

TCVN 6537 : 1999

ISO 1446 : 1978

CÀ PHÊ NHÂN - XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM
(PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)

*Green coffee - Determination of moisture content
(Basic reference method)*

HÀ NỘI - 1999

Lời nói đầu

TCVN 6537 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 1446 : 1978

TCVN 6537 : 1999 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 và được Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

Cà phê nhân – Xác định độ ẩm (phương pháp chuẩn)

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

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định độ ẩm của cà phê nhân.

Chú thích – Phương pháp này được biên soạn thành tiêu chuẩn để kiểm tra và hoàn thiện các phương pháp thích hợp, dùng làm phương pháp thông thường để xác định độ ẩm cà phê nhân (TCVN 6536 : 1999).

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6536 : 1999 (ISO 1447) Cà phê nhân. Xác định độ ẩm (phương pháp thông thường).

TCVN 6539 : 1999 (ISO 4072) Cà phê nhân đóng bao – Lấy mẫu.

Định nghĩa

Độ ẩm của cà phê nhân là sự hao hụt khối lượng của cà phê nhân khi hơi nước thoát ra để cân bằng với không khí có áp suất hơi nước bằng không (0), trong điều kiện sao cho sẽ tránh được các phản ứng gây cản trở.

Theo cách hiểu hiện nay thì hao hụt khối lượng được coi là độ ẩm thực của cà phê nhân.

Độ ẩm được biểu thị bằng phần trăm (%) khối lượng của cà phê nhân được tính bằng phần trăm khối lượng sản phẩm.

4 Nguyên tắc

Xác định lượng mất về khối lượng khi sản phẩm thoát ẩm ra môi trường không khí khan, có nhiệt

TCVN 6537 : 1999

độ $48 \pm 2^\circ\text{C}$ và khí áp $2,0 \pm 0,7\text{kPa}^1$. Trường hợp cà phê nhân quá ẩm thì cần sấy sơ bộ, trước khi tiến hành xác định độ ẩm và sản phẩm trước đó đã được nghiền nhỏ nhưng không làm thay đổi độ ẩm của chúng.

5 Thiết bị và dụng cụ

5.1 Thiết bị hút khí để giảm khí áp môi trường xuống còn $2,0 \pm 0,7\text{ kPa}$ (thí dụ : dùng máy bơm nước).

5.2 Máy nghiền, làm bằng vật liệu không hút ẩm, và :

- Dễ làm sạch, có khoảng trống nhỏ nhất;
- Cho phép nghiền nhanh và đồng đều nhưng không làm nóng máy;
- 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.

5.3 khay kim loại², chống ăn mòn, có nắp đậy khít, diện tích bề mặt hữu ích của khay đủ khả năng chứa đều mẫu với lượng không nhiều hơn $0,3\text{ g/cm}^2$.

5.4 Thuyền bằng sứ hoặc bằng thủy tinh có chứa photpho (V) oxit (P_2O_5) thuộc loại thuốc thử. Diện tích bề mặt hữu ích của thuyền ít nhất cũng tương đương với diện tích của khay kim loại (5.3).

5.5 Ống sấy³ bằng thủy tinh, gồm 2 phần : một phần có thể đặt vừa khay (5.3), được chốt kín một đầu, phần còn lại có thể đặt vừa thuyền sứ (5.4), có chứa ống bần mao dẫn với van đóng để hút chân không. Hai phần được nối với nhau bằng khớp thủy tinh mài.

5.6 Lò sấy điện giữ nhiệt độ không đổi, hoặc hệ thống bất kỳ có thể đặt vừa phần ống sấy (5.5) có chứa khay (5.3) để nâng nhiệt độ sấy lên $48 \pm 2^\circ\text{C}$.

5.7 Chai rửa bằng ga có chứa axit sunfuric thuộc loại thuốc thử có tỷ khối (hoặc khối lượng riêng) $\rho_{20} \geq 1,83\text{ g/ml}$.

5.8 Cân phân tích

6 Cách tiến hành

¹ Tức là $20 \pm 7\text{ mBar}$ hoặc tương ứng với $10 \div 29\text{ mmHg}$.

² Xem điều A1 của phụ lục (chỉ để hướng dẫn).

³ Xem điều A2 của phụ lục (chỉ để hướng dẫn).

6.1 Chuẩn bị mẫu

Trộn kỹ mẫu thí nghiệm đã lấy theo TCVN 6539 : 1999 nhưng không làm thay đổi độ ẩm của mẫu.

6.1.1 Đánh giá sơ bộ độ ẩm của mẫu

Xác định độ ẩm theo TCVN 6536 : 1999 hoặc bằng một phương pháp xác định nhanh thích hợp.

6.1.2 Mẫu phân tích

Lấy nhanh một lượng cà phê nhân khoảng 3g - 4g. Nếu trong đó có chứa tạp chất nặng (đinh, sỏi, đá, mẩu gỗ ...) thì loại bỏ mẫu này và lấy mẫu thí nghiệm khác.

Mỗi lượng cà phê nhân lấy ra từ mẫu thí nghiệm để làm mẫu phân tích, phải được xử lý riêng biệt kể cả sấy sơ bộ (6.1.3) và nghiền nhỏ (6.1.4).

6.1.3 Sấy sơ bộ

Nếu đánh giá sơ bộ (6.1.1) cho thấy độ ẩm lớn hơn 11% thì sấy mẫu phân tích trước khi nghiền, vì mẫu còn quá ẩm sẽ khó nghiền và bị thất thoát độ ẩm trong quá trình nghiền.

Đặt mẫu phân tích (6.1.2) vào khay kim loại (5.3) đã được sấy khô và cân trước, cân mẫu với độ chính xác đến 0,0002 g.

Đặt khay kim loại vào phần ống sấy (5.5) không có van đóng. Trong phần ống sấy có van đóng thì đặt thủy sứ (5.4) đã phủ một lớp photpho (V) oxit dày khoảng 10 mm và nối hai phần ống với nhau bằng khớp thủy tinh mài đã được bôi một lớp dầu nhờn thích hợp. Nối ống sấy từ phần van đóng vào thiết bị hút khí (5.1) và giảm áp suất không khí trong ống xuống khoảng $2,0 \pm 0,7$ kPa (xem 8.1). Đóng van, lấy thiết bị hút khí ra, đặt phần ống có chứa khay kim loại vào trong một nồi trong những cửa mở của lò sấy (5.6), phần chứa thủy sứ để ngoài lò sấy.

Sau khi sấy từ 2h đến 3h, lấy ống ra khỏi lò và để nguội. Đảm bảo rằng áp suất trong ống thấp xuống mức vừa đủ để bảo vệ khớp thủy tinh mài không bị vỡ. Cho không khí đã được sấy khô vào ống bằng cách cho bọt khí đi qua axit sunfuric đựng trong ống rửa (5.7). Mở ống sấy, lấy khay kim loại ra, đậy kín nắp khay rồi cân ngay với độ chính xác đến 0,0002 g.

Nếu hao hụt khối lượng cho thấy rằng độ ẩm của mẫu phân tích đã giảm xuống dưới 11% (m/m), tiến hành nghiền ngay (6.1.4).

Nếu độ ẩm vẫn còn quá cao làm lại bằng cách cho photpho (V) oxit (P_2O_5) vào đĩa sứ, sấy sơ bộ lại như hướng dẫn ở trên cho đến khi độ ẩm của mẫu phân tích còn khoảng 8%-10% (m/m) (xem 8.2).

6.1.4 Nghiền mẫu

Cho mẫu phân tích (6.1.2), hoặc mẫu được sấy sơ bộ từ khay kim loại (6.1.3) vào máy nghiền (5.2). Nghiền nhỏ. Chuyển ngay phần mẫu thử sang sấy công đoạn cuối.

6.2 Phần mẫu thử

Cho toàn bộ bột vừa nghiền xong (6.1.4) vào khay kim loại (5.3) đã được sấy khô và cân trước, đậy nắp ngay rồi cân với độ chính xác đến 0.0002 g.

6.3 Tiến hành xác định

Tiếp tục tiến hành như hướng dẫn trong đoạn thứ ba của 6.1.3 ; thay phospho (V) oxit (P_2O_5) ngay khi lớp phospho (V) oxit (P_2O_5) cũ không còn tác dụng nữa (xem 8.3).

Sau khoảng 80h - 100h, tiến hành cân (như hướng dẫn trong đoạn 4 của 6.1.3).

Tiếp tục sấy cho đến khi khối lượng không đổi (chênh lệch giữa hai lần cân trong vòng 48h nhỏ hơn 0.0005 g (xem 8.4)).

6.4 Số lần xác định

Tiến hành ít nhất hai lần xác định, mỗi lần trên một mẫu phân tích riêng biệt (6.1.2).

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp tính và công thức

Độ ẩm của mẫu thu được, P, tính bằng phần trăm (%) khối lượng theo công thức :

a) Đối với mẫu không qua giai đoạn sấy sơ bộ :

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

b) Đối với mẫu đã sấy sơ bộ :

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

trong đó :

m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu phân tích trước khi sấy sơ bộ (6.1.3), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của mẫu phân tích sau khi sấy sơ bộ (6.1.3), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của mẫu nghiền (có thể sấy sơ bộ hoặc không sấy (6.2)), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam;

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định, đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại (xem 7.2).

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định đồng thời hoặc kế tiếp nhau do cùng một người phân tích không lớn hơn 0,2 g độ ẩm trên 100 g mẫu.

8 Chú ý

8.1 Khi áp suất trong ống bắt đầu giảm hoặc tăng trở lại trong ống nghiệm nên để luồng khí đi qua từ từ để tránh làm xáo động các phần tử bột trong đó (điều này có thể đạt được bằng cách sử dụng ống mao dẫn một chiều).

8.2 Điều kiện của việc sấy sơ bộ là nhằm làm cho sản phẩm ít nhiều cân bằng ẩm với môi trường khí trong phòng thí nghiệm có nhiệt độ từ 18 °C đến 25 °C và độ ẩm tương đối 50%-80%. Nếu như những điều kiện này về môi trường khác đi thì cần phải thay đổi lại điều kiện của việc sấy sơ bộ mẫu thử.

8.3 Quan sát photpho (V) oxit (P_2O_5) để xem còn có tác dụng nữa không; nếu hết tác dụng (khi tiếp xúc với da thấy lạnh như băng giá...) thì cần thay bằng lớp P_2O_5 mới.

8.4 Sấy ở nhiệt độ $48 \pm 2^\circ C$ cho tới khối lượng không đổi thường phải mất 150h-200 h.

8.5 Cách tính toán có thể trình bày bằng phương pháp dưới đây :

8.5.1 Sấy sơ bộ

Hao hụt khối lượng P_1 do sự mất phần nước của sản phẩm trong quá trình sấy sơ bộ (6.1.3), tính bằng gam trên 100 gam mẫu thu được, theo công thức :

$$P_1 = (m_0 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

trong đó :

m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu phân tích trước khi sấy sơ bộ (6.1.3) tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của mẫu phân tích sau khi sấy sơ bộ (6.1.3) tính bằng gam;

8.5.2 Sấy công đoạn cuối

Lượng thoát ẩm P_2 trong quá trình sấy công đoạn cuối (6.3) được biểu thị bằng gam trên 100 gam cà phê bột, tính theo công thức :

$$P_2 = (m_2 - m_3) \times \frac{100}{m_2}$$

trong đó :

m_2 là khối lượng mẫu thử của sản phẩm nghiền (đã qua hoặc chưa qua sơ sấy (6.2)), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng phần mẫu thử sau khi sấy (6.3), tính bằng gam;

8.5.3 Độ ẩm của sản phẩm không sấy sơ bộ

Độ ẩm của mẫu thu được, P , biểu thị bằng phần trăm (%) khối lượng, tính theo công thức :

$$P = P_2$$

8.5.4 Độ ẩm của sản phẩm có sấy sơ bộ

Độ ẩm của mẫu thu được, P , biểu thị bằng phần trăm (%) khối lượng, tính theo công thức :

$$P = P_1 + P_2 - \frac{P_1 P_2}{100}$$

9. Báo cáo kết quả

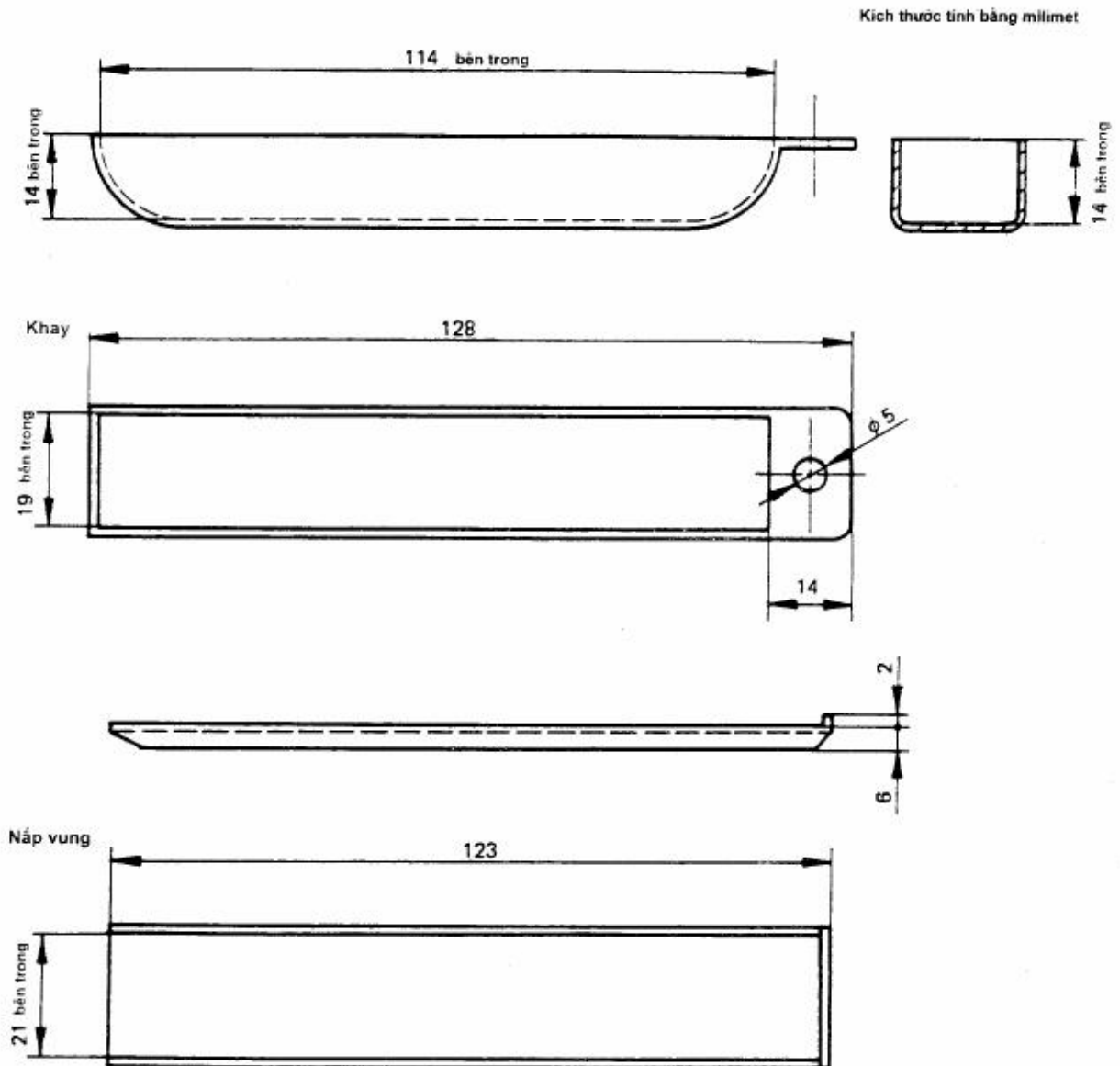
Báo cáo kết quả phải chỉ rõ phương pháp sử dụng và kết quả đạt được. Cũng chỉ rõ các kết quả trung gian như hao hụt khối lượng trong quá trình sấy sơ bộ và các hao hụt khối lượng tiếp theo trong khi sấy công đoạn cuối. Cũng đề cập đến mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý lựa chọn, cũng như các tình huống có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo cũng bao gồm toàn bộ các chi tiết cần thiết cho việc nhận biết hoàn toàn mẫu thử.

PHỤ LỤC

Khay và ống sấy

A1. Khay : được mô tả thích hợp trong hình vẽ dưới đây có đáy phẳng, với diện tích hữu ích 16 cm^2 và chiều cao bên trong 14 mm . Dụng cụ này có thể dùng với ống sấy trong A2. Lỗ tròn $\phi = 5 \text{ mm}$ ở cuối khay thuận tiện cho việc kéo khay ra khỏi ống sấy bằng móc kéo.

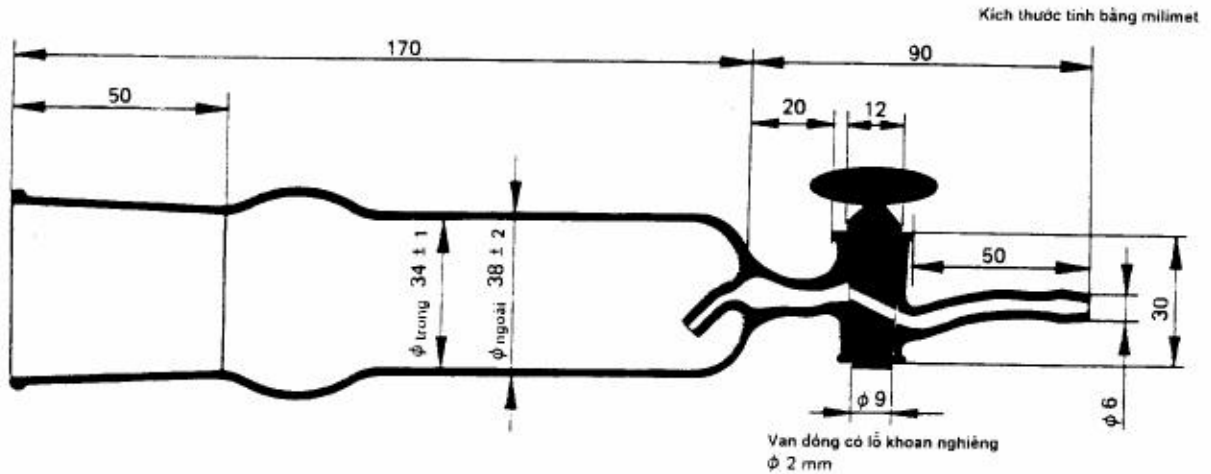


Hình 1. Hình vẽ của khay kim loại và nắp thích hợp (chỉ để tham khảo)

A2. Ống sấy (5.5)

Ống sấy trong hình vẽ dưới đây có khớp nối bằng thủy tinh mài có kích thước 40/50 (40mm đường kính và 50mm chiều dài của phần khớp nối).

Dụng cụ này thích hợp để sử dụng cùng với khay trong A1. Núm vận ở cuối van đóng có thể thay thế khớp nối thủy tinh mài.



Hình 2. Hình vẽ của ống sấy thích hợp (chỉ để tham khảo)