

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8948:2011

ISO 659:2009

Xuất bản lần 1

**HẠT CÓ DẦU – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DẦU
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

Oilseeds – Determination of oil content (Reference method)

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8948:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 659:2009;

TCVN 8948:2011 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 hàm lượng dầu (Phương pháp chuẩn)

Oilseeds - Determination of oil content (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng chất chiết bằng hexan (hoặc chất chiết bằng dầu nhẹ), được gọi là "hàm lượng dầu" của hạt có dầu dùng làm nguyên liệu trong công nghiệp. Quy trình thực hiện đối với hạt hướng dương khác với quy trình thực hiện đối với hạt có dầu khác vì phải cần thêm phép xác định độ ẩm của hạt sau khi nghiền để chuẩn bị mẫu thử.

Phương pháp này đã được thử nghiệm trên hạt cải dầu, hạt đậu tương và hạt hướng dương. Tuy nhiên, phương pháp này cũng có thể áp dụng cho các loại hạt thương phẩm khác.

Có thể phân tích riêng hạt sạch và tạp chất (xem 9.4), khi cần. Trong trường hợp hạt lạc (xem 10.1.6), hạt sạch, phần vụn tổng số, tạp chất không dầu và tạp chất có dầu có thể được phân tích riêng.

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 8947 (ISO 658), *Hạt có dầu – Xác định hàm lượng tạp chất.*

TCVN 8949 (ISO 665), *Hạt có dầu – Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi.*

ISO 664, *Oilseeds – Determination 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 thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Chất chiết bằng hexan (hexane extract)

"Hàm lượng dầu" (oil content)

Tất cả các chất chiết được dưới các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này, biểu thị bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm như khi nhận được, hoặc trên hạt đã làm sạch.

CHU THÍCH Khi cần, chất chiết có thể được biểu thị theo chất khô.

4 Nguyên tắc

Dầu được chiết ra khỏi phần mẫu thử bằng hexan hoặc dầu nhẹ trong các thiết bị thích hợp. Dung môi được loại bỏ ra khỏi chất chiết và cân chất chiết được. Do tính chất đa dạng của các loại hạt, nên có một số thay đổi về quy trình thực hiện đối với các loại hạt khác nhau.

5 Thuộc thử

5.1 Hexan kỹ thuật, *n*-hexan hoặc dầu nhẹ, về cơ bản gồm các hydrocacbon với sáu nguyên tử cacbon, trong đó ít hơn 5 % chung cất được dưới 40 °C và nhiều hơn 95 % chung cất được trong dải từ 40 °C đến 60 °C hoặc từ 50 °C đến 70 °C và có trị số brom nhỏ hơn 1. Phần còn lại sau khi bay hơi không được vượt quá 2 mg/100 ml.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến ± 0.001 g.

6.2 Máy nghiền cơ học, để làm sạch, phù hợp với bản chất của hạt có dầu và cho phép nghiền hạt có dầu với cỡ hạt đồng đều mà không làm nóng hay thay đổi đáng kể độ ẩm, hàm lượng chất bay hơi hoặc hàm lượng dầu.

CHU THÍCH Các loại máy nghiền sau đây cho thấy đáp ứng được yêu cầu.

- máy nghiền phong thử nghiệm Christy & Norris 8¹*, có tấm đục lỗ hoặc kiểu lưới tùy thuộc vào loại hạt (ví dụ tấm đục lỗ 0.8 mm, lưới cỡ lỗ 3 mm và 6 mm, xem 8.3.2, 8.3.3 và 8.3.4);
- máy nghiền ly tâm Retsch ZM 200¹, có lưới cỡ lỗ 1 mm dùng cho hạt hướng dương hoặc lưới khác tùy thuộc loại hạt.

Các loại máy nghiền khác có thể đáp ứng được yêu cầu, với điều kiện là phải thỏa mãn các tiêu chí nói trên.

* Máy nghiền Christy & Norris 8¹ và Retsch ZM 200 là ví dụ về các sản phẩm phù hợp bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn, còn trong tiêu chuẩn này không ấn định phải sử dụng chúng.

6.3 Máy nghiền micro. có thể nghiền hạt có đầu đến cỡ hạt nhỏ hơn 160 μm . với "vỏ" hạt thì cỡ hạt có thể đạt 400 μm . Các loại máy nghiền cá phê và các loại máy nghiền cát tương tự không được sử dụng như máy nghiền micro.

CHÚ THÍCH Máy nghiền bi gồm có một ống thép không gỉ thể tích xấp xỉ 120 ml và các viên bi thép có đường kính 1 cm, 2 cm và 3 cm (nặng khoảng 7 g, 30 g và 130 g), tùy thuộc vào mẫu cần nghiền và sử dụng bộ phận rung lắc mạnh, được coi là thích hợp.

Nếu máy nghiền micro và vách ngăn của nó được thiết kế để sử dụng các dung môi, thì có thể cho một lượng nhỏ (khoảng 20 ml) dung môi vào bình chứa để tăng tốc độ chiết.

6.4 Ống chiết (xenluloza) và bông sợi, không chứa chất hòa tan trong hexan hoặc dầu nhẹ.

6.5 Thiết bị chiết phù hợp, được nối với bình cầu dung tích từ 200 ml đến 250 ml.

Thiết bị chiết thẳng, ví dụ kiểu Butt, Smalley hoặc Bolton-Williams, được ưa chuộng hơn vì lý do an toàn và cho hiệu quả chiết cao hơn.

Việc dùng các thiết bị chiết khác cần dựa vào các kết quả thử nghiệm trên một chất chuẩn đã biết hàm lượng dầu để khẳng định tính thích hợp của thiết bị. Nếu dùng thiết bị chiết Soxhlet kiểu ống si phông, vì lý do an toàn, nên sử dụng bình cầu 250 ml và thể tích dung môi phải dùng tối thiểu là 150 ml. Dung môi này sẽ cản trở sự sôi mạnh trên ống si phông, nếu không có thể gây ra tổn thất dung môi và/hoặc một phần mẫu thử.

6.6 Đá bọt, dạng viên nhỏ, hoặc các hạt chống sôi khác, được sấy khô trong tủ sấy ở $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ và được làm nguội trong bình hút ẩm.

6.7 Thiết bị để loại dung môi ra khỏi ống chiết một cách an toàn (ví dụ, trong dòng khí trơ)

CẢNH BÁO – Quá trình này cần được tiến hành trong tủ hút.

6.8 Bể đun nóng bằng điện (bể cát, nồi cách thủy, vỏ gia nhiệt v.v...) hoặc **bếp điện.**

6.9 Tủ sấy điện, kiểm soát nhiệt độ ổn định, có thể duy trì ở $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$. Tủ sấy phải có khả năng dùng được ở áp suất khí quyển hoặc áp suất giảm (xem 9.3.3).

6.10 Bình hút ẩm, chứa các chất làm khô hiệu quả (ví dụ silicagel, với chỉ thị da cam, hoặc P_2O_5).

6.11 Tủ sấy điện, có thể duy trì nhiệt độ ở $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ (đối với hạt bông, xem 8.3.6).

6.12 Bình kim loại, đáy phẳng, đường kính 100 mm và cao khoảng 40 mm.

7 Lấy mẫu

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

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.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Chuẩn bị mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm

Chuẩn bị mẫu thử 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 10.1.5). Tùy theo yêu cầu của hợp đồng, lấy một lượng mẫu như khi nhận được hoặc sau khi tách tạp chất.

8.2 Sấy sơ bộ

8.2.1 Độ ẩm của phần mẫu thử (xem 9.2) phải nhỏ hơn 10 % khối lượng khi bắt đầu quá trình chiết dầu (xem 9.3).

CHÚ THÍCH Khi không tuân theo các yêu cầu này có thể dẫn đến kết quả không chính xác và phép phân tích không có giá trị.

Sử dụng phương pháp sàng lọc nhanh để đánh giá độ ẩm của mẫu phòng thử nghiệm (xem 8.1). Nếu độ ẩm lớn hơn 10 %, thì giảm độ ẩm xuống dưới 10 % bằng cách sấy mẫu thử (xem 8.1) trên bình kim loại trong tủ sấy được duy trì ở nhiệt độ nhỏ hơn 80 °C. Bảo quản mẫu thử đã sấy sơ bộ trong bình kín khí. Xác định độ ẩm của mẫu thử đã sấy và mẫu ban đầu theo phương pháp nêu trong TCVN 8949 (ISO 665) và đưa phần này vào công thức tính kết quả (xem 10.1.8).

8.3 Mẫu thử

8.3.1 Các lưu ý ban đầu

Điều quan trọng là việc chiết dầu được tiến hành trong vòng 30 min sau khi nghiền, đặc biệt là khi xác định hàm lượng axit béo tự do của dầu chiết được.

Cẩn thận rửa sạch các máy nghiền trước và sau khi nghiền mỗi một mẫu. Vét hết phần mẫu dính vào máy nghiền cho vào phần mẫu đã nghiền.

CHÚ THÍCH Các thuật ngữ "hạt" hoặc "nhân" là nói đến cả hạt hoặc nhân còn nguyên và các mảnh vỡ của chúng.

8.3.2 Hạt cọ

Vỏ được coi là một phần của tạp chất, kể cả khi dính liền với hạt. Vỏ và các chất bẩn được tách định lượng ra khỏi hạt trước khi phân tích.

Vỏ rất cứng và khó nghiền. Nếu hạt và tạp chất được nghiền lẫn, thì hầu như không thể thu được mẫu thử đồng nhất. Nếu cần hàm lượng dầu của toàn bộ mẫu thử nhận được, thì tiến hành phân tích riêng hạt và tạp chất (vỏ và các chất bẩn) và tính hàm lượng dầu (xem 10.1.3).

Chuẩn bị mẫu thử bằng cách nghiền riêng rẽ 600 g hạt đã được trộn đều và tất cả vỏ, chất bẩn đã tách riêng khi định lượng tạp chất theo phương pháp nêu trong TCVN 8947 (ISO 658).

Các kỹ thuật nghiền sau được xem là phù hợp:

- đối với hạt sạch: máy nghiền cơ học (6.2) có lưới cỡ lỗ 6 mm;
- đối với vỏ và tạp chất: nghiền 10 min trong máy nghiền micro (6.3) dùng viên bi thép có đường kính 3 cm

8.3.3 Cùi dừa khô (và lạc)

Làm đông lạnh toàn bộ mẫu thử trước khi nghiền trong máy nghiền cơ học (6.2).

Máy nghiền cơ học có lưới cỡ lỗ 6 mm được coi là thích hợp. Chiều dài của các mảnh phải xấp xỉ 2 mm nhưng không được lớn hơn 5 mm. Trộn kỹ và tiến hành xác định ngay.

Cần thận để tránh làm ngưng tụ ẩm trên mẫu trong khi nghiền và sau khi nghiền.

8.3.4 Hạt cỡ lớn và hạt cỡ trung bình (hạt hạnh nhân, hạt cây bơ, hạt lạc, hạt đậu tương v.v..., nhưng không bao gồm hạt hướng dương và hạt bông)

Nghiền mẫu thử trong máy nghiền cơ học (6.2) cho đến khi phần lớn kích thước các mảnh hạt thu được nhỏ hơn 2 mm. Loại bỏ các mảnh hạt đầu tiên (khoảng một phần hai mươi mẫu), gộp các mảnh hạt còn lại, trộn kỹ và tiến hành xác định ngay.

Các kỹ thuật nghiền sau được xem là thích hợp:

- đối với đậu tương: máy nghiền cơ học có tấm đục lỗ 0,8 mm hoặc lưới cỡ lỗ 1 mm;
- đối với hạt lạc: máy nghiền cơ học có lưới cỡ lỗ 3 mm (với các mẫu chứa nhiều hơn 45 % dầu, thì cần thận để tránh tạo thành khối nhão).
- các hạt khác: máy nghiền cơ học có lưới cỡ lỗ 6 mm.

Việc nghiền hạt có nhiều dầu thường dễ dàng hơn nếu được làm đông lạnh trước ở nhiệt độ từ -10 °C đến -20 °C, nhưng phải cẩn thận để tránh sự ngưng tụ ẩm trên hạt trong khi nghiền và sau khi nghiền.

8.3.5 Hạt hướng dương

Xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của hạt hướng dương (nhận được) trên hạt nguyên theo TCVN 8949 (ISO 665), thực hiện chính xác các bước sấy theo phương pháp trong TCVN 8949 (ISO 665). Ghi lại kết quả độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi này (U_1).

Nghiền mẫu thử trong máy nghiền cơ học (6.2). Trong thời gian nghiền, phải cho từ từ các hạt hướng dương vào máy để tránh tạo thành khối nhão. Máy nghiền cơ học có lưới cỡ lỗ 1 mm được xem là thích hợp. Nếu không dùng máy nghiền loại có lưới, thì sàng qua sàng cỡ lỗ 2 mm và nghiền lại phần không lọt qua sàng cho đến khi thu được kích thước của các mảnh hạt không lớn hơn 2 mm. Thu lấy tất cả các mảnh lọt qua sàng, trộn kỹ và tiến hành xác định ngay độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi theo TCVN 8949 (ISO 665), thực hiện chính xác các bước sấy theo TCVN 8949 (ISO 665).

Ghi lại độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi trên hạt đã nghiền (U_2) và tiến hành chiết dầu trên hạt đã nghiền theo quy định trong Điều 9.

8.3.6 Hạt bông

Cân khoảng 15 g mẫu như khi nhận được, chính xác đến 1 mg, cho vào bình kim loại (6.12) đã được trừ bì. Đặt bình và mẫu hạt vào tủ sấy (6.11) đã được làm nóng trước đến 130 °C và để yên sấy trong 2 h ở (130 ± 2) °C. Sau đó, lấy bình ra khỏi tủ sấy và để nguội trong không khí 30 min. Chuyển toàn bộ phần mẫu thử vào máy nghiền (6.2) và nghiền để làm vỡ hạt và xơ bông. Chuyển mẫu nghiền vào ống chiết (6.4) và tiến hành phép xác định.

8.3.7 Hạt cỡ nhỏ (hạt lanh, hạt cải dầu, .v.v.)

Lấy khoảng 100 g phần mẫu đại diện từ mẫu như khi nhận được và nghiền trong máy nghiền (6.2) sao cho toàn bộ các hạt đều vỡ. Cần chắc chắn rằng tất cả phần mẫu còn sót lại trong máy nghiền được lấy cho vào khối mẫu nghiền và trộn kỹ. Chú ý không làm hao hụt độ ẩm của mẫu thử đã nghiền.

Thời gian nghiền và tốc độ nghiền (nếu thay đổi) phải được xác định trước cho từng loại máy và loại hạt cụ thể. Quá trình nghiền không được tách phần "thịt" và "vỏ" hạt, mẫu thử không được sinh dầu và ít nhất 95 % khối lượng mẫu thử phải lọt qua sàng cỡ lỗ 1 mm.

Nếu cần thu được hàm lượng dầu trong hạt không có tạp chất, thì loại bỏ tạp chất theo phương pháp nêu trong TCVN 8947(ISO 658) và chuẩn bị ít nhất 30 g hạt "sạch" (gồm cả hạt vỡ), vì đối với các hạt rất nhỏ như hạt vừng thực tế khó để chuẩn bị 100 g.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Tiến hành hai phép xác định riêng rẽ theo 9.2 và 9.3, kiểm tra sự thỏa mãn về độ lặp lại (xem 11.2). Nếu không, lập lại phép xác định trên hai phần mẫu thử khác nhau được lấy từ mẫu thử mới được

chuẩn bị (xem 8.3). Nếu chênh lệch vẫn vượt quá giá trị nêu trong 11.2, thì lấy kết quả là trung bình cộng của bốn phép xác định, với điều kiện chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả riêng rẽ không vượt quá 1,50 % giá trị tuyệt đối.

9.2 Phần mẫu thử

9.2.1 Cân (10 ± 0.5) g mẫu thử đã nghiền (xem 8.3), chính xác đến 1 mg. Đối với việc xử lý tạp chất, xem 9.4.

9.2.2 Chuyển phần mẫu thử sang ống chiết (6.4) trong vòng 30 min kể cả thời gian nghiền, dùng một nùi bông sợi (xem 6.4) đã được làm ẩm bằng dung môi (5.1) để chuyển hết mẫu nghiền từ hộp cân sang ống chiết. Dùng nùi bông sợi này để nút ống chiết.

9.3 Phép xác định

9.3.1 Chuẩn bị bình cầu

Cân bình cầu (6.5) có chứa một vài viên đá bọt (6.6) đã sấy khô trước trong tủ sấy và làm nguội trong bình hút ẩm, chính xác đến 1 mg.

9.3.2 Chiết bằng dung môi

9.3.2.1 Yêu cầu chung

Thời gian quy định cho ba lần chiết (xem 9.3.2.2, 9.3.2.3 và 9.3.2.4) có thể thay đổi chút ít (ví dụ khoảng ± 10 min). Không kéo dài thời gian chiết (ví dụ qua đêm).

9.3.2.2 Chiết lần thứ nhất

Đặt ống chiết (6.4) có chứa phần mẫu thử vào trong thiết bị chiết (6.5). Rót vào bình cầu một lượng dung môi (5.1) cần thiết. Lắp bình cầu vào thiết bị chiết trên bề đun nóng bằng điện hoặc trên bếp điện (6.8). Tiến hành đun nóng sao cho tốc độ hồi lưu ít nhất là 3 giọt trên giây (đun sôi vừa phải không để sôi quá mạnh).

Sau khi chiết trong 4 h, làm nguội. Tháo ống chiết ra khỏi thiết bị chiết và đặt ống chiết vào trong dòng không khí để loại bỏ phần lớn dung môi còn lại (xem 6.7).

9.3.2.3 Chiết lần thứ hai

Đổ hết lượng chứa trong ống chiết vào ống hình trụ của máy nghiền micro (xem 6.3) và nghiền trong 7 min. Đối với hầu hết các loại hạt, sử dụng sáu viên bi thép đường kính 1 cm trong ống hình trụ 150 ml còn đối với các hạt bông có dính xơ, sử dụng ba viên bi thép đường kính 2 cm là thích hợp.

TCVN 8948:2011

Cho lại hỗn hợp vào trong ống chiết. sử dụng một miếng bông sợi nhỏ để lấy hết các mảnh hạt còn sót lại ra khỏi thiết bị nghiền vào ống chiết. Đặt ống chiết trở lại vào thiết bị chiết và chiết lại thêm 2 h, sử dụng cùng một bình cầu chứa dịch chiết, chiết lần thứ nhất. Để cạn và làm nguội, rồi tháo ống chiết và loại bỏ hầu hết dung môi theo cùng một cách như trên (xem 9.3.2.2).

9.3.2.4 Chiết lần thứ ba

Lặp lại quá trình nghiền như trên. Cho lại hỗn hợp vào trong ống chiết, làm sạch thiết bị nghiền như trên (xem 9.3.2.3) và đặt lại ống chiết vào trong thiết bị chiết. Chiết như trên (xem 9.3.2.2) trong 2 h, sử dụng cùng một bình cầu.

9.3.3 Loại bỏ dung môi và cân chất chiết

Loại bỏ phần lớn dung môi ra khỏi bình cầu bằng cách chưng cất trên bể đun nóng bằng điện hoặc trên bếp điện. Thúc đẩy việc loại bỏ các dung môi bằng cách thổi không khí hoặc tốt nhất là bằng khí trơ (ví dụ như khí nitơ hoặc cacbon dioxit) vào trong bình cầu trong khoảng thời gian ngắn. Loại hết dung môi còn lại bằng cách làm nóng bình cầu từ 30 min đến 60 min trong tủ sấy (6.9) ở $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ ở áp suất khí quyển hoặc ở 80°C trong điều kiện chân không.

Đối với hạt có dầu có nhiều axit bay hơi (củi dừa khô, hạt cọ .v. v.), thì làm khô chất chiết ở áp suất khí quyển và ở nhiệt độ tối đa là 80°C .

Để làm khô hoàn toàn hoặc khô một phần dầu, thì tốt nhất là loại bỏ dung môi còn lại bằng cách sấy dưới áp suất giảm.

Đối với hạt có dầu không chứa axit lauric, khi có sẵn tủ sấy chân không thì loại bỏ dung môi bằng cách làm nóng ở 80°C trong điều kiện chân không.

Làm nguội bình cầu trong bình hút ẩm (6.10) đến nhiệt độ môi trường xung quanh ít nhất 1 h, rồi cân chính xác đến 1 mg.

Làm nóng lại bình cầu trong tủ sấy (6.9) ở $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$, áp suất khí quyển hoặc ở nhiệt độ tối đa là

80°C trong điều kiện chân không từ 20 min đến 30 min, làm nguội rồi cân lại.

Chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không được vượt quá 5 mg. Nếu không lặp lại việc làm nóng, để nguội rồi cân cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 5 mg. Ghi lại khối lượng cuối cùng của bình cầu.

Nếu có sự tăng đáng kể về khối lượng (trên 5 mg), thì sự oxy hóa do sấy dầu có thể đã xảy ra và cần tiến hành thêm một phép xác định. thực hiện các biện pháp để loại oxy.

9.3.4 Hàm lượng tạp chất của dầu chiết được

Dầu chiết được phải trong, nếu không, thì cần xác định hàm lượng tạp chất. Để xác định hàm lượng tạp chất, hòa tan chất béo trong dung môi được dùng để chiết. Sau đó lọc qua giấy lọc đã được sấy khô trước ở (103 ± 2) °C đến khối lượng không đổi. Rửa sạch giấy lọc vài lần bằng cùng một dung môi để lấy hết dầu. Sấy lại ở (103 ± 2) °C đến khối lượng không đổi. Để nguội và cân giấy lọc trong bình chứa có nắp đậy thích hợp. Chính kết quả tương ứng.

9.4 "Hàm lượng dầu" của tạp chất

Để xác định "hàm lượng dầu" của tạp chất, tiến hành phân tích theo cùng một cách như đối với các hạt có dầu nhưng có những sửa đổi như sau:

- phần mẫu thử từ 5 g đến 10 g;
- chỉ chiết một lần trong khoảng 4 h là cần thiết, có sai số nhỏ trong "hàm lượng dầu" của sản phẩm như khi nhận được có thể bỏ qua.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Phương pháp tính

10.1.1 Yêu cầu chung

Trong tất cả các trường hợp, lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định (xem 9.1), biểu thị đến một chữ số thập phân.

10.1.2 Xác định trên sản phẩm nhận được (trừ hạt hướng dương)

"Hàm lượng dầu", w , của sản phẩm nhận được, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

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

Trong đó:

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử (xem 9.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của chất chiết đã sấy khô (xem 9.3.3), tính bằng gam (g).

10.1.3 Xác định "hàm lượng dầu" trên sản phẩm như khi nhận được đối với hạt hướng dương

"Hàm lượng dầu" w của hạt hướng dương, tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm như khi nhận được, theo công thức:

TCVN 8948:2011

$$w = \frac{m_2 \times (100 - U_1)}{m_1 \times (100 - U_2)} \times 100$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng của mẫu thử (xem 9.2), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của chiết đã sấy khô (xem 9.3.3), tính bằng gam (g);

U_1 là phần trăm khối lượng của nước và chất bay hơi xác định được trên toàn bộ hạt nhận được (xem 8.3.5) theo TCVN 8949 (ISO 665);

U_2 là phần trăm khối lượng của nước và chất bay hơi xác định được trên phần mẫu thử đã nghiền (xem 8.3.5) theo TCVN 8949 (ISO 665).

10.1.4 Hạt cọ

Hàm lượng dầu (và axit béo tự do) của sản phẩm như khi nhận được, được tính từ các phép phân tích riêng rẽ của hạt và tạp chất.

Công thức nêu trong 10.1.2 được dùng để tính "hàm lượng dầu" của hạt và tạp chất khi hạt và tạp chất được phân tích riêng rẽ (xem 9.4).

Trong trường hợp "hàm lượng dầu", w_0 , tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm như khi nhận được (hạt và tạp chất), theo công thức:

$$w_0 = w_1 - \left[\frac{P}{100} \times (w_1 - w_2) \right]$$

Trong đó:

w_1 là phần trăm khối lượng dầu của hạt sạch;

w_2 là phần trăm khối lượng dầu của tạp chất;

P là phần trăm khối lượng tạp chất có trong sản phẩm như khi nhận được.

10.1.5 Trường hợp đã tách các tạp chất lớn không dầu trước khi phân tích (xem 8.1)

Đối với trường hợp này, "hàm lượng dầu", w_n , tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm như khi nhận được, theo công thức:

$$w_n = w \times \left[\frac{100 - x}{100} \right]$$

Trong đó:

w là phần trăm khối lượng của dầu có trong sản phẩm như khi nhận được (được tính theo công thức 10.1.2 hoặc 10.1.3 là thích hợp);

x là phần trăm khối lượng của tạp chất lớn không dầu tách được ra khỏi sản phẩm ban đầu nhận được.

10.1.6 Hạt lạt

"Hàm lượng dầu", w , của sản phẩm nhận được, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$w = w_1 - \left[\frac{\rho + l_o + l_n}{100} \right] (w_1 - w_2)$$

Trong đó:

ρ là phần trăm khối lượng của phần vụn tổng số;

l_o là phần trăm khối lượng của tạp chất có dầu;

l_n là phần trăm khối lượng của tạp chất không dầu;

w_1 là phần trăm khối lượng dầu của hạt sạch;

w_2 là phần trăm khối lượng dầu của tạp chất.

Nếu phép thử được tiến hành trên mẫu thử nhận được, thì tính "hàm lượng dầu" theo 10.1.2.

10.1.7 "Hàm lượng dầu" được tính theo hàm lượng chất khô

"Hàm lượng dầu", w_o , tính bằng hàm lượng chất khô, theo công thức:

$$w_o = w_o \times \left[\frac{100}{100 - U} \right]$$

Trong đó:

w_o là phần trăm khối lượng của dầu có trong sản phẩm như khi nhận được;

U là phần trăm khối lượng của nước và chất bay hơi xác định được theo TCVN 8949 (ISO 665).

10.1.8 "Hàm lượng dầu" được tính theo độ ẩm đã quy định bất kỳ

Có thể cần chuyển đổi hàm lượng dầu của mẫu xác được tại một độ ẩm quy định sang một giá trị độ ẩm khác, ví dụ, nếu mẫu thử đã được sấy khô một phần trước khi được cân. Trong trường hợp này công thức tính như sau:

$$w' = w \times \left[\frac{100 - U'}{100 - U} \right]$$

Trong đó

w là "hàm lượng dầu" tại độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi U ;

w' là "hàm lượng dầu" tại độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi U' .

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết phép thử liên phòng thử nghiệm để xác định độ chụm của phương pháp được tóm tắt trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không được áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập thu được bằng cùng một phương pháp trên cùng vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị giới hạn lặp lại r được nêu trong Bảng A.1.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả của hai phép thử đơn lẻ thu được bằng cùng một phương pháp trên cùng vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau do những người thực hiện khác nhau, sử dụng thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị giới hạn tái lập R được nêu trong Bảng A.1.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

a) tất cả thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu thử;

- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn trong tiêu chuẩn này;
- d) dung môi đã dùng;
- e) 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 nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- f) chỉ rõ kết quả thu được, chỉ rõ kết quả biểu thị "hàm lượng dầu" của sản phẩm như khi nhận được hoặc "hàm lượng dầu" theo chất khô của hạt hoặc nhân khi đã loại bỏ tạp chất hoặc theo độ ẩm đặc trưng hoặc theo hàm lượng chất khô;
- g) nếu kiểm tra độ lặp lại, thì lấy kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Các kết quả của các phép thử liên phòng thử nghiệm về xác định hàm lượng dầu

Các phép thử liên phòng thử nghiệm cấp quốc tế do Hiệp hội Liên bang về Dầu, Hạt có dầu, các Chất béo (FOSFA) thực hiện phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) thực hiện trên hạt cải dầu (năm 2000), hạt đậu tương (năm 1998) và hạt hướng dương (năm 2000 và năm 2005). Các kết quả được nêu trong Bảng A.1

Bảng A.1 – Kết quả phép thử nghiệm liên phòng thử nghiệm

Thông số	Hạt cải dầu	Hạt đậu tương	Hạt hướng dương	Hạt hướng dương
Số lượng các phòng thử nghiệm tham gia	29	42	51	59
Số lượng các phòng thử nghiệm còn lại sau khi loại trừ ngoại lệ	29	40	51	54
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm	58	80	102	108
Giá trị "hàm lượng dầu" trung bình, % (khối lượng)	43,06	19,38	44,10	45,52
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,10	0,07	0,13	0,14
Hệ số biến thiên độ lặp lại, $CV(r)$	0,23	0,38	0,29	0,31
Giới hạn lặp lại, r	0,27	0,20	0,36	0,40
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,55	0,38	0,49	0,62
Hệ số biến thiên độ tái lập, $CV(R)$	1,28	1,97	1,12	1,36
Giới hạn tái lập, R	1,54	1,07	1,38	1,73

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.*
-