

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9610:2013

ISO 5502:1992

Xuất bản lần 1

KHÔ DẦU – CHUẨN BỊ MẪU THỬ

Oilseed residues – Preparation of test samples

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9610:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 5502:1992;

TCVN 9610:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2
Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Khô dầu – Chuẩn bị mẫu thử

Oilseed residues – Preparation of test samples

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn bị mẫu thử khô dầu bằng cách giã mẫu phòng thử nghiệm.

Trong tiêu chuẩn này, thuật ngữ **khô dầu** bao gồm dạng bột, bã trích ly, bã dầu ép hoặc bánh khô dầu¹⁾ thu được từ việc sản xuất các loại dầu thực vật thô từ hạt có dầu bằng cách ép hoặc chiết bằng dung môi. Thuật ngữ này không bao gồm các sản phẩm hỗn hợp.

CHÚ THÍCH 1: Việc lấy mẫu khô dầu để chuẩn bị mẫu phòng thử nghiệm được quy định trong TCVN 9609:2013 (ISO 5500:1986).

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 2230:2007 (ISO 565:1990), *Sàng thử nghiệm – Lưới kim loại, tấm đan kim loại đột lỗ và lưới đột lỗ bằng điện – Kích thước lỗ danh nghĩa*.

TCVN 4801:1989 (ISO 771:1977), *Khô dầu – Phương pháp xác định hàm lượng ẩm và các chất bay hơi*.

3 Nguyên tắc

Nghiên mẫu phòng thử nghiệm có hoặc không qua quá trình làm vỡ, nghiền, xay hoặc sấy sơ bộ. Chia mẫu thu được bằng dụng cụ thích hợp, đảm bảo rằng mẫu thử được lấy ra các phần mẫu thử đại diện cho toàn bộ mẫu phòng thử nghiệm.

¹⁾ Trong trường hợp này, thuật ngữ bánh khô dầu được sản xuất bằng máy ép thủy lực và có khối lượng khoảng 10 kg.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

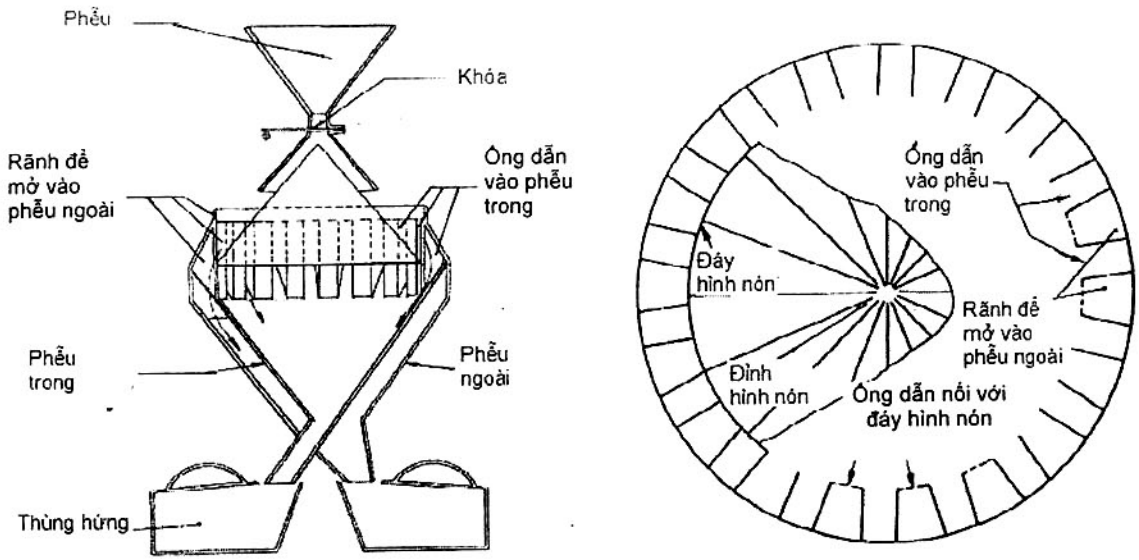
4.1 Máy nghiền cơ học, để làm sạch và cho phép nghiền khô dầu mà không làm nóng và không làm thay đổi đáng kể hàm lượng dầu, độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi, cho đến khi khô dầu lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm [hoặc 2,80 mm (xem 5.1.3.1)].

4.2 Dụng cụ nghiền, nếu cần, ví dụ chày và cối bằng sắt hoặc các dụng cụ khác để làm vỡ hoặc nghiền các loại khô dầu đến cỡ hạt phù hợp để cho vào máy nghiền cơ học (4.1).

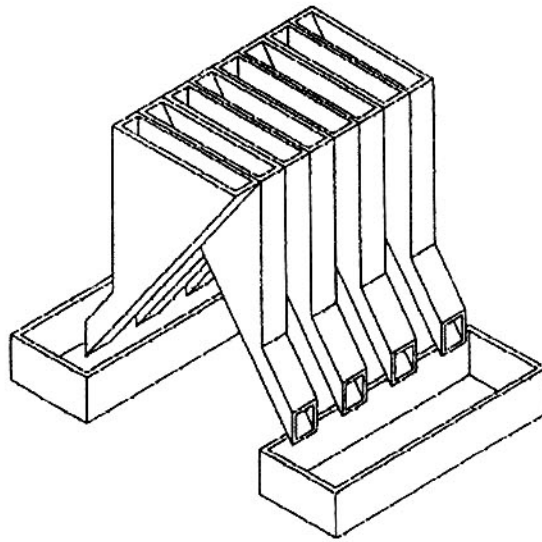
4.3 Sàng, bằng lưới kim loại có cỡ lỗ 1,00 mm và 2,80 mm, và phù hợp với các yêu cầu trong TCVN 2230 (ISO 565).

4.4 Dụng cụ chia mẫu, dụng cụ chia mẫu bốn ngăn, bộ chia mẫu hình nón (xem Hình 1), bộ chia mẫu nhiều rãnh (xem Hình 2) hoặc các dụng cụ chia mẫu khác, đảm bảo phân bố đồng đều các thành phần của mẫu phòng thử nghiệm trong mẫu thử.

4.5 Hộp chứa mẫu, phù hợp để bảo vệ mẫu thử không bị thay đổi về thành phần và có kích thước thích hợp để chứa đầy mẫu thử.



Hình 1 – Bộ chia mẫu hình nón



Hình 2 – Bộ chia mẫu nhiều rãnh

5 Cách tiến hành

Sử dụng mẫu phòng thử nghiệm như khi nhận được, tiến hành như sau.

5.1 Nghiền (trường hợp chung)

Đối với một số máy nghiền cơ học, thì việc nghiền kỹ mẫu có thể dẫn đến sự hao hụt hoặc tăng độ ẩm, chất bay hơi và quá trình nghiền được thực hiện theo Điều 6.

Nghiền mẫu càng nhanh càng tốt, để tránh mẫu tiếp xúc không cần thiết với không khí. Nếu cần, trước tiên làm vỡ hoặc nghiền các mảnh đến kích thước phù hợp cho quá trình nghiền nhỏ. Sử dụng 1/20 phần mẫu đầu tiên của mẫu phòng thử nghiệm để làm sạch máy nghiền (4.1) và để kiểm tra độ mịn của quá trình nghiền, sau đó loại bỏ phần mẫu này đi.

Điều cần thiết là mẫu được trộn kỹ trước mỗi thao tác.

5.1.1 Mẫu nghiền mịn

5.1.1.1 Nếu mẫu phòng thử nghiệm lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm (4.3), thì trộn kỹ mẫu.

5.1.1.2 Chia liên tiếp hỗn hợp bằng các dụng cụ chia mẫu thích hợp (4.4) hoặc bằng dụng cụ chia bốn ngăn có thêm dao trộn dài 25 cm cho đến khi thu được mẫu thử có khối lượng tối thiểu 100 g và khối lượng phù hợp với yêu cầu của tất cả các phép xác định.

5.1.2 Mẫu nghiền thô

5.1.2.1 Nếu mẫu phòng thử nghiệm không lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm nhưng lọt hết qua sàng cỡ lỗ 2,80 mm, thì trộn kỹ mẫu.

5.1.2.2 Nghiền cẩn thận khối lượng tối thiểu 100 g phần mẫu thử và khối lượng thích hợp cho tất cả các phép xác định trong máy nghiền cơ học (4.1) đã được làm sạch kỹ từ trước cho đến khi mẫu thử lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm.

5.1.3 Mẫu nghiền quá thô

5.1.3.1 Nếu mẫu phòng thử nghiệm quá thô, thì nghiền mẫu cẩn thận trong máy nghiền cơ học (4.1) đã được làm sạch kỹ từ trước cho đến khi mẫu lọt hết qua sàng cỡ lỗ 2,80 mm, rồi trộn kỹ mẫu.

5.1.3.2 Chia liên tiếp mẫu phòng thử nghiệm đã nghiền bằng dụng cụ chia mẫu (4.4) thích hợp cho đến khi thu được mẫu có khối lượng không nhỏ hơn 100 g và mẫu có khối lượng thích hợp cho tất cả các phép xác định. Nghiền mẫu thu được trong máy nghiền cơ học (4.1) đã được làm sạch từ trước cho đến khi mẫu lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm.

5.2 Nghiền (trường hợp đặc biệt)

5.2.1 Mẫu ẩm

Trừ các mẫu nghiền mịn (5.1.1), nếu mẫu phòng thử nghiệm quá ẩm, hoặc nếu vì lý do bất kỳ, mà các thao tác trộn và nghiền có thể dẫn đến sự hao hụt hoặc tăng độ ẩm và chất bay hơi, thì lấy mẫu để xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi ngay sau khi trộn sơ bộ theo quy trình quy định trong 5.1.2.1 hoặc ngay sau khi nghiền sơ bộ theo quy trình quy định trong 5.1.3.1.

Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi theo phương pháp quy định trong TCVN 4801 (ISO 771). Cũng có thể xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của mẫu thử đã được chuẩn bị bằng cùng một phương pháp, sao cho kết quả của các phép phân tích có thể được hiệu chỉnh về trạng thái ban đầu của mẫu theo độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi (xem Điều 6).

5.2.2 Mẫu khó nghiền

Nếu tình trạng vật lý của mẫu làm cho quá trình nghiền gặp khó khăn thì lấy mẫu để xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi ngay sau khi trộn sơ bộ theo quy trình quy định trong 5.1.2.1 hoặc ngay sau khi nghiền sơ bộ theo quy trình quy định trong 5.1.3.1.

Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi theo phương pháp quy định trong TCVN 4801 (ISO 771). Sấy mẫu cho đến khi có thể nghiền mẫu bằng chày và cối bằng sắt (4.2) hoặc bằng dụng cụ khác, sao cho mẫu lọt hết qua sàng cỡ lỗ 1,00 mm. Sau đó xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của mẫu thử đã chuẩn bị bằng cùng phương pháp, sao cho các kết quả phân tích có thể được hiệu chỉnh về trạng thái ban đầu của mẫu theo độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi (xem Điều 6).

5.2.3 Mẫu có các yêu cầu đặc biệt

5.2.3.1 Đối với việc xác định mẫu mà có yêu cầu đặc biệt về độ mịn của quá trình nghiền (ví dụ việc xác định hoạt tính ureaza) thì cần nghiền mẫu. Trong trường hợp này, chuẩn bị mẫu thử theo quy định trong 5.1, 5.2.1 hoặc 5.2.2, nhưng có thêm yêu cầu về độ mịn của mẫu nghiền.

5.2.3.2 Đối với việc chuẩn bị mẫu thử để xác định hàm lượng dung môi chiết còn lại (các hydrocarbon bay hơi) xem ISO 8892²⁾.

6 Hệ số hiệu chỉnh

6.1 Yêu cầu chung

Nếu các thao tác nghiền hoặc trộn mẫu dẫn đến sự hao hụt hoặc tăng độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi thì nên sử dụng hệ số hiệu chỉnh cho kết quả của các phép phân tích về trạng thái ban đầu của mẫu theo độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi.

²⁾ ISO 8892:1997 *Oilseed residues – Determination of total residual hexane (Khô dầu – Xác định dư lượng hexan tổng số)*.

6.2 Tính toán

Hệ số hiệu chỉnh C, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$C = \frac{100\% - U_0}{100\% - U_1}$$

Trong đó

U_0 là độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của mẫu sau khi xử lý sơ bộ như mô tả trong 5.1.2.1 hoặc 5.1.3.1; tính bằng phần trăm khối lượng (%);

U_1 là độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của mẫu thử đã chuẩn bị, tính bằng phần trăm khối lượng (%).

6.3 Sử dụng hệ số hiệu chỉnh

Nhân kết quả của các phép phân tích với hệ số hiệu chỉnh C, tính bằng phần trăm khối lượng.

7 Bảo quản mẫu thử

Chuyển ngay mẫu đã chuẩn bị vào hộp chứa mẫu (4.5) rồi đậy kín hộp.
