

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13609:2023

Xuất bản lần 1

**ĐƯỜNG VÀ SẢN PHẨM ĐƯỜNG –
XÁC ĐỊNH ĐỘ MÀU CỦA DUNG DỊCH ĐƯỜNG THÔ,
ĐƯỜNG NÂU VÀ XIRÔ CÓ MÀU Ở pH 7,0**

*Sugar and sugar products –
Determination of the solution colour of raw sugars, brown sugars
and coloured syrups at pH 7.0*

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 13609:2023 được xây dựng trên cơ sở tham khảo ICUMSA Method GS13-7 (2011)
*Determination of the Solution Colour of Raw Sugars, Brown Sugars and Coloured Syrups
at pH 7.0 – Official;*

TCVN 13609:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, mật ong và
sản phẩm tinh bột biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đường và sản phẩm đường – Xác định độ màu của dung dịch đường thô, đường nâu và xirô có màu ở pH 7,0

Sugar and sugar products – Determination of the solution colour of raw sugars, brown sugars and coloured syrups at pH 7.0

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ màu của dung dịch đường thô, đường nâu và xirô có màu ở pH 7,0.

Tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng đối với dung dịch đường trắng có độ màu cao, dung dịch đường tinh luyện một phần và các loại đường có độ màu lớn hơn 250 đơn vị ICUMSA ở pH 7,0.

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).

ICUMSA Method GS4_{73/8}-13 (2009), *The determination of refractometric dry substance (RDS %) of molasses, very pure syrups (liquid sugars), thick juice and run-off syrups [Xác định chất khô theo phương pháp khúc xạ (RDS %) của mật đường, xirô tinh khiết (đường lỏng), nước mía đặc và xirô lấy trên dây chuyền]*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ truyền qua (transmittance)

T

Tỷ lệ giữa năng lượng bức xạ đưa khỏi bề mặt thứ hai của chất lỏng (I_2) so với năng lượng bức xạ tới

TCVN 13609:2023

bề mặt thứ nhất của chất lỏng đó (l_1).

Độ truyền qua của dung dịch được tính theo Công thức (1):

$$T = \frac{I_2}{I_1} \quad (1)$$

CHÚ THÍCH: Giá trị 100 T được gọi là tỷ lệ phần trăm độ truyền qua.

3.2

Độ truyền qua tương đối (transmittancy)

T_s

Đại lượng biểu thị tỷ lệ giữa độ truyền qua của dung dịch (T_{dd}) so với độ truyền qua của dung môi tinh khiết có độ dày tương đương (T_{dm}).

Độ truyền qua tương đối của dung dịch tính bằng Công thức (2):

$$T_s = \frac{T_{dd}}{T_{dm}} \quad (2)$$

3.3

Độ hấp thụ (absorbancy)

Độ tắt (extinction)

A_s

Đại lượng tính theo logarit tự nhiên của độ truyền qua tương đối

Độ hấp thụ của dung dịch được tính theo Công thức (3):

$$A_s = -\log_{10} T_s \quad (3)$$

3.4

Chỉ số hấp thụ (absorbancy index)

Chỉ số tắt (extinction index)

a_s

Độ hấp thụ của dung dịch có nồng độ 1 g/L trên đơn vị chiều dài đường quang

Chỉ số hấp thụ của dung dịch được tính theo Công thức (4):

$$a_s = \frac{A_s}{b \times c} \quad (4)$$

Trong đó:

b là chiều dài cuvet chứa dung dịch đo, tính bằng xentimet (cm);

c là nồng độ của dung dịch đường, tính bằng gam trên mililit (g/mL).

3.5

Độ màu ICUMSA (ICUMSA Colour)

$IU_{7,0}$

Giá trị của chỉ số hấp thụ ở pH 7,0 nhân với 1 000.

4 Nguyên tắc

Hòa tan đường trong nước hoặc pha loãng xirô có màu với nước; chỉnh pH của dung dịch đến 7,0, sau đó lọc qua màng lọc để loại bỏ cặn. Độ hấp thụ của dung dịch đã lọc được đo ở bước sóng 420 nm và tính độ màu của dung dịch.

Nồng độ dung dịch và chiều dài cuvet được chọn để cho độ truyền qua trong dải tối ưu là từ 20 % đến 80 %.

5 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Dung dịch axit clohydric, xấp xỉ 0,1 mol/L.

5.2 Dung dịch natri hydroxit, xấp xỉ 0,1 mol/L.

5.3 Chất trợ lọc, ví dụ Filter Cel ¹⁾.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy đo quang phổ hoặc máy đo màu, có khả năng đo độ truyền ánh sáng ở bước sóng 420 nm với băng thông thực tế nhỏ nhất của bước sóng, ví dụ ± 10 nm.

Thiết bị phải được lắp với hệ lăng kính hoặc bộ lọc đơn sắc. Không sử dụng các kính lọc thủy tinh màu hoặc gelatin màu không đạt yêu cầu.

6.2 Cuvet quang học, chiều dài đường quang 1,0 cm $\pm$ 0,001 cm hoặc 2,0 cm $\pm$ 0,001 cm hoặc 50 cm $\pm$ 0,001 cm.

Có thể sử dụng cuvet so sánh hoặc cuvet khác, với điều kiện là phép thử với nước cất cho thấy hai cuvet này cho kết quả tương đương (chênh lệch giữa hai kết quả trong khoảng 0,2 %).

¹⁾ Filter Cel là sản phẩm của Celite Corp., CA 93438, Hoa Kỳ. Đây là ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không ấn định phải sử dụng chúng.

TCVN 13609:2023

6.3 Màng lọc, được làm bằng cellulose nitrat có cỡ lỗ 0,45 μm , đường kính 50 mm.

CHÚ THÍCH Cỡ lỗ của màng lọc được xác định bằng phép thử "điểm bọt".

6.4 Giá đỡ màng lọc, tốt nhất được gắn với bộ đỡ bằng thép không gỉ.

6.5 Máy đo pH, có thể đo đến 0,01 đơn vị pH.

6.6 Máy đo khúc xạ

6.7 Máy khuấy từ

6.8 Tủ sấy chân không, bình hút ẩm chân không hoặc bể siêu âm, để khử khí trong dung dịch đường đã lọc.

6.9 Cân phân tích, có thể đọc được đến 0,1 g.

6.10 Bình nón, dung tích 250 mL.

7 Lấy mẫu

Mẫu phòng thử nghiệm nhận được phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4837^[1].

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu. Cân các lượng mẫu thử và nước như trong Bảng 1, cho vào bình nón 250 mL (6.10) và hòa tan/trộn bằng cách lắc ở nhiệt độ phòng.

Bảng 1 – Lượng mẫu thử, nước và chiều dài cuvet chứa dung dịch đo màu

Dải độ màu ICUMSA	Lượng mẫu thử, g	Lượng nước, g	Chiều dài cuvet (b), cm
từ 250 đến 500	50 $\pm$ 0,1	50 $\pm$ 0,1	2 ^{*)}
từ 250 đến 500	30 $\pm$ 0,1	70 $\pm$ 0,1	5 ^{*)}
từ 500 đến 2 000	30 $\pm$ 0,1	70 $\pm$ 0,1	1
từ 2 000 đến 7 000	10 $\pm$ 0,1	90 $\pm$ 0,1	1
từ 7 000 đến 13 000	5 $\pm$ 0,1	95 $\pm$ 0,1	1
^{*)} Sử dụng mức tối thiểu 30 % khối lượng nếu khó lọc dung dịch ở 50 % khối lượng.			

Làm sạch và làm khô điện cực của máy đo pH đã hiệu chuẩn chính xác và nhúng vào dung dịch đường. Điều chỉnh pH của dung dịch đến $7,0 \pm 0,1$ bằng cách thêm dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L (5.1) hoặc dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/L (5.2) từ ống nhỏ giọt. Khuấy dung dịch liên tục bằng máy khuấy từ trong khi điều chỉnh pH. Lấy điện cực pH ra.

Lọc dung dịch mẫu thử trong điều kiện chân không qua màng lọc (6.3) vào bình nón (6.10) khô, sạch. Nếu dung dịch khó lọc thì sử dụng chất trợ lọc (1 % trên khối lượng đường) hoặc điều chỉnh nồng độ đến mức tối thiểu là 30 % khối lượng (xem chú thích của Bảng 1). Loại bỏ phần dịch lọc đầu tiên nếu bị đục.

Nếu cần, khử khí dung dịch đã lọc trong 1 h ở nhiệt độ phòng trong tủ sấy chân không hoặc bình hút ẩm chân không (6.8). Cách khác, khử khí bằng cách nhúng bình nón chứa dung dịch mẫu thử vào bể siêu âm trong 3 min.

8.2 Đo hàm lượng chất khô theo phương pháp khúc xạ (RDS)

Đo RDS của dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị (xem 8.1), với độ chính xác $\pm 0,1$ g/100 g theo ICUMSA Method GS4/13-13, sử dụng máy đo khúc xạ (6.6).

8.3 Đo độ hấp thụ

Cài đặt máy đo quang phổ hoặc máy đo màu (6.1) theo hướng dẫn của nhà sản xuất và điều chỉnh bước sóng đến 420 nm. Tráng cuvet đo bằng dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị (xem 8.1), sau đó đổ đầy cuvet. Xác định độ hấp thụ (A_s) của dung dịch mẫu thử, sử dụng nước cất đã lọc và khử khí làm chuẩn đối chứng để tính độ hấp thụ của mẫu trắng.

9 Tính và biểu thị kết quả

Từ giá trị RDS của dung dịch mẫu thử đo được theo 8.2, tra bảng khối lượng riêng của dung dịch sacarose theo ICUMSA SPS-4 (Tài liệu tham khảo [2]) hoặc sử dụng công thức thực nghiệm thích hợp để tính khối lượng riêng của dung dịch mẫu thử, ρ , biểu thị theo kilogam trên mét khối (kg/m^3).

Nồng độ chất khô của dung dịch mẫu thử, c , tính bằng gam trên mililit (g/mL), theo Công thức (5):

$$c = \frac{w \times \rho}{10^5} \quad (5)$$

Trong đó:

w là giá trị RDS của dung dịch mẫu thử, tính bằng gam trên 100 g (g/100 g);

ρ là khối lượng riêng của dung dịch mẫu thử, tính bằng kilogam trên mét khối (kg/m^3).

TCVN 13609:2023

Độ màu ICUMSA của mẫu thử, X , được tính bằng đơn vị ICUMSA (IU₇₀) theo Công thức (7):

$$X = \frac{1000 \times A_s}{b \times c} \tag{6}$$

$$X = \frac{10^8 \times A_s}{b \times w \times \rho} \tag{7}$$

Trong đó:

- A_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử, đo được theo 8.3;
- b là chiều dài đường quang của cuvet, tính bằng centimet (cm);
- w là giá trị RDS của dung dịch mẫu thử, tính bằng gam trên 100 g (g/100 g);
- ρ là khối lượng riêng của dung dịch mẫu thử, tính bằng kilogam trên mét khối (kg/m³).

Biểu thị kết quả chính xác đến 10 IU₇₀.

10 Độ chụm

Các giá trị độ chụm dưới đây được xác định từ dữ liệu phân tích liên phòng thử nghiệm đối với đường thô, đường nâu và xirô có màu. Các giá trị độ chụm này có thể không áp dụng được cho các dải độ màu và nền mẫu khác với dải độ màu và nền mẫu đã sử dụng.

10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại r nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 – Giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập đối với đường thô, đường nâu và xirô có màu

Tên mẫu	Dải độ màu ICUMSA, IU ₇₀	Giới hạn lặp lại (r)	Giới hạn tái lập (R)
Đường thô	từ 500 đến 2 000	110	380
	từ 2 000 đến 7 000	300	960
Đường nâu và xirô có màu	từ 2 200 đến 2 600	130	370
	từ 4 300 đến 5 600	190	1350
	từ 34 000 đến 42 000	1900	5230

10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 2.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ít nhất bao gồm các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 4837, *Đường – Lấy mẫu*
 - [2] ICUMSA Specification and Standard SPS-4, *Densimetry and Tables: Sucrose - Official; Glucose, Fructose and Invert Sugar - Official*
 - [3] IS 15279:2003 (Indian Standard), *Sugar and Sugar Products - Methods of Test*
-