

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5268:2008

MẬT ONG - XÁC ĐỊNH HOẠT LỰC DIASTAZA

Honey - Determination of diastatic activity

Lời nói đầu

TCVN 5268:2008 thay thế TCVN 5268:1990;

TCVN 5268:2008 được xây dựng trên cơ sở AOAC 958.09 Diastatic activity of honey,

TCVN 5268:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, sản phẩm đường và mật ong biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 5268:2008

MẬT ONG - XÁC ĐỊNH HOẠT LỰC DIASTAZA

Honey - Determination of diastatic activity

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hoạt lực diastaza trong mật ong.

Chú thích: Đối với phép thử này mật ong không được làm nóng.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. 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.

TCVN 5261:1990, Sản phẩm ong - Phương pháp lấy mẫu.

3. Nguyên tắc

Dung dịch tinh bột - mật ong hoà tan có tính đục được ủ ấm và thời gian cần để đạt được điểm kết thúc qui định được xác định bằng máy đo quang. Các kết quả được biểu thị bằng mililit tinh bột 1 % đã thủy phân bằng enzym trong 1g mật ong trong thời gian 1 h.

4. Thiết bị, dụng cụ

4.1 bình phản ứng, có cạnh bên được gắn khít với thành bình, các ống nghiệm có kích thước từ 18 mm x 60 mm đến 18 mm x 175 mm. Cạnh dưới cùng của nhánh bên cạnh được gắn với phần dưới của ống nghiệm 100 mm, tạo một góc 45° với phần dưới của ống nghiệm.

4.2 Máy đo quang bằng quang điện, có bộ lọc ánh sáng đỏ đo được ở bước sóng 660 nm hoặc bộ lọc nhiễu đo được ở bước sóng 600 nm và cuvet 1 cm.

4.3 Bình nón, dung tích 250 ml.

4.4 Bình định mức, dung tích 25 ml, 100 ml, 500 ml và 1000 ml.

4.5 Pipet, dung tích 1 ml.

4.6 Dụng cụ chứa có chia độ, dung tích 50 ml.

4.7 Cốc có mỏ, dung tích 20 ml.

4.8 Nồi cách thủy.

5. Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

5.1 Dung dịch gốc iốt

Hoà tan 8,80 g iốt (I_2) đã thăng hoa trong 30 ml đến 40 ml nước chứa 22,0 g kali iốt (KI) và pha loãng bằng nước đến 1 l.

5.2 Dung dịch iốt, 0,0007 M

Hoà tan 20 g kali iốt (KI) và 5,00 ml dung dịch gốc iốt (5.1) trong nước và pha loãng bằng nước đến 500 ml. Chuẩn bị dung dịch mới trước khi sử dụng hai ngày.

5.3 Dung dịch đệm axetat, pH 5,3 (1,59 M)

Hoà tan 87 g natri axetat tinh thể ($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), thêm khoảng 10,5 ml axit axetic (CH_3COOH) trong nước và pha loãng bằng nước đến 500 ml. Chỉnh pH đến 5,30 bằng natri axetat khan (NaCH_3COO) hoặc axit axetic (CH_3COOH), nếu cần.

5.4 Dung dịch natri clorua, 0,5 M

Hoà tan 14,5 g natri clorua (NaCl) trong nước và pha loãng bằng nước đến 500 ml.

5.5 Dung dịch tinh bột

Cân 2.000 g tinh bột tan (dùng riêng cho việc xác định hoạt lực diastaza, sẵn có từ một số nhà cung cấp) và trộn đều với 90 ml nước trong bình nón 250 ml (4.3). Đun nhanh dung dịch đến điểm sôi, khuấy dung dịch càng nhanh càng tốt. Giảm nhiệt độ và để cho dung dịch sôi nhẹ trong 3 min, đậy nắp và để nguội đến nhiệt độ phòng. Chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml (4.4) và pha loãng đến vạch. Các chi tiết quan sát được gần với dao động giới hạn hệ số hấp thụ (A) của hỗn hợp tinh bột tốt.

6. Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 5261:1990.

7. Chuẩn hoá

Dùng pipet (4.5) lấy 5 ml dung dịch tinh bột (5.5) cho vào 10 ml nước và trộn đều. Dùng pipet (4.5) lấy 1 ml dung dịch này cho vào một số dụng cụ chứa có chia độ (4.6) chứa 10 ml dung dịch iốt đã pha loãng (5.2). Trộn đều và xác định độ pha loãng cần thiết để có được hệ số hấp thụ A trong khoảng $0,760 \pm 0,02$. Ghi lại giá trị này là dung dịch pha loãng chuẩn được dùng để chuẩn bị hồ tinh bột. Lặp lại qui trình khi nguồn tinh bột thay đổi.

8. Xác định

Cân 5 g phần mẫu thử cho vào cốc có mỏ (4.7), hoà tan trong 10 ml đến 15 ml nước và 2,5 ml dung dịch đệm (5.3), chuyển vào bình định mức 25 ml (4.4) chứa 1,5 ml dung dịch natri clorua (5.4). Thêm nước đến vạch [dung dịch phải cho đệm trước khi bổ sung vào dung dịch natri clorua (5.4)].

Dùng pipet (4.5) lấy 5 ml dung dịch tinh bột cho vào "cạnh bên" của bình phản ứng (4.1) và 10 ml dung dịch thử nghiệm vào đáy ống (4.1), không được trộn. Cho ống vào nồi cách thuỷ (4.8) trong 15 min ở $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$; Sau đó trộn đều lượng chứa trong ống bằng cách nghiêng ống về phía trước và phía sau. Bắt đầu bấm giờ. Sau 5 min, dùng pipet (4.5) lấy ra 1 ml dịch lỏng cho vào dụng cụ chứa có chia vạch (4.6) đã có sẵn 10 ml dung dịch iốt loãng. Trộn đều, pha loãng đến thể tích xác định, sau đó xác định hệ số hấp thụ A trong máy đo phổ (4.2). Ghi lại thời gian từ khi trộn tinh bột và mặt ong đến khi lấy ra cho vào dung dịch iốt, đây là thời gian phản ứng. Để pipet 1 m vào ống phản ứng để dùng lần sau. Cứ 5 min một lần lấy 1 ml dung dịch lỏng ra cho đến khi thu được giá trị độ hấp thụ $A < 0,235$. Bảng 1 cho biết giá trị hấp thụ A tương ứng với thời gian của điểm kết thúc.

Bảng 1 - Giá trị hệ số hấp thụ tương ứng với thời gian điểm kết thúc

Hệ số hấp thụ	Điểm kết thúc min
0,7	>25
0,65	20 đến 25
0,6	15 đến 18
0,55	11 đến 13
0,5	9 đến 10
0,45	7 đến 8

9. Tính toán

Vẽ đồ thị sự phụ thuộc của hệ số hấp thụ A dựa vào thời gian (min) trên giấy kẻ ô li; nối đường thẳng giữa các điểm đi qua hệ số hấp thụ A càng nhiều điểm càng tốt. Từ đồ thị, xác định thời gian của hỗn hợp phản ứng khi giá trị $A = 0,235$. Lấy 300 chia cho giá trị thời gian để thu được chỉ số diastaza (DN).

Chú thích: Thời gian đọc 5 min là đủ để xác định điểm kết thúc của các dung dịch thử có chỉ số diastaza cao (> 35) nếu giá trị khác được lấy đủ sớm để thu được giá trị A xấp xỉ 0,20. Để có được các kết quả chính xác, cần lặp lại phép xác định, cứ mỗi phút lấy một lần dung dịch thử tính từ khi bắt đầu. Với dung dịch thử có chỉ số diastaza thấp, thì số đọc khác tại 10 min sẽ cho phép dự đoán điểm kết thúc bằng cách vẽ đồ thị các dữ liệu. Không cần lấy thêm các số đọc bổ sung trong vài phút trước điểm kết thúc. Chỉ cần hai số đọc như vậy. Giá trị thu được trong 5 min sẽ không dự đoán chính xác chỉ số diastaza thấp.

10. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.