

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4075 : 2009

Xuất bản lần 2

KẸO – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG KHỬ

Candy – Determination of reducing sugar content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4075 : 2009 thay thế TCVN 4075 : 1985;

TCVN 4075 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, sản phẩm đường và mật ong biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Kẹo – Xác định hàm lượng đường khử

Candy – Determination of reducing sugar content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng đường khử trong các sản phẩm kẹo.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 4067 : 1985, Kẹo – Phương pháp lấy mẫu.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã loại ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác

3.1 Dung dịch sắt (III) sulfat [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$].

Hoà tan 50 g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ trong 400 ml đến 500 ml nước, thêm từ từ và thận trọng 100 ml axit sulfuric đậm đặc ($d = 1,84$), để nguội và thêm nước đến 1 000 ml.

3.2 Kẽm sulfat (ZnSO_4), dung dịch 1 M.

3.3 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 1 M.

3.4 Kali pemanganat (KMnO_4), dung dịch 0,02 M.

Hoà tan 3,2 g kali pemanganat vào 100 ml nước nóng đựng trong bình định mức 1 000 ml (4.3), khuấy cho tan hết rồi thêm nước đến vạch. Dung dịch được bảo quản trong bình thủy tinh màu tối (4.2).

TCVN 4075 : 2009

3.5 Phenolphthalein, dung dịch 1 % trong cồn 60°.

3.6 Dung dịch Fehling A

Hoà tan 69,28 g đồng sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong 1 000 ml nước, nếu không tan hết thì cho thêm vài mililit dung dịch axit sulfuric và lắc đều.

3.7 Dung dịch Fehling B

Hoà tan 346 g kali natri tartrat ngậm bốn phân tử nước ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) vào khoảng 400 ml đến 500 ml nước nóng, trộn với 120 g natri hydroxit đã hoà tan trong 200 ml đến 300 ml nước, thêm nước đến 1 000 ml.

4 Thiết bị dụng cụ

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

- 4.1 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.
- 4.2 Bình định mức**, dung tích 250 ml.
- 4.3 Bình nón**, dung tích 250 ml.
- 4.4 Đũa thủy tinh**.
- 4.5 Buret**, dung tích 25 ml.
- 4.6 Pipet**, dung tích 25 ml.
- 4.7 Giấy lọc băng xanh**.
- 4.8 Phễu lọc xốp G4**.
- 4.9 Bình hút lọc chân không**.
- 4.10 Nồi cách thủy**, có thể duy trì được nhiệt độ 60 °C đến 70 °C.

5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Tiến hành lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4067 : 1985.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Dùng cân (4.1) cân một lượng mẫu, chính xác đến 0,1 mg, sao cho trong 100 ml dung dịch mẫu thử có khoảng 0,5 g đường khử.

Hoà tan phần mẫu thử bằng 100 ml nước ấm có nhiệt độ từ 60 °C đến 70 °C. Nếu mẫu không tan hết thì đun thêm 15 min trên nồi cách thủy (4.10) ở nhiệt độ 60 °C đến 70 °C. Chuyển toàn bộ dung dịch thử vào bình định mức dung tích 250 ml (4.2) và tráng lại bằng nước (toàn bộ lượng nước trong bình khoảng 150 ml). Để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng. Để kết tủa loại bỏ những chất không phải là đường, thêm vào bình 10 ml dung dịch kẽm sulfat (3.2) nếu khối lượng mẫu không lớn hơn 5 g hoặc 15 ml dung dịch kẽm sulfat (3.2) nếu khối lượng mẫu lớn hơn 5 g. Lắc đều, rồi cho tiếp một thể tích dung dịch natri hydroxit 1 M (3.3) tương ứng với thể tích dung dịch natri hydroxit 1 M (3.3) đã dùng để trung hoà thể tích dung dịch kẽm sulfat (3.2) ở trên, sử dụng chất chỉ thị phenolphthalein (3.5) trong một lần thử nghiệm riêng biệt. Lắc đều dung dịch trong bình và thêm nước đến vạch, lắc đều và để yên dung dịch 10 min rồi lọc qua giấy lọc (4.7) khô, sạch. Loại bỏ phần dịch lọc ban đầu đã dùng để tráng rửa bình, thu được dung dịch mẫu thử.

6.2 Xác định

Cho lần lượt 25 ml dung dịch Fehling A (3.6) và 25 ml dung dịch Fehling B (3.7) vào bình nón dung tích 250 ml (4.3), lắc đều. Thêm chính xác 25 ml dung dịch mẫu thử (xem 6.1), lắc đều, đun sôi 3 min trên bếp điện (4.13) tính từ lúc bắt đầu sôi. Lấy ra để lắng kết tủa. Dung dịch trong bình phải có màu xanh đậm của đồng sulfat, nếu không phải thực hiện với lượng dung dịch mẫu thử ít hơn.

Khi kết tủa đồng (I) oxit đã lắng xuống, thì lọc gạn phần nước trên kết tủa trong bình nón (4.3) vào phễu lọc (4.8), sử dụng bình hút lọc chân không (4.9). Cho nước đun sôi vào bình nón (4.3) và tiếp tục lọc gạn cho đến khi nước trong bình nón hết kiềm tính. Trong khi lọc luôn giữ một lớp nước trên mặt kết tủa để tránh đồng (I) oxit tiếp xúc với không khí.

Cho vào bình nón khoảng 20 ml dung dịch sắt (III) sulfat (3.1) để hoà tan kết tủa đồng (I) oxit. Dùng thìa thủy tinh (4.4) khuấy nhẹ cho tan hết kết tủa. Thay bình hút lọc trên bằng một bình hút lọc mới, chuyển dung dịch trong bình nón sang phễu (4.8), hút lọc và tráng bình nón và phễu vài lần bằng nước sôi. Tất cả đều hút lọc xuống bình (4.9). Lấy bình hút lọc ra rồi đem chuẩn độ ngay bằng dung dịch kali pemangnat (3.4), cho tới khi dung dịch chuyển màu.

Xác định với mẫu trắng tương tự như với mẫu thử, thay dung dịch mẫu thử bằng nước cất.

7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng đường khử tính theo glucoza, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 100}{m \times V_2 \times 1000}$$

TCVN 4075 : 2009

trong đó:

m_1 là khối lượng đường quy đổi theo Bảng A.1, tính bằng miligam (mg);

V_1 thể tích dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch mẫu thử lấy để xác định, tính bằng mililit (ml);

m là khối lượng mẫu, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số quy đổi gam thành miligam;

Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định đồng thời là $\pm 0,01$ %. Lấy kết quả chính xác đến 0,01 %.

8 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 quy định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Phụ lục A

(Quy định)

Quy đổi lượng glucoza theo thể tích dung dịch kali pemanganat

Bảng A.1 – Lượng đường glucoza quy đổi theo thể tích dung dịch kali pemanganat dùng để chuẩn độ

Khối lượng glucoza, mg	Thể tích dung dịch $KMnO_4$ 0,02 M, ml	Khối lượng glucoza, mg	Thể tích dung dịch $KMnO_4$ 0,02 M, ml	Khối lượng glucoza, mg	Thể tích dung dịch $KMnO_4$ 0,02 M, ml	Khối lượng glucoza, mg	Thể tích dung dịch $KMnO_4$ 0,02 M, ml
10	3,24	33	10,1	56	16,8	78	22,0
11	3,55	34	10,4	57	16,9	79	22,6
12	3,87	35	10,7	58	17,2	80	22,9
13	4,17	36	11,0	59	17,7	81	23,2
14	4,49	37	11,5	60	17,7	82	23,4
15	4,80	38	11,6	61	18,0	83	23,7
16	5,12	39	11,9	62	18,2	84	23,9
17	5,43	40	12,2	63	18,5	86	24,3
18	5,73	41	12,5	64	18,8	87	24,6
19	6,05	42	12,7	65	19,0	88	24,8
20	6,36	43	13,0	66	19,3	89	25,1
21	6,67	44	13,3	67	19,5	90	25,3
22	6,96	45	13,6	68	19,8	91	25,6
23	7,27	46	13,9	69	20,1	92	25,9
24	7,54	47	14,1	70	20,3	93	26,1
25	7,84	48	14,4	71	20,5	94	26,3
26	8,14	49	14,7	72	20,8	95	26,6
27	8,45	50	15,0	73	21,1	96	26,9
28	8,74	51	15,2	74	21,3	97	27,0
29	9,03	52	15,5	75	21,6	98	27,8
30	9,33	53	15,8	76	21,8	99	27,5
31	9,63	54	16,1	77	22,1	100	27,8
32	9,94	55	16,4				

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC Official Method 930.36 *Sucrose in Sugars and Syrups. From Reducing Sugars Before and After Inversion.*
- [2] AOAC Official Method 906.03. *Invert Sugar in Sugars and Syrups. Munson-Walker General Method. Final Action.*
- [3] AOAC Official Method 932.14. *Solids in Syrups.*
- [4] AOAC Official Method 925.48. *Sucrose in Sugars and Syrups. Polarimetric Method Before and After Inversion with Hydrochloric Acid.*
-