

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10374:2014

ISO 1742:1980

Xuất bản lần 1

**SYRO GLUCOSE – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔ –
PHƯƠNG PHÁP DÙNG TỦ SẤY CHÂN KHÔNG**

Glucose syrup - Determination of dry matter - Vacuum oven method

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10374:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 1742:1980, đã được rà soát lại năm 2009, không thay đổi về bố cục và nội dung;

TCVN 10374:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, mật ong và sản phẩm tinh bột biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Syro glucose - Xác định hàm lượng chất khô - Phương pháp dùng tủ sấy chân không

*Glucose syrups - Determination of dry matter -
Vacuum oven method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chất khô trong syro glucose, sử dụng tủ sấy chân không.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho syro glucose khô, glucose dạng rắn (đường tinh bột), syro glucose chứa fructose (bao gồm cả isoglucose theo định nghĩa của Cộng đồng Châu Âu¹⁾)

2 Nguyên tắc

Phân mẫu thử, được pha loãng bằng nước rồi trộn với chất trợ lọc kizengua để tạo thành bề mặt rộng, sấy trong tủ sấy chân không ở nhiệt độ 70 °C, áp suất không quá 0,34 kPa¹⁾.

3 Thuốc thử

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

3.1 Chất trợ lọc diatomit (Kizengua), được chuẩn bị như sau:

Rửa một lượng lớn kizengua vài lần bằng nước đã axit hóa với axit clohydric [1 ml axit đặc ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) trong một lít nước], lọc qua phễu lọc Büchner cho đến khi nước rửa đổi màu giấy quỳ sang màu đỏ. Lặp lại quá trình rửa với nước cho đến khi pH của nước rửa bằng hoặc nhỏ hơn 4. Để kizengua khô trong không khí. Trước khi sử dụng, sấy khô qua đêm trong tủ sấy ở 105 °C ở áp suất không khí và bảo quản trong vật chứa kín khí.

¹⁾ JOCE 28.05.1977, Regulation 1111/77
1 mbar = 0,1 kPa

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cân phân tích

4.2 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml.

4.3 Đĩa, bằng kim loại (trơ dưới điều kiện thử nghiệm) hoặc bằng thủy tinh, sâu 75 mm và đường kính 90 mm, có nắp đậy kín.

4.4 Que khuấy thủy tinh, có chiều dài thích hợp với đường kính của đĩa.

4.5 Tủ sấy chân không gia nhiệt bằng điện, có thể duy trì nhiệt độ ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, được trang bị nhiệt kế và máy đo áp suất tuyệt đối đã hiệu chuẩn.

Tủ sấy phải phân bố nhiệt đồng đều và duy trì áp suất thấp trong một vài giờ sau khi tắt bơm chân không. Các ngăn của tủ sấy phải kín để đảm bảo truyền nhiệt tốt đến các đĩa.

4.6 Bơm chân không, thích hợp để làm giảm áp suất trong tủ sấy đến 0,34 kPa hoặc thấp hơn.

4.7 Bộ truyền khí khô, gồm có cột sấy được đổ đầy silica gel khô; cột này được nối với máy lọc khí chứa axit sulfuric đặc và nối với đường dẫn khí vào tủ sấy.

4.8 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm.

5.2 Chuẩn bị đĩa

Cân khoảng 30 g kizengua đã sấy khô (3.1) cho vào đĩa (4.3). Sấy khô đĩa đã mở nắp để bên cạnh và que khuấy (4.4) trong tủ sấy (4.5) 5 h ở nhiệt độ $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ với áp suất không quá 0,34 kPa. Ở cuối giai đoạn sấy, khôi phục lại áp suất khí quyển trong tủ sấy bằng cách cho không khí đi vào thật chậm qua bộ truyền khí khô (4.7). Trước khi lấy đĩa ra khỏi tủ, đậy nắp và để que khuấy lên trên. Đặt đĩa cùng với nắp, que khuấy vào bình hút ẩm (4.8), để nguội 1 h và cân chính xác đến 0,001 g.

5.3 Phần mẫu thử

Cân từ 8 g đến 10 g mẫu thử (5.1), chính xác đến 0,001 g, cho vào cốc có mỏ (4.2).

5.4 Phép xác định

Cho khoảng 10 ml nước ấm vào phần mẫu thử (5.3) đựng trong cốc có mỡ, khuấy liên tục bằng que thủy tinh (4.4). Dùng ba phần mỗi phần 5 ml nước ấm để chuyển toàn bộ phần mẫu thử đã pha loãng vào đĩa có chứa kizengua (5.2). Khuấy cho đến khi hỗn hợp đồng nhất. Để đĩa mờ cùng với que khuấy và nắp vào tủ sấy (4.5) và sấy trong 5 h ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ với áp suất không quá 0,34 kPa. Trong khi sấy mẫu, hút một dòng khí đi chậm qua bộ truyền khí khô (4.7) vào tủ sấy.

Sau 5 h, tắt bơm chân không (4.6) và để không khí đi chậm vào tủ sấy qua bộ truyền khí khô cho đến khi đạt được áp suất khí quyển. Lấy đĩa ra khỏi tủ sấy và nghiền nhỏ kizengua bằng que khuấy (4.4). Đặt que khuấy vào trong đĩa, đặt lại đĩa vào tủ sấy và gia nhiệt ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ thêm 10 h với áp suất không quá 0,34 kPa. Tắt bơm và đưa về áp suất khí quyển như trước.

Đậy nắp trước khi lấy đĩa ra khỏi tủ sấy. Đặt đĩa đậy nắp vào bình hút ẩm (4.8), để nguội trong 1 h và cân chính xác đến 0,001 g. Làm nóng lại đĩa đậy nắp trong tủ sấy 5 h ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ với áp suất không quá 0,34 kPa, để nguội trong bình hút ẩm, cân lặp lại cho đến khi thu được khối lượng không đổi (xem Điều 7).

Thực hiện hai phép xác định trên cùng một mẫu thử (5.1).

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất khô được biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm thu được, theo công thức:

$$(m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (5.3), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa, nắp, que khuấy và kizengua (xem 5.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa, nắp, que khuấy, kizengua và phần mẫu thử còn lại sau khi sấy (xem 5.4), tính bằng gam (g).

7 Chú ý về cách tiến hành

Độ chính xác của phép xác định phần lớn phụ thuộc việc trộn kỹ phần mẫu thử với kizengua. Vì vậy, cần có đủ thời gian để trộn.

TCVN 10374:2014

Trong thực tế, khối lượng không đổi là khi chênh lệch khối lượng khi sấy lần 2 sau 5 h không vượt quá 0,02 % khối lượng.

Nếu không thu được khối lượng không đổi sau tổng thời gian sấy 20 h, do việc trộn mẫu thử với kizengua không kỹ thì cần lặp lại phép thử.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp thử đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng phải đề cập đến mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
