

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5563:2009**

Xuất bản lần 2

**BIA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CACBON DIOXIT**

*Beer – Determination of carbon dioxide*

**HÀ NỘI – 2009**

**Lời nói đầu**

TCVN 5563:2009 thay thế TCVN 5563:1991;

TCVN 5563:2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9  
Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề  
nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Bia – Xác định hàm lượng cacbon dioxit**

*Beer – Determination of carbon dioxide*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng cacbon dioxit trong bia hơi, bia hộp và bia chai bằng chuẩn độ và phương pháp xác định hàm lượng cacbon dioxit trong bia hộp và bia chai bằng phương pháp đo áp.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. 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.

TCVN 5519:1991, Bia – Quy tắc nghiệm thu và phương pháp lấy mẫu.

### **3 Phương pháp chuẩn độ**

#### **3.1 Nguyên tắc**

Phương pháp dựa vào phản ứng của cacbon dioxit ( $\text{CO}_2$ ) có trong bia với một thể tích natri hydroxit dư tạo thành muối natri cacbonat. Dùng axit sulfuric chuẩn lượng muối natri cacbonat này, từ đó tính ra hàm lượng cacbon dioxit có trong bia.

#### **3.2 Thuốc thử**

Thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất không chứa cacbon dioxit.

## **TCVN 5563:2009**

### **3.2.1 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 2 N không chứa CO<sub>2</sub>**

Hoà tan 80 g natri hydroxit trong nước cất không chứa CO<sub>2</sub> và thêm nước đến vừa đủ 1 000 ml, để lắng trong một tuần rồi lọc dung dịch.

### **3.2.2 Axit sulfuric, dung dịch 0,1 N.**

### **3.2.3 Metyl da cam, dung dịch 0,1 %.**

## **3.3 Dụng cụ**

**3.3.1** Bình nón, dung tích 500 ml có vạch mức 200 ml và 250 ml, có nút mài.

**3.3.2** Buret, dung tích 25 ml.

**3.3.3** Pipet, dung tích 10 ml.

**3.3.4** Ống đong hình trụ, dung tích 250 ml và 500 ml.

**3.3.5** Ống cao su, dài 35 cm.

## **3.4 Chuẩn bị mẫu**

### **3.4.1 Chuẩn bị mẫu thử từ bia hơi**

Chuẩn bị hai ống đong hình trụ dung tích 250 ml (3.3.4), có nút đậy. Rót vào mỗi ống 20 ml dung dịch natri hydroxit 2 N (3.2.1). Dùng một ống hút bằng cao su dài 30 cm đường kính 1 cm có gắn một đoạn ống thuỷ tinh 1 cm đến 2 cm, để ống hút ngược lên rồi từ từ mở van thùng bia. Để bia chảy ra cho đến khi bia trong ống hút không còn bọt nữa thì đưa nhanh ống hút vào miệng ống đong và cho đầy đến vạch 220 ml (thể tích mẫu lấy khoảng 200 ml) sau đó đậy nút ống đong lại, lắc đều khoảng từ 5 min đến 10 min. Đọc chính xác tổng thể tích mẫu và natri hydroxit ( $V_B$ ).

### **3.4.2 Chuẩn bị mẫu từ bia chai**

Giữ chai mẫu trong tủ lạnh một ngày đêm hoặc trong bể nước đá trong một giờ. Chuẩn bị hai bình nón có nút dung tích 500 ml (3.3.1) đã sơ bộ đánh dấu mức thể tích khoảng 200 ml và 250 ml. Rót vào mỗi bình 20 ml dung dịch natri hydroxit 2 N (3.2.1). Cẩn thận mở nút của hai chai mẫu và rót nhanh mẫu từ mỗi chai vào từng bình nón đến khoảng 200 ml và không được quá 250 ml. Đậy nút bình lại, lắc đều khoảng 5 min đến 10 min. Để yên và rót toàn bộ thể tích mẫu và natri hydroxit vào ống đong rồi đọc chính xác thể tích này ( $V_B$ ) (không tính phần bọt).

Nếu không có tủ lạnh hoặc điều kiện làm lạnh bia, chuẩn bị mẫu từ bia chai như sau: rửa sạch phía ngoài chai mẫu và tráng rửa bằng nước cất. Dùng dây buộc chặt ống cao su (3.3.5) vào cổ chai. Dùng ống đong rót vào ống cao su 25 ml dung dịch natri hydroxit 2 N (3.2.1) đối với chai bia 0,33 l hoặc 40 ml đối với chai bia 0,5 l. Dùng dây buộc chặt đầu ống cao su còn lại, mở nút chai để bia tác dụng với natri hydroxit. Đốc chai mẫu lên xuống vài lần cho bia tác dụng hết với natri hydroxit. Sau đó để toàn bộ thể tích bia đã kiểm hoá vào ống đong rồi đọc chính xác thể tích này ( $V_B$ ) (trừ phần bọt).

### 3.5 Cách tiến hành

Dùng pipet (3.3.3) lấy 10 ml mẫu đã được chuẩn bị theo 3.4 vào bình nón dung tích 250 ml (3.3.1). Thêm 50 ml nước cất và 1 giọt đến 3 giọt phenolphthalein. Để loại lượng natri hydroxit dư trong mẫu, dùng buret (3.3.2) nhỏ từ từ dung dịch axit sulfuric 0,1 N (3.2.2) vào bình nón cho đến khi mất màu hồng. Không tính lượng axit sulfuric đã tiêu tốn này. Thêm vào bình nón 1 giọt đến 3 giọt metyl da cam (3.2.3), dung dịch sẽ có màu vàng. Tiếp tục chuẩn độ bằng axit sulfuric 0,1 N (3.2.2) cho đến khi dung dịch trong bình nón chuyển màu da cam.

Đọc thể tích axit sulfuric đã tiêu tốn khi chuẩn độ.

Đồng thời tiến hành phân tích tương tự như mẫu thử đối với mẫu trắng bằng cách hút 10 ml mẫu đã loại  $\text{CO}_2$  cho vào bình nón, thêm 1 ml dung dịch natri hydroxit 2 N (3.2.1) và 50 ml nước cất.

### 3.6 Tính kết quả

Hàm lượng carbon dioxit có trong mẫu biểu thị bằng g/l tính theo công thức:

$$X = \frac{0,0044 \times V_B \times (V_1 - V_2) \times 1000}{V_A \times V_C}$$

trong đó:

0,0044 là số gam carbon dioxit tương ứng với 1 ml dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 0,1 N;

$V_A$  là thể tích mẫu lấy để kiểm hoá, tính bằng mililit ( $V_A = V_B - 20$ );

$V_B$  là thể tích bia đã kiểm hoá, tính bằng mililit;

$V_C$  là thể tích bia đã kiểm hoá lấy để phân tích, tính bằng mililit;

$V_1$  là thể tích  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N đã tiêu tốn khi chuẩn bị mẫu trắng, tính bằng mililit;

1000 là hệ số tính chuyển ra lít.

## **TCVN 5563:2009**

Lấy kết quả là trung bình của các kết quả xác định, sai lệch cho phép không được quá 0,1 g/l.

Kết quả cuối cùng được làm tròn đến số thập phân thứ nhất.

### **4 Phương pháp đo áp**

#### **4.1 Thuốc thử**

4.1.1 Nước được sử dụng phải là nước cất không chứa cacbon dioxit.

4.1.2 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 15 %.

#### **4.2 Thiết bị, dụng cụ**

##### **4.2.1 Dụng cụ đâm thủng<sup>1)</sup>**

- Loại dùng cho bia chai: gồm có bộ phận làm kín khí và đai xiết để chỉnh độ khít phía trên và ống rỗng được nối với đồng hồ đo áp lực và van xả. Thường xuyên kiểm tra đồng hồ đo áp lực.
- Loại dùng cho bia hộp: gồm có khung kim loại để đặt hộp vào bên trong. Phía trên của thiết bị phần sẽ bị ép hoặc xiết xuống và được chốt trên đỉnh hộp, ống rỗng được bao quanh bằng cao su chịu nén, ống rỗng dẫn đến đồng hồ đo áp và van xả.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng một dụng cụ có thể điều chỉnh được để dùng cho cả hai loại chai và hộp.

##### **4.2.2 Buret hấp thụ**

Gồm có ống chia độ (xem Hình 1), các ống dung tích từ 0 ml đến 5 ml: được chia vạch 0,05 ml; các ống dung tích từ 5 ml đến 15 ml: được chia vạch 0,1 ml, và các ống dung tích từ 15 ml đến 25 ml: được chia vạch 0,5 ml. Các ống này có bầu chứa 40 ml và có nút đậy tại mỗi đầu. Nối buret với van của dụng cụ đâm thủng và bầu cân bằng bằng ống nối cao su hoặc chất dẻo trong suốt chịu được kiểm.

4.2.3 **Bầu cân bằng**, dung tích 300 ml, có giá đỡ.

4.2.4 **Nồi cách thủy**, có thể duy trì nhiệt độ ở 25 °C.

#### **4.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

##### **4.3.1 Lấy mẫu**

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5519:1991.

<sup>1)</sup> Dụng cụ đâm xuyên có thể mua được ở Zahm và Nagel Co., 210 Vermont St, Holland, NY 14080, USA.

### 4.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Đưa mẫu bia về 25 °C bằng cách ngâm trong nồi cách thủy ở 25 °C (4.2.4). Nếu sản phẩm là bia chai thì tạo vạch mốc trên chai ở mức bia bên trong. Nếu sản phẩm là bia hộp thì cân hộp nguyên chưa mở.

### 4.4 Cách tiến hành

Đổ đầy dung dịch NaOH 15 % (4.1.2) vào bầu cân bằng và buret hấp thụ. Dùng nước hoặc dung dịch NaOH để đuổi hết không khí trong ống nối với dụng cụ đâm thủng và gắn dụng cụ đâm thủng vào nắp chai hoặc hộp. Chú ý không để không khí lọt vào trong hệ thống có thể đưa vào buret trong quá trình xác định.

Đóng van của dụng cụ đâm thủng, xuyên thủng nắp chai hoặc hộp bằng cách ấn ống thép rỗng xuống. Lắc chai hoặc hộp cho đến khi thu được giá trị áp suất tối đa không đổi thì ngừng và ghi lại áp suất hiện thị. Cẩn thận mở van trên dụng cụ đâm thủng và để hỗn hợp bọt khí chảy vào buret hấp thụ cho đến khi đồng hồ đo áp cho số đọc về không. Đóng van và lắc hoặc bịt đầu buret cho đến khi CO<sub>2</sub> được hấp thụ và thể tích khí trong buret đạt đến giá trị tối thiểu. Điều chỉnh chai thẳng bằng để cân bằng với áp suất thủy tĩnh và đọc thể tích "không khí trong khoang trên" chứa trong buret.

Nếu cần xác định "tổng lượng không khí", thì tiếp tục lắc chai hoặc hộp để giải phóng không khí chứa bên trong. Hấp thụ CO<sub>2</sub> giải phóng ra bằng cách xoay hoặc lắc buret. Tiếp tục lắc và hấp thụ CO<sub>2</sub> cho đến khi thể tích không khí hấp thụ trong buret không còn tăng tiếp. Thể tích cuối cùng của khí không hấp thụ có thể được coi là "hàm lượng không khí" hoặc "tổng lượng không khí" của chai hoặc hộp.

Tháo dụng cụ đâm thủng ra khỏi bao bì và lắp nhiệt kế để chắc chắn nhiệt độ là 25 °C. Xác định thể tích khoảng trống như sau:

#### – Đối với chai

Đổ đầy nước (4.1.1) vào chai và rót nước từ chai này vào ống chia vạch 100 ml cho đến khi mức chất lỏng trong chai bằng với vạch đã đánh dấu trên chai. Thể tích của chất lỏng đã rót ra là thể tích khoảng trống (V) tính bằng mililit.

#### – Đối với bia hộp

Cân hộp bia chưa mở, sau đó rót hết bia ra khỏi hộp và cân hộp rỗng. Lấy khối lượng của hộp bia chưa mở trừ đi hộp rỗng thu được khối lượng của bia. Chia khối lượng của bia cho khối lượng riêng của bia thu được thể tích bia trong hộp, tính bằng mililit.

Đổ đầy nước vào hộp và cân. Lấy khối lượng của hộp đựng đầy nước trừ đi khối lượng hộp rỗng thu được khối lượng nước. Chia khối lượng của nước cho khối lượng riêng của nước thu được thể tích của nước đựng đầy trong hộp, tính bằng mililit.

## TCVN 5563:2009

Lấy thể tích của nước đưng đầy trong hộp trừ đi thể tích của bia thu được thể tích của khoảng trống trong hộp trước khi mở ( $V$ ).

### 4.5 Tính kết quả

Tính hàm lượng  $\text{CO}_2$  theo phần trăm khối lượng và phần trăm thể tích như sau:

a) Hàm lượng  $\text{CO}_2$ ,  $a$ , tính theo phần trăm khối lượng

$$a = (P - V \times 14,7) \times 0,00965$$

trong đó

$P$  là áp suất tuyệt đối, tính bằng psi,  $P =$  áp suất đo + 14,7;

$V$  là thể tích không khí trong khoảng trống, tính bằng mililit;

14,7 là áp suất của một đơn vị thể tích khoảng trống, tính bằng psi trên mililit.

b) Hàm lượng  $\text{CO}_2$ ,  $b$ , tính theo phần trăm thể tích

$$b = a \times d/0,1976 = a \times d \times 5,0607$$

trong đó

$a$  là hàm lượng  $\text{CO}_2$ , tính theo phần trăm khối lượng;

$d$  là tỉ trọng của bia.

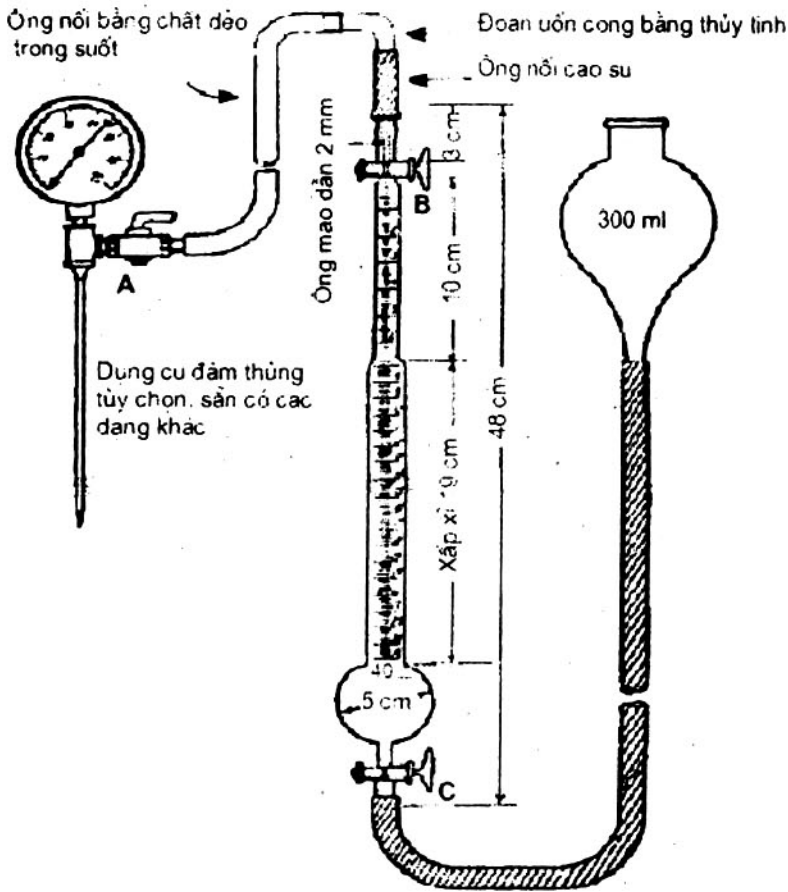
Ghi kết quả là phần trăm khối lượng  $\text{CO}_2$  đến hai chữ số thập phân và phần trăm thể tích  $\text{CO}_2$  đến một chữ số thập phân.

## 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 qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.





Hình 1 – Buret hấp thụ (có thể có dạng khác)