo pH.

4.2 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, đã loại cacbon dioxit (CO₂), trừ khi có quy định khác.

4.2.1 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 0,05 M.

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 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

4.3.2 Máy khuấy từ.

4.3.3 Máy đo pH, có điện cực.

4.3.4 Buret.

4.4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4067 : 1985.

4.5 Cách tiến hành

Hoà tan 10 g phần mẫu thử vào 75 ml nước không chứa cacbon dioxit trong cốc có mỏ (4.3.1). Dùng máy khuấy từ (4.3.2) để khuấy, nhúng điện cực của máy đo pH (4.3.3) vào dung dịch, ghi lại giá trị pH. Chuẩn độ bằng dung dịch NaOH (4.2.1) với tốc độ 5,0 ml/min đến pH 8,5.

Tiến hành phép thử trắng đồng thời với phép xác định nhưng thay mẫu thử bằng nước cất.

4.6 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng axit có trong mẫu thử, X_2 , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính được theo công thức sau đây:

$$X_2 = \frac{C_M \times M \times (V_2 - V_0)}{1000 \times m} \times 100 \quad (3)$$

trong đó

- C_M là nồng độ mol của dung dịch natri hydroxit, tính bằng mol trên lít (ở đây $C_M = 0,05 \text{ mol/l}$);
- M là khối lượng của axit tương ứng với 1 mol NaOH, tính bằng gam trên mol (với axit xitric thì $M = 64 \text{ g/mol}$);
- V_2 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit (ml);
- V_0 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);
- 1000 là hệ số chuyển đổi từ mililit sang lít.

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

CHÚ THÍCH: Nồng độ chính xác của dung dịch natri hydroxit, C_M , tính theo công thức (2) (xem 3.7).

5 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 962.19 *Acidity (Free, Lactone, and Total) of Honey. Titrimetric Method.*
