

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5565 - 1991

BIA

**PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHẤT HÒA TAN BAN ĐẦU**

HÀ NỘI - 1991

Lời nói đầu

TCVN 5565-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng khu vực 1 biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo Quyết định số 655/QĐ ngày 30 tháng 10 năm 1991.

BIA
 Phương pháp xác định hàm lượng
 chất hoà tan ban đầu
 Beer
 Method for determination of original-
 soluble Substancer

1. Nguyên tắc

Chung cất một lượng mẫu bia đã cân sẵn để tách etanolaxác định hàm lượng chất chiết thực trong cặn còn lại theo bảng tỷ trọng của dung dịch chiết. Từ đó tính toán hàm lượng chất hoà tan ban đầu.

2. Chuẩn bị mẫu thử

Tiến hành như mục 2 của TCVN 5562-1991.

3. Thiết bị, dụng cụ và hoá chất

Thiết bị, dụng cụ, thuốc thử theo TCVN 5562-1991

4. Tiến hành xác định

4.1. Sử dụng dung dịch còn lại trong bình cất sau khi cất 100g bia mẫu để xác định etanola theo TCVN 5562-1991

4.2. Dung dịch còn lại trong bình cất được làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước cất vào cho bằng lượng cân ban đầu(100g \pm 0,1g) lắc đều. Đưa nhiệt độ dung dịch về 20^oC bằng máy điều nhiệt và xác định tỷ trọng của dung dịch.

Trường hợp thêm nước cất bị quá khối lượng ban đầu, phải dùng hệ số hiệu chỉnh.

4.3. Tiến hành xác định tỷ trọng của dung dịch trên như mục 4.6 của TCVN 5562-1991.

5. Tính kết quả

5.1. Hàm lượng chất chiết thực(W_n), tính bằng phần trăm khối lượng tra theo bảng phụ lục.

5.2. Trường hợp lượng dung dịch sau khi pha loãng có khối lượng lệch với lượng mẫu cân ban đầu thì giá trị t tìm được trong bảng phải nhân với hệ số hiệu chỉnh(K) theo công thức:

$$K = \frac{m_2}{m_1} \quad (1)$$

Trong đó:

- m_1 : Khối lượng mẫu bia; g.
- m_2 : Khối lượng toàn bộ dung dịch đã pha loãng, g.

Kết quả hàm lượng chất chiết thực là trung bình cộng kết quả hai phép xác định song song, tính chính xác đến 0,1%.

5.3. Hàm lượng chất hoà tan ban đầu (W_p) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$W_p = \frac{W_n + 2,0665 \cdot W_A}{100 + 1,0665 \cdot W_A} \times 100; \quad (2)$$

Trong đó:

- W_A : Hàm lượng etanola trong bia, % khối lượng;
- W_n : Hàm lượng chất chiết thực trong bia, % khối lượng;
- 2,0665 : Hằng số điều kiện theo Baling (lượng chất hoà tan thực tế để tạo ra 1g rượu etylic);
- 1,0665 : Hằng số điều kiện theo Baling (lượng chất hoà tan thải ra khi tạo thành 1g rượu etylic);

Kết quả tính toán hàm lượng chất hoà tan ban đầu được tính chính xác đến 0,1%.

5.4. Chênh lệch kết quả giữa 2 phép xác định song song không được vượt quá 0,03%.

5.5. Chênh lệch kết quả giá trị chất chiết thực của hai kiểm nghiệm viên ở hai phòng thí nghiệm khác nhau trên cùng một mẫu bia không được vượt quá 0,07%.

Chuẩn bị bình tỉ trọng và kiểm tra thiết bị chung cất(áp dụng chung cho xác định hàm lượng etanola và hàm lượng chất hoà tan ban đầu).

1. Bình tỷ trọng

1.1. Bình tỷ trọng được rửa cẩn thận bằng hỗn hợp Sunfocromic, sau đó rửa nhiều lần bằng nước, rồi tráng bằng cồn hoặc hỗn hợp etanola ête. Dùng ống mao quản có nối với bơm chân không để đưa hơi ête và hơi etanola vào bình tỷ trọng.

Lau khô bình, làm khô bình bằng luồng không khí nóng để n khối lượng không đổi, cân trên cân phân tích.

1.2. Sau khi xử lý bình tỷ trọng như trên, cho nước cất vào bình, cân rõ nhẹ theo thành bình để tránh tạo thành bọt khí.

1.3. Đặt bình tỷ trọng vào máy điều nhiệt hoặc bếp cách thủy ở độ sâu sao cho mực nước của máy điều nhiệt hoặc bếp cách thủy phải cao hơn mực chất lỏng trong bình tỉ trọng và giữ nguyên ở nhiệt độ $t^{\circ} = 20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ trong 30 phút.

1.4. Điều chỉnh mực nước trong bình tỷ trọng đến vạch mức. Nếu mực nước cao hơn vạch mức thì dùng ống hút, hoặc dùng giấy lọc để lấy bớt đi (nếu lượng nước dư nhỏ không đáng kể thì thấm bỏ đi bằng giấy lọc là tốt nhất). Nếu mực nước thấp hơn vạch mức thì thêm nước tới vạch mức. Sau khi đã điều chỉnh được mực nước trong bình, không được cầm vào thân bình để tránh sự thay đổi nhiệt độ của dung dịch trong bình (khi cần chỉ cầm vào cổ bình).

Nếu trong cổ bình tỷ trọng có dính các giọt nước, dùng giấy lọc cuộn lại thấm khô (không chạm đến dung dịch ở trong bình).

1.5. Giữ bình tỷ trọng trong máy điều nhiệt hay bếp cách thủy ở nhiệt độ trên trong 10 phút, kiểm tra mực nước so với vạch mức. Nếu cần phải lặp lại các thao tác điều chỉnh mực nước tới vạch mức như trên.

1.6. Lấy bình tỷ trọng ra khỏi máy điều nhiệt lau khô bằng giấy mềm, tránh không để cho sợi bông bám lại trên thành bình và đặt bình vào buồng cân cho đến khi bình có nhiệt độ bằng nhiệt độ

không khí xung quanh. Sau đó cân bình tỷ trọng chứa nước này trên cân phân tích.

1.7. Khi cần thiết có thể cho phép để bình tỷ trọng ở nhiệt độ khác với 20°C (nhưng nhiệt độ chỉ sai lệch $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$). Khi tính toán dung tích của bình tỷ trọng phải hiệu chỉnh đưa về $= 20^{\circ}\text{C}$.

1.8. Khối lượng chuẩn của bình tỷ trọng (KLB + NC ở 20°C) phải được xác định không ít hơn 3 lần. Thể tích của bình tỷ trọng được tính theo giá trị trung bình cộng của từng kết quả riêng biệt.

Theo chu kỳ thời gian, nếu khối lượng của bình tỷ trọng xác định được không ổn định phải làm lại đến khi có kết quả khối lượng ổn định.

2. Kiểm tra thiết bị chung cất

Dùng thiết bị chung cất etanola để tiến hành chung cất 100g etanola 5% theo phương pháp chung cất ở điều TCVN 5562-1991 lặp lại quá trình chung cất không dưới 3 lần.

Sau mỗi lần cất, tráng bình cầu chung cất cho sạch và hoàn lại bằng dịch etanola vừa cất để cất lại, bình hứng cũng phải được tráng rửa sạch, mỗi lần tráng rửa bình chung cất và bình hứng dùng 50ml nước cất.

Xác định hàm lượng etanola trong dung dịch ban đầu và trong dịch cất lần thứ ba (hàm lượng etanola của dịch cất lần thứ 3 là giá trị trung bình cộng của 3 lần xác định tỷ trọng bao gồm toàn bộ công việc xác định mức nước của bình tỷ trọng và điều nhiệt phải được xác định mới).

Sai số mất mát không được vượt quá 0,02% trên cùng một bộ chung cất.

Việc kiểm tra thiết bị chung cất chỉ tiến hành khi thiết bị mới được sử dụng.

Thí dụ tính toán

Cân 100g bia mẫu đã loại bỏ CO_2 , phần còn lại sau chung cất, tách etanola thêm nước cất thành 100g. Sử dụng bình tỷ trọng dung tích 50ml để cân ở điều kiện 20°C thu được các giá trị sau:

- Khối lượng bình tỷ trọng $m_1 = 21,419g$
- Khối lượng bình và nước cất $m_2 = 71,858g$
- Khối lượng bình và hỗn hợp
etanola nước $m_3 = 71,589 g$
- Khối lượng bình và dịch cất
còn lại $m_3 = 72,744g$

Theo công thức(1) của TCVN 5562-1991 điều 5.1 tính được tỷ trọng tương đối của etanola là:

$$d_{20/20}^C = \frac{71,589 - 21,419}{71,585 - 21,419} = 0,9947$$

Theo bảng của phụ lục...trong tiêu chuẩn này ta tra được hàm lượng etanola theo % khối lượng là: $W_A = 2,89\%$ KL= 3,64% V
(theo % thể tích)

Tỷ trọng tương đối của chất chiết thực là:

$$d_{20/20}^d = \frac{72,744 - 21,419}{71,858 - 21,419} = 1,01757$$

Theo bảng trong phụ lục của tiêu chuẩn này ta tra được giá trị hàm lượng chất chiết thực là $W_n = 4,47\%$.

Theo công thức(2) ở điều 5.3 ta tính được hàm lượng chất hoà tan ban đầu như sau:

$$W_D = \frac{4,47 + 2,0665 \cdot x - 2,89}{100 + 1,0665 \cdot x} \times 100 = 10,13\% = 10,1\%$$

* Ghi chú:

1. Trường hợp cân sau khi cất pha loãng đủ khối lượng mẫu bia ban đầu(100g) thì hệ số hiệu chỉnh $K = 1$. Ta có hàm lượng chất chiết thực tra bảng $W_s = W_n$.

2. Trường hợp cân sau khi cất pha loãng sai lệch với khối lượng mẫu bia ban đầu ta phải tính hệ số hiệu chỉnh K:

$$K = \frac{\text{Khối lượng dịch cất sau khi pha loãng}}{\text{Khối lượng mẫu bia ban đầu}}$$

Khi đó: $W_n = W_s \times K$.

3. Trường hợp dịch đường rót vào bình tỷ trọng tạo thành bọt khí, nhỏ li ti, phải gõ nhẹ vào cổ bình để đuổi hết bọt khí và bảo đảm cân bình ở 20°C.

BANG TRA HAM LUONG CON TRONG HON HOP
CON NUOC THEO TI TRONG O 20⁰/20⁰C

! Tỉ trọng! Hàm lượng còn! Tỉ trọng! Hàm lượng còn!				! Tỉ trọng! Hàm lượng còn!				! Tỉ trọng! Hàm lượng còn!			
! của hỗn ! trong hỗn hợp! của hỗn ! trong hỗn hợp! của hỗn ! trong hỗn hợp!				! của hỗn ! trong hỗn hợp! của hỗn ! trong hỗn hợp!				! của hỗn ! trong hỗn hợp!			
! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/				! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/				! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/ ! hợp còn ! Theo! Theo!g/			
! nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100				! nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100				! nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100ml nước ! % K! % V! 100			
! D20/20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! ml				! D20/20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! ml				! D20/20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! D20 ⁰ /20 ⁰ C ! ! ! ! ml			
1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1,0000	0,00	0,00	0,00	10,9969	67	10	66	0	30	14	27
0,9999	05	07	05	8	72	17	71	0,9939	35	22	33
8	11	13	10	7	78	24	77	8	41	29	38
7	16	20	16	6	83	31	82	7	47	36	44
6	21	27	21	5	88	38	88	6	53	43	50
5	27	34	26	4	94	44	93	5	59	51	56
4	32	40	32	3	99	51	98	4	64	58	61
3	37	47	37	4	94	44	93	3	70	65	67
2	43	54	42	3	99	51	98	2	76	72	73
1	48	61	48	2	2,05	58	2,04	1	82	80	78
0	53	67	53	1	11	65	09	0	88	87	84
0,9989	59	74	59	0	16	72	15	0,9929	94	94	90
8	64	81	64	0,9959	22	79	20	8	99	50	96
7	70	88	69	8	28	66	26	7	4,05	09	40
6	75	94	74	7	33	93	32	6	12	16	08
5	80	1,01	80	6	39	3,00	37	5	18	24	14
4	86	08	85	5	44	08	43	4	24	32	20
3	91	15	90	4	50	15	48	3	30	39	27
2	96	21	96	3	56	22	54	2	36	47	31
1	1,02	28	1,01	2	61	29	59	1	42	54	37
0	07	35	06	1	67	36	65	0	48	62	43
0,9979	12	42	12	0	72	43	70	0,9919	54	69	49
8	18	49	17	0,9949	78	50	76	8	60	77	55
7	23	56	28	8	84	57	82	7	66	84	61
6	29	62	29	7	89	64	87	6	72	92	67
5	34	69	34	6	95	71	93	5	78	60	87
4	40	76	39	5	3,00	78	98	4	84	07	79
3	45	83	44	4	06	85	30	3	90	15	85
2	50	90	50	3	12	92	10	2	96	22	91
1	56	97	55	2	18	4,00	16	1	5,02	30	97
0	61	20	60	1	24	07	21	0	09	38	50

1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	
10,9909!	15!	46!	09!	3!	48!	34!	37!	7!	94!	36!	76!	
!	8!	21!	53!	16!	2!	55!	43!	44!	6!	10,01	45!	82!
!	7!	28!	61!	22!	1!	62!	51!	50!	5!	08!	54!	89!
!	6!	34!	69!	28!	0!	68!	59!	57!	4!	15!	62!	96!
!	5!	40!	77!	34	0,9869!	75!	68!	64!	3!	22!	71!	10,03!
!	4!	46!	84!	40!	8!	82!	76!	70!	2!	29!	80!	10!
!	3!	53!	92!	46!	7!	88!	84!	77!	1!	36!	89!	17!
!	2!	59!	7,00!	52!	6!	95!	92!	83!	0!	44!	97!	24!
!	1!	65!	08!	59!	5!	8,02!	10,01	90!	0,9829!	51!	1306!	31!
!	0!	72!	16!	65!	4!	09!	09!	96!	8!	58!	15!	38!
!	0,9899!	78!	24!	71!	3!	16!	17!	8,03!	7!	65!	24!	45!
!	8!	34!	31!	77!	2!	22!	26!	09!	6!	72!	32!	52!
!	7!	90!	39!	33!	1!	29!	34!	16!	5!	79!	41!	58!
!	6!	97!	47!	90!	0!	38!	42!	22!	4!	87!	50!	65!
!	5!	6,03!	55!	96	0,9859!	42!	51!	29!	3!	94!	59!	72!
!	4!	10!	63!	6,02!	8!	49!	59!	36!	2!	1101!	67!	79!
!	3!	16!	71!	09!	7!	56!	67!	42!	1!	08!	76!	86!
!	2!	23!	79!	15!	8!	63!	76!	49!	0!	15!	85!	93!
!	1!	29!	87!	21!	5!	70!	84!	55!	0,9819!	23!	94!	11,00!
!	0!	36!	95!	28!	4!	76!	92!	62!	8!	30!	!	!
!	0,9889!	42!	8,03!	34!	3!	83!	1100!	68!	7!	37!	!	14!
!	8!	49!	12!	40!	2!	90!	09!	75!	6!	72!	32!	52!
!	7!	56!	20!	47!	1!	97!	17!	82!	5!	79!	41!	558!
!	6!	62!	28!	53!	0!	9, 03!	26!	88!	4!	87!	50!	65!
!	5!	69!	36!	60!	0,9849!	10!	34!	95!	3!	94!	59!	72!
!	4!	75!	44!	66!	8!	17!	43!	9,02!	2!	1100!	67!	79!
!	3!	82!	52!	72!	7!	24!	51!	03!	1!	08!	76!	86!
!	2!	88!	60!	79!	6!	31!	60!	15!	0!	15!	85!	93!
!	1!	95!	68!	85!	5!	38!	68!	22!	0,9809!	23!	94!	11,00!
!	0!	7,01!	76!	92!	4!	45!	77!	29!	8!	!	!	!
!	0,9879!	08!	85!	98!	3!	52!	85!	35!	7!	37!	13!	14!
!	8!	15!	!	!	2!	59!	94!	42!	6!	44!	21!	21!
!	7!	21!	9,01!	11!	1!	66!	1202!	49!	5!	52!	30!	23!
!	6!	28!	10!	18!	0!	73!	11!	56!	4!	59!	39!	45!
!	5!	35!	18!	24!	0,9839!	80!	19!	62!	3!	66!	48!	42!
!	4!	42!	26!	31!	8!	87!	28!	69!	2!	74!	56!	49!

	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
!	1!	81!	65!	56!	5!	91!	94!	16!	0,9739!	32!	33!	84!
!	0!	88!	74!	64!	4!	59!	1803!	23!	8!	40!	42!	91!
!	0,9809!	96!	83!	71!	3!	67!	13!	21!	7!	47!	52!	98!
!	8!	12,05!	92!	78!	2!	74!	22!	38!	6!	55!	61!	1706!
!	7!	10!	1501!	85!	1!	82!	32!	46!	5!	62!	70!	13!
!	6!	18!	10!	92!	0!	90!	41!	53!	4!	70!	79!	20!
!	5!	25!	19!	99!	0,9769!	98!	50!	60!	3!	78!	88!	27!
!	4!	32!	28!	1206!	8!	15,06!	60!	68!	2!	85!	98!	34!
!	3!	40!	37!	13!	7!	13!	69!	75!	1!	93!	2207!	42!
!	2!	47!	46!	20!	6!	21!	79!	83!	0!	1801	16!	49!
!	1!	54!	55!	27!	5!	92!	88!	90!	0,9729!	08!	25!	!
!	0!	62!	64!	34!	4!	37!	98!	98!	8!	16!	34!	63!
!	0,9799!	69!	73!	41!	3!	45!	1908!	1506!	77!	23!	43!	70!
!	8!	76!	82!	48!	2!	57!	17!	13!	6!	31!	52!	78!
!	7!	84!	91!	55!	1!	61!	26!	20!	5!	39!	61!	85!
!	6!	91!	1600!	62!	0!	68!	36!	28!	4!	46!	70!	92!
!	5!	98!	09!	70!	0,9759!	76!	46!	36!	3!	54!	80!	99!
!	4!	1306!	18!	74!	8!	84!	55!	43!	2!	61!	89!	1806!
!	3!	14!	27!	84!	7!	92!	65!	50!	1!	69!	98!	14!
!	2!	21!	36!	91!	6!	16,00!	74!	58!	0!	76!	2307!	21!
!	1!	29!	45!	99!	5!	08!	84!	66!	0,9719!	84!	16!	28!
!	0!	36!	55!	1309!	4!	16!	93!	73!	8!	92!	25!	32!
!	0,9789!	44!	64!	13!	3!	23!	2002!	80!	7!	99!	34!	42!
!	8!	52!	73!	20!	2!	31!	12!	88!	6!	1907!	43!	!
!	7!	59!	82!	28!	1!	32!	21!	95!	5!	14!	52!	56!
!	6!	67!	91!	35!	0!	47!	31!	1603!	4!	22!	61!	64!
!	5!	7!	1701!	42!	0,9749!	55!	40!	10!	3!	29!	70!	70!
!	4!	82!	10!	49!	8!	62!	50!	18!	2!	37!	79!	78!
!	3!	89!	19!	57!	7!	70!	59!	25!	1!	44!	88!	85!
!	2!	97!	28!	64!	6!	78!	68!	32!	0!	52!	97!	92!
!	1!	1405!	38!	71!	5!	86!	78!	40!	0,9709!	59!	2406!	99!
!	0!	12!	47!	79!	4!	94!	87!	47!	8!	67!	15!	1906!
!	0,9779!	20!	56!	86!	3!	17,02!	97!	55!	7!	74!	24!	13!
!	8!	28!	66!	94!	2!	09!	2106!	62!	6!	82!	33!	20!
!	7!	36!	75!	1401!	1!	17!	15!	69!	5!	39!	42!	27!
!	6!	43!	85!	08!	0!	24!	24!	76!	4!	97!	51!	34!

1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
3!20,04!	60!	41	1!	93!	66!	25!	0,9579!	80!	69!	07!	
2!	12!	69!	48!	0!21,01!	74!	32!	8!	88!	78!	13!	
1!	19!	77!	55!	0,9689!	08!	83!	39!	7!	95!	86!	20!
0!	27!	86!	62!	8!	15!	92!	45!	6!22,02!	95!	27!	
0,9599!	34!	95!	69!	7!	22!26,00!	52!	5!	09!27,03!	34!		
8!	41!25,04!	76!	6!	30!	09!	59!	4!	16!	12!	40!	
7!	49!	13!	83!	5!	37!	18!	66!	3!	24!	20!	47!
6!	56!	22!	90!	4!	44!	26!	73!	2!	31!	29!	54!
5!	63!	30!	97!	3!	51!	35!	79!	1!	38!	38!	61!
4!	71!	39!20,04!	2!	59!	43!	86!	0!	45!	46!	67!	
3!	78!	48!	11!	1!	66!	52!	93!	0,9669!	52!	54!	74!
2!	85!	57!	18!	0!	73!	60!21,00!					