

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9934:2013

ISO 1666:1996

Xuất bản lần 1

**TINH BỘT – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM –
PHƯƠNG PHÁP DÙNG TỦ SẤY**

Starch – Determination of moisture content – Oven-drying method

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9934:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1666:1996;

TCVN 9934:2013 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 – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng tủ sấy

Starch – Determination of moisture content – Oven-drying method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ẩm của tinh bột bằng cách sấy trong tủ sấy ở 130 °C dưới áp suất khí quyển.

Phương pháp này áp dụng cho tinh bột tự nhiên hoặc tinh bột biến tính ở dạng khô.

Trong các trường hợp đặc biệt, ví dụ nếu tinh bột chứa các chất không bền ở 130 °C, thì không áp dụng phương pháp này.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Độ ẩm của tinh bột (moisture content of starch)

Hao hụt khối lượng của mẫu ở các điều kiện thử nghiệm qui định trong tiêu chuẩn này, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

3 Nguyên tắc

Loại nước ra khỏi phần mẫu thử trong tủ sấy điện ở 130 °C đến 133 °C, dưới áp suất khí quyển, trong thời gian 1 h 30 min.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

TCVN 9934:2013

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

4.2 Đĩa, bằng kim loại không làm ảnh hưởng đến tinh bột ở các điều kiện thử nghiệm (ví dụ nhôm), có nắp đậy kín thích hợp, có bề mặt hữu dụng sao cho phần mẫu thử được phân bố đều với độ dày tương ứng không quá $0,3 \text{ g/cm}^2$. Kích thước thích hợp của đĩa là: đường kính từ 55 mm đến 65 mm, cao 15 mm đến 30 mm, dày 0,5 mm.

4.3 Tủ sấy duy trì được nhiệt độ không đổi, được làm nóng bằng điện, có tuần hoàn không khí thích hợp, kiểm soát được nhiệt độ không khí xung quanh phần mẫu thử và giá đỡ trong dải từ $130 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $133 \text{ }^\circ\text{C}$ ở các điều kiện chuẩn. Khả năng gia nhiệt phải sao cho khi tủ sấy đạt đến nhiệt độ ban đầu $131 \text{ }^\circ\text{C}$, sau khi đưa tối đa số lượng phần mẫu thử vào tủ sấy, để sấy được đồng thời, thì có thể giữ lại nhiệt độ này trong khoảng thời gian ít hơn 30 min.

4.4 Bình hút ẩm, có tấm kim loại đục lỗ dày để làm nguội nhanh các đĩa và có chứa chất làm khô còn tác dụng.

5 Mẫu thử

Mẫu thử không được chứa vật liệu cứng và đóng cục. Mẫu thử phải được đựng trong vật chứa kín khí và không hút ẩm. Sau khi lấy ra phần mẫu thử, phần còn lại của mẫu vẫn được bảo quản trong vật chứa đó để dùng cho phép thử tiếp theo, nếu cần. Mẫu phải đồng nhất trước khi sử dụng.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Tiến hành cân chính xác đến 0,001 g.

Sau khi sấy ở $130 \text{ }^\circ\text{C}$, làm nguội trong bình hút ẩm (4.4), cân đĩa (4.2) và nắp (m_0). Dùng cân (4.1) cân $5 \text{ g} \pm 0,25 \text{ g}$ mẫu đã được trộn đều và chuyển vào đĩa, giảm tối đa sự tiếp xúc với không khí. Đậy nắp và cân ngay để xác định khối lượng phần mẫu thử và đĩa (m_1). Dàn đều phần mẫu thử trên đĩa.

6.2 Xác định

Đặt đĩa đã mở nắp có phần mẫu thử vào tủ sấy (4.3) đã được làm nóng trước đến $130 \text{ }^\circ\text{C}$, để nắp dựa vào đĩa rồi sấy ở $130 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $133 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 1 h 30 min, tính từ thời điểm nhiệt độ tủ sấy đạt $130 \text{ }^\circ\text{C}$.

Kết thúc thời gian sấy, đậy nhanh nắp đĩa và đặt ngay vào bình hút ẩm.

Không được để các đĩa chồng lên nhau trong bình hút ẩm.

Để phần mẫu thử nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.4) từ 30 min đến 45 min.

Khi đĩa đã nguội đến nhiệt độ phòng, cân đĩa và nắp (m_2) trong vòng 2 min kể từ khi lấy ra khỏi bình hút ẩm.

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

7 Tính kết quả

Độ ẩm, biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính được bằng công thức sau:

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

Trong đó

m_0 là khối lượng của đĩa rỗng và nắp đã được sấy, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa cùng với phần mẫu thử và nắp trước khi sấy, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa cùng với phần mẫu thử và nắp sau khi sấy, tính bằng gam (g).

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định, nếu chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả không vượt quá giới hạn lặp lại nêu trong 8.1.

Báo cáo kết quả đến một chữ số thập phân.

8 Độ chụm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ các phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

8.1 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 thao tác, sử dụng cùng thiết bị, trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại r nêu trong Bảng 1.

8.2 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 thao tác khác nhau, sử dụng thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn lặp lại (r) và giới hạn tái lập (R)

Loại tinh bột	Giới hạn lặp lại, r % (khối lượng)	Giới hạn tái lập, R % (khối lượng)
Tinh bột lúa mì	0,3	0,4
Tinh bột ngô	0,2	0,4
Tinh bột chứa hàm lượng amyloza cao	0,2	0,4
Tinh bột ngô nếp biến tính	0,2	0,4
Tinh bột ngô cation	0,1	0,5
Tinh bột đậu Hà Lan	0,3	0,5
Tinh bột khoai tây	0,1	0,3

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- phương pháp đã sử dụng;
- kết quả thử nghiệm thu được; và
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

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

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm được thực hiện năm 1989, có bảy phòng thử nghiệm tham gia tiến hành trên bảy mẫu tinh bột, gồm hai mẫu tinh bột biến tính. Các kết quả được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Thông số	Loại tinh bột						
	Tinh bột lúa mì	Tinh bột ngô	Tinh bột chứa hàm lượng amyloza cao	Tinh bột ngô nếp biến tính	Tinh bột ngô cation	Tinh bột đậu Hà lan	Tinh bột khoai tây
Số lượng các phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi trừ ngoại lệ	7	7	7	7	7	7	6
Số lượng các phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	0	0	0	1
Số lượng các kết quả được chấp nhận	14	14	14	14	14	14	12
Giá trị trung bình [% (khối lượng)]	11,9	13,3	12,4	13,4	11,9	8,64	18,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , [% (khối lượng)]	0,97	0,0496	0,0594	0,0678	0,0352	0,0879	0,0289
Hệ số biến thiên lặp lại (%)	0,812	0,373	0,480	0,506	0,296	1,02	0,159
Giới hạn lặp lại, r ($=2,8 \times s_r$), [% (khối lượng)]	0,274	0,140	0,168	0,192	0,0995	0,249	0,0817
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , [% (khối lượng)]	0,134	0,133	0,114	0,123	0,157	0,172	0,0879
Hệ số biến thiên tái lập (%)	1,12	1,00	0,928	0,916	1,32	1,99	0,486
Giới hạn tái lập, R ($= 2,8 \times s_R$), [% (khối lượng)]	0,379	0,376	0,324	0,348	0,443	0,486	0,249