

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6330 : 1997

**ĐƯỜNG - XÁC ĐỊNH ĐỘ PHÂN CỰC (THEO PHƯƠNG
PHÁP CỦA ICUMSA)**

Sugar - Determination of polarization (ICUMSA - method)

HÀ NỘI - 1997

Đường

Xác định độ phân cực (theo phương pháp của ICUMSA)

Sugar - Determination of polarization (ICUMSA - method)

1 Lĩnh vực áp dụng

— Có thể áp dụng cho các loại đường nói chung.

2 Nguyên tắc của phương pháp

Sử dụng một đường kế qui định để xác định độ phân cực của dung dịch đường sau khi được làm trong bằng chì axetat bazơ.

3 Thuốc thử và vật liệu

3.1 Chất làm trong: cả chì axetat rắn và dung dịch được chuẩn bị phải phù hợp với qui định của ICUMSA như sau:

a) Thuốc thử khô phải có cùng đặc tính kỹ thuật của Hội hoá học của Mỹ (ACS*), nhưng nếu cần thiết nghiêng đến độ mịn theo đặc tính kỹ thuật của Úc thì 100% lọt qua sàng lỗ vuông có kích thước 0,420 x 0,420 mm. (0,0164 inch vuông hoặc 25 mesh của thang Tyler) và 70% lọt qua sàng lỗ vuông có kích thước 0,125 x 0,125 mm (0,0049 inch vuông hoặc 115 mesh thang Tyler).

b) Dung dịch chì axetat bazơ được chuẩn bị bằng cách hoà tan chì axetat yếu (đặc tính kỹ thuật theo ACS*) và điều chỉnh $d = 1,25$. Dung dịch phải chứa từ 9,6 g đến 10,5 g chì ở dạng bazơ (tính theo PbO) trong 100 ml.

Dung dịch phải được bảo vệ tránh tiếp xúc với cacbon dioxit.

3.2 Giấy lọc : giấy lọc dùng khi xác định độ phân cực đối với đường thô phải có độ ẩm trong khoảng 6 - 8% được xác định bằng cách sấy trong 3 giờ ở 100°C. Khoảng hàm lượng nước này thông thường đạt được nếu như giấy ở trạng thái cân bằng với khí quyển, trừ khi khí quyển không bình thường hoặc ẩm.

Thiết bị

4.1 Đường kẻ : Đường kẻ phải phù hợp với thang đường Quốc tế (Theo định nghĩa ở khoá hợp lần thứ 8 của ICUMSA), hoặc được kiểm định bằng tấm thạch anh để đọc độ đường Quốc tế, chúng phải được đặt trong phòng thí nghiệm (hoặc trong phòng bên cạnh) và ở đó mẫu được mở ra để phân tích và độ ẩm của phòng phải được giữ sao cho gần như không đổi và tốt nhất là trong phạm vi từ 65% đến 70% R.H.

4.2 Tấm thạch anh

Thiết kế, vật liệu, sự hoàn hảo, kích thước và các đặc tính của tấm thạch anh phải đạt tiêu chuẩn quốc tế, tức là tiêu chuẩn do ICUMSA xây dựng.

Các tấm thạch anh được dùng phải hoặc là các đĩa chuẩn đã được một cơ quan có thẩm quyền là một trong các phòng thí nghiệm vật lý ở Oasington, Luân đôn, Pari hay Beclin chứng nhận, hoặc là các tấm đã được kiểm định bằng cách so sánh trực tiếp với một đĩa đã được chứng nhận.

4.3 Cân

Cân được sử dụng để xác định độ phân cực của đường thô phải có độ nhạy, cân được nhanh và với độ chính xác đến 0,002 g.

4.4 Bình định mức

Kích thước, vật liệu, sự hoàn hảo của bình phải phù hợp với tiêu chuẩn của Anh BS.675 (1953) và BS.1792 (1952), hoặc NBS thông báo số 440, trang 106/7 hoặc loại tương đương.

Các bình phải được kiểm định riêng, các bình có dung tích thực nằm trong khoảng $100,00 \pm 0,02$ ml có thể dùng không cần hiệu chuẩn. Bình có dung tích nằm ngoài phạm vi trên khi dùng cần hiệu chuẩn một cách thích hợp đến 100,00 ml.

4.5 Ống và thiết bị phụ

Sử dụng ống thủy tinh hoặc ống kim loại 200 mm được đổ đến đầy một đầu hay hai đầu. Các ống này hoặc được sự xác nhận của các phòng thí nghiệm đã được công nhận, hoặc được kiểm định theo một ống đã được xác nhận và phải đáp ứng được một số yêu cầu kỹ thuật sau. Các ống phù hợp với các yêu cầu kỹ thuật này thì không cần phải hiệu chuẩn.

Chiều dài : $200,00 \pm 0,03$ mm.

Sự song song của đầu ống : Các đầu ống phải song song trong khoảng 10 phút góc.

Sự vuông vắn của đầu ống : Sự lệch hướng từ độ vuông của các đầu ống so với trục của ống không được vượt quá 10 phút góc, nhưng nếu ống tuân thủ các điều kiện về độ dài và sự song song, độ vuông có thể cho phép sai lệch nhỏ đến 15 phút góc với điều kiện là không có sự thay đổi nào về độ dọc có thể nhìn thấy trên vòng quay của ống.

Các vòng đệm bằng kim loại có đường ren của các ống phải thật khít sao cho chúng không nhô ra khỏi các đầu thuỷ tinh.

4.6 Các nắp thuỷ tinh

Nắp thuỷ tinh phải không có nội ứng suất, và các mặt phẳng song song trong khoảng 5 phút góc.

4.7 Phễu

Các phễu có cuống bằng vật liệu chống ăn mòn được dùng để lọc các dung dịch dùng để xác định độ phân cực.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị dung dịch

Gạt bỏ lớp đường trên bề mặt 1,27 cm (1/2 inch) trước khi cân mẫu. Cân chính xác $26 \pm 0,002$ g đường vào bình nhanh càng tốt và chuyển vào bình dung tích 100 ml bằng cách rửa với khoảng 60 ml nước lạnh. Việc cấp nước (nước cất hoặc nước đã khử ion) phải tiến hành ở nhiệt độ phòng. Hoà tan bằng cách khuấy và không đun nóng.

Từ lúc này về sau dung dịch thử phải giữ ở $20 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Ở thời điểm thêm nước tới vạch, đổ đầy vào ống phân cực và trong khi đọc phải điều chỉnh dung dịch ở $20 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Pha loãng đến 80 ml.

Thêm 1,0 ml thuốc thử chì đã qui định bằng buret lắp với bộ ngăn CO_2 .

Trộn đều dung dịch chì bằng cách khuấy và rửa thành bình cho đến khi đạt được 95 ml. Lắc kỹ và pha loãng đến 99,5 ml. Giữ bình và chất chứa bên trong ở $20 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ trong vòng 15 phút. Làm tan bọt trên bề mặt chất lỏng bằng một giọt etanola.

Làm khô phần trong cổ bình phía trên dung dịch bằng giấy lọc cuộn lại. Đưa thể tích dung dịch chính xác đến 100 ml bằng tia phun nhỏ và cẩn thận không để cho bọt tạo thành trên bề mặt chất lỏng. Lắc kỹ, lật ngược bình ít nhất là ba lần.

Để yên bình và chất chứa bên trong 5 phút.

Lọc qua giấy lọc gấp nếp 18,5 cm được đặt trong phễu không cuống trơn bằng cách rót toàn bộ chất chứa trong bình định mức lên giấy lọc. Bình hứng phải có hình dáng và kích thước sao cho khoảng cách dịch lọc chảy xuống từ phễu đến bề mặt chất lỏng không vượt quá 4 cm.

Đậy ngay phễu bằng nắp thuỷ tinh, hoặc một nắp thích hợp khác.

Loại bỏ 10 ml dịch lọc đầu tiên, sau đó giữ lại 30 ml dịch lọc.

TCVN 6330 : 1997

5.2 Xác định độ phân cực

Rửa ống phân cực kế bằng cách tráng 2 lần với hai phần ba thể tích của nó bằng dung dịch đường. Đổ đầy ống dung dịch đường ở $20^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Lắp ống đã đổ đầy dung dịch đường vào máng của đường kế và để yên ít nhất là 5 phút trước khi đọc.

Đọc kết quả chính xác đến $0,05^{\circ}\text{S}$, kết quả độ phân cực là trung bình cộng của các lần đọc, tốt nhất là 5 lần.

Phải chuẩn hoá đường kế tại thời điểm quan sát bằng các đĩa thạch anh chuẩn mà giá trị của nó sát gần với độ phân cực được quan sát.

Không dùng dung dịch đường sacaroza để chuẩn hoá.

Hiệu chuẩn thang đo dựa vào số đọc của tấm thạch anh được dùng đối với sự phân cực được quan sát.

Chỉ hiệu chuẩn đối với những số đọc xuất hiện do khuyết tật của dụng cụ (hiệu chuẩn thang đo) hoặc thiết bị (hiệu chuẩn bình).

5.3 Biểu thị kết quả

Kết quả được biểu thị theo độ S (độ đường) và lấy chính xác đến $0,01^{\circ}\text{S}$.

6 Chú thích về cách tiến hành

Xử lý mẫu đường: khi đưa mẫu đến phòng thí nghiệm cần phải xem xét kỹ về sự nguyên vẹn của bao gói và các mẫu phải được kiểm tra xem đường có được bao gói, dán kín hay không, để cho các mẫu không bị ảnh hưởng do sự thay đổi độ ẩm từ lúc bao gói đến lúc mẫu được đem đến phòng thí nghiệm để phân tích. Mẫu nguyên vẹn không cần trộn lại.

7 Tài liệu tham khảo

Xử lý mẫu đường trước khi phân tích và phương pháp xác định sự phân cực theo ICUMSA của đường thô: báo cáo của khoá họp lần thứ 12 của ICUMSA, 1958, phụ lục I, trang 85-86 và trang 44, 1 và 2 dưới tiêu đề chỉ axetat cơ bản.

Phương pháp phân tích đường của ICUMSA, 1964, trang 67-70.