

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4998:1989

ISO 6541:1981

**NÔNG SẢN THỰC PHẨM –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ THÔ –
PHƯƠNG PHÁP SCHARRER CẢI TIẾN**

Agricultural food products –

Determination of crude fibre content – Modified Scharrer method

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 4998:1989 phù hợp với ISO 6541:1981;

TCVN 4998:1989 do Trung tâm Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng khu vực I biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là 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.

Nông sản thực phẩm – Xác định hàm lượng xơ thô – Phương pháp Scharrer cải tiến

*Agricultural food products – Determination of crude fibre content –
Modified Scharrer method*

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quy ước để xác định xơ thô áp dụng cho ngũ cốc, sản phẩm chế biến từ ngũ cốc, cũng như sản phẩm có hàm lượng xơ thô nhỏ hơn 1 %, ví dụ nấm men, không thuộc lĩnh vực áp dụng của ISO 5498.

1 Định nghĩa

Hàm lượng xơ thô theo quy ước, là tất cả các chất không bị hòa tan và bị đốt cháy dưới các điều kiện thử xác định trong tiêu chuẩn này.

Hàm lượng xơ thô được biểu thị theo % khối lượng so với sản phẩm nhận được hoặc theo hàm lượng chất khô của sản phẩm.

2 Nguyên tắc

Sau khi sản phẩm đã được nghiền và tách béo (nếu cần), đem đun sôi với hỗn hợp axit axetic, axit nitric và axit tricloaxetic (thuốc thử Scharrer). Gạn tách và rửa cặn không tan trên cốc lọc.

Sấy và cân cặn không tan, sau đó xác định lượng mất đi khi nung.

3 Dụng cụ và thuốc thử

Tất cả các loại thuốc thử mang dùng phải là loại tinh khiết phân tích và nước là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Thuốc thử Scharrer

Bao gồm một hỗn hợp các chất sau đây:

TCVN 4998:1989

- Dung dịch pha loãng giữa 730 g axit axetic băng 96 % khối lượng với nước tất cả vừa đủ 1 000 ml
- Axit nitric đậm đặc $d_{20^{\circ}} = 1,38$ (khối lượng riêng ở 20°C là 1,38 g/ml)
- Axit tricloaxetic tinh thể

3.2 Axeton.

3.3 Ete etylic.

3.4 Cát biển, chuẩn bị như sau:

Rây cát bằng bộ rây mà rây trên có cỡ lỗ 160 μm , rây dưới có cỡ lỗ 125 μm theo đúng yêu cầu ISO 3310-1.

Đun sôi phần cát còn lại trên rây 125 μm trong 30 min bằng dung dịch axit clohydric nồng độ 4 mg. Tráng rửa cát bằng nước cất đến khi hết ion clo và không có phản ứng với dung dịch bạc nitrat. Đun trong lò nung (4.9) ở nhiệt độ $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ đến khi khối lượng không đổi (thường mất ít nhất 6 h).

3.5 Bột sứ.

4 Thiết bị và dụng cụ

Các máy thông thường và đặc biệt là:

4.1 Thiết bị nghiên: để làm sạch, phù hợp với bản chất của sản phẩm, cho phép trong khi không gây quá nóng hoặc làm thay đổi đáng kể hàm lượng ẩm.

4.2 Rây loại lưới kim loại, cỡ mắt lưới 1 mm theo đúng các yêu cầu của điểm 1 Phi TCVN 2230:1977.

4.3 Bình rộng miệng, có bình ngưng, ví dụ bình tam giác 200 ml đến 300 ml có ống ngưng.

4.4 Bình hút.

4.5 Bơm hút thủy lực.

4.6 Cốc lọc: có một đĩa sứ đã được nung, độ xốp P 100 (đường kính lỗ là 40 μm đến 100 chuẩn bị theo 8.1.

4.7 Bình hút ẩm: chứa chất hút ẩm còn hoạt động.

4.8 Tủ sấy: điều chỉnh ở nhiệt độ $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.9 Lò nung: điều chỉnh ở nhiệt độ $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.10 Cân phân tích.

5 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo tiêu chuẩn về sản phẩm có liên quan.

6 Tiến hành thử

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.1 **Sấy khô sơ bộ:** Đối với các sản phẩm có hàm lượng ẩm quá cao không thể trộn hoặc nghiền chúng thì tiến hành làm khô sơ bộ trước ở nhiệt độ phù hợp. Trong trường hợp đó cần cân trước khi sấy khô và cân lại ngay trước khi chuẩn bị mẫu thử theo 6.1.2 hoặc 6.1.3.

6.1.2 Sản phẩm không cần nghiền

6.1.2.1 Sản phẩm có 95 % khối lượng lọt rây (4.2) không cần nghiền trước khi xác định. Trộn thật đều trước khi lấy lượng mẫu cân.

6.1.2.2 Nếu kết quả biểu thị theo hàm lượng chất khô, trước hết phải xác định hàm lượng chất khô của mẫu thử (6.1.2.1) bằng phương pháp phù hợp.

6.1.3 Sản phẩm cần nghiền

Sản phẩm có ít hơn 95 % khối lượng lọt rây (4.2) bắt buộc phải nghiền.

6.1.3.1 Nếu kết quả biểu thị theo khối lượng sản phẩm, trước hết phải xác định hàm lượng chất khô của mẫu bằng phương pháp phù hợp.

6.1.3.2 Nghiền mẫu thí nghiệm sao cho có ít nhất 95 % khối lượng lọt rây (4.2).

CHÚ THÍCH Độ nghiền mịn như trên không cần thiết đối với những sản phẩm có nhiều chất xenlulô như hạt còn vỏ trấu hoặc vỏ trấu.

6.1.3.3 Xác định hàm lượng chất khô của mẫu thử (6.1.3.2) bằng phương pháp phù hợp.

6.2 Lượng mẫu cân

Cân chính xác đến 1 mg một khối lượng của mẫu thử đã được chuẩn bị (6.1) tương đương với 0,05 g đến 0,15 g xơ thô (khoảng 1 g đến 3 g mẫu có hàm lượng xơ thô 5 % khối lượng).

TCVN 4998:1989

Đối với những sản phẩm có hàm lượng xơ thô thấp, đặc biệt là những loại có hàm lượng xơ thô ít hơn 1 % khối lượng thì lấy lượng mẫu cân là 3 g.

6.3 Xác định

CHÚ THÍCH Những sản phẩm giàu chất béo, trước hết phải được tách béo (phương pháp mô tả ở Phụ lục A của ISO 5498). Bước tiến hành này không cần thiết đối với ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc hoặc nấm men.

6.3.1 Thủy phân

Chuyển lượng mẫu cân vào bình thủy phân (4.3), cho vào đó 1/3 tổng thể tích thuốc thử Scharrer (3.1). Thông thường tổng thể tích tính bằng mililit thuốc thử Scharrer về số gấp 20 lần khối lượng tính bằng gam của lượng mẫu cân (không có trường hợp nào thể tích dùng được ít hơn 40 ml).

Dùng một que thủy tinh để phá vỡ các cục lớn tạo thành. Que này sẽ được giữ lại trong bình thủy phân. Tráng rửa cẩn thận thành bình phía trong để chuyển hết phần sản phẩm còn bám trên thành bình xuống bằng 2/3 thể tích thuốc thử Scharrer còn lại. Lắc bộ phận ngưng lạnh. Đem bình đun nóng trong khoảng 3 min \pm 0,5 min phải sôi, giữ cho bình sôi trong vòng 30 min \pm 1 min (xem 8.2), không được khuấy hoặc lắc trong khi sôi.

6.3.2 Tách và rửa cặn

Sau thời gian sôi quy định, chuyển toàn bộ dung dịch sang cốc lọc (4.6) đã được chuẩn bị sẵn theo hướng dẫn ở 8.1 và lọc dưới áp suất thấp, dùng bình hút (4.4) và bơm hút thủy lực (4.5).

Tráng rửa bình và que thủy tinh bằng 50 ml đến 70 ml nước cất (nhiệt độ trong khoảng 95 °C đến 100 °C) làm nhiều lần, chuyển hoàn toàn phần cặn không tan sang cốc lọc bằng một đĩa thủy tinh có bít mũ cao su. Tiến hành rửa cho đến khi nước lọc hoàn toàn trung tính, thử bằng giấy quỳ. Thường dùng 300 ml đến 400 ml nước để rửa.

Sau khi rửa, tháo bơm hút đổ ngay các chất trong bình hút, dùng axeton (3.2) đổ đầy cốc lọc 3 lần và để dung môi tự thấm qua lớp cặn theo nguyên lý trọng lực. Nếu thao tác này quá mất thời gian, có thể dùng một lực hút nhẹ sao cho tốc độ thấm lậu của dung môi không vượt quá 1 giọt/s.

Tráng rửa 2 lần bằng ete etylic (3.3), tách ete bằng cách lọc dưới áp suất thấp, dùng bình hút và bơm hút thủy lực.

6.3.3 Sấy khô

Sấy khô cốc lọc có chứa xơ thô trong tủ sấy (4.8) ở nhiệt độ 130 °C \pm 2 °C.

Để nguội tới nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.7) rồi đem cân nhanh với độ chính xác 0,5 mg.

Lặp lại bước tiến hành này cho đến khi sự khác nhau về khối lượng giữa 2 lần cân liên tiếp không quá 1 mg. Thường tiến hành sấy khô trong khoảng 1 h.

6.3.4 Nung

Sau khi sấy khô, đem nung cạn đã sấy khô trong lò nung (4.9) ở nhiệt độ $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min. Đặt cốc lọc lên một đĩa chịu lửa và làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.7). Cân nhanh chính xác đến 0,5 mg. Lặp lại bước tiến hành này cho đến khi khối lượng ổn định.

6.3.5 Số lần xác định

Tiến hành ít nhất hai lần xác định trên cùng một mẫu thử.

7 Tính kết quả

7.1 Công thức và phương pháp tính

7.1.1 Hàm lượng xơ biểu thị theo khối lượng sản phẩm

Hàm lượng xơ tính bằng phần trăm theo khối lượng sản phẩm được tính bằng công thức:

a) Đối với sản phẩm không cần nghiền

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0}$$

b) Đối với sản phẩm cần phải nghiền

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_s} \times \frac{M_s}{100}$$

trong đó:

m_0 là khối lượng của lượng mẫu cân (6.2), tính bằng gam;

m_1 là tổng khối lượng của cạn khô và cốc lọc sau khi sấy (6.3.3), tính bằng gam;

m_2 là tổng khối lượng của cạn khô và cốc lọc sau khi nung (6.3.4), tính bằng gam;

M_s là hàm lượng chất khô của sản phẩm đã được xác định như ở 6.1.3.1;

M'_s là hàm lượng chất khô của mẫu thử đã được xác định ở 6.1.2.2 hoặc 6.1.3.3.

7.1.2 Hàm lượng xơ thô biểu thị theo hàm lượng chất khô của sản phẩm

Hàm lượng xơ thô tính bằng phần trăm theo hàm lượng chất khô của sản phẩm được tính theo công thức

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M_s}$$

trong đó m_0 , m_1 , m_2 , M_s có ý nghĩa như đã nêu ở 7.1.1.

7.1.3 Trường hợp sấy khô sơ bộ

Nếu tiến hành sấy khô sơ bộ (xem 6.1.1), hàm lượng xơ thô tính bằng phần trăm theo khối lượng phẩm nhận được tính được bằng cách nhân kết quả tính được ở 7.1.1 với tỷ số

$$\frac{m_5}{m_4}$$

trong đó:

m_4 là khối lượng của mẫu ẩm ban đầu trước khi sấy khô sơ bộ, tính bằng gam;

m_5 là khối lượng của chính mẫu đó sau khi sấy khô sơ bộ, tính bằng gam.

7.1.4 Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định có sai lệch nằm trong giới hạn cho phép.

7.2 Độ lặp lại

Sai lệch giữa các kết quả của hai lần xác định đồng thời hoặc liên tiếp bởi cùng một kiểm nghiệm không vượt quá:

0,1 (giá trị tuyệt đối) đối với những hàm lượng xơ thô nhỏ hơn 2 % khối lượng;

5 % (giá trị tương đối) đối với những hàm lượng xơ thô lớn hơn 2 % khối lượng.

8 Những chú ý trong khi tiến hành

8.1 Chuẩn bị cốc lọc

8.1.1 Trước khi sử dụng lần đầu, rửa sạch cẩn thận các cốc lọc (4.6) nung trong lò nung (4.9) độ $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 6 h.

8.1.2 Rải lên đĩa cốc lọc từ 5 g đến 6 g cát biển (3.4), dàn đều lên bề mặt và rải lên trên đó từ 5 g bột sứ (3.5) và lại dàn đều bề mặt. Đặt nhẹ một tấm lọc bằng sứ lên trên hai lớp này. Có

dụng lại cốc lọc này mà không cần làm sạch hoặc xử lý sơ bộ, nhưng phải rất cẩn thận sao cho các lớp cát, bột sứ giữ nguyên ở vị trí ban đầu.

8.2 Những điều cần tránh

Trong quá trình thủy phân (xem 6.3.1), việc đun nóng phải được tiến hành hết sức cẩn thận, tránh quá nóng hoặc sôi quá nhanh. Không được để bọt tạo thành trong bình cao quá 10 mm. Bằng các biện pháp khác nhau, phải kiểm soát được cường độ nóng trong quá trình đun.

9 Biên bản thử

Biên bản thử phải chỉ ra được phương pháp thử, kết quả (đặc biệt là kết quả biểu thị theo khối lượng sản phẩm hay theo hàm lượng chất khô). Phải đề cập đến tất cả các điều kiện tiến hành không được nêu ra trong tiêu chuẩn này hoặc được coi như là đã tùy ý chọn, cũng như bất kì một chi tiết nào có ảnh hưởng đến kết quả thử.

Biên bản thử phải có các yêu cầu chi tiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử.

Phụ lục

- [1] ISO 3310-1, Rây thí nghiệm – Yêu cầu kĩ thuật và phương pháp thử – Phần 1: Mặt rây là kim loại.
 - [2] TCVN 2230:1977, Sàng và rây – Lưới đan và lưới đục lỗ – Kích thước lỗ.
-