

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11438:2016

ISO 11052:1994

Xuất bản lần 1

**BỘT VÀ TÁM LỖI LÚA MÌ CỨNG -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮC TỐ MÀU VÀNG**

*Durum wheat flour and semolina -
Determination of yellow pigment content*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN-11438:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 11052:1994;

TCVN 11438:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F1
Ngữ cốc và đậu đố biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bột và tấm lõi lúa mì cứng - Xác định hàm lượng sắc tố màu vàng

Durum wheat flour and semolina - Determination of yellow pigment content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định sắc tố màu vàng trong bột và tấm lõi lúa mì cứng (*Triticum durum* Desf.).

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).

ISO 712:1985¹⁾, *Cereals and cereal products – Determination of moisture content (Routine reference method)* [Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định hàm lượng ẩm (Phương pháp chuẩn thông thường)]

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng sắc tố màu vàng (yellow pigment content)

Yếu tố chất lượng quan trọng của nguyên liệu để sản xuất mì ống, được xác định theo hàm lượng carotenoid chiết được của nội nhũ.

Hàm lượng này được biểu thị bằng miligam β -caroten trong 100 g chất khô.

4 Nguyên tắc

Chiết các carotenoid ở nhiệt độ phòng bằng *n*-butanol đã bão hòa nước. Sau đó, đánh giá mật độ quang của dịch lọc trong so với dung dịch chuẩn β -caroten.

¹⁾ Tiêu chuẩn này đã bị hủy, tiêu chuẩn hiện hành là ISO 712:2009 *Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Reference method* (Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định độ ẩm – Phương pháp chuẩn).

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương.

5.1 *n*-butanol đã bão hòa nước

Chuẩn bị dung dịch *n*-butanol và nước với tỷ lệ 6:2 (thể tích) và lắc kỹ. Sử dụng lớp trong ở trên sau khi tách pha.

5.2 Dietyl ete

5.3 β -caroten tổng hợp, tinh thể, nghiền nhỏ.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy nghiền, có các đặc tính sau:

- được làm bằng vật liệu không thấm nước;
- dễ làm sạch;
- khoảng chết nhỏ nhất;
- có khả năng nghiền nhanh và đồng đều không tạo nhiệt, tránh mẫu tiếp xúc với không khí bên ngoài đến mức có thể.

6.2 Máy đo quang phổ, có thể hoạt động ở bước sóng 440 nm.

6.3 Bình nón, dung tích 200 ml, tốt nhất là bằng thủy tinh màu nâu và có nắp thủy tinh mài.

6.4 Bình nón, dung tích 100 ml.

6.5 Bình định mức, dung tích 10 ml, cổ hẹp, có nắp thủy tinh mài.

6.6 Bình định mức, dung tích 100 ml và 250 ml, có nắp thủy tinh mài.

6.7 Pipet, dung tích 20 ml và 25 ml.

6.8 Mặt kính đồng hồ hoặc đĩa petri, để đậy phễu (6.10).

6.9 Giấy lọc, cứng, gấp nếp.

6.10 Phễu.

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

7 Lấy mẫu

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

Phương pháp lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 9027 (ISO 24333) *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Lấy mẫu.*

8 Chuẩn bị mẫu thử

Bột hoặc tấm lõi lúa mì có cỡ hạt nhỏ hơn 0,5 mm thì có thể được sử dụng luôn. Tấm lõi có kích cỡ hạt lớn hơn 0,5 mm thì dùng máy nghiền (6.1) để nghiền.

CHÚ THÍCH 1 Nghiên cứu so sánh đã chứng minh là kích cỡ hạt dưới 0,5 mm là thích hợp.

9 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm của mẫu thử theo ISO 712.

10 Xác định sắc tố màu vàng

10.1 Chuẩn bị dịch chiết

Cân 10 g mẫu thử, nghiền nếu cần (xem Điều 8), chính xác đến 0,001 g, cho vào bình nón 200 ml (6.3). Hòa mẫu trong 50 ml n-butanol đã bão hòa nước (5.1) để tạo huyền phù đồng nhất. Lắc nhẹ bình đã đầy nắp vài lần trong giờ đầu tiên. Để yên huyền phù qua đêm (16 h đến 18 h) ở nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH 2 Nếu không có bình thủy tinh màu thì bảo quản bình tránh ánh sáng.

Sáng hôm sau, lắc lại lượng chứa trong bình, sau đó lọc hoàn toàn qua giấy lọc gấp nếp (6.9) vào bình nón dung tích 100 ml (6.4). Để tránh thất thoát dung môi do bay hơi, đặt phễu (6.10) trên bình và đậy bằng mặt kính đồng hồ hoặc đĩa Petri (6.8).

10.2 Phép xác định

Dùng máy quang phổ (6.2) đo mật độ quang của dịch lọc trong ở độ hấp thụ 440 nm. Dùng n-butanol đã bão hòa nước chưa lọc để cài đặt thiết bị và để xác định mẫu trắng. Đọc hàm lượng β -caroten tương ứng từ đường chuẩn (10.4).

10.3 Chuẩn bị dung dịch β -caroten chuẩn

Cân 0,025 g β -caroten, chính xác đến 0,001 g, cho vào bình định mức một vạch 100 ml (6.6). Hòa tan trong dietyl ete (5.2). Thêm dietyl ete đến vạch và trộn kỹ. Dùng pipet (6.7) lấy 20 ml dung dịch đồng nhất (= 5 mg β -caroten) đưa vào bình định mức một vạch 250 ml (6.6). Thêm n-butanol đã bão hòa nước (5.1) đến vạch và trộn kỹ. Sau đó dùng pipet lấy 25 ml dung dịch này cho vào bình định mức một vạch dung tích 100 ml (6.6). Thêm n-butanol đã bão hòa nước (5.1) đến vạch và trộn kỹ.

Đây là dung dịch chuẩn, có nồng độ như sau:

1 ml chứa 0,005 mg (5 μ g) β -caroten.

10.4 Chuẩn bị đường chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn pha loãng thích hợp (10.3) bằng n-butanol đã bão hòa nước trong các bình định mức 10 ml đã hiệu chuẩn (6.5) (ví dụ từ 0,5 ml đến 3 ml dung dịch chuẩn trong 10 ml).

Đo độ hấp thụ A của từng dung dịch pha loãng và dựng đường chuẩn.

11 Tính kết quả

Hàm lượng sắc tố màu vàng, w_p , biểu thị bằng miligam β -caroten trong 100 g chất khô, tính bằng công thức sau:

$$w_p = \frac{5a}{100 - H}$$

Trong đó:

a là hàm lượng β -caroten tương ứng với 10 ml dịch chiết (tương đương với 2 g mẫu thử), tính bằng miligam (mg);

H là độ ẩm của mẫu thử, biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

12 Độ chụm

Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm đưa ra trong Phụ lục A.

12.1 Độ chính xác

Khi β -caroten được sử dụng để hiệu chuẩn nhưng không có mặt hoặc chỉ có một phần nhỏ sắc tố nội nhũ hạt thì giá trị kết quả có thể lệch đến 5 % so với giá trị thực. Tuy nhiên xanthophyl (lutein) không có sẵn để hiệu chuẩn, sai số này không thể tránh khỏi và rất nhỏ.

12.2 Độ lặp lại

Đối với hàm lượng sắc tố màu vàng trong khoảng 0,651 mg/100 g đến 0,754 mg/100 g, chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống thử hết nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn 0,03 mg/100 g.

12.3 Độ tái lập

Đối với hàm lượng sắc tố màu vàng trong khoảng 0,651 mg/100 g đến 0,754 mg/100 g, chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống thử hết nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không lớn hơn 0,3 mg/100 g.

13 Báo cáo thử nghiệm

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

- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng;
- kết quả thử nghiệm thu được, và;
- kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại.

Báo cáo thử nghiệm phải đề cập mọi chi tiết 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;

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Phụ lục A
(tham khảo)

Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử liên phòng thử nghiệm được thực hiện bởi Hiệp hội Quốc tế về Khoa học và Công nghệ ngũ cốc (ICC) năm 1989, trong đó có bảy phòng thí nghiệm tham gia, thực hiện bốn phép xác định trên từng mẫu, cho kết quả thống kê (đánh giá theo ISO 5725) đưa ra trong Bảng A.1.

Bảng A.1

Mẫu	I	II	III	IV	V	VI
Số lượng phòng thử nghiệm giữ lại sau khi đã trừ ngoại lệ	7	7	7	7	7	7
Hàm lượng trung bình, mg/100 g chất khô	0,754	0,731	0,697	0,699	0,658	0,651
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g chất khô	0,007 28	0,007 21	0,010 8	0,005 68	0,006 05	0,007 36
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,96	0,99	1,55	0,81	0,92	1,13
Độ lặp lại, $2,83 s_r$, mg/100 g chất khô	0,020	0,020	0,031	0,016	0,017	0,021
Độ lệch chuẩn tái lập, S_R , mg/100 g chất khô	0,082 0	0,084 3	0,096 5	0,098 6	0,105 6	0,088 0
Hệ số biến thiên tái lập, %	10,83	11,53	13,84	14,24	16,05	13,52
Độ tái lập, $2,83 S_R$, mg/100 g chất khô	0,233	0,238	0,273	0,282	0,299	0,249

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 9027 (ISO 24333) *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Lấy mẫu.*
- [2] ISO 5725:1986 ²⁾ *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*
-

²⁾ Tiêu chuẩn này đã được thay thế bằng bộ ISO 5725 gồm sáu phần và được chấp nhận thành bộ TCVN 6910 (ISO 5725) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.*