

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7069 : 2002

GIẤY VÀ CÁCH TÔNG – XÁC ĐỊNH TINH BỘT

Paper and board – Determination of starch

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7069 : 2002 được biên soạn trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn TAPPI T419 : 1991

TCVN 7069 : 2002 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 6 Giấy và các công biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Giấy và cactông – Xác định tinh bột

Paper and board – Determination of starch

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định định tính và định lượng tinh bột không biến tính, tinh bột biến tính bằng kỹ thuật ôxy hoá thông thường hoặc xử dụng enzyme, được cho vào trong quá trình nghiền bột giấy hoặc để gia keo bề mặt.

Phương pháp này xác định tổng hàm lượng tinh bột có trong giấy, không phân biệt tinh bột ở trong hoặc trên bề mặt giấy.

Một số loại tinh bột: cationic, được thế, được ghép hoặc liên kết với keo không tiến hành theo phương pháp này, bởi vì các loại tinh bột đó có các yêu cầu kỹ thuật đặc biệt. Phương pháp này chỉ áp dụng cho tinh bột có thể chiết được và tạo phức chất với iốt.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 3649: 2000 Giấy và cactông - Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình.

TCVN 1867: 2001 Giấy và cactông - Xác định độ ẩm - Phương pháp sấy khô.

3 Phương pháp định tính

3.1 Thiết bị, dụng cụ

3.1.1 Dụng cụ thuỷ tinh và các dụng cụ khác : cốc, 50 ml, 150 ml; ống đong, 100 ml; phễu lọc nhỏ; giấy lọc.

TCVN 7069 : 2001

3.2 Hoá chất

3.2.1 Dung dịch iốt : nồng độ khoảng 0,001 N I₂. Pha dung dịch gốc nồng độ 0,01 N bằng cách hoà tan 0,13 g I₂ và 2,6 g KI trong 5 ml nước sau đó pha loãng tới 100 ml. Pha loãng một phần dung dịch gốc đó trong chín phần nước tới màu vàng nhạt để được dung dịch thử nghiệm, pha loãng dung dịch gốc trước mỗi lần thử nghiệm.

3.3 Chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 3649 : 2000. Cân khoảng 0,5 g mẫu thử và xé thành các mảnh nhỏ có kích thước từ 5 mm đến 10 mm.

3.4 Cách tiến hành

Đun các mảnh mẫu một vài phút trong 10 ml nước cất. Lọc, để nguội nước lọc và nhỏ một giọt dung dịch I₂ loãng. Nếu nước có màu xanh là có tinh bột. Màu tím nhạt không được coi là có tinh bột, vì trong một số trường hợp giấy không có tinh bột vẫn cho phản ứng này.

4 Phương pháp định lượng

4.1 Thiết bị, dụng cụ

4.1.1 Máy đánh tơi : để đánh tơi các mảnh mẫu trong nước. Máy có tốc độ khuấy trộn cao là thích hợp nhất, nhưng có thể sử dụng các dụng cụ khác như các hạt thuỷ tinh lắc trong bình cùng với mẫu.

4.1.2 Cốc lọc thuỷ tinh hoặc phễu lọc : có độ lọc thô, dung tích khoảng 50 ml hoặc lớn hơn, hoặc phễu lọc Buchner và giấy lọc Whatman số 40, giấy lọc axit tương đương, giấy lọc sợi thuỷ tinh Whatman 934 – AH.

CHÚ THÍCH 1 Cốc lọc thuỷ tinh có thể rửa bằng cách cho dung dịch NaOH 5 N đi qua và rửa bằng nước nóng. Nếu không loại được các phần còn lại thì ngâm trong axit crômíc.

4.1.3 Bình lọc : dung tích 500 ml hoặc lớn hơn

4.1.4 Máy ly tâm : thích hợp nhất là có dung lượng lớn hơn 50 ml

4.1.5 Máy đo màu quang phổ : đo độ hấp thụ tại bước sóng 580 nm

CHÚ THÍCH 2 Có thể sử dụng dụng cụ so sánh màu kính lọc. Trong mọi trường hợp phải sử dụng cùng một dụng cụ và cùng một điều kiện để lập đường đồ thị cũng như đo mẫu thử.

4.1.6 Các dụng cụ khác : bình định mức 50 ml, 100 ml và 500 ml; pipet 25 ml và 2,5 ml; cốc 250 ml; nôi cách thuỷ , đồng hồ bấm giây.

4.1.7 Tủ hút : sử dụng khi tiến hành chiết xuất với HCl.

4.1.8 Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được rửa rất cẩn thận và sấy khô.

4.2 Hoá chất

Chỉ dùng hoá chất phân tích và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

4.2.1 Dung dịch axit clohydric, HCl với các nồng độ: đậm đặc, 1 : 1 (xấp xỉ 6 N), 1 : 9 (xấp xỉ 1,2 N) và 1 : 19 (xấp xỉ 0,6 N).

4.2.2 Thuốc thử kali iốtđua – iốt : chứa 7,5 g KI và 5 g I₂ trong 1 lít. Hoà tan 7,5 g KI và 5 g I₂ trong 10 ml nước cất. Pha loãng tới 1 lít sau khi iốt hoà tan hết.

4.2.3 Xơ bông vụn

4.2.4 Dung dịch natri thiosunphat : hoà tan 2 g đến 3 g natri thiosunphat (Na₂S₂O₃. 5H₂O) trong 100 ml nước cất.

4.3 Chuẩn bị mẫu thử

Từ phần mẫu đã lấy theo TCVN 3649: 2000 cân 1 g chính xác tới 5 mg mẫu thử đã được xé thành các mảnh nhỏ có kích thước từ 5 mm đến 10 mm. Cùng thời điểm đó tiến hành cân mẫu để xác định độ ẩm theo TCVN 1867: 2001.

CHÚ THÍCH 3 Không được nghiền giấy ở trạng thái khô vì có thể làm mất một phần tinh bột, đặc biệt là đối với mẫu có chứa chất độn.

4.4 Cách tiến hành

4.4.1 Đánh tơi mẫu thử trong 60 ml ± 20 ml nước cất nóng (nhiệt độ từ 40 °C đến 80 °C), sau đó chuyển mẫu vào cốc 250 ml và dùng nước cất nóng để tráng rửa sao cho lượng nước trong cốc là 100 ml. Đun trong nồi cách thủy với nhiệt độ trong cốc là 92 °C trong 15 phút.

CHÚ THÍCH 4 Nếu mẫu thử không đủ để tạo thành miếng, thì bổ sung một lượng bông vụn với khối lượng nhỏ hơn 1 g.

4.4.2 Lọc mẫu trên cốc lọc (có sử dụng hút). Rửa phần còn lại bằng 10 ml – 12 ml nước cất nóng. Làm nguội tới nhiệt độ phòng trong bể nước đá. Bổ sung 25 ml dung dịch HCl (1 : 1) vào cốc lọc và để trong 3 phút (nên dùng đũa thủy tinh để phân tán phần còn lại trên cốc lọc) và sử dụng hút. Lặp lại bước chiết xuất bằng 25 ml HCl trong 3 phút. Lọc hút dung dịch. Bổ sung tiếp 25 ml HCl đậm đặc. Khuấy trộn phần còn lại trên cốc lọc trong 40 giây. Làm ngừng ngay phản ứng bằng cách bổ sung khoảng 50 ml nước cất (ở nhiệt độ phòng) vào cốc lọc. Hút dung dịch và lắc bình lọc để trộn đều HCl đậm đặc trong

TCVN 7069 : 2001

dịch lọc. Rửa phần còn lại trên cốc lọc từ 3 đến 4 lần với một lượng nhỏ nước cất (khoảng 25 ml) sao cho tổng lượng dịch lọc không vượt quá 450 ml. Kiểm tra xem tinh bột đã được loại hết ra khỏi mẫu bằng cách, nhỏ một hoặc hai giọt dung dịch iốt loãng vào phần còn lại trên cốc lọc, nếu còn vết tinh bột thì sẽ có màu xanh. Nếu tinh bột vẫn còn lại trong mẫu thì chuyển phần còn lại trên cốc lọc vào cốc 250 ml, bổ sung 100 ml – 150 ml nước và lặp lại như 4.4.1 tại bước đun nóng. Nếu tinh bột vẫn còn sau hai lần chiết xuất thì bỏ mẫu đó và tiến hành làm lại toàn bộ.

CHÚ THÍCH 5 Thời gian chiết xuất HCl phải được kiểm tra chặt chẽ để tránh tinh bột bị thủy phân.

4.4.3 Chuyển dung dịch tinh bột vào bình định mức 500 ml (xem chú thích 6), làm nguội đến nhiệt độ phòng và bổ sung nước cất tới vạch. Lắc đều dung dịch, nếu dung dịch bị đục do chất độn hoặc do chất chiết xuất thì dùng máy ly tâm trong 10 phút. Đôi khi, để dung dịch lắng qua đêm có thể cho kết quả tương đương. Tuy nhiên, sự thủy phân có thể xảy ra khi để thời gian dài.

CHÚ THÍCH 6 Nếu cần thiết phải chiết xuất lần hai, thì hỗn hợp tất cả dịch lọc vào bình định mức 1000 ml, làm nguội tới nhiệt độ phòng và bổ sung nước tới vạch.

4.4.4 Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch trong cho vào bình định mức 50 ml, dùng pipet cho 2,5 ml dung dịch KI – I₂ vào trong bình, sau đó bổ sung nước tới vạch và lắc đều (xem chú thích 7 và 8). Chuẩn bị mẫu thí nghiệm trắng bằng cách hỗn hợp 25 ml HCl (1 : 9) với 2,5 ml dung dịch KI – I₂ trong bình định mức 50 ml và bổ sung nước tới vạch. Lắc trộn đều. Đo hệ số hấp thụ của mẫu thí nghiệm trắng và mẫu thí nghiệm trong tế bào quang điện 1 cm tại 580 nm. Nếu chùm tia quy chiếu được sử dụng trong thiết bị, thì dùng nước trong chùm tia quy chiếu. Mẫu trắng chạy trên mỗi mẫu thí nghiệm được chuẩn bị bằng cách cho một giọt dung dịch natri thiosunphat vào tế bào quang điện chứa mẫu thí nghiệm, lắc và đo lại hệ số hấp thụ.

CHÚ THÍCH 7 Phải bảo đảm hệ số hấp thụ của dung dịch được đo trong khoảng 30 phút sau khi mẫu được tạo thành.

CHÚ THÍCH 8 Nhựa kymen kết tủa với lượng dung dịch KI – I₂ sử dụng. Bởi vậy, nếu có nhựa kymen thì chỉ sử dụng một phần hai lượng dung dịch KI – I₂. Trong bước 4.4.4 cho 50 ml dung dịch vào bình định mức 100 ml và lượng KI – I₂ sử dụng vẫn giữ nguyên như vậy.

4.4.5 Tiến hành hai lần xác định

4.4.6 Tiến hành thí nghiệm với mẫu giấy đã biết hàm lượng tinh bột để làm mẫu kiểm tra. Giá trị xác định được phải trong khoảng giá trị báo cáo của mẫu kiểm tra.

4.4.7 Tính toán kết quả

Hàm lượng tinh bột được tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$\text{Tinh bột} = \frac{A}{ab} \times V_0 \times \frac{V_f}{V_A} \times \frac{1}{10S}$$

trong đó

A là hệ số hấp thụ thực = $A_{\text{mẫu thí nghiệm}} - A_{\text{mẫu thí nghiệm trắng}} - A_{\text{mẫu trắng}}$;

a là khả năng hấp thụ tinh bột xác định được từ đường đồ thị, tính bằng lít / g – cm;

b là độ dài của tế bào quang điện tính bằng centimet;

V_0 là thể tích của dung dịch tinh bột sau khi chiết xuất (là 500 ml hoặc 1000 ml), tính bằng mililit;

V_f là thể tích của dung dịch tinh bột được lấy để đo mẫu, thường là 50 ml, tính bằng mililit;

V_A là thể tích của dung dịch lấy từ V_0 thường là 25 ml, tính bằng mililit;

S là khối lượng mẫu thử khô tuyệt đối, tính bằng gam.

Tính toán thí dụ

$$A_{\text{mẫu thí nghiệm}} = 0,600$$

$$A_{\text{mẫu thí nghiệm trắng}} = 0,002$$

$$A_{\text{mẫu trắng}} = 0,005$$

$$A = 0,600 - 0,002 - 0,005 = 0,593$$

$$a = 12,5 \text{ lít/g – cm}$$

$$b = 1 \text{ cm}$$

$$V_0 = 500 \text{ ml}$$

$$V_f = 50 \text{ ml}$$

$$V_A = 25 \text{ ml}$$

$$S = 1,0045 \text{ g}$$

$$\text{Hàm lượng tinh bột} = \frac{0,593}{12,5} \times 500 \times \frac{50}{25} \times \frac{1}{10(1,0045)} = 4,72\%$$

4.5 Lập đồ thị chuẩn

4.5.1 Nếu có thể, sử dụng cùng một loại tinh bột như loại tinh bột được cho vào trong giấy để lập đồ thị chuẩn. Nếu không thể thì sử dụng hỗn hợp của ba đến bốn dạng tinh bột thông thường. Cân 0,1 g tinh bột (đã được trừ độ ẩm và độ tro) (xem chú thích 9) cho vào trong cốc 250 ml, bổ sung 100 ml nước cất và đun 15 phút sau khi nhiệt độ trong cốc đạt 92 °C. Bổ sung 1,0 g bông vụn và đun 15 phút hoặc lâu

TCVN 7069 : 2001

hơn. Lọc có hút qua cốc lọc thuỷ tinh thô, dùng nước nóng để rửa cốc và lọc lại nước lọc qua tấm đệm. Để nguội tới nhiệt độ thường trong bể nước đá.

4.5.2 Sử dụng HCl và chiết xuất theo đúng như tiến hành với mẫu thí nghiệm, pha loãng dung dịch lọc tới 500 ml trong bình định mức. Lấy một phần dung dịch cho vào máy ly tâm trong 10 phút và lấy dung dịch để chuẩn bị lập đường đồ thị. Đo hệ số hấp thụ như đối với mẫu thí nghiệm tại tất cả các nồng độ. Các nồng độ pha loãng được chỉ ra trong Bảng 1.

Bảng 1 – Phương pháp pha loãng để tạo các nồng độ lập đồ thị chuẩn

Nồng độ tinh bột, g/l	Tổng thể tích, ml	Dung dịch tinh bột 0,2g/l, ml	Nước cất ^a , ml	Dung dịch ^b KI, ml
0,010	100	5	0	5
0,020	100	10	5	5
0,030	100	15	10	5
0,040	100	20	15	5
0,050	100	25	20	5

Dùng HCl 1: 19 để pha loãng tới vạch trong bình định mức

a – Dùng ống đong để lấy nước.

b – Dùng pipet hoặc buret để lấy dung dịch.

CHÚ THÍCH 9 Hàm lượng tro của tinh bột không biến tính thường được bỏ qua. Tinh bột biến tính axit, tinh bột oxy hoá và tinh bột có chứa borax có hàm lượng tro từ 1 % đến 2 %.

4.5.3 Tính nồng độ thực của tinh bột từ mỗi dung dịch chuẩn. Lập đồ thị của hệ số hấp thụ thực theo nồng độ tinh bột thực. Đường đồ thị đó là đường tuyến tính đi qua gốc tọa độ. Xác định khả năng hấp thụ a từ độ dốc của đường thẳng.

$$A = abc$$

trong đó

A là hệ số hấp thụ thực như phần trên;

a là khả năng hấp thụ của tinh bột, tính bằng l/g – cm;

b là độ dài của tế bào quang điện, tính bằng cm;

c là nồng độ tinh bột thực, tính bằng gam trên lít.

$$\text{độ dốc của đường thẳng} = ab.$$

Tính a và giá trị trung bình của kết quả, hoặc lập đồ thị và lấy giá trị a từ đồ thị.

Tính giá trị trung bình của hai lần xác định chính xác tới 0,1 %.

5 Độ chụm

5.1 Độ lặp lại (trong một phòng thí nghiệm) : 0,2 % là kết quả của mỗi thử nghiệm với số lần xác định là hai. Đánh giá độ chụm dựa trên 81 phép xác định của một phòng thí nghiệm với nồng độ tinh bột trong khoảng từ 1,0 % đến 5,5 %.

6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các phần sau:

- a) viện dẫn theo tiêu chuẩn này;
 - b) thời gian và địa điểm thử nghiệm;
 - c) phương pháp tiến hành: định lượng hoặc định tính;
 - d) hàm lượng tinh bột, nếu tiến hành xác định định lượng;
 - e) các yếu tố ảnh hưởng tới kết quả thử nghiệm.
-