

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO (TRO TỔNG, TRO TAN VÀ  
KHÔNG TAN TRONG AXÍT HCI) TRONG THỰC PHẨM  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Hằng	Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
<b>01</b>	<b>D.</b>	Bổ sung bảng tiêu chí chấp nhận kết quả theo appendix f – AOAC 2016	<b>15/9/2017</b>

## **A. GIỚI THIỆU**

### **I. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng tro và tro không tan trong HCl trong thực phẩm bằng phương pháp trọng lượng.

### **II. Tài liệu tham khảo**

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo:

- *AOAC Official Method 900.02 (sugar)*
- *AOAC Official Method 920.100 (tea)*
- *AOAC Official Method 920.108 (Cream)*
- *AOAC Official Method 920.153 (meat)*
- *AOAC Official Method 941.12 (Spices)*
- *AOAC Official Method 945.46 (Milk)*

### **III. Nguyên tắc**

- ✓ Tro tổng:

Mẫu sẽ được nung đến khối lượng không đổi ở 550<sup>0</sup>C và hàm lượng tro được xác định bằng phương pháp trọng lượng.

- ✓ Tro không tan trong HCl:

Phần tro của mẫu sau khi xác định phần tro tổng được hòa tan bằng acid clohydric, sau đó nung phần cặn không tan trong acid ở 550<sup>0</sup>C.

### **IV. An toàn Phòng thử nghiệm**

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Nhân viên phải mang găng tay, kính bảo hộ và thực hiện thao tác trong tủ hút khi lấy và sử dụng hóa chất độc hại.

- Tất cả các hóa chất phải thu gom vào bình chứa theo quy định, không được đổ ra môi trường.
- Tuyệt đối không được hút thuốc, ăn uống trong Phòng thử nghiệm.

## **B. PHÂN TÍCH**

### **I. Thiết bị và dụng cụ**

- Cân phân tích 0 – 200g, độ chính xác 0,1 mg
- Lò nung, bình hút ẩm
- Chén sứ 30 – 50mL

### **II. Quy trình thí nghiệm**

#### **1. Chuẩn bị mẫu (đối với mẫu kem và sữa)**

Để mẫu cân bằng về nhiệt độ phòng, trộn đều mẫu bằng cách lắc nhẹ để tránh sủi bọt, nếu mẫu bị vón cục thì làm ấm mẫu lên 38<sup>0</sup>C và trộn đều mẫu sau đó để mẫu cân bằng về nhiệt độ phòng.

#### **2. Tro hóa mẫu:**

Nung chén sứ ở 550<sup>0</sup>C trong 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm, cân chính xác đến 0.0001g (G).

##### **a. Tro tổng**

###### **❖ Đối với mẫu sữa và kem:**

Cân khoảng 5 g mẫu đã được đồng nhất vào chén sứ, sau đó làm khô mẫu trên bếp đun cách thủy, sau đó than hoá trước trên bếp từ 1-2 h cho đến khi hết khói đen, để nguội cho vào lò nung dưới 550<sup>0</sup>C cho đến khi nào thu được tro trắng hoặc khối lượng không đổi (G1) thì ngừng lại, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

###### **❖ Đối với các nền mẫu khác:**

Cân khoảng 3-5g mẫu đã được đồng nhất vào chén sứ, than hoá trước trên bếp từ 1-2h cho đến khi hết bốc khói, để nguội cho vào lò nung 550°C trong 2giờ, để nguội lấy ra nhỏ thêm vài giọt nước, bay hơi đến khô trên bếp và cho tiếp vào nung 30 phút ở 550°C. Nếu thấy tro vẫn còn đen thì lặp lại thao tác tắm ướt tro bằng nước và nung cho đến khi nào thu được tro trắng hoặc khối lượng không đổi thì ngừng lại, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

#### **b. Tro không tan trong acid**

- Phần tro tổng số đem hoà tan bằng 25ml HCl (1:2,5) và đem đun nhẹ trên bếp khoảng 5 phút, lưu ý trong quá trình đun đây chén nung bằng mặt kính đồng hồ để tránh bắn ra ngoài.
- Lọc phần dung dịch này để thu phần cặn không tan trên giấy lọc không tro, rửa cặn bằng nước nóng cho đến khi hết HCl, thử bằng AgNO<sub>3</sub> cho đến khi không còn thấy kết tủa AgCl. Phần giấy lọc chứa cặn cho vào chén sứ đun trước trên bếp đến hết khói rồi để nguội cho vào lò nung ở 550°C trong 2 giờ. Tắt bếp, để nguội trong bình hút ẩm và cân. Nung lại 30 phút trong lò nung, để nguội mẫu, cân, lặp lại thao tác đến khối lượng không đổi thì ngừng lại.

### **C. TÍNH KẾT QUẢ**

Hàm lượng tro tổng tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\text{Tro tổng, \%} = \frac{(G_1 - G) \times 100}{m}$$

$$\text{Tro không tan trong HCl, \%} = \frac{(G_2 - G) \times 100}{m}$$

Trong đó:

G: khối lượng chén nung, tính bằng (g)

G<sub>1</sub>: khối lượng chén nung + tro tổng số, tính bằng (g)

$G_2$ : khối lượng chén nung + tro không tan trong HCl, tính bằng (g)

m: khối lượng mẫu thử, tính bằng (g)

100: hệ số tính ra phần trăm.

#### **D. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM**

- ✓ Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 10$  mẫu).  
Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

No.	Hàm lượng	RSD, %
1	100%	1.3
2	10%	1.8
3	1%	2.7
4	0.10%	3.7
5	100ppm	5.3
6	10ppm	7.3
7	1ppm	11
8	100ppb	15
9	10ppb	21
10	1ppb	30

- ✓ Mẫu recovery được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 10$ ).  
Hiệu suất thu hồi phải nằm trong giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

Nồng độ	HS, %
100%	98-102
10%	98-102
1%	97-103
0.10%	95-105
100ppm	90-107
10ppm	80-110
1ppm	80-110
100ppb	80-110
10ppb	60-115
1ppb	40-120

**E. BÁO CÁO KẾT QUẢ**

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b và BM.15.06.