

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7965:2023

Xuất bản lần 2

**ĐƯỜNG VÀ SẢN PHẨM ĐƯỜNG –
XÁC ĐỊNH ĐỘ TRO DẪN ĐIỆN TRONG CÁC SẢN PHẨM
ĐƯỜNG TINH LUYỆN VÀ ĐƯỜNG TRẮNG**

Sugar and sugar products –

Determination of conductivity ash in refined sugar products and white sugar

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 7965:2023 thay thế TCVN 7965:2008;

TCVN 7965:2023 được xây dựng trên cơ sở tham khảo ICUMSA Method GS2_{3/9}-17 (2011)
The Determination of Conductivity Ash in Refined Sugar Products and in Plantation White Sugar – Official;

TCVN 7965:2023 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 tro dẫn điện trong các sản phẩm đường tinh luyện và đường trắng

Sugar and sugar products – Determination of conductivity ash in refined sugar products and white sugar

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ tro dẫn điện của đường tinh luyện và đường trắng.

Phương pháp này đo độ tro dẫn điện của các dung dịch có nồng độ 28 g/100 g, cho phép đo nồng độ của muối hòa tan bị ion hóa có trong các dung dịch có độ dẫn điện thấp.

CHÚ THÍCH: Đối với các loại đường có chứa chất chống đông vón, sử dụng phương pháp ICUMSA GS3-21 [4] để xác định trước hàm lượng chất chống đông vón.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Độ tro dẫn điện (conductivity ash)

Độ tro được xác định theo độ dẫn điện

CHÚ THÍCH: Độ tro dẫn điện không thể so sánh trực tiếp với độ tro được xác định bằng cách nung và cân. Các hệ số chuyển đổi độ dẫn điện thành độ tro được chọn sao cho giá trị độ tro dẫn điện gần bằng giá trị đối với tro sulfat tương ứng. Các hệ số này là quy ước và không thể kiểm tra xác nhận bằng thực nghiệm.

3 Nguyên tắc

Xác định độ dẫn điện riêng của dung dịch mẫu thử ở nồng độ 28 g/100 g. Sử dụng hệ số chuyển đổi (hệ số quy ước) để tính độ tro dẫn điện tương đương.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải thuộc loại tinh khiết phân tích.

4.1 Nước tinh khiết.

Để chuẩn bị tất cả các dung dịch (đường và kali clorua), sử dụng nước cất hai lần hoặc nước khử ion có độ dẫn điện nhỏ hơn $2 \mu\text{S/cm}$.

4.2 Dung dịch kali clorua, $0,01 \text{ mol/L}$

Cân $745,5 \text{ mg}$ kali clorua đã được loại nước lần đầu bằng cách gia nhiệt đến 500°C . Hòa tan kali clorua trong nước đựng trong bình định mức dung tích 1 L và định mức đến vạch. Cũng có thể sử dụng dung dịch bán sẵn.

4.3 Dung dịch chuẩn kali clorua, $0,0002 \text{ mol/L}$

Dùng pipet lấy 10 mL dung dịch kali clorua $0,01 \text{ mol/L}$ (4.2) cho vào bình định mức dung tích 500 mL , pha loãng với nước và định mức đến vạch. Dung dịch có độ dẫn điện $(26,6 \pm 0,3) \mu\text{S/cm}$ ở 20°C (sau khi trừ độ dẫn điện riêng của nước được sử dụng).

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy đo độ dẫn điện.

5.2 Bình định mức, dung tích 100 mL , 500 mL và 1000 mL .

5.3 Pipet, loại A, có thể phân phối thể tích 10 mL .

5.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến $0,1 \text{ mg}$.

6 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].

7 Cách tiến hành

7.1 Xác định hằng số cuvet

Hằng số cuvet của một cuvet dẫn điện là tỷ lệ của khoảng cách giữa các điện cực so với diện tích và được biểu thị bằng cm^{-1} . Cả hai thông số nêu trên là cố định, tuy nhiên do có sự thay đổi giữa các cuvet, nên cần xác định hằng số cho từng cuvet và kiểm tra định kỳ.

a) Đo độ dẫn điện của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Độ dẫn điện thô của nước, C_{w1} , được tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (1):

$$C_{w1} = K \times X_0 \quad (1)$$

Trong đó:

K là hằng số cuvet do nhà sản xuất đưa ra;

X_0 là số đọc độ dẫn điện của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$).

b) Cuvet được hiệu chuẩn bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn kali clorua có độ dẫn điện đã biết (4.3). Hằng số cuvet sau khi hiệu chuẩn, K_1 , là tỷ số giữa giá trị độ dẫn điện của dung dịch chuẩn kali clorua cộng với giá trị độ dẫn điện của nước so với số đọc độ dẫn điện của dung dịch kali clorua ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, theo Công thức (2):

$$K_1 = \frac{C_{\text{KCl}} + C_{w1}}{X_1} \quad (2)$$

Trong đó:

C_{KCl} là độ dẫn điện của dung dịch chuẩn kali clorua (bằng $26,6\text{ }\mu\text{S/cm}$);

C_{w1} là độ dẫn điện thô của nước, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (1);

X_1 là số đọc độ dẫn điện của dung dịch kali clorua ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$).

c) Đo độ dẫn điện của nước ở nhiệt độ làm việc (độ dẫn điện riêng). Giá trị độ dẫn điện riêng của nước, C_{w2} , được tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (3):

$$C_{w2} = K_1 \times X_2 \quad (3)$$

Trong đó:

K_1 là hằng số cuvet sau khi hiệu chuẩn, tính theo Công thức (2);

TCVN 7965:2023

X_2 là số đọc độ dẫn điện của nước ở nhiệt độ làm việc, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$).

d) Hằng số cuvet ở điều kiện làm việc, K_2 , được tính theo Công thức (4):

$$K_2 = \frac{C_{\text{KCl}} + C_{w2}}{X_1} \quad (4)$$

Trong đó:

C_{KCl} là độ dẫn điện của dung dịch chuẩn kali clorua (bằng $26,6 \mu\text{S/cm}$);

C_{w2} là độ dẫn điện riêng của nước, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (3);

X_1 là số đọc độ dẫn điện của dung dịch kali clorua ở $20^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$).

Nếu giá trị này không được sử dụng trực tiếp trong thiết bị đo thì kết quả của phép đo độ dẫn điện phải nhân với hằng số này.

7.2 Độ dẫn điện của mẫu thử

Đối với mẫu dạng rắn, hòa tan $31,3 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ mẫu thử vào nước trong bình định mức dung tích 100 mL và thêm nước đến vạch ở 20°C (hoặc hòa tan $28,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ mẫu thử vào nước để được dung dịch có khối lượng 100,0 g).

Đối với mẫu dạng lỏng, lấy lượng dung dịch thử chứa 31,3 g chất rắn/100 mL hoặc 28,0 g chất rắn/100 g dung dịch.

Sau khi trộn kỹ, chuyển dung dịch thử vào cuvet và đo độ dẫn điện ở $20^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$. Kiểm tra phép đo bằng dung dịch chuẩn kali clorua (4.3).

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Độ dẫn điện hiệu chỉnh (độ dẫn điện riêng) của dung dịch mẫu thử nồng độ 28 g/100 g, C_{28} , được tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (5):

$$C_{28} = C_1 - 0,35 \times C_{w2} \quad (5)$$

Trong đó:

C_1 là độ dẫn điện của dung dịch thử, đo được ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$);

C_{w2} là độ dẫn điện riêng của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$).

Độ tro dẫn điện của mẫu thử, C_a , biểu thị bằng phần trăm, được tính theo Công thức (6):

$$C_a = 6 \times 10^{-4} \times C_{28} \quad (6)$$

8.2 Hiệu chỉnh nhiệt độ

Nếu không thể thực hiện phép xác định ở nhiệt độ chuẩn $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ thì tiến hành hiệu chỉnh nhiệt độ để cho kết quả cuối cùng với điều kiện dải nhiệt độ không vượt quá $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Độ dẫn điện ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ được tính bằng microsimen trên centimet ($\mu\text{S/cm}$) theo Công thức (7):

$$C_{20^{\circ}} = \frac{C_T}{1 + 0,026(T - 20)} \quad (7)$$

Trong đó: C_T là độ dẫn điện ở nhiệt độ $T\text{ }^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH Độ dẫn điện của dung dịch chuẩn kali clorua (4.3) đã cho ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nếu không thể thực hiện phép đo ở nhiệt độ chuẩn là $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ thì xác định độ dẫn điện của dung dịch chuẩn kali clorua (C_{KCl}) ở $T\text{ }^{\circ}\text{C}$ (trong khoảng $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$) theo Công thức (8):

$$C_{KCl} = 26,6 \times [1 + 0,021 \times (T - 20)] \quad (8)$$

9 Độ chụm

Các giá trị độ chụm dưới đây được xác định từ dữ liệu phân tích liên phòng tại 8 phòng thử nghiệm trên 11 mẫu đường trắng với độ tro dẫn điện trung bình là $0,0123\text{ }%$. Các giá trị độ chụm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với dải giá trị độ tro dẫn điện và nền mẫu đã nêu.

9.1 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 $5\text{ }%$ các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại $r = 0,00115\text{ }%$.

9.2 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

TCVN 7965:2023

thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn tái lập $R = 0,00177$ %.

10 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] TCVN 7150 (ISO 835), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ
 - [3] TCVN 7151 (ISO 648), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức
 - [4] ICUMSA Method GS3-21, *The Determination of Anti-Caking Agents in Powdered Sugars by a Gravimetric Method - Official*
 - [5] IS 15279:2003 (Indian Standard), *Sugar and Sugar Products - Methods of Test*
-