

KẸO Phương pháp xác định hàm lượng đường toàn phần		TCVN 4074 — 85
Кондитерские изделия. Метод определения содержания общего сахара	Confectionery Method for the determination of total sugar content.	Có hiệu lực từ 01-07-1986

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng đường toàn phần cho các loại kẹo cứng, kẹo mềm, kẹo hỗn hợp và kẹo có nhân.

1. NGUYÊN TẮC

Xác định hàm lượng đường toàn phần của mẫu thử bằng phương pháp Bectrăng.

Lượng đường toàn phần bao gồm saccaro và các loại đường khác (glucoza, fructoza, maltoza, lactoza...) của kẹo sau khi thủy phân ở 70° C trong 5 phút.

2. LẤY MẪU

Lấy mẫu và xử lý mẫu theo TCVN 4067 — 85.

3. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

- Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g;
- Bình định mức dung tích 250 ml;
- Bình nón dung tích 250 ml;
- Cốc thủy tinh dung tích 250; 100 ml;
- Pipet dung tích 25; 50 ml;
- Buret dung tích 25 ml;
- Nhiệt kế 0 — 100°C khắc vạch đến 1°C;
- Phễu lọc xốp GA;
- Nồi cách thủy;
- Bình hút lọc chân không;



- Giấy lọc băng xanh;
- Bếp điện;
- Kali pemanganat, dung dịch 0,1 N.

Hòa tan 3,2 g kali pemanganat vào 100 ml nước cất nóng, khuấy cho tan hết, thêm nước cất thành 1000 ml. Đựng dung dịch trong bình màu nâu. Sau 1 tuần đem dung dịch ra xác định lại nồng độ tiến hành như sau:

Cân chính xác 0,25 — 0,3 g natri oxalat TKPT đã được sấy, khô ở nhiệt độ 105°C đến khối lượng không đổi. Hòa tan lượng cân vào 100 ml nước cất trong bình nón, thêm 10 ml axit sunfuric 1 : 4. Sau đó đem đun nóng dung dịch đến nhiệt độ 70 — 80°C. Dùng dung dịch kali pemanganat chuẩn độ dung dịch trong bình nón cho tới khi dung dịch có màu phớt hồng.

Nồng độ N của dung dịch kali pemanganat tính theo công thức:

$$N = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot M},$$

trong đó:

- m: khối lượng của natri oxalat tính bằng g;
- M: đương lượng gam của natri oxalat tính bằng g;
- V: thể tích dung dịch kali pemanganat tiêu tốn tính bằng ml.
- Natri hydroxyt dung dịch 20; 1%;
- Axit clohydric TKPT, d = 1,19;
- Kẽm sunfat, dung dịch 1 N;
- Natri hydroxyt dung dịch 1 N;
- Phenophtalein, dung dịch rượu 1%;

— Dung dịch phelin A: hòa tan 69,28 g đồng sunfat trong 1000 ml nước cất, nếu không tan hết thì cho thêm vài ml axit sunfuric và lắc đều:

— Dung dịch phelin B: hòa tan 346 g kali natri tatra vào 400 — 500 ml nước cất nóng, trộn với 100 g natri hydroxyt đã hòa tan trong 200 — 300 ml nước thêm nước cất thành 1000 ml.

— Dung dịch sắt (III) sunfat: hòa tan 50 g sắt (III) sunfat trong 400 — 500 ml nước cất, thêm từ từ và thận trọng 100 ml axit sunfuric đặc (d = 1,84), để nguội, thêm nước cất thành 1 lít.

4. TIẾN HÀNH XÁC ĐỊNH

4.1. Chuẩn bị dung dịch thử

Cân một lượng cân mẫu thử trên cân phân tích, sao cho trong 100 ml dung dịch mẫu thử phải có khoảng 0,5 g đường.

Hòa tan lượng cân mẫu thử bằng 100 ml nước cất 60 – 70°C nếu mẫu không tan hết, đun thêm 15 phút trong nồi nước 60 – 70°C. Dùng nước cất để tráng, rửa và chuyển toàn bộ dung dịch thử vào bình định mức dung tích 250 ml (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 sunfat 1 N nếu lượng cân mẫu dưới 5 g và 15 ml nếu lượng cân mẫu trên 5 g, lắc đều. Cho tiếp một thể tích dung dịch natri hydroxyt 1 N đúng bằng thể tích dung dịch natri hydroxyt 1 N đã dùng để trung hòa thể tích kẽm sunfat như trên với chỉ thị phenolphthalein 1% trong một thí nghiệm riêng biệt. Lắc đều dung dịch trong bình và thêm nước cất đến vạch, lắc đều, để yên dung dịch trong 10 phút rồi đem lọc qua giấy lọc dày, khô, sạch. Phần dung dịch đầu tráng rửa bình và bỏ đi. Dung dịch lọc được gọi là dung dịch I

4.2. Thủy phân dung dịch thử

Lấy chính xác 50 ml dung dịch I vào bình định mức dung tích 250 ml thêm 50 ml nước cất, 7 ml axit clohydric đặc ($d = 1,19$). Cắm nhiệt kế vào bình và đem đun trong nồi cách thủy, giữ nhiệt độ dung dịch trong bình là 70°C trong 5 phút. Lấy bình ra, làm nguội nhanh dưới vòi nước. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch natri hydroxyt 20 ; 1%, với chỉ thị phenolphthalein đến màu hồng. Thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Dung dịch này được gọi là dung dịch II.

4.3. Xác định hàm lượng đường

Cho lần lượt 25 ml dung dịch felling A và 25 ml dung dịch felling B vào bình nón dung tích 250 ml, lắc đều. Thêm chính xác 25 ml dung dịch II, lắc đều, đun sôi 3 phút trên bếp điện kể từ lúc bắt đầu sôi. Lấy ra để lắng kết tủa. Dung dịch trong bình phải có màu xanh đậm của đồng sunfat, nếu không phải làm lại với lượng dung dịch II ít hơn,

Khi kết tủa đồng oxyt đã lắng xuống, lọc gạn phần nước trộn kết tủa vào phễu lọc G4 (lọc hút chân không). Cho nước cất đã đun sôi vào bình nón và tiếp tục lọc gạn cho đến khi nước trong bình nón hết kiềm tính. Trong khi lọc phải giữ một lớp nước trên mặt kết tủa để tránh đồng oxyt tiếp xúc với không khí. Cuối cùng cho vào bình nón khoảng 20 ml dung dịch sắt III sunfat để hòa tan kết tủa đồng oxyt. Thay bình hút lọc trên bằng một bình hút lọc mới, cho chạy bơm hút chân không. Đổ 20 ml dung dịch III sunfat vào phễu lọc G4, dùng thìa thủy tinh khuấy nhẹ cho tan hết kết tủa, hút lọc, đổ dung dịch từ bình nón sang phễu. Tráng bình nón và phễu vài lần bằng nước cất đang sôi, rồi đổ lên phễu tất cả đều hút lọc xuống bình. Lấy bình hút lọc ra và đem chuẩn độ ngay bằng dung dịch pemangnat 0,1N cho tới khi, xuất hiện màu phớt hồng.

5. TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng đường toàn phần tính bằng phần trăm (X) theo công thức:

$$X = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot m_1 \cdot 100}{m \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 1000}$$

trong đó:

m_1 : khối lượng đường nghịch chuyển tìm thấy trong bảng tính bằng mg;

V_1 : thể tích dung dịch hòa tan lượng mẫu đã cân (dung dịch I), tính bằng ml;

V_2 : thể tích pha loãng dung dịch sau khi nghịch chuyển (dung dịch II) tính bằng ml;

V_3 : thể tích dung dịch I lấy để thủy phân tính bằng ml;

V_4 : thể tích dung dịch II lấy để xác định đường tính bằng ml;

m : khối lượng mẫu tính bằng g.

Chênh lệch giữa hai lần xác định song song không lớn hơn 0,5%. Lấy kết quả trung bình toán học của hai lần xác định. Tính chính xác đến 0,1%.

Bảng tìm lượng glucoza

Glucoza, mg	Kali pemanganat 0,1N	Glucoza, mg	Kali pemanganat 0,1N	Glucoza, mg	Kali pemanganat 0,1N	Glucoza, mg	Kali pemanganat 0,1N
10	3,24	32	9,94	54	16,1	78	22
11	3,55	33	10,10	55	16,4	79	22,6
12	3,87	34	10,4	56	16,8	80	22,9
13	4,17	35	10,7	57	16,9	81	23,2
14	4,49	36	11	58	17,2	82	23,4
15	4,8	37	11,5	59	17,7	83	23,7
16	5,12	38	11,6	60	17,7	84	23,9
17	5,43	39	11,9	61	18	86	24,3
18	5,73	40	12,2	62	18,2	87	24,6
19	6,05	41	12,5	63	18,5	88	24,8
20	6,36	42	12,7	64	18,8	89	25,1
21	6,67	43	13	65	19	90	25,3
22	6,96	44	13,3	66	19,3	91	25,6
23	7,27	45	13,6	67	19,5	92	25,9
24	7,54	46	13,9	68	19,8	93	28,1
25	7,84	47	14,1	69	20,1	94	28,3
26	8,14	48	14,4	70	20,3	95	28,6
27	8,45	49	14,7	71	20,5	96	28,
28	8,74	50	15	72	20,8	97	27,0
29	9,03	51	15,2	73	21,1	98	27,8
30	9,33	52	15,5	74	21,3	99	27,5
31	9,63	53	15,8	75	21,6	100	27,8
				76	21,8		
				77	22,1		