

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6126 : 1996

~~**ISO 3657 : 1988**~~

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ XÀ PHÒNG**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of saponification value

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6126 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 3657 : 1988;

TCVN 6126 : 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 chỉ số xà phòng

Animal and vegetable fats and oils – Determination of saponification value

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định chỉ số xà phòng cho dầu mỡ động vật và thực vật.

Nếu trong sản phẩm có chứa axit vô cơ thì kết quả của phương pháp này sẽ không đúng, trừ khi các axit vô cơ này được xác định riêng.

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 đây cho mục đích của tiêu chuẩn này:

Chỉ số xà phòng : Số miligam kalihydroxit cần để xà phòng hoá 1 g chất béo dưới các điều kiện quy định của tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Đun sôi mẫu thử với dung dịch kali hydroxit trong etanol và cho hồi lưu bằng bộ sinh hàn sau đó chuẩn độ lượng kali hydroxit dư với dung dịch chuẩn axit clohydric.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải là loại tinh khiết và nước để thử là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Kali hydroxit, dung dịch $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ trong etanol 95% (V/V).

Dung dịch này không màu hoặc vàng nhạt.

Dung dịch ổn định không màu có thể được chuẩn bị theo cách sau đây:

a) cho hồi lưu 1 lít etanol với 8 g kali hydroxit và 5 g nhôm hạt trong 1 giờ, sau đó đem chưng cất ngay. Hoà tan một số lượng cần thiết kali hydroxit với phần cất được. Sau đó để yên trong vòng vài ngày, gạn chất lỏng trong trên bề mặt chất lắng của kali cacbonat.

b) thêm 4 g nhôm tertbutylat trong 1 lít etanol và sau đó trộn rồi để yên trong vài ngày, gạn chất lỏng trên bề mặt và đem hoà vào đó lượng kali hydroxit, sau đó để yên một vài ngày. Gạn chất lỏng trong trên mặt của chất lắng kali cacbonat. Đựng dung dịch này trong bình thủy tinh màu nâu hoặc vàng, đậy kín bình bằng nút cao su và đem gạn ra để sử dụng.

5.2 Axit clohydric, dung dịch chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.3 Phenolphthalein, dung dịch 10 g/l trong etanol 95% (V/V), hoặc kiểm xanh 6B, dung dịch 20 g/l trong etanol 95% (V/V).

5.4 Chất trợ sôi.

6 Thiết bị

Sử dụng các thiết bị trong phòng thí nghiệm và :

6.1 Bình nón, dung tích 250 ml, cổ mài, được làm bằng thủy tinh bền kiềm.

6.2 Bộ sinh hàn có chỗ nối bằng thủy tinh mài nối vừa khít với bình nón (6.1).

6.3 Dụng cụ đun nóng (nối cách thủy, bếp đun nóng bằng điện hoặc các dụng cụ thích hợp khác). Ngọn lửa trần là không thích hợp.

6.4 Buret, dung tích 50 ml, có vạch chia 0,1 ml.

6.5 Pipet, dung tích 25 ml.

7 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo ISO 5555 : 1991.

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 2 g mẫu thử, chính xác đến 5mg (theo điều 8) cho vào bình nón (6.1) .

Chú thích – Phần mẫu thử 2 g để xác định chỉ số xà phòng hoá từ 170 đến 200. Đối với các chỉ số xà phòng khác, lượng phần mẫu thử cần được thay đổi cho phù hợp, sao cho khoảng một nửa dung dịch kali hidroxit trong etanol được trung hoà.

9.2 Tiến hành xác định

9.2.1 Dùng pipet (6.5) lấy 25,0ml dung dịch kali hydroxit trong etanol (5.1) cho vào phần mẫu thử, và một ít chất trợ sôi (5.4). Nối bộ sinh hàn (6.2) với bình đặt trên dụng cụ đun nóng (6.3) và đun sôi từ từ, lắc nhẹ trong suốt thời gian 60 phút hoặc 2 giờ trong trường hợp dầu và mỡ có điểm nóng chảy cao và khó xà phòng hoá.

9.2.2 Cho thêm vào dung dịch đang nóng 0,5 ml dung dịch phenonphtalein (5.3) và chuẩn độ với dung dịch chuẩn axit clohydric (5.2) cho đến khi màu hồng của chất chỉ thị biến mất. Nếu dung dịch có màu đậm thì sử dụng 0,5 ml đến 1 ml dung dịch kiểm xanh 6B (6.3).

9.3 Mẫu trắng

Mẫu trắng được chuẩn bị theo trình tự ở 9.2, dùng lại 25 ml dung dịch kali hydroxit trong etanol (5.1) nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

9.4 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

Chỉ số xà phòng hoá, I_s , được tính theo công thức :

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

trong đó

- V_2 là thể tích của dung dịch chuẩn axit clohydric (5.2) đã sử dụng cho mẫu trắng, tính bằng mililit;
- V_1 là thể tích của dung dịch chuẩn axit clohydric (5.2) đã sử dụng cho phép xác định tính bằng mililit;
- c là nồng độ chính xác của dung dịch chuẩn axit clohydric (5.2), tính bằng mol trên lít ;
- m là khối lượng của phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam.

Kết quả được làm tròn đến số thập phân thứ nhất.

11 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa hai chỉ số của hai phép xác định được thực hiện cùng một người phân tích, trên cùng thiết bị thử và trên cùng một mẫu thử không vượt quá 0,5% (tương đối) giá trị trung bình cộng.

Chú thích – Các số liệu về độ lặp lại đã được chấp nhận.

12 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải ghi rõ phương pháp sử dụng, 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.
