

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8949:2011**

**ISO 665:2000**

Xuất bản lần 1

**HẠT CÓ DẦU – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM  
VÀ HÀM LƯỢNG CHẤT BAY HƠI**

*Oilseeds – Determination of moisture and volatile matter content*

**HÀ NỘI – 2011**

**Lời nói đầu**

TCVN 8949:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 665:2000;

TCVN 8949:2011 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Hạt có dầu – Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi

*Oilseeds – Determination of moisture and volatile matter content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của hạt có dầu.

### 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).

ISO 664:1990<sup>1)</sup>, *Oilseeds – Reduction of laboratory sample to test sample (Hạt có dầu – Phương pháp lấy mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm)*.

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi (moisture and volatile matter content)**

Độ tổn thất khối lượng xác định được dưới các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi được biểu thị bằng phần trăm khối lượng [thường là % (khối lượng/khối lượng)] của khối lượng mẫu ban đầu.

### 4 Nguyên tắc

Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của phần mẫu thử được xác định trên sản phẩm như khi nhận được (hạt sạch và tạp chất) hoặc trên hạt sạch (nếu có yêu cầu), xác định được bằng cách sấy ở  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong tủ sấy ở áp suất khí quyển đến khi thu được khối lượng không đổi.

<sup>1)</sup> ISO 664:1990 hiện nay đã có phiên bản mới là ISO 664:2008.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

**5.2 Máy nghiền cơ học**, dễ dàng làm sạch, phù hợp với các loại hạt và cho phép nghiền nhanh hạt mà không làm nóng hoặc không làm thay đổi đáng kể về độ ẩm, hàm lượng chất bay hơi và hàm lượng dầu.

**5.3 Máy xát**, nếu không có sẵn máy xát thì dùng dụng cụ xát thủ công.

**5.4 Bình đáy phẳng**, bằng kim loại hoặc bằng thủy tinh, theo ý muốn của người phân tích.

Nếu sử dụng bình đáy phẳng kim loại, bình đáy phẳng phải chịu được các tác động ở các điều kiện thử nghiệm. Bình đáy phẳng có nắp đậy kín và có thể dàn đều phần mẫu thử đến khoảng 0,2 g/cm<sup>2</sup> (ví dụ bình đáy phẳng có đường kính 70 mm và cao từ 30 mm đến 40 mm). Cũng có thể sử dụng bình đáy phẳng thủy tinh có nắp đậy kín.

**5.5 Tủ sấy điện**, khống chế nhiệt độ ổn định và thông gió tốt, có thể điều chỉnh được sao cho nhiệt độ không khí và các ngăn đựng mẫu thử ở vùng lân cận mẫu thử trong khoảng từ 101 °C đến 105 °C.

**5.6 Bình hút ẩm**, chứa chất làm khô hữu hiệu như phospho (V) oxit, silicagen, nhôm hoạt tính, v.v... và được trang bị một đĩa gốm để làm nguội nhanh các bình đáy phẳng (5.4).

## 6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 8946 (ISO 542) [1].

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

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

**7.1 Chuẩn bị mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm** theo ISO 664. Nếu có một lượng lớn tạp chất không dầu được tách ra trước khi giảm mẫu phòng thử nghiệm, thì trừ đi tạp chất này trong công thức tính (xem 9.2). Tùy theo yêu cầu của hợp đồng, lấy một lượng mẫu như khi nhận được hoặc sau khi tách tạp chất.

**7.2 Đối với cùi dừa khô**, xát sản phẩm bằng thủ công hoặc tốt nhất là dùng máy xát (5.3) để xử lý mẫu. Khi mẫu được xát bằng thủ công, thì không xát tất cả mẫu phân tích, nhưng phải đại diện cho mẫu thử và khi kết thúc cần xem xét đến cỡ và màu sắc của các mảnh vụn khác nhau.

Độ dài của các mảnh sau khi xát có thể lớn hơn 2 mm, nhưng không quá 5 mm. Trộn kỹ các mảnh vụn và tiến hành xác định ngay.

**7.3** Đối với các hạt cỡ trung bình (như hạt lạc, v.v...) trừ hạt rum, hạt hướng dương, hạt đậu tương và hạt bông có dính xơ, thì nghiền mẫu thử trong máy nghiền (5.2) đã được làm sạch trước, cho đến khi kích thước phần lớn các mảnh hạt thu được không lớn hơn 2 mm. Loại bỏ các mảnh hạt đầu tiên (khoảng một phần hai mươi mẫu). Thu lấy các mảnh hạt còn lại, trộn kỹ và tiến hành xác định ngay.

**7.4** Các hạt cỡ nhỏ (hạt lanh, hạt cải dầu, hạt gai dầu, v.v...) cũng như hạt rum, hạt hướng dương, hạt đậu tương và hạt bông có dính xơ được phân tích mà không cần nghiền trước.

## **8 Cách tiến hành**

### **8.1 Phần mẫu thử**

**8.1.1** Sấy trước bình đáy phẳng cùng với nắp trong 1 h ở 103 °C rồi cho vào bình hút ẩm trước khi cân. Cân bình đáy phẳng (xem 5.4) cùng với nắp chính xác đến 0,001 g, sau khi mở nắp trong bình hút ẩm (xem 5.6) ít nhất 30 min ở nhiệt độ phòng thử nghiệm.

**8.1.2** Sau đó cân vào bình đáy phẳng, chính xác đến 0,001 g,

- hoặc 5 g  $\pm$  0,5 g sản phẩm đã nghiền (xem 7.2) đối với cùi dừa khô, hoặc bột thô (xem 7.3) hoặc hạt cỡ trung bình trừ hạt rum, hạt hướng dương, hạt đậu tương hoặc hạt bông có dính xơ.
- hoặc 5 g đến 10 g hạt nguyên đối với hạt rum, hạt hướng dương, hạt đậu tương, hạt bông có dính xơ, hoặc những hạt cỡ nhỏ.

Dàn đều phần mẫu thử trên toàn bộ đáy của bình cầu đáy phẳng và đáy nắp. Cân cả bình đáy phẳng, nắp và phần mẫu thử chính xác đến 0,001 g.

**8.1.3** Thực hiện các thao tác trên càng nhanh càng tốt để tránh bất kỳ thay đổi đáng kể nào về độ ẩm.

### **8.2 Phép xác định**

Cho bình đáy phẳng chứa phần mẫu thử đã mở nắp vào tủ sấy (xem 5.5) đặt ở 103 °C  $\pm$  2 °C. Đóng tủ lại. Sau 3 h (12 h đến 16 h đối với hạt bông có dính xơ) thời gian được tính từ thời điểm nhiệt độ lên tới 103 °C thì mở tủ sấy. Đậy ngay nắp bình đáy phẳng lại và đặt vào bình hút ẩm. Làm nguội bình đến nhiệt độ phòng thử nghiệm càng nhanh càng tốt, sau đó cân bình đáy phẳng chính xác đến 0,001 g.

Cho lại bình đáy phẳng đã mở nắp và nắp vào tủ sấy. Sau 1 h, lặp lại các thao tác đậy nắp, làm nguội và cân bình.

## TCVN 8949:2011

Nếu chênh lệch giữa hai lần cân là bằng hoặc nhỏ hơn 0,005 g (đối với 5 g phần mẫu thử), thì kết thúc phép xác định. Nếu không, tiếp tục để phần mẫu thử khoảng 1 h trong tủ sấy, đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp là bằng hoặc nhỏ hơn 0,005 g.

Không cho sản phẩm bị ẩm vào tủ sấy cùng với sản phẩm gần khô, vì sẽ làm sản phẩm gần khô ẩm trở lại một phần.

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

## 9 Biểu thị kết quả

9.1 Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi,  $w$ , tính bằng phần trăm khối lượng mẫu nhận được, theo công thức:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Trong đó:

$m_0$  là khối lượng của bình đáy phẳng, tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng của bình đáy phẳng và phần mẫu thử trước khi sấy, tính bằng gam (g);

$m_2$  là khối lượng của bình đáy phẳng và phần mẫu thử đã sấy, tính bằng gam (g).

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định (8.2) nếu chênh lệch giữa các kết quả nhỏ hơn 0,2 % (phần khối lượng). Nếu không, xác định lại trên hai phần mẫu thử khác nhau. Nếu phép xác định này lại vượt quá 0,2 g trên 100 g mẫu, thì lấy kết quả là trung bình cộng của bốn phép xác định, với điều kiện chênh lệch tối đa giữa các kết quả riêng lẻ không vượt quá 0,5 g trên 100 g mẫu.

Báo cáo kết quả đến một chữ số thập phân.

9.2 Nếu trước khi phân tích, tạp chất lớn không dầu được tách ra khỏi mẫu (xem 7.1), thì nhân kết quả thu được ở 9.1 với:

$$\frac{100\% - X}{100\%}$$

Trong đó  $X$  là phần trăm khối lượng tạp chất lớn không dầu được tách ra khỏi hạt ban đầu nhận được trước khi phân tích.

9.3 Nếu tiến hành xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi trên hạt sạch, thì tính độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi theo công thức nêu trong 9.1.

## 10 Độ chụm

### 10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được đưa ra trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị nồng độ và chất nền đã nêu.

### 10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập thu được sử dụng cùng một phương pháp trên cùng một vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị trong khoảng thời gian ngắn nhất, không được quá 5 % trường hợp lớn hơn các giá trị sau (giá trị tuyệt đối):

- đối với hạt cải dầu                                    0,2 %;
- đối với hạt đậu tương                                0,4 %;
- đối với hạt hướng dương                           0,2 %.

### 10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả của hai phép thử đơn lẻ, thu được sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do nhiều người thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không được quá 5 % trường hợp lớn hơn các giá trị sau (giá trị tuyệt đối):

- đối với hạt cải dầu                                    0,4 %;
- đối với hạt đậu tương                                2,0 %;
- đối với hạt hướng dương                           0,4 %.

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- tất cả thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn đến tiêu chuẩn này;

## **TCVN 8949:2011**

- tất cả các chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn, cùng với các chi tiết bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thu được (trung bình cộng của hai phép xác định nếu đã kiểm tra các điều kiện lặp lại) chỉ rõ kết quả thể hiện "độ ẩm" của hạt nhận được hoặc "độ ẩm" của hạt sạch.



## Phụ lục A

(Tham khảo)

**Kết quả của các phép thử liên phòng thử nghiệm về xác định độ ẩm  
và hàm lượng chất bay hơi của hạt cải dầu, hạt hướng dương và hạt đậu tương**

**A.1 Hạt cải dầu**

Một phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành tại Pháp vào năm 1986/1987. Gồm có 15 phòng thử nghiệm tham gia và mỗi phòng thử nghiệm đã thực hiện phép phân tích lặp lại hai lần cho mỗi mẫu thử (xem Bảng A.1).

**Bảng A.1 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm trên hạt cải dầu**

	Vòng 1	Vòng 2	Vòng 3
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi loại trừ ngoại lệ	14	12	15
Giá trị trung bình của hạt nguyên, %	7,83	8,27	9,06
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , của hạt nguyên, %	0,04	0,10	0,05
Hệ số biến thiên độ lặp lại, %	0,5	1,1	0,5
Giới hạn lặp lại, $r$ [ $2,8 \times s_r$ ], của hạt nguyên, %	0,12	0,27	0,13
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , của hạt nguyên, %	0,16	0,20	0,13
Hệ số biến thiên độ tái lập, %	2,0	2,5	1,5
Giới hạn tái lập, $R$ [ $2,8 \times s_R$ ], của hạt nguyên %	0,44	0,58	0,38

**A.2 Hạt hướng dương**

Phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành tại Pháp, năm 1986/1987. Gồm có 15 phòng thử nghiệm tham gia và mỗi phòng thử nghiệm đã thực hiện phép phân tích lặp lại hai lần cho mỗi mẫu thử (xem Bảng A.2).

**Bảng A.2 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm trên hạt hướng dương**

	Vòng 1	Vòng 2	Vòng 3
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi loại trừ ngoại lệ	10	14	13
Giá trị trung bình của hạt nguyên, %	7,32	7,79	8,29
Độ lệch chuẩn lặp lại của hạt nguyên, $s_r$ , %	0,06	0,08	0,09
Hệ số biến thiên độ lặp lại, %	0,8	1,1	1,1
Giới hạn lặp lại của hạt nguyên, $r [2,8 \times s_r]$ , %	0,16	0,24	0,25
Độ lệch chuẩn tái lập của hạt nguyên, $s_R$ , %	0,07	0,13	0,18
Hệ số biến thiên độ tái lập, %	0,9	1,6	2,2
Giới hạn tái lập của hạt nguyên, $R [2,8 \times s_R]$ , %	0,19	0,36	0,51

### A.3 Hạt đậu tương

Hai phép thử liên phòng thử nghiệm ở cấp quốc tế do Centre technique interprofessionnel des oléagineux métropolitains (CETIOM) tiến hành tại Pháp.

Các kết quả thử nghiệm thu được đã được phân tích thống kê phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) [2] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) [3] cho dữ liệu về độ chụm nêu trong Bảng A.3 và Bảng A.4.

Phép thử lần thứ nhất được tiến hành vào năm 1996. Gồm có 13 phòng thử nghiệm tham gia, với 3 mẫu hạt đậu tương và mỗi phòng thử nghiệm đã thực hiện phép phân tích lặp lại hai lần cho mỗi mẫu thử (xem Bảng A.4).

Phép thử lần thứ hai được tiến hành vào năm 1997. Gồm có 13 phòng thử nghiệm tham gia, với 3 mẫu đậu tương và mỗi phòng thử nghiệm đã thực hiện phép phân tích lặp lại hai lần cho mỗi mẫu thử (xem Bảng A.4).

**Bảng A.3 – Kết quả của phép thử lần thứ nhất**

<b>Mẫu</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	11	11	11
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi loại trừ ngoại lệ	9	10	8
Giá trị trung bình, %	5,18	3,86	16,16
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,084	0,080	0,065
Hệ số biến thiên độ lặp lại, %	1,62	2,069	0,402
Giới hạn lặp lại, $r [2,8 \times s_r]$ , %	0,238	0,226	0,184
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	0,262	0,466	0,399
Hệ số biến thiên độ tái lập, %	5,059	12,072	2,469
Giới hạn tái lập, $R [2,8 \times s_R]$ , %	0,742	1,319	1,129

**Bảng A.4 – Kết quả của phép thử lần thứ hai**

<b>Mẫu</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	13	13	13
Số lượng phòng thử nghiệm được giữ lại sau khi loại trừ ngoại lệ	12	13	13
Giá trị trung bình, %	12,60	18,01	13,20
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,061	0,147	0,092
Hệ số biến thiên độ lặp lại, %	0,486	0,815	0,697
Giới hạn lặp lại, $r [2,8 \times s_r]$ , %	0,173	0,415	0,260
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	0,312	1,252	0,544
Hệ số biến thiên độ tái lập, %	2,478	6,95	4,118
Giới hạn tái lập, $R [2,8 \times s_R]$ , %	0,884	3,542	1,538

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 8946 (ISO 542), *Hạt có dầu – Lấy mẫu.*
  - [2] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc chung và định nghĩa.*
  - [3] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
-