

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8800: 2011

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM NGHIỀN TỪ NGŨ CỐC –
XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT BÉO**

Melled cereal products – Determination of fat acidity

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 8800:2011 chuyển đổi từ 10TCN 851:2006 và dựa trên ISO 7305:1998;

TCVN 8800:2011 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn 10TC-02 *Ngũ cốc và đậu đỗ* (Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn) biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sản phẩm nghiền từ ngũ cốc - Xác định độ axit béo

Milled cereal products - Determination of fat acidity

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ axit béo trong các sản phẩm nghiền từ ngũ cốc. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho các loại ngũ cốc ở dạng hạt.

2 Tài liệu viện dẫn

Tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với 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).

ISO 712, *Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Reference method*. (Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định hàm lượng ẩm – Phương pháp chuẩn).

3. Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ axit béo (fat acidity)

Lượng axit béo có trong mẫu thử được tách chiết theo qui trình mô tả trong tiêu chuẩn này.

Độ axit béo được biểu thị bằng số miligam kali hydroxit hoặc số miligam natri hydroxit cần để trung hòa các axit béo có trong 100 g mẫu ở dạng chất khô.

4 Nguyên tắc

Hòa tan axit béo có trong mẫu bằng etanol ở nhiệt độ phòng, ly tâm và chuẩn độ phần dịch chiết thu được bằng dung dịch natri hydroxit. Chuyển đổi cách tính kết quả đạt được với kali hydroxit.

5 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương đã loại bỏ cacbondioxit bằng cách đun sôi 10 min và để nguội trước khi sử dụng.

5.1 Etanol, 95 % thể tích.

5.2 Natri hydroxit, dung dịch $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$ trong etanol 95 %, không có cacbonat.

Nồng độ chính xác của dung dịch natri hydroxit được xác định ngay trước mỗi lần phân tích bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn gốc axit oxalic hoặc bằng các dung dịch axit chuẩn khác như: axit sulfuric, axit clohydric.

Dung dịch đã chuẩn bị được bảo quản trong lọ thủy tinh màu nâu có nút kín để tránh sự hấp thu khí cacbon dioxit trong không khí.

5.3 Phenolphthalein, dung dịch chỉ thị 1 % khối lượng trong etanol 95 %.

5.4 Axit sulfuric, dung dịch chuẩn, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

6.2 Máy nghiền mẫu, có khả năng nghiền mẫu thử lọt qua sàng có đường kính lỗ 0,5 mm.

6.3 Sàng, có đường kính lỗ sàng 1,0 mm.

6.4 Máy lắc, có thể đạt tốc độ từ 30 r/min đến 60 r/min.

6.5 Máy ly tâm, có thể đạt tốc độ 2000 r/min.

6.6 Ống ly tâm, dung tích 50 ml, làm bằng borosilicat hoặc bằng thủy tinh trung tính, có nắp đậy.

6.7 Pipet, có chia độ dung tích 20 ml và 30 ml.

6.8 Microburet, có khoảng chia độ 0,01 ml.

6.9 Bình nón, dung tích 250 ml.

6.10 Hộp đựng mẫu, bằng thủy tinh hoặc bằng kim loại không rỉ, có nắp đậy kín.

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thí nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị suy giảm chất lượng hay bị thay đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 5451: 2008 (ISO 13690: 1999) [1].

CHÚ Ý: Độ axit béo tăng trong quá trình bảo quản, do đó các mẫu thử phải được giữ trong các hộp kín, ở nhiệt độ thích hợp là khoảng 4 °C và gửi ngay đến phòng thí nghiệm.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Đối với mẫu dạng bột

Sàng mẫu dạng bột sao cho mẫu lọt hết qua sàng có đường kính lỗ 500 µm.

Trộn mẫu đã lấy theo Điều 7, chia đều và lấy khoảng 50 g bột sàng qua sàng có đường kính lỗ 0,5 mm (6.3). Làm vụn tất cả những phần bột vón cục (nếu có) và trộn đều.

8.2 Đối với mẫu dạng bột thô và dạng hạt

Trộn mẫu đã lấy theo Điều 7, chia đều và lấy khoảng 100 g đem nghiền cẩn thận trong máy nghiền (6.2) cho đến khi mẫu lọt hoàn toàn qua sàng có đường kính lỗ 0,5 mm (6.3).

Nếu mẫu có độ ẩm cao, khó nghiền thì sấy mẫu ở 80 °C trong thời gian đủ để có độ ẩm thích hợp cho việc nghiền mẫu. Trong trường hợp này, cần sử dụng hệ số hiệu chỉnh về độ ẩm đối với kết quả thu được.

8.3 Mẫu được bảo quản trong các hộp đựng mẫu khô sạch và có nắp đậy kín (6.10).

9 Cách tiến hành

9.1 Xác định độ ẩm, theo ISO 712.

9.2 Phương pháp xác định

Trộn kỹ mẫu thử đã chuẩn bị theo Điều 8, cân khoảng 5 g mẫu, chính xác đến 0,001 g cho vào ống ly tâm (6.6). Thêm 30 ml etanol (5.1), đậy nút và lắc trong 1 h trên máy lắc (6.4) ở $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Sau đó chuyển ống ly tâm vào máy ly tâm (6.5), tiến hành ly tâm trong 5 min với tốc độ 2000 r/min.

Dùng pipet (6.7) hút 20 ml dung dịch phân lớp nổi phía trên ống ly tâm cho vào bình nón (6.9). Thêm 5 giọt phenolphthalein (5.3). Vừa lắc đều bình nón, vừa chuẩn độ lượng axit trong bình bằng dung dịch

TCVN 8800:2011

natri hydroxit 0,05 mol/l trong microburet (6.8), cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 30 s. Ghi lại số mililit dung dịch natri hydroxit 0,05 mol/l đã dùng trong quá trình chuẩn độ.

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

9.3 Phép thử mẫu trắng

Tiến hành phân tích mẫu trắng song song với mẫu thử, bắt đầu từ 10.2, thay 20 ml dung dịch tách chiết mẫu bằng 20 ml etanol (5.1).

10 Tính kết quả

10.1 Tính độ axit béo theo natri hydroxit

Độ axit béo, X_{Na} , được biểu thị bằng miligam natri hydroxit đối với 100 g mẫu tính theo chất khô, được tính theo công thức sau:

$$X_{Na} = \frac{6000 \times (V_1 - V_0) \times C}{m} \times \frac{100}{100 - w}$$

Trong đó:

C là nồng độ của dung dịch natri hydroxit, tính bằng mol/l (M);

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

V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ mẫu thử (10.2), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch dùng để chuẩn độ mẫu trắng (10.3), tính bằng mililit (ml);

w là độ ẩm, được xác định được trong 9.1;

6000 là hệ số chuyển đổi áp dụng cho natri hydroxit ($40 \times 1,5 \times 100$).

CHÚ THÍCH Nếu mẫu thử có độ ẩm cao phải sấy trước khi nghiền (8.2) thì kết quả thu được phải nhân với hệ số hiệu chỉnh về độ ẩm.

Kết quả của phép thử là trung bình cộng của hai lần xác định song song trên cùng một mẫu thử khi sự chênh lệch của chúng không vượt quá 0,5 % giá trị trung bình.

Biểu thị kết quả chính xác đến miligam.

10.2 Tính độ axit béo theo kali hydroxit

Độ axit béo, X_K , được biểu thị bằng miligam kali hydroxit đối với 100 g mẫu ở dạng chất khô, được tính theo công thức sau:

$$X_K = \frac{8415 \times (V_1 - V_0) \times C}{m} \times \frac{100}{100 - w}$$

Trong đó:

C là nồng độ của dung dịch natri hydroxit, tính bằng mol/l (M);

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

V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ mẫu thử (10.2), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch natri hydroxit dùng để chuẩn độ mẫu trắng (10.3), tính bằng mililit (ml);

w là độ ẩm, được xác định theo Điều 9;

8415 là hệ số chuyển đổi áp dụng cho kali hydroxit ($56,1 \times 1,5 \times 100$).

CHÚ THÍCH Nếu mẫu thử có độ ẩm cao phải sấy trước khi nghiền (8.2) thì kết quả thu được phải nhân với hệ số hiệu chỉnh về độ ẩm.

Kết quả của phép thử là trung bình cộng của hai lần xác định song song trên cùng một mẫu thử khi sự chênh lệch của chúng không vượt quá 0,5 % giá trị trung bình.

Biểu thị kết quả chính xác đến miligam.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết về thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 5451:2008 (ISO 13690:1999), *Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm bột nghiền - Lấy mẫu từ khối hàng tĩnh.*
- [2] 10 TCN 851:2006, *Ngũ cốc, đậu đỗ và các sản phẩm nghiền. Phương pháp xác định độ axit béo.*
- [3] ISO 7305:1998, *Milled cereal products - Determination of fat acidity.*
-