

**TCVN**

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9938:2013**

**ISO 3947:1977**

Xuất bản lần 1

**TINH BỘT TỰ NHIÊN HOẶC TINH BỘT BIẾN TÍNH –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÉO TỔNG SỐ**

*Starches, native or modified – Determination of total fat content*

HÀ NỘI – 2013

**Lời nói đầu**

TCVN 9938:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 3947:1977;

TCVN 9938:2013 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 tự nhiên hoặc tinh bột biến tính – Xác định hàm lượng chất béo tổng số

*Starches, native or modified – Determination of total fat content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chất béo tổng số của tinh bột tự nhiên hoặc tinh bột biến tính chứa hàm lượng chất béo dự kiến nhỏ hơn 1,5 % (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).

ISO 5808, *Starch derivatives and by-products – Determination of “extractable” fat content*<sup>1)</sup> (Các sản phẩm tinh bột và sản phẩm phụ – Xác định hàm lượng chất béo “có thể chiết được”)

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Hàm lượng chất béo tổng số** (total fat content)

Phần còn lại thu được trong các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này và được biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm.

<sup>1)</sup> Tiêu chuẩn này đã được dùng để tham khảo trong quá trình xây dựng tiêu chuẩn, không sử dụng trong tiêu chuẩn này.

#### **4 Nguyên tắc**

Thủy phân mẫu bằng cách đun sôi với axit clohydric và làm lạnh để ngưng kết các sản phẩm không hòa tan, gồm cả chất béo tổng số. Lọc, làm khô và tách chất béo bằng chiết dung môi.

#### **5 Thuốc thử**

Sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**5.1 Dung môi:** *n*-hexan hoặc dầu nhẹ (dải sôi từ 40 °C đến 60 °C) hoặc cacbon tetraclohua. (Các dung môi này, đặc biệt là cacbon tetraclohua, phải được xử lý cẩn thận vì rất độc).

Phần còn lại khi bay hơi hoàn toàn không được quá 0,001 g/100 ml.

**5.2 Axit clohydric,**  $\rho_{20} = 1,18$  g/ml.

**5.3 Dung dịch iốt,** 0,001 N.

**5.4 Metyl da cam,** dung dịch nước 2 g/l.

#### **6 Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các dụng cụ thủy tinh có các khớp thủy tinh mài.

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

**6.1 Bộ chiết,** ví dụ Soxhlet hoặc Twisselmann hoặc các loại thiết bị thích hợp khác.

**6.2 Bình chiết,** thích hợp để gắn với đầu dưới của bộ chiết (6.1).

**6.3 Đĩa lọc bằng giấy,** đường kính lỗ 10  $\mu$ m, không chứa các chất hòa tan trong dung môi được sử dụng (5.1).

**6.4 Ống chiết bằng giấy,** thích hợp để dùng trong bộ chiết (6.1) và không chứa chất có thể hòa tan trong dung môi được sử dụng (5.1).

**6.5 Bông vải,** không có chất hòa tan trong dung môi được sử dụng (5.1).

**6.6 Bộ sinh hàn làm lạnh bằng nước,** thích hợp để gắn vào phần trên của bộ chiết (6.1).

**6.7 Bếp điện,** kiểm soát được các nhiệt độ khác nhau.

**CHÚ THÍCH** Có thể sử dụng bộ bếp có nhiều vị trí có bộ điều khiển riêng cho từng vị trí.

**6.8 Nồi cách thủy**, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ ở 15 °C đến 25 °C.

**6.9 Nồi cách thủy đun sôi.**

**6.10 Tủ sấy**, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ ở 50 °C ± 1 °C.

**6.11 Tủ sấy chân không**, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ ở 100 °C ± 1 °C.

**6.12 Cốc có mỏ**, dung tích 600 ml.

**6.13 Bình hút ẩm**, chứa chất hút ẩm còn tác dụng.

**6.14 Cân phân tích.**

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Trộn đều mẫu phòng thử nghiệm.

### **7.2 Phần mẫu thử**

Cân từ 25 g đến 50 g mẫu thử (7.1), chính xác đến 0,1 g, tùy thuộc vào hàm lượng chất béo tổng số dự kiến, chuyển vào cốc có mỏ (6.12) và huyền phù hóa trong 100 ml nước.

### **7.3 Thủy phân**

Trộn 100 ml axit clohydric (5.2) với 200 ml nước. Đun dung dịch đến sôi và cho vào huyền phù của phần mẫu thử (7.2).

Đun hỗn hợp chỉ đến sôi và duy trì trong 5 min.

Kiểm tra hỗn hợp không có tinh bột bằng cách chuyển vài giọt hỗn hợp vào ống nghiệm, làm nguội đến nhiệt độ phòng rồi thêm một giọt dung dịch iốt (5.3). Nếu không xuất hiện màu thì tiến hành như trong 7.4.

Nếu có màu xanh nước biển, tiếp tục đun sôi hỗn hợp, kiểm tra thường xuyên để đảm bảo rằng dung dịch không có tinh bột, sử dụng quy trình như trên. Khi hỗn hợp không có tinh bột, thì tiến hành như trong 7.4.

### **7.4 Tách sản phẩm không tan**

Đặt cốc có mỏ cùng với mẫu vào nồi cách thủy (6.8) trong 30 min. Khuấy liên tục để đảm bảo nhiệt độ được đồng đều và làm kết tủa chất béo.

## TCVN 9938:2013

Lọc hết hỗn hợp qua giấy lọc (6.3). Dùng mẫu giấy lọc khô (6.3) để lấy hết chất béo bám dính bên trong cốc và cho vào phần cặn. Rửa cặn và giấy lọc bằng nước ở nhiệt độ môi trường cho đến khi dịch lọc trung tính với dung dịch chỉ thị metyl da cam (5.4).

Gấp giấy lọc chứa cặn và các mẫu giấy lọc, đặt lên mặt kính đồng hồ rồi sấy 3 h trong tủ sấy (6.10) được kiểm soát ở  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### 7.5 Chiết chất béo tổng số

Đặt giấy lọc cùng với lượng chứa bên trong vào ống chiết (6.4).

Đậy kín cổ ống chiết bằng bông vải (6.5) và đặt vào bộ chiết (6.1).

Cho khoảng 50 ml dung môi (5.1) vào bình chiết (6.2), trước đó đã được sấy khô rồi cân chính xác đến 0,001 g. Lắp bình vào bộ chiết (6.1) rồi đặt bộ sinh hàn (6.6) lên đỉnh bộ chiết. Đặt bộ đã lắp lên bếp điện (6.7) và mở cho nước lạnh chảy vào bộ sinh hàn (6.6).

CHÚ THÍCH Cần đảm bảo rằng tất cả các khớp nối của bộ chiết đủ kín để tránh làm thất thoát dung môi trong quá trình chiết.

Kiểm soát nguồn nhiệt sao cho tạo được 150 giọt đến 200 giọt chất ngưng tụ trong một phút hoặc làm tràn ống si-phông 7 đến 10 lần trong một giờ rồi tiếp tục chiết trong 3 h.

Tháo bình chứa chất béo chiết được. Nhúng bình chiết cùng chất béo chiết được trong nồi cách thủy đun sôi (6.9) và chưng cất hết toàn bộ dung môi ra khỏi bình; Đặt bình vào tủ sấy chân không (6.11), được kiểm soát ở  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  khoảng 1 h. Chuyển bình chiết vào bình hút ẩm (6.13), làm nguội đến nhiệt độ phòng rồi cân chính xác đến 0,001 g.

CHÚ THÍCH Kéo dài thời gian sấy dịch chiết ở nhiệt độ cao có thể dẫn đến kết quả cao vì chất béo bị oxi hóa.

7.6 Tiến hành hai lần xác định trên cùng một mẫu thử (7.1)

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng chất béo tổng số, biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm, được tính bằng công thức sau đây:

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

Trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử (7.2), tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng của bình chiết rỗng (7.5), tính bằng gam (g);

$m_2$  là khối lượng của bình và chất béo tổng số sau khi sấy, tính bằng gam (g);

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định, nếu đáp ứng các yêu cầu lặp lại (xem 8.2). Nếu không thì lặp lại phép xác định.

## 8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp do một người phân tích, thực hiện trên cùng một mẫu thử, không được quá 5 % giá trị trung bình.

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ phương pháp và dung môi đã sử dụng cũng như kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cũng như các sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

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

---