

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 7273 : 2003**

**GS 2/3 - 19 : 1996**

**XÁC ĐỊNH CHẤT KHÔNG TAN TRONG ĐƯỜNG TRẮNG  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP LỌC MÀNG**

*The determination of insoluble matter in white sugar  
by membrane filtration*

HÀ NỘI 2003

## **Lời nói đầu**

TCVN 7273 : 2003 hoàn toàn tương đương với GS2/3 - 19 : 1996:

TCVN 7273 : 2003 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/SC 3 *Đường* biên soạn. Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị. Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

## Xác định chất không tan trong đường trắng bằng phương pháp lọc màng

*The determination of insoluble matter in white sugar by membrane filtration*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp lọc qua màng của Hibbert và Phillipson để xác định hàm lượng chất không tan trong nước của đường trắng.

### 2 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho tất cả các loại đường trắng dạng tinh thể và dạng bột không chứa các chất phụ gia. Đối với các loại đường có khả năng lọc kém thì cần có qui trình cải tiến khác.

### 3 Nguyên tắc

Đường thử nghiệm được hoà tan trong nước nóng và lọc qua màng lọc có cỡ lỗ 8.0  $\mu\text{m}$ . Màng lọc và chất không tan giữ lại trên màng được rửa sạch, sấy khô và cân.

Hàm lượng chất không tan được tính từ phân khối lượng tăng thêm của màng lọc.

### 4 Thuốc thử

#### CANH BÁO VÀ YÊU CẦU VỀ AN TOÀN

Người sử dụng phương pháp này cần tham khảo các văn bản pháp luật về đảm bảo sức khoẻ và an toàn của quốc gia, nhà cung cấp hoá chất trước khi chuẩn bị và sử dụng thuốc thử phun dùng cho sắc ký.

**4.1 Thuốc thử phun dùng cho sắc ký**, dung dịch 1 - naphtol/axit phosphoric. Hoà tan 1.0 g 1-naphtol trong 100 ml etanol và thêm 10 ml axit orthophosphoric ( $\rho_{20} \approx 1,69$  g/ml).

Chú thích – Etanol được dùng có thể là các loại cồn có pha lẫn metanol công nghiệp chứa 98 % đến 99 % m/m tổng lượng rượu

## **5 Thiết bị, dụng cụ**

**5.1 Màng lọc**, cỡ lỗ 8.0  $\mu\text{m}$ , đường kính khoảng 50 mm.

Chú thích – Cỡ lỗ được xác định bằng phép thử "điểm bọt".

**5.2 Thiết bị lọc**, gồm 1 giá đỡ màng lọc (5.1) được gắn vào bình lọc hình nón dung tích 4 lít, được nối với hệ thống chân không.

**5.3 Bình bằng thép không gỉ**, dung tích 2 lít có que khuấy bằng thép không gỉ.

**5.4 Bộ kẹp**.

**5.5 Đĩa Petri bằng chất dẻo**.

**5.6 Tủ sấy**, duy trì được nhiệt độ từ 60 °C đến 65 °C.

**5.7 Rây có lỗ vuông**, đường kính 20 cm, cỡ lỗ khoảng 0.4 mm. Đặt rây ở đáy màng có chứa nước cất nóng ở mức sao cho vừa đủ tiếp xúc với mắt lưới của sàng. Rây có nắp đậy.

**5.8 Cân phân tích**, có thể đọc đến 0.1 mg.

**5.9 Cân**, có trọng lượng tối đa 5 kg, có thể đọc đến 1 g.

## **6 Cách tiến hành**

### **6.1 Chuẩn bị nước**

Lọc 5 lít nước qua màng lọc có cỡ lỗ là 8.0  $\mu\text{m}$  (5.1) đã chuẩn bị như trong 6.2. Sau khi lọc được 500 ml đầu tiên, ngắt hệ thống lọc chân không. Dùng 500 ml này tráng đều bên trong bình và đổ bỏ. Tiếp tục lọc 4.5 lít còn lại. Nước này sẽ được sử dụng cho tất cả các yêu cầu từ 6.2 đến 6.6. Tất cả các thiết bị (bình, que khuấy, bộ kẹp, rây có mắt lưới) phải được tráng trong nước đã lọc trước khi tiến hành tiếp.

### **6.2 Chuẩn bị màng lọc**

Rửa màng lọc (5.1) bằng cách ngâm trong nước cất sôi trong 6 phút; cho thoát hết nước dư khỏi màng lọc và dùng bộ kẹp (5.4) chuyển từng cái một sang các đĩa Petri sạch, khô (5.5).

Sấy màng lọc trong các đĩa của chúng mà không đậy nắp trong 1 giờ ở nhiệt độ từ 60 °C đến 65 °C trong tủ sấy. Sau khi sấy, đậy nắp lại và làm nguội 30 phút trong bình hút ẩm. Ghi lại khối lượng của màng đã làm nguội chính xác đến 0,1 mg.

### 6.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu

Cân 1 000 g  $\pm$  1 g mẫu trực tiếp cho vào bình bằng thép không gỉ (5.3). Nếu khó lọc, hoặc lượng mẫu bị giới hạn thì mẫu có thể giảm đến 500 g  $\pm$  1 g hoặc nhỏ hơn. Độ chính xác có thể bị giảm khi lượng mẫu giảm.

Thêm nước cất nóng khoảng 95 °C vào trong bình đến thể tích cuối cùng khoảng 1 800 ml. Khuấy hỗn hợp bằng que khuấy bằng thép không gỉ và đun đến khoảng 95 °C; tiếp tục khuấy đến khi tất cả lượng đường đã được hoà tan.

Chú thích – Dùng vải lau khô thiết bị có thể là nguồn nhiễm bẩn nguy hiểm. Vì thế, điều quan trọng là tất cả các thiết bị phải được tráng kỹ bằng nước cất ngay trước khi sử dụng nhưng không được lau khô bằng vải.

### 6.4 Lọc dung dịch đường

Làm ấm màng lọc đã cân bằng cách di chuyển nó trong nước cất trên đĩa Petri. Đặt màng lọc đã ấm vào trong giá đỡ bộ lọc (5.2) và cho dung dịch đường nóng qua màng lọc dưới áp suất giảm. Tráng cẩn thận bình và que khuấy trong giá đỡ bộ lọc bằng nước cất nóng. Sử dụng tổng thể tích khoảng 1 000 ml nước cất nóng để rửa chất không tan được giữ lại và màng lọc trong giá đỡ bộ lọc.

Chú thích – Không được để không khí qua màng lọc sau khi rửa, vì có thể có một lượng lớn các hạt trong khi quyển.

### 6.5 Rửa màng lọc lần cuối

Cẩn thận lấy màng lọc ra khỏi giá đỡ và đặt trên rây (5.7) ướt, có lỗ vuông, để trong khoảng 1 giờ.

### 6.6 Sấy và cân màng lọc

Sau lần rửa lại cuối cùng đưa màng lọc trở lại đĩa Petri ban đầu của nó. Sấy khô đĩa không đậy nắp trong tủ sấy trong 1 giờ ở nhiệt độ từ 60 °C đến 65 °C. Đậy nắp lại và làm nguội đĩa trong 30 phút trong bình hút ẩm. Cân lại màng lọc chính xác đến 0,1 mg.

Hiệu quả của việc rửa màng lọc lần cuối ảnh hưởng chủ yếu đến độ chính xác của phép thử. Điều này có thể được kiểm tra bằng cách thỉnh thoảng phun thuốc thử dạng phun dùng cho sắc ký 1 - naphthol/ axit phosphoric (4.1) lên màng, sau khi sử dụng, và nâng nhiệt lên đến 105 °C. Màng lọc phải không có bất kỳ vết bắt mẫu tím nào.

## 7 Biểu thị kết quả

### 7.1 Tính toán

Hàm lượng chất không tan của đường được biểu thị bằng miligam của chất không tan trên kilogam mẫu được tính như sau:

$$\text{Chất không tan (mg/kg)} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^6$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng của màng lọc (6.2), tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng của màng lọc + chất không tan (6.6), tính bằng gam;

$m_0$  là khối lượng của mẫu lấy để thử (6.3), tính bằng gam.

Biểu thị kết quả chính xác đến mg/kg.

### 7.2 Độ chụm

Độ lặp lại và độ tái lập là không thoả mãn trong các phép thử nghiệm cộng tác được tiến hành năm 1996. Các phép thử nghiệm tiếp theo trên các mẫu đã "biến tính" của đường có chất không tan thấp được lưu ý do tính không đồng nhất của chất không tan thường có mặt trong đường.

## Thư mục tài liệu tham khảo

- 1 Hibbert D and Phillipson R T (1966): Int. Sugar J., 68, 39 – 44.
  - 2 Proc. 15th Session ICUMSA, 1970, 213.
  - 3 Proc. 16th Session ICUMSA, 1974, 268.
  - 4 Parkin G (1998): Referee s Report, General Subj. 2, ICUMSA.
  - 5 Millipore Laboratory Catalogue (1991): Millipore Intertech. Bedford. Mass.. 9.
-