

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10410:2014

ISO 8892:1987

Xuất bản lần 1

KHÔ DẦU – XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG HEXAN TỔNG SỐ

Oilseed residues - Determination of total residual hexane

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10410:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 8892:1987, được rà soát lại năm 2013, không thay đổi về bố cục và nội dung;

TCVN 10410:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 *Dầu mỡ động vật và thực vật* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Khô dầu - Xác định dư lượng hexan tổng số

Oilseed residues - Determination of total residual hexane

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng hydrocacbon dễ bay hơi còn lại trong khô dầu sau khi chiết với các dung môi chứa hydrocacbon, thường biểu thị theo hexan.

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 9609 (ISO 5500) *Khô dầu – Lấy mẫu*

3 Nguyên tắc

Làm bay hơi hexan bằng cách gia nhiệt ở 110 °C với nước trong lọ kín và xác định hexan trong không gian hơi phía trên bằng sắc ký khí sử dụng cột mao quản hoặc cột nhồi. Biểu thị các kết quả theo *n*-hexan.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

4.1 *n*-hexan kỹ thuật hoặc dầu nhẹ, với các thành phần tương tự như các thành phần được sử dụng trong công nghiệp tách chiết hạt có dầu, hoặc nếu không có thì dùng *n*-hexan.

4.2 Khí mang: hydro hoặc nitơ, heli, v.v... khô và chứa hàm lượng oxy ít hơn 10 mg/kg.

4.3 Khí phụ trợ:

- Hydro, độ tinh khiết 99,9 %, không chứa các tạp chất hữu cơ.
- Không khí, không chứa các tạp chất hữu cơ.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy sắc ký khí, với detector ion hóa ngọn lửa và bộ tích phân và/hoặc máy ghi dữ liệu, được trang bị cột mao quản thủy tinh dài khoảng 30 m và đường kính 0,3 mm, được phủ ngoài bằng methylpolysiloxan¹⁾ (màng mỏng 0,2 μm), hoặc nếu không có thì dùng cột nhồi chiều dài ít nhất 1,7 m và đường kính trong từ 2 mm đến 4 mm, được nhồi bằng diatomit có cỡ hạt từ 150 μm đến 180 μm ²⁾ đã được rửa trong axit và được phủ ngoài bằng methylpolysiloxan¹⁾.

Nếu sử dụng cột mao quản thì thiết bị phải có bộ chia dòng 1/100.

5.2 Tủ sấy điện, có thể duy trì nhiệt độ ở 110 °C.

5.3 Xyranh khí, có chia vạch, dung tích 1 ml, tốt nhất là có van.

5.4 Lọ thủy tinh, dung tích 50 ml đến 60 ml, tất cả có cùng một thể tích với sai số khoảng 2 %.

5.5 Màng ngăn, trợ với dung môi, dày khoảng 3 mm, bằng vật liệu như cao su nitril (ví dụ: Perbunan) hoặc cao su butyl có lớp PTFE hoặc polyclopren (ví dụ: Neoprene).

CHÚ THÍCH Cần đảm bảo rằng màng ngăn được sử dụng phải tạo ra một vách kín sau khi ép chặt.

5.6 Nắp kim loại, ví dụ: nhôm.

5.7 Kim bấm.

5.8 Xyranh bơm chất lỏng, dung tích 10 μl .

6 Lấy mẫu và bảo quản mẫu

Xem TCVN 9609 (ISO 5500). Chú ý để mẫu không bị thất thoát hexan.

Mẫu phòng thử nghiệm được đổ đầy vào vật chứa kín hoàn toàn (tốt nhất là hộp kim loại nắp kín) và được bảo quản ở - 20 °C hoặc thấp hơn (ví dụ để trong tủ lạnh đông sâu). Không được sử dụng vật chứa bằng chất dẻo.

Việc xác định dư lượng hexan phải được thực hiện ngay khi vật chứa được đưa đến nhiệt độ phòng và được mở nắp.

¹⁾ SE 30 là ví dụ về sản phẩm thích hợp. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng.

²⁾ Chromosorb WAW là ví dụ về sản phẩm thích hợp. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân 5 g mẫu phòng thử nghiệm, chính xác đến 0,1 g, cho vào lọ (5.4). Thêm 2,5 ml nước cất, làm kín lọ bằng màng ngăn (5.5); đậy bằng nắp kim loại (5.6) và ép chặt bằng kim bấm (5.7).

Tất cả các thao tác này phải thực hiện nhanh.

7.2 Giải hấp hexan

Đặt lọ trong tủ sấy (5.2), duy trì ở 110 °C trong 90 min.

Sau 90 min, lấy lọ ra khỏi tủ sấy và để nguội 2 min, sau đó lắc đảo ngược lọ nhiều lần.

CHÚ THÍCH Điều quan trọng là giữ các lọ trong tủ sấy trong cùng khoảng thời gian đối với từng mẫu.

7.3 Phân tích không gian hơi phía trên bằng sắc ký khí

CHÚ THÍCH Màng ngăn thường có sức bền cơ học rất cao. Do đó, nếu kim của xyranh khí có thể bị hỏng khi được dùng để làm thủng màng ngăn thì có thể dùng đinh ghim khoan thủng trước khi lấy mẫu. Không nên sử dụng lại màng ngăn.

7.3.1 Cài đặt thiết bị

Nhiệt độ detector và dụng cụ bơm: 120 °C

Nhiệt độ tủ sấy: 40 °C

Áp suất khí mang: 0,3 bar (30 kPa)

7.3.2 Phép thử

Sử dụng xyranh khí (5.3) đã được gia nhiệt trước trong khoảng 50 °C và 60 °C, lấy chính xác 0,5 ml pha hơi và bơm ngay vào máy sắc ký.

7.3.3 Hiệu chuẩn

Để dựng đồ thị hiệu chuẩn cần tối thiểu ba điểm, ví dụ với 2, 5 và 10 µl dung môi; chúng tương ứng với 264, 660 và 1 320 mg/kg hexan nếu phần mẫu thử là 5 g khô dầu.

Chuẩn bị dãy lọ (5.4) hiệu chuẩn có cùng thể tích như để sử dụng cho phép xác định. Thêm vào lọ 6 ml nước³⁾, ngay sau đó thêm các lượng n-hexan (4.1) khác nhau, chính xác bằng xyranh (5.8). Làm kín từng lọ bằng màng ngăn (5.5), đậy bằng nắp kim loại (5.6) và kẹp chặt bằng kim bấm (5.7).

³⁾ 5 g khô dầu đã làm ẩm bằng 2,5 ml nước có thể tích trung bình là 6 ml.

TCVN 10410:2014

Đề dụng đường chuẩn, đặt các lọ có nồng độ khác nhau trong tủ sấy 15 min ở 110 °C. Ở cuối thời gian này, lấy các lọ ra khỏi tủ sấy và để nguội 2 min. Dùng xyranh khí đã được gia nhiệt trước trong khoảng 50 °C và 60 °C, lấy chính xác 0,5 ml khí ở không gian hơi phía trên và bơm nhanh vào máy sắc ký.

7.4 Số lượng phép xác định

Thực hiện hai phép xác định trên cùng mẫu phòng thử nghiệm.

8 Biểu thị kết quả

Dựng đường chuẩn bằng cách vẽ diện tích các pic dung môi theo hàm khối lượng dung môi đưa vào lọ (1 µl tương ứng với 660 µg).

Xác định tổng diện tích pic của hexan và các hydrocacbon khác thường được sử dụng làm dung môi kỹ thuật (2-metyl pentan, 3-metyl pentan, metylcyclopentan, cyclohexan, v.v...)

CHÚ THÍCH Không gộp các pic của các sản phẩm oxy hoá, nếu có mặt với lượng đáng kể thì cần báo cáo riêng.

Đọc trực tiếp từ đồ thị khối lượng của hexan trong lọ, m_1 , bằng microgam (µg).

Dư lượng hexan tổng số của khô dầu, biểu thị bằng miligam hexan trên kilogam, tính bằng:

$$\frac{m_1}{m_0}$$

Trong đó:

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

m_1 là khối lượng của dung môi có mặt ở trong lọ, tính bằng microgam (µg).

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định.

9 Độ chụm

Hai phép thử nghiệm liên phòng được tổ chức ở cấp quốc tế với 12 phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng thực hiện ba phép xác định (Số 1) và 15 phòng thử nghiệm, mỗi phòng thực hiện hai phép xác định (Số 2), các kết quả thống kê [được xác định theo TCVN 6910 (ISO 5725)] được đưa ra trong Bảng 1.

Bảng 1 – Các kết quả của phép thử nghiệm liên phòng

Kết quả biểu thị theo miligam hexan trên kilogram

Mẫu	Khô dầu đậu tương		Khô dầu hướng dương	Khô dầu cải dầu	
	Số 2	Số 1	Số 1	Số 2	Số 1
Phép thử liên phòng thử nghiệm					
Số phòng thử nghiệm giữ lại sau khi trừ ngoại lệ	15	11	11	15	10
Trung bình	341	400	450	452	971
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	29	19	22	35	39
Hệ số biến thiên lặp lại	8,6 %	4,6 %	4,8 %	7,8 %	4,0 %
Độ lặp lại, $2,83 s_r$	83	52	62	100	111
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	108	83	125	109	289
Hệ số biến thiên tái lập	32 %*	21 %	28 %	24 %	30 %
Độ tái lập, $2,83 s_R$	305	235	353	308	817
* Phân tích thống kê các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm Số 2, chỉ đưa vào tính toán ở chín phòng thử nghiệm đã tham gia cả các phép thử liên phòng thử nghiệm Số 1 và Số 2, đưa ra hệ số biến thiên tái lập là 18 % đối với khô dầu đậu tương và 20 % đối với khô dầu cải dầu.					

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo thử nghiệm phải đề cập đến mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.