

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6762:2000

ISO 7366:1987

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG 1-MONOGLYXERIT VÀ GLYXEROL TỰ DO**

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of 1-monoglycerides and free glycerol contents*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6762:2000 hoàn toàn tương đương với ISO 7366:1987;

TCVN 6762:2000 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 (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành;

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định hàm lượng 1-monoglyxerit và glyxerol tự do

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of 1-monoglycerides and free glycerol contents

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định liên tiếp hàm lượng 1-monoglyxerit và hàm lượng glyxerol tự do trên cùng một mẫu thử.

2 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho dầu mỡ động vật và thực vật, các sản phẩm của dầu, mỡ và các axit béo đã este hoá tương hỗ với glyxerol.

Tiêu chuẩn này không áp dụng khi mẫu thử có:

- a) bổ sung vào 1-monoglyxerit: chất polyhydric hoà tan trong clorofooc với hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl kề nhau.
- b) bổ sung vào glyxerol tự do: chất polyhydric hoà tan trong nước với hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl kề nhau.

3 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 2625:1999 (ISO 5555:1991), Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.

4 Nguyên tắc

Hoà tan phần mẫu thử trong clorofooc. Chiết glyxerol tự do từ dung dịch này bằng dung dịch axit axetic. Oxy hoá 1-monoglyxerit trong dung dịch clorofooc bằng một lượng dư của dung dịch axit periodic. Thêm kali iodua và chuẩn độ iôt được giải phóng bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat.

Oxy hoá glyxerol tự do trong dung dịch nước bằng một lượng dư của dung dịch axit periodic. Thêm kali iodua và chuẩn độ iôt được giải phóng bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt chất lượng tinh khiết phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Clorofooc.

5.2 Axit axetic, dung dịch 5 % (thể tích).

5.3 Axit periodic, dung dịch 2,7 g/l.

Cân 2,7 g/l axit periodic (H_5IO_6) cho vào bình định mức 1 l và hoà tan trong 50 ml nước. Thêm axit axetic bằng đến vạch và lắc kỹ. Bảo quản trong chỗ tối.

5.4 Kali iodua, dung dịch 150 g/l, không có iôt tự do hoặc iodat.

5.5 Natri thiosulfat, dung dịch chuẩn, $c(Na_2S_2O_3)$ 0,1 mol/l.

5.6 Hồ tinh bột, dung dịch chỉ thị, 10 g/l.

Hoà tan 1 g hồ tinh bột trong 100 ml nước bằng cách đun nóng và khuấy. Thêm 0,1 g axit xalixylic để bảo quản dung dịch chỉ thị và đun sôi trong 3 min. Để nguội đến nhiệt độ phòng.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị thông thường và các dụng cụ sau:

6.1 Bình nón, dung tích 500 ml có nút mài bằng thuỷ tinh.

6.2 Máy khuấy từ.

7 Lấy mẫu

Theo TCVN 2625:1999 (ISO 5555:1991).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

8.1.1 Các mẫu rắn ở dạng miếng hoặc bột

Trộn kỹ mẫu thử cẩn thận nhưng không làm nóng chảy.

8.1.2 Mẫu ở dạng nửa rắn hoặc rắn khác

Làm nóng chảy mẫu thử ở nhiệt độ không cao hơn so với nhiệt độ nóng chảy của nó 10 °C, trộn kỹ.

CHÚ Ý Mẫu không được để vượt quá nhiệt độ quy định. Ở nhiệt độ trên 80 °C, hàm lượng của 1-monoglyxerit có thể giảm do nội và/hoặc ngoại este hoá.

8.1.3 Mẫu ở dạng lỏng

Trộn kỹ mẫu.

8.2 Phần mẫu thử

Cân chính xác phần mẫu thử thích hợp như đã chỉ ra trong Bảng 1 và cho vào cốc có mỏ dung tích 50 ml.

Bảng 1

Hàm lượng dự kiến của 1-monoglyxerit hay glyxerol	Khối lượng xấp xỉ của phần mẫu thử	Độ chính xác của phép cân
% (khối lượng)	g	g
100	0,3	0,0001
75	0,4	0,0001
50	0,6	0,0001
40	0,7	0,0001
30	1,0	0,001
20	1,5	0,001
15	2,5	0,001
10	3,0	0,001
5	6,0	0,001
3 hoặc nhỏ hơn	10,0	0,001

CHÚ THÍCH Nếu hàm lượng 1-monoglyxerit và glyxerol rất khác nhau, vì vậy không thể dùng cùng một mẫu thử, mà phải có hai phần mẫu thử, một mẫu để thử 1-monoglyxerit và mẫu kia để thử glyxerol.

8.3 Tiến hành chiết

8.3.1 Lấy ba phễu chiết dung tích 250 ml và đánh số 1, 2 và 3. Dùng phễu chiết 1 để thu dung dịch nước và phễu chiết 2 và 3 để rửa dung dịch. Khi cần phải lắc, thì lắc mạnh trong khoảng 1 min, thỉnh thoảng làm giảm bớt áp suất bằng cách vỗ nhẹ để tránh sự tạo thành huyền phù.

Lấy hai bình định mức dung tích 100 ml và đánh số A và B. Bình A dùng cho dung dịch clorofooc của 1-monoglyxerit và bình B dùng cho dung dịch nước của glyxerol.

8.3.2 Hoà tan phần mẫu thử (8.2) trong clorofooc (5.1) để làm phân tán hoàn toàn glyxerol tự do. Chuyển toàn bộ vào phễu chiết 1, lần lượt cho clorofooc từ từ ít một cho đến khi thể tích đạt được từ 45 ml đến 50 ml.

8.3.3 Tráng cốc dung tích 50 ml bằng khoảng 25 ml dung dịch axit axetic (5.2) để hoà tan glyxerol còn sót lại. Chuyển nước tráng vào phễu chiết 1. Đậy nắp lại, lắc và để cho phân lớp, rút clorofooc (ở dưới) vào phễu chiết 2.

TCVN 6762:2000

Rửa cốc dung tích 50 ml bằng 25 ml dung dịch axit axetic và rót vào phễu chiết 2. Đậy nắp, lắc và để yên cho phân lớp, chuyển lớp clorofooc vào phễu chiết 3 và đổ dung dịch nước vào phễu chiết 1.

8.3.4 Rửa cốc và phễu chiết 2 bằng 25 ml dung dịch axit axetic và chuyển dung dịch đó vào phễu chiết 3. Đậy nắp, lắc và để yên cho phân lớp. Chuyển lớp clorofooc vào bình A dung tích 100 ml. Chuyển lớp nước vào phễu chiết 1.

Lần lượt tráng phễu 2 và 3 lần với 20 ml clorofooc và chuyển clorofooc vào phễu chiết 1. Đậy nắp, lắc và để yên cho phân lớp.

8.3.5 Chuyển lớp clorofooc vào bình A dung tích 100 ml và thêm clorofooc vào cho đến đủ thể tích. Đậy nắp và trộn.

8.3.6 Chuyển lớp nước vào bình B dung tích 100 ml. Tráng phễu 1 với dung dịch axit axetic, thêm dịch rửa vào bình B và thêm dung dịch axit axetic cho đến đủ thể tích. Đậy nắp và trộn.

8.4 Tiến hành xác định 1-monoglyxerit

Dùng pipet chuyển 50 ml dung dịch clorofooc từ bình A (8.3.5) vào bình nón dung tích 500 ml (6.1), dùng pipet thêm 50 ml axit periodic (5.3), trộn và đậy nắp.

Để yên 30 min trong chỗ tối.

Tiến hành thử mẫu trắng trong cùng một điều kiện, dùng 50 ml clorofooc (5.1) và 50 ml dung dịch axit periodic (5.3). Sau 30 min, cho thêm 20 ml dung dịch kali iodua (5.4) vào cả hai dịch thử và mẫu trắng. Đậy nắp bình lại, trộn và để yên trên 1 min.

Thêm vào dung dịch thử và mẫu trắng mỗi loại 100 ml nước.

Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat (5.5), dùng máy khuấy từ (6.2) khuấy liên tục, để đảm bảo trộn đều trong suốt quá trình. Khi việc chuẩn độ gần kết thúc, khi màu nâu của iốt hầu như biến mất, thêm khoảng 2 ml dung dịch chỉ thị hồ tinh bột (5.6). Tiếp tục chuẩn độ từng giọt một cho đến khi đạt được điểm cuối cùng (mất hoàn toàn màu xanh của hồ tinh bột iốt ở lớp nước). Khuấy mạnh để loại bỏ hoàn toàn iốt khỏi lớp clorofooc.

Nếu thể tích sử dụng để chuẩn độ dung dịch thử không nhiều hơn 80 % (thể tích) được sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, thì lặp lại phép xác định với một lượng phần mẫu thử nhỏ hơn hoặc lấy ước số nhỏ hơn của dung dịch clorofooc (đảm bảo axit periodic đủ dư).

8.5 Xác định glyxerol tự do

Lọc dung dịch nước ở bình B (8.3.6).

Dùng pipet, chuyển 50 ml dịch lọc vào bình nón dung tích 500 ml (6.1), thêm 50 ml dung dịch axit periodic (5.3) bằng pipet, trộn và đậy nắp lại.

Sau đó để 30 min trong chỗ tối.

Tiến hành thử mẫu trắng trong cùng một điều kiện, dùng 50 ml dung dịch axit axetic (5.2) và 50 ml dung dịch axit periodic (5.3).

Sau 30 min thêm 20 ml dung dịch kali iodua (5.4) vào dung dịch thử và mẫu trắng. Đậy nút bình lại, trộn và để yên trên 1 min.

Thêm 10 ml nước vào mỗi bình.

Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn (5.5), khi màu nâu của iôt hầu như biến mất, thêm 2 ml dung dịch hồ tinh bột (5.6).

Nếu thể tích sử dụng để chuẩn độ dung dịch thử không nhiều hơn 80 % (thể tích) được sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, thì lặp lại phép xác định với một lượng phần mẫu thử nhỏ hơn hoặc lấy ước số nhỏ hơn của dung dịch nước (đảm bảo axit periodic đủ dư).

8.6 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng mẫu thử.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính toán và công thức

9.1.1 Tính hàm lượng 1-monoglyxerit

Hàm lượng 1-monoglyxerit, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times r \times M_T}{20 \times m}$$

trong đó:

V_0 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn cần thiết để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn cần thiết để chuẩn độ dung dịch thử, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch natri thiosulfat chuẩn, được tính bằng mol trên lít;

M_T là khối lượng phân tử tương đối của một 1-monoglyxerit cụ thể, sự lựa chọn phụ thuộc vào thành phần của các axit béo (khi các kết quả được biểu thị theo glyxeryl monostearat, $M_T = 358$);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

r là tỷ lệ thể tích (100 ml) của pha clorofooc với thể tích (50 ml hoặc ít hơn) của pha này lấy để xác định.

Lấy kết quả đến 1 chữ số sau dấu phẩy.

9.1.2 Tính toán hàm lượng glyxerol tự do

Hàm lượng glyxerol tự do, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{(V_2 - V_3) \times c \times r \times M_T}{40 \times m}$$

trong đó:

V_2 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn cần thiết để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích dung dịch natri thiosulfat chuẩn cần thiết để chuẩn độ dung dịch thử, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch natri thiosulfat chuẩn, được tính bằng mol trên lit;

M_T là khối lượng phân tử tương đối của glyxerol ($M_T = 92,1$);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

r là tỷ lệ thể tích (100 ml) của pha nước với thể tích (50 ml hoặc ít hơn) của pha này lấy để xác định.

Lấy kết quả đến 1 chữ số sau dấu phẩy.

9.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa các kết quả thử của hai phép xác định được tiến hành cùng một lúc hoặc liên tiếp dưới các điều kiện như nhau do cùng một người phân tích không vượt quá giá trị chỉ ra ở 9.2.1 và 9.2.2.

9.2.1 Đối với 1-monoglyxerit

0,5 % (khối lượng) đối với hàm lượng từ 15 % (khối lượng) đến 25 % (khối lượng);

2 % (tương đối) giá trị trung bình đối với hàm lượng từ 25 % (khối lượng) đến 50 % (khối lượng);

1 % (khối lượng) đối với hàm lượng lớn hơn 50 % (khối lượng).

9.2.2 Đối với glyxerol tự do

0,1 % phần khối lượng.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần ghi phương pháp đã sử dụng và các kết quả thu được. Báo cáo cũng cần đề cập đến một số các thao tác chi tiết không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý, cùng với các tình tiết các sự cố mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm các thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ mẫu thử.