

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9939:2013
ISO 3593:1981**

Xuất bản lần 1

TINH BỘT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO

Starch – Determination of ash

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9939:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 3593:1981;

TCVN 9939:2013 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.

0 Lời giới thiệu

Các loại tinh bột tự nhiên chứa các lượng nhỏ chất khoáng tự nhiên. Các loại tinh bột chuyển hóa có thể chứa thêm các lượng khoáng bổ sung.

Tiêu chuẩn này qui định quy trình đánh giá cả hai lượng khoáng tự nhiên và khoáng bổ sung.

Tinh bột - Xác định hàm lượng tro

Starch - Determination of ash

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định tro có trong tinh bột.

Phương pháp này áp dụng cho tinh bột tự nhiên và tinh bột biến tính có chứa hàm lượng tro nhỏ hơn 2 %. Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các sản phẩm tinh bột thủy phân hoặc tinh bột đã oxi hóa hoặc các sản phẩm khác chứa nhiều hơn 0,2 % clorua, tính theo natri clorua. Đối với trường hợp khác, sử dụng phương pháp qui định trong TCVN 9940 (ISO 5809) ¹⁾.

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*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

3.1

Tro (ash)

Phần còn lại thu được sau khi nung sản phẩm ở các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

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

¹⁾ TCVN 9940 (ISO 5809) *Tinh bột và sản phẩm tinh bột – Xác định hàm lượng tro sulfat*.

4 Nguyên tắc

Nung phần mẫu thử ở nhiệt độ 900 °C đến khi phần còn lại hoàn toàn không còn cacbon.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Đĩa nung, bằng platin hoặc bằng các vật liệu khác không bị ảnh hưởng bởi các điều kiện thử nghiệm, đáy phẳng, dung tích khoảng 40 ml, có diện tích bề mặt hữu dụng 15 cm².

5.2 Bình hút ẩm, được trang bị tấm kim loại đục lỗ dày và chứa chất hút ẩm còn tác dụng như phospho(V) oxit, silica gel được tẩm chỉ thị coban clorua, hoặc canxi sulfat khan dạng hạt được xử lý tương tự.

5.3 Lò nung điện có tuần hoàn không khí, bao gồm dụng cụ kiểm soát điều chỉnh nhiệt độ lò nung ở 900 °C ± 25 °C.

5.4 Cân phân tích.

5.5 Bếp điện hoặc đầu đốt bunsen.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị đĩa

Làm sạch đĩa nung (5.1), dùng đĩa mới hoặc đĩa đã sử dụng, ví dụ bằng axit clohydric loãng sôi, sau đó tráng nhiều lần bằng nước máy sau đó bằng nước cất.

Cho đĩa vào lò nung (5.3) và nung trong 30 min ở 900 °C ± 25 °C. Để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.2) rồi cân chính xác đến 0,000 1 g.

6.2 Phân mẫu thử

Cân nhanh từ 2 g đến 10 g mẫu ²⁾, chính xác đến 0,001 g tùy thuộc vào hàm lượng tro dự kiến có trong mẫu. Chuyển mẫu vào đĩa nhưng không nén chặt.

6.3 Đốt sơ bộ

Đốt sơ bộ đĩa đựng mẫu một cách cẩn thận, ví dụ đặt vào cửa của lò nung hoặc đặt trên bếp điện hoặc đầu đốt Bunsen (5.5) cho đến khi phần mẫu thử được cacbon hóa hoàn toàn.

²⁾ Thông thường, tinh bột khoai tây, tinh bột mì và tinh bột gạo lấy ít nhất 5 g, đối với tinh bột ngô hoặc tinh bột sắn lấy ít nhất 10 g.

Đốt các chất bay hơi tạo thành, để tránh tự cháy mà có thể làm tăng thất thoát mẫu do bị bắn ra khỏi chén.

6.4 Nung

Ngay khi tắt lửa, đặt đĩa vào lò nung, tăng nhiệt độ đến $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ và duy trì nhiệt độ này cho đến khi hết cacbon. Thường khoảng 1 h là đủ. Đặt đĩa cùng với tro vào bình hút ẩm, để nguội đến nhiệt độ phòng rồi cân chính xác đến 0,000 1 g.

Không để quá bốn đĩa trong bình hút ẩm cùng một lần.

6.5 Số lần xác định

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

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp và công thức tính

Hàm lượng tro tính theo phần trăm khối lượng mẫu, được tính bằng công thức sau:

$$m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

Hàm lượng tro, tính theo phần trăm khối lượng mẫu khô, được tính bằng công thức sau:

$$m_1 \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - H}$$

Trong đó:

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

m_1 là khối lượng tro còn lại sau khi nung, tính bằng gam (g);

H là độ ẩm của mẫu, được xác định bằng phương pháp qui định trong TCVN 9934 (ISO 1666)

Lấy kết quả là trung bình cộng của các giá trị thu được trong hai phép xác định với điều kiện đáp ứng yêu cầu độ lặp lại (xem 7.2).

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả thu được trong hai lần xác định, tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người phân tích tiến hành thử trên cùng một mẫu thử, không được quá 0,02 giá trị tuyệt đối

TCVN 9939:2013

khi hàm lượng tro nhỏ hơn hoặc bằng 1 % và không được quá 2 % giá trị trung bình khi hàm lượng tro thu được lớn hơn 1%.

Nếu chênh lệch giữa các kết quả vượt quá các giới hạn trên, thì tiến hành thêm hai lần xác định.

8 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.
