

TCVN 6125 : 1996

ISO 663 : 1992

**ĐAU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔNG HOÀ TAN**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of insoluble impurities content

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6125 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 663 : 1992;

TCVN 6125 : 1996 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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, Công nghệ và Môi
trường ban hành.

Dầu mỡ động vật và thực vật –

Xác định hàm lượng chất không hoà tan

Animal and vegetable fats and oils – Determination of insoluble impurities content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất không hoà tan của dầu và mỡ động vật và thực vật.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6128 :1996 (ISO 661 : 1989) Dầu mỡ động vật và thực vật - Chuẩn bị mẫu thử.

3 Định nghĩa

Áp dụng các định nghĩa sau đây cho các mục đích của tiêu chuẩn này:

3.1 Hàm lượng các chất không hoá tan : Khối lượng chất bẩn và các chất lạ khác không tan trong n - hexan hoặc xăng nhẹ theo các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

Hàm lượng được tính theo phần trăm khối lượng.

Các tạp chất bao gồm chất cơ học, các chất khoáng, cacbonhydrat, các hợp chất nitơ, các chất nhựa khác, xà phòng canxi, axit béo bị oxy hoá, béo lacton của axit béo và (một phần) chất xà phòng kiềm, axit béo đã bị hydroxy hoá và các glyxerin của nó.

Chú thích 1 – Nếu không muốn tính đến các chất xà phòng (các xà phòng canxi) hoặc các axit béo đã oxy hoá trong hàm lượng các chất không hoà tan thì cần sử dụng các dung môi và các trình tự khác nhau, trong trường hợp này các bên cần thoả thuận.

4 Nguyên tắc

Xử lý phần mẫu thử với một lượng n -hexan hoặc xăng nhẹ, sau đó lọc dung dịch thu được. Rửa phễu lọc và cặn với một ít dung môi, sấy ở nhiệt độ 103°C và cân.

5 Thuốc thử

Sử dụng các thuốc thử loại phân tích tinh khiết.

5.1 n - hexan, hoặc thiếu nó, dùng xăng nhẹ có độ chưng cất theo bảng giữa 30°C và 60°C và có chỉ số brom thấp hơn 1. Đối với mỗi dung môi, phần còn lại sau khi bay hơi hoàn toàn không vượt quá 0,002g / 100 ml.

5.2 Kieselguhr, tinh khiết, đã được canxi hoá, bị mất 0,2% khối lượng sau khi nung đỏ ở nhiệt độ 900°C

6 Thiết bị

Sử dụng các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và:

6.1 Cân phân tích, có độ chính xác $\pm 0,001$ g.

6.2 Tủ sấy điện, có khả năng vận hành ở $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

6.3 Bình nón, dung tích 250 ml, có nút thuỷ tinh tròn.

6.4 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm đặc hiệu.

6.5 Giấy lọc không tro (lượng tro cao nhất 0,01%, tính theo khối lượng), giữ được 98% khối lượng của các hạt có kích thước lớn hơn $2,5\ \mu\text{m}$ ¹⁾ hoặc phễu lọc có sợi thuỷ tinh tương đương, đường kính 120 mm có gắn bình thuỷ tinh hoặc kim loại (tốt nhất là bằng nhôm) có nút kín (chọn theo mục 6.6 cho các sản phẩm, trừ dầu có axit).

¹⁾ Giấy lọc Wachtman 42 ($2,5\ \mu\text{m}$) hoặc phễu lọc bằng thuỷ tinh Wachtman GF/D là số liệu của sản phẩm phù hợp có bán sẵn trên thị trường. Thông tin này được đưa ra trong tiêu chuẩn để thuận lợi cho người sử dụng và không được coi là một công nhận của ISO cho sản phẩm.

6.6 Phễu lọc bằng thủy tinh loại p16 (kích thước lỗ lọc 10 μm đến 16 μm), đường kính 40 mm, dung tích 50ml, có gắn bình hút (chọn điều 6.5 cho các loại sản phẩm, kể cả dầu có axit).

7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là phòng thí nghiệm nhận được mẫu thử đại diện và nó không bị làm hư hỏng hay thay đổi trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

Phần lấy mẫu thử không qui định trong tiêu chuẩn này. Phương pháp lấy mẫu đã được qui định ở ISO 5555¹⁾.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 : 1996 (ISO 661 : 1989) .

9 Tiến hành thử

9.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 20 g mẫu thử (điều 8), chính xác đến 0,01 g, cho vào bình nón (6.3).

9.2 Tiến hành xác định

9.2.1 Sấy giấy lọc và bình (6.5) cùng với nút đáy hoặc phễu lọc (6.6) trong tủ sấy ở nhiệt độ 103°C. Để nguội trong bình hút ẩm (6.4) và đem cân chính xác đến 0,001 g.

9.2.2 Cho thêm 200 ml n -hexan hoặc xăng nhẹ (5.1) vào bình có phần mẫu thử (9.1), đập nút và lắc .

Đối với dầu thầu dầu lượng dung môi có thể tăng lên để dễ thao tác và nếu cần có thể sử dụng bình to hơn.

Để yên trong 30 phút ở nhiệt độ 20°C.

9.2.3 Lọc bằng giấy lọc trong phễu thích hợp hoặc bằng phễu lọc, nếu cần thiết thì sử dụng ống hút.

Rửa giấy lọc hoặc phễu lọc bằng cách rót một ít lượng dung môi như đã sử dụng ở điều 9.2.2, nhưng không nhiều hơn lượng cần thiết dùng cho chất lọc lần cuối để làm sạch chất béo hoặc dầu.

Đun nóng dung môi ở nhiệt độ cao nhất là 60°C nếu thấy cần thiết, để làm tan mỡ đặc đọng trên phễu lọc.

¹⁾ ISO 5555:1991 Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu.

9.2.4 Nếu dùng giấy lọc, lấy nó ra khỏi ống phễu, để vào trong bình. Cho bay hơi số dung môi còn lại trên giấy lọc và làm bay hơi hoàn toàn trong tủ sấy ở nhiệt độ 103°C. Lấy ra khỏi tủ, đẩy nắp bình lại và để nguội trong bình hút ẩm (6.4), sau đó đem cân chính xác đến 0,001 g.

9.2.5 Nếu dùng phễu lọc, để phần lớn dung môi bay hơi trong không khí, và làm bay hơi hoàn toàn trong tủ sấy ở nhiệt độ 103°C. lấy ra khỏi tủ sấy, để nguội trong bình hút ẩm (6.4), và cân chính xác đến 0,001 g.

9.2.6 Nếu muốn xác định hàm lượng tạp chất hữu cơ thì sử dụng giấy lọc không tro đã được sấy khô và cân. Trong trường hợp này, giấy lọc chứa các chất không tan phải được đốt cháy và khối lượng của tro thu được trừ đi khối lượng chất không tan.

Hàm lượng tạp chất hữu cơ được biểu thị bằng phần trăm khối lượng và được tính toán bằng phép nhân các khối lượng khác nhau $100/m_0$, trong đó m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

9.2.7 Nếu phân tích dầu axit, phủ lên phễu lọc thuỷ tinh chất kieselguhr (5.2) như sau :

Chuẩn bị một chất hổ gồm 2 g kieselguhr và khoảng 30 ml xăng nhẹ (5.1) trong cốc thuỷ tinh dung tích 100 ml và rót hỗn hợp đó vào phễu lọc dưới áp suất thấp để thu được một lớp kieselguhr trên phễu lọc thuỷ tinh.

Sấy phễu lọc đã làm như trên ở trong tủ sấy (6.2) một giờ ở nhiệt độ 103°C. Sau đó làm nguội trong bình hút ẩm (6.4) và đem cân chính xác đến 0,001 g.

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một phần mẫu thử (điều 8).

10 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất không tan tính bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$(m_2 - m_1) \frac{100}{m_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng bình, nút bình và giấy lọc, hoặc phễu lọc (xem 9.2.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của bình, nút bình và giấy lọc gồm cả phần còn lại khi sấy (xem 9.2.4), hoặc cả phễu lọc và phần còn lại sau khi sấy (xem 9.2.5), tính bằng gam.

Kết quả lấy đến số thập phân thứ hai.

11 Độ lặp lại

Sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên cùng một loại nguyên liệu thử, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác trên cùng một loại thiết bị với một thời gian ngắn, không quá:

- 0,02% (m/m) tạp chất không hoà tan trong trường hợp sản phẩm chứa không nhiều hơn 0,3% (m/m) tạp chất không tan, hoặc ;
- 0,05% (m/m) trong trường hợp khác.

Loại bỏ cả hai kết quả nếu sự chênh lệch vượt quá giá trị lặp lại đã được qui định và làm lại (điều 8 và 9).

12 Báo cáo kết quả

Trong báo cáo kết quả phải được ghi rõ:

- a) phương pháp đã tiến hành lấy mẫu, nếu biết ;
- b) phương pháp đã sử dụng;
- c) dung môi đã sử dụng;
- d) kết quả thử đã đạt được.

Báo cáo kết quả cũng phải đề cập đến các điều kiện thao tác không được qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tự chọn, các chi tiết bất kỳ có ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả các chi tiết cần thiết cho việc nhận biết mẫu.
