

Lời nói đầu

TCVN 8210 : 2009 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.

Ngũ cốc và sản phẩm nghiền từ ngũ cốc –

Xác định độ axit chuẩn độ

Cereals and milled cereal products – Determination of titratable acidity

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ axit chuẩn độ của các hạt ngũ cốc và các sản phẩm nghiền của chúng.

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 (ISO 3696), *Nước sử dụng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 5451 : 2008 (ISO 13690 : 1999), *Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm nghiền – Lấy mẫu từ khối hàng tinh*.

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 thường qui).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ axit chuẩn độ (Titratable acidity)

Thể tích dung dịch natri hydroxit (NaOH) cần để trung hòa các axit có trong một lượng mẫu thử.

CHÚ THÍCH: Độ axit chuẩn độ được biểu thị bằng mililit dung dịch (NaOH) 0,1 mol/l trên 100 g mẫu thử tính theo chất khô.

4 Nguyên tắc

Chiết tách các axit có trong mẫu thử bằng nước cất trung tính. Chuẩn độ phần dịch chiết thu được bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l với chất chỉ thị phenolphthalein đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 30 s.

5 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại khiết phân tích, trừ khi có quy định khác.

5.1 Nước, phù hợp với loại 1 của TCVN 4851 (ISO 3696), đã loại cacbon dioxit bằng cách đun sôi trong 10 min và để nguội trước khi sử dụng.

5.2 Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,1mol/l, không chứa cacbonat.

Nồng độ chính xác của dung dịch natri hydroxit được kiểm tra ngay trước mỗi dãy phân tích bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn gốc axit oxalic hoặc bằng các dung dịch axit chuẩn khác như: axit clohydric, axit sulfuric. Từ đó xác định hệ số hiệu chỉnh nồng độ của dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l.

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

5.3 Chất chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 1 % trong etanol.

Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 100 ml etanol 95 % thể tích.

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

6.2 Máy nghiền, có khả năng nghiền mẫu thử lọt qua sàng có đường kính lỗ 1,0 mm.

6.3 Sàng, có đường kính lỗ 1,0 mm.

6.4 Máy lắc, có tần số từ 30 r/min đến 60 r/min.

6.5 Buret, dung tích 25ml được chia độ 0,1 ml và có độ chính xác đến 0,05 ml.

6.6 Pipet, dung tích 25 ml và 50 ml.

6.7 Bình định mức, dung tích 250 ml.

6.8 Giấy lọc, loại trung tính.

6.9 Phễu lọc, có đường kính 7 cm.

6.10 Hộp đựng mẫu, có nắp đậy kín.

6.11 Bình nón, dung tích 250 ml.

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị suy giảm chất lượng hay bị thay đổi trọng 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).

CHÚ THÍCH: Độ axit tăng trong quá trình bảo quản, do đó các mẫu thử phải được giữ trong các lọ kín, ở nhiệt độ thích hợp và gửi ngay đến phòng thử nghiệm.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Đối với mẫu dạng bột

8.1.1 Mẫu dạng bột có kích thước lọt hoàn toàn qua sàng có đường kính lỗ 1,0 mm

Trộn mẫu đã lấy theo Điều 7, chia đều và lấy khoảng 50 g bột và sàng qua sàng có đường kính lỗ 1,0 mm (6.3). Làm vụn tất cả những phần bột vón cục và trộn đều.

8.1.2 Mẫu dạng bột thô

Trộn mẫu đã lấy theo Điều 7, chia đều và lấy ít nhất 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 1,0 mm (6.3).

8.2 Đối với mẫu dạng hạt

Trộn mẫu đã lấy theo Điều 7, chia đều và lấy ít nhất 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 1,0 mm (6.3). Nếu mẫu có độ ẩm cao, khó nghiền cần sấy mẫu ở 80 °C trong thời gian đủ để mẫu trở về độ ẩm thích hợp cho việc nghiền mẫu. Trong trường hợp này, cần sử dụng hệ số hiệu chỉnh về độ ẩm với kết quả thu được.

8.3 Mẫu được bảo quản trong các lọ đựng mẫu khô sạch và có nắp đậy kín.

9 Cách tiến hành

9.1 Trộn thật kỹ mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 8, cân từ 10 g đến 20 g mẫu, chính xác đến 0,001 g cho vào bình định mức dung tích 250 ml (6.7). Thêm khoảng 100 ml nước (5.1), đậy nút, lắc tròn đều

trong 5 min trên máy lắc (6.4). sau đó để yên trong 1 h, hoặc trong 1 h thỉnh thoảng lắc nhẹ bằng tay. Sau đó thêm nước cất (5.1) đến vạch. Lắc đều và lọc qua giấy lọc (6.8).

9.2 Dùng pipet (6.6) lấy chính xác 25 ml hoặc 50 ml dịch lọc (xem 9.1) cho vào bình nón dung tích 250 ml (6.11). Thêm 5 giọt dung dịch chỉ thị phenolphthalein (5.3). Vừa lắc đều bình nón, vừa chuẩn độ lượng axit trong bình nón bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l (5.2) đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 30 s. Ghi lại số mililit dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l đã dùng để chuẩn độ.

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

10 Tính kết quả

10.1 Độ axit chuẩn độ tính theo mẫu, X_1 , biểu thị bằng số mililit dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l để trung hòa 100 g mẫu, được tính theo công thức:

$$X_1 = \frac{V \times V_0 \times k}{V_1 \times m} \times 100$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích của mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_1 là thể tích mẫu lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

k là hệ số hiệu chỉnh nồng độ của dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l;

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

100 là hệ số chuyển về 100 g mẫu.

CHÚ THÍCH: Nếu mẫu thử có độ ẩm cao phải sấy trước khi nghiền (8.2) thì công thức tính phải quy đổi theo độ ẩm cho phù hợp với mẫu ban đầu.

Kết quả của phép thử là trung bình cộng của hai lần xác định song song trên cùng một mẫu thử khi sự sai khác của chúng không vượt quá 2 % giá trị trung bình. Báo cáo kết quả chính xác đến một chữ số thập phân.

10.2 Độ axit chuẩn độ tính theo chất khô, X_2 , tính bằng số mililit dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l để trung hòa 100 g mẫu được tính theo công thức:

$$X_2 = \frac{X_1 \times 100}{100 - w}$$

trong đó:

X_1 là độ axit chuẩn độ để trung hòa 100 g mẫu ở dạng phân tích (xem 10.1);

w là độ ẩm của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng (%), xác định được theo ISO 712.

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 đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thu được;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.