

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6127 : 1996

ISO 660 : 1983

~~DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –~~
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ AXIT VÀ ĐỘ AXIT

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of acid value and of acidity*

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6127 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 660 : 1983;

TCVN 6127 : 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 axit và độ axit

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of acid value and of acidity

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp xác định axit béo tự do trong dầu mỡ động vật và thực vật. (Phương pháp chuẩn độ và phương pháp đo điện thế). Để được thuận tiện, axit được biểu thị là chỉ số axit hoặc độ axit theo qui ước được lựa chọn.

Phương pháp này áp dụng cho dầu mỡ động vật và thực vật. Không áp dụng cho các loại sáp.

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:

3.1 Chỉ số axit : Số mili gam kali hydroxit dùng để trung hoà axit béo tự do có trong 1 g dầu hoặc mỡ.

3.2 Độ axit : Biểu thị qui ước theo tỷ lệ phần trăm của axit béo tự do.

Tuỳ theo bản chất dầu hoặc mỡ, độ axit được biểu thị theo qui định trong bảng 1.

Bảng 1

Bản chất dầu hoặc mỡ	Được biểu thị theo	Khối lượng mol g/mol
Dầu dừa, dầu nhân hạt cọ và các loại dầu tương tự	axit lauric	200
Dầu cọ	axit panmitic	256
Dầu từ họ hạt cải *	axit erucic	338
Các loại dầu và mỡ khác	axit oleic	282

* Trong trường hợp dầu hạt cải có hàm lượng axit erucic thấp, độ axit được biểu thị theo axit oleic.

Nếu kết quả được biểu thị đơn thuần là "độ axit", nếu không có định nghĩa nào khác thì độ axit được biểu thị theo axit oleic.

Nếu mẫu thử có chứa axit vô cơ, theo qui định thì được xác định là axit béo.

4 Phương pháp chuẩn độ

4.1 Qui định chung

Phương pháp này chủ yếu thích hợp với các loại dầu và mỡ có màu nhạt.

4.2 Nguyên tắc

Hoà tan phần mẫu thử trong một dung môi hỗn hợp, sau đó chuẩn độ axit béo tự do với dung dịch kali hydroxit trong etanol.

4.3 Thuốc thử

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

4.3.1 Hỗn hợp dietyl ete/ etanol 95% (V/V), 1+1 (V/V).

Cảnh báo - Detyl ete là chất rất dễ bốc cháy và có thể tạo thành peroxit dễ nổ. Cần phải hết sức cẩn thận khi sử dụng.

Trước khi sử dụng, trung hoà một cách chính xác bằng cách cho thêm dung dịch kali hydroxit (4.3.2) với 0,3 ml dung dịch phenonphtalein (4.3.3) cho 100 ml hỗn hợp .

Chú thích – Nếu không dùng dietyl ete thì có thể sử dụng một dung môi hỗn hợp của etanol và toluen. Nếu cần thiết có thể thay thế etanol bằng 2 - propanol.

4.3.2 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn trong etanol, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, hoặc nếu cần thiết $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Nồng độ chính xác của dung dịch kali hydroxit trong etanol phải được biết trước và được kiểm tra ngay trước khi đem sử dụng. Dùng dung dịch đã được chuẩn bị ít nhất trước 5 ngày và được gạn cho vào bình thủy tinh màu nâu, đậy kín bằng nút cao su. Dung dịch phải không có màu hoặc có màu vàng nhạt.

Chú thích – Dung dịch kali hydroxit không màu ổn định có thể được chuẩn bị theo cách sau : đun sôi và làm ngưng 1 000 ml etanol với 8 g kali hydroxit và 0,5 g nhôm hạt trong 1 giờ. Sau đó đem chưng cất ngay lập tức. Hoà tan một phần lớn kali hydroxit trong phần cất được, sau đó để yên tất cả trong vài ngày và gạn chất lỏng trong ở trên bề mặt của chất lắng kali cacbonat.

Dung dịch cũng có thể được chuẩn bị mà không cần phải chưng cất theo cách sau : cho thêm 4 ml nhôm butylat vào 1000 ml etanol, sau đó trộn và để yên trong vài ngày. Gạn chất lỏng ở trên bề mặt và hoà tan phần lớn kali hydroxit trong chất đó. Dung dịch này được đưa sử dụng ngay.

4.3.3 Phenonphtalein, dung dịch 10 g/l trong etanol 95% đến 96 % (V/ V), hoặc kiểm xanh (trong trường hợp mẫu thử có màu đậm), dung dịch 20g/l trong etanol 95 % đến 96 % (V/ V).

4.4 Thiết bị

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

4.4.1 Cân phân tích

4.4.2 Bình nón, dung tích 250 ml.

4.4.3 Buret, dung tích 10ml và có khoảng chia độ 0,1 ml.

4.5 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo ISO 5555 : 1991.

4.6 Tiến hành thử

4.6.1 Chuẩn bị mẫu thử

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

4.6.2 Phần mẫu thử

Phần mẫu thử được lấy theo chỉ số axit dự kiến ở bảng 2.

Bảng 2

Chỉ số axit dự kiến	Khối lượng phần mẫu thử g	Độ chính xác của phép cân phần mẫu thử g
< 1	20	0,05
1 đến 4	10	0,02
4 đến 15	2,5	0,01
15 đến 75	0,5	0,001
> 75	0,1	0,000 2

Cân phần mẫu thử cho vào bình nón dung tích 250 ml (4.4.2).

4.6.3 Tiến hành xác định

Hoà tan mẫu thử (4.6.2) trong 50 ml đến 150 ml hỗn hợp dietyl ete và etanol trung tính đã được chuẩn bị trước (4.3.1).

Chuẩn độ với dung dịch kali hydroxit 0,1 mol / l (4.3.2), thỉnh thoảng khuấy dung dịch (xem chú thích 3) cho đến điểm kết thúc được biết bằng chất chỉ thị (màu hồng của phenonphtalein giữ vững được ít nhất trong 10 giây).

Chú thích :

- 1) Trong trường hợp chỉ số axit rất thấp (< 1) cho nitrơ chảy nhẹ qua mẫu thử thì thích hợp hơn.
- 2) Dung dịch kali hydroxit chuẩn trong etanol (4.3.2) có thể được thay thế bằng kali nước hoặc dung dịch natri hydroxit, nếu lượng nước đưa vào không gây ra sự phân lớp.
- 3) Nếu số lượng dung dịch kali hydroxit 0,1 mol / l cần thiết vượt quá 10 ml thì dùng dung dịch 0,5 mol/l.
- 4) Nếu dung dịch trở nên đục trong khi chuẩn độ thì cho thêm một số lượng của dung môi hỗn hợp (4.3.1) vừa đủ để dung dịch được trong.

4.6.4 Số phép xác định

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

5 Phương pháp đo điện thế

5.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ bằng phương pháp đo điện thế các axit béo tự do có trong mẫu thử với dung dịch kali hydroxit trong isopropanol trong môi trường nước.

5.2 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải có chất lượng tinh khiết phân tích và nước là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương ứng.

5.2.1 Xeton metyl isobutyl, đã được trung hoà trước khi đem sử dụng bằng cách cho thêm dung dịch kali hydroxit trong isopropanol (5.2.2) với sự có mặt của phenolphthalein cho đến khi chất chỉ thị có màu hồng.

5.2.2 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ hoặc $0,5 \text{ mol/l}$.

5.2.2.1 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ trong 2 - propanol.

Hoà tan 7 g hạt kali hydroxit trong 2 -propanol và pha loãng đến 1000 ml bằng 2 - propanol.

5.2.2.2 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ trong 2 -propanol.

Hoà tan 35 g kali hydroxit hạt trong 2 - propanol và pha loãng đến 1000 ml bằng 2 - propanol.

5.2.2.3 Chuẩn hoá

Nồng độ chính xác của dung dịch phải được xác định ngay trước khi đem sử dụng.

Cân 0,15 g (đối với dung dịch 5.2.2.1) hoặc 0,75 g (đối với dung dịch 5.2.2.2) axit benzoic có độ tinh khiết 99,9 % chính xác đến 0,0002 g cho vào cốc (5.3.2) và hoà tan trong 50 ml xeton metyl isobutyl (5.2.1).

Đưa điện cực vào pH mét (5.3.4), khởi động que khuấy (5.3.5) và chuẩn độ với dung dịch kali hydroxit (5.2.2.1 hoặc 5.2.2.2) cho đến điểm tương đương (xem chú thích từ 1 đến 5.5.3).

Nồng độ của dung dịch kali hydroxit (5.2.2.1 hoặc 5.2.2.2) được tính bằng mol trên lít theo công thức :

$$\frac{1000 \times m_0}{122,1 \times V_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng của axit benzoic đã sử dụng, tính bằng gam;

V_0 là thể tích của dung dịch kali hydroxit (5.2.2.1 hoặc 5.2.2.2) đã sử dụng, tính bằng mililit.

5.3 Thiết bị

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

5.3.1 Cân phân tích.

5.3.2 Cốc, dung tích 150 ml, có dáng cao.

5.3.3 Buret, dung tích 10 ml, có vạch chia độ 0,1 ml.

5.3.4 pH mét, được trang bị với điện cực calomet bằng thủy tinh.

Sự tiếp xúc giữa dung dịch kali clorua bão hoà và mẫu thử phải được thực hiện qua một tấm thủy tinh nhám hoặc tấm sứ có độ dày nhỏ nhất 3 mm.

Chú thích – Nên để điện cực thủy tinh 12 giờ trong nước cất trước khi chuẩn độ, hoặc trong xeton metyl isobutyl. Sấy qua cùng với một tờ giấy lọc trước khi thực hiện phép đo. Sau khi xác định, rửa nó ngay lập tức với xeton metyl isobutyl, sau đó với 2 - propanol và cuối cùng với nước cất.

Nếu điện cực hoạt động không được như ý thì thử lại bằng cách để nó 24 giờ trong dung dịch axit clohydric trong isopropanol 1 mol/l. Sau khi xử lý, rửa điện cực với nước cất và sau đó với 2 - propanol và xeton metyl isobutyl .

Việc sử dụng tấm thủy tinh nhám hoặc tấm sứ là để bảo đảm sự tiếp xúc giữa dung dịch kali clorua bão hoà và dung dịch thử, ngăn ngừa sự truyền dòng điện và điện thế phát sinh.

5.3.5 Máy khuấy, thích hợp nhất là máy khuấy từ trường.

5.4 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo ISO 5555 : 1991.

5.5 Tiến hành thử

5.5.1 Chuẩn bị mẫu thử

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

5.5.2 Phần mẫu thử

Cân từ 5 g đến 10 g mẫu thử chính xác đến 0,01g cho vào cốc (5.3.2).

5.5.3 Tiến hành xác định

Hoà tan phần mẫu thử (5.5.2) trong 50 ml xeton metyl isobutyl (5.2.1).

Đưa điện cực vào pH mét (5.3.4), khởi động máy khuấy (5.3.5) và chuẩn độ với dung dịch kali hydroxit (5.2.2.1 hoặc 5.2.2.2) (tùy theo độ axit dự kiến của mẫu thử) cho đến điểm tương đương.

Chú thích :

1) Điểm tương đương nói chung xấp xỉ giá trị 10 trên thang pH và có thể xác định trên đồ thị bằng cách quan sát điểm uốn trên đường cong trung hoà.

Điểm tương đương có thể được tính toán bằng cách lấy giá trị từng phần đầu tiên của sự biến thiên pH như một hàm số của thể tích dung dịch kali hydro thêm vào đến tối đa hay giá trị từng phần thứ hai trở thành 0.

2) Điểm tương đương không có khả năng xác định điểm uốn trong trường hợp dầu hạt bông thô giàu chất gossypol. Trong trường hợp này thì sử dụng cách xác định điểm uốn theo qui ước. Đặt điểm tương đương độ trung hoà của axit oleic trên thang pH bằng cách sử dụng kali hydroxit trong dung môi để chuẩn độ như sau :

Hoà tan khoảng 0,282 g axit oleic trong 50 ml xeton metyl isobutyl (5.2.1). Vẽ đường cong trung hoà của axit oleic bằng cách sử dụng dung dịch kali hydroxit (5.2.2). Quan sát độ pH của điểm uốn qua đường cong (về nguyên tắc tương ứng với sự 10 ml dung dịch kali hydroxit 0,1 mol/l). Sử dụng chỉ số này, quan sát đường cong trung tính của dầu hạt bông với số lượng dung dịch kali hydroxit đã sử dụng để " trung hoà " dầu hạt bông.

5.5.4 Số phép xác định

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

6 Biểu thị kết quả

6.1 Chỉ số axit

Chỉ số axit được tính theo công thức:

$$\frac{56,1 \times V \times c}{m}$$

trong đó

V là thể tích của của dung dịch chuẩn kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mililit;

c là nồng độ chính xác của dung dịch chuẩn kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mol trên lít;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

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

6.2 Độ axit

Độ axit có thể tính từ kết quả chỉ số axit thu được của phép xác định, hoặc theo phương pháp chuẩn độ (điều 4) hoặc theo phương pháp đo điện thế (xem điều 5).

Độ axit được biểu thị bằng tỷ lệ phần trăm theo công thức :

$$V \times c \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{V \times c \times M}{10 \times m}$$

trong đó

V là thể tích của dung dịch chuẩn kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mililit ;

c là nồng độ chính xác của dung dịch chuẩn kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mol trên lít ;

M là khối lượng mol của axit được chọn để biểu thị kết quả (xem bảng 1), tính bằng gam trên mol ;

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

Kết quả là trung bình cộng của hai phép thử.

7 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.
