

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9682-1:2013
ISO 7543-1:1994**

Xuất bản lần 1

**ỚT CHILLI VÀ NHỰA DẦU ỚT CHILLI –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CAPSAICINOID TỔNG SỐ –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ**

*Chillies and chilli oleoresins – Determination of total capsaicinoid content –
Part 1: Spectrometric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9682-1:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 7543-1:1994;

TCVN 9682-1:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 Gia 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;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 9682 (ISO 7543), *Ớt chilli và nhựa dầu ớt chilli - Xác định hàm lượng capsaicinoid tổng số*, gồm các phần sau đây:

- TCVN 9682-1:2013 (ISO 7543-1:1994), *Phần 1: Phương pháp đo phổ*;
- TCVN 9682-2:2013 (ISO 7543-2:1993), *Phần 2: Phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao*.

Ớt chilli và nhựa dầu ớt chilli – Xác định hàm lượng capsaicinoid tổng số – Phần 1: Phương pháp đo phổ

*Chillies and chilli oleoresins – Determination of total capsaicinoid content –
Part 1: Spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ để xác định hàm lượng capsaicinoid tổng số trong ớt chilli nguyên quả hoặc dạng bột (thường là *Capsicum frutescens* L.) và trong nhựa dầu của chúng.

Phương pháp phân tích này cần đến sự mất màu do cacbon đen. Trong các trường hợp nhất định, sự mất màu không thể đạt được trong các điều kiện thực nghiệm quy định. Khi đó cần sử dụng phương pháp xác định hàm lượng capsaicinoid bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao theo TCVN 9682-2 (ISO 7543-2)¹⁾.

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 8960:2011 (ISO 2825:1981), *Gia vị – Chuẩn bị mẫu nghiên để phân tích*.

3 Nguyên tắc

Xác định độ hấp thụ của dung dịch chất chiết ớt chilli hoặc nhựa dầu ớt chilli trong metanol ở bước sóng 248 nm và 296 nm.

¹⁾ TCVN 9682-2:2013 (ISO 7543-2:1993), *Ớt chilli và nhựa dầu ớt chilli – Xác định hàm lượng capsaicinoid tổng số – Phần 2: Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*.

TCVN 9682-1:2013

3.1 Ớt chilli dạng bột

Chiết bằng tetrahydrofuran, rồi xác định capsaicinoid bằng phương pháp đo phổ theo quy định trong tiêu chuẩn này.

3.2 Ớt chilli nguyên quả

Chuẩn bị mẫu bằng cách nghiền nhỏ, rồi chiết bằng tetrahydrofuran, sau đó xác định capsaicinoid bằng phương pháp đo phổ theo quy định trong tiêu chuẩn này.

3.3 Nhựa dầu ớt chilli

Pha loãng nhựa dầu ớt chilli trong metanol, rồi xác định capsaicinoid bằng phương pháp đo phổ theo quy định trong tiêu chuẩn này.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng phân tích, sử dụng nước cất, nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

4.1 Cacbon đen, dùng cho phép phân tích.

4.2 Metanol, loại dùng cho đo phổ.

4.3 Dung dịch metanol, thu được bằng cách trộn 70 phần thể tích metanol (4.2) với 30 phần thể tích nước.

4.4 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

4.5 Dung dịch natri hydroxit, được chuẩn bị mới, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

4.6 Tetrahydrofuran, được chưng cất mới hoặc loại dùng cho đo phổ.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể sau:

5.1 Bình định mức một vạch, dung tích 25 ml, 100 ml và 250 ml.

5.2 Máy đo phổ, chùm đơn hoặc chùm kép, thích hợp để đo độ hấp thụ ở bước sóng từ 220 nm đến 370 nm và lắp được với cuvet thạch anh có chiều dài đường quang 1 cm.

5.3 Máy khuấy từ.

5.4 Bộ lọc màng, cỡ lỗ 0,45 μm .

5.5 Thiết bị chiết liên tục, kiểu Soxhlet, có bình cầu đáy bằng dung tích 250 ml, cổ mài.

5.6 Bộ cô quay chân không.

5.7 Nồi cách thủy.

5.8 Sàng thử nghiệm, cỡ lỗ 500 μm .

5.9 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến $\pm 0,000$ 1 g.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản hoặc vận chuyển.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4889 (ISO 948)²⁾.

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Ớt chilli dạng bột

7.1.1 Kiểm tra để chắc chắn rằng toàn bộ bột ớt lọt qua sàng cỡ lỗ 500 μm (5.8). Nếu không đạt yêu cầu thì nghiền bột theo quy định trong TCVN 8960 (ISO 2825) cho đến khi thu được cỡ hạt yêu cầu, rồi đồng hóa bột.

7.1.2 Cân khoảng 10 g bột ớt đã đồng nhất (7.1.1), chính xác đến 0,01 g và chuyển định lượng vào thiết bị chiết liên tục (5.5).

7.1.3 Chiết trong 8 h, dùng 100 ml tetrahydrofuran (4.6).

Làm bay hơi dung môi càng nhiều càng tốt trong bộ cô quay chân không (5.6) dưới áp suất giảm trong bình cầu đáy tròn 250 ml trên nồi cách thủy (5.7).

7.2 Ớt chilli nguyên quả

7.2.1 Nghiền ớt theo quy định trong TCVN 8960 (ISO 2825) cho đến khi toàn bộ mẫu lọt hết qua sàng cỡ lỗ 500 μm (5.8). Đồng hóa bột sau khi sàng.

7.2.2 Cân khoảng 10 g bột đã đồng nhất (7.2.1), chính xác đến 0,01 g và chuyển định lượng vào thiết bị chiết liên tục (5.5).

²⁾ TCVN 4889:1989 (ISO 948:1980), *Gia vị – Lấy mẫu*.

TCVN 9682-1:2013

7.2.3 Chiết trong 8 h, dùng 100 ml tetrahydrofuran (4.6).

Làm bay hơi dung môi càng nhiều càng tốt trong bộ cô quay chân không (5.6) dưới áp suất giảm, trong bình cầu đáy tròn 250 ml trên nồi cách thủy (5.7).

7.3 Nhựa dầu ớt chilli

7.3.1 Đồng hóa kỹ nhựa dầu ớt chilli.

7.3.2 Cân từ 0,5 g đến 1 g nhựa dầu ớt chilli đã đồng nhất (7.3.1), chính xác đến 0,000 1 g, cho vào bình định mức 250 ml (5.1) có nắp đậy thủy tinh mài.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị dung dịch thử

8.1.1 Ớt chilli nguyên quả hoặc dạng bột

Cho từ 0,05 g đến 0,1 g cacbon đen (4.1) vào dịch chiết thu được trong 7.1.3 hoặc 7.2.3 sao cho duy trì được tỷ lệ giữa chất chiết và cacbon đen là 10.

Thêm khoảng 90 ml dung dịch metanol (4.3).

Dùng máy khuấy từ (5.3) khuấy trộn trong 30 min. Để yên dung dịch trong 5 min. Lọc qua bộ lọc màng (5.4) vào bình định mức 100 ml (5.1). Pha loãng đến vạch bằng dung dịch metanol (4.3).

Dịch lọc phải trong. Kinh nghiệm cho thấy rằng, màu vàng nhạt không ảnh hưởng đến phép xác định.

8.1.2 Nhựa dầu ớt chilli

Cho từ 0,05 g đến 0,1 g cacbon đen (4.1) vào phần mẫu thử (7.3.2) sao cho duy trì được tỷ lệ giữa nhựa dầu ớt và cacbon đen là 10.

Thêm khoảng 90 ml dung dịch metanol (4.3).

Dùng máy khuấy từ (5.3) khuấy trộn trong 30 min. Để yên dung dịch trong 5 min. Lọc qua bộ lọc màng (5.4) vào bình định mức 100 ml (5.1). Pha loãng đến vạch bằng dung dịch metanol (4.3).

Dịch lọc phải trong. Kinh nghiệm cho thấy rằng, màu vàng nhạt không ảnh hưởng đến phép xác định.

8.2 Chuẩn bị dịch pha loãng dùng cho phép đo phổ

8.2.1 Chuyển các lượng sau đây vào bình định mức 25 ml (5.1);

- 3 ml nước;

– 2 ml dung dịch axit clohydric (4.4).

Pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2).

Dung dịch này là "dung dịch axit trắng" (A).

8.2.2 Chuyển các lượng sau đây vào bình định mức 25 ml (5.1):

– 3 ml nước;

– 2 ml dung dịch natri hydroxit (4.5).

Pha loãng đến vạch bằng metanol (4.2).

Dung dịch này là "dung dịch kiềm trắng" (B).

8.2.3 Lấy ba bình định mức 25 ml (5.1) và đánh dấu lần lượt là **a1**, **a2** và **a3**. Chuyển các lượng sau đây vào mỗi bình:

– 1 ml dịch lọc thu được trong 8.1.1 hoặc 8.1.2 ,

– 2,7 ml nước;

– 2 ml dung dịch axit clohydric (4.4).

Pha loãng mỗi bình đến vạch bằng metanol (4.2).

8.2.4 Lấy ba bình định mức 25 ml (5.1) và đánh dấu lần lượt là **b1**, **b2** và **b3**. Chuyển các lượng sau đây vào mỗi bình:

– 1 ml dịch lọc thu được trong 8.1.1 hoặc 8.1.2;

– 2,7 ml nước;

– 2 ml dung dịch natri hydroxit (4.5).

Pha loãng mỗi bình đến vạch bằng metanol (4.2).

8.3 Phép đo phổ

8.3.1 Đối với máy đo phổ chùm kép

Chỉnh thiết bị về "0" bằng dung dịch metanol (4.3).

Đo các độ hấp thụ của mẫu trắng ở các bước sóng 248 nm và 296 nm bằng cách trước tiên cho dung dịch kiềm trắng (B) vào cuvet đo và dung dịch axit trắng (A) vào cuvet đối chứng.

TCVN 9682-1:2013

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch mẫu thử ở các bước sóng 248 nm và 296 nm bằng cách cho dung dịch từ bình **b1** vào cuvet đo và dung dịch từ bình **a1** vào cuvet đối chứng. Sau đó, đo lần lượt độ hấp thụ các dung dịch từ các bình **b2, a2** và từ các bình **b3, a3**.

8.3.2 Đối với máy đo phổ chùm đơn

Chỉnh thiết bị về "0" bằng dung dịch metanol (4.3).

Chỉnh lại thiết bị về "0" bằng cách thay dung dịch metanol trong cuvet đo bằng dung dịch B rồi lần lượt đo độ hấp thụ của các dung dịch từ bình **a1, a2** và **a3** ở các bước sóng 248 nm và 296 nm.

Sau đó, lần lượt đo các độ hấp thụ của dung dịch A và các dung dịch từ bình **b1, b2, b3** ở bước sóng 248 nm và 296 nm.

9 Tính kết quả

9.1 Tính hàm lượng capsaicinoid tổng số, w_{248} , bằng phần trăm khối lượng, ở bước sóng 248 nm, theo công thức sau:

$$w_{248} = \frac{(A_s - A_b) \times d}{314 \times m}$$

Trong đó

A_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử;

A_b là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng;

d là hệ số pha loãng (bằng 25×100 theo các điều kiện thao tác quy định trong tiêu chuẩn này);

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

Tiến hành pha loãng thêm khi độ hấp thụ đo được lớn hơn 0,8.

9.2 Tính hàm lượng capsaicinoid tổng số, w_{296} , bằng phần trăm khối lượng, ở bước sóng 296 nm, theo công thức sau:

$$w_{296} = \frac{(A'_s - A'_b) \times d}{127 \times m}$$

Trong đó

A'_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử;

A'_b là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng;

- d là hệ số pha loãng (bằng 25×100 theo các điều kiện thao tác quy định trong tiêu chuẩn này);
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Tiến hành pha loãng thêm khi độ hấp thụ thu được lớn hơn 0,8.

9.3 Chênh lệch giữa các kết quả của các phép đo thu được ở bước sóng 248 nm và 296 nm không được lớn hơn 10 %.

Nếu không thì lặp lại phép phân tích.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không 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 cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
