

Bia – Xác định độ axit

Beer – Determination of acidity

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ axit trong bia bằng chuẩn độ dùng chất chỉ thị và chuẩn độ điện thế.

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 dùng chất chỉ thị

3.1 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

3.1.1 Phenolphtalein 0,5 %.

3.1.2 Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,1 M.

3.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

3.2.1 Cốc thủy tinh, dung tích 100 ml.

3.2.2 Buret, có chia độ.

3.3 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5519:1991.

3.4 Chuẩn bị mẫu thử

Đun 250 ml nước đến sôi và tiếp tục đun sôi trong 2 min. Dùng pipet chảy nhanh lấy 25 ml bia đã loại cacbon cho vào nước sôi đã để nguội (cacbon được loại bằng cách chuyển mẫu thử (3.3) sang bình cầu lớn và đầu tiên lắc nhẹ, sau đó lắc mạnh, giữ ở nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C rồi lọc bia không còn chứa CO₂ qua giấy lọc khô, nếu cần). Sau khi bia chảy hết khỏi pipet, tiếp tục làm nóng 60 s, điều chỉnh nhiệt sao cho dung dịch sôi trong suốt giai đoạn 30 s cuối. Ngắt nguồn nhiệt, khuấy 5 s và làm nguội nhanh đến nhiệt độ phòng.

3.5 Cách tiến hành

Thêm 0,5 ml phenolphthalein (3.1.1) và chuẩn độ bằng dung dịch NaOH (3.2.2) dựa trên nền trắng. Thường xuyên so sánh màu sắc với mẫu có thể tích tương tự và dung dịch pha loãng đã được bổ sung một lượng dung dịch NaOH đã biết nhưng không phải chất chỉ thị. Chuẩn độ đến hồng nhạt rồi đọc số ở buret (3.2.2). Thêm 0,2 ml dung dịch NaOH, sau đó màu hồng nhạt phải bền, màu hồng đậm chứng tỏ đã chuẩn độ quá. Lấy số đọc đầu tiên ở buret làm điểm kết thúc chuẩn độ.

3.6 Biểu thị kết quả

Độ axit được biểu thị bằng số mililit dung dịch NaOH 0,1 M đã dùng để trung hòa 100 ml bia.

CHÚ THÍCH Đối với bia có màu tối, nên sử dụng phương pháp chuẩn độ điện thế, vì ngay cả khi mẫu đã được pha loãng, phương pháp chuẩn độ dùng chất chỉ thị cũng có thể không cho phép đánh giá điểm kết thúc Phenolphthalein với độ chụm cần thiết.

4 Phương pháp chuẩn độ điện thế (sử dụng hệ thống điện cực so sánh/pH)

4.1 Thuốc thử

4.1.1 Nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

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

4.1.3 Kali phtalat, 0,05 M.

Hoà tan trong nước 10,12 g KHC₈H₄O₄ đã được sấy khô 2 h ở 110 °C đựng trong cốc thủy tinh dung tích 1000 ml (4.2.5) và thêm nước đến vạch.

4.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

4.2.1 Hệ thống điện cực so sánh/pH.

4.2.2 Máy đo điện thế.

4.2.3 Máy đo pH.

4.2.4 Máy khuấy từ.

4.2.5 Cốc thuỷ tinh, dung tích 100 ml và 1000 ml.

4.2.6 Buret.

4.3 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 5519:1991.

4.4 Chuẩn bị mẫu thử

Xem 3.4.

4.5 Cách tiến hành

Sử dụng hệ thống điện cực so sánh/pH. Dùng 50 ml mẫu chưa pha loãng (4.4), chuẩn độ điện thế bằng dung dịch NaOH (4.2.2) đến pH 8,2. Bổ sung các lượng 1,5 ml dung dịch NaOH (4.2.2) đến pH 7,6, sau đó thêm các lượng 0,15 ml cho đến khi đạt được pH 8,2. Đảm bảo rằng dung dịch đã ở trạng thái cân bằng hoàn toàn và đạt được độ hội tụ tốt trước khi đọc buret ở pH chính xác bằng 8,2.

Thực hiện đúng theo kỹ thuật đo điện thế, như sau: Chuẩn hoá máy đo điện thế (4.2.2) trước và sau mỗi dây chuẩn độ dựa vào kali phtalat 0,05 M (4.1.3) mới chuẩn bị, đọc trên máy đo điện thế chính xác đến 0,02 đơn vị. Sử dụng tấm bảo vệ mềm bao quanh các thanh điện cực chì và dây mô tơ. Tiếp đất mô tơ và dây mô tơ, tốt nhất là với đường ống nước, tránh tiếp xúc giữa các điện cực và cốc thuỷ tinh. Dùng máy khuấy từ (4.2.4) với tốc độ khuấy hợp lý để trộn được nhanh nhưng không tạo bọt, vì điều này có thể giữ lại một lượng kiềm đã bổ sung. Ngừng chuẩn độ ở pH $\leq 8,6$ để giảm thiểu sự nhiễm bẩn dung dịch NaOH lên các điện cực thuỷ tinh. Định kỳ kiểm tra ắc quy. Tiến hành theo chỉ dẫn của nhà sản xuất đối với máy đo điện thế được sử dụng.

4.6 Biểu thị kết quả

Độ axit được biểu thị bằng số mililit dung dịch NaOH 0,1 M đã dùng để trung hòa 100 ml bia.

LƯU Ý

- 1 Không được để đầu điện cực chạm vào thành cốc thủy tinh.
- 2 Tốc độ máy khuấy phải đạt ở mức độ thích hợp để đảm bảo khuấy trộn nhanh nhưng tránh mạnh quá sẽ bắn dung dịch ra ngoài và toạ bọt vì những bọt này có thể giữ tạm thời một lượng xút thêm vào.
- 3 Ngừng chuẩn độ ở giá trị pH nhỏ hơn 8,6 để làm giảm lượng xút kết bần vào điện cực thủy tinh.
- 4 Thường xuyên kiểm tra máy đo pH bằng dung dịch đệm chuẩn theo hướng dẫn sử dụng thiết bị.

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.
-