

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

G I A V I

Xác định tạp chất

TCVN 4892 - 89

(ISO 1028 - 1982)

Hà Nội

Cơ quan biên soạn :

Trung tâm Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng
Khâu vực I

Cơ quan đề nghị ban hành và trình duyệt :

Tổng cục Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng
Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước .

Cơ quan xét duyệt và ban hành :

Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước .

Quyết định ban hành số 695/QĐ ngày 25 tháng 12 năm 1989

!	G I A V Ị	!	TCVN	!
!	Xác định tạp chất	!	4892-89	!
!	Пряности и	Spices and	!	ISO
!	приправы.	condiments	!	1028 - 1982
!	Определения	Determination	!	-----
!	примесей.	of filth	!	Khuyến
!			!	khích
!			!	áp dụng

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO 1028 - 1982

1 . ĐỊNH NGHĨA .

Tạp chất bao gồm những chất khoáng (cát, đất ...) và những thứ có nguồn gốc động vật (mảnh xác côn trùng, lông của loài gặm nhấm và phân của chúng) được tách ra từ gia vị theo phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này .

2 . NGUYÊN TẮC .

Rửa sản phẩm bằng clorofoc (nếu cần, trước đó cần chiết sơ bộ bằng ete-petrol) và phát hiện tạp chất nặng đất, cát trong dung dịch rửa. Sản phẩm (có hoặc không xử lý bằng enzym pancreatin) được rửa bằng nước và lắc với ete-petrol. Tạp chất nhẹ nằm ở mặt phân lớp giữa các chất lỏng sẽ được tách ra và chuyển qua giấy lọc. Phát hiện các mảnh xác côn trùng và lông loài gặm nhấm bằng kính hiển vi .

3 . THUỐC THỬ

- 3.1. Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương
- 3.2. Clorofoc hoặc các hỗn hợp clorofoc-carbon tetraclorea nếu cần (xem mục 8.3) .

3.3. Dung dịch pancreatin

Việc xử dụng pancreatin phải phù hợp với những yêu cầu nêu trong phụ lục của tiêu chuẩn này và bảo quản ở nhiệt độ khoảng 10°C . Chỉ pha chế dung dịch ngay trước khi xử dụng theo quy trình sau đây :

Hoà trộn 10 g pancreatin vào 100 ml nước có nhiệt độ không lớn hơn 40°C . Khuấy đều trong 10 phút, hoặc để yên trong 30 phút và thỉnh thoảng khuấy đều. Lọc dung dịch qua lớp bông xốp thấm nước dày 100 mm đặt trong phễu 60° có đường kính 100 - 125 mm. Lọc nhiều lần qua lớp bông nói trên. Nếu tốc độ lọc chậm thì dùng phễu Buchner lọc hút dung dịch qua giấy lọc nhanh. Nếu tốc độ lọc vẫn chậm thì lọc dung dịch qua lớp bông thấm nước được ấn nhẹ vào trong cổng phễu 60° . Lọc nhiều lần cho tới khi dung dịch chảy nhanh qua giấy lọc (pancreatin hoà tan có thể lọc hút trực tiếp qua giấy lọc). Cuối cùng bổ sung nước cho đủ 100 ml dung dịch cho từng lượng 10 g .

3.4. Dung dịch foocmandehyt

3.5. Trinatri octophotphat, dung dịch nồng độ 50g/l.

3.6. Ete-petrol có điểm sôi trong khoảng $40 - 60^{\circ}\text{C}$.

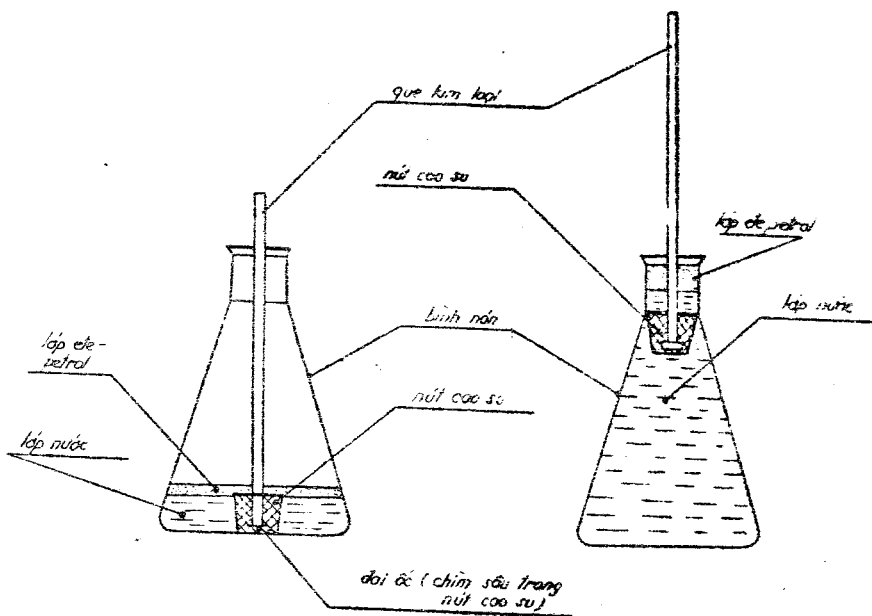
3.7. Ete-petrol có điểm sôi trong khoảng $100-120^{\circ}\text{C}$.

4 . DỤNG CỤ

Những dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và

4.1. Bình nón Wildman, bao gồm bình nón thường dung tích 1000 ml có nút cao su vừa khít. Nút được lắp cố định với một que khuấy bằng kim loại (đường kính 5 mm và dài hơn chiều cao bình nón khoảng 100 mm) nhờ đai ốc và vòng đệm. Đai ốc và vòng đệm phải nằm chìm trong nút để không làm xước bình (xem hình vẽ) . Không nên dùng que có đường kính lớn hơn 5 mm .

Có thể thay thế bình nón bằng bình tách dung tích 1000 ml .



a) Nút được hạ xuống để khuấy trộn

b) Nút được nâng lên để tách riêng phần chứa tạp chất rac nhẹ .

Hình vẽ : Bình nón Wildman (6.1), mô tả cách sử dụng .

Ghi chú : Hình vẽ không thể hiện cụ thể đai ốc và vòng đai .

- 4.2. Cốc đun dung tích 600 ml;
- 4.3. Phễu Buchner đường kính 15 cm xếp giấy lọc;
- 4.4. Phễu Buchner đường kính 7 cm xếp giấy lọc có các gân song song cách nhau 5 mm ;
- 4.5. Giấy lọc không tro;
- 4.6. Chén kim loại đã biết khối lượng;
- 4.7. Tủ sấy có thể điều chỉnh ở 80°C;
- 4.8. Tủ sấy có thể điều chỉnh ở 103°C;
- 4.9. Đĩa Petri đường kính 80 mm;
- 4.10. Kính phóng đại (kính hiển vi, kính lúp hai trong... tốt nhất là kính hiển vi nổi có thị trường rộng).
- 4.11. Cân .

5 . LẤY MẪU .

Lấy mẫu theo TCVN 4889-89 (ISO 948) .

6 . TIẾN HÀNH THỬ .

Ghi chú : Để tách được hoàn toàn tạp chất nhẹ, có thể phải loại khỏi gia vị hầu hết :

- Hoặc tinh dầu và chất béo (xem điều 6.2);
- Hoặc chuyển hoá hết tinh bột và protein, nhờ xử lý lượng mẫu cân bằng enzym pancreatin;
- Hoặc cả tinh dầu, chất béo, tinh bột và protein .

Nếu cần khử bỏ tinh dầu và chất béo thì tiến hành theo điều (6.2) ; nếu không thì tiến hành tách tạp chất nặng và sát theo điều (6.3) ;

6.1. Lượng mẫu cân .

Lượng mẫu cân phải đại diện cho mẫu thí nghiệm (mẫu cuối của cửa 16) và được lập theo cách sau đây :

6.1.1. Đối với gia vị dạng nguyên và dạng mảnh vụn :
giã sản phẩm thành những mảnh nhỏ. Cân 25 g mẫu chính xác
đến 0,1 g và cho vào cốc (4.2) .

6.1.2. Đối với bột gia vị : cân 25 g mẫu chính xác
đến 0,1 g và cho vào cốc (4.2) .

6.2. Khử sơ bộ tinh dầu và chất béo

Đổ 200 ml ete-petrol (3.6) vào cốc (4.2) đang đựng
mẫu thử (6.1) . Giữ sôi lăn tăn trong 15 phút trong chậu
nước ấm.

Gạn bỏ phần ete-petrol, chú ý không để mất mẫu thử.

6.3. Tách tạp chất nặng và cát .

Đổ 400 ml clorofoc (3.2) vào cốc (4.2) đang đựng
lượng mẫu cân (6.1) , hoặc phần cặn còn lại sau khi đã
tách bỏ tinh dầu và chất béo (6.2), Giữ yên cốc ít nhất
sau một giờ, thỉnh thoảng khuấy đều. Đổ mẫu thử và dung
môi vào phễu Buchner (4.3) , giữ phần cặn ở trong cốc và
làm ráo. Nếu trong cốc còn các mô gia vị, đổ từ từ vào
cốc hỗn hợp clorofoc-carbon tetrachlorua để tỷ trọng của
dung môi tăng dần cho đến khi các mô của gia vị nổi lên
và tách ra. Chuyển phần cặn từ cốc vào giấy lọc khôngtro
(4.5) và rửa bằng nước để loại bỏ natri clorua có trong
gia vị. Kiểm tra cặn, nếu có đặt giấy lọc (4.5) vào chén
kim loại đã biết trước khối lượng (4.6). Đốt cháy hết
giấy lọc, sau đó cân lại cát và đất .

6.4. Xử lý phần cặn có trong phễu Buchner

Làm khô phần cặn có trong phễu Buchner (xem mục 6.3)
sau 1 h trong tủ sấy điều chỉnh được ở 80°C (4.7) .

6.4.1. Quy trình không xử lý enzym

Chuyển phần cặn vào bình nón Wildman (4.1). Thêm 150ml

mức, đun tới sôi và giữ sôi lăn tăn trong 15 phút, đồng thời khuấy liên tục. Dùng bình phun tia để làm trôi các phần tử bám ở thành bình xuống, sau đó làm lạnh tới dưới 20°C. Cuối cùng bổ sung nước tới khoảng 600 ml .

6.4.2. Quy trình có xử lý enzym

Chuyển phần cặn khô vào cốc (4.2) . Thêm 300 ml nước khuấy liên tục cho đến khi đồng nhất. Đổ 50 ml dung dịch pancreatin (3.3) khuấy đều. Để từ từ dung dịch trinitrat octophotphat (3.4) đến khi đạt độ pH=8. Để khoảng 15 phút, kiểm tra và điều chỉnh độ pH lần thứ nhất. Để khoảng 45 phút, kiểm tra và điều chỉnh độ pH lần thứ hai. Sau đó nhỏ 5 giọt dung dịch foomandehyt (3.5) và để tự chuyển hoá qua đêm ở nhiệt độ 37 - 40°C. Làm nguội, và chuyển sang bình nón Wildman (4.1). Cuối cùng bổ sung nước tới khoảng 600 ml .

6.5. Tách tạp chất nhẹ

6.5.1. Rót thêm 25 ml ete-petrol (3.7) dọc theo que khuấy vào bình nón Wildman. Nghiêng bình nón 45° so với phương thẳng đứng, lắc tròn trong 1 phút với tốc độ 4 vòng/s, để hoà đều dung dịch trong bình. Không được để rút cao su nhô khỏi bề mặt dung dịch. Giữ yên sau 5 phút, đổ dầy nước vào bình. Giữ yên trong 30 phút nhưng cứ 5 phút lại khuấy một lần .

6.5.2. Loay nút để trôi hết cặn xuống. Sau đó nâng dần nút lên đến cổ bình, sao cho toàn bộ lượng ete-petrol và một phần dung dịch (có chiều dày ít nhất 1 cm) nằm ở phía trên nút. Giữ nguyên vị trí của nút, đổ phần chất lỏng phía trên nút vào phễu Buchner (4.4). Tiến hành lọc phần chất lỏng này .

6.5.3. Tiếp tục rót 15 ml ete-petrol (3.7) vào phần

chất lỏng còn lại trong bình Wildman. Khuấy đều. Sau 15 phút làm lại những thao tác theo mục 6.5.2. Nếu bằng mắt thường vẫn phát hiện thấy có tạp chất trong lần chiết thứ hai thì gạn gần hết chất lỏng trong bình ra thêm 15 ml ete-petrol (3.7) và chiết lần thứ ba.

6.6. Phát hiện tạp chất nhẹ bằng kính hiển vi.

Lấy giấy lọc ra khỏi phễu Buchner và đặt vào trong đĩa petri (4.9). Đặt đĩa petri vào tủ sấy có thể điều chỉnh ở 103°C (4.8) trong 30 phút. Sau khi khô, giấy lọc phải dính chặt vào đĩa petri.

Kiểm tra toàn bộ bề mặt giấy lọc bằng kính phóng đại (4.10) dưới ánh sáng phản chiếu; dùng kim đầu tù để tìm và gạt tạp chất nhẹ. Kiểm tra lần lượt từ trái sang phải từ trên xuống dưới, từ dưới lên trên, vv...nhiều lần.

7. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

7.1. Tạp chất nặng (xem điều 6.4)

Ghi lại sự có mặt của tạp chất nặng. Nếu có đất, cát... thì phải sấy khô, sau đó đem cân. Hàm lượng tạp chất nặng (tính bằng phần trăm khối lượng) xác định theo công thức

$$X = m_1 \cdot \frac{100}{m_0}$$

Trong đó : m_0 là khối lượng của lượng mẫu cân;
 m_1 là khối lượng tạp chất nặng (6.3), g ;

7.2. Tạp chất nhẹ (xem điều 6.6)

Ghi lại sự có mặt của các tạp chất có nguồn gốc động vật (xem mục 6.6) .

Nếu cần thiết, phải ghi riêng số lượng các mảnh xác

còn trùng, lông loài gặm nhấm, những tạp chất khác có
nguồn gốc động vật... trong 25 g mẫu đã thử.

8 . BIÊN BẢN THỬ

Trong biên bản thử phải nêu rõ :

- Phương pháp thử đã dùng;
 - Kết quả thử;
 - Những chi tiết, tình huống không quy định trong tiêu chuẩn này, nhưng có thể có ảnh hưởng đến kết quả thử;
 - Những thông tin cần thiết về sự nhận biết hoàn toàn của mẫu thử.
-

PHỤ LỤC CỦA TCVN 4892-89

Pancreatin - Yêu cầu kỹ thuật

1.0. Giới thiệu chung

Pancreatin là một chất gồm nhiều enzym, chủ yếu là các enzym pancreatic amylaza, trypsin và pancreatic lipaza, được lấy từ tụy của cừ non *Sus scrofa* Linnae var. *domesticus* Gray (họ Suidae), hoặc của bò *Bos taurus* Linnae (họ Bovidae). Một đơn vị khối lượng pancreatin chuyển hoá ít nhất 25 đơn vị khối lượng chất chuẩn tinh bột khoai tây NP⁽¹⁾ thành hydratescbon hoà tan, hoặc ít nhất 25 đơn vị khối lượng casein thành proteaza. Có thể điều chế chất chuẩn pancreatin bằng cách trộn pancreatin có khả năng chuyển hoá cao với đường lactoza, hoặc với đường saccharoza chứa không quá 3,25 % tinh bột, hoặc với pancreatin có khả năng chuyển hoá thấp.

A.1. Mô tả

Pancreatin có màu kem, dạng bột vô định hình, có mùi đặc trưng nhẹ không khó chịu. Pancreatin chuyển hoá protein thành proteaza và các chất dẫn xuất, và chuyển hoá tinh bột thành dextrin và đường. Có hoạt tính lớn nhất trong môi trường trung tính đến kiềm yếu và trở trong môi trường axit vô cơ (ngay cả khi có vết axit) và môi trường kiềm hydroxyt mạnh. Giảm hoạt tính trong môi trường kiềm cacbonat.

A.2. Thử chất béo.

Cho 2 g pancreatin vào bình nón dung tích 50 ml. Thêm 20 ml ete dietyl, đậy kín, để vài giờ, thỉnh thoảng lắc cho đều hỗn hợp. Chất phần ete dietyl nổi lên trên theo một que qua giấy lọc thường có đường kính 7 cm (trước đó làm ẩm giấy lọc bằng ete dietyl). Thu phần nước lọc vào cốc thủy

(1) National Formulary (của Mỹ).

tính đã biết trước khối lượng. Cho 10 ml ete dietyl vào phân cỡ trong bình nón, tiến hành các thao tác như lần trước; sau đó lại cho 10 ml ete dietyl nữa vào bình nón và đem lọc toàn bộ qua giấy lọc vào cốc thuỷ tinh. Sau khi ete dietyl trong cốc tự bay hơi hết, sấy khô phần còn lại trong cốc ở nhiệt độ 105°C trong 2 h. Cân phần còn lại ở trong cốc (chất béo); khối lượng phần chất béo này phải không được lớn hơn 60 mg (3,0 %).

Chất béo cũng có thể được xác định bằng bộ chiết hồi lưu Soxhlet.

A.3. Xác định khả năng chuyển hoá tinh bột

Xác định trước độ ẩm (% khối lượng) của 500 mg chất chuẩn tinh bột khoai tây NF (bằng cách cân chính xác trước và sau khi sấy ở 120°C trong 4 h). Đun và giữ sôi một lượng nước đủ dùng cho thí nghiệm trong 10 phút, sau đó làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Trộn kỹ một lượng tương đương với 3,75 g chất chuẩn tinh bột khoai tây NF khô với 10 ml nước trong cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml đã biết trước khối lượng. Vừa khuấy liên tục, vừa bổ sung dần 75 ml nước ở 55°C .

Đùng 10 ml nước làm trôi phần tinh bột dính ở thành cốc xuống. Nâng dần nhiệt độ hỗn hợp cho đến khi sôi, giữ cho sôi lăn tăn và khuấy đều trong 5 phút. Thêm nước cho đến khi khối lượng hỗn hợp đạt 100 g. Làm nguội khối nhỏ nhào xuống 40°C và đặt để vào nồi chưng cách thuỷ ở 40°C . Hoà 150 mg chất thử pancreatin với 5 ml nước trong một cốc thuỷ tinh 250 ml khác. Rót huyền phù này vào khối hồ nhào trong 30 s để hoà đều hai khối với nhau. Ghi thời điểm dịch huyền phù pancreatin bắt đầu hoà vào khối hồ nhào. Giữ hỗn hợp ở 40°C trong đúng 5 phút. Khuấy và lập tức đổ 0,1 ml hỗn hợp này vào dung dịch iốt (để chuẩn

bị trước bằng cách cho 0,2 ml dung dịch iode nồng độ 0,1M vào 60 ml nước ở nhiệt độ 23 - 25°C).

Khuấy đều, dung dịch không được có màu xanh da trời, hoặc tím.

A.4. Xác định khả năng chuyển hoá casein

Cho 100 mg bột mịn casein vào một bình nón dung tích 50 ml, thêm 30 ml nước, lắc mạnh để hỗn hợp thành huyền phù. Thêm 1,0 ml dung dịch NaOH nồng độ 0,1 M và làm nóng hỗn hợp đến 40°C, giữ ở nhiệt độ này đến khi casein tan hết. Quá trình này không được lâu hơn 30 phút.

Làm nguội, thêm nước cho đến 50 ml, khuấy đều. Hoà tan 100 mg chất thử pancreatin trong 500 ml nước. Hoà tan 100 mg chất chuẩn pancreatin NF có hoạt tính chuyển hoá casein trong 500 ml nước vào một cốc khác. Hoà tan 1 ml axit axetic băng với 9 ml nước và 10 ml rượu etylic. Cho vào 2 ống nghiệm, mỗi ống 5 ml dung dịch casein. Ống thứ nhất thêm 2 ml dung dịch chất thử pancreatin đã lắc kỹ ống thứ hai thêm 2 ml dung dịch chất chuẩn pancreatin NF đã lắc kỹ. Thêm vào mỗi ống 3 ml nước. Lắc nhẹ các ống nghiệm để hoà đều hỗn hợp. Ngay lập tức ngâm các ống nghiệm vào nồi chung cách thuỷ ở 40°C; giữ nhiệt độ này trong 1 h. Lấy các ống nghiệm ra khỏi nồi chung, thêm vào mỗi ống 3 giọt hỗn hợp axit axetic và rượu đã nói ở trên. Hỗn hợp trong ống nghiệm có dung dịch thử pancreatin phải trong hơn hỗn hợp có dung dịch chuẩn pancreatin NF.

A.5. Bao gói và bảo quản

Pancreatin phải được đựng trong bao bì kín và bảo quản ở nhiệt độ xấp xỉ 10°C. Tuyệt đối không được để ở nơi có nhiệt độ lớn hơn 30°C.