

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA



TCVN 9706:2013
ISO 711:1985

Xuất bản lần 1

NGŨ CỐC VÀ SẢN PHẨM NGŨ CỐC –
XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN CƠ BẢN)

Cereals and cereal products –
Determination of moisture content (Basic reference method)

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9706:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 711:1985;

TCVN 9706:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F1
Ngũ cốc và đậu đỗ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo Lường Chất
lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố;

Lời giới thiệu

Phương pháp chuẩn cơ bản quy định trong tiêu chuẩn này cho phép loại bỏ hoàn toàn độ ẩm ra khỏi sản phẩm và đã được chứng minh bằng phép thử thuận nghịch và phép thử bổ sung ẩm, tránh được mọi thay đổi thành phần hoá học của sản phẩm, đặc biệt là quá trình oxy hóa và hao hụt chất hữu cơ dễ bay hơi.

Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc - Xác định độ ẩm (Phương pháp chuẩn cơ bản)

Cereals and cereal products –

Determination of moisture content (Basic reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn cơ bản để xác định độ ẩm của ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc¹⁾.

Phương pháp này không áp dụng cho ngô, phương pháp dùng cho ngô được quy định trong Phụ lục của TCVN 4846 (ISO 6540), *Ngô – Phương pháp xác định hàm lượng ẩm (ngô bột và ngô hạt)*.

Phương pháp này cần sử dụng thiết bị đặc biệt và người phân tích phải có kinh nghiệm, do đó chỉ phù hợp với các phòng thử nghiệm chuyên biệt và dùng làm phương pháp đối chứng khi kiểm tra và hoàn thiện các phương pháp thông dụng để xác định độ ẩm (xem TCVN 9306 (ISO 712)). Tiêu chuẩn này không sử dụng để xử lý tranh chấp trong thương mại.

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 5451 (ISO 950)²⁾, *Ngũ cốc – Lấy mẫu (dạng hạt)*.

TCVN 9306 (ISO 712), *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định hàm lượng ẩm (Phương pháp chuẩn)*.

¹⁾ Phương pháp này đã được áp dụng tốt đối với các sản phẩm: lúa mì, gạo (thóc, gạo xát và gạo lật), đại mạch, kê, lúa mạch đen và yến mạch ở dạng hạt, hạt xay, tấm hoặc bột.

²⁾ TCVN 5451 (ISO 950) đã hủy và được thay bằng TCVN 9027 (ISO 24333), *Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Lấy mẫu*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ ẩm (moisture content)

Hao hụt khối lượng của sản phẩm, tính bằng phần trăm, trong các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Nghiền mẫu sau khi xử lý sơ bộ, nếu cần. Sấy phần mẫu thử dưới áp suất giảm, ở nhiệt độ từ 45 °C đến 50 °C và có chất hút ẩm, cho đến khi thu được khối lượng không đổi.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Cân phân tích.

5.2 Thiết bị dùng để giảm áp suất, từ 1,3 kPa đến 2,6 kPa²⁾, ví dụ: bơm nước.

5.3 Máy nghiền, có các đặc tính sau:

- được làm bằng chất liệu không hấp thụ ẩm;
- dễ làm sạch và có khoảng chết càng nhỏ càng tốt;
- có thể nghiền nhanh và cho cỡ hạt đồng đều, không tăng nhiệt đáng kể, không tiếp xúc với không khí bên ngoài;
- có thể điều chỉnh để thu được hạt nghiền có đường kính như trong 7.1.1.

5.4 Đĩa kim loại³⁾ không bị ăn mòn trong các điều kiện thử, có nắp đậy kín và có diện tích bề mặt hiệu dụng để cho phần mẫu thử phân bố thành lớp có khối lượng trên đơn vị diện tích không lớn hơn 0,3 g/cm².

5.5 Cốc, được làm bằng thủy tinh hoặc sứ.

5.6 Ống sấy⁴⁾ bằng thủy tinh, có hai phần, một phần dùng để đựng đĩa kim loại (5.4), được bịt kín, phần còn lại dùng để đựng cốc (5.5), có ống bán mao quản, có khóa, dùng để đuổi khí. Hai phần này được nối với nhau bằng khớp nối thủy tinh mài.

²⁾ 1,3 kPa đến 2,6 kPa = 13 mbar đến 26 mbar = 10 mmHg đến 20 mmHg.

³⁾ Thông tin về đĩa kim loại thích hợp, xem Hình 1.

⁴⁾ Thông tin về ống sấy, xem Hình 2.

Phần mẫu thử có thể được làm nguội trong ống này sau khi sấy, khi đó có thể không cần đến bình hút ẩm (5.9).

5.7 Tủ sấy có nhiệt độ không đổi, được đốt nóng bằng điện, để có thể duy trì ống sấy (5.6) có chứa đĩa kim loại (5.4) ở nhiệt độ từ 45 °C đến 50 °C.

5.8 Bộ phận làm khô không khí, chai rửa khi chứa axit sulfuric tinh khiết phân tích ($\rho_{20} \geq 1,83$ g/ml), được nối với một ống chứa diphospho pentaoxit tinh khiết phân tích dàn đều trên bông thủy tinh.

5.9 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm hiệu quả.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 5451 (ISO 950).

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

7.1.1 Sản phẩm không cần phải nghiền

Các sản phẩm có cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 1,7 mm, trong đó có dưới 10 % (khối lượng) có cỡ hạt lớn hơn 1 mm và có trên 50 % (khối lượng) có cỡ hạt nhỏ hơn 0,5 mm thì không cần phải nghiền trước khi xác định.

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm trước khi lấy phần mẫu thử (7.2.1).

7.1.2 Sản phẩm cần phải nghiền

Nếu mẫu có đặc tính cỡ hạt khác với quy định trong 7.1.1 thì cần phải nghiền mà không cần xử lý sơ bộ (7.1.2.1) hoặc có xử lý sơ bộ (7.1.2.2).

7.1.2.1 Nghiền mà không cần xử lý sơ bộ

Đối với các sản phẩm không thay đổi độ ẩm trong khi nghiền [nhìn chung, các sản phẩm có độ ẩm từ 7 % đến 17 % (khối lượng) (xem 9.1)]¹⁾ thì tiến hành nghiền mà không cần xử lý sơ bộ.

Chỉnh máy nghiền (5.3) để thu được hạt có cỡ như trong 7.1.1, nghiền trước một lượng nhỏ mẫu phòng thử nghiệm và loại bỏ chúng.

Sau đó, nghiền nhanh khoảng 3,5 g mẫu phòng thử nghiệm và tiến hành ngay theo 7.2.2.

¹⁾ 15 % (khối lượng) trong trường hợp là yến mạch và gạo (thóc, gạo xát và gạo lật).

7.1.2.2 Nghiền có xử lý sơ bộ

Các sản phẩm có thay đổi về độ ẩm trong khi nghiền [nhìn chung, các sản phẩm có độ ẩm lớn hơn 17 % (khối lượng)¹⁾ hoặc nhỏ hơn 7 % (khối lượng)] thì cần xử lý sơ bộ sao cho độ ẩm của chúng đạt từ 7 % đến 17 % (khối lượng)⁵⁾ [nếu có thể, đưa độ ẩm về khoảng từ 9 % đến 15 % (khối lượng) (xem 9.1)], trước khi nghiền.

Nếu độ ẩm lớn hơn 17 % (khối lượng)¹⁾ (trường hợp thường gặp hơn) thì cân khoảng 3,5 g mẫu phòng thử nghiệm, chính xác đến 0,2 mg và làm khô mẫu sơ bộ theo 7.3, nhưng thời gian làm khô phải từ 1,5 h đến 2 h (xem 9.2) và không cần phải thay mới diphospho pentaoxit.

Nếu độ ẩm nhỏ hơn 7 % (khối lượng) thì đặt khoảng 3,5 g mẫu phòng thử nghiệm, cân chính xác đến 0,2 mg, vào trong môi trường thích hợp (thường là môi trường phòng thử nghiệm) và để cho đến khi đạt được độ ẩm nằm trong các giới hạn quy định ở trên.

Sau khi xử lý sơ bộ, cân mẫu chính xác đến 0,2 mg, nghiền ngay trong máy nghiền (5.3), điều chỉnh để thu được hạt có cỡ như quy định trong 7.1.1 và tiến hành ngay theo 7.2.2.

7.2 Phân mẫu thử

7.2.1 Đối với các sản phẩm không cần nghiền, cân nhanh khoảng 3 g mẫu thử (7.1.1), chính xác đến 0,2 mg, cho vào đĩa (5.4) đã được làm khô và đã được cân trước, cùng với nắp, chính xác đến 0,2 mg.

7.2.2 Đối với sản phẩm đã được nghiền thì cân nhanh tất cả phần nghiền thu được (7.1.2.1 hoặc 7.1.2.2) cho vào đĩa (5.4) đã được làm khô và cân trước, cùng với nắp, chính xác đến 0,2 mg.

7.3 Sấy

Đặt đĩa đã mở nắp (để nắp trong bình hút ẩm) cùng với phần mẫu thử (7.2) vào phần bịt kín của ống sấy (5.6); đưa cốc (5.5) có chứa một lớp diphospho pentaoxit dày khoảng 1 cm vào sát đĩa. Nối hai phần của ống sấy với nhau và giảm áp suất trong ống đã gắn kín đến khoảng từ 1,3 kPa đến 2,6 kPa, dùng thiết bị tạo chân không (5.2); việc giảm áp suất phải được tiến hành từ từ để tránh mẫu bị rơi ra khỏi đĩa. Đóng khớp nối với thiết bị tạo chân không và đặt một phần của ống chứa phần mẫu thử vào tủ sấy (5.7) được giữ ở nhiệt độ từ 45 °C đến 50 °C (xem 9.4).

Khi diphospho pentaoxit kết tụ ở bề mặt thì thay mới sau khi phục hồi áp suất khí quyển trong ống sấy bằng dòng không khí qua bộ phận làm khô không khí (5.8), đi chậm vào ống bán mao quản. Giảm áp suất trong ống sấy trở lại và tiếp tục làm khô như trước.

Sau khoảng 100 h, lấy ống ra khỏi tủ sấy, để ống nguội đến nhiệt độ phòng thử nghiệm và khôi phục áp suất khí quyển trong ống sấy như mô tả ở trên. Tháo hai phần của ống ra, lấy nhanh đĩa ra, đậy và cân đĩa chính xác đến 0,2 mg.

Lặp lại các thao tác quy định ở trên cho đến khi thu được khối lượng không đổi (nghĩa là cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp cách nhau 48 h nhỏ hơn 0,6 mg) (xem 9.3).

7.4 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên các phần mẫu thử được lấy từ các mẫu thử khác nhau của cùng một mẫu phòng thử nghiệm.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp và công thức tính

Độ ẩm, biểu thị theo phần trăm khối lượng của sản phẩm ban đầu, được tính theo công thức sau:

a) mẫu không xử lý sơ bộ

$$(m_0 - m_1) \frac{100}{m_0}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.2.1 hoặc 7.2.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử sau khi sấy (7.3) tính bằng gam (g).

b) mẫu có xử lý sơ bộ:

$$\left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \frac{100}{m_2} = 100 \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \right)$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.2.2), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử sau khi sấy (7.3), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của mẫu lấy trước khi xử lý sơ bộ (7.1.2.2), tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của mẫu xử lý sơ bộ (7.1.2.2), tính bằng gam (g).

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai giá trị thu được, nếu thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem 8.2). Nếu không, tiến hành lặp lại các phép xác định.

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các giá trị thu được từ hai phép xác định (xem 7.4) tiến hành đồng thời hoặc nhanh do cùng một người phân tích, không được vượt quá 0,10 g ẩm trên 100 g mẫu.

CHÚ THÍCH Với hạt nhỏ, có thể thu được chênh lệch nhỏ hơn 0,05 g ẩm trên 100 g mẫu trong cùng một phòng thử nghiệm.

9 Lưu ý về quy trình

9.1 Dài độ ẩm đưa ra đối với các sản phẩm có xử lý sơ bộ trước khi nghiền tương ứng với môi trường phòng thử nghiệm có nhiệt độ khoảng 20 °C và độ ẩm tương đối từ 40 % đến 70 %. Cần điều chỉnh độ ẩm đối với các điều kiện môi trường không khí khác.

9.2 Thời gian sấy sơ bộ đưa ra chỉ để hướng dẫn. Kiểm tra cụ thể đối với dụng cụ và sản phẩm được sử dụng để có được điều kiện xử lý tối ưu.

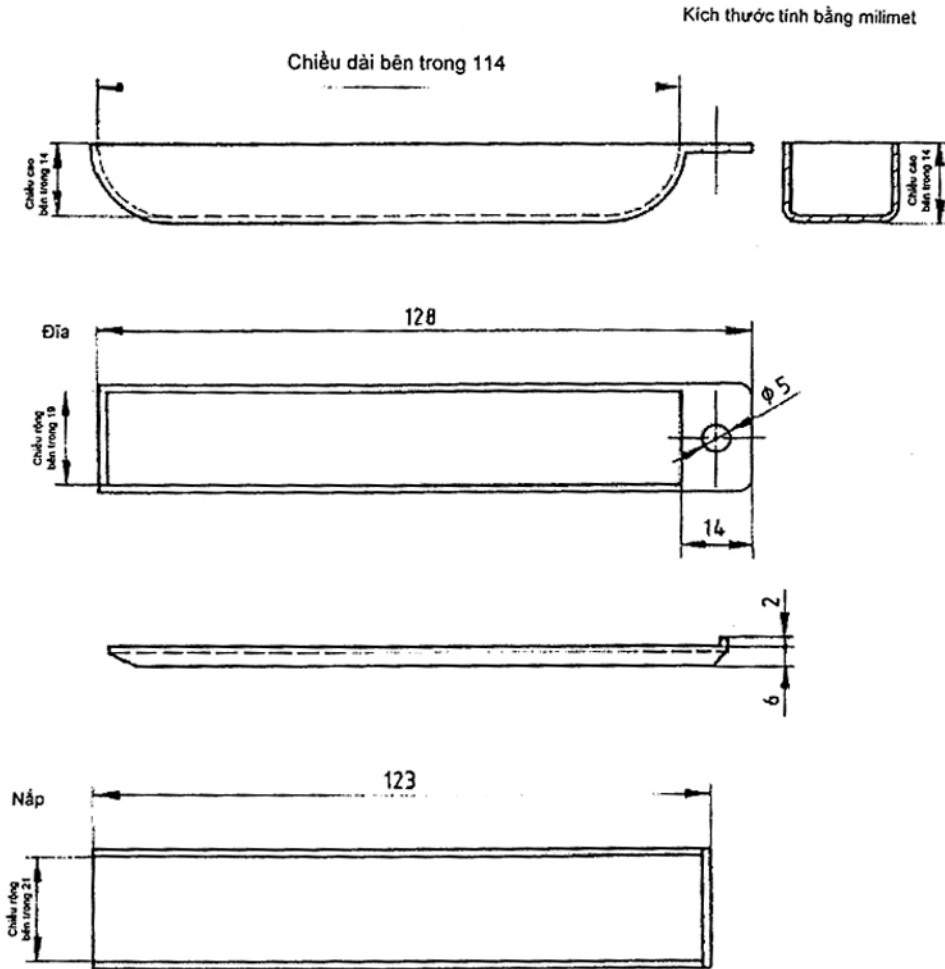
9.3 Thời gian sấy ít nhất là 150 h.

9.4 Màu sắc của diphospho pentaoxit trên bề mặt cho thấy có sự thất thoát các chất hữu cơ bay hơi từ phần mẫu thử. Với các sản phẩm đã bị suy giảm chất lượng, nếu màu trở lên đậm hơn thì cần phải giảm nhiệt khi sấy.

10 Báo cáo thử nghiệm

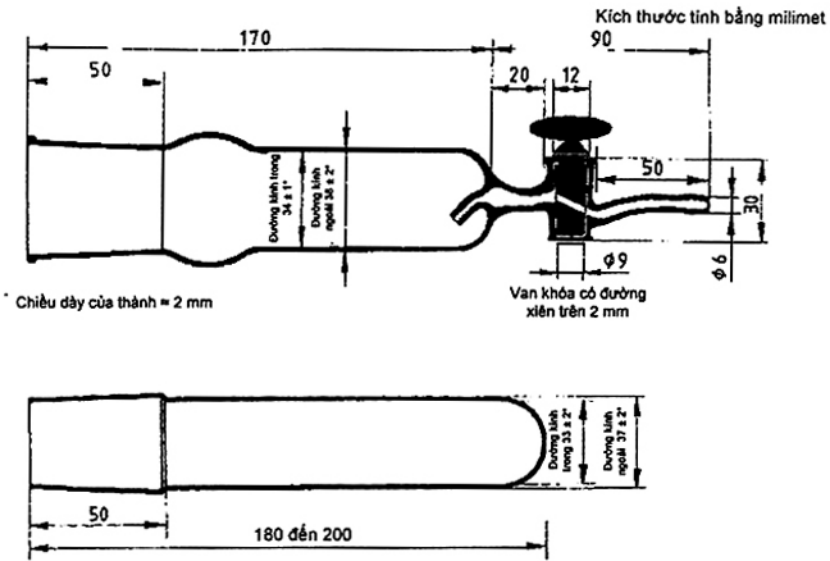
Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra phương pháp sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn cùng với các tình huống bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi chi tiết cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử và ngày tháng thực hiện phép phân tích.



CHÚ THÍCH Đĩa được vẽ trên hình có bề mặt đáy phẳng hiệu dụng là 16 cm^2 và chiều cao bên trong là 14 mm. Có thể sử dụng đĩa này cùng với ống sấy nêu trong Hình 2.

Hình 1 – Đĩa và nắp kim loại thích hợp (chỉ để hướng dẫn)



CHÚ THÍCH Ống sậy được vẽ ở đây có khớp nối thủy tinh mài 40/50 (40 mm là đường kính đáy lớn và 50 mm là chiều cao của khớp nối mài). Ống sậy này thích hợp khi sử dụng với đĩa trong Hình 1. Nút vận bên hình quả oliu có thể được thay bằng khớp nối mài.

Hình 2 – Ống sậy thích hợp (chỉ để hướng dẫn)