

TCVN 6123-2 : 1996

~~ISO 3596-2 : 1988 (E)~~

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHẤT KHÔNG XÀ PHÒNG HÓA**

Phần 2: PHƯƠNG PHÁP NHANH DÙNG CHẤT CHIẾT HEXAN

Animal and vegetable fats and oils - Determination of unsaponifiable matter

Part 2: Rapid method using hexane extraction

Lời nói đầu

TCVN 6123-2 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 3569-2 : 1988 (E);

TCVN 6123-2 : 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 chất không xà phòng hóa

Phần 2: Phương pháp nhanh dùng chất chiết hexan

Animal and vegetable fats and oils - Determination of unsaponifiable matter

Part 2: Rapid method using hexane extraction

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp nhanh dùng chất chiết hexan 3 lần để xác định chất không xà phòng hóa của dầu mỡ động vật và thực vật.

Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại dầu mỡ nhưng không áp dụng cho tất cả các loại sáp.

So sánh với phương pháp chuẩn đã đưa ra trong TCVN 6123-1: 1996 cho kết quả thấp hơn có hệ thống, đặc biệt đối với những loại dầu, mỡ có hàm lượng chất không xà phòng hóa cao, thí dụ như dầu, mỡ của động vật biển.

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 tiêu chuẩn này.

Chất không xà phòng hoá: tất cả các chất tồn tại trong sản phẩm, sau khi xà phòng hóa bởi kali hidroxit và chiết bằng hexan, không bay hơi trong các điều kiện thao tác đã quy định.

Chú thích – Chất không xà phòng hóa bao gồm các lipid có nguồn gốc tự nhiên như sterol, các hydro cacbon, các mạch cacbon cao, các loại cồn terpenic, cồn béo cũng như các chất hữu cơ lạ được chiết bằng dung môi và không bay hơi ở 103°C (thí dụ: dầu khoáng) có thể tồn tại.

4 Nguyên tắc

Xà phòng hóa dầu hoặc mỡ bằng cách đun sôi hồi lưu với dung dịch kali hidroxit trong etanol, chiết chất không xà phòng hóa từ dung dịch xà phòng bằng hexan. Nếu thiếu dùng xăng nhẹ cho bay hơi dung môi và cân chính còn lại sau khi đã sấy.

5 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được công nhận thuộc loại tinh khiết phân tích, dùng nước cất hoặc loại nước có độ sạch tương đương.

5.1 *n*-hexan, hoặc không có dùng xăng nhẹ, chưng cất ở nhiệt độ $40^{\circ}\text{C} \div 60^{\circ}\text{C}$, chỉ số brom nhỏ hơn 1. Cả hai dung môi sẽ không có cặn.

5.2 Dung dịch etanol 10% (V/V).

5.3 Dung dịch phenolphatalein 10 g/l trong etanol 95% (V/V).

5.4 Kali hidroxit (V/V), dung dịch trong etanol, $c(\text{KOH}) \approx 1 \text{ mol/l}$

Hòa tan 60 g kali hidroxit trong 50 ml nước và pha loãng tới 1 000 ml với etanol 95% (V/V) dung dịch không màu hoặc màu vàng nhạt.

6 Thiết bị

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

6.1 Bình cầu đáy tròn, dung tích 250 ml, có cổ mài.

6.2 Bộ sinh hàn, có chỗ nối mài gắn khít với bình (6.1).

6.3 Phễu chiết có khóa và nút làm bằng polytetrafluoroetylen có dung tích 250 ml.

6.4 Nồi cách thủy.

6.5 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, hoặc thiết bị sấy chân không.

7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo ISO 5555 : 1991.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 6128 : 1996 (ISO 661 : 1989).

9 Tiến hành thử

9.1 Phần mẫu thử

Cân 5 g mẫu thử chính xác đến 0,01 g (điều 8) cho vào bình cầu 250 ml (6.1).

9.2 Xà phòng hóa

Thêm 50 ml dung dịch kali hidroxit (KOH) và gắn hệ thống sinh hàn với bình cầu, đun sôi nhẹ trong 1 giờ. Ngưng đun. Thêm 50 ml nước vào đỉnh của bình sinh hàn và xoay.

9.3 Chiết chất không xà phòng hóa

Sau khi làm nguội chuyển dung dịch sang phễu chiết 250 ml (6.3) tráng bình cầu và chất chống trào vài lần với hexan (5.1), dùng tất cả 50 ml và rót nước tráng sang phễu chiết. Đậy nút và lắc mạnh trong 1 phút, giảm áp suất theo chu kỳ bằng cách đảo ngược và thận trọng mở khóa vòi. Để yên tĩnh khi hai pha được tách ra hoàn toàn. Tháo hết lớp thấp hơn sang phễu chiết thứ 2.

Chú thích – Nếu hình thành thể nhũ thì phải phá nó đi bằng cách cho một lượng nhỏ etanol hoặc dung dịch kali hidroxit (KOH) hoặc dung dịch natri clorua (NaCl).

Chiết dung dịch xà phòng etanol nước hai lần rửa theo cùng một phương thức với 50 ml hexan. Gộp ba chất chiết hexan vào một phễu chiết.

9.4 Rửa phần chiết hexan

Rửa các hỗn hợp chiết ba lần với 25 ml dung dịch etanol (5.2), lắc nhẹ và tháo dung dịch etanol dạng lỏng sau mỗi lần rửa, mỗi dung dịch nước rửa trừ lại 2 ml, sau đó cho quay phễu chiết quanh trục của nó. Chờ vài phút sau để thu thập hết etanol thể nước. Tháo hết nước, khóa vòi lại khi dung dịch vừa chạm tới khóa vòi.

tiếp tục rửa etanol cho đến khi nước rửa không còn màu hồng khi thêm một giọt phenolphthalein (5.3).

9.5 Cho bay hơi dung môi

Chuyển dung dịch hexan, nếu cần thiết, chuyển mỗi lần một ít qua đỉnh phễu chiết sang bình 250 ml (6.1). Trước đó đã được sấy khô ở nhiệt độ $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong tủ sấy (6.5), được làm nguội và cân chính xác tới 0,1 mg, cho bay hơi dung môi trong nối cách thủy (6.4).

9.6 Sấy khô phần còn lại và cân

Sấy khô phần còn lại 15 phút trong tủ sấy ở nhiệt độ $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (6.5) để bình cầu ở tư thế nằm ngang và làm nguội trong bình hút ẩm, cân chính xác đến 0,1 mg.

Gắn bình cầu vào thiết bị để làm khô trong chân không (6.5) và sấy khô trong nồi cách thủy, ở độ chân không lớn nhất của máy hút chân không trong khoảng 15 phút. Làm nguội tới nhiệt độ của phòng, lau bình cầu cẩn thận và cân chính xác tới 0,1 mg.

Lặp lại chu kỳ sấy 15 phút, đến khi sự chênh lệch của khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 1,5 mg. Nếu không nhận được khối lượng không đổi giữa ba lần sấy, chất không xà phòng hóa có thể bị nhiễm bẩn và phải xác định lại.

Chú thích – Nếu cân chỉnh lại axit béo tự do, sau khi cân phần còn lại, hòa tan trong 4 ml dietyl ete và sau đó thêm 20 ml etanol mà trước đó đã được trung hòa tới màu hồng nhạt khi thêm vài giọt phenolphthalein (5.3) như chất chỉ thị. Chuẩn độ với dung dịch kali hidroxit (KOH) trong etanol chuẩn, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho tới cùng một màu. Tính khối lượng của axit béo tự do như axit oleic và điều chỉnh khối lượng phần còn lại tương ứng (xem điều 10).

9.7. Phương pháp xác định

Thực hiện hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

9.8. Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng theo cùng một trình tự và cùng khối lượng của các loại thuốc thử. Nhưng bỏ qua phần mẫu thử. Nếu phần còn lại lớn hơn 1,5 mg thì phải xem lại thuốc thử và các thao tác kỹ thuật.

10. Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất không xà phòng hóa tính theo tỷ lệ phần trăm khối lượng (%) của mẫu thử được tính theo công thức:

$$\frac{100 (m_1 - m_2 - m_3)}{m_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng phần còn lại thu được của mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng phần còn lại thu được của mẫu trắng, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của axit béo tự do, nếu có (xem 9.6, chú thích) và bằng 0,28 Vc

trong đó

V là thể tích dung dịch kali hidroxit (KOH) trong etanol chuẩn đã sử dụng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

c là nồng độ phần chiết của dung dịch chuẩn kali hidroxit (KOH) trong etanol, tính bằng mol trên lít.

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

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả đã thu được. Cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác mà không qui định ở trong tiêu chuẩn này. Hoạc tất cả các chi tiết bất thường khác mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

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