

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11079:2015

ISO 14244:2014

Xuất bản lần 1

**BỘT CỦA HẠT CÓ DẦU - XÁC ĐỊNH PROTEIN HÒA TAN
TRONG DUNG DỊCH KALI HYDROXIT**

Oilseed meals -

Determination of soluble proteins in potassium hydroxide solution

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11079:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 14244:2014;

TCVN 11079:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2
Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo
lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bột của hạt có dầu -

Xác định protein hòa tan trong dung dịch kali hydroxit

Oilseed meals - Determination of soluble proteins in potassium hydroxide solution

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định protein hòa tan trong dung dịch kali hydroxit trong bột đậu tương, bột hạt cải dầu và viên nén từ bột hướng dương, sau đó được phân tích sử dụng phương pháp Kjeldahl theo qui định trong TCVN 4328-1 (ISO 5983-1) và TCVN 4328-2 (ISO 5983-2).

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 2230 (ISO 565), *Sàng thử nghiệm. Lưới kim loại đan, tấm kim loại đột lỗ và lưới đột lỗ bằng điện - Kích thước lỗ danh nghĩa*.

TCVN 4328-1 (ISO 5983-1), *Thức ăn chăn nuôi - Xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protein thô - Phần 1: Phương pháp Kjeldahl*

TCVN 4328-2 (ISO 5983-2), *Thức ăn chăn nuôi - Xác định hàm lượng nitơ và tính hàm lượng protein thô - Phần 2: Phương pháp phân hủy kín và chưng cất bằng hơi nước*

TCVN 9610 (ISO 5502), *Khô dầu - Chuẩn bị mẫu thử*

3 Nguyên tắc

Phân tán mẫu trong dung dịch kali hydroxit pH khoảng 12,5, khuấy và ly tâm. Sau đó, xác định hàm lượng nitơ của lớp chất lỏng phân tách bằng phương pháp Kjeldahl để tính protein thô và so sánh với giá trị protein thô của mẫu gốc.

CHÚ THÍCH: Phương pháp Kjeldahl như mô tả trong TCVN 4328-1 (ISO 5983-1) và TCVN 4328-2 (ISO 5983-2).

4 Thuốc thử

CẢNH BÁO 1 – Phép thử trong tiêu chuẩn này, có thể gây hại cho con người và có khả năng giải phóng các chất ảnh hưởng đến môi trường. Do đó, cần tiến hành các biện pháp thích hợp để ngăn ngừa rủi ro, bảo vệ con người và tránh giải phóng các chất độc hại.

CẢNH BÁO 2 – Trong tất cả các bước thực hiện hoạt động này cần phải bảo vệ môi trường. Nên tham khảo ASTM D4447 mô tả sự phân loại các dư lượng và các phương pháp xử lý sơ bộ để thu hồi hoặc xử lý các hóa chất đó.

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích.

4.1 Kali hydroxit

4.2 Dung dịch kali hydroxit, $c(\text{KOH}) = 0,036 \text{ mol/l}$.

Chuẩn bị: Hòa tan 2,4 g kali hydroxit ($w = 85 \text{ g/100 g}$ phần khối lượng) trong 1 000 ml nước cất.

4.3 n-hexan hoặc hỗn hợp chất đồng phân hexan hoặc ete dầu hỏa.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Sàng, 500 μm dùng cho viên nén từ bột hướng dương và 250 μm dùng cho bột đậu tương và bột hạt cải dầu [như qui định trong TCVN 2230 (ISO 565)].

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

5.3 Bình khuấy, dung tích 150 ml.

5.4 Máy khuấy từ có đồng hồ chỉ số vòng quay trên phút (r/min) hoặc máy khuấy quay, gồm trục, và các ống ly tâm.

5.5 Máy nghiền

5.5.1 Bộ phận nghiền cắt, loại nghiền cá phê hoặc bộ phận nghiền có gắn khung lưới hoặc tương đương.

5.5.2 Bộ phận nghiền xoáy, hoặc tương tự.

5.6 Máy ly tâm, cho phép đạt được gia tốc tương đối $800 \text{ g} \pm 100 \text{ g}$.

Tần số quay, v , được tính theo Công thức (1):

$$v = 423 \sqrt{\frac{F_c}{d}} \quad (1)$$

Trong đó:

v là tần số quay, tính bằng số vòng quay trên phút (r/min);

d là đường kính đo được giữa các đầu ống đối diện tại vị trí quay, tính bằng xentimet (cm).

F_c là gia tốc ly tâm tương đối (trong trường hợp này là 800 g).

5.7 Pipet một vạch, dung tích 25 ml.

5.8 Buret, dung tích 100 ml.

5.9 Ống ly tâm hoặc ampoule ly tâm.

5.10 Giấy lọc, không chứa nito hoặc chén thủy tinh có đĩa lọc.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 9609 (ISO 5500)^[3].

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

7 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu được chuẩn bị theo phương pháp nêu trong TCVN 9610 (ISO 5502).

Nếu hàm lượng chất béo của mẫu cao hơn 5 % thì phải khử béo bằng qui trình chiết ngược sử dụng *n*-hexan.

8 Cách tiến hành

8.1 Tiến hành phép xác định lặp lại.

8.2 Nghiền mẫu bằng máy nghiền hoặc bất kỳ dụng cụ nào khác không sinh nhiệt cho đến khi toàn bộ mẫu lọt qua sàng 250 μm đối với bột đậu tương, bột hạt cải dầu và lọt qua sàng 500 μm đối với viên nén từ bột hướng dương.

Cỡ hạt ảnh hưởng nhiều đến kết quả phân tích cuối cùng, do đó, nên tiến hành nghiền cẩn thận.

TCVN 11079:2015

8.3 Cân 1,5 g bột đã chuẩn bị trong 8.2 và đưa vào bình khuấy 150 ml. Nếu dùng máy khuấy quay thì dùng túi khuấy thay cho bình khuấy.

8.4 Dùng buret (5.8) thêm 75 ml dung dịch kali hydroxit (4.2) và khuấy ở tốc độ tối thiểu trong 20 min để giữ lại tất cả chất rắn trong lớp huyền phù. Nếu dùng máy khuấy thì sử dụng ống ly tâm có cài đặt tốc độ khuấy tối thiểu.

8.5 Chuyển toàn bộ chất lỏng vào ống ly tâm hoặc ampoule ly tâm và ly tâm 10 min ở gia tốc tương đối 800 g.

8.6 Nếu một số hạt vẫn nằm trong huyền phù thì lọc chất lỏng đã phân tách qua giấy lọc hoặc chén thủy tinh để loại các hạt đó.

8.7 Dùng pipet (5.7) lấy 25 ml dịch lọc và xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp Kjeldahl như mô tả trong TCVN 4328-1 (ISO 5983-1) hoặc TCVN 4328-2 (ISO 5983-2).

CHÚ THÍCH: Theo qui trình này, mỗi phần dịch lỏng tương ứng với 0,5 g mẫu gốc đã nghiền.

8.8 Hàm lượng nitơ của mẫu gốc đã nghiền phải được xác định lặp lại sử dụng phương pháp Kjeldahl như mô tả trong TCVN 4328-1 (ISO 5983-1) hoặc TCVN 4328-2 (ISO 5983-2).

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng protein hòa tan trong dung dịch kali hydroxit, w_{sp} , biểu thị bằng phần khối lượng, tính bằng gam protein hòa tan (từ huyền phù) trên 100 g protein tổng số, theo Công thức (2):

$$w_{sp} = \frac{N_s}{N_t} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó:

w_{sp} là hàm lượng protein hòa tan trong dung dịch kali hydroxit, tính bằng gam trên 100 g (g/100g);

N_s là hàm lượng nitơ thu được trong 8.7;

N_t là hàm lượng nitơ thu được trong 8.8.

Báo cáo kết quả đến một chữ số thập phân.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong Phụ lục A.

10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, 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 thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá trung bình của các giá trị r thu được từ nghiên cứu liên phòng thử nghiệm nêu trong Bảng A.1.

10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, 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 thao tác khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá trung bình của các giá trị R thu được từ nghiên cứu liên phòng thử nghiệm nêu trong Bảng A.1.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại, thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử liên phòng thử nghiệm do Viện tiêu chuẩn và chứng nhận Argentina (IRAM) tổ chức để đánh giá độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp thử trong tiêu chuẩn này.

Mười mẫu thử của ba nền mẫu khác nhau (bột đậu tương, bột hạt cải dầu và viên nén từ bột hương dương) được gửi đến 24 quốc gia và các phòng thử nghiệm nước ngoài và nhận được kết quả từ 21 phòng thử nghiệm. Kết quả là có 87,5 % các phòng thử nghiệm tích cực tham gia trong phép thử liên phòng thử nghiệm này.

Kết quả lặp lại và tái lập thu được đối với protein hòa tan thu được khi áp dụng phép phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)^[1] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[2]. Phép phân tích này do phòng thử nghiệm Complejo của Bolsa de Comercio de Rosario (Argentina) thực hiện. Các kết quả phân tích nêu trong Bảng A.1

Bảng A.1 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Thông số	Bột đậu tương 1	Bột đậu tương 2	Bột đậu tương 3	Viên nén từ bột hương dương	Bột hạt cải dầu
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	19	18	18	16	17
Giá trị trung bình, g/100 g	82,24	75,29	51,54	66,27	38,50
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	1,21	0,62	1,34	2,03	1,37
Giới hạn lặp lại, r ($= 2,8 s_r$)	3,38	1,73	3,75	5,68	3,82
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$ (%)	1,47	0,82	2,60	3,06	3,55
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	3,04	2,77	4,19	4,60	4,47
Giới hạn tái lập, R ($= 2,8 s_R$)	8,51	7,75	11,73	12,87	12,52
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$ (%)	3,69	3,68	8,13	6,94	11,62

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
- [2] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
- [3] TCVN 9609 (ISO 5500), *Khô dầu – Lấy mẫu*
- [4] Evaluation of Protein Solubility as an Indicator of Over processing Soybean Meal
- [5] ARABA M., & DALE N.M. Poultry science. Poultry science division, university of georgia, Athens, georgia, 30602, 69, 1990, pp. 76-83
- [6] Solubilidad de la proteína: Indicador del procesado de harina (pasta) de soya. Dr. Nick Dale, Asociacion Mexicana de Soya/México A.N.Nº 89, Primera reimpression, Mayo 1992.
- [7] ASTM D4447-1997, *Standard Guide for Disposal of Laboratory Chemicals and Samples*
-