

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11483-1:2016

Xuất bản lần 1

**MALT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ HÒA TAN -
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL**

Malt - Determination of soluble nitrogen content - Part 1: Kjeldahl method)

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11483-1:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn của Hiệp hội Đồ uống châu Âu EBC Method 4.9.1 (1997) *Soluble nitrogen of malt: Kjeldahl method*;

TCVN 11483-1:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9 Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 11483 Malt – Xác định hàm lượng nitơ hòa tan gồm các phần:

- TCVN 11483-1:2016, Phần 1: Phương pháp Kjeldahl;
- TCVN 11483-2:2016, Phần 2: Phương pháp quang phổ;
- TCVN 11483-3:2016, Phần 3: Phương pháp đốt cháy Dumas.

Malt - Xác định hàm lượng nitơ hòa tan -

Phần 1: Phương pháp Kjeldahl

Malt - Determination of soluble nitrogen content -

Part 1: Kjeldahl method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp Kjeldahl để xác định hàm lượng nitơ hòa tan của dịch đường hóa malt.

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 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 10789:2015, *Malt – Xác định hàm lượng chất chiết*

TCVN 10791:2015, *Malt – Xác định hàm lượng nitơ tổng số và tính hàm lượng protein thô – Phương pháp Kjeldahl*

3 Nguyên tắc

Mẫu malt được đường hóa để thu dịch đường hóa. Các hợp chất nitơ trong dịch đường hóa được phân hủy bởi axit sulfuric nóng với sự có mặt của các chất xúc tác để tạo thành amoni sulfat. Dịch phân hủy được kiểm hóa bằng dung dịch natri hydroxit và amoniac giải phóng ra được chưng cất vào phần dư của dung dịch axit boric. Amoniac được chuẩn độ bằng dung dịch axit chuẩn.

TCVN 11483-1:2016

Hàm lượng nitơ hòa tan được tính trong 1 lít dịch đường hóa, biểu thị theo tỉ lệ phần trăm so với chất khô của malt hoặc so với hàm lượng nitơ tổng số (chỉ số Kolbach).

4 Thuốc thử

Sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước được sử dụng ít nhất đạt loại 3 theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), trừ khi có quy định khác.

4.1 Axit sulfuric, 98 % (khối lượng/thể tích), chứa hàm lượng nitơ thấp.

4.2 Dung dịch natri hydroxit

Hòa tan 450 g natri hydroxit dạng viên hoặc dạng vảy trong 1 lít nước. Dung dịch phải có tỉ trọng 1,35 hoặc cao hơn.

4.3 Hỗn hợp chất xúc tác, gồm kali sulfat dạng bột, titan dioxit và đồng sulfat ngậm năm phân tử nước theo tỉ lệ tương ứng 1000 : 30 : 30 (phần khối lượng). Có thể sử dụng sản phẩm bán sẵn có thành phần như trên.

4.4 Chất chống sôi trào, carborundum dạng bột thô, kẽm dạng viên hoặc bi thủy tinh.

4.5 Dung dịch axit boric, 20 g/lít

4.6 Dung dịch axit chuẩn độ, axit clohydric 0,1 M hoặc axit sulfuric 0,05 M.

4.7 Chất chỉ thị xanh bromocresol

Trộn dung dịch xanh bromocresol (3,3'-5,5'-tetrabromocresol sulfonic phthalein) trong etanol 95 % (thể tích) nồng độ 1 g/lít với dung dịch đỏ methyl (axit p-dimethylaminoazobenzeneocarboxylic) trong etanol 95 % (thể tích) nồng độ 1 g/lít, với tỉ lệ 10 : 4 (thể tích). Chất chỉ thị này có màu hồng trong môi trường axit, màu xám tại điểm kết thúc chuẩn độ và màu xanh lam trong môi trường kiềm.

4.8 Sacarose, tinh khiết.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Cân, có thể cân chính xác đến 0,5 mg.

5.1 Bộ phân hủy mẫu Kjeldahl.

5.2 Bình Kjeldahl, dung tích 500 ml.

5.3 Bộ chưng cất.

5.4 Bình nón (bình hứng), dung tích 250 ml.

5.5 Ống đong, dung tích 25 ml, 100 ml và 250 ml.

5.6 Pipet, chia vạch đến 1 ml.

5.7 Buret, loại 25 ml hoặc 50 ml.

5.8 Máy nghiền, có thể nghiền mịn mẫu mà không sinh nhiệt, khoảng cách giữa hai trục nghiền là 0,2 mm hoặc loại thích hợp.

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 10787:2015^[1].

7 Cách tiến hành

Chuẩn bị dịch đường hóa theo TCVN 10789:2015. Dùng pipet lấy 20 ml dịch đường hóa thu được cho vào bình Kjeldahl dung tích 500 ml (5.2).

Thêm từ 2 ml đến 3 ml axit sulfuric đặc (4.1). Nếu cần, thêm chất chống tạo bọt để ngăn ngừa tạo bọt dư. Cho bay hơi nhẹ, đến gần khô để lượng cặn tạo thành là tối thiểu. Thêm khoảng 10 g hỗn hợp chất xúc tác dạng bột hoặc dạng viên (4.3), trộn kỹ chất xúc tác với mẫu nghiền. Thêm 20 ml axit sulfuric đặc (4.1), xoay nhẹ bình để trộn và làm ẩm tất cả lượng chứa trong bình. Tiến hành phân hủy mẫu ở nhiệt độ thấp để tránh tạo bọt.

Đun sôi hỗn hợp đến khi xuất hiện màu nâu, đun tiếp trong 30 min. Cần đặc biệt lưu ý không để nguồn nhiệt tiếp xúc trực tiếp với bình ở phía trên mức chất lỏng và phải quan sát thấy hơi nước hồi lưu tại vùng thấp của cổ bình Kjeldahl. Để nguội dịch phân hủy. Nếu lượng chứa trong bình bị hóa rắn thì lượng axit dư đã bị thất thoát trong quá trình phân hủy và amoni sulfat có thể đã hóa hơi.

Cẩn thận pha loãng dịch phân hủy với 250 ml nước, thêm chất chống sôi trào (4.4) và thêm từ từ 70 ml dung dịch natri hydroxit (4.2) để tạo thành hai lớp chất lỏng phân lớp rõ rệt.

Lắp bình với ống chữ U và nối với bộ sinh hàn, lưu ý không làm xáo trộn các lớp chất lỏng. Đầu ra của bộ sinh hàn phải nhúng ngập dưới bề mặt dung dịch axit boric (4.5).

Xoay lượng chứa trong bình để trộn nhanh và thu được đủ nhiệt. Nguồn nhiệt nên sẵn có trước khi kết

nồi ống, để giảm thiểu nguy hiểm do chất lỏng quay về sinh hàn. Ngay sau khi trộn, cần tháo bình chứa axit boric để nâng ống thoát của sinh hàn và để cân bằng áp suất trong bộ chưng cất (5.3).

Chưng cất amoniac vào lượng dư của axit boric 20 g/lít (khoảng 25 ml), chứa 0,5 ml chất chỉ thị (4.7). Lấy khoảng 180 ml dịch cất và chuẩn độ amoniac trong dịch cất bằng dung dịch axit chuẩn độ (4.6), đến khi dung dịch có màu xám là điểm kết thúc chuẩn độ.

Thực hiện mẫu trắng thuốc thử, dùng 1,000 g sacarose (4.8) thay cho cơ chất.

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Hàm lượng nitơ hòa tan trong 1 lít dịch đường hóa

Hàm lượng nitơ hòa tan trong 1 lít dịch đường hóa, N_v , biểu thị bằng miligam trên lít (mg/lít), được tính theo Công thức (1):

$$N_v = \frac{T \times 14}{V} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

T là thể tích axit 0,1 mol/lít cần để trung hòa amoniac sau khi hiệu chỉnh với mẫu trắng thuốc thử, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích mẫu đã lấy, tính bằng mililit (ml).

Biểu thị kết quả đến số nguyên gần nhất.

8.2 Hàm lượng nitơ hòa tan tính theo phần trăm khối lượng chất khô của malt

Hàm lượng nitơ hòa tan tính theo phần trăm khối lượng chất khô của malt, N_s , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo Công thức (2):

$$N_s = \frac{N_v \times E_1}{10000 \times E_w} \quad (2)$$

Trong đó:

N_v là hàm lượng nitơ hòa tan trong 1 lít dịch đường hóa, tính theo mg/lít (xem Công thức 1);

E_1 là hàm lượng chất chiết trong chất khô của malt, tính theo phần trăm khối lượng;

E_w là số gam chất chiết trong dịch đường hóa, tính theo g/100 ml;

10000 là hệ số hiệu chỉnh để thu được kết quả theo phần trăm.

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

8.3 Hàm lượng nitơ hòa tan tính theo phần trăm nitơ tổng số (chỉ số Kolbach)

Hàm lượng nitơ hòa tan tính theo nitơ tổng số, N_k , biểu thị bằng phần trăm, được tính theo Công thức (3):

$$N_k = \frac{N_s \times 100}{N} \quad (3)$$

Trong đó:

N_s là hàm lượng nitơ hòa tan, tính bằng phần trăm khối lượng chất khô của malt theo Công thức 2;

N là hàm lượng nitơ tổng số, tính bằng phần trăm khối lượng chất khô của malt theo TCVN 10791:2015.

Biểu thị kết quả đến số nguyên gần nhất.

9 Độ chum

Các giá trị độ chum dưới đây được xác định từ dữ liệu phân tích mẫu ở 3 mức trong dải hàm lượng nitơ hòa tan từ 0,55 % đến 0,78 % chất khô. Các giá trị độ chum này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với dải nồng độ và nền mẫu đã nêu.

9.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm 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 thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị $r_{95} = 0,12 - 0,119 m$, trong đó m là giá trị trung bình.

9.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm 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 thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn giá trị $R_{95} = 0,09$.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

TCVN 11483-1:2016

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 10787:2015, *Malt – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử*
-