

TCVN 6469:2010

Xuất bản lần 2

**PHỤ GIA THỰC PHẨM – PHƯƠNG PHÁP ĐÁNH GIÁ
NGOẠI QUAN VÀ XÁC ĐỊNH CÁC CHỈ TIÊU VẬT LÝ**

*Food additives – Methods for evaluating
appearance and physical properties*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 6469:2010 thay thế TCVN 6469:1998;

TCVN 6469:2010 được xây dựng trên cơ sở JECFA 2006: *Combined Compendium of Food Additive Specifications, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications* (Tuyển tập quy định kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4: Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm và dung dịch phòng thử nghiệm được sử dụng và viện dẫn trong các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm);

TCVN 6469:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 Phụ gia thực phẩm và các chất nhiễm bẩn biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phụ gia thực phẩm – Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý

Food additives – Methods for evaluating appearance and physical properties

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý của phụ gia thực phẩm.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

2.1

Dải chưng cất (distillation range)

Khoảng chênh lệch giữa nhiệt độ quan sát được lúc bắt đầu có dịch cất khi chưng cất và nhiệt độ quan sát tại thời điểm đã chưng cất được một thể tích dịch cất quy định hay khi đã đạt đến điểm khô.

2.2

Điểm sôi ban đầu (initial boiling point)

Nhiệt độ biểu thị trên nhiệt kế trong quá trình chưng cất ngay khi giọt ngưng đầu tiên rơi khỏi đáy ống ngưng tụ.

2.3

Điểm khô (dry point)

Nhiệt độ được ghi ngay khi giọt cuối cùng của chất lỏng bay hơi khỏi điểm thấp nhất trong bình chưng cất, không còn một chút chất lỏng nào trên thành bình.

2.4

Điểm nóng chảy (melting point)

Nhiệt độ mà tại đó một chất tinh khiết thay đổi trạng thái từ rắn sang lỏng.

2.5

Dải nóng chảy (melting range)

Khoảng nhiệt độ tính từ nhiệt độ mà tại đó một chất rắn bắt đầu nóng chảy tạo thành các giọt chất lỏng đầu tiên đến nhiệt độ mà chất rắn đó nóng chảy hoàn toàn.

2.6

Điểm đông đặc (solidification point)

Nhiệt độ mà tại đó có sự cân bằng pha giữa pha lỏng của một chất với một lượng tương đối nhỏ pha rắn của chất đó. Điểm này được đo bằng cách ghi lại nhiệt độ lớn nhất đạt được trong quá trình làm nguội được kiểm soát sau khi xuất hiện pha rắn.

CHÚ THÍCH: Điểm băng áp dụng cho nhiệt độ cân bằng giữa trạng thái rắn và trạng thái lỏng của các hợp chất tinh khiết. Một số hợp chất hoá học có hai nhiệt độ cân bằng giữa trạng thái rắn và lỏng tùy theo dạng tinh thể của chất rắn được hình thành

2.7

Chỉ số khúc xạ (refractive index)

Tỉ số giữa tốc độ ánh sáng trong không khí và tốc độ ánh sáng trong một chất trong suốt trong cùng một điều kiện. Chỉ số này được tính bằng tỉ số của sin góc tới tạo bởi một tia trong không khí và sin của góc khúc xạ tạo bởi một tia trong chất cần thử nghiệm. Chỉ số khúc xạ được xác định theo vạch D của natri (cặp đôi tại bước sóng 589,0 nm và 589,6 nm), trừ khi có quy định khác.

2.8

Tỉ trọng (specific gravity)

Tỉ số giữa khối lượng mẫu thử với khối lượng của một thể tích nước tương đương tại nhiệt độ xác định và được biểu thị bằng d_t^t , trong đó t (°C) là nhiệt độ thử nghiệm, thường xác định ở 20 °C, trừ khi có quy định khác.

2.9

Độ quay cực riêng (specific rotation)

Độ quay cực đo được khi chùm ánh sáng phân cực truyền qua lớp chất lỏng hoặc lớp dung dịch có bề dày 1 dm và có khối lượng riêng 1 g/ml (đối với chất lỏng) hoặc có nồng độ 1 g/ml (đối với dung dịch), ở 20 °C. Độ quay cực riêng được xác định theo vạch D của natri (cặp đôi tại bước sóng 589,0 nm và 589,6 nm), trừ khi có quy định khác.

CHÚ THÍCH: Góc quay cực riêng của chất rắn luôn được biểu thị cùng với dung môi và nồng độ dung dịch đo

3 Phương pháp thử

3.1 Xác định điểm sôi và dải chưng cất

3.1.1 Thiết bị, dụng cụ

3.1.1.1 Bình chưng cất

Tốt nhất là dùng bình chưng cất bằng thủy tinh chịu nhiệt đáy tròn dung tích 200 ml đựng đủ lượng mẫu cần thử (trên 100 ml). Nếu dùng lượng mẫu ít hơn 100 ml thì có thể sử dụng bình chưng cất nhỏ hơn nhưng có dung tích lớn gấp đôi lượng mẫu. Bình 200 ml có tổng chiều dài 17,9 cm và đường kính trong của cổ bình bằng 2,1 cm. Gắn một ống nhánh dài 12,7 cm có đường kính trong 5 mm vào khoảng giữa cổ bình, tại vị trí cách đáy bình khoảng 12 cm, nghiêng xuống phía dưới một góc 75° so với phương thẳng đứng.

3.1.1.2 Bộ phận ngưng tụ

Dùng một ống ngưng thẳng bằng thủy tinh chịu nhiệt, dài từ 56 cm đến 60 cm và được trang bị một lớp áo nước sao cho khoảng 40 cm của ống tiếp xúc với môi trường làm lạnh. Phần dưới của ống ngưng có thể được uốn cong để nối với ống phân phối hoặc với bộ phận khớp nối ra ống phân phối, có tác dụng như ống cung cấp.

CHÚ THÍCH Sử dụng dụng cụ thử nghiệm bằng thủy tinh có các đầu nối thon nếu cho các kết quả tương đương như kết quả thu được trong bình chưng cất nói trên.

3.1.1.3 Bình thu nhận

Bình hình trụ dung tích 100 ml có vạch chia 1 ml và đã được hiệu chuẩn. Bình này dùng để đóng mẫu cũng như để thu nhận dịch chưng cất.

3.1.1.4 Nhiệt kế

Sử dụng nhiệt kế nhúng một phần đã được hiệu chuẩn, với vạch chia độ thực tế nhỏ nhất (không lớn hơn 0,2 °C).

3.1.1.5 Nguồn nhiệt

Sử dụng đèn đốt Bunsen làm nguồn nhiệt. Có thể dùng bếp điện nếu cho các kết quả tương đương.

3.1.1.6 Tấm chắn

Sử dụng tấm chắn bảo vệ bếp và các bộ phận của bình chưng cất để tránh các luồng khí từ bên ngoài.

3.1.1.7 Giá đỡ bình chưng cất

Được làm bằng tấm amiăng dày 6,5 mm và có một lỗ tròn 10 cm được đặt trên giá đỡ phẳng và được gắn hờ vào trong tấm chắn để đảm bảo khi nóng từ nguồn nhiệt không tiếp xúc với cổ bình chưng cất. Một tấm amiăng thứ hai dày 6,5 mm, có diện tích tối thiểu bằng 225 cm², có một lỗ tròn 30 mm, được đặt lên trên tấm thứ nhất. Tấm này được dùng để giữ bình chưng cất 200 ml, bình này cần được lắp chắc trên tấm đó sao cho nhiệt trực tiếp cấp vào bình chưng cất chỉ qua lỗ hồng của tấm này

3.1.2 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH: Quy trình này được sử dụng đối với các chất lỏng có dải chưng cất trên 50 °C, trong trường hợp này mẫu có thể đo và thu được, và sử dụng nước để ngưng tụ ở nhiệt độ phòng (từ 20 °C đến 30 °C). Đối với các chất lỏng có nhiệt độ sôi dưới 50 °C thì làm lạnh xuống dưới 10 °C trước khi lấy mẫu, thu dịch cất trong nôi cách thủy đã được làm lạnh dưới 10 °C và sử dụng nước để ngưng tụ ở nhiệt độ dưới 10 °C.

Đong 100 ml ± 0,5 ml chất lỏng trong ống đong chia độ 100 ml và chuyển mẫu này vào bình chưng cất (3.1.1.1) bằng dụng cụ chống va chạm. Không dùng phễu để chuyển hay để bất kỳ lượng mẫu nào đi vào trong ống nhánh của bình chưng cất. Đặt bình chưng cất lên tấm amiăng được đỡ bằng vòng hay đế phẳng, và định vị tấm chắn cho bình chưng cất và bép đốt. Nối bình chưng cất với ống ngưng của bộ phận ngưng tụ (3.1.1.2), đặt ống đong chia độ dưới đầu ra của ống ngưng và lắp nhiệt kế (3.1.1.4) vào. Đặt nhiệt kế vào giữa cổ bình sao cho đỉnh của bầu nhiệt kế (khi có bầu phụ) ở ngay phía dưới đáy của đầu ra của ống nhánh. Điều chỉnh nhiệt độ đốt sao cho trong 5 min đến 10 min có thể thu được giọt chất lỏng đầu đầu tiên.

Đọc nhiệt kế ngay khi giọt chưng cất đầu tiên rơi ra khỏi ống ngưng và ghi nhận đó là điểm sôi ban đầu. Tiếp tục chưng cất với tốc độ thu nhận dịch cất từ 4 ml/min đến 5 ml/min, ghi ngay nhiệt độ khi giọt chất lỏng cuối cùng bốc hơi khỏi đáy bình chưng cất (điểm khô) hoặc khi đã cất được lượng dịch cất đã định. Hiệu chỉnh các số đọc nhiệt độ trên nhiệt kế theo biến thiên áp suất khí quyển bằng cách cộng (hoặc trừ) 0,1 °C cho từng biến thiên áp suất giảm (hoặc tăng) 2,7 mm Hg so với áp suất khí quyển ở điều kiện chuẩn (760 mm Hg). Khi dùng nhiệt kế nhúng hoàn toàn thì hiệu chỉnh nhiệt độ của nhiệt kế theo công thức:

$$0,00015 \times N \times (T - t)$$

trong đó:

N là số vạch chia trên phần nổi của nhiệt kế thủy ngân;

T là nhiệt độ chưng cất quan sát được;

t là nhiệt độ ghi được bởi một nhiệt kế phụ mà bầu của nhiệt kế này được đặt ở giữa nhiệt kế thủy ngân; cộng thêm số hiệu chỉnh vào số đọc quan sát trên nhiệt kế chính.

Cách khác, có thể áp dụng công thức hiệu chỉnh đơn giản sau đây:

$$t = t_0 - k \times (760 - b)$$

trong đó:

- t_0 là điểm sôi tại áp suất khí quyển 760 mm Hg;
- b là áp suất quan sát được, tính bằng milimet thủy ngân (mm Hg);
- k là hệ số hiệu chỉnh đối với từng milimet thủy ngân chênh lệch so với áp suất khí quyển, tùy thuộc vào chất cần phân tích, theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Hệ số hiệu chỉnh nhiệt độ của nhiệt kế nhúng

Nhiệt độ sôi dự kiến của chất cần phân tích, °C	Hệ số hiệu chỉnh k
Đến 100 °C	0,040
Từ trên 100 °C đến 140 °C	0,045
Từ trên 140 °C đến 190 °C	0,050
Từ trên 190 °C đến 240 °C	0,055
Lớn hơn 240 °C	0,060

3.2 Xác định điểm nóng chảy hoặc dải nóng chảy

3.2.1 Thiết bị, dụng cụ

3.2.1.1 Ống mao quản, dài khoảng 10 cm, đường kính trong từ 0,9 mm đến 1,1 mm, độ dày thành ống từ 0,10 mm đến 0,15 mm.

3.2.1.2 Nhiệt kế.

3.2.2 Chuẩn bị mẫu thử

Làm khô mẫu thử trong bình hút ẩm trong 24 h, trừ khi có quy định khác.

3.2.3 Cách tiến hành

Chuyển một lượng phần mẫu thử vào ống mao quản (3.2.1.1) đã được làm khô và bịt kín một đầu, nén phần mẫu thử vào ống bằng cách gõ nhẹ thành ống để có được cột nhồi chặt có chiều cao từ 2 mm đến 4 mm.

Gắn ống mao quản đã nhồi này với nhiệt kế (3.2.1.2) sao cho đầu bịt kín của ống mao quản nằm ở mức giữa của bầu nhiệt kế và gia nhiệt bằng dụng cụ thích hợp có chứa chất lỏng thích hợp (parafin

lồng hay dầu silicon), dụng cụ này được lắp với một bộ phận khuấy và một nhiệt kế phụ. Điều chỉnh tốc độ tăng nhiệt độ trong giai đoạn đầu là 3 °C/min. Khi nhiệt độ đã tăng đến giá trị thấp hơn điểm nóng chảy dự kiến (hoặc giới hạn dưới của dải nóng chảy dự kiến) khoảng 5 °C thì giảm tốc độ tăng nhiệt xuống khoảng 1 °C/min đến 2 °C/min, nếu không có quy định khác.

Đọc nhiệt độ tại thời điểm cho thấy phần mẫu thử hình thành các giọt nhỏ bám vào thành ống và nhiệt độ phần mẫu thử đã nóng chảy hoàn toàn hình thành một mặt cong rõ nét, trừ khi có các chỉ dẫn khác.

Đối với các số đọc nhiệt độ, áp dụng việc hiệu chỉnh nhiệt kế như sau:

Trước khi bắt đầu xác định dải nóng chảy, chỉnh nhiệt kế phụ sao cho bầu nhiệt kế phụ sát với nhiệt kế chuẩn ở điểm nằm giữa thang chia độ của cho dải nóng chảy dự kiến và bề mặt của vật liệu làm nóng. Khi phần mẫu thử đã nóng chảy, đọc nhiệt độ trên nhiệt kế phụ. Tính số hiệu chỉnh để cộng thêm vào các số đọc nhiệt độ trên nhiệt kế chuẩn theo công thức:

$$0,00015 \times N \times (T - t)$$

trong đó

T là nhiệt độ đọc trên nhiệt kế chuẩn;

t là nhiệt độ đọc trên nhiệt kế phụ;

N là số vạch chia của nhiệt kế chuẩn giữa bề mặt của mẫu đã nóng chảy và mức thủy ngân.

Nêu rõ dải nóng chảy từ a °C đến b °C, là các nhiệt độ đã hiệu chỉnh.

3.3 Xác định điểm đông đặc

3.3.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định điểm đông đặc của phụ gia thực phẩm có nhiệt nóng chảy lớn. Phương pháp này có thể áp dụng cho các chất có điểm đông đặc trong dải từ -20 °C đến +150 °C.

3.3.2 Thiết bị, dụng cụ

3.3.2.1 Dụng cụ xác định điểm đông đặc (xem Hình 1), bao gồm các bộ phận sau:

3.3.2.1.1 Ống chứa mẫu

Ống nghiệm thủy tinh có kích thước 25 mm x 150 mm có miệng được lắp với một nắp có lỗ khoan để giữ nhiệt kế ở đúng vị trí và cho phép khuấy bằng que khuấy.

3.3.2.1.2 Bình làm lạnh

Đổ đầy dung dịch làm lạnh thích hợp như glycerin, dầu khoáng, nước, nước và đá hoặc cồn khô vào cốc có mỏ dung tích 2 lít hay một bình tương tự thích hợp để làm lạnh.

Bình làm lạnh được lắp sao cho có thể làm nóng hay làm lạnh để có thể kiểm soát được dải nhiệt độ mong muốn.

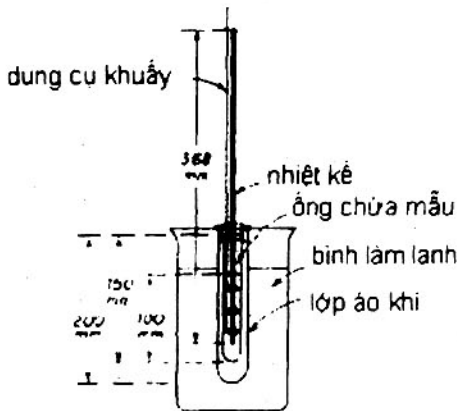
3.3.2.1.3 Lớp áo khí

Sử dụng một ống nghiệm thủy tinh 38 mm x 200 mm miệng được đậy bằng nắp có lỗ khoan để có thể dễ dàng lắp ống chứa mẫu qua miệng ống.

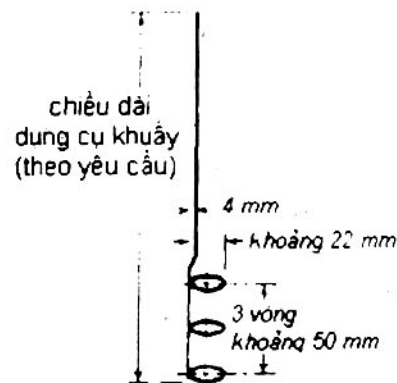
Kẹp chặt lớp áo khí để giữ được chắc ngay dưới miệng ống và được nhúng vào bình làm lạnh đến độ sâu 160 mm.

3.3.2.1.4 Que khuấy

Que khuấy là một dây thép không gỉ đường kính 1 mm, được uốn cong thành ba vòng nối tiếp, cách nhau 25 mm. Que khuấy này phải dễ di động trong khoảng trống giữ nhiệt kế và thành trong của ống chứa mẫu. Cán của que khuấy phải có một độ dài thích hợp, được thiết kế để dễ lọt cho qua lỗ khoan của nắp ống để giữ nhiệt kế. Có thể khuấy bằng tay hoặc máy, với tốc độ từ 20 lượt đến 30 lượt trong một phút.



Hình 1 – Dụng cụ xác định điểm đông đặc



Hình 2 – Que khuấy

3.3.2.2 Nhiệt kế

Sử dụng nhiệt kế có dải đo không vượt quá 30 °C, với các vạch chia 0,1 °C và có thể sử dụng nhiệt kế nhúng đã được hiệu chuẩn ở độ ngập 76 mm. Cần chọn nhiệt kế sao cho nắp của ống chứa mẫu không che khuất điểm đông đặc.

3.3.3 Chuẩn bị mẫu

Mẫu thử đông đặc ở nhiệt độ phòng thì phải được làm nóng chảy cẩn thận ở nhiệt độ cao hơn điểm đông đặc dự kiến khoảng 10 °C. Cẩn thận để tránh nhiệt làm phân hủy mẫu hoặc mẫu bị chung cất mát một phần nào đó.

3.3.4 Cách tiến hành

Chỉnh nhiệt độ của bình làm lạnh (3.3.2.1.2) đến dưới điểm đông đặc dự kiến khoảng 5 °C. Lắp nhiệt kế (3.3.2.2) và que khuấy (3.3.2.1.4) vào nắp ống chứa mẫu (3.3.2.1.1) sao cho nhiệt kế ở giữa và bầu nhiệt kế nằm cách đáy ống chứa mẫu khoảng 20 mm. Chuyển một lượng vừa đủ mẫu thử đã nóng chảy vào ống chứa mẫu, đổ đầy khoảng 90 mm khi ở trạng thái tan chảy. Đặt nhiệt kế và que khuấy vào ống chứa mẫu và chỉnh nhiệt kế sao cho vạch nhúng ngập ở bề mặt của chất lỏng và đáy của bầu nhiệt kế sẽ cách đáy của ống chứa mẫu $20 \text{ mm} \pm 4 \text{ mm}$. Khi nhiệt độ của mẫu cao hơn khoảng 5 °C, so với điểm đông đặc dự kiến thì đặt ống mẫu vào lớp áo khi.

Để cho mẫu nguội dần trong khi khuấy với tốc độ 20 lượt đến 30 lượt trong một phút, sao cho que khuấy không chạm vào nhiệt kế. Khuấy mẫu liên tục trong khi tiến hành thử nghiệm.

Đầu tiên nhiệt độ sẽ giảm dần, sau đó nhiệt độ không đổi khi bắt đầu tinh thể hoá và tiếp tục trong các điều kiện cân bằng, cuối cùng lại hạ dần. Một số chất siêu lạnh (đông lạnh dưới nhiệt độ đóng băng 0,5 °C) khi bắt đầu tinh thể hoá thì nhiệt độ tăng và giữ không đổi khi đạt đến các điều kiện cân bằng. Các chất khác có thể đông lạnh cao hơn 0,5 °C và gây ra khoảng lệch so với sự thay đổi độ nhiệt thông thường của mẫu. Nếu nhiệt độ tăng quá 0,5 °C sau khi quá trình tinh thể hoá bắt đầu thì lặp lại thử nghiệm và cho các tinh thể nhỏ của mẫu ở các khoảng nhiệt độ 0,5 °C chất đã tan chảy, khi nhiệt độ tiến đến điểm đông đặc dự kiến. Các tinh thể được cho vào có thể thu được bằng cách cho đóng băng trực tiếp một lượng mẫu nhỏ trong một ống nghiệm trong bình làm lạnh. Tốt nhất nên dùng các hạt tinh thể của pha ổn định từ phép xác định trước đó.

Quan sát và ghi lại các số đo nhiệt độ tại các khoảng đều đặn cho đến khi nhiệt độ nâng lên từ giá trị nhỏ nhất, do đông lạnh chậm, đến giá trị lớn nhất, và cuối cùng lại hạ thấp. Nhiệt độ lớn nhất đo được là điểm đông đặc. Cần tiến hành đọc nhiệt độ cách nhau 10 s để lập nhiệt độ ở mức tối đa và tiếp tục cho đến khi lập được nhiệt độ hạ thấp.

3.4 Xác định tỉ trọng

3.4.1 Xác định tỉ trọng bằng bình đo tỉ trọng (Pycnometer)

Bình đo tỉ trọng là một bình thủy tinh có dung tích thông thường từ 10 ml đến 100 ml. Bình đo tỉ trọng có nút thủy tinh mài có lắp nhiệt kế và có một ống bên khắc vạch mức và có nắp thủy tinh mài. Cân bình đo tỉ trọng đã được rửa sạch, làm khô và ghi lại khối lượng W . Tháo nút và nắp đáy, đổ đầy mẫu

vào bình đo tỉ trọng, giữ ở nhiệt độ thấp hơn khoảng 1 °C đến 3 °C so với nhiệt độ quy định, đậy nút, cẩn thận không để lẫn bọt khí.

Nâng dần nhiệt độ cho đến khi nhiệt kế chỉ đến nhiệt độ quy định. Lấy ra một lượng mẫu phía trên vạch mức từ ống bên, đậy nắp và lau kĩ phía ngoài bình. Cân và ghi khối lượng W_1 . Sử dụng cùng một bình đo tỉ trọng, để xác định tương tự như trên đối với nước. Cân bình đo tỉ trọng chứa nước ở nhiệt độ quy định và ghi lại khối lượng W_2 .

Tỉ trọng của mẫu thử, d , được tính theo công thức sau:

$$d = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

3.4.2 Xác định tỉ trọng bằng cân Mohr-Westphal

Giữ cân theo phương nằm ngang, gắn ống thủy tinh có sẵn một nhiệt kế được buộc bằng dây vào đầu tay đòn cân. Nhúng ống thủy tinh vào nước đựng trong bình trụ, đặt con chạy lớn nhất trên tay đòn cân tại mức 10 và chỉnh cân bằng cách di chuyển đai ốc ở nhiệt độ xác định.

Sau đó, nhúng ống thủy tinh vào trong mẫu, chỉnh cân bằng cách treo các con chạy trên tay đòn và đọc tỉ trọng tại các vạch đặt các con chạy. Cần tạo độ dài của phần dây được nhúng trong mẫu bằng với phần được nhúng trong nước bằng cách thay đổi chiều cao của mẫu trong ống hình trụ.

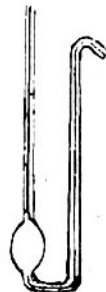
3.4.3 Xác định tỉ trọng bằng dụng cụ đo tỉ trọng Hydrometer

Sử dụng một dụng cụ đo thủy trọng có độ chính xác cần thiết để dùng ở nhiệt độ quy định.

Làm sạch dụng cụ đo thủy trọng bằng cồn. Lắc đều mẫu và cho mẫu vào dụng cụ đo tỉ trọng Hydrometer sau khi các bọt khí đã biến mất. Tại nhiệt độ quy định, khi dụng cụ đo tỉ trọng đã ổn định, đọc giá trị tỉ trọng ở phía trên mặt cong của chất lỏng, trừ khi có quy định khác.

3.4.4 Xác định tỉ trọng bằng dụng cụ đo tỉ trọng Sprengel-Ostwald

Dụng cụ đo tỉ trọng Sprengel-Ostwald (xem Hình 3) là một ống thủy tinh có dung tích thông thường từ 1 ml đến 10 ml, cả hai đầu là các ống nhỏ thành dây, một trong hai đầu có vạch mức. Một dây platin hoặc nhôm được gắn liền để treo lên tay đòn của cân phân tích.



Hình 3 – Dụng cụ đo tỉ trọng Sprengel-Ostwald

Cân dụng cụ đo tỉ trọng, đã làm sạch và sấy khô (W). Nhúng ống vào mẫu được giữ ở nhiệt độ thấp hơn 3 °C đến 5 °C so với nhiệt độ quy định, gắn một ống cao su vào đầu ống thẳng và hút mẫu nhẹ nhàng cho đến trên vạch mức, cẩn thận không làm tạo bọt khí. Nhúng dụng cụ đo tỉ trọng vào trong nồi cách thuỷ được giữ ở nhiệt độ quy định trong khoảng 15 min, gắn một miếng giấy lọc vào đầu ống cong, chỉnh đầu cuối của mẫu đến vạch mức. Lấy dụng cụ đo tỉ trọng ra khỏi nồi cách thuỷ và lau thành ngoài ống. Cân và ghi lại khối lượng W_1 . Dùng cùng một dụng cụ đo tỉ trọng để xác định tương tự như trên đối với nước. Cân dụng cụ đo tỉ trọng chứa nước ở nhiệt độ quy định và ghi lại khối lượng W_2 .

Tỉ trọng của mẫu thử, d , được tính theo công thức sau:

$$d = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

3.5 Xác định chỉ số khúc xạ

Phép xác định chỉ số khúc xạ thực hiện ở nhiệt độ 25 °C, trừ khi có quy định khác. Chỉ số khúc xạ được dùng để nhận biết các tạp chất trong phụ gia thực phẩm dạng dầu dễ bay hơi và các chất lỏng khác. Có thể dùng máy đo khúc xạ Abbé hay máy đo khúc xạ khác có độ chính xác tương đương hay cao hơn, tùy theo mục đích thử nghiệm.

3.6 Xác định độ quay cực riêng

3.6.1 Thiết bị, dụng cụ

3.6.1.1 Dụng cụ đo độ phân cực, có nguồn sáng được hỗ trợ bởi một hệ thống lọc có thể truyền ánh sáng tự nhiên đơn sắc.

Các đĩa của dụng cụ đo độ phân cực có thể đổi lẫn nhau để tách vạch D khỏi ánh sáng natri. Cách khác, có thể sử dụng các cuvet chứa các chất lỏng có màu thích hợp làm chức năng lọc.

3.6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với mẫu thử là chất rắn, hoà tan mẫu thử vào dung môi thích hợp. Lấy một phần riêng dung môi cho phép thử trắng.

3.6.3 Cách tiến hành

Sử dụng dụng cụ đo độ phân cực (3.6.1.1), tiến hành ít nhất năm lần đọc độ quay cực của chất lỏng hoặc của dung dịch (nếu mẫu thử là chất rắn) ở nhiệt độ 25 °C, trừ khi có quy định khác.

Tiến hành phép thử trắng (ống phân cực rỗng đối với mẫu thử là chất lỏng hoặc dung môi hòa tan đối với mẫu thử là chất rắn) với cùng số lần đọc và dùng giá trị trung bình làm giá trị mẫu trắng.

Trong quá trình thử nghiệm, cần phải kiểm soát nhiệt độ của chất lỏng và của dụng cụ đo độ phân cực. Các ống phân cực cần được đổ đầy để tránh tạo ra hay để lại các bọt khí vì các bọt khí này gây ảnh hưởng đến đường đi của chùm tia sáng. Ảnh hưởng do các bọt khí được giảm thiểu nhờ các ống trong đó lỗ được mở rộng ở một đầu. Tuy nhiên, với các ống có đường kính đồng đều, như các ống tương đối nhỏ hay rất nhỏ, cần phải thận trọng khi đổ đầy. Khi được đổ đầy, các ống và chất lỏng hay dung dịch cần ở cùng nhiệt độ, không cao hơn nhiệt độ quy định cho phép thử, để không tạo bọt khí do việc làm lạnh các chất.

Trong các ống kín có tấm bịt ở đầu có thể tháo ra, được lắp với các miếng đệm và các nắp, các nắp này cần vặn chặt đủ để đảm bảo bịt kín chống rò rỉ giữa tấm bịt đầu và thân ống. Áp suất dư trên tấm có thể tạo nên ứng suất gây nhiễu cho các phép đo. Khi xác định độ quay cực riêng của một chất có năng lượng quay thấp, cần nới lỏng các nắp và cố định lại chúng giữa các lần đọc kế tiếp trong cả hai phép đo độ quay cực và điểm không (zero). Các chênh lệch tạo ra do sự biến dạng tấm đặt đầu ống để quan sát thấy và có thể tiến hành các hiệu chỉnh thích hợp để loại bỏ chúng.

3.6.4 Tính và biểu thị kết quả

Độ quay cực riêng của một chất lỏng, $[\alpha]_x^t$, được tính theo công thức sau:

$$[\alpha]_x^t = \frac{a}{l \times d}$$

Độ quay cực riêng của một chất rắn trong dung dịch, $[\alpha]_x^t$, được tính theo công thức sau:

$$[\alpha]_x^t = \frac{100 \times a}{l \times p \times d} = \frac{100 \times a}{l \times c}$$

trong đó:

t là nhiệt độ xác định độ quay cực, tính bằng °C;

x biểu thị đường phổ đặc trưng hay bước sóng của ánh sáng sử dụng;

a là góc quay cực tại nhiệt độ t , tính bằng độ;

l là chiều dài ống phân cực, tính bằng decimet (dm);

d là khối lượng riêng của chất lỏng hoặc dung dịch tại nhiệt độ t , tính bằng gam trên mililit (g/ml);

p là nồng độ của dung dịch, tính bằng số gam trong 100 g dung dịch (g/100 g).

c là nồng độ của dung dịch, tính bằng số gam trong 100 ml dung dịch (g/100 ml).

Nên tính giá trị của p và c theo chất khô, trừ khi có các quy định khác.

Giá trị góc quay cực được hiệu chỉnh bằng cách trừ bớt giá trị mẫu trắng trong giá trị trung bình của góc quay cực đã quan sát được nếu hai giá trị này có cùng dấu hoặc cộng thêm vào nếu như chúng ngược dấu.

3.6.5 Độ chính xác

Việc quan sát phải chính xác và có khả năng tái lập đến mức mà các chênh lệch giữa các lần lặp hay các giá trị quan sát được và giá trị thực của góc quay (giá trị thực của góc quay được thiết lập bằng cách hiệu chuẩn thang đo phân cực với các chuẩn thích hợp), được tính theo độ quay cực riêng hay góc quay, khi thích hợp, không được vượt quá 1/4 dải đã nêu trong các tiêu chuẩn cụ thể về góc quay của chất cần thử nghiệm. Nói chung một dụng cụ đo độ phân cực có góc quay chính xác đến 0,05 °C và có thể đọc với cùng độ chính xác là đủ. Trong một số trường hợp, có thể cần đến một dụng cụ đo độ phân cực có góc quay chính xác đến 0,01 °C (hoặc nhỏ hơn) và đọc với độ chính xác tương đương.

3.7 Xác định độ hòa tan

3.7.1 Cách tiến hành

Chuyển một lượng xác định của mẫu thử vào bình cầu có chứa một lượng xác định dung môi quy định, lắc trong khoảng từ 30 s đến 5 min, trừ khi có quy định khác.

3.7.2 Biểu thị kết quả

Miêu tả gần đúng độ hòa tan theo quy định trong Bảng 2.

Bảng 2 – Miêu tả thuật ngữ độ hòa tan

Thuật ngữ miêu tả	Phần dung môi cần cho 1 phần chất tan
Rất dễ tan	Nhỏ hơn 1
Dễ tan	Từ 1 đến dưới 10
Có thể tan	Từ 10 đến dưới 30
Ít tan	Từ 30 đến dưới 100
Rất ít tan	Từ 100 đến dưới 1 000
Chỉ hơi tan	Từ 1 000 đến dưới 10 000
Hầu như không tan hay không tan	Từ 10 000 trở lên

3.8 Xác định pH bằng phương pháp đo điện thế

3.8.1 Thuốc thử

3.8.1.1 Dung dịch đệm, dùng để hiệu chuẩn máy đo pH.

Sử dụng hai dung dịch đệm chuẩn đồng hạng, có các giá trị pH đã biết và bao trùm khoảng pH dự kiến, nếu có thể.

3.8.2 Thiết bị, dụng cụ

3.8.2.1 Máy đo pH, độ nhạy tối thiểu là 0,02 đơn vị pH, có điện cực thủy tinh và điện cực so sánh phù hợp và có bù nhiệt.

Các điện cực thủy tinh và điện cực so sánh có thể được lắp ráp thành một hệ thống của các điện cực kết hợp.

3.8.3 Cách tiến hành

3.8.3.1 Chuẩn hóa máy đo pH

Chỉnh nhiệt độ của dung dịch đệm (3.8.1.1) đến nhiệt độ đo và hiệu chỉnh máy đo pH (3.8.2.1) theo hướng dẫn của nhà sản xuất cho đến khi số đo của hai lần đọc liên tiếp có sai số trong phạm vi $\pm 0,02$ đơn vị pH.

Luôn luôn chuẩn hóa lại máy đo pH, kể cả khi bộ khuếch đại bị ngắt trong một khoảng thời gian ngắn.

3.8.3.2 Xác định

Tráng cốc đựng mẫu ba lần bằng dung dịch mới cần đo. Đưa các điện cực vào phần mẫu thử ở nhiệt độ đo. Tiến hành phép xác định theo quy trình phù hợp với máy đo pH được sử dụng.

3.8.3.3 Làm sạch điện cực

Sau mỗi lần dùng điện cực, tráng rửa các điện cực này bằng nước cất hay nước đã được khử ion và cẩn thận thấm khô chúng bằng vải mềm, sạch, để thấm nước.

3.8.4 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả xác định pH do cùng một người phân tích tiến hành trong cùng một khoảng thời gian ngắn và cùng một điều kiện, không được lớn hơn 0,05 đơn vị pH.

4 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- b) phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) kết quả thử nghiệm thu được;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN I-1:2009, *Bộ tiêu chuẩn quốc gia về thuốc – Phần 1: Các phương pháp kiểm nghiệm thuốc*.
-