

Lời nói đầu

TCVN 8124 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 2171 : 2007;

TCVN 8124 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13

Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn

Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Ngũ cốc, đậu đỗ và phụ phẩm –

Xác định hàm lượng tro bằng phương pháp nung

Cereals, pulses and by-products – Determination of ash yield by incineration

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro của ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm nghiền của chúng được dùng để làm thực phẩm. Các nguồn nguyên liệu bao gồm:

- a) hạt ngũ cốc;
- b) bột và lõi;
- c) các sản phẩm nghiền (cám và các sản phẩm có hàm lượng cám cao, tấm);
- d) bột ngũ cốc đã trộn (hỗn hợp);
- e) các phụ phẩm từ ngũ cốc ngoài các sản phẩm nghiền; và
- f) đậu đỗ và các phụ phẩm của chúng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các sản phẩm tinh bột và các dẫn xuất từ tinh bột (xem ISO 3593), các sản phẩm dùng làm thức ăn chăn nuôi [xem TCVN 4327 (ISO 5984)] hoặc hạt giống.

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).

ISO 712, Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Routine reference method [(Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn thông dụng))].

ISO 24557, Pulses – Determination of moisture content – Air-over method (Đậu đỗ – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng lò không khí nóng).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Tro (ash)

Phần không cháy được còn lại sau khi nung theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được nung cho đến khi chất hữu cơ cháy hoàn toàn, sau đó cân phần cặn còn lại. Phần cặn thu được này có dạng tro xốp sau khi nung ở 550°C và thuỷ tinh hoá sau khi nung ở 900°C .

Nhìn chung, các sản phẩm có chứa muối (ví dụ, natri clorua, pyrophosphat) cần được nung ở nhiệt độ $(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$.

Bảng 1 nêu nhiệt độ nung tương ứng với từng loại sản phẩm.

Bảng 1 – Nhiệt độ nung và loại sản phẩm

Loại sản phẩm	Nhiệt độ nung	
Bột	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	$(900 \pm 25)^{\circ}\text{C}$
Lõi	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	$(900 \pm 25)^{\circ}\text{C}$
Hạt ngũ cốc	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	$(900 \pm 25)^{\circ}\text{C}$
Sản phẩm nghiền khác (ví dụ: cám, sản phẩm có nhiều cám, tấm)	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	
Sản phẩm ngũ cốc đã trộn (hỗn hợp)	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	–
Phụ phẩm của ngũ cốc ngoài sản phẩm nghiền	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	–
Đậu đỗ và phụ phẩm của chúng	$(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$	–

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

5.1 Axit clohydric, dung dịch lỏng gồm một phần thể tích HCl (35 % thể tích) và một phần thể tích nước.

5.2 Diphospho pentoxit tinh khiết (P_4O_{10}).

5.3 Etanol.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Máy nghiền, dễ làm sạch và có khoang làm việc nhỏ, đảm bảo nghiền nhanh và đều.

6.2 Đĩa đẽ tro hoá, dung tích không nhỏ hơn 20 ml, hình chữ nhật hoặc hình tròn, đáy bằng và có diện tích bề mặt không nhỏ hơn 12 cm^2 . Các vật liệu thích hợp làm đĩa tro hoá dưới đây không bị hư hỏng dưới các điều kiện nhiệt độ thử nghiệm:

a) nung ở $900\text{ }^\circ\text{C}$ – thì dùng đĩa bằng platin hoặc rodi;

b) nung ở $550\text{ }^\circ\text{C}$ – thì dùng đĩa bằng thạch anh hoặc silic dioxit.

Trong cả hai trường hợp, vật liệu sử dụng phải phù hợp với các giá trị độ chum.

Các đĩa tro hoá phải được làm sạch bằng cách nhúng ngập trong axit clohydric (5.1) ít nhất 1 h, sau đó tráng bằng dòng nước chảy và bằng nước cất.

Sau khi rửa, các đĩa được làm khô trong tủ sấy (6.7) với nhiệt độ và khoảng thời gian đủ để loại nước.

6.3 Lò nung bằng điện, có hệ thống thông gió thích hợp được cung cấp bằng hệ thống kiểm soát nhiệt độ, có lớp vỏ chịu nhiệt để không bị hỏng ở nhiệt độ tro hoá, và có thể duy trì ở nhiệt độ $(900 \pm 25)\text{ }^\circ\text{C}$ hoặc $(550 \pm 10)\text{ }^\circ\text{C}$.

6.4 Bình hút ẩm chân không, được trang bị đĩa nhôm hoặc đĩa sứ được đúc lõi và có chất làm khô như diphospho pentoxit (5.2).

6.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 mg.

6.6 Bộ chia mẫu có nhiều ngăn hoặc bộ chia mẫu hình nón.

6.7 Tủ sấy, để sấy các đĩa tro hoá.

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo ISO 6644 và TCVN 5451 (ISO 13690).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với các loại hạt hoặc các sản phẩm có chứa hạt nguyên, thì trộn và chia mẫu sao cho thu được một lượng đại diện phù hợp với máy nghiền (6.1) được sử dụng.

Nghiền mẫu thu được.

Đối với các sản phẩm khác thì không cần nghiền.

9 Cách tiến hành

9.1 Xác định độ ẩm

Xác định trước độ ẩm của mẫu thử theo ISO 712 đối với ngũ cốc trừ ngô hoặc theo TCVN 4846 (ISO 6540) đối với ngô hoặc theo ISO 24557 đối với đậu đỗ.

Đậu đỗ và các sản phẩm của chúng được tiến hành theo ISO 712 với thời gian sấy là 90 min và được bảo ôn trước nếu độ ẩm dưới 7 % hoặc trên 13 %.

9.2 Chuẩn bị các đĩa tro hoá

Để các đĩa tro hoá thích hợp khi sử dụng ở 900°C (6.2), đưa các đĩa đã được làm sạch trước đến nhiệt độ nung bằng cách đặt chúng trong lò nung (6.3) trong 5 min, lấy đĩa ra để nguội trong bình hút ẩm chân không (6.4), sau đó dùng cân (6.5) để cân, chính xác đến 0,1 mg.

Để các đĩa tro hoá thích hợp khi sử dụng ở nhiệt độ 550°C , đặt các đĩa đã được làm sạch trong tủ sấy (6.7) trong thời gian cần thiết để làm khô (ví dụ 90 min ở 130°C). Trước khi sử dụng, lấy ngay đĩa ra khỏi tủ sấy và để nguội trong bình hút ẩm chân không (6.4), sau đó dùng cân (6.5) để cân, chính xác đến 0,1 mg.

9.3 Chuẩn bị phần mẫu thử

Từ mẫu thử đã chuẩn bị theo Điều 8, trộn kỹ, dùng cân (6.5) cân nhanh phần mẫu thử khoảng từ 3,9 g đến 4,1 g, chính xác đến 0,1 mg, khi được nung ở 900°C và khoảng từ 4,9 g đến 5,1 g khi được nung ở 550°C .

Đối với các sản phẩm có tỷ trọng thấp, thì phần mẫu thử có thể từ $(2 \pm 0,1)$ g đến $(3 \pm 0,1)$ g.

Dàn sản phẩm trên đĩa tro hoá đã được chuẩn bị và được cân như trong 9.2, để tạo thành lớp đồng nhất mà không bao gói.

9.4 Tro hoá sơ bộ

Đặt đĩa tro hoá cùng với mẫu thử vào lò đã nâng đến nhiệt độ tro hoá.

Ở nhiệt độ 900 °C sản phẩm sẽ cháy thành ngọn lửa. Ở 550 °C, cần thiết phải đốt sản phẩm với etanol (5.3).

Để tro hoá sơ bộ ở 550 °C, cho phép đặt các đĩa vào lò nguội và để nhiệt độ của lò tăng đến nhiệt độ yêu cầu.

9.5 Tro hoá

Đợi cho đến khi sản phẩm cháy hết, sau đó đặt đĩa vào trong lò nung.

Đóng cửa lò nung.

Tiếp tục tro hoá cho đến khi toàn bộ mẫu đã được cháy hết, kể cả các hạt cacbon có trong cặn, cụ thể ít nhất là 1 h ở 900 °C và ít nhất 4 h ở 550 °C.

Khi quá trình tro hoá kết thúc, lấy đĩa ra khỏi lò nung và làm nguội trong bình hút ẩm chân không (6.4).

Để duy trì hiệu quả của bình hút ẩm chân không, không xếp chồng các đĩa.

Do tính hút ẩm tự nhiên của tro, cần đưa đĩa về nhiệt độ môi trường càng nhanh càng tốt (cụ thể là 15 min đến 20 min đối với đĩa kim loại, tối thiểu 60 min đến 90 min đối với đĩa thạch anh hoặc đĩa silic dioxit), cân nhanh, chính xác đến 0,1 mg.

Đối với phần mẫu thử được nung ở 550 °C, đặc biệt chú ý khi mở bình hút ẩm chân không để tránh tro bị cuốn đi cùng không khí.

Tính hiệu lực của các kết quả thu được trên mẫu này cần được kiểm tra về tiêu chí của chính phòng thử nghiệm (ví dụ: biểu đồ kiểm soát).

9.6 Số lần xác định

Tiến hành ít nhất hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro tính theo chất khô, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, $w_{a,d}$, theo công thức (1):

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad (1)$$

trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (9.3), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa tro hoá (9.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa tro hoá (9.2) cùng với phần còn lại sau khi nung (9.5), tính bằng gam (g);

w_m là độ ẩm của mẫu, tính bằng phần trăm khối lượng (xem 9.1).

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định nếu thỏa mãn các điều kiện về độ lặp lại (xem 11.1).

Biểu thị kết quả chính xác đến 0,01 % khối lượng.

Nếu cần, hàm lượng tro tính theo phần khối lượng ướt, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, $w_{a,w}$, theo công thức (2):

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad (2)$$

11 Độ chum

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về giới hạn lặp lại, tái lập và sai số tới hạn thu được từ các kết quả của các phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) và TCVN 6910-6 (ISO 5725-6). Chi tiết được nêu trong Phụ lục A.

Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền ngoài các dải nồng độ và các chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá:

$$r = 2,8 \times s_r \quad (3)$$

$$r = 2,8 \times 0,009 = 0,025 \text{ đổi với } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \% \quad (4)$$

$$r = 2,8 \times 0,012 = 0,034 \text{ đổi với } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \% \quad (5)$$

trong đó s_r là độ lệch chuẩn lặp lại.

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá:

$$R = 2,8 \times s_R \quad (6)$$

$$R = 2,8 \times 0,023 = 0,064 \text{ đổi với } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \% \quad (7)$$

$$R = 2,8 \times 0,027 = 0,076 \text{ đổi với } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \% \quad (8)$$

trong đó s_R là độ lệch chuẩn tái lập.

11.4 Sai số tối hạn

Sai số tối hạn là chênh lệch giữa hai giá trị trung bình, thu được từ hai kết quả thử về độ lặp lại.

11.4.1 So sánh phép đo của hai nhóm trong một phòng thử nghiệm.

Chênh lệch giữa hai giá trị trung bình thu được từ hai kết quả thử trong cùng một phòng thử nghiệm dưới các điều kiện về độ lặp lại là sai số tối hạn trong phòng thử nghiệm, CD_{intra} :

$$CD_{\text{intra}} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 s_r \quad (9)$$

$$CD_{\text{intra}} = 0,018 \text{ đổi với } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \% \quad (10)$$

$$CD_{\text{intra}} = 0,024 \text{ đổi với } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \% \quad (11)$$

trong đó n_1 và n_2 là số kết quả thử tương ứng với mỗi giá trị trung bình: ở đây $n_1 = n_2 = 2$.

11.4.2 So sánh phép đo của hai nhóm trong hai phòng thử nghiệm.

Chênh lệch giữa hai giá trị trung bình thu được từ hai kết quả thử trong hai phòng thử nghiệm khác nhau dưới các điều kiện về độ lặp lại là sai số tối hạn liên phòng thử nghiệm, CD_{inter} :

$$CD_{\text{inter}} = 2,8 \sqrt{s^2_R - s^2_r \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{s^2_R - 0,5 s^2_r}, \quad (12)$$

$$CD_{\text{inter}} = 0,062 \text{ đổi với } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \% \quad (13)$$

$$CD_{\text{inter}} = 0,071 \text{ đổi với } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \% \quad (14)$$

11.5 Độ không đảm bảo đo

độ lỗi là 0,1%

Độ không đảm bảo đo là một thông số đặc trưng về độ phân tán của các giá trị có thể quy về kết quả. Độ không đảm bảo đo này được thiết lập qua sự phân bổ thông kê các kết quả được ra từ phép thử liên phòng thử nghiệm và đặc trưng bởi độ lệch chuẩn thực nghiệm.

Trong tiêu chuẩn này, độ không đảm bảo đo, u , bằng độ lệch chuẩn tái lập cộng hoặc trừ hai lần, ví dụ: $u = \pm 2 s_R$.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử nghiệm đã dùng, vien dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.
- tính kỹ thuật mà dựa theo đó để tính kết quả (ướt và/hoặc khô).

Phụ lục A

(Tham khảo)

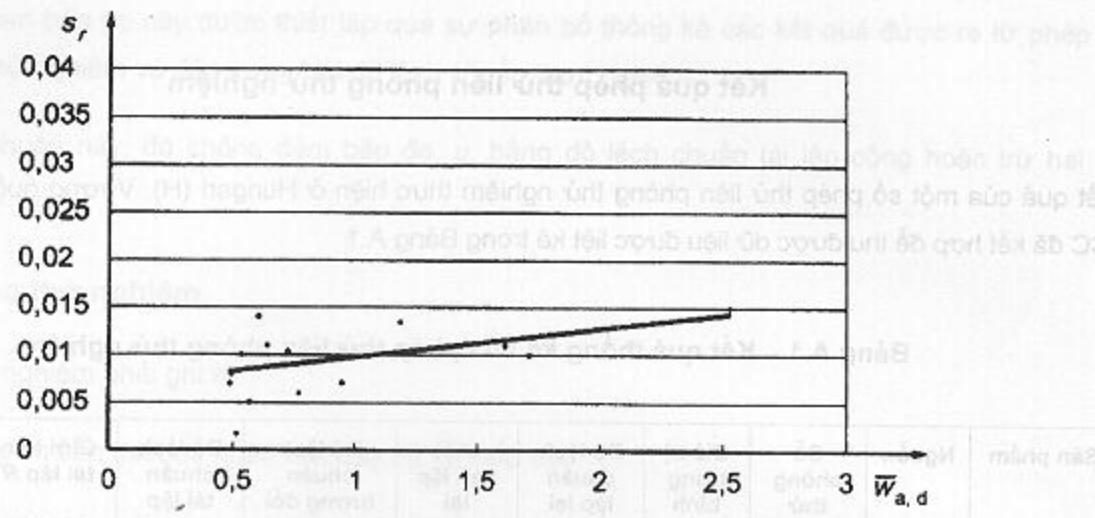
Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm

Kết quả của một số phép thử liên phòng thử nghiệm thực hiện ở Hungari (H), Vương quốc Anh (GB) và ICC đã kết hợp để thu được dữ liệu được liệt kê trong Bảng A.1

Bảng A.1 – Kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm

Sản phẩm	Nguồn	Số phòng thử nghiệm	Giá trị trung bình \bar{w}	Độ lệch chuẩn lập lại s_r	Giới hạn lập lại $r = 2,8 s_r$	Độ lệch chuẩn tương đối lập lại $CV(r) = s_r / \bar{w}$	Độ lệch chuẩn tái lập s_R	Giới hạn tái lập R $R = 2,8 s_R$	Độ lệch chuẩn tương đối tái lập $CV(R) = s_R / \bar{w}$
Bột mỳ D	GB	9	0,490	0,007	0,020	1,43	0,013	0,036	2,65
Bột mỳ 2	H	29	0,494	0,008	0,022	1,62	0,026	0,073	5,26
Bột mỳ thường 2	ICC	7	0,516	0,0017	0,0049	0,33	0,0118	0,0330	2,29
Bột mỳ B	GB	12	0,536	0,01	0,028	1,87	0,027	0,076	5,04
Bột mỳ A	GB	12	0,568	0,005	0,014	0,88	0,032	0,090	5,63
Bột mỳ C	GB	11	0,606	0,014	0,039	2,31	0,03	0,084	4,95
Bột mỳ F	GB	12	0,609	0,014	0,039	2,30	0,021	0,059	3,45
Bột mỳ E	GB	12	0,641	0,011	0,031	1,72	0,022	0,062	3,43
Bột mỳ thường 1	ICC	13	0,725	0,0104	0,0292	1,43	0,0142	0,0397	1,96
Bột mỳ 1	H	30	0,771	0,006	0,017	0,78	0,022	0,062	2,85
Bột mì/lúa mạch	ICC	12	0,946	0,0071	0,0198	0,75	0,0185	0,0517	1,96
Bột mỳ thô	ICC	14	1,187	0,0134	0,0376	1,13	0,0283	0,0790	2,38
Lúa mỳ 2	H	31	1,615	0,011	0,031	0,68	0,033	0,092	2,04
Lúa mỳ 1	H	28	1,714	0,01	0,028	0,58	0,034	0,095	1,98
Cám	ICC	12	2,530	0,015	0,0420	0,59	0,021	0,0590	0,83

Mỗi quan hệ giữa độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập được vẽ theo hàm lượng tro trung bình tính theo phần trăm khối lượng chất khô theo Hình A.1 và Hình A.2 tương ứng.



Phương trình đường tuyến tính đối với độ lặp lại:

$$s_r = 0,003 \bar{W}_{a,d} + 0,0068$$

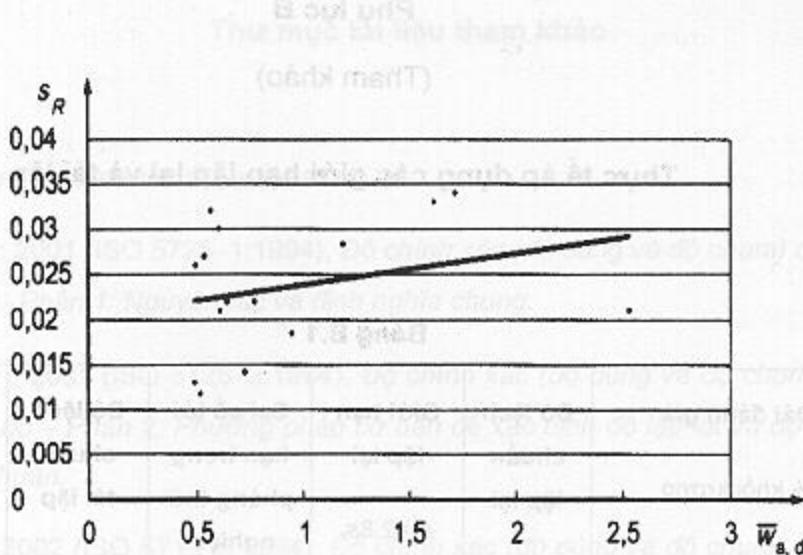
(Hệ số hiệu chỉnh: $c^2 = 0,2189$)

CHÚ ĐÁN

s_r độ lệch chuẩn lặp lại;

$\bar{W}_{a,d}$ hàm lượng tro trung bình tính theo phần trăm khối lượng chất khô.

Hình A.1 – Mối quan hệ giữa độ lệch chuẩn lặp lại và hàm lượng tro trung bình tính theo phần trăm khối lượng chất khô



Phương trình đường tuyến tính đối với độ tái lập:

$$s_R = 0,0035 \bar{w}_{a,d} + 0,0204$$

(Hệ số hiệu chỉnh: $c^2 = 0,0812$).

CHÚ ĐÁN

s_R – độ lệch chuẩn tái lập;

$\bar{w}_{a,d}$ – hàm lượng tro trung bình tính theo phần trăm khối lượng chất khô.

Hình A.2 – Mối quan hệ giữa độ lệch chuẩn tái lập và hàm lượng tro trung bình tính theo phần trăm khối lượng chất khô

Phụ lục B

(Tham khảo)

Thực tế áp dụng các giới hạn lặp lại và tái lập

Bảng B.1

Phạm vi áp dụng	Dài đánh giá % khối lượng	Độ lệch chuẩn lặp lại s_r	Giới hạn lặp lại $r = 2,8s_r$	Sai số tới hạn trong phòng thử nghiệm CD_r	Độ lệch chuẩn tái lập s_R	Giới hạn tái lập $R = 2,8 s_R$	Sai số tới hạn của phép thử liên phòng thử CD_R
Hạt và bột	$0,49 < w_{a,d} \leq 1,00$	0,009	0,025	0,018	0,023	0,064	0,062
	$1,00 < w_{a,d} \leq 2,53$	0,012	0,034	0,024	0,027	0,074	0,071

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 3593, *Starch – Determination of ash.*
- [2] TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725–1:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chum) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
- [3] TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725–2:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chum) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
- [4] TCVN 6910–6:2002 (ISO 5715–6:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chum) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 6: Sử dụng các giá trị độ chính xác trong thực tế.*
- [5] TCVN 4327 (ISO 5984), *Thức ăn chăn nuôi – Xác định tro thô.*
- [6] ISO 6644, *Flowing cereals and milled cereal products – Automatic sampling by mechanical means.*
- [7] TCVN 5451 (ISO 13690), *Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm nghiền – Lấy mẫu từ khối hàng tinh.*