

TCVN 10732:2015

Xuất bản lần 1

SẢN PHẨM CACAO – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO

Cacao products – Determination of ash content

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu

TCVN 10732:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo
AOAC 972.15 *Ash of cacao products*;

TCVN 10732:2015 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia
TCVN/TC/F16/SC2 *Cacao và sản phẩm cacao* biên soạn,
Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm cacao – Xác định hàm lượng tro

Cacao products – Determination of ash content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro trong các sản phẩm cacao, bao gồm tro tổng số, tro tan trong nước và tro không tan trong nước.

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 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng tro (ash content)

Phần vô cơ còn lại của sản phẩm cacao sau khi nung, theo các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng tro được biểu thị bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khô.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử được nung hai lần ở nhiệt độ 600 °C trong thời gian thích hợp cho đến khi hết hẳn các hạt cacbon. Cân phần còn lại.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước phù hợp với TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

5.1 Etanol, 95 % thể tích.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 50 °C.

6.2 Ống thủy tinh hoặc **ống kim loại** đường kính 4 mm đến 10 mm, được trang bị pittông gắn kín để đẩy phần mẫu thử ra khỏi ống hoặc xyranh bằng chất dẻo dùng một lần.

6.3 Đĩa, bằng platin, thạch anh hoặc bằng thủy tinh xốp (Vycor), đường kính từ 25 ml đến 50 ml.

6.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

6.5 Giấy lọc không tro.

6.6 Bể hơi nước.

6.7 Lò nung, có thể duy trì ở nhiệt độ 600 °C.

6.8 Bình hút ẩm.

6.9 Đèn hồng ngoại (IR).

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này.

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

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

8.1.1 Đối với các sản phẩm cacao bột

Trộn kỹ mẫu và bảo quản trong lọ có nắp đậy kín khí.

8.1.2 Đối với các sản phẩm sôcôla

Làm lạnh khoảng 200 g sôcôla ngọt hoặc sôcôla đắng cho đến khi cứng. Sau đó nạo hoặc cạo để có được các hạt mịn. Trộn đều kỹ rồi bảo quản trong lọ có nắp đậy ở nơi lạnh.

Cách khác, làm tan chảy khoảng 200 g sôcôla đắng, sôcôla ngọt hoặc sôcôla sữa bằng cách cho vào vật chứa thích hợp được ngâm một phần trong nồi cách thủy (6.1) ở khoảng 50 °C. Khuấy liên tục cho đến khi phần mẫu thử tan chảy và đạt đến nhiệt độ từ 45 °C đến 50 °C. Lấy vật chứa ra khỏi nồi cách thủy, khuấy kỹ và trong khi mẫu vẫn đang còn nhão, dùng ống thủy tinh hoặc ống kim loại (6.2) lấy ra phần mẫu thử để phân tích.

8.2 Xác định

8.2.1 Hàm lượng tro tổng số

Cân khoảng 2 g đến 5 g mẫu thử (8.1), chính xác đến 0,1 mg (6.4) cho vào đĩa (6.3), đã được nung trước trong lò nung (6.7) đến 600 °C được đậy mặt kính đồng hồ, làm nguội trong bình hút ẩm (6.8) và cân (6.4).

Cacbon hóa bằng cách đưa nhiệt độ của lò nung (6.7) từ từ đến 600 °C trong tủ hút có cửa mở hoặc cửa không đóng kín hoàn toàn; hoặc đốt dưới đèn hồng ngoại (6.9) cho đến hết khói và chuyển vào trong lò nung (6.7) ở 600 °C. Nung trong 2 h. Làm ẩm tro đã lạnh bằng ancol (5.1), sấy khô dưới đèn hồng ngoại hoặc bể hơi nước (6.6). Tro hóa lại trong khoảng 1 h cho đến khi khối lượng chênh lệch khối lượng giữa hai lần nung liên tiếp nhỏ hơn 1 mg hoặc để qua đêm. Đậy mặt kính đồng hồ, làm nguội trong bình hút ẩm (6.8) sau đó cân ngay ở nhiệt độ phòng.

8.2.2 Hàm lượng tro tan và tro không tan trong nước

Cho 10 ml nước vào lượng tro trong đĩa, đun đến sôi, lọc qua giấy lọc không tro (6.5) và rửa bằng nước nóng cho đến khi lượng dịch lọc và nước rửa đo được khoảng 60 ml.

Đặt giấy cùng với phần lọc được vào đĩa platin (6.3) làm khô và nung cẩn thận, làm nguội trong bình hút ẩm (6.8) và cân (6.4).

Tính hàm lượng tro tan và tro không tan trong nước.

9 Tính kết quả

a) Hàm lượng tro tổng số có trong mẫu thử, X , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$X = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

trong đó:

w_1 là khối lượng của tro và đĩa nung (xem 8.2.1), tính bằng gam (g);

w_2 là khối lượng của đĩa nung (xem 8.2.1), tính bằng gam (g);

w là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam (g).

b) Hàm lượng tro không tan trong nước, X_1 , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$X_1 = \frac{w_3 - w_2}{w} \times 100$$

trong đó:

w_3 là khối lượng của tro không tan trong nước và đĩa nung (xem 8.2.1), tính bằng gam (g);

w_2 là khối lượng của đĩa nung (xem 8.2.1), tính bằng gam (g);

w là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam (g).

c) Hàm lượng tro tan trong nước, X_2 , biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$X_2 = X - X_1$$

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC 970.20, *Cacao products. Preparation of laboratory sample. Procedure*
 - [2] AOAC 900.02, *Ash of sugars and syrups*
 - [3] TCVN 6351:2010 (ISO 6884:2008) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định hàm lượng tro*
-