

# TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

## TCVN 5103-1990

### NÔNG SẢN THỰC PHẨM - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ - PHƯƠNG PHÁP CHUNG

Cơ quan biên soạn: Trung tâm Tiêu chuẩn - Chất lượng

Cơ quan đề nghị ban hành và trình duyệt: Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường – Chất lượng

Cơ quan xét duyệt và ban hành: Ủy ban Khoa học Nhà nước

Quyết định ban hành số 643/QĐ ngày 28 tháng 11 năm 1990

### NÔNG SẢN THỰC PHẨM - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ - PHƯƠNG PHÁP CHUNG

*Agricultural food products. Determination of crude fibre content. General method*

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quy ước để xác định hàm lượng xơ thô trong nông sản thực phẩm.

Phương pháp này nhằm mục đích áp dụng chung, tuy nhiên nếu thấy cần thiết, trong một số trường hợp riêng biệt nào đó có thể lựa chọn một phương pháp phù hợp hơn, đặc biệt trong trường hợp sản phẩm là men hoặc có hàm lượng xơ thô thấp hơn 1% thì nên dùng phương pháp đã được mô tả trong TCVN 4998-89 (ISO 6541-1981).

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO 5498-1981.

#### 1 Định nghĩa

Hàm lượng xơ thô: về quy ước là tất cả các chất không bị hoà tan và bị đốt cháy trong điều kiện thử mô tả trong tiêu chuẩn này. Hàm lượng xơ thô tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khi giao nhận hoặc theo hàm lượng chất khô của sản phẩm.

#### 2. Nguyên tắc

Sau khi nghiền và khử chất béo, đun sôi mẫu trong dung dịch axit sunfuric ở nồng độ chuẩn, tiến hành tách và rửa cặn không hoà tan.

Đun sôi tiếp cặn còn lại với dung dịch natri hydroxit ở nồng độ chuẩn, sau đó tiến hành tách, rửa, làm khô và cân cặn không tan còn lại, tiến hành xác định.

#### 3. Hoá chất và vật liệu

Tất cả hoá chất dùng để thử phải đảm bảo độ tinh khiết phân tích, nước dùng để phân tích là nước cất hoặc ít nhất là nước có độ sạch tương đương.

##### 3.1 Axit sunfuric, nồng độ thể tích tiêu chuẩn

$c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,255 \pm 0,005 \text{ mol/l}$  (tương đương với 12,5 g axit sunfuric trong 1l dung dịch).

##### 3.2 Natri hydroxit, nồng độ thể tích tiêu chuẩn

$c(\text{NaOH}) = 0,313 \pm 0,005 \text{ mol/l}$  (tương đương với 12,5 g natri hydroxit trong 1 lít dung dịch). Dung dịch phải được loại sạch cacbonat.

##### 3.3 Axêton, hoặc 95% (thể tích/thể tích) étanol, hoặc métanol hoặc propan-2-ol.

##### 3.4 Dung môi chiết xuất

n – hexan kỹ thuật hoặc xăng trắng (có điểm sôi nằm trong khoảng 40-60°C) hoặc một dung môi khác hoặc một hỗn hợp các dung môi phù hợp hơn cho quá trình chiết xuất các chất béo có trong sản phẩm được phân tích.

##### 3.5 Axit clohydric 0,5 mol/l (dùng trong trường hợp mẫu giàu cacbonat – xem 8.1).

##### 3.6 Chất trợ lọc (dùng trong trường hợp sử dụng kỹ thuật tách được mô tả trong điều B2 hoặc B3 phụ lục B).

##### 3.7 Tác nhân chống sinh bọt, nếu cần, nhưng đảm bảo không ảnh hưởng đến kết quả thử.

3.8 Tác nhân chống sôi, trào, nếu cần, bền vững dưới sự tác động của các điều kiện thử và đảm bảo không ảnh hưởng tới kết quả thử.

#### 4. Dụng cụ

Các dụng cụ thí nghiệm thông thường và

4.1 Cối xay – dễ lau chùi, phù hợp với trạng thái tự nhiên của sản phẩm, khi xay không sinh nhiệt quá mức cho phép hoặc có thể làm biến đổi một cách đáng kể hàm lượng ẩm của mẫu.

4.2 Rây lưới kim loại có kích thước mắt 1mm, phù hợp với yêu cầu của ISO 3310/1.

4.3 Tủ sấy – có thể điều chỉnh nhiệt độ  $130 \pm 20^\circ\text{C}$ .

4.4 Bình rộng miệng với một ống ngưng lạnh, chẳng hạn một bình có dung tích ít nhất 600ml lắp với một ống ngưng tụ hồi lưu, hoặc một cốc đun miệng không có mỏ (miệng tròn không có máng rót) dung tích 600ml, trên là một bình đáy tròn dung tích 500 ml chứa 450 ml nước lạnh.

4.5 Thiết bị cấp nhiệt, có thể là một bếp điện được gắn với một máy khuấy từ tính có khả năng duy trì 200 ml hoá chất (3.1 và 3.2) sôi nhẹ.

4.6 Cốc đốt, dung tích 25-50 ml, bền vững dưới tác động của các điều kiện thử, hoặc một cốc nung có thiết bị lọc phù hợp cho việc tách và đốt (gọi tắt là cốc lọc).

4.7 Lò nung – có gắn thiết bị thông khí và điều chỉnh nhiệt, phù hợp cho việc tiến hành đốt ở nhiệt độ  $550^\circ \pm 25^\circ\text{C}$ .

4.8 Bình hút ẩm, chứa tác nhân hút ẩm còn hoạt tính.

4.9 Thiết bị tách

Như một số loại thiết bị tách được mô tả trong phụ lục B.

4.10 Cân phân tích

#### 5. Lấy mẫu

Theo tiêu chuẩn tương ứng với từng sản phẩm cụ thể

#### 6 Tiến hành thử

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.1 Làm khô sơ bộ

Trong trường hợp sản phẩm có hàm lượng ẩm quá cao không thể trộn và nghiền chúng, thì tiến hành sấy khô sơ bộ ở nhiệt độ thích hợp. Trong trường hợp như vậy cần cân sản phẩm trước khi sấy sơ bộ và cân lại ngay trước khi chuẩn bị mẫu thử (6.1.2 hoặc 6.1.3).

6.1.2 Sản phẩm không cần nghiền

6.1.2.1 Các sản phẩm lọt qua rây (4.2) không để lại phần mắc lại ở mắt rây thì không cần được nghiền trước khi xác định.

Trộn đều trước khi lập lượng mẫu cân.

6.1.2.2 Nếu kết quả được tính liên quan đến hàm lượng chất khô, thì xác định trước hàm lượng chất khô của mẫu thử (6.1.2.1) bằng một phương pháp phù hợp.

6.1.3 Sản phẩm cần nghiền

Các sản phẩm không lọt qua rây (4.2) không để lại phần kẹt lại ở mắt rây thì cần phải được nghiền.

6.1.3.1 Nếu kết quả được tính liên quan đến sản phẩm khi nhận được thì xác định trước hàm lượng chất khô của mẫu bằng một phương pháp phù hợp.

6.1.3.2 Nghiền mẫu thí nghiệm trong thiết bị nghiền (4.1) sau cho sản phẩm lọt được qua rây (4.2) không để lại phần mắc lại ở mắt rây.

6.1.3.3 Xác định hàm lượng chất khô của mẫu thử (6.1.3.2) bằng một phương pháp phù hợp.

6.2 Lượng mẫu cân

**Chú thích:** Nếu cần loại bỏ chất béo, xem 6.3.1 và kỹ thuật được mô tả như trong điều A.1.3 phụ lục A được sử dụng, thì quá trình chiết xuất cần phải được thực hiện trước khi lập phân lượng thử.

*Cân khoảng 3 g mẫu thử, chính xác tới 1mg (trừ các trường hợp đặc biệt), đã được chuẩn bị như đã mô tả trong điều 6.1 và được cho là chứa hơn 1% xơ thô.*

### 6.3 Xác định

#### 6.3.1 Chiết xuất chất béo (xem phụ lục A)

Nếu hàm lượng chất béo trong mẫu thấp hơn 1% thì không cần chiết xuất chất béo.

Việc chiết xuất chất béo trong mẫu không phải là tuyệt đối cần thiết, tuy nhiên nếu hàm lượng chất béo có trong mẫu từ 1 - 10% thì nên làm.

Nếu hàm lượng chất béo trong mẫu lớn hơn 10% thì cần chiết xuất chất béo trước.

Đối với những thực phẩm có các chất béo mà không thể loại trừ trực tiếp được thì việc chiết xuất cần phải được thực hiện sau khi xử lý axit (xem A.1.5 phụ lục A)

#### 6.3.2 Xử lý axit

6.3.2.1 Chuyển lượng mẫu cân (đã loại các chất béo, dầu – xem 6.3.1) cũng như cacbonat (xem 8.1) vào bình rộng miệng (4.4). Nếu cần thiết, bổ sung thêm lượng xác định chất trợ lọc (3.6) (như trong trường hợp của các phương án đã mô tả ở điều B.2 và B.3 của phụ lục B) và nếu cần bổ sung thêm các tác nhân khử bọt, chống sôi trào (3.7 và 3.8).

Lấy 200 ml dung dịch axit sunfuric (3.1) ở nhiệt độ phòng, nâng nhiệt độ dung dịch axit lên  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$  (xem 8.2) và đổ dung dịch đó vào bình chứa phần lượng thử (4.4).

Lắp thiết bị ngưng. Đưa nhanh nhiệt độ của dung dịch tới nhiệt độ sôi (trong vòng 2 phút) bằng thiết bị cấp nhiệt (4.5) tiếp tục đun sôi vừa phải trong vòng  $30 \pm 1$  phút. Trong thời gian sôi luôn luôn xoay bình sao cho không có một mẫu nào dính trên thành trong của bình.

6.3.2.2 Sau một thời gian sôi xác định, cho thêm 50 ml nước lạnh và tiến hành tách nhanh các cặn không tan bằng thiết bị tách đã chọn (4.9). Rửa bình (4.4) với 50ml nước nóng (nhiệt độ từ  $95$  ừ

1000C) và đổ phần nước tráng đó lên phần cặn không tan còn lại trong thiết bị tách.

Rửa đi rửa lại cặn không tan cho tới khi dịch lọc là thực sự trung tính đối với giấy quỳ. Quá trình tách và rửa cặn không tan cần phải được hoàn thành không quá 30 phút.

#### 6.3.3 Xử lý kiềm

6.3.3.1 Đổ lại phần cặn không tan đã rửa vào bình (4.4) cho thêm, nếu cần, chất khử bọt (3.7) và chống sôi trào (3.8).

Lấy 200 ml dung dịch natri hydroxit (3.2) ở nhiệt độ phòng, đun nóng dung dịch tới  $95 \pm 100^{\circ}\text{C}$  (xem 8.2) sau đó đổ từ từ vào bình (4.4).

Lắp thiết bị ngưng tụ. Dùng thiết bị cấp nhiệt đun nhanh dung dịch tới sôi (khoảng 2 phút) và sau đó tiếp tục đun sôi đều trong  $30 \pm 1$  phút.

6.3.3.2 Sau thời gian sôi đã quy định trên, cho thêm vào bình 50 ml nước lạnh và dùng thiết bị tách lọc (4.9) đã chọn tách nhanh phần cặn không tan. Rửa cặn với 25 ml dung dịch axit sunfuric (3.1) ở nhiệt độ phòng và sau đó đun nóng tới nhiệt độ  $95$  ừ 1000C (xem 8.2). Rửa với nước như đã mô tả trong 6.3.2.2. Làm khô cặn bằng một trong các hoá chất ở mục 3.3, tiếp theo rửa bằng dung môi (3.4) để loại bỏ chất béo không xà phòng hoá được.

Theo cách lọc đã chọn (xem phụ lục B) gom toàn bộ cặn vào trong cốc đốt hoặc cốc lọc (4.6).

#### 6.3.4 Sấy khô

Sấy cả cặn và cốc đốt trong tủ sấy (4.3) (xem chú thích) ở  $130 \pm 20^{\circ}\text{C}$ .

Để nguội tới nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm và cân nhanh chính xác tới 0,5mg. Nhắc lại thao tác này cho đến khi sự khác nhau giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 1mg, (kèm theo sấy khô trong tủ sấy và làm nguội trong bình hút ẩm).

**Chú thích:** Thời gian của các giai đoạn sấy trong tủ sấy phụ thuộc vào phương pháp phân lập đã sử dụng, nói chung tổng số thời gian sấy thường 2 giờ là đủ.

#### 6.3.5 Đốt

Sau khi sấy khô, tiến hành đốt phần cặn thu được trong lò nung (4.7) ở  $550 \pm 250^\circ\text{C}$  tới khối lượng không đổi. Làm nguội tới nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.8) và cân lại chính xác tới 0,5 mg.

#### 6.3.6 Số lần xác định

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

#### 6.4 Thử mẫu trắng

Nếu amiăng được dùng như là một chất trợ lọc (xem điều B.2 phụ lục B), thì tiến hành thử mẫu trắng dưới cùng một điều kiện thử như đã mô tả trong 6.3.

### 7 Tính toán kết quả

#### 7.1 Phương pháp tính và công thức

##### 7.1.1 Hàm lượng xơ thô tính theo sản phẩm khi giao nhận

Hàm lượng xơ thô được biểu thị bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khi giao nhận, tính theo công thức:

a) Cho sản phẩm không cần nghiền<sup>1</sup>

$$X_1 = [m_1 - (m_2 + m_3)] \frac{100}{m_0}$$

b) Cho các sản phẩm phải nghiền<sup>(1)</sup>

$$X_2 = m_1 - (m_2 + m_3) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M_s} \times \frac{M'_s}{100}$$

Trong đó:

$m_0$ : khối lượng, lượng mẫu cân tính bằng g (6.2)

$m_1$ : khối lượng tổng số của cặn và cốc nung sau khi sấy khô (6.3.4), tính bằng gam;

$m_2$ : khối lượng tổng số tính bằng gam, của cặn và cốc nung sau khi đốt (6.3.5);

$m_3$ : là sự khác nhau về khối lượng, tính bằng gam, quan sát được trong quá trình đốt mẫu trắng (6.4), tính cả khối lượng chất trợ lọc đã sử dụng;

$M_s$ : là hàm lượng chất khô tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khi giao nhận, được tính theo chỉ dẫn ở 6.1.3.1;

$M'_s$ : là hàm lượng chất khô tính bằng phần trăm khối lượng của mẫu thử được xác định theo chỉ dẫn ở

6.1.2.2 hoặc 6.1.3.3.

##### 7.1.2 Hàm lượng xơ thô tính theo hàm lượng chất khô của sản phẩm

Hàm lượng xơ thô, tính theo phần trăm khối lượng liên quan tới hàm lượng chất khô của sản phẩm, được tính theo công thức(1)

$$X_3 = [m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_s}$$

Trong đó  $m_0$ ,  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $m_3$  và  $M'_s$  có ý nghĩa như trong điều 7.1.1.

##### 7.1.3 Trường hợp làm khô sơ bộ

Nếu mẫu được làm khô trước (xem 6.1.1) thì hàm lượng xơ thô tính bằng phần trăm khối lượng sản phẩm khi giao nhận được tính bằng cách nhân kết quả đã tính được theo công thức 7.1.1 với tỷ số

---

<sup>1</sup> Nếu không thử mẫu trắng thì loại  $m^3$  ra khỏi công thức

$$\frac{m_5}{m_4}$$

Trong đó:  $m_4$  là khối lượng, tính bằng gam, của mẫu ở tình trạng ẩm ban đầu trước khi sấy sơ bộ;  
 $m_5$  là khối lượng, tính bằng gam, của cùng mẫu đó sau khi đã làm khô sơ bộ.

#### 7.1.4 Kết quả

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định (6.3.6) với điều kiện đảm bảo rằng các yêu cầu độ lặp lại (xem 7.2) là được thoả mãn.

#### 7.2 Độ lặp lại

Khác nhau kết quả của 2 lần xác định (6.3.6) được tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp nhau nhanh do cùng một kiểm nghiệm viên làm, không được vượt quá:

0,4 (giá trị tuyệt đối) đối với hàm lượng xơ thô nhỏ hơn 10% (khối lượng).

4% (giá trị tương đối) đối với hàm lượng xơ thô lớn 10% (khối lượng).

### 8 Lưu ý về thao tác

8.1 Nếu mẫu có hàm lượng cacbonat ( $CO_3^{--}$ ) lớn hơn 1%, cho vào lượng mẫu cân 100 ml dung dịch axit clohydric (xem 3.5) ở nhiệt độ phòng. Sau đó 5 phút, lọc và rửa mẫu bằng nước nguội. Quá trình thao tác như đã mô tả ở 6.3.2.

Nếu không xử lý trước như trên 1% cacbonat sẽ giảm nồng độ của axit sunfuric.

8.2 Phải cẩn thận để tránh gây ra biến đổi nồng độ các hoá chất 3.1 và 3.2 trong khi đun chúng tới nhiệt độ từ 95 ÷ 100 °C, có thể dùng bình có lắp thiết bị ngưng tụ hồi lưu để đun.

### 9 Biên bản thử

Biên bản thử cần nêu phương pháp đã dùng, kết quả thu được (đặc biệt là kết quả đã được tính theo sản phẩm khi giao nhận hay theo hàm lượng chất khô). Biên bản thử cũng đề cập tới thiết bị tách lọc đã sử dụng và toàn bộ các điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi như là tự ý, cũng như bất kỳ tình huống nào có thể làm ảnh hưởng tới kết quả.

Biên bản thử cần bao gồm toàn bộ các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu một cách đầy đủ.

## Phụ lục A

### Phương pháp chiết xuất chất béo

#### A.0 Giới thiệu

Nếu cần phải chiết xuất chất béo (xem 6.3.1), có thể dùng phần còn lại sau khi đã xác định trực tiếp hàm lượng chất béo của sản phẩm làm lượng mẫu cân hoặc tiến hành chiết xuất chất béo của lượng mẫu cân bằng một trong các dung môi (3.4) với một trong các kỹ thuật chiết xuất được mô tả dưới đây.

Trong cả quá trình thao tác, việc chiết xuất các chất béo cần được tiến hành trong điều kiện không có mặt các vật liệu có thể đưa vào mẫu thử các xơ, sợi xenlulô (giấy lọc, bông thấm nước) hoặc có thể làm lọt các hạt mịn nhỏ khi gạn lọc.

#### A.1 Các phương pháp chiết xuất

A.1.1 Tiến hành rửa một hoặc nhiều lần lượng mẫu cân trực tiếp trong bình được dùng để xử lý, sau đó tách dung môi bằng cách gạn, chú ý không để lọt mất sản phẩm. Sau khi rửa, sấy khô phần mẫu nhận chất béo để tách nốt số dung môi còn lại.

A.1.2 Tiến hành việc chiết xuất liên tục trong một hoặc 2 giờ, chuyển lượng mẫu cần vào một thiết bị thích hợp, chẳng hạn một bộ chiết xuất liên tục.

A.1.3 Tiến hành chiết xuất trên một lượng xác định của mẫu thử mà thực tế lớn hơn khối lượng cần thiết.

Sau khi chiết, làm khô cạn và lấy ra một phần nhỏ tương ứng với khối lượng của lượng mẫu cân để xác định hàm lượng xơ thô. Khi biểu thị kết quả, cần tính đến cả phần trăm chất béo đã chiết xuất và độ ẩm đã khử.

A.1.4 Trong trường hợp như phương án được mô tả ở B.2.2 của phụ lục B, Quá trình chiết được tiếp tục như sau:

Tiến hành chiết xuất bằng cách để lượng mẫu cân vào bộ phận lọc của thiết bị tách (4.9). Trước khi đặt mẫu, đáy bộ phận lọc đã được phủ trước một lớp bông amiăng là 2g đã cân trước chính xác tới 1mg. Rót lên mẫu ba lần với 50ml dung môi (3.4) mỗi lần rót dung môi tiến hành hút lọc cẩn thận.

A.1.5 Đối với các sản phẩm không thể chiết xuất trực tiếp được, chỉ có thể tiến hành chiết theo các thao tác đã mô tả ở phần trên sau khi mẫu được thủy phân bằng axit.

Sau khi đã khử hết axit sunfuric bằng cách rửa sạch (xem 6.3.2.2). Dùng tổng số 100ml một trong các hoá chất nêu trong 3.3 để làm khô 3 lần cạn còn lại. Sau đó tiến hành chiết chất béo ba lần với 50ml dung môi (3.4).

Trong trường hợp này, phương pháp tách đã mô tả trong điều B.1 phụ lục B không thể sử dụng được.

## **Phụ lục B**

### **Một số thiết bị khác để tách xơ thô và thông tin bổ sung về cách dùng**

#### **B.0 Giới thiệu**

Khi áp dụng phương pháp chung được mô tả trong tiêu chuẩn này, thiết bị tách và thao tác tiến hành khác nhau tùy thuộc ở kỹ thuật tách được sử dụng:

Các kỹ thuật này, được nêu ra đây như là những ví dụ, bao gồm: Tách bằng cách ly tâm;

Tách bằng cách lọc, có hoặc không có trợ lọc (bông amiăng, cát biển, vải lọc, giấy lọc).

Khi dùng một trong các phương pháp này một mặt tuân thủ các bài bản của phương pháp chung, mặt khác cần lưu ý tới các sửa đổi sau đây:

#### **B.1 Tách bằng cách ly tâm**

Điều 3:

Bổ sung thêm:

“3.9. Bromothymon xanh, dung dịch chỉ thị 0,2g/l”

Điều 4

Thay điều 4.6 bằng “cốc lọc bằng vật liệu bền vững dưới tác động của điều kiện thử” Thay điều 4.9 bằng

“Máy ly tâm”

Điều 6

Thay phần lời của 6.3.2.2 bằng:

“Sau thời gian sôi xác định, tháo thiết bị ngưng ra khỏi bình, chuyển dung dịch trong bình sang các ống của máy ly tâm. Trong khi gạn cố gắng giữ lại các cặn không tan trong bình càng nhiều càng tốt.

Tiến hành ly tâm ngay với khi chất lỏng trong các ống ly tâm trong hoàn toàn. Gạn bỏ phần chất lỏng lớn hơn ở bên trên trung hoà phần còn lại bằng dung dịch natrihydroxit (3.2), cho 5 giọt dung dịch chỉ thị màu bromotimon xanh. Tiến hành trung hoà cho đến khi màu dung dịch từ màu vàng chuyển thành xanh lá cây.

Súc bình (chứa cặn không tan) bằng nước nóng (95 ÷ 100°C) tiến hành trung hoà phần vừa rửa như đã mô tả ở phần trên.

Chuyển phần đã rửa vào ly tâm, nếu cần thì nâng độ pH lên tới 7, kiểm tra bằng giấy quỳ.

Ly tâm tiếp cho tới khi chất lỏng hoàn toàn trong “thay phần lời của 6.3.3.1 bằng:

“Nếu cần, cho thêm tác nhân khử bọt (3.4) và chống trào (3.8) vào bình (4.4). Gạn bỏ phần lớn lớp chất lỏng bên trên khỏi các ống ly tâm, chuyển toàn lượng cặn trong các ống sang bình bằng cách lấy 200ml dung dịch natri hydroxit ở nhiệt độ phòng (3.2) được đun nóng tới 95 ÷ 100°C (xem 8.2) để tách các cặn đó khỏi các ống ly tâm rồi tuần tự cho vào bình.

Lắp thiết bị nhưng tự vào bình. Đun nhanh tới sôi (khoảng 2 phút) bằng thiết bị cấp nhiệt (4.5) và duy trì cho sôi nhẹ đều trong  $30 \pm 1$  phút” Thay phần lời của 6.3.3.2 bằng:

“Sau thời gian sôi đã quy định, tháo thiết bị ngưng ra khỏi bình và chuyển các chất trong bình sang các ống của máy li tâm (4.9) làm cẩn thận để chuyển được càng nhiều các cặn không tan sang ống thì càng tốt.

Tiến hành li tâm ngay cho tới khi chất lỏng trong hoàn toàn. Gạn bỏ phần chất lỏng lớn hơn ở phía trên và trung hoà phần còn lại với dung dịch axit sunfuric (3.1), cho 5 giọt dung dịch chỉ thị màu bromotimon xanh, trung hoà cho tới khi màu vàng của dung dịch chuyển thành màu xanh lá cây. Nếu thấy cần, tăng độ pH tới 7, kiểm tra bằng giấy quỳ.

Súc bình bằng nước nóng (ở  $95 \div 100^{\circ}\text{C}$ ) và trung hoà phần cặn súc được như đã mô tả ở trên.

Dùng bình rửa với nước nóng để chuyển toàn bộ khối lượng cặn còn lại trong bình và trong các ống li tâm vào cốc lọc (4.6) đã được lắp sẵn trên một bình hút.

Rửa cặn bằng nước sôi rồi sấy khô bằng một trong các thuốc thử trong 3.3”.

## **B.2 Tách bằng cách lọc qua bông amiăng**

**Chú ý:** Phải cẩn thận khi tiếp xúc với bông amiăng vì nó có thể hại tới sức khoẻ. B.2.1 Phương án thứ nhất

### **Điều 3**

Thay phần lời của 3.6 bằng:

“Bông amiăng phù hợp cho một cốc lọc Gooch được chuẩn bị như sau:

Cho dung dịch axit clohydric loãng (1 thể tích axit clohydric ở nhiệt độ  $20^{\circ}\text{C}$  có khối lượng riêng là 1,19g/l cộng với 3 thể tích nước) vào bông amiăng và luộc khoảng 45 phút.

Lọc qua phễu lọc Buchner và rửa bằng nước cho đến khi sạch hết axit clohydric.

Sau đó rửa bằng axêton, sấy khô và đốt trong lò nung ở nhiệt độ  $55^{\circ} \pm 25^{\circ}\text{C}$  trong 16 giờ.

Để cho nguội. Cho bông amiăng vào trong một lượng axit sunfuric vừa phải (3.1) và đun sôi trong 30 phút.

Chất lấy bông amiăng trên phễu Buchner, rửa kỹ bằng nước và làm khô.

Xử lý bông amiăng bằng cách đun sôi trong dung dịch natri hydroxit (3.2).

Lọc, rửa lại lần nữa với dung dịch axit sunfuric (3.1) sau đó súc kỹ bằng nước cho tới khi chúng có phản ứng trung tính.

Làm khô bằng một trong các hoá chất ở 3.3, sấy khô trong tủ sấy ở  $13^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$  và đốt trong lò nung (4.7) ở  $55^{\circ} \pm 25^{\circ}\text{C}$  tới khối lượng không đổi (thường ít nhất là 6 giờ)

### **Điều 4**

Thay phần lời của 4.9 bằng:

“Dụng cụ tách, chẳng hạn một phễu lọc buchner với màng lọc bằng thép không gỉ”.

### **Điều 6**

Thay câu thứ hai của 6.3.2.1 bằng:

“Cho thêm làm chất trợ lọc – khoảng 1g bông amiăng (3.6) cân chính xác tới 1mg” Thay đoạn cuối của 6.3.3.2 bằng:

“Gom toàn bộ cặn vào trong cốc đốt (4.6)”. B.2.2 Phương án thứ hai

### **Điều 3**

Thay phần lời của 3.6 bằng phần lời tương ứng trong B.2.1

### **Điều 4**

Thay phần lời của 4.9 bằng:

“Dụng cụ tách bao gồm:

4.9.1 Bình lọc, dung tích khoảng 2 lít

4.9.2 Phễu thủy tinh, đường kính 120mm với một nút cao su để lắp vào bình lọc (4.9.1) và một tấm lọc bao gồm một đĩa sứ đường kính 40mm và dày 4mm có 16 lỗ đường kính mỗi lỗ 4mm, đĩa lọc hình nón tương ứng với hình dạng phễu, đĩa được phủ một tấm lưới mỏng mắt lưới khoảng 1mm làm bằng vật liệu chịu được các điều kiện thử.

Điều 6

Kết thúc phần lời của 6.3.1 như sau:

“Nếu lượng mẫu cần phải được khử chất béo thì sử dụng phương pháp đã được mô tả trong A.1.4 của phụ lục A”

Thay thế đoạn đầu của 6.3.2.1 bằng:

“a) Nếu lượng mẫu cần đã được khử chất béo

Chuyển lượng đã được khử chất béo và bông amiăng đã đưa vào (xem 6.3.1) vào bình (4.4), nếu cần, cho thêm tác nhân khử bọt và chống trào (3.7 và 3.8)

b) Nếu lượng mẫu cần chưa được khử chất béo

Chuyển lượng mẫu cần vào bình, đưa vào 2g bông amiăng đã được cân trước chính xác tới 1mg và nếu cần, cho thêm tác nhân khử bọt và chống trào (3.7 và 3.8) Bổ sung đoạn sau đây vào phần cuối của 6.3.2.1:

“Trong khi đó, đặt tấm lọc vào phễu (4.9.2) của bình lọc (4.9.1). Rải 2g bông amiăng (3.6) đã được cân trước chính xác tới 1mg, vào khoảng 100ml nước và đổ chúng lên trên tấm lọc của phễu. Lọc lại phần nước để giữ lại những sợi bông amiăng có thể đã trôi qua tấm lọc”.

Bổ sung đoạn sau đây vào cuối của 6.3.3.1:

“Trong khi đó, chuẩn bị một bộ lọc mới với 2gam bông amiăng (3.6) đã được cân trước chính xác tới 1mg, quá trình tiến hành như đã mô tả trong phần lọc sau khi sử lý axit”. Thay đoạn cuối cùng của 6.3.3.2 bằng:

“Thu nhật tất cả cặn còn lại trong cốc nung (4.6)” Thay phần lời của 4.6 bằng:

“Tiến hành thử mẫu trắng với 6g amiăng (3 lần 2g) hao hụt khối lượng khi đốt 6g bông amiăng không được vượt quá 10mg”.

B.3 Tách bằng cách lọc qua cát biển

Thay phần lời câu 3.6 bằng:

“Cát biển được chuẩn bị như sau:

Rây cát qua bộ râu nhiều tầng có kích thước mắt râu 160  $\mu\text{m}$  và 125  $\mu\text{m}$  theo như yêu cầu trong ISO 3310/1.

Đun sôi phần cát còn lại trên râu có cỡ mắt râu 125  $\mu\text{m}$  trong dung dịch axit clohydric nồng độ 4mol/l với thời gian 30 phút. Súc kỹ cát đã đun bằng nước cho đến khi không còn clorua, kiểm tra bằng phản ứng chỉ thị với dung dịch bạc nitrat. Sau đó đốt cát trong lò nung (4.7) ở nhiệt độ  $550 \pm 25^\circ\text{C}$  cho tới khi khối lượng không đổi (thông thường ít nhất là 6 giờ).

Điều 4.

Thay phần lời của 4.6 bằng:

“Cốc lọc, có thể là một cốc lọc thủy tinh với một đĩa lọc thủy tinh kết tụ hoặc một cốc lọc silic dioxit với một đĩa lọc silic dioxit kết tụ có đường kính 40mm với chỉ số kích thước lỗ nhỏ nằm trong dãy 16-40  $\mu\text{m}$  (hạng P40).

Cốc lọc được dùng như dụng cụ tách (4.9) khi lắp trên một bình lọc”.

Điều 6

Bổ sung thêm phần sau đây vào phần đầu của 6.3.2.1.

“Trải đều trên tấm lọc của cốc lọc khoảng 8 đến 10g cát biển (3.6) được cân trước chính xác đến 1mg”



Thay phần lời của 6.3.5 bằng:

“Đặt cốc lọc với các chất chứa bên trong vào lò nung còn nguội (4.7), nâng nhiệt độ lò nung đến  $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ . Đốt cạn không tan trong 1 giờ ở nhiệt độ trên. Sau đó để nguội trong lò, bằng cách mở cánh cửa của lò nung ra, tới khoảng nhiệt độ  $200^{\circ}\text{C}$ .”

Đặt cốc lọc trên một đĩa chịu nhiệt, sau đó làm nguội trong bình hút ẩm (4.8) khoảng 1 giờ và cân chính xác tới  $0,5\text{mg}$ ”

#### **B.4 Tách bằng cách lọc qua vải lọc**

Điều 4.

Bổ sung phần lời của 4.9:

“4.9.1 vải lọc mịn, chẳng hạn 18 sợi dày  $0,42\text{mm}$  trên centimet, đặt trong một phễu hình nón. Và nếu cần,

4.9.2 Cốc lọc Gooch có một lớp amiăng mịn và nhưng chắc đặc”

Điều 6.

Thêm vào 6.3.2.2:

“Dùng vải lọc mịn (4.9.1) như một dụng cụ tách” Bổ sung vào phần cuối của 6.3.3.2:

“Nếu dùng vải lọc mịn, tách cạn từ dụng cụ lọc chuyển vào cốc đốt” B.5 Tách bằng cách lọc qua giấy lọc

Điều 4

Thay phần lời của 4.9 bằng:

“Dụng cụ tách bao gồm:

4.9.1 Bình lọc dung tích khoảng 1 lít.

4.9.2 Phễu lọc Buchner, đường kính khoảng  $100\text{mm}$  được chuẩn bị với giấy lọc không tro mà có thể dùng được trong dung dịch axit cũng như chịu được các điều kiện trong khi tiến hành lọc và rửa.”