

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8947:2011

ISO 658:2002

Xuất bản lần 1

HẠT CÓ DẦU – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TẠP CHẤT

Oilseeds – Determination of content of impurities

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8947:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 658:2002;

TCVN 8947:2011 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 tạp chất

Oilseeds – Determination of content of impurities

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tạp chất trong hạt có dầu dùng làm nguyên liệu trong công nghiệp. Tiêu chuẩn này cũng xác định rõ các loại tạp chất khác nhau.

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 8948 (ISO 659), *Hạt có dầu – Xác định hàm lượng dầu (Phương pháp chuẩn)*.

ISO 664, *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

Tạp chất trong hạt có dầu (impurities in oilseeds)

Tất cả chất ngoại lai, chất hữu cơ và vô cơ không phải là hạt của các loài đang được nghiên cứu.

3.2

Phần vụn trong hạt có dầu (fines in oilseeds)

Các hạt lọt qua rây có cỡ lỗ nêu trong Bảng 1, tùy vào các loại hạt cần được phân tích.

CHÚ THÍCH Đối với hạt lạc, bột của hạt nằm trong phần vụn không được coi là tạp chất.

3.3

Tạp chất không dầu (non-oleaginous impurities)

Các thành phần ngoại lai không dầu, các mảnh vỡ của thân cây, lá và tất cả các phần không dầu khác thuộc hạt có dầu cần phân tích, được giữ lại trên rây có cỡ lỗ nêu trong Bảng 1.

VÍ DỤ: Mảnh gỗ, mẫu kim loại, đá, hạt của cây không dầu và mảnh vỏ, ròi hoặc dính vào hạt.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp hạt còn nguyên vỏ cứng, ví dụ hạt hướng dương (*Helianthus annuus* L.) hoặc hạt bí (*Cucurbita pepo* L.), phần vỏ bị bong ra được coi là tạp chất chỉ khi tỉ lệ của chúng lớn hơn tỉ lệ của phần hạt tương ứng có mặt trong mẫu.

3.4

Tạp chất có dầu (oleaginous impurities)

Hạt có dầu nhưng không phải là hạt của các loài cần phân tích.

4 Nguyên tắc

Tạp chất được tách ra bằng cách sàng và phân loại thành ba loại sau:

- phần vụn;
- tạp chất không dầu;
- tạp chất có dầu.

Xác định khối lượng tạp chất tổng số, hoặc xác định khối lượng của từng loại tạp chất, khi cần.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Sàng, có các lỗ tròn đường kính nêu trong Bảng 1.

5.2 Kẹp, hoặc dụng cụ thích hợp khác.

5.3 Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 0,005 g.

5.4 Bộ chia mẫu, có thể chia các lượng 10 g mẫu hạt nhỏ và 100 g mẫu hạt hướng dương và hạt đậu tương.

Bảng 1 – Kích thước lỗ sàng

Bản chất của sản phẩm	Đường kính lỗ mm
Cùi dừa khô	2,0
Hạt cỡ trung bình và hạt cỡ lớn (xem ISO 664)	1,0
Hạt cỡ nhỏ (xem ISO 664)	0,5

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 hay bị biến đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo ISO 664.

8 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH Nếu cần kiểm tra sự thỏa mãn về giới hạn lặp lại (10.2), thì tiến hành hai phép thử riêng rẽ theo 8.2.2 đến 8.2.3.

8.1 Phần mẫu thử

Lấy phần mẫu thử từ một mẫu thử đã chuẩn bị (xem Điều 7). Đối với một phép phân tích đầy đủ, thì cần đến hai hoặc bốn phần mẫu thử (xem 10.2).

Cân phần mẫu thử, chính xác đến 0,1 g.

8.2 Phương pháp xác định

8.2.1 Yêu cầu chung

Việc xác định hàm lượng tạp chất phải được tiến hành đủ nhanh để tránh bất kỳ thay đổi đáng kể nào về độ ẩm của hạt.

8.2.2 Tách phần vụn

Dùng sàng (xem 5.1) tách phần vụn bằng cách sàng mẫu thử và gom lại.

Đối với hạt lạc, thu lấy phần vụn tổng số, gồm phần vụn không dầu và phần vụn của hạt. Cân chính xác đến 0,01 g và xác định hàm lượng dầu của chúng theo phương pháp trong TCVN 8948 (ISO 659). Xác định hàm lượng dầu của hạt sạch cũng theo phương pháp trong TCVN 8948 (ISO 659) để tính hàm lượng của phần vụn không dầu.

8.2.3 Tách tạp chất có dầu và không dầu

8.2.3.1 Cùi dừa khô, các hạt cỡ trung bình và hạt cỡ lớn, không bao gồm hạt hướng dương và hạt đậu tương

Trong phần được giữ lại trên sàng (xem 5.1), tách riêng tạp chất không dầu (xem 3.3), dùng kẹp hoặc các dụng cụ thích hợp khác (xem 5.2) và tách riêng các mảnh vỏ bám vào hạt (ví dụ: đối với hạt cọ) ra khỏi tạp chất có dầu (xem 3.4), nếu cần.

Cân tất cả tạp chất có dầu, tạp chất không dầu và phần vụn (xem 8.2.2) chính xác đến 0,01 g, không áp dụng cho hạt lạc.

Cân riêng từng loại tạp chất, chính xác đến 0,01 g, khi cần.

Nếu có yêu cầu trong hợp đồng, thì ghi lại bản chất của tạp chất có dầu để đưa vào phần báo cáo thử nghiệm.

8.2.3.2 Hạt hướng dương và hạt đậu tương

Trong phần được giữ lại trên sàng (xem 5.1), tách tạp chất có kích thước khác với kích thước của hạt hướng dương và hạt đậu tương cần phân tích (tạp chất lớn), dùng kẹp hoặc các dụng cụ thích hợp khác (xem 5.2). Phân loại tạp chất này thành hai loại (có dầu và không dầu) và cân từng loại chính xác đến 0,01 g.

Sử dụng một phần (tối thiểu 100 g, được cân chính xác đến 0,1 g) của phần hạt hướng dương hoặc hạt đậu tương đã được phân loại, tách và phân loại tạp chất có dầu và tạp chất không dầu (tạp chất nhỏ) bằng tay. Cân riêng hai phần này chính xác đến 0,01 g.

8.2.3.3 Hạt cỡ nhỏ

Chuyển phần còn lại từ sàng (xem 5.1) sang sàng thứ hai để giữ lại tạp chất lớn hơn hạt, hoặc tách tạp chất này bằng kẹp hoặc các dụng cụ thích hợp khác (xem 5.2). Để hỗ trợ việc loại bỏ tạp chất lớn, có thể dùng một lưới cỡ lỗ 3,15 mm.

Khi cần, phân loại phần tạp chất này thành tạp chất không dầu (xem 3.3) và tạp chất có dầu (xem 3.4).

Cân riêng phần vụn (xem 8.2.2) và tạp chất (không dầu và có dầu) lớn hơn hạt, cũng như các hạt đã được phân loại, chính xác đến 0,01 g.

Sử dụng phần cuối cùng của hạt (tối thiểu 10 g, được cân chính xác đến 0,01 g), tách và phân loại tạp chất nhỏ không dầu ra khỏi hạt nhỏ có dầu có nguồn gốc khác. Cân cả hai phần tạp chất này chính xác đến 0,005 g, hoặc khi cần thì cân riêng.

CHÚ THÍCH Các phương pháp cụ thể để xác định hàm lượng hạt *Sinapis arvensis* (mù tạt dại) trong hạt cải dầu (*Brassica napus*) và hạt cải (*Brassica rapa*) đã được công bố (xem [3]).

8.2.4 Phân nhóm các hạt có dầu có nguồn gốc khác

Nếu cần, các hạt có dầu có nguồn gốc khác có thể được phân nhóm và được cân theo từng loại tính theo phần trăm khối lượng của từng loại, để ghi vào báo cáo thử nghiệm.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

9.1.1 Biểu thị kết quả theo phần trăm khối lượng của tạp chất tổng số. Tính phần trăm khối lượng của từng loại tạp chất, khi cần.

9.1.2 Khi tiến hành xác định hàm lượng tạp chất trên toàn bộ phần mẫu thử (xem 8.2.3.1) thì công thức tính như sau:

a) tạp chất tổng số, I_t , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_t = \frac{m_4}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

hoặc

$$I_t = P + I_n + I_o \quad (1) = (2) + (3) + (4)$$

b) phần vụn, P , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$P = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (2)$$

c) tạp chất không dầu, I_n , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_n = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \quad (3)$$

d) tạp chất có dầu, I_o , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_o = \frac{m_3}{m_0} \times 100 \quad (4)$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1, m_2, m_3 là khối lượng tương ứng của từng loại tạp chất, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của tất cả tạp chất bao gồm cả phần vụn, tính bằng gam (g).

TCVN 8947:2011

9.1.3 Khi chỉ có một phần tạp chất được tách ra khỏi phần mẫu thử và tạp chất khác được tách khỏi một phần còn lại (xem 8.2.3.2 và 8.2.3.3), thì công thức tính như sau:

a) tạp chất tổng số, I_t , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_t = \left[\frac{m_4}{m_0} + \frac{(m_0 - m_4)m_5}{m_0 \times m_b} \right] \times 100 \quad (5)$$

hoặc

$$I_t = P + I_n + I_o \quad (5) = (6) + (7) + (8)$$

b) phần vụn, P , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$P = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (6)$$

c) tạp chất không dầu, I_n , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_n = \left[m_{2a} + \left(m_{2b} \times \frac{m_a}{m_b} \right) \right] \times \frac{100}{m_0} \quad (7)$$

d) tạp chất có dầu, I_o , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_o = \left[m_{3a} + \left(m_{3b} \times \frac{m_a}{m_b} \right) \right] \times \frac{100}{m_0} \quad (8)$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử ban đầu, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần vụn, tính bằng gam (g);

m_{2a} là khối lượng của phần tạp chất không dầu lớn hơn hạt của các loài chính và được tách ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_{2b} là khối lượng của phần tạp chất nhỏ không dầu được tách ra khỏi phần còn lại thu được sau khi loại bỏ phần vụn và tạp chất lớn hơn hạt của các loài chính ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_{3a} là khối lượng của phần tạp chất có dầu lớn hơn hạt của các loài chính và được tách ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_{3b} là khối lượng của phần tạp chất nhỏ có dầu được tách ra khỏi phần còn lại thu được sau khi loại bỏ phần vụn và tạp chất lớn hơn hạt của các loài chính ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_a là khối lượng của phần còn lại thu được sau khi loại bỏ phần vụn và tạp chất lớn hơn hạt của các loài chính ra khỏi phần mẫu thử ban đầu, tính bằng gam (g):

$$m_a = m_0 - m_1 - m_{2a} - m_{3a}$$

m_b là khối lượng của phần còn lại có khối lượng m_a trước khi tách tạp chất nhỏ, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của phần vụn và phần tạp chất lớn hơn hạt của các loài chính và được tách ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_5 là khối lượng của phần tạp chất được tách ra khỏi phần còn lại sau khi loại bỏ phần vụn và tạp chất lớn hơn hạt của các loài chính ra khỏi phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

9.1.4 Đối với hạt lạc, công thức tính như sau:

a) tạp chất tổng số, l_t , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$l_t = \left[\frac{m_1}{m_0} \left(1 - \frac{H_2}{H_1} \right) + \frac{m_4}{m_0} \right] \times 100 \quad (9)$$

hoặc

$$l_t = P_s + l_n + l_o \quad (9) = (11) + (12) + (13)$$

b) phần vụn tổng số, P , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$P = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (10)$$

c) phần vụn có nguồn gốc khác, P_s , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$P_s = \frac{m_1}{m_0} \times \left(1 - \frac{H_2}{H_1} \right) \times 100 \quad (11)$$

d) tạp chất không dầu, l_n , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$l_n = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \quad (12)$$

TCVN 8947:2011

e) tạp chất có dầu, I_0 , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

$$I_0 = \frac{m_3}{m_0} \times 100 \quad (13)$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của phần vụn, tính bằng gam (g);

m_2 và m_3 là khối lượng tương ứng của tạp chất không dầu và tạp chất có dầu, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng của tạp chất không kể phần vụn, tính bằng gam (g);

H_1 là hàm lượng dầu của hạt sạch, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng;

H_2 là hàm lượng dầu của phần vụn, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

9.1.5 Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định, nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại (xem 10.2).

9.1.6 Báo cáo các kết quả đến hai chữ số thập phân đối với phần khối lượng tạp chất không vượt quá 0,5 % và một chữ số thập phân đối với hàm lượng tạp chất vượt quá giới hạn này.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm để xác định độ chụm của phương pháp được nêu 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 nồng độ và chất nền đã nêu.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm 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 nêu trong Bảng 2.

Nếu chênh lệch lớn hơn giới hạn được nêu ra trong Bảng 2, thì lấy thêm hai phần mẫu thử khác. Phân tích một phần mẫu thử như trên và giữ phần mẫu thử còn lại cho phép xác định thứ tư, nếu cần. Trường hợp này lấy kết quả là trung bình cộng của kết quả thu được từ phép phân tích thứ ba và kết

quả gần nhất thu được từ các phép phân tích trước đó, với điều kiện là chênh lệch không vượt quá các giới hạn cho phép.

Nếu trường hợp này cũng không đáp ứng được yêu cầu, thì phân tích phần mẫu thử thứ tư và lấy kết quả là trung bình của bốn phép xác định.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm 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 nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 – Giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập

Các giá trị được biểu thị bằng phần trăm khối lượng

Hàm lượng tạp chất	Giới hạn lặp lại, r	Giới hạn tái lập, R
Từ 0 đến 0,5	0,2	0,4
Trên 0,5 đến 1,0	0,4	0,8
Trên 1,0 đến 2,0	0,6	1,8
Trên 2,0 đến 3,0	0,8	2,4
Trên 3,0 đến 4,0	1,0	3,0
Trên 4,0 đến 5,0	1,2	3,6
Trên 5,0 đến 6,0	1,4	4,2
Trên 6,0	1,6	4,8

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

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

TCVN 8947:2011

- 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 khác có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì lấy kết quả cuối cùng thu được.
- các kết quả thử nghiệm thu được (tạp chất tổng số và từng loại tạp chất, khi cần); nếu sản phẩm nhận được có chứa hạt có dầu có nguồn gốc khác và nếu có yêu cầu trong hợp đồng, thì ghi rõ phần khối lượng tổng số và bản chất của chúng; nếu có yêu cầu, thì phần khối lượng mỗi loại hạt có dầu có nguồn gốc khác cũng cần được ghi rõ.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Kết quả phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử hợp tác quốc tế gồm có 13 phòng thử nghiệm của 6 quốc gia đã tiến hành trên 5 mẫu:

- lạc nhân;
- hạt lanh;
- hạt cải dầu;
- hạt đậu tương;
- hạt hướng dương.

Phép thử này do Hội nghiên cứu thực phẩm Leatherhead tổ chức năm 1998 và các kết quả thu được đã phân tích thống kê phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) [4] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) [5] để cho dữ liệu về độ chụm nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Dữ liệu về độ chụm

	Lạc nhân	Hạt lanh	Hạt cải dầu	Hạt đậu tương	Hạt hướng dương
Số lượng phòng thử nghiệm sau khi loại trừ ngoại lệ	8	13	13	12	12
Số lượng các kết quả được giữ lại	8	13	13	12	12
Giá trị trung bình, % (khối lượng)	0,00	3,72	1,31	0,77	1,10
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,004	0,203	0,077	0,065	0,112
Giới hạn lặp lại (r)	0,01	0,57	0,21	0,18	0,31
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,005	0,923	0,687	0,174	0,348
Giới hạn tái lập (R)	0,014	2,58	1,92	0,49	0,97

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 8946 (ISO 542), *Hạt có dầu – Lấy mẫu.*
 - [2] Determination of content of *Sinapis arvensis* (wild mustard) seeds in rape seeds. Official Journal of the European Communities, No, L 300 – 20.11.1985.
 - [3] ANDREW M., HAMILTON R.J. and ROSEL J.B. The chemical differentiation between *Sinapis arvensis* and *Brassica napus* seeds by surface wax analysis. Fat Science Technology, 89, 1987, pp. 7-15.
 - [4] 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.*
 - [5] 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.*
-