

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 4045 - 1993**

**HẠT TIÊU**

**PHƯƠNG PHÁP THỬ**

**SOẠT NET LÀN 1**

**HÀ NỘI - 1993**

## **Lời nói đầu**

TCVN 4045 - 1993 dựa trên các tiêu chuẩn Quốc tế về hạt tiêu đen và hạt tiêu sọ: ISO 959 - 1: 1989; ISO 959 - 2: 1989 và ISO 5564-1982;

TCVN 4045 - 1993 thay thế TCVN 4045 - 85;

TCVN 4045 - 1993 do Ban kỹ thuật Nông sản biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

# HẠT TIÊU

## PHƯƠNG PHÁP THỬ

*Pepper*  
*Methods of test*

### 1 Lấy mẫu

Hạt tiêu được lấy mẫu theo TCVN 4889-89 (ISO 948-1980) với khối lượng mẫu trung bình không nhỏ hơn 1kg.

### 2 Phương pháp thử

2.1 Xác định tạp chất và sâu mọt theo TCVN 4891-89 (ISO 927-1982) và TCVN 4892-89 (ISO 1208-1982).

2.2 Xác định dung trọng

2.2.1 Nguyên tắc : Dung trọng tính bằng g/l là khối lượng hạt tiêu chứa trong một đơn vị dung tích.

2.2.2 Dụng cụ

- Cân dung trọng có dung tích ống đong 0,5l;
- Khay trộn mẫu;
- Phễu và thanh gạt.

2.2.3 Tiến hành : Trộn đều mẫu, đổ từ từ qua phễu cho hạt tiêu chảy xuống ống đong của cân dung trọng, dùng dao hoặc thanh ngang gạt phẳng sát miệng ống đong cân khối lượng hạt chứa trong ống đong chính xác đến 0,5g.

2.2.4 Tính kết quả

Dung trọng của hạt tiêu ( $X_1$ ) được tính bằng g/l theo công thức :

$$X_1 = m \times 2$$

trong đó :

- m - khối lượng tính bằng g của hạt tiêu chứa trong ống đong có dung tích 0,5l;
- 2 - hệ số tính chuyển ra l.

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định liên tiếp có sai lệch giá trị không vượt quá 5g/l.

### 2.3 Xác định khối lượng hạt nhỏ, vỡ và hạt lẫn

#### 2.3.1 Khái niệm :

- Hạt vỡ là những hạt bị sứt, vỡ từ 1/3 thể tích trở lên;
- Hạt nhỏ là những hạt có nhỏ hơn 2mm;
- Hạt lẫn là hạt tiêu đen lẫn vào hạt tiêu sọ hoặc ngược lại.

#### 2.3.2 Dụng cụ

- Cân kỹ thuật có sai số tới 0,1g;
- Rây đục lỗ có nắp và đáy đường kính lỗ 2mm;
- Khay men trắng, khô, sạch và có diện tích phù hợp;
- Kẹp gấp hạt;
- Cốc cân (có dung tích phù hợp) để chứa hạt nhỏ, hạt vỡ và hạt lẫn.

2.3.3 Tiến hành : Từ mẫu đã xác định tạp chất và sâu mọt, cân 100g hạt tiêu chính xác đến 0,1g. Đổ lượng hạt tiêu trên vào rây đã lắp đáy, đáy nắp và lắc bằng tròn trong một phút. Theo đáy rây, đổ tất cả các hạt (có  $\phi$  nhỏ hơn 2mm) nhỏ và mảnh vỡ nằm ở ngăn đáy vào chén cân. Mở nắp rây, đổ phần hạt tiêu còn trên rây ra khay men trắng, tải mỏng tung chén lượng mẫu và nhặt hết các hạt vỡ và hạt lẫn còn lại trên rây vào cốc cân.

Cân khối lượng các hạt nhỏ, vỡ và hạt lẫn chính xác đến 0,1g.

#### 2.3.4 Tính kết quả :

Khối lượng hạt nhỏ vỡ hoặc lẫn ( $X_2$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức :

$$X_2 = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó :

- $m_1$  - khối lượng hạt nhỏ, vỡ hoặc hạt lẫn, g;
- $m_0$  - khối lượng mẫu thử, g.

Kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định liên tiếp có sai lệch giá trị không vượt quá 0,2%. Kết quả được làm tròn tới số thập phân thứ nhất.

## 2.4 Xác định mùi vị:

Mùi vị của hạt tiêu được xác định trên mẫu đã nghiền. Xay khoảng 5g mẫu tới cỡ hạt khoảng 0,5mm, dùng mũi và lưới để xác định trực tiếp mùi thơm và vị cay đặc trưng của hạt tiêu.

## 2.5 Xác định hạt non hoặc lép

2.5.1 Hạt tiêu non hoặc lép là những hạt không chìm trong dung dịch etanol.

### 2.5.2 Dụng cụ và hoá chất

- Dung etanol có tỉ trọng tương đối  $d_{\frac{20}{20}}$  là 0,80 đến 0,82;
- Cân kỹ thuật, sai số tới 0,01g;
- Cốc thủy tinh cao thành dung tích 600ml;
- Thìa nhỏ hót hạt nổi;
- Khay men trắng có thể tích phù hợp;
- Giấy thấm, vải trắng sạch, khô.

2.5.3 Tiến hành : Từ mẫu đã xác định tạp chất, cân 50g hạt tiêu chính xác đến 0,01g, cho vào cốc thủy tinh dung tích 600ml, đổ 300ml dung dịch etanol  $d_{\frac{20}{20}}$  là 0,80 đến 0,82 vào bình, khuấy đều và để yên trong hai phút, sau đó dùng thìa vớt các hạt nổi, chỉ vớt các hạt nổi trên bề mặt dung dịch etanol, không vớt các hạt lơ lửng dưới bề mặt. Tiếp tục khuấy, để lắng và vớt hạt nổi tới khi không còn hạt nổi thêm giữa hai lần khuấy liên tiếp. Để hạt nổi vớt được trên giấy thấm, sau đó tải mỏng và hong khô chúng trong khay men lót vải sạch hoặc giấy thấm trong một giờ, tiến hành cân chính xác tới 0,01g.

### 2.5.4 Tính kết quả

Hạt lép được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$X_3 = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó :

- $m_1$  - khối lượng hạt nổi trong etanol, g;
- $m_0$  - khối lượng mẫu, g.

## 2.6 Xác định độ ẩm

### 2.6.1 Dụng cụ, thiết bị và hoá chất

- Cối xay hạt tiêu;
- Bếp điện có lưới amian;

- Cân kỹ thuật sai số tới 0,01g;
- Bi và que thủy tinh;
- Toluene hoặc xylene khan, TKPT;
- Bộ cất thủy phân dung tích 500ml, ống ngưng chia độ 0,1ml.

2.6.2 Tiến hành : Xay nhanh khoảng 100g mẫu. Cân khoảng 20g mẫu đã xay chính xác tới 0,01g, cho mẫu vào bình cầu chung đã có toluen hoặc xylene, thêm 5-6 viên bi thủy tinh. Lắp bình cầu chung vào bộ chưng cất rồi đặt bình lên bếp. Đun khoảng 90 phút tính từ khi giọt nước đầu tiên rơi xuống ống ngưng đến khi lượng nước chuyển sang không đổi. Tắt bếp và để bình nguội. Dùng đũa thủy tinh gạt cho các giọt nước còn bám vào thành ống ngưng chảy hết xuống. Để nguội thêm 10 phút, ghi số ml nước trong ống ngưng.

### 2.6.3 Tính kết quả

Độ ẩm ( $X_4$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$X_4 = \frac{V \cdot D}{m_0} \times 100$$

trong đó :

- V - thể tích nước trong ống ngưng, ml;
- D - khối lượng riêng của nước ở nhiệt độ phòng, g/ml;
- $m_0$  - khối lượng mẫu, g.

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định đồng thời có sai lệch giá trị không lớn hơn 0,5%. Kết quả được làm tròn tới số thập phân thứ nhất.

## 2.7 Xác định hàm lượng piperin

2.7.1 Nguyên tắc : Chiết xuất các hợp chất cay bằng ethanol và đo độ phân quang ở 343nm.

### 2.7.2 Dụng cụ, thiết bị và hoá chất

- Dụng cụ chiết - Lắp ráp bằng các khớp nối thủy tinh mài;
- Bình đáy tròn, dung tích 100ml;
- Ống ngưng hồi lưu;
- Bọt chống trào : hạt thủy tinh;
- Bình định mức, dung tích 25, 50 và 100ml, được bọc bằng nhôm lá hoặc băng đen;
- Giấy lọc;
- Nhôm lá hoặc băng đen;
- Pipet, một vạch, dung tích 5ml;
- Quang phổ kế phân quang có thể đo chính xác độ hấp thụ ở 343nm và có được một cặp tế bào silic dioxit đối xứng hoặc các tế bào cho bức xạ tử ngoại đi qua có độ dài rãnh quang (cuvet) 1cm;
- Cân phân tích;
- Ethanol 96% thể tích, TKPT.

2.7.3 Tiến hành : Xay nhanh 10g mẫu, cân khoảng 0,5g mẫu đã xay chính xác đến 0,0001g cho vào bình đáy tròn dung tích 100ml cho thêm 50ml etanol vào bình và một ít bột chống trào, lắp ống ngưng và đun cất hồi lưu ở nơi tối trong 3 giờ. Có thể để nguội và lọc dung dịch sang một bình định mức 100ml. Rửa bình chiết và khuấy lọc bằng etanol vài lần, mỗi lần 10ml và đổ cả vào bình định mức, thêm etanol tới vạch mức. Dùng pipet một vạch lấy 5ml dung dịch trên chuyển vào một bình định mức 50ml, thêm etanol tới vạch mức. Lại dùng pipet một vạch lấy 5ml dung dịch trên chuyển sang một bình định mức dung tích 25ml và lại thêm etanol tới vạch mức.

Đo độ hấp phụ A của dung dịch này ở 343nm bằng quang phổ kế phân quang và dùng etanol là dung dịch chuẩn.

#### 2.7.4 Tính kết quả

Hàm lượng piperin ( $X_5$ ) tính bằng phần trăm hàm lượng chất khô theo công thức:

$$X_5 = \frac{A}{A_{1cm}^{1\%}} \times \frac{50}{5} \times \frac{25}{5} \times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100 - X_4}$$

trong đó :

A - độ hấp phụ ở 343nm của độ pha loãng cuối cùng của dung dịch mẫu

m - khối lượng mẫu thử, g;

$X_4$  - độ ẩm của mẫu, phần trăm khối lượng;

$A_{1cm}^{1\%}$  - độ hấp phụ ở 343nm của dung dịch piperin 1% trong tế bào có độ rãnh quang (cuvet) 1cm, nó tương đương 1238.

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định liên tiếp có sai lệch giá trị nhỏ hơn 0,2%. Kết quả được làm tròn tới số thập phân thứ nhất.

2.8 Xác định ete chiết xuất không bay hơi theo TCVN 5486-1991 (ISO 1108-1980).

2.9 Xác định hàm lượng tro không tan trong axit theo TCVN 5484-1991 (ISO 930-1980).

2.10 Xác định hàm lượng xơ thô theo TCVN 5103-90 (ISO 5498-1981).