

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11080:2015

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT -
XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ HYDROXYL BẰNG PHƯƠNG PHÁP
AXETYL HÓA**

*Oilseed meals -
Determination of soluble proteins in potassium hydroxide solution*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11080:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 965.32
Hydroxyl value of oils and fats. Acetylation method;

TCVN 11080:2015 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 thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động vật và thực vật -

Xác định trị số hydroxyl bằng phương pháp axetyl hóa

Animal and vegetable fats and oils -

Determination of hydroxyl value by acetylation method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số hydroxyl trong dầu mỡ động vật, thực vật và sản phẩm của chúng như alcohol béo, mono-glycerit, diglycerit và axit hydroxystearic.

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 6128 (ISO 661), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Trị số hydroxyl (hydroxyl value)

số miligam kali hydroxit tương đương với hàm lượng hydroxyl có trong 1 g chất béo.

4 Nguyên tắc

Tiến hành axetyl hóa các nhóm hydroxyl tự do trong mẫu thử bằng dung dịch pyridin-axetic anhydrit. Lượng axetic anhydrit dư được chuyển đổi thành axit axetic và được chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxit trong alcohol.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích. Nước sử dụng là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

5.1 Pyridin, được chưng cất lại ở nhiệt độ 114 °C đến 115 °C.

5.2 Acetic anhydrit, mới chuẩn bị.

CẢNH BÁO – Acetic anhydrit là thuốc thử có phản ứng mạnh hoặc dễ gây nổ khi xảy ra phản ứng oxy hóa. Cần đeo mặt nạ và găng tay cao su khi sử dụng chúng.

5.3 Dung dịch pyridin-acetic anhydrit

Trộn 3 phần thể tích pyridin (5.1) với 1 phần thể tích acetic anhydrit (5.2). Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

5.4 *n*-butyl alcohol

Trung hòa dung dịch bằng dung dịch kali hydroxit 0,5 M để khi thêm chỉ thị phenolphthalein thì điểm kết thúc chuẩn độ có màu hồng nhạt.

5.5 Dung dịch chuẩn kali hydroxit trong alcohol 0,5 M

CHÚ THÍCH: Nồng độ dung dịch phải $\geq 0,5$ M sao cho khi chuẩn độ mẫu trắng không cần đổ đầy lại nếu sử dụng buret dung tích 50 ml.

5.6 Chỉ thị phenolphthalein.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Bình nón, dung tích 250 ml, cổ nhám, có khớp nối.

6.2 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

6.3 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ trong khoảng 114 °C đến 115 °C.

6.4 Bộ sinh hàn hồi lưu.

6.5 Pipet

LƯU Ý: Không dùng miệng để hút thuốc thử. Có thể sử dụng pipet xả hết hoặc pipet được nối với quả bóp bằng cao su.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555)⁽¹⁾.

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu được chuẩn bị theo phương pháp nêu trong TCVN 6128 (ISO 661).

9 Cách tiến hành

Dựa trên trị số hydroxyl dự kiến, cân một lượng mẫu thích hợp, chính xác đến 0,001 g, cho vào bình nón (6.1), để tiến hành axetyl hóa. Khối lượng mẫu thích hợp được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử để axetyl hóa theo trị số hydroxyl dự kiến

Trị số hydroxyl dự kiến	Khối lượng g
0 đến 20	10 ± 0,1
20 đến 50	5
50 đến 100	3
100 đến 200	2

Cân khoảng 9,0 g đến 11,0 g phần mẫu thử cho vào bình nón (6.1) khác để xác định độ axit (đối với axit béo như axit hydroxystearic, lấy 0,9 g đến 1,1 g phần mẫu thử).

Dùng pipet (6.5) lấy 5,0 ml dung dịch pyridin axetic anhydrit (5.3) cho vào bình chứa mẫu đã chuẩn bị để axetyl hóa. Đối với mẫu có trị số hydroxyl dự kiến từ 0 đến 20 thì thêm 5 ml pyridin (5.1). Trộn kỹ bằng cách xoay nhẹ bình.

Để tiến hành phép thử trắng, dùng pipet (6.5) lấy 5 ml dung dịch pyridin axetic anhydrit (5.3) cho vào bình nón khác (và 5 ml pyridin, nếu đã sử dụng pyridin trên phần mẫu thử để axetyl hóa).

Đặt các bình trên nồi cách thủy (6.3) dưới bộ sinh hàn hồi lưu (6.4) và đun trong 1 h. Không sử dụng bếp điện hoặc đèn đốt.

Thêm 10 ml nước qua bộ sinh hàn hồi lưu và đun thêm 10 min. Để bình cùng với bộ sinh hàn nguội, thêm 25 ml n-butyl alcohol (5.4) đến khoảng một nửa, qua ống sinh hàn, tháo bộ sinh hàn hồi lưu và

dùng phần còn lại để rửa thành bình. Thêm 1 ml phenolphthalein (5.6) và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn kali hydroxit trong alcohol 0,5 M (5.5) đến điểm kết thúc chuẩn độ có màu hồng nhạt.

Thêm 10 ml pyridin (5.1) đã trung hòa theo phenolphthalein vào phần mẫu thử để xác định độ axit. Xoay nhẹ bình để trộn, thêm 1 ml phenolphthalein và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn kali hydroxit trong alcohol 0,5 M (5.5) đến điểm kết thúc chuẩn độ có màu hồng nhạt.

10 Tính và biểu thị kết quả

Trị số hydroxyl, H_v , tính được theo Công thức sau:

$$H_v = \left[B + \left(W \times \frac{V}{C} \right) - S \right] \times c \times \frac{56,1}{W}$$

Trong đó:

- V là thể tích dung dịch kali hydroxit dùng để chuẩn độ độ axit, tính bằng mililit (ml);
- B là thể tích dung dịch kali hydroxit dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);
- W là khối lượng mẫu đã sử dụng để tiến hành axetyl hóa, tính bằng gam (g);
- C là khối lượng mẫu dùng để chuẩn độ axit, tính bằng gam (g);
- S là thể tích dung dịch kali hydroxit dùng cho mẫu axetyl hóa, tính bằng mililit (ml);
- c là nồng độ mol của dung dịch kali hydroxit, tính bằng mol trên lit (mol/l);
- 56,1 là khối lượng phân tử của kali hydroxit, tính bằng gam trên mol (g/mol)

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- 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;

kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu.*
 - [2] AOCS Method Cd 13-60 (Revised 1993), *Hydroxyl Value.*
-