

Lời nói đầu

TCVN 7871-1:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 21415-1:2006;

TCVN 7871-1:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F1 Ngũ cốc và đậu đỗ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 7871:2008 (ISO 21415:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten*, bao gồm các phần sau đây:

- TCVN 7871-1:2008 (ISO 21415-1:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 1: Xác định gluten ướt bằng phương pháp thủ công*;
- TCVN 7871-2:2008 (ISO 21415-2:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 2: Xác định gluten ướt bằng phương pháp cơ học*;
- TCVN 7871-3:2008 (ISO 21415-3:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 3: Xác định gluten khô từ gluten ướt bằng phương pháp sấy*;
- TCVN 7871-4:2008 (ISO 21415-4:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 4: Xác định gluten khô từ gluten ướt bằng phương pháp sấy nhanh*.

Lời giới thiệu

Các kỹ thuật thay thế quy định trong tiêu chuẩn này hoặc TCVN 7871-2:2008 (ISO 21415-2:2006) để tách gluten ướt (nghĩa là phương pháp rửa thủ công và rửa cơ học) thường không cho kết quả giống nhau. Để khôi phục hoàn toàn cấu trúc gluten cần phải để yên khối bột nhào. Khi lúa mì chứa hàm lượng gluten cao, kết quả thu được bằng phương pháp rửa thủ công thường cao hơn kết quả thu được bằng phương pháp rửa cơ học. Do đó, trong báo cáo thử nghiệm cần phải nêu rõ kỹ thuật rửa đã dùng.

Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten –

Phần 1: Xác định gluten ướt bằng phương pháp thủ công

Wheat and wheat flour – Gluten content –

Part 1: Determination of wet gluten by a manual method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp rửa thủ công để xác định hàm lượng gluten ướt của bột mì (*Triticum aestivum* L. và *Triticum durum* Desf.). Phương pháp này có thể áp dụng trực tiếp cho bột mì. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho lõi hạt lúa mì dạng tấm và hạt lúa mì sau khi xay, nếu sự phân bố cỡ hạt đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

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

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Gluten ướt (wet gluten)

Khối dẻo đàn hồi, được tạo thành chủ yếu từ hai phần protein (gliadin và glutenin) ở dạng hoàn nguyên thu được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này hoặc TCVN 7871-2:2008 (ISO 21415-2:2006).

3.2

Hạt lúa mì nghiền (ground wheat)

Sản phẩm thu được bằng cách nghiền lúa mì nguyên hạt, đáp ứng được các yêu cầu về cỡ hạt như trong Bảng B.1.

3.3

Lõi hạt lúa mì dạng tấm (semolina)

Nội nhũ hạt lúa mì được nghiền thô.

3.4

Bột mì (flour)

Nội nhũ hạt lúa mì được nghiền mịn có cỡ hạt nhỏ hơn 250 μm .

4 Nguyên tắc

Chuẩn bị bột nhào từ mẫu bột mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm hoặc hạt lúa mì đã nghiền với dung dịch natri clorua. Bột nhào được giữ yên để hình thành cấu trúc gluten. Khối bột nhào rửa thủ công với dung dịch natri clorua, sau đó dung dịch rửa được loại bỏ để tách gluten ướt. Cân phần cặn thu được.

5 Thuốc thử

Thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.1 Dung dịch natri clorua, 20 g/l

Hoà tan 200 g dung dịch natri clorua (NaCl) trong nước, sau đó pha loãng đến 10 l.

5.2 Dung dịch iốt trong kali iodua (dung dịch Lugol)

Hoà tan 2,54 g kali iodua (KI) trong nước. Thêm 1,27 g iốt (I_2) vào dung dịch này, sau khi hoà tan hoàn toàn, pha loãng bằng nước đến 100 ml.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cối bằng sứ, được tráng men bên trong hoặc **bát kim loại tráng men** có đường kính từ 10 cm đến 15 cm.

6.2 Buret, dung tích 25 ml, chia vạch 0,1 ml.

- 6.3 Bình có mỏ**, dung tích 250 ml.
- 6.4 Dao trộn**, bằng chất dẻo hoặc thép không gỉ, dài từ 18 cm đến 20 cm.
- 6.5 Đĩa thủy tinh**, kích thước khoảng 40 cm x 40 cm.
- 6.6 Găng tay**, bằng cao su mỏng và có bề mặt trơn.
- 6.7 Rây có khung gỗ**, kích thước khung khoảng 30 cm x 40 cm, được phủ lưới với kích thước lỗ No.56 (kích thước mắt lưới 308 μm).
- 6.8 Dụng cụ chứa**, có van điều chỉnh dung dịch natri clorua (5.1).
- 6.9 Giấy lọc¹⁾**, định lượng 120 g/m².
- 6.10 Đồng hồ bấm giờ.**
- 6.11 Cân**, có thể cân chính xác đến 0,01 g.
- 6.12 Dụng cụ ép gluten**, xem Phụ lục A.
- 6.13 Kính đồng hồ**, đường kính 8 cm.
- 6.14 Máy nghiền cỡ nhỏ**, có khả năng nghiền đến cỡ hạt theo yêu cầu trong Bảng B.1.

7 Lấy mẫu

Mẫu được gửi tới phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không được hư hỏng hoặc thay đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo ISO 6644 hoặc TCVN 5451 (ISO 13690).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hoá mẫu và xác định độ ẩm theo ISO 712. Trước khi xác định hàm lượng gluten, dùng máy nghiền cỡ nhỏ (6.14) để nghiền hạt lúa mì và lõi hạt dạng tấm theo quy định trong Phụ lục B. Cần đặc biệt chú ý trong suốt quá trình nghiền và bảo quản để không làm thay đổi độ ẩm của mẫu.

¹⁾ Ví dụ như giấy lọc Macherey Nagel số 651 là phù hợp cho mục đích này. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng Tiêu chuẩn còn ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Sử dụng dung dịch natri clorua (5.1) để chuẩn bị và rửa bột nhào.

Mẫu thử và dung dịch natri clorua phải được giữ ít nhất qua một đêm trong phòng thử nghiệm nơi tiến hành thử. Nếu nhiệt độ phòng thấp hơn $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, thì nhiệt độ của mẫu thử và của dung dịch natri clorua phải được điều chỉnh đến khoảng từ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

9.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 24 g mẫu thử chính xác đến 0,01 g (m_1) và chuyển lượng mẫu này sang cối nghiền hoặc bát kim loại tráng men (6.1).

9.3 Chuẩn bị bột nhào và để yên

9.3.1 Dùng buret (6.2) lấy 12 ml dung dịch natri clorua (5.1) cho từng giọt một vào khối bột nhào, trong khi vẫn khuấy liên tục bằng dao trộn (6.4).

9.3.2 Sau khi thêm dung dịch natri clorua, dùng dao trộn ép hỗn hợp và tạo thành khối bột nhào hình cầu, cẩn thận để tránh thất thoát bột nhào. Phần bột nhào còn lại dính trên thành bát hoặc trên dao trộn phải được lấy hết cho vào khối bột.

9.3.3 Thời gian chuẩn bị bột nhào không được quá 3 min.

9.3.4 Đặt khối bột hình cầu vào đĩa thủy tinh (6.5). Dùng giấy lọc ướt (6.9) phủ vào phần trong cốc có mỏ 250 ml (6.3), sau đó dùng để bọc luôn khối bột nhào hình cầu. Để yên khối bột trong 30 min.

9.4 Rửa

9.4.1 Các thao tác mô tả trong 9.4.2 và 9.4.3 phải được tiến hành trên khung gỗ có phủ lưới thép mịn (6.7) để tránh thất thoát bột nhào. Trong suốt quá trình thao tác, người thực hiện phải đeo găng tay cao su (6.6) để bột nhào không hấp thụ nhiệt và thấm mồ hôi từ lòng bàn tay.

9.4.2 Sau khi để yên, cân khoảng 30 g bột nhào (9.3) chính xác đến 0,01 g (m_2). Đặt phần bột nhào này vào lòng một bàn tay và để cho dung dịch natri clorua (5.1) đựng trong vật chứa (6.8) chảy nhỏ giọt vào khối bột nhào với tốc độ chảy 750 ml trong 8 min. Trong suốt thời gian này, dùng ngón tay cái của bàn tay khác vẽ tròn khối bột nhào.

9.4.3 Quá trình rửa được coi là hoàn tất khi dung dịch natri clorua được ép ra từ viên gluten thu được trong 9.4.2 không có tinh bột. Để phát hiện tinh bột, nhỏ vài giọt dung dịch rửa ép ra từ viên gluten lên

kính đồng hồ (6.13) và thêm một vài giọt dung dịch kali iodua/dung dịch iốt (5.2). Nếu màu sắc của dung dịch không thay đổi thì quá trình rửa đã hoàn thành. Nếu màu của dung dịch chuyển sang màu xanh thì chứng tỏ vẫn còn tinh bột và phải tiếp tục quá trình rửa cho đến khi không còn phát hiện thấy tinh bột.

9.4.4 Thời gian rửa phụ thuộc vào lượng gluten, nhìn chung khoảng 8 min là đủ.

9.5 Loại bỏ dung dịch rửa còn dư

9.5.1 Loại bỏ hầu hết dung dịch rửa bám dính vào viên gluten bằng cách giữ viên gluten giữa các ngón tay và bóp mạnh khoảng ba lần.

9.5.2 Chia viên gluten thành hai phần xấp xỉ bằng nhau, định hình chúng trong một khuôn dát mỏng và đặt chúng vào dụng cụ ép gluten (6.12). Đóng dụng cụ ép gluten và mở ra sau 5 s. Chuyển gluten đã dát mỏng, không bị biến dạng, vào vị trí khô khác trong dụng cụ ép gluten và đóng lại trong 5 s. Lặp lại thao tác này 15 lần. Làm khô đĩa thủy tinh của dụng cụ ép sau mỗi lần thực hiện.

9.6 Xác định khối lượng gluten ướt

Cân cả hai phần gluten đã dát mỏng tạo ra trong 9.5.2, chính xác đến 0,01 g (m_3).

9.7 Số lần xác định

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

10 Tính toán và biểu thị kết quả

Hàm lượng gluten ướt, (G_{wet}), biểu thị bằng phần trăm khối lượng phần mẫu thử, tính bằng công thức sau đây:

$$G_{wet} = \frac{m_3(m_1 + 12)}{m_2 \times m_1} \times 100\%$$

trong đó

m_1 là phần khối lượng thử của mẫu thử (9.2), tính bằng gam;

m_2 là phần khối lượng của viên bột nhào (9.3) đã dùng để rửa (9.4), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của gluten ướt (9.6), tính bằng gam;

12 là thể tích của dung dịch natri clorua (5.1) dùng để chuẩn bị bột nhào, tính bằng mililit;

Lấy kết quả đến một chữ số sau dấu phẩy.

CHÚ THÍCH 1 Sai lệch về trọng lượng riêng của dung dịch natri clorua (5.1) từ 1,00 là không đáng kể so với độ lệch chuẩn của phương pháp.

CHÚ THÍCH 2 Nhìn chung kết quả của phép xác định không tính theo hàm lượng chất khô của mẫu thử (bột mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm hoặc hạt lúa mì). Do đó, trong báo cáo thử nghiệm nên ghi lại độ ẩm của mẫu thử.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp này được nêu trong Phụ lục C. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người tiến hành, sử dụng cùng một thiết bị trong thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị sau đây:

- đối với hạt lúa mì: $r = 1,9 \text{ g/100g}$;
- đối với bột mì $r = 1,5 \text{ g/100g}$;
- đối với hạt lúa mì cứng $r = 0,9 \text{ g/100g}$;
- đối với lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm $r = 2,1 \text{ g/100g}$

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị sau đây:

- đối với hạt lúa mì: $R = 9,5 \text{ g/100 g}$;
- đối với bột mì: $R = 7,7 \text{ g/100 g}$;
- đối với hạt lúa mì cứng: $R = 14,0 \text{ g/100 g}$;
- đối với lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm: $R = 11,7 \text{ g/100 g}$.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

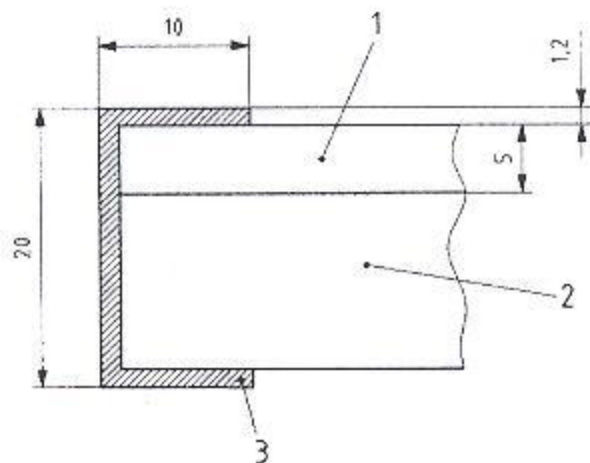
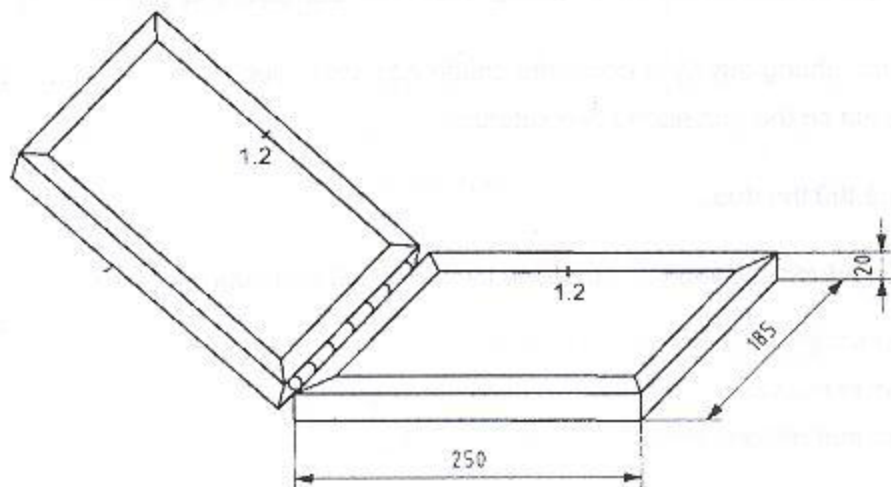
- a) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu được sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này, bao gồm những chi tiết của quá trình nghiên;
- d) mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với các chi tiết bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) các kết quả thử thu được;
- f) nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(quy định)

Dụng cụ ép gluten

Kích thước tính bằng millimet



Phụ lục B

(quy định)

Chuẩn bị hạt lúa mì nghiền

Như đã đề cập trong phần phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này thì phương pháp cũng có thể áp dụng được cho hạt lúa mì và lõi hạt lúa mì dạng tấm sau khi nghiền trong máy nghiền cỡ nhỏ (6.14).

Kích cỡ hạt mẫu nghiền có ảnh hưởng đến sự hình thành gluten và quá trình rửa. Bộ nghiền được sử dụng phải có khả năng nghiền sao cho đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1

Bảng B.1 – Lỗ rây và cỡ hạt của mẫu

Lỗ rây μm	Mẫu lọt qua rây %
710	100
500	95 đến 100
210 đến 200	80 hoặc nhỏ hơn

Số liệu nêu trong Bảng B.1 được sử dụng để điều chỉnh dụng cụ nghiền. Việc nghiền phụ thuộc vào loại phép xác định. Độ mịn của bột phải được kiểm tra thường xuyên bằng rây.

Phương pháp nghiền để chuẩn bị mẫu nghiền từ hạt lúa mì hoặc lõi hạt dạng tấm có ảnh hưởng đến kết quả xác định gluten. Các loại dụng cụ nghiền khác nhau, tạo ra các phần mẫu nghiền khác nhau với các thành phần khác nhau, điều này dẫn đến sự hình thành gluten trong khối bột nhào và rửa gluten cũng khác nhau. Để thu được các kết quả tương đương cần sử dụng cùng một phương pháp chuẩn bị mẫu. Ghi lại chi tiết của quá trình nghiền cùng với phần trăm gluten thu được.

Mẫu đại diện của hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm phải được nghiền đến kích cỡ hạt đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1. Cho hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm vào máy nghiền phải cẩn thận để tránh quá nhiệt và quá tải. Thời gian nghiền phải được tiếp tục trong khoảng từ 30 s đến 40 s sau khi mẫu cuối cùng đã được đưa vào máy nghiền. Các lượng nhỏ (đến 1 %) hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm cần được lấy ra để nghiền.

Phụ lục C

(tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm bao gồm ở 21 phòng thử nghiệm của 7 quốc gia, do Công ty CONCORDIA Warehouse, Phòng thử nghiệm kiểm tra hạt ngũ cốc, Budapest (Hungari) (Grain Control Laboratory) tổ chức năm 2004. Phép thử này được thực hiện trên sáu mẫu sau đây:

- Mẫu A: hạt lúa mì (*Triticum aestivum* L.);
- Mẫu B: hạt lúa mì (*Triticum aestivum* L.);
- Mẫu C: hạt lúa mì (*Triticum durum* Desf.);
- Mẫu D: lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm;
- Mẫu E: bột mì;
- Mẫu F: bột mì.

Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) để cho các số liệu về độ chụm nêu trong Bảng C.1.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 6644, Flowing cereals and milled cereal products -- Automatic sampling by mechanical means.
- [2] TCVN 5451:2008 (ISO 13690:1999), Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm nghiền -- lấy mẫu từ khối hàng tĩnh.
- [3] TCVN 7871-2:2008 (ISO 21415-2:2006), Hạt lúa mì và bột mì -- Hàm lượng gluten -- Phần 2: Xác định gluten ướt bằng phương pháp cơ học.
- [4] ICC Standard No.106/2, Working Method for the Determination of Wet Gluten in Wheat Flour.

Chú giải

- 1 đĩa thủy tinh có bề mặt thô ráp
- 2 giá đỡ
- 3 vành kim loại

CHÚ THÍCH Được lấy từ Thư mục tài liệu tham khảo [4].