

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9940:2013
ISO 5809:1982**

Xuất bản lần 1

**TINH BỘT VÀ SẢN PHẨM TINH BỘT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO SULFAT**

Starches and derived products – Determination of sulphated ash

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9940:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 5809:1982;

TCVN 9940:2013 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.

Tinh bột và sản phẩm tinh bột - Xác định hàm lượng tro sulfat

Starches and derived products - Determination of sulphated ash

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp để xác định tro sulfat trong tinh bột và các sản phẩm tinh bột.

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).

TCVN 9934 (ISO 1666), *Tinh bột – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng tủ sấy*

ISO 1741, *Dextrose – Determination of loss in mass on drying – Vacuum oven method (Dextroza – Xác định hao hụt khối lượng sau khi sấy – Phương pháp tủ sấy chân không)*

ISO 1742, *Glucose syrups – Determination of dry matter – Vacuum oven method (Siro glucoza – Xác định hàm lượng chất khô – Phương pháp tủ sấy chân không)*

ISO 1743, *Glucose syrup – Determination of dry matter content – Refractive index method (Siro glucoza – Xác định hàm lượng chất khô – Phương pháp đo chỉ số khúc xạ)*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tro sulfat (sulphated ash)

Phần còn lại thu được sau khi nung sản phẩm theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

Hàm lượng tro sulfat được biểu thị theo phần trăm khối lượng sản phẩm hoặc phần trăm khối lượng tính theo chất khô.

4 Nguyên tắc

Nung phần mẫu thử với axit sulfuric, ở nhiệt độ $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Dùng axit sulfuric để phân hủy chất hữu cơ và tránh bị thất thoát do chuyển hóa các muối clorua dễ bay hơi thành các muối sulfat không bay hơi.

5 Thuộc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Dung dịch axit sulfuric

Cho cẩn thận 100 ml axit sulfuric đậm đặc, $\rho_{20} = 1,83\text{ g/ml}$, vào 300 ml nước và trộn đều.

5.2 Dung dịch axit clohydric

Cho cẩn thận 100 ml axit clohydric đậm đặc, $\rho_{20} = 1,19\text{ g/ml}$, vào 500 ml nước và trộn đều.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Đĩa nung, bằng platin hoặc các vật liệu khác mà không bị ảnh hưởng bởi các điều kiện thử nghiệm (ví dụ, đĩa nung bằng silica), dung tích 100 ml đến 200 ml và có diện tích bề mặt hữu dụng tối thiểu 15 cm^2 .

6.2 Lò nung bằng điện có tuần hoàn không khí, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.3 Bếp điện hoặc đầu đốt bằng khí hoặc đèn đốt.

6.4 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm còn tác dụng.

6.5 Nồi cách thủy, có thể kiểm soát được nhiệt độ $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $70\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.6 Cân phân tích.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị đĩa nung

Làm sạch đĩa nung (6.1) mới sử dụng hoặc đĩa đã sử dụng bằng cách đun sôi với dung dịch axit clohydric (5.2) rồi tráng nhiều lần bằng nước.

Nung đĩa 30 min trong lò nung (6.2) được kiểm soát ở $525 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Để nguội đĩa đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (6.4) rồi cân chính xác đến 0,0002 g (đĩa nung phải được nung đến khối lượng không đổi).

7.2 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn đều và trộn nhanh mẫu trong vật chứa bằng cách khuấy (đối với dạng bột) hoặc trộn bằng thìa (đối với dạng lỏng)¹⁾.

Nếu thể tích của vật chứa không đủ để trộn thì chuyển nhanh toàn bộ mẫu sang vật chứa khác có kích thước thích hợp đã được sấy khô trước.

Tiến hành cẩn thận để tránh làm thay đổi độ ẩm của mẫu. Có thể khó để lấy được khoảng 5 g mẫu đại diện (ví dụ glucoza dạng cục). Trong trường hợp này, sử dụng một trong hai qui trình mô tả dưới đây:

a) Cân cẩn thận khoảng 100 g mẫu, chính xác đến 0,01 g cho vào vật chứa khô có nắp đậy, đã được cân trước cùng với nắp. Thêm khoảng 100 ml nước ở $90 \text{ }^{\circ}\text{C}$, đậy nắp và khuấy cho đến khi mẫu hòa tan hoàn toàn. Để nguội đến nhiệt độ phòng rồi cân chính xác đến 0,01 g.

b) Làm tan chảy mẫu dạng rắn, đựng trong vật chứa có nắp, bằng cách ngâm trong nồi cách thủy (6.5), được kiểm soát ở $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $70 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Lấy vật chứa ra khỏi nồi cách thủy rồi để nguội đến nhiệt độ phòng, lắc trộn thường xuyên nhưng không mở nắp và trộn nước ngưng tụ với mẫu.

7.3 Phân mẫu thử

Nếu tiến hành pha loãng thì lấy phần dịch lỏng của dung dịch thu được (xem 7.2) sao cho khối lượng mẫu thu được tương đương như trong Bảng 1.

Trong tất cả các trường hợp khác, cân một lượng mẫu thử (7.2) chính xác đến 0,001 g cho vào trong đĩa nung (6.1) đã được cân trước chính xác đến 0,0002 g, như trong Bảng 1.

Bảng 1

Tro sulfat	Khối lượng phần mẫu thử
% (khối lượng)	g
≤ 5	10
> 5 và ≤ 10	5
> 10	2

¹⁾ Đối với sirô glucoza, loại bỏ lớp phía trên (khoảng 0,5 cm) trước khi trộn đều.

7.4 Đốt sơ bộ

Cho 5 ml dung dịch axit sulfuric (5.1) vào phần mẫu thử hoặc phần chất lỏng (7.3). Trộn đều bằng đũa thủy tinh và tráng bằng một ít nước, thu lấy nước tráng vào chén nung. Làm nóng chén nung từ từ và cẩn thận trên bếp điện hoặc đầu đốt bằng khí hoặc dùng đèn đốt (6.3) cho đến khi cacbon hóa hoàn toàn (nên tiến hành trong tủ hút).

7.5 Tiến hành nung

Đặt đĩa nung vào lò nung (6.2) được kiểm soát ở $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ và duy trì nhiệt độ này cho đến khi hết hẳn cacbon. Thời gian này thường khoảng 2 h.

Để nguội. Cho vào phần tro vài giọt dung dịch axit sulfuric (5.1), làm bay hơi ở cửa lò nung và nung tiếp trong 0,5 h. Đặt chén nung vào trong bình hút ẩm (6.4) và để nguội đến nhiệt độ phòng. Cân chén cùng với tro chính xác đến 0,000 2 g. Tiếp tục nung cho đến khi thu được khối lượng không đổi.

Không được đặt quá bốn chén nung trong bình hút ẩm một lần.

7.6 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một phần mẫu thử (7.2).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp và công thức tính

Tro sulfat, được biểu thị theo phần trăm khối lượng sản phẩm, tính được bằng công thức sau:

$$(m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

Tro sulfat được biểu thị theo phần trăm khối lượng tính theo chất khô, tính được bằng công thức sau:

$$(m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - H}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng phần mẫu thử có tính đến việc pha loãng (7.3), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng chén trước khi nung (7.1), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của chén sau khi nung cùng với tro (7.5), tính bằng gam (g);

H là độ ẩm của sản phẩm, xác định theo TCVN 9934 (ISO 1666), ISO 1741, ISO 1742 hoặc ISO 1743 tương ứng.

Lấy kết quả là trung bình của các giá trị thu được trong hai phép xác định, với điều kiện đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại (xem 8.2). Nếu không thì lặp lại phép thử.

CHÚ THÍCH 1 Trong các sản phẩm tinh bột thủy phân có chứa natri clorua, là chất khoáng chiếm ưu thế, hàm lượng tro có thể được đánh giá theo natri clorua bằng cách nhân quy ước tro sulfat với hệ số 0,823 với tỷ lệ:

$$\frac{\text{natri clorua}}{\text{natri sulfat}} = \frac{2(\text{NaCl})}{(\text{Na}_2\text{SO}_4)}$$

Kết quả được làm tròn đến hai chữ số thập phân.

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả thu được trong hai lần xác định tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp nhanh, do một người phân tích, thực hiện trên cùng một mẫu thử không được lớn hơn:

- 4 % giá trị trung bình trong trường hợp tro sulfat lớn hơn 2 % (khối lượng);
- 0,08 g trên 100 g trong trường hợp tro sulfat nhỏ hơn 2 % (khối lượng);

8.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả thu được trong hai lần xác định tiến hành trên cùng một mẫu thử, do hai phòng thử nghiệm khác nhau thực hiện không được quá:

- 0,1 g/100 g trong trường hợp tro sulfat nhỏ hơn 0,5 % (khối lượng);
- 1 % trung bình cộng trong trường hợp tro sulfat lớn hơn 5 % (khối lượng);
- 20 % trung bình cộng trong trường hợp tro sulfat từ 0,5 % đến 5 % (khối lượng)

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được. Ngoài ra, báo cáo thử nghiệm cũng đề cập đến mọi chi tiết thao tác không qui 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 thử nghiệm.

Báo cáo thử nghiệm cũng bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.