

Lời nói đầu

TCVN 6537:2007 thay thế TCVN 6537:1999;

TCVN 6537:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 1446:2001;

TCVN 6537:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F16
Cà phê và sản phẩm cà phê biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn
Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ
công bố.

Cà phê nhân – Xác định hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn)

Green coffee – Determination of water content (Basic reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng nước của cà phê nhân.

Phương pháp này được dùng làm chuẩn để kiểm tra và hoàn thiện các phương pháp thông dụng để xác định hàm lượng nước của cà phê nhân.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 6539 (ISO 4072), Cà phê nhân đóng bao – Lấy mẫu.

TCVN 6928:2007 (ISO 6673:2003), Cà phê nhân – Xác định hao hụt khối lượng ở 105 °C.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng nước của cà phê nhân (water content of green coffee)

Sự hao hụt khối lượng của cà phê khi hơi nước thoát ra để cân bằng với không khí có áp suất hơi nước bằng zero (0), trong điều kiện tránh được các phản ứng gây cản trở.

CHÚ THÍCH 1 Theo cách hiểu hiện nay thì sự hao hụt khối lượng này tương ứng với hàm lượng nước thực tế của cà phê nhân.

CHÚ THÍCH 2 Hàm lượng nước được biểu thị theo phần trăm khối lượng của sản phẩm [trước đây được biểu thị theo % (tính theo khối lượng)].

4 Nguyên tắc

Sự hao hụt khối lượng được xác định khi sản phẩm (được sấy sơ bộ trong trường hợp nhân quá ẩm) trước đó đã được nghiền nhỏ nhưng không làm thay đổi hàm lượng nước, được đưa về cân bằng với môi trường không khí khan ở nhiệt độ $48\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và áp suất $2,0\text{ kPa} \pm 0,7\text{ kPa}$ ¹⁾.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích.

5.1 Axit sulfuric, $\rho_{20} \geq 1,83\text{ g/ml}$.

5.2 Phospho (V) oxit (P_2O_5).

6 Thiết bị và dụng cụ

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

6.1 Thiết bị hút khí, để giảm áp suất xuống còn $2,0\text{ kPa} \pm 0,7\text{ kPa}$ (ví dụ: máy bơm nước).

6.2 Máy nghiền, bằng vật liệu không hút ẩm và:

- dễ làm sạch, có khoảng trống nhỏ nhất;
- cho phép nghiền nhanh, đồng đều và sinh nhiệt càng ít càng tốt và không tiếp xúc với không khí bên ngoài;
- có thể điều chỉnh để thu được sản phẩm nghiền có trên 90 % các hạt có đường kính nhỏ hơn 1 mm và trên 50 % hạt có đường kính nhỏ hơn 0,5 mm.

6.3 khay kim loại, chống ăn mòn, có nắp đậy khít, diện tích bề mặt hữu ích của khay đủ khả năng chứa đều phần mẫu thử sao cho khối lượng trên đơn vị diện tích không quá $0,3\text{ g/cm}^2$.

¹⁾ Nghĩa là: $20\text{ mbar} \pm 7\text{ mbar}$ hoặc (khoảng) 10 mmHg đến 20 mmHg .

Ví dụ về loại khay thích hợp được nêu trong phụ lục A.

6.4 Thuyền bằng sứ hoặc bằng thủy tinh, có chứa phospho (V) oxit (P_2O_5) (5,2).

Diện tích bề mặt hữu ích của thuyền ít nhất cũng tương đương với diện tích của khay kim loại (6.3).

6.5 Ống sấy, bằng thủy tinh, gồm 2 phần, một phần có thể đặt vừa khay (6.3), được chốt kín một đầu, phần còn lại có thể đặt vừa thuyền (6.4), có chứa ống bán mao dẫn với van đóng để hút chân không.

Hai phần được nối với nhau bằng khớp nối thủy tinh mài. Một ví dụ về ống sấy thích hợp được nêu trong phụ lục A.

6.6 Tủ sấy đốt nóng bằng điện giữ nhiệt độ không đổi, hoặc bất kỳ hệ thống khác có thể đưa ống sấy (6.5) có chứa khay (6.3) đến nhiệt độ sấy $48\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

6.7 Chai rửa bằng khí, chứa axit sulfuric (5.1).

6.8 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 0,0001 g.

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Đánh giá sơ bộ hàm lượng nước của mẫu

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm thu được theo quy định trong TCVN 6539 (ISO 4072), không làm thay đổi hàm lượng nước.

Sử dụng phương pháp thông dụng qui định trong TCVN 6928:2007 (ISO 6673:2003) hoặc bằng phương pháp nhanh thích hợp để xác định sơ bộ hàm lượng nước.

7.2 Lấy mẫu

Lấy nhanh từ 3 g đến 4 g cà phê nhân. Nếu mẫu có chứa tạp chất nặng (đinh, đá, mẩu gỗ...) thì loại bỏ mẫu này và lấy một lượng khác từ mẫu phòng thử nghiệm.

Xử lý riêng rẽ từng lượng cà phê nhân lấy ra từ mẫu phòng thử nghiệm để làm mẫu thử bao gồm cả việc sấy sơ bộ (7.3) và nghiền nhỏ (7.4).

7.3 Sấy sơ bộ

7.3.1 Nếu đánh giá sơ bộ (7.1) cho thấy hàm lượng nước lớn hơn 11 % (phần khối lượng) thì sấy mẫu thử trước khi nghiền, vì mẫu còn quá ẩm sẽ khó nghiền và bị mất nước trong quá trình nghiền.

7.3.2 Cho mẫu thử (7.2) vào khay kim loại (6.3) đã được sấy khô, biết trước khối lượng và cân mẫu chính xác đến 0,000 2 g.

7.3.3 Đặt khay kim loại vào phần ống sấy (6.5) không có van đóng. Trong phần ống sấy có van đóng thì đặt thuyền (6.4) đã phủ một lớp phospho (V) oxit (5.2) dày khoảng 10 mm và nối hai phần ống với nhau bằng khớp thủy tinh mài đã được bôi trước một lớp dầu nhờn thích hợp. Nối ống sấy từ phần van đóng vào thiết bị hút khí (6.1) và giảm áp suất không khí trong ống xuống khoảng $2,0 \text{ kPa} \pm 0,7 \text{ kPa}$ (xem 6.1). Đóng van, lấy thiết bị hút khí ra và đặt phần ống có chứa khay kim loại vào trong một trong những cửa mở của tủ sấy (6.6), phần chứa thuyền sứ vẫn để ngoài tủ sấy.

7.3.4 Sau khi sấy được khoảng từ 2 giờ đến giờ, lấy ống ra khỏi tủ và để nguội. Đảm bảo rằng áp suất trong thiết bị đủ thấp để giữ nguyên khớp thủy tinh mài. Cho không khí đã được sấy khô trước vào ống bằng cách cho bột khí đi qua axit sulfuric (5.1) đựng trong chai rửa bằng khí (6.7). Mở ống, lấy khay kim loại ra, đẩy kín nắp khay và cân ngay, chính xác đến $0,0002 \text{ g}$.

CHÚ Ý Khí áp suất trong ống bắt đầu giảm hoặc tăng trở lại, thì nên cho không khí đi qua từ từ để tránh làm xáo động các phần tử bột trong đó (điều này có thể đạt được, ví dụ bằng cách sử dụng ống bán mao dẫn).

7.3.5 Nếu cho thấy hàm lượng nước của mẫu phân tích đã giảm xuống dưới 11 %, thì tiến hành nghiên cứu ngay (7.4).

7.3.6 Nếu hàm lượng nước vẫn còn quá cao thì thay phospho (V) oxit vào thuyền sứ, lặp lại việc sấy như mô tả ở trên cho đến khi hàm lượng nước của mẫu phân tích còn khoảng từ 8 % đến 10 %.

Sấy sơ bộ là nhằm làm cho sản phẩm cân bằng ẩm với môi trường phòng thử nghiệm có nhiệt độ từ $18 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $25 \text{ }^\circ\text{C}$ và độ ẩm tương đối từ 50 % đến 80 %. Nếu những điều kiện này về môi trường khác đi thì cần phải thay đổi lại điều kiện của việc sấy sơ bộ mẫu thử.

7.4 Nghiên cứu mẫu

Cho mẫu thử (7.2) hoặc nếu đã sấy sơ bộ thì cho lượng đựng trong khay kim loại (xem 7.3) vào máy nghiên cứu (6.2). Nghiên cứu **Chuyển ngay** phần mẫu thử sang công đoạn sấy cuối cùng.

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

Cho toàn bộ bột thu được bằng máy nghiên cứu (7.4) vào khay kim loại (6.3) đã được sấy khô và cân trước. Đậy nắp ngay và cân chính xác đến $0,0002 \text{ g}$.

8.2 Xác định

Tiến hành như hướng dẫn trong 7.3.3. Thay phospho (V) oxit mới khi nó đã hết hoạt tính.

CHÚ Ý Quan sát phospho (V) oxit xem còn hoạt tính hay không. Nếu hết hoạt tính (khi tiếp xúc với da thấy lạnh như băng giá...) thì thay phospho (V) oxit mới.

Sau 80 giờ đến 100 giờ, tiến hành cân như hướng dẫn trong 7.3.4.

Tiếp tục sấy cho đến khi khối lượng không đổi (nghĩa là chênh lệch giữa hai lần cân trong vòng 48 giờ nhỏ hơn 0,0005 g).

CHÚ THÍCH Sấy ở $48 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi, thông thường từ 150 giờ đến 200 giờ.

8.3 Số lần xác định

Tiến hành ít nhất hai lần xác định, mỗi lần trên một mẫu thử riêng biệt (7.2).

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Hàm lượng nước của mẫu thu được, w , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính bằng công thức sau đây:

a) Đối với mẫu không sấy sơ bộ:

$$w = (m_2 - m_3) \times \frac{100}{m_2} \%$$

b) Đối với mẫu đã sấy sơ bộ:

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

trong đó

m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu phân tích trước khi sấy sơ bộ (7.3.2), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của mẫu thử sau khi sấy sơ bộ (7.3.4), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử đã nghiền (có thể sấy sơ bộ hoặc không) (8.1), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của phần mẫu thử sau khi sấy (8.2), tính bằng gam.

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định, thoả mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem điều 10).

9.2 Phương pháp tính khác

9.2.1 Sấy sơ bộ

Sự hao hụt khối lượng, w_1 , do một phần nước của sản phẩm bị mất qua quá trình sấy sơ bộ (7.3), được biểu thị bằng gam trên 100 g mẫu, được tính bằng công thức sau đây:

$$w_1 = (m_0 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \%$$

trong đó

m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu phân tích trước khi sấy sơ bộ (7.3.2), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của mẫu thử sau khi sấy sơ bộ (7.3.4), tính bằng gam.

9.2.2 Sấy công đoạn cuối

Sự hao hụt nước, w_2 , qua công đoạn sấy cuối cùng (8.2), được biểu thị bằng gam trên 100 g cả phê bột, tính bằng công thức sau đây:

$$w_2 = (m_2 - m_3) \times \frac{100}{m_2} \%$$

trong đó

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử đã nghiền (có thể sấy sơ bộ hoặc không) (8.1), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của phần mẫu thử sau khi sấy (8.2), tính bằng gam.

9.2.3 Hàm lượng nước không sấy sơ bộ

Hàm lượng nước của mẫu thu được, w , được biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức sau đây:

$$w = w_2$$

9.2.4 Hàm lượng nước có sấy sơ bộ

Hàm lượng nước của mẫu thu được, w , được biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức sau đây:

$$w = w_1 + w_2 \times \frac{w_1 w_2}{100} \%$$

10 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá 0,2 g nước trên 100 g mẫu.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử nghiệm đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì nêu hai kết quả thử nghiệm cuối cùng thu được.

Phụ lục A

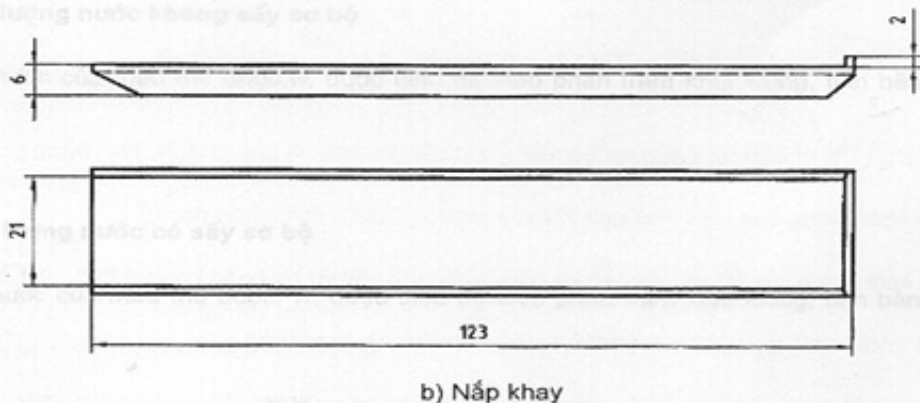
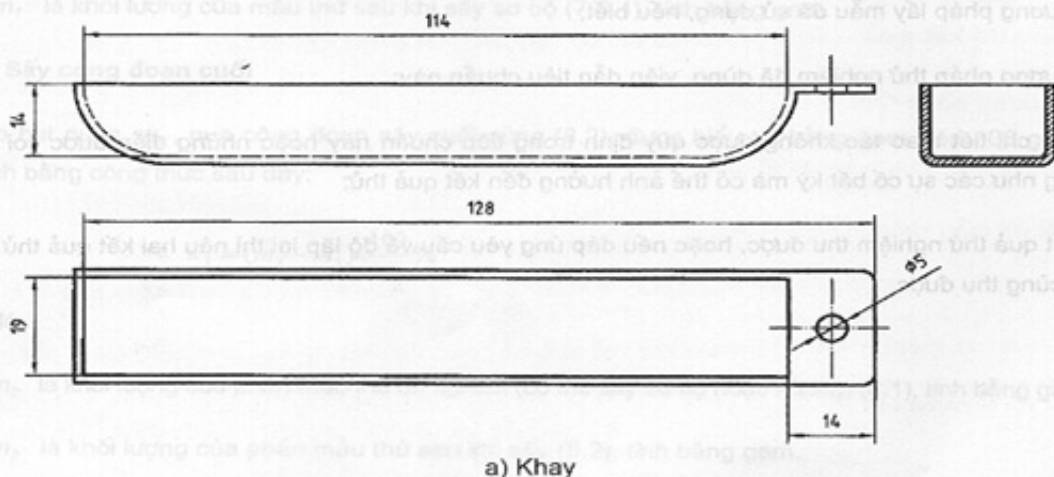
(tham khảo)

Các ví dụ về khay và ống sấy thích hợp

A.1. Khay (6.3)

Khay nêu trong hình A.1 có đáy bằng, với bề mặt diện tích hữu ích 16 cm² và chiều cao bên trong 14 mm. Khay này có thể dùng với ống sấy trong hình A2. Ở tay cầm của khay có lỗ tròn đường kính 5 mm để có thể kéo khay ra khỏi ống sấy.

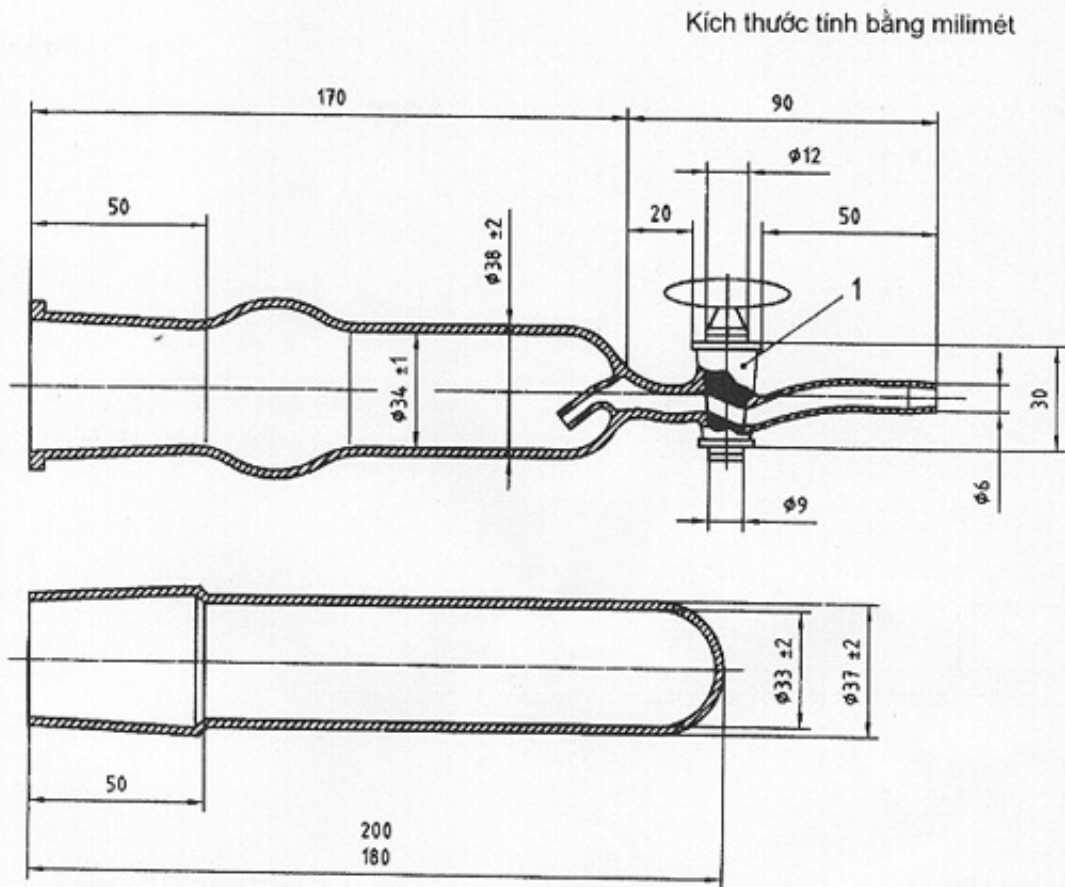
Kích thước tính bằng milimét



Hình A.1 – Hình vẽ của khay kim loại và nắp thích hợp (chỉ để tham khảo)

A.2 Ống sậy (6.5)

Ống sậy trong hình A.2 có khớp nối bằng thủy tinh mài kích thước 40/50 (đường kính 40 mm, chiều dài của phần khớp nối 50 mm) để nối thông hai khoang. Ống sậy này thích hợp để sử dụng cùng với khay nêu trong hình A.1. Đầu nối với nhánh bên của vòi khoá có thể được thay bằng khớp nối thủy tinh mài.



Chú giải

1 Vòi khoá có lỗ khoan nghiêng 2 mm.

Hình A.2 – Hình vẽ của ống sậy thích hợp (chỉ để tham khảo)