

TCVN 6119 : 1996

ISO 6321 1991

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH
ĐIỂM NÓNG CHẢY TRONG ỐNG MAO DẪN (ĐIỂM TRƯỢT)**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of
melting point in open capillary tubes (slips point)*

Lời nói đầu

TCVN 6119 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 6321 : 1991;

TCVN 6119 : 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 điểm nóng chảy trong ống mao dẫn (điểm trượt)

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of melting point in open capillary tubes (slips point)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp xác định điểm nóng chảy của dầu mỡ động vật và thực vật trong ống mao dẫn hở, thông thường được coi là điểm trượt (qui định cho các mỡ dưới đây) :

- a) phương pháp A chỉ áp dụng cho mỡ động vật và thực vật đông đặc ở nhiệt độ bình thường và không được thể hiện rõ rệt đa dạng;
- b) phương pháp B áp dụng cho tất cả các loại dầu mỡ động vật và thực vật đông đặc ở nhiệt độ thường và phương pháp này được dùng cho các loại mỡ có hình thể đa dạng chưa biết.

Chú thích

- 1) Nếu áp dụng cho dầu mỡ loại có hình thể rõ ràng, phương pháp A sẽ cho các kết quả khác nhau và không đạt yêu cầu so với phương pháp B.
- 2) Dầu mỡ có hình thể rõ ràng như bơ cacao và các loại mỡ chứa lượng triacylglycerol 2 - chưa bão hoà và 1,3 bão hoà.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

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

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

3 Định nghĩa

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

3.1 Điểm nóng chảy (trong ống mao dẫn hở) : Tại nhiệt độ đó điểm nóng trượt của cột mỡ trong ống mao dẫn hở bắt đầu dâng lên dưới các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Nhúng ống mao dẫn chứa cột mỡ đã kết tinh dưới các điều kiện được kiểm tra vào nước đến độ sâu qui định cho tăng nhiệt độ với tốc độ qui định. Ghi nhiệt độ quan sát được khi cột mỡ bắt đầu dâng lên trong ống mao dẫn.

5 Thiết bị

Sử dụng các thiết bị trong phòng thí nghiệm và :

5.1 Ống mao dẫn, có thành ống đồng đều và hai đầu hở, đường kính trong từ 1,0 mm đến 1,2 mm, đường kính ngoài từ 1,3 mm đến 1,6 mm, chiều dày của thành ống từ 0,15 mm đến 0,20 mm và chiều dài của ống từ 50mm đến 60 mm.

Kiểm tra đường kính trong và ngoài của ống mao dẫn bằng cách sử dụng dụng cụ đo như ở hình 1.

Trước khi sử dụng, làm sạch toàn bộ ống bằng cách rửa liên tiếp với một hỗn hợp của axit cromic, nước và axeton, sau đó sấy khô ở trong tủ sấy. Nên sử dụng ống mới.

5.2 Nhiệt kế, có vạch chia độ 0,1°C, đã được hiệu chuẩn trong phạm vi dãy nóng chảy dự kiến.

5.3 Máy khuấy điện.

5.4 Bình làm nguội, đổ nước mặn hoặc một chất lỏng không đóng băng, duy trì ở nhiệt độ từ -10°C đến -12°C, hoặc đổ một hỗn hợp nước đá vụn và muối (theo tỷ lệ 2:1 tính theo khối lượng) ở nhiệt độ từ -10°C đến -12°C.

5.5 Thiết bị đun nóng, gồm các phần sau đây:

- a) túi nước, làm bằng thủy tinh, với ống có đầu vào, đầu ra, hình dạng và kích thước như hình 2.;
- b) bếp đun nước, có khả năng đun nóng từ từ, tốc độ tăng nhiệt độ có thể khống chế ở 0,5°C/ phút và 4°C/ phút bởi túi nước [a] .

Thí dụ thiết bị đun nóng thích hợp như ở hình 3.

Chú thích 3 – Có thể sử dụng các loại thiết bị đun nóng khác như bình cách thủy với máy khuấy từ trường, có khả năng kiểm tra kết quả của tốc độ tăng nhiệt độ.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo ISO 5555 : 1991.

7 Chuẩn bị mẫu thử

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

8 Tiến hành thử

8.1 Chuẩn bị ống mao dẫn cho phương pháp A

Làm chảy phần mẫu thử càng nhanh càng tốt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy ít nhất 5°C, nhưng không cao hơn 10°C, đến khi mẫu thử được nóng chảy hoàn toàn.

Nhúng hai ống mao dẫn (5.1) vào mẫu thử đã chảy ra cho tới khi cột mỡ trong ống dâng lên cao 10 mm ± 2 mm. Ngay sau đó lau sạch mỡ thật nhanh ở thành ống bằng khăn thấm mỏng. Lập tức đặt ống mao dẫn ít phút trở lại bình có mỡ đã được đổ đầy nước đá để mỡ đông lại.

Đặt các ống đó trong bình làm nguội (5.4) 5 phút.

Tiếp tục như 8.3.

8.2 Chuẩn bị ống mao dẫn cho phương pháp B

Làm chảy phần mẫu thử càng nhanh càng tốt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy ít nhất 5°C, nhưng không cao hơn 10°C, cho tới nhiệt khoảng độ đủ làm cho mẫu nóng chảy hoàn toàn.

Làm nguội mẫu đã chảy ra bằng cách thỉnh thoảng khuấy cho đến khi nhiệt độ đạt từ 32°C đến 34°C và sau đó khuấy liên tục bằng máy khuấy (5.3), làm nguội mỡ cho tới khi xuất hiện dấu hiệu đục.

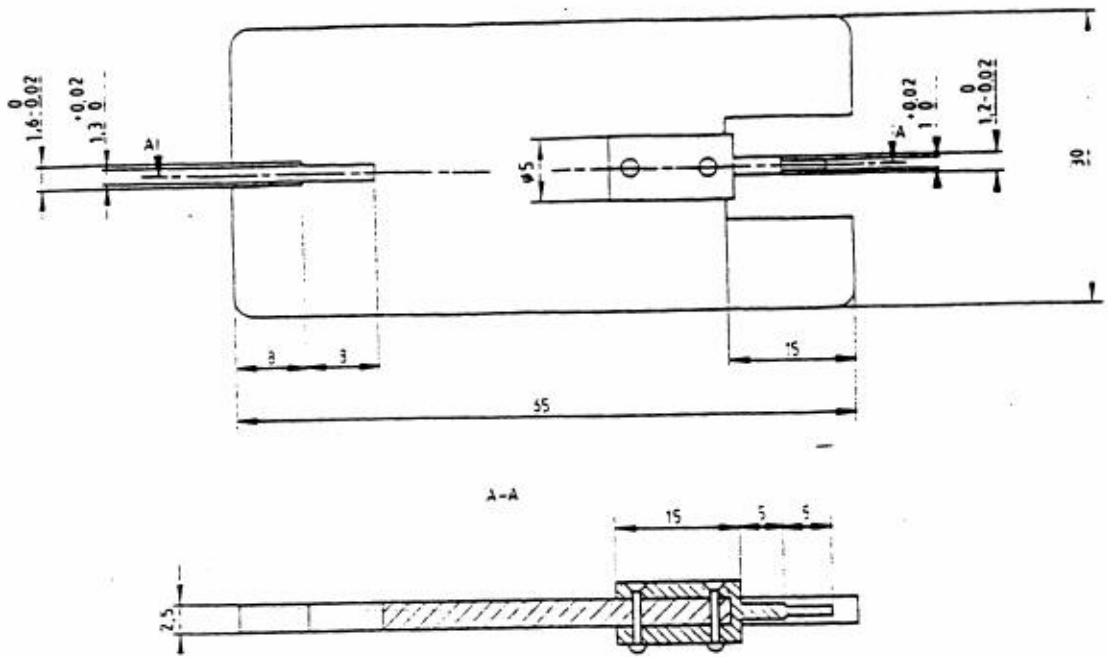
Tiếp tục khuấy bằng tay cho đến khi mỡ đặc sệt, sau đó chuyển mỡ vào bình có mỏ dung tích 100 ml ở nhiệt độ 17°C ± 2°C.

Bảo quản mỡ ở nhiệt độ đó tối thiểu 24 giờ.

Nhúng bốn ống mao dẫn (5.1) vào trong mỡ đã ổn định cho tới khi trong mỗi ống có chứa cột mỡ lên cao 10mm ± 2 mm. Lau mỡ dính ở mặt ngoài ống thật nhanh bằng khăn thấm mỏng.

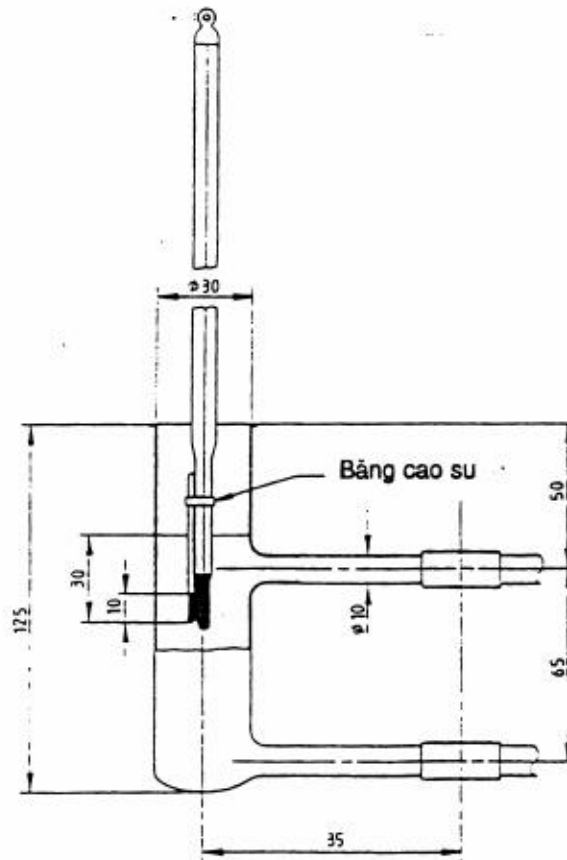
Bảo quản ống ở nhiệt độ 17°C ± 2°C cho đến khi đem phân tích.

Kích thước tính bằng milimet

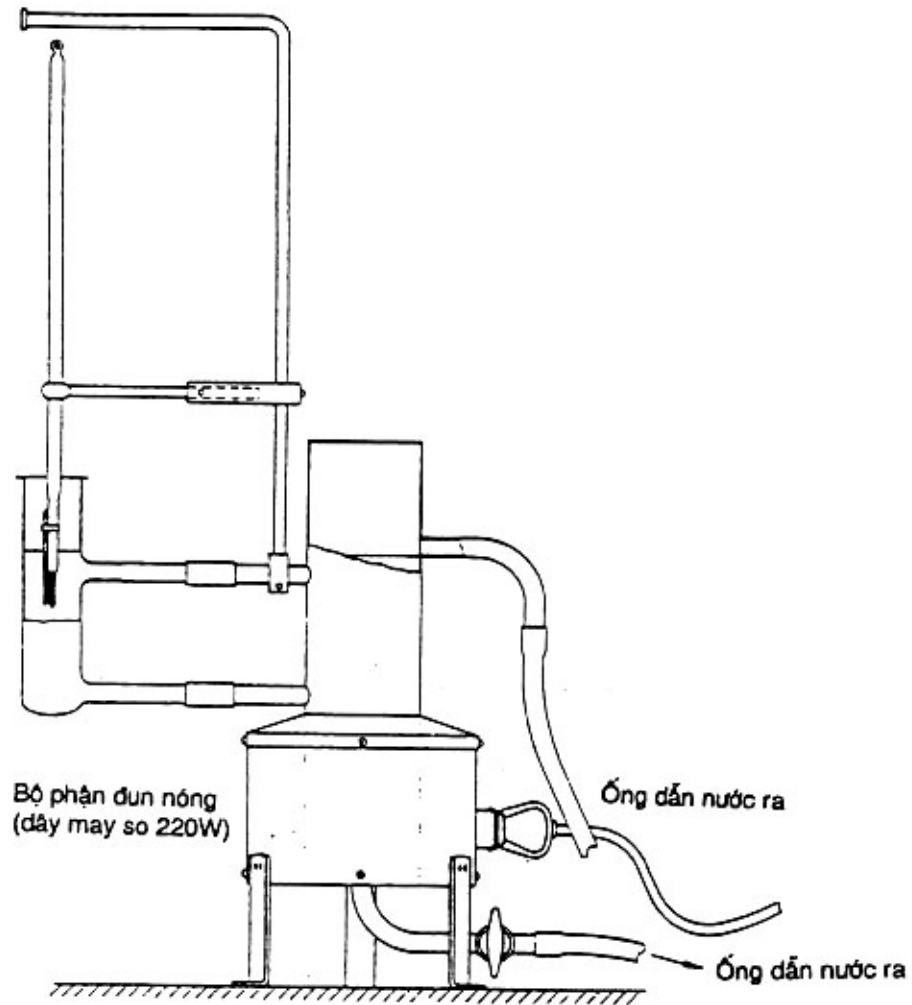


Hình 1 – Thước đo ống mao dẫn

Kích thước tính bằng milimet



Hình 2 – Túi nước



Hình 3 – Mẫu thiết bị đun nóng (đun nóng bằng đối lưu tự nhiên)

8.3 Tiến hành xác định

8.3.1 Gắn hai ống mao dẫn đã được chuẩn bị cho phương pháp A (8.1) hoặc cho phương pháp B (8.2) vào nhiệt kế (5.2), dùng băng cao su hẹp (hoặc băng loại khác tương tự, ví dụ vòng cao su), sao cho cột mỡ được để ở vị trí đầu dưới của ống mao dẫn và nằm sát ngay bầu nhiệt kế.

8.3.2 Đổ nước đã đun sôi để nguội đến 15°C vào bao nước (5.5a) và bếp đun nước (5.5b). Kẹp chặt hoặc treo nhiệt kế có gắn những ống mao dẫn ở giữa bao nước, sao cho đầu dưới của các ống mao dẫn ngập trong nước 30 mm.

8.3.3 Điều chỉnh thiết bị đun (5.5) sao cho luồng hơi nước đi qua túi nước chậm, tốc độ tăng nhiệt độ của nước đo bằng nhiệt kế trong túi nước khoảng từ $3^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ đến $4^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ đối với phương pháp A và $1^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ đối với phương pháp B.

8.3.4 Ghi giá trị nhiệt độ nhiệt kế đã chỉ của mỗi cặp ống mao dẫn ngay khi mỡ bắt đầu dâng lên trong ống.

8.3.5 Ghi giá trị trung bình cộng của hai lần đọc được. Đối với phương pháp A, giá trị trung bình là kết quả của một lần xác định.

8.3.6 Đối với phương pháp B, thực hiện các thao tác như đã miêu tả ở 8.3.1 đến 8.3.3, vẫn sử dụng hai ống mao dẫn (8.2), giảm tốc độ tăng nhiệt độ đến $0,5^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ khi nhiệt độ nước ở 5°C , đọc giá trị xác định được ở 8.3.5. Ghi giá trị nhiệt độ do nhiệt kế chỉ của từng cặp ống mao dẫn ngay khi mỡ bắt đầu dâng lên trong ống. Ghi giá trị nhiệt độ trung bình cộng của hai lần đọc được và coi đó là kết quả của một lần xác định.

8.4 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử [nghĩa là giá trị trung bình cộng của hai lần đọc được đối với phương pháp A (8.3.5) và giá trị trung bình cộng hai lần đọc được cuối cùng đối với phương pháp B (8.3.6)].

9 Biểu thị kết quả

Kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định.

Kết quả lấy chính xác đến $0,1^{\circ}\text{C}$.

10 Độ chính xác

10.1 Kết quả thống kê của các liên phòng thí nghiệm

Hai nhóm liên phòng thí nghiệm tiến hành thực hiện theo mức của ISO/TC34/SC11 trong năm 1982 và 1986, trong đó có 20 phòng tham gia thí nghiệm [mỗi phòng làm 3 phép xác định trên mỗi mẫu (cột 2, 3 và 8)] và 15 phòng thí nghiệm [mỗi phòng làm 3 phép xác định trên mỗi mẫu (cột 4 đến cột 7)] và đã đưa ra kết quả thống kê (đánh giá phù hợp với ISO 5725¹⁾) ở bảng 1.

10.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa giá trị của hai phép xác định được tiến hành liên tục (hoặc cùng một lúc) cùng một người thao tác, sử dụng cùng một loại thiết bị, trên cùng một mẫu thử, không vượt quá $0,5^{\circ}\text{C}$ đối với phương pháp A và $1,0^{\circ}\text{C}$ đối với phương pháp B.

¹⁾ ISO 5725 : 1996 Độ chính xác của các phương pháp thử nghiệm. Xác định độ lặp lại và độ tái lập cho phương pháp thử nghiệm chuẩn bằng các liên phòng thí nghiệm.

Bảng 1

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|------------------------------------------|---------------|-------------------------|---------------|--------|-------------------|------------------|------------------|
| | Phương pháp A | | Phương pháp B | | | | |
| | dầu nhân cọ | dầu đậu tương hydro hoá | bơ cacao | dầu cọ | dầu dừa hydro hoá | dầu cọ hydro hoá | dầu cọ hydro hoá |
| Số lượng các phòng thí nghiệm | 18 | 18 | 14 | 14 | 13 | 13 | 18 |
| Giá trị trung bình (°C) | 27,6 | 35,4 | 31,4 | 36,3 | 37,1 | 45,5 | 47,5 |
| Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, S_r (°C) | 0,15 | 0,14 | 0,29 | 0,35 | 0,30 | 0,13 | 0,15 |
| Hệ số biến thiên của độ lặp lại | 0,5% | 0,4 % | 0,9 % | 1,0% | 0,8% | 0,3% | 0,3% |
| Độ lặp lại $2,8 S_r$ (°C) | 0,4 | 0,4 | 0,8 | 1,0 | 0,8 | 0,4 | 0,4 |
| Độ lệch chuẩn của độ tái lập S_R (°C) | 0,31 | 0,75 | 2,0 | 2,5 | 0,9 | 0,5 | 0,77 |
| Hệ số biến thiên của độ tái lập | 1,1% | 2,1% | 6,4% | 6,9% | 2,5% | 1,1% | 1,7% |
| Độ tái lập, $2,8 S_R$ | 0,9 | 2,1 | 5,7 | 7,1 | 2,6 | 1,4 | 2,2 |

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải ghi rõ phương pháp sử dụng (ví dụ phương pháp A hay phương pháp B), kết quả thu được và phương pháp tính toán. 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.