

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10409:2014

ISO 749:1977

Xuất bản lần 1

KHÔ DẦU – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO TỔNG SỐ

Oilseed residues - Determination of total ash

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10409:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 749:1977, được rà soát lại năm 2013, không thay đổi về bố cục và nội dung;

TCVN 10409:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2 Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Khô dầu - Xác định hàm lượng tro tổng số

Oilseed residues - Determination of total ash

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro tổng số trong khô dầu (không bao gồm các sản phẩm phức hợp) thu được từ hạt có dầu sau khi chiết dầu bằng ép hoặc trích ly trong dung môi.

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 4801 (ISO 771), *Khô dầu – Phương pháp xác định hàm lượng ẩm và các chất bay hơi*

TCVN 10408 (ISO 735), *Khô dầu – Xác định hàm lượng tro không tan trong axit clohydric*

TCVN 9609 (ISO 5500) *Khô dầu – Lấy mẫu*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tro tổng số (total ash)

Lượng chất còn lại sau khi nung thành tro ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Nung phần mẫu thử ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong lò nung gia nhiệt bằng điện, cho đến khi đạt được khối lượng gần như không đổi.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cân phân tích.

5.2 Máy nghiền cơ học, dễ làm sạch và nghiền được khô dầu mà không sinh nhiệt và không làm thay đổi về độ ẩm, chất bay hơi và hàm lượng dầu, để mẫu lọt hết qua sàng (5.3).

5.3 Sàng, với đường kính lỗ 1 mm.

5.4 Đĩa nung đáy phẳng, đường kính khoảng 60 mm và chiều cao không quá 25 mm, bằng platin, platin mạ vàng, silica hoặc nếu không có sẵn thì dùng đĩa bằng sứ.

5.5 Lò nung gia nhiệt bằng điện, có lưu thông khí và có thể kiểm soát được nhiệt độ ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.6 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm hiệu quả.

6 Cách tiến hành

Tất cả các lần cân đều chính xác đến 0,001 g.

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.1 Lấy các mẫu yêu cầu theo TCVN 9609 (ISO 5500).

6.1.2 Nghiền mẫu trong máy nghiền cơ học (5.2) đã làm sạch kỹ trước, nếu cần. Đầu tiên, sử dụng khoảng một phần hai mươi mẫu để làm sạch máy nghiền hoàn toàn và loại chúng khỏi máy nghiền, sau đó nghiền phần còn lại, thu lấy phần bột nghiền, trộn cẩn thận và tiến hành phân tích ngay.

6.2 Phần mẫu thử

6.2.1 Cân đĩa nung (5.4), đã được gia nhiệt trước 15 min trong lò nung (5.5) ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ và để nguội trong bình hút ẩm (5.6) tới nhiệt độ phòng thử nghiệm.

6.2.2 Cân khoảng 5 g mẫu thử (6.1.2) cho vào đĩa nung, dàn đều trên toàn bộ bề mặt đĩa và cân lại.

Thực hiện thao tác này nhanh nhất có thể để tránh thay đổi hàm lượng ẩm.

CHÚ THÍCH Nếu tro tổng số sau đó chưa được sử dụng ngay để xác định cặn không tan trong axit clohydric [xem TCVN 10408 (ISO 735)], thì phần mẫu thử có thể giảm đến còn 2 g.

6.3 Phép xác định

Đặt đĩa chứa phần mẫu thử trên bếp điện hoặc trên ngọn lửa dạng khí và gia nhiệt tăng dần cho đến khi phần mẫu thử bị than hóa, sau đó đặt vào trong lò nung (5.5), được kiểm soát ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tiếp tục gia nhiệt cho đến khi thu được tro màu trắng, xám nhạt hoặc hơi đỏ, không còn nhìn thấy các hạt cacbon (thường ít nhất 2 h đến 3 h).

Để đĩa nguội trong bình hút ẩm và cân khi đĩa đạt đến nhiệt độ phòng thí nghiệm.

Đặt lại đĩa vào trong lò nung và tiếp tục gia nhiệt 1 h ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$. Để đĩa nguội và cân lại như trước.

Nếu chênh lệch giữa hai lần cân ít hơn hoặc bằng 0,002 g thì xem như phép xác định kết thúc. Nếu không, tiếp tục thêm 1 h nữa trong lò nung cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp ít hơn hoặc bằng 0,002 g.

Nếu tro trở nên đen hơn sau lần nung thử nhất 2 h hoặc 3 h, có thể làm ướt bằng một vài giọt dung dịch amoni nitrat 200 g/l (không cho dư để tránh tro phân tán và dính vào nhau). Sau khi làm khô trong lò sấy, thực hiện lại quá trình tro hóa. Nếu cần, lặp lại thao tác cho đến khi quá trình nung xảy ra hoàn toàn.

Thực hiện hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp tính và công thức tính

7.1.1 Tro tổng số sinh ra từ mẫu nhận được, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính bằng:

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

Trong đó:

m_0 là khối lượng của đĩa, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đĩa và phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của đĩa và tro, tính bằng gam (g).

Lấy kết quả trung bình cộng của hai phép xác định, với điều kiện là đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại (xem 7.2). Nếu không thì lặp lại phép xác định trên hai phần mẫu thử khác. Nếu lần này lại chênh lệch quá 0,2 g trên 100 g mẫu thử thì lấy kết quả trung bình cộng của bốn phép xác định đã thực hiện. Miễn là chênh lệch tối đa giữa các kết quả riêng lẻ không vượt quá 0,5 g trên 100 g mẫu.

TCVN 10409:2014

Lấy kết quả đến một chữ số thập phân.

7.1.2 Nếu được yêu cầu, tro tổng số có thể được biểu thị theo chất khô bằng cách nhân kết quả thu được theo 7.1.1 với:

$$\frac{100}{100 - U}$$

Trong đó: U là phần trăm khối lượng của độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi xác định được như quy định nêu trong TCVN 4801 (ISO 771).

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép xác định thực hiện đồng thời hoặc trong một khoảng thời gian ngắn do cùng một người thực hiện không được quá 0,2 g tro tổng số trên 100 g mẫu.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra phương pháp thử đã sử dụng và kết quả thu được, chỉ rõ kết quả được biểu thị theo khối lượng sản phẩm hay biểu thị theo chất khô. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi điều kiện thao tác không quy 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.

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