

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11455:2016**

**ISO 11162:2001**

Xuất bản lần 1

**HẠT TIÊU (PIPER NIGRUM L) NGÂM NƯỚC MUỐI -  
YÊU CẦU VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Peppercorns (Piper nigrum L.) in brine -  
Specification and test methods*

**HÀ NỘI - 2016**

## **Lời nói đầu**

TCVN 11455:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 11162:2001;

TCVN 11455:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Giá vị và phụ gia thực phẩm* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Hạt tiêu (*Piper nigrum* L.) ngâm nước muối - Yêu cầu và phương pháp thử**

*Peppercorns (Piper nigrum L.) in brine -*

*Specification and test methods*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định các yêu cầu và phương pháp thử đối với hạt tiêu (*Piper nigrum* L.) ngâm nước muối.

### **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 4889 (ISO 948), *Gia vị – Lấy mẫu.*

TCVN 4891 (ISO 927), *Gia vị – Xác định hàm lượng tạp chất và tạp chất ngoại lai.*

TCVN 7040 (ISO 939), *Gia vị – Xác định độ ẩm – Phương pháp chưng cất lôi cuốn.*

TCVN 9683 (ISO 5564), *Hạt tiêu đen và hạt tiêu trắng nguyên hạt hoặc dạng bột – Xác định hàm lượng piperin – Phương pháp đo quang phổ.*

ISO 3310-1, *Test sieves – Technical requirement and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth (Sàng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và thử nghiệm – Phần 1: Sàn thử nghiệm lưới đan bằng dây kim loại).*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

##### **Hạt tiêu ngâm nước muối (peppercorns in brine)**

Sản phẩm được chế biến trong các điều kiện kiểm soát được từ hạt tiêu xanh tươi của loài *Piper nigrum* L. đã đạt đến độ chín thích hợp và đáp ứng các yêu cầu của tiêu chuẩn này.

#### 3.2

##### **Độ axit tổng số của nước muối (total acidity of brine)**

Độ axit được tạo thành từ tất cả các axit có trong nước muối, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng axit xitric.

CHÚ THÍCH Axit xitric là một triaxit có khối lượng phân tử bằng 192,13 g.

#### 3.3

##### **Hàm lượng piperin (piperine content)**

Lượng hợp chất cay (piperin và các chất tương tự) có trong sản phẩm, xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng piperin được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

#### 3.4

##### **Hàm lượng clorua (chloride content)**

Phần khối lượng của ion clorua, được tính theo natri clorua, có mặt trong nước muối của hạt tiêu xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

### 4 Các yêu cầu

#### 4.1 Màu sắc và cỡ hạt

Các hạt phải có màu sắc đặc trưng của hạt tiêu xanh ở độ chín thích hợp khác nhau từ xanh nhạt đến xanh lá cây. Các hạt phải có đường kính từ 3 mm đến 6 mm và phải tương đối đồng đều trong cùng một lô hàng.

#### 4.2 Mùi và hương

Các hạt phải có mùi và hương đặc trưng của hạt tiêu xanh tươi và không có mùi hoặc vị khó chịu.

#### 4.3 Tạp chất lạ

Tất cả các vật liệu không phải là hạt tiêu xanh kể cả thực vật (ví dụ: cuống hoặc lá) hoặc khoáng chất (ví dụ: cát) được coi là tạp chất lạ.

**CHÚ THÍCH** Các hạt lép, hạt đầu đinh hoặc hạt vỡ không được coi là tạp chất lạ.

Phần trăm tổng số tạp chất lạ khi được xác định bằng phương pháp quy định trong TCVN 4891 (ISO 927) không được vượt quá 1 % (khối lượng).

#### 4.4 Hạt khuyết tật

Giới hạn tối đa đối với các hạt khuyết tật, bao gồm cả hạt mất màu, hạt tối màu, hạt lép, hạt vỡ và hạt đầu đinh là 4 % (khối lượng) khi được xác định bằng cách phân loại theo phương pháp vật lý trên phần mẫu thử 500 g (khối lượng khô).

#### 4.5 Nấm mốc, côn trùng, chất bảo quản, chất tạo màu và chất tạo hương

Hạt tiêu ngâm nước muối không được có nấm mốc, côn trùng, các chất bảo quản, chất tạo màu và chất tạo hương trừ khi có quy định của nước nhập khẩu.

#### 4.6 Hàm lượng piperin của hạt tiêu ngâm nước muối

Hàm lượng piperin được xác định bằng phương pháp nêu trong Phụ lục A.

#### 4.7 Đặc tính của nước muối và các điều kiện chế biến

4.7.1 Nước muối phải đáp ứng các mức yêu cầu nêu trong Bảng 1.

4.7.2 Hạt tiêu ngâm nước muối phải được chế biến trong các điều kiện hợp vệ sinh.

**Bảng 1 – Các yêu cầu đối với nước muối**

| Chỉ tiêu                                            | Yêu cầu                        | Phương pháp thử                 |
|-----------------------------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| 1. Trạng thái                                       | Trong và đặc biệt không có cặn | Kiểm tra bằng mắt thường        |
| 2. Hàm lượng axit axetic hoặc axit xitric, % tối đa | 0,6                            | Phương pháp nêu trong Phụ lục B |
| 3. Hàm lượng clorua, tính theo natri clorua, %      | Từ 12 đến 15                   | Phương pháp nêu trong Phụ lục C |
| 4. pH                                               | Từ 4,0 đến 4,5                 | Máy đo pH                       |

#### 4.8 Khối lượng hạt tiêu ráo nước muối

Khối lượng hạt tiêu ráo nước muối không được nhỏ hơn 50 % khối lượng tịnh khi kiểm tra bằng phương pháp được quy định trong Phụ lục D.

## **5 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo TCVN 4889 (ISO 948).

## **6 Bao gói và ghi nhãn**

### **6.1 Bao gói**

Hạt tiêu ngâm nước muối phải được đựng trong các bao bì sạch và kín khí được làm từ vật liệu không ảnh hưởng đến sản phẩm, bảo vệ được sản phẩm không bị hư hỏng.

Bao bì phải phù hợp với mọi quy định về bảo vệ môi trường.

### **6.2 Ghi nhãn**

Các nội dung cụ thể dưới đây phải được ghi trực tiếp lên mỗi bao bì hoặc phải được ghi trên nhãn đính kèm bao bì:

- a) tên sản phẩm và tên thương mại, nếu có;
- b) tên và địa chỉ nhà sản xuất và đóng gói;
- c) tên nhãn hiệu, nếu có;
- d) số lô hàng hoặc số mã;
- e) khối lượng tịnh;
- f) hạn sử dụng (tháng và năm);
- g) mọi thông tin khác được yêu cầu bởi bên mua (như năm thu hoạch, ngày đóng gói) hoặc được pháp luật quy định (ví dụ: phần trăm axit xitric trong nước muối);
- h) nơi sản xuất;
- i) viện dẫn tiêu chuẩn này.

**Phụ lục A**

(Quy định)

**Xác định hàm lượng piperin****A.1 Lời giới thiệu**

Các nghiên cứu đã xác định rằng phương pháp thử quy định trong TCVN 9683 (ISO 5564) để xác định hàm lượng piperin tính theo chất khô không cho các kết quả thích hợp khi áp dụng cho hạt tiêu ngâm nước muối, do sự có mặt của natri clorua, vì vậy cần đưa vào công thức tính hàm lượng piperin của hạt tiêu ngâm nước muối. Đây là lý do cần có phương pháp cụ thể đối với hạt tiêu ngâm nước muối.

**A.2 Nguyên tắc**

Chiết các hợp chất cay bằng etanol và xác định bằng cách đo quang phổ ở bước sóng 343 nm, sau đó tính hàm lượng piperin.

**A.3 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng phân tích.

**A.3.1 Etanol, 96 % (thể tích).****A.4 Thiết bị, dụng cụ**

Chỉ sử dụng các thiết bị, dụng cụ nêu trong TCVN 9683 (ISO 5564) và như sau:

**A.4.1 Đĩa bằng chất dẻo, đường kính lớn hơn 10 cm.****A.4.2 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ .****A.4.3 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 g.****A.5 Chuẩn bị mẫu thử**

Làm ráo nước muối hạt tiêu xanh.

Cân từ 50 g đến 60 g hạt đã ráo nước muối, chính xác đến 0,01 g cho vào đĩa bằng chất dẻo (A.4.1).

Dàn đều các hạt lên trên bề mặt sau đó cho vào tủ sấy (A.4.2) ở  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  ít nhất 24 h.

## A.6 Cách tiến hành

### A.6.1 Xác định hàm lượng natri clorua

Xác định hàm lượng natri clorua theo phương pháp quy định trong Phụ lục C.

### A.6.2 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm của hạt đã ráo nước, sấy khô (xem A.5) sau đó nghiền theo phương pháp quy định trong TCVN 7040 (ISO 939).

### A.6.3 Xác định hàm lượng piperin

Xác định hàm lượng piperin tính theo chất khô theo phương pháp nêu trong TCVN 9683 (ISO 5564) của hạt đã ráo nước muối, sấy khô (xem A.5) và nghiền, sử dụng phần mẫu thử 0,7 g thích hợp hơn phần mẫu thử 0,5 g.

## A.7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng piperin tính theo chất khô được tính như sau:

$$P / \left[ \left( 1 - \frac{H}{100} \right) \left( 1 + \frac{S}{100} \right) - \frac{S}{100} \times \frac{(m_1 - m_0)}{(m_2 - m_0)} \right]$$

Trong đó:

- $P$  là hàm lượng piperin của hạt đã ráo nước muối, sấy khô và nghiền thu được trong A.6.3, tính bằng phần trăm khối lượng;
- $H$  là độ ẩm của hạt đã ráo nước muối, sấy khô và nghiền thu được trong A.6.2, tính bằng phần trăm khối lượng;
- $S$  là hàm lượng natri clorua trong nước muối thu được trong A.6.1, tính bằng phần trăm khối lượng;
- $m_0$  là khối lượng cuvet bằng chất dẻo rỗng, tính bằng gam (g);
- $m_1$  là khối lượng cuvet bằng chất rỗng và hạt khô, tính bằng gam (g);
- $m_2$  là khối lượng cuvet rỗng và hạt đã ráo nước muối, sấy khô, tính bằng gam (g).



**Phụ lục B**

(Quy định)

**Xác định độ axit tổng số, tính theo axit xitric****B.1 Nguyên tắc**

Độ axit tổng số trong nước muối được xác định bằng phương pháp chuẩn độ với natri hydroxit, sử dụng phenolphthalein làm chất chỉ thị.

**B.2 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng phân tích và nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**B.2.1 Etanol**, từ 95 % đến 96 % (thể tích).

**B.2.2 Dung dịch phenolphthalein.**

Hòa tan khoảng 2 g phenolphthalein dạng bột trong 1 lít etanol (B.2.1).

Dùng pipet (B.3.2) lấy 10 ml dung dịch này, sau đó pha loãng bằng nước đến 1 lít.

**B.2.3 Dung dịch natri hydroxit**, 0,1 mol/l.

**B.3 Dụng cụ, thiết bị**

Chỉ sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

**B.3.1 Cốc có mỏ**, loại A, được chia vạch nhỏ nhất 50 ml và 100 ml.

**B.3.2 Pipet**, loại A, để phân phối 10 ml.

**B.3.3 Buret**, dung tích 25 ml.

**B.3.4 Máy khuấy từ.**

**B.3.5 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

**B.4 Cách tiến hành****B.4.1 Phần mẫu thử**

Để đảm bảo rằng buret phân phối từ 5 ml đến 20 ml, thì phần mẫu thử được cân chính xác đến 0,001 g trong cốc có mỏ 100 ml (B.3.1), phải theo tỉ lệ sau:

$$\frac{5}{a} \leq m \leq \frac{10}{a}$$

Trong đó:

$m$  là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

$a$  là độ axit tổng số dự kiến, tính bằng phần trăm khối lượng axit xitric.

**B.4.2 Xác định hàm lượng axit xitric**

Rót dung dịch phenolphthalein (B.2.2) vào cốc có mỏ chứa phần mẫu thử đến vạch 50 ml.

Tiến hành hai phép chuẩn độ, trong khi khuấy, với dung dịch natri hydroxit (B.2.3) cho đến khi phenolphthalein chuyển thành màu hồng tại điểm kết thúc chuẩn độ.

**B.4.3 Biểu thị kết quả**

Độ axit tổng số,  $a$ , tính theo phần trăm khối lượng của axit xitric khan, bằng công thức:

$$a = \frac{M \times C_s \times V}{3 \times m}$$

Trong đó:

$M$  là khối lượng phân tử của axit xitric, ở đây là 192,13 g;

$C_s$  là nồng độ chính xác của natri hydroxit đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mol trên lít (mol/l);

$V$  là thể tích natri hydroxit (dung dịch chuẩn) cần để đạt đến điểm kết thúc chuẩn độ, tính bằng lít (l);

$m$  là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

**CHÚ THÍCH** Vì axit xitric là một triaxit, nên thể tích tương ứng đối với số mol đã biết lớn hơn ba lần thể tích tương ứng đối với cùng số mol axit axetic (một monoaxit). Vì tỉ số khối lượng phân tử của axit xitric và axit axetic là  $192,13/60,04 = 3,2$ , nên độ axit tính theo axit xitric ( $a$ ) sẽ cho giá trị rất gần với giá trị tính theo axit axetic ( $b$ ), sự tương quan có thể được biểu thị bằng công thức:

$$a/b = 1,07$$

**Phụ lục C**

(Quy định)

**Xác định hàm lượng clorua, tính theo natri clorua****C.1 Lời giới thiệu**

Phụ lục này quy định phương pháp xác định các ion clorua có mặt trong nước muối ngâm hạt tiêu.

Các ion clorua được xác định bằng phương pháp chuẩn độ với bạc nitrat. Điểm kết thúc chuẩn độ được xác định bằng thiết bị chuẩn độ tự động.

**C.2 Thuốc thử**

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích.

**C.2.1 Nước**, đã chưng cất hoặc đã loại khoáng hoặc nước có chất lượng tương đương, có độ dẫn điện thấp hơn 20  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

**C.2.2 Dung dịch bạc nitrat**, nồng độ 0,1 mol/l.

**C.3 Thiết bị, dụng cụ**

Chỉ sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

**C.3.1 Thiết bị chuẩn độ điện thế**, có một điện cực bạc và một điện cực chuẩn thủy tinh, bình chuẩn độ thích hợp.

**C.3.2 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,0001 g.

**C.4 Chuẩn bị mẫu thử**

Sử dụng nước muối thu được sau khi làm ráo hạt tiêu ngâm nước muối để xác định khối lượng tịnh của hạt đã ráo nước (xem Phụ lục D).

**C.5 Cách tiến hành****C.5.1 Dung dịch thử**

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 0,0001 g, vào bình chuẩn độ. Pha loãng đến khoảng 50 ml bằng nước (C.2.1).

**C.5.2 Xác định**

Chuẩn độ tự động các ion clorua trong dung dịch thử (C.5.1) với dung dịch bạc nitrat (C.2.2), đảm bảo rằng 1 ml dung dịch này tương đương với 5,844 mg natri clorua.

**C.6 Biểu thị kết quả**

Hàm lượng clorua,  $w$ , được tính bằng phần trăm khối lượng natri clorua, thu được từ công thức sau:

$$w = 0,5844 \times \frac{V_{eq}}{m}$$

Trong đó:

$V_{eq}$  là thể tích bạc nitrat cần để đạt đến điểm kết thúc chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

$m$  là phần khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

## Phụ lục D (Quy định)

### Xác định khối lượng tịnh và khối lượng tịnh đã ráo nước muối

#### D.1 Lời giới thiệu

Phụ lục này mô tả phương pháp xác định khối lượng tịnh và khối lượng tịnh đã ráo nước muối của hạt tiêu.

#### D.2 Thiết bị, dụng cụ

Chỉ sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm và như sau:

**D.2.1 Sàng phẳng**, có cỡ lỗ 2,5 mm (độ dày của sợi lưới 0,85 mm), đường kính từ 20 cm đến 30 cm phù hợp với ISO 3310-1.

**D.2.2 Bộ hẹn giờ, đồng hồ hoặc đồng hồ bấm giờ.**

**D.2.3 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

#### D.3 Cách tiến hành

Cân vật chứa cùng hạt tiêu ngâm nước muối trước khi mở bao gói (khối lượng  $m$ ), chính xác đến 0,1 g. Mở vật chứa. Kiểm tra nhiệt độ của sản phẩm phải ở  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Tiến hành các thao tác ở nhiệt độ môi trường như sau:

Dùng sàng đường kính 20 cm (D.2.1) đối với các vật chứa có dung tích nhỏ hơn hoặc bằng 850 ml hoặc dùng sàng đường kính 30 cm đối với các vật chứa có dung tích lớn hơn 850 ml và cân chính xác đến 1 g (khối lượng  $m_1$ ).

Đặt sàng lên vật chứa thích hợp. Rót lượng chứa trong vật chứa lên sàng. Bắt đầu bấm bộ hẹn giờ (D.2.2). Nghiêng sàng khoảng  $20^{\circ}$  so với phương ngang để dễ dàng thoát nước. Tính thời gian từ lúc rót sản phẩm lên sàng là 2 min.

Cân ngay sàng và lượng chứa trên sàng, chính xác đến 1 g (khối lượng  $m_2$ ).

Tráng rửa vật chứa rỗng cùng nắp, rồi sấy khô, sau đó cân chính xác đến 0,1 g (khối lượng  $m_3$ ).

Giữ lại nước muối để xác định hàm lượng natri clorua như trong Phụ lục C.

**D.4 Biểu thị kết quả**

**D.4.1 Xác định khối lượng tịnh**

Tính khối lượng tịnh,  $m_N$ , bằng công thức:

$$m_N = m - m_3$$

**D.4.2 Xác định khối lượng tịnh đã ráo nước muối**

Xác định khối lượng tịnh đã ráo nước muối,  $m_E$ , bằng công thức:

$$m_E = m_2 - m_1$$

---