

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6032 : 1995

ISO 935 : 1988

**Mỡ và dầu động vật và thực vật –
Phương pháp xác định chuẩn độ**

Animal and vegetable fats and oil - Determination of titre

HÀ NỘI - 1995

Mỡ và dầu động vật và thực vật – Phương pháp xác định chuẩn độ

Animal and vegetable fats and oil - Determination of titre

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn bị axit béo không tan trong nước của mỡ và dầu động vật và thực vật, và xác định nhiệt độ làm đông đặc của chúng, thông thường được gọi là chuẩn độ của mỡ hoặc dầu.

Phương pháp này không áp dụng cho dầu và mỡ có chuẩn độ thấp hơn 30°C.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 661, Dầu và mỡ động vật và thực vật - Chuẩn bị mẫu thử.

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

3 Định nghĩa

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

Chuẩn độ nhiệt độ không đổi quan sát khi tạm dừng hạ nhiệt độ hoặc, nếu có sự tăng nhiệt độ, nhiệt độ tối đa đạt được trong quá trình làm nguội axit béo ở dạng lỏng khi vẫn tiếp tục khuấy.

4 Nguyên tắc

Xà phòng hoá của mẫu thử nghiệm với dung dịch kali hydroxit trong glyxerol, hoà tan xà phòng trong nước và trung hoà. Rửa axit béo không hoà tan với dung dịch natri nóng, sấy khô và lọc.

Axit béo đã hoà tan, làm nguội và khuấy liên tục và quan sát nhiệt độ đông đặc bằng biểu hiện sự ngưng tụ nhiệt độ, có thể kèm theo sự tăng nhiệt độ.

5 Thuốc thử

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

TCVN 6032 : 1995

5.1 Kali hydroxit, hoà tan trong glyxerol chuẩn bị bằng cách hoà tan 100 g KOH trong 500 g glyxerol đun nóng ở nhiệt độ không lớn hơn 130°C. Bột có thể xuất hiện ở nhiệt độ cao.

5.2 Axit sunfuric, dung dịch được chuẩn bị bằng cách cho một thể tích axit sunfuric đậm đặc ($\rho = 1,84\text{g/ml}$) vào 4 thể tích nước vừa cho vừa khuấy.

5.3 Natri clorua, 100 g/l dung dịch.

5.4 Natri sunphat, muối khan.

5.5 Metyl da cam, 5 g/l dung dịch chỉ thị.

6 Thiết bị thử

Các thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm và thiết bị đặc biệt.

6.1 Bình nón hoặc bình tam giác bằng thuỷ tinh bosilicat có dung tích 1 lít.

6.2 Bếp điện, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ xấp xỉ 130 và $140 \pm 10^\circ\text{C}$, tốt nhất nên có một bộ phận khuấy từ.

6.3 Phễu chiết có dung tích 500 ml.

6.4 Thiết bị làm nguội, được gắn với thiết bị khuấy liên tục

(Xem hình vẽ).

6.4.1 Bình cổ rộng, cao 130 mm, đường kính trong 100 mm.

6.4.2 Ống thử nghiệm, 100 mm x 25 mm, gắn với thiết bị khuấy sao cho nó có thể hoạt động liên tục và chuyển động qua khoảng thẳng đứng khoảng 40mm, ống thử nghiệm được đánh dấu ở độ cao 55mm. Bộ phận khuấy được làm từ thuỷ tinh hoặc kim loại trơ có đường kính từ 2 đến 3 mm, có đáy hình thành một vòng tròn có đường kính 19mm theo mặt nằm ngang.

6.4.3 Nút bần det, để đáy lọ (6.4.1) và có lỗ ở giữa để nâng giữ ống nghiệm (6.4.2).

6.4.4 Nhiệt kế, có độ chia $0,1^\circ\text{C}$, kiểm định thang chia độ trong khoảng chuẩn độ hạ và treo thích hợp sao cho bầu nhiệt kế ở khoảng 10 mm từ đáy của ống nghiệm (6.4.2).

6.5 Nồi cách thuỷ (hoặc chất lỏng khác), có thể được giữ ở nhiệt độ từ 20 đến 25°C dưới độ chuẩn.

7 Lấy mẫu

Xem ISO 5555.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo ISO 661.

9 Tiến hành thử

9.1 Chuẩn bị axit béo không tan trong nước

Cân khoảng 110g dung dịch KOH (5.1) cho vào lọ đáy phẳng hoặc cốc 1 lít (6.1). Khuấy và đun trên bếp điện (6.2) tới khoảng 130°C. Thêm khoảng 45 g mẫu thử (điều 8) đun nóng tới 60°C. Khuấy hỗn hợp trên bếp điện ở $140 \pm 10^\circ\text{C}$, cho tới khi xà phòng hoá hoàn toàn, hỗn hợp trở thành trong suốt và đồng nhất với sự tạo bọt trong vài phút khi đó ngừng khuấy và đun.

Cho phép nhiệt độ hạ tới 105°C. Thêm 300ml nước nóng và khuấy.

Khuấy và đun nóng (nếu cần thiết có thể đun sôi) đến khi xà phòng tan hoàn toàn. Thêm dung dịch axit sunfuric (5.2), thường khoảng 50ml, khuấy đến khi hỗn hợp được trung tính đối với metyl da cam (5.5) tiếp tục đun và khuấy đến lúc axit béo tạo thành rõ một lớp trên bề mặt chất lỏng.

Chú thích – Nếu có các axit béo chuỗi ngắn thì đun nóng hỗn hợp axit theo kiểu ngược lại.

Chuyển hỗn hợp nóng sang phễu rời (6.3). Lấy ra và loại bỏ lớp nước.

Rửa axit béo 3 lần mỗi lần 150 ml dung dịch NaCl (5.3) đủ nóng để duy trì axit béo ở trạng thái lỏng. Sau mỗi lần rửa bỏ hết dịch rửa. Chuyển axit béo sang cốc 100 ml, thêm khoảng 5 g natri anhydrit sunfat (5.4) và khuấy. Lọc qua giấy lọc khô, giữ cho axit béo luôn ở thể lỏng.

9.2 Xác định chuẩn độ

Đun axit béo (9.1) tới khoảng 10°C lớn hơn chuẩn độ dự kiến. Rót vào ống nghiệm (6.4.2) tới mức cao 55 mm, lắp thiết bị làm nguội (6.4) và đặt nó vào bình cách thủy (6.5). Lập tức khuấy với tốc độ từ 80 đến 100 lần lên xuống trong 1 phút. Quan sát nhiệt độ sau lần giảm đột ngột đầu tiên, hạ dần khi bắt đầu kết tinh và sau đó trở nên không đổi hoặc tăng trong vòng 3 giây.

Dừng khuấy.

Ghi lại nhiệt độ không đổi chính xác đến 0,1°C hoặc nhiệt độ lớn nhất đạt được trong mỗi lần tăng như chuẩn độ.

9.3 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định (9.2) trên cùng một mẫu axit béo (9.1) được chuẩn bị.

10 Tính kết quả

10.1 Phương pháp tính toán

Lấy kết quả số học của hai phép xác định (9.3) với điều kiện là các yêu cầu về độ lặp lại được thoả mãn. Mặt khác thực hiện hai phép xác định khác trên một mẫu axit béo đã chuẩn bị (9.1).

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

10.2 Độ lặp lại

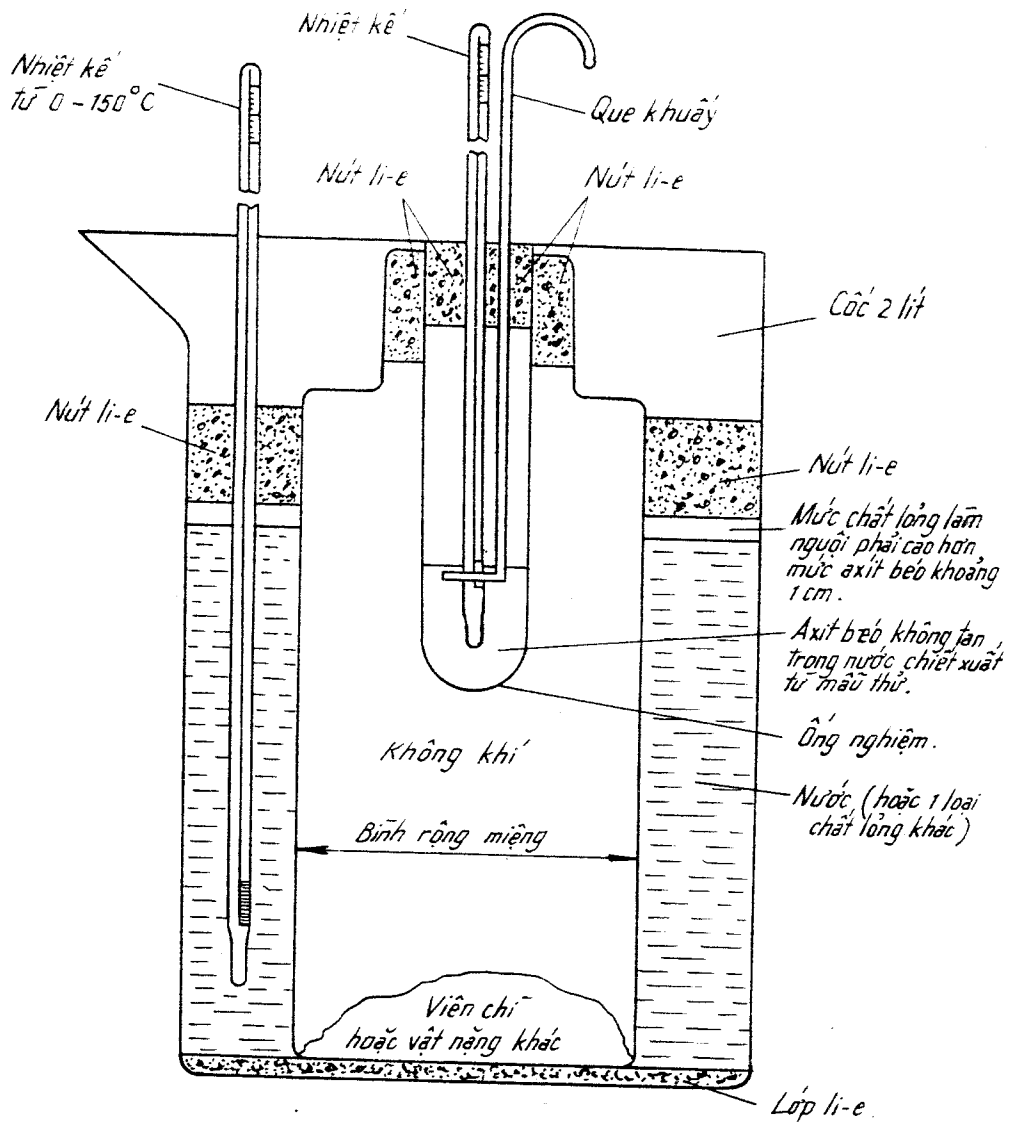
Sự chênh lệch các giá trị của hai phép xác định được thực hiện liên tiếp của cùng một người phân tích trên cùng một mẫu axit béo đã chuẩn bị không vượt quá $0,2^{\circ}\text{C}$.

Chú thích – Số $0,2^{\circ}\text{C}$ được chấp nhận từ lâu ở một số nước. Thử nghiệm ngày nay không chỉ ra một nguyên nhân nào để không công nhận con số này.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Nó cũng đề cập đến bất kỳ điều kiện thao tác nào không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc sự tùy ý nào, cũng như mọi tình huống mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm bao gồm tất cả các chi tiết yêu cầu để nhận dạng đầy đủ mẫu thử.



Hình 1 - Sơ đồ thiết bị làm nguội