

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4074 : 2009

Xuất bản lần 2

KẸO – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG TỔNG SỐ

Candy – Determination of total sugar content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4074 : 2009 thay thế TCVN 4074 : 1985;

TCVN 4074 : 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 tổng số

Candy – Determination of total sugar content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng đường tổng số 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 Thuộc 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 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). Sau 1 tuần, cần xác định lại nồng độ, tiến hành như sau:

Cân khoảng 0,25 g đến 0,30 g natri oxalat ngâm hai phân tử nước ($Na_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) đã được sấy khô ở nhiệt độ 105 °C đến khối lượng không đổi, chính xác đến 0,1 mg. Hoà tan lượng cân này trong 100 ml nước đựng trong bình nón (4.4), thêm 10 ml dung dịch axit sulfuric (tỷ lệ 1:4). Sau đó đem đun nóng dung dịch đến nhiệt độ 70 °C đến 80 °C. Dùng dung dịch kali pemanganat để chuẩn độ dung dịch trong bình nón cho tới khi dung dịch có màu hồng nhạt, sau đó tính lại nồng độ của dung dịch kali pemanganat.

3.2 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.

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

3.4 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 20 % và 1 %.

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

3.6 Axit clohydric đậm đặc (HCl), $d = 1,19$.

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

3.8 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.

3.9 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 từ 400 ml đến 500 ml nước nóng, trộn với 120 g natri hydroxit đã hoà tan trong khoảng từ 200 ml đến 300 ml nước, thêm nước đến 1 000 ml.

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ 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 thủy tinh, màu tối.

4.3 Bình định mức, dung tích 250 và 1 000 ml.

4.4 Bình nón, dung tích 250 ml.

4.5 Đũa thủy tinh.

4.6 Pipet, dung tích 25 và 50 ml.

4.7 Buret, dung tích 25 ml.

4.8 Dụng cụ đo nhiệt độ, đo được nhiệt độ từ 0 °C đến 100 °C, chia vạch đến 1 °C.

4.9 Nồi cách thủy, duy trì được nhiệt độ từ 60 °C đến 70 °C.

4.10 Phễu lọc xốp G4.

4.11 Bình hút lọc chân không.

4.12 Giấy lọc băng xanh.

4.13 Bếp điện.

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.

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 (4.9) ở nhiệt độ 60 °C đến 70 °C. Chuyển toàn bộ dung dịch thử vào bình định mức dung tích 250 ml (4.3) 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 (3.3) nếu khối lượng mẫu không lớn hơn 5 g hoặc 15 ml dung dịch kẽm sulfat (3.3) nếu khối lượng mẫu lớn hơn 5 g. Lắc đều, rồi cho tiếp một thể tích dung dịch natri hydroxit 1 M (3.5) tương ứng với thể tích dung dịch natri hydroxit 1 M (3.5) đã dùng để trung hoà thể tích dung dịch kẽm sulfat (3.3) ở trên, sử dụng chất chỉ thị phenolphthalein (3.7) 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 (4.12) khô, sạch. Loại bỏ phần dịch lọc ban đầu đã dùng để tráng rửa bình. Dung dịch lọc được gọi là Dung dịch I.

6.2 Thủy phân

Lấy chính xác 50 ml Dung dịch I cho vào bình định mức dung tích 250 ml (4.3) thêm 50 ml nước, 7 ml dung dịch axit clohydric (3.6). Cắm dụng cụ đo nhiệt độ (4.8) vào bình và đem đun trong nồi cách thủy (4.9), giữ nhiệt độ dung dịch trong bình khoảng 70 °C trong 5 min. Lấy bình ra, làm nguội nhanh dưới vòi nước. Trung hoà dung dịch sau thủy phân bằng dung dịch natri hydroxit 20 % và sau đó là dung dịch natri hydroxit 1 % (3.4) với chỉ thị phenolphthalein (3.7) đến màu hồng. Thêm nước đến vạch, lắc đều. Dung dịch này được gọi là Dung dịch II.

6.3 Xác định

Cho lần lượt 25 ml dung dịch Fehling A (3.8) và 25 ml dung dịch Fehling B (3.9) vào bình nón dung tích 250 ml (4.4), lắc đều. Thêm chính xác 25 ml Dung dịch II, 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 II ít hơn.

Khi kết tủa đồng (I) oxit đã lắng xuống, thì lọc gạn phần nước trên kết tủa trong bình nón (4.4) vào phễu lọc (4.10), sử dụng bình hút lọc chân không (4.11). Cho nước đun sôi vào bình nón (4.4) 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 (3.2) để hoà tan kết tủa đồng (I) oxit. Dùng thìa thủy tinh (4.5) 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 (4.10), hút lọc và tráng bình nón và phễu vài lần bằng nước sôi. Tất cả đều hút lọc xuống bình (4.11). Lấy bình hút lọc ra rồi đem chuẩn độ ngay bằng dung dịch kali pemanganat (3.1), cho tới khi dung dịch chuyển màu.

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

7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng đường tổng số tính theo glucoza, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính bằng công thức:

$$X_1 = \frac{m_1 \times V_1 \times V_2 \times 100}{m \times V_3 \times V_4 \times 1000} \times k \quad (1)$$

trong đó

- m_1 là khối lượng đường quy đổi theo Bảng A.1, tính bằng miligam (mg);
- V_1 thể tích Dung dịch I (dung dịch mẫu thử, xem 6.1), tính bằng mililit (ml);
- V_2 là thể tích Dung dịch II (xem 6.2), tính bằng mililit (ml);
- V_3 là thể tích Dung dịch I lấy để thủy phân, tính bằng mililit (ml);
- V_4 là thể tích Dung dịch II 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;
- k là hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch kali pemanganat.

Hàm lượng đường tổng số tính theo sacaroza, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính bằng công thức:

$$X_2 = X_1 \times 0,95 = \frac{m_1 \times V_1 \times V_2 \times 100}{m \times V_3 \times V_4 \times 1000} \times k \times 0,95 \quad (2)$$

trong đó 0,95 là hệ số chuyển đổi từ glucoza về sacaroza.

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

CHÚ THÍCH: Nồng độ của dung dịch kali pemanganat, C_M , biểu thị bằng số mol trên lit, được tính theo công thức:

$$C_M = \frac{m_0 \times 1000}{V \times M}$$

trong đó

m_0 là khối lượng của $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, tính bằng gam (g);

M là khối lượng mol của $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, tính bằng gam trên mol ($M = 170$ g/mol);

V là thể tích dung dịch kali pemanganat đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml).

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	28,1
25	7,84	48	14,4	71	20,5	94	28,3
26	8,14	49	14,7	72	20,8	95	28,6
27	8,45	50	15,0	73	21,1	96	28,9
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 968.28 *Total Sugars in Molasses as Invert Sugar. Lane-Eynon Constant Volume Volumetric Method.*
- [2] AOAC Official Method 923.09 *Invert Sugar in Sugars and Syrups. Lane-Eynon General Volumetric Method.*
-