

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9930:2013
ISO 11214:1996**

Xuất bản lần 1

**TINH BỘT BIẾN TÍNH – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
NHÓM CACBOXYL CỦA TINH BỘT ĐÃ OXI HÓA**

Modified starch – Determination of carboxyl group content of oxidized starch

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9930:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11214:1996;

TCVN 9930:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, mật ong và sản phẩm tinh bột biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tinh bột biến tính - Xác định hàm lượng nhóm cacboxyl của tinh bột đã oxy hóa

Modified starch - Determination of carboxyl group content of oxidized starch

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nhóm cacboxyl của tinh bột đã oxy hóa (tinh bột oxy hóa).

Phương pháp thích hợp để xác định hàm lượng nhóm cacboxyl lên đến 1 % (khối lượng).

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 9934 (ISO 1666), *Tinh bột – Xác định độ ẩm – Phương pháp dùng tủ sấy*

TCVN 9941:2013 (ISO 3946:1982), *Tinh bột và sản phẩm tinh bột – Xác định hàm lượng phospho tổng số – Phương pháp quang phổ*

3 Nguyên tắc

Các nhóm cacboxyl được chuyển thành dạng axit bằng cách thêm axit vô cơ vào phần mẫu thử đã đồng hóa của tinh bột đã oxy hóa.

Loại các cation và axit dư bằng cách rửa với nước.

TCVN 9930:2013

Mẫu đã rửa được hồ hóa và được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit.

Đối với tinh bột khoai tây đã oxy hóa, kết quả được hiệu chỉnh đối với hàm lượng nhóm phosphat.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác. Nước sử dụng không được chứa cacbon dioxit.

4.1 Dung dịch axit clohydric, 0,1 mol/l.

4.2 Dung dịch natri hydroxit chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, không chứa cacbon dioxit.

4.3 Dung dịch phenolphthalein trong etanol, 90 % (thể tích), 1 g/l.

4.4 Dung dịch bạc nitrat, 10 g/l.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml và 600 ml.

5.2 Máy khuấy từ.

5.3 Bộ lọc chân không, được trang bị chén thủy tinh xóp có độ xóp trung bình hoặc phễu Buchner đường kính 55 mm, có giấy lọc tròn, nhỏ (tốc độ lọc trung bình).

5.4 Nồi cách thủy đun sôi.

5.5 Máy khuấy cơ học.

5.6 Máy nghiền có lưỡi dao.

5.7 Rây thử nghiệm, cỡ lỗ 800 μm .

6 Chuẩn bị mẫu thử

Rây mẫu qua rây cỡ lỗ 800 μm (5.7). Nếu mẫu không lọt qua rây thì nghiền mẫu bằng máy nghiền có lưỡi dao (5.6) sao cho mẫu lọt hết qua rây cỡ lỗ 800 μm . Đồng hóa mẫu.

CHÚ THÍCH 1 Trong trường hợp tinh bột ngô hoặc tinh bột lúa mì đã oxy hóa thì có thể loại chất béo của mẫu bằng chiết Soxhlet với hỗn hợp propanol và nước [3 + 1 (thể tích)] để hiệu chỉnh đối với sự tham gia của lipid vào hàm lượng nhóm cacboxyl.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, cho vào cốc có mỏ 100 ml (5.1).

7.2 Chuyển hóa các muối cacboxyl

Thêm 25 ml dung dịch axit clohydric (4.1) vào cốc có mỏ và khuấy 30 min trên máy khuấy từ (5.2).

7.3 Rửa

Lọc huyền phù bằng chân không qua chén thủy tinh xốp hoặc phễu Buchner (xem 5.3). Rửa phần cặn thu được bằng nước cho đến khi dịch lọc hết ion clorua. Kiểm tra xem đã hết các ion clorua hay chưa bằng cách thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat (4.4) vào 5 ml dịch lọc. Nếu có mặt clorua thì sẽ xuất hiện vẩn đục hoặc tạo kết tủa trong vòng 1 min. Rửa cặn bằng khoảng 300 ml nước.

7.4 Hò hóa

Chuyển định lượng cặn thu được vào cốc có mỏ 600 ml (5.1) bằng 100 ml nước. Thêm 200 ml nước, đặt cốc có mỏ vào nồi cách thủy đang sôi (5.4), khuấy liên tục bằng máy khuấy từ (5.5) cho đến khi tinh bột hò hóa và tiếp tục khuấy thêm 15 min.

CHÚ THÍCH 2 Đun trực tiếp trên bếp điện hoặc đầu đốt Bunsen có thể làm mẫu quá nóng hoặc mẫu bị cháy sém dẫn đến kết quả bị cao hơn.

CHÚ THÍCH 3 Việc hò hóa hoàn toàn làm chuẩn độ nhanh, dễ hơn và dễ phát hiện kết thúc chuẩn độ hơn.

7.5 Chuẩn độ

Lấy cốc có mỏ ra khỏi nồi cách thủy và chuẩn độ trong khi vẫn nóng bằng dung dịch natri hydroxit (4.2), dùng dung dịch phenolphthalein (4.3) làm chất chỉ thị cho đến khi thu được màu hồng ổn định.

CHÚ THÍCH 4 Điểm kết thúc (ở pH = 8,3) có thể xác định được bằng đo thế.

7.6 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm của mẫu thử theo TCVN 9934 (ISO 1666).

7.7 Xác định hàm lượng phospho

Đối với tinh bột khoai tây đã oxi hóa, xác định hàm lượng phospho, w_p , tính bằng phần trăm khối lượng của mẫu thử theo TCVN 9941 (ISO 3946).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng nhóm cacboxyl, tính theo hàm lượng chất khô bằng công thức sau:

$$w_c = \frac{cVM_c \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - w_m}$$

Trong đó

- w_c là hàm lượng nhóm cacboxyl tổng số, tính theo chất khô, tính bằng phần trăm khối lượng (%);
- c là nồng độ dung dịch natri hydroxit được dùng để chuẩn độ, tính bằng mol trên lít (mol/l);
- V là thể tích dung dịch natri hydroxit được dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);
- M_c là khối lượng phân tử tương đối của hàm số cacboxyl ($M_c = 0,045$);
- m là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam (g);
- w_m là độ ẩm của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng (%).

CHÚ THÍCH 5 Hàm lượng lipid của tinh bột ngô và tinh bột lúa mì góp vào hàm lượng nhóm cacboxyl bằng khoảng 0,1 % (khối lượng). Trong trường hợp tinh bột ngô đã oxy hóa hoặc tinh bột lúa mì đã oxy hóa thì hàm lượng nhóm cacboxyl tổng số có thể giảm đi 0,1 % (khối lượng) hoặc xác định w_c của mẫu thử đã loại chất béo bằng chiết Soxhlet với hỗn hợp propanol và nước [3+1 (thể tích)] (xem thêm Chú thích 1), nếu cần.

8.2 Hiệu chỉnh nhóm phosphat

Nhóm phosphat của tinh bột khoai tây đã oxy hóa, góp vào hàm lượng nhóm cacboxyl (w_c). Do đó đối với tinh bột khoai tây đã oxy hóa, hiệu chỉnh kết quả hàm lượng nhóm cacboxyl tổng số từ 8.1 bằng cách lấy w_c trừ đi $3w_p$.

CHÚ THÍCH 6 Hàm lượng hiệu chỉnh $3w_p$ thu được bằng công thức sau đây:

$$3w_p = n \times \frac{M_c}{M_p} \times w_p$$

Trong đó

- w_p là hàm lượng phospho của mẫu thử thu được trong 7.7, tính bằng phần trăm khối lượng (%);
- n là số lượng nhóm axit tự do để lại trên phospho ($n = 2$);
- M_c là khối lượng phân tử tương đối của hàm số cacboxyl ($M_c = 0,045$);
- M_p là khối lượng phân tử tương đối của phospho ($M_p = 0,031$).

9 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) ([2]). Xem phụ lục A về các kết quả thống kê của phép thử này.

Các giới hạn lặp lại và tái lập thu được ở mức xác suất 95 %.

9.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được lớn hơn 6 % của kết quả cao hơn trong số hai kết quả.

9.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được lớn hơn 16 % của kết quả cao hơn trong số hai kết quả.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) phương pháp đã sử dụng;
- c) kết quả thử nghiệm thu được;
- d) nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Tiêu chuẩn này cũng đề cập đến mọi chi tiết thao tác không qui 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 thử nghiệm.

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

Phụ lục A
(Tham khảo)

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm

Thông số	Mẫu ¹⁾					
	M1	M2	M3	P1	P2	P3
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi trừ ngoại lệ	6	6	6	6	6	6
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	-	-	-	-	-	-
Số lượng các kết quả được chấp nhận	6	6	6	6	6	6
Hàm lượng nhóm cacboxyl trung bình [% (khối lượng)]	0,32	0,66	0,66	0,29	0,68	0,68
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , [% (khối lượng)]	0,008 6	0,007 5	0,12	0,007	0,013	0,019
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, %	2,67	1,14	1,89	2,64	1,97	2,87
Giới hạn lặp lại, $r = 2,8 \times s_r$, [% (khối lượng)]	0,024	0,021	0,035	0,020	0,038	0,054
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , [% (khối lượng)]	0,023	0,033	0,031	0,022	0,028	0,034
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, %	7,04	4,95	4,75	7,58	4,07	5,05
Giới hạn tái lập, $R = 2,8 \times s_R$, [% (khối lượng)]	0,064	0,093	0,089	0,061	0,078	0,097
¹⁾ M: tinh bột ngô biến tính P: tinh bột khoai tây biến tính						

Phụ lục B

(Tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), *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 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), *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 và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
-