

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6122:2015

ISO 3961:2013

Xuất bản lần 4

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT -
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ IÔT**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of iodine value

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 6122:2015 thay thế TCVN 6122:2010;

TCVN 6122:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 3961:2013;

TCVN 6122:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2
Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo
lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định trị số iốt

Animal and vegetable fats and oils - Determination of iodine value

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn để xác định trị số iốt (thường được viết tắt là IV) của dầu mỡ động vật và thực vật, sau đây gọi là chất béo.

Phụ lục B mô tả phương pháp tính trị số iốt từ các dữ liệu thành phần axit béo. Phương pháp này không áp dụng cho dầu cá. Ngoài ra, dầu thực vật chưa tinh luyện, thô và ép nguội cũng như dầu hydro hóa một phần có thể cho các kết quả khác nhau theo hai phương pháp. Trị số iốt tính được chịu ảnh hưởng của tạp chất và sản phẩm phân hủy do nhiệt.

CHÚ THÍCH Phương pháp trong Phụ lục B dựa trên phương pháp AOCS Cd 1c-85^[9].

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6128 (ISO 661), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Trị số iốt (iodine value)

IV (IV)

lượng halogen tính theo iốt, do phần mẫu thử hấp thụ chia cho khối lượng phần mẫu thử theo qui trình thử nghiệm cụ thể.

CHÚ THÍCH 1: Trị số iốt được biểu thị bằng phần khối lượng tính bằng gam trên 100 g chất béo.

4 Nguyên tắc

Hoà tan phần mẫu thử trong dung môi và cho thêm thuốc thử Wijs. Sau thời gian quy định, bổ sung dung dịch kali iodua và nước, chuẩn độ iốt được giải phóng bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat.

CHÚ THÍCH: Phụ lục B mô tả phương pháp tính trị số iốt từ các dữ liệu thành phần axit béo. Tuy nhiên, phương pháp này không phải là phương pháp nhanh. Phương pháp này cho hai kết quả từ cùng một quy trình phân tích. Phương pháp thể tích mới là phương pháp chuẩn.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

CẢNH BÁO – Cần chú ý đến các quy định về xử lý các chất độc hại. Phải tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân. Dung dịch Wijs có thể gây cháy nổ; hơi dung dịch có thể ảnh hưởng đến phổi và mắt. Nên thực hiện các thao tác trong tủ hút.

5.1 Nước, đạt loại 3 trong TCVN 4851 (ISO 3696) ^[4].

5.2 Dung dịch kali iodua, nồng độ khối lượng $\rho(KI) = 100 \text{ g/l}$, không chứa iodat hoặc iốt tự do.

5.3 Dung dịch hồ tinh bột, trộn 5 g tinh bột hoà tan trong 30 ml nước (5.1) và thêm nước sôi vào dung dịch này đến 1 000 ml. Đun sôi trong 3 min và sau đó để nguội. Chuẩn bị dung dịch hồ tinh bột mới hàng ngày.

5.4 Dung dịch natri thiosulfat, dung dịch chuẩn, nồng độ chất $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$, được chuẩn hóa không quá 7 ngày trước khi sử dụng.

5.5 Dung môi, được chuẩn bị bằng cách trộn một thể tích xyclohexan (50 ml) và một lượng axit axetic băng (50 ml), $\varphi = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ phần thể tích.

5.6 Thuốc thử Wijs, chứa iốt monoclorua trong axit axetic. Tỷ lệ I/Cl của thuốc thử Wijs phải trong khoảng $1,10 \pm 0,1$. Thuốc thử Wijs nhạy với nhiệt độ, độ ẩm và ánh sáng. Bảo quản trong nơi tối ở nhiệt độ $< 30 \text{ }^\circ\text{C}$.

Có thể sử dụng thuốc thử Wijs bán sẵn trên thị trường. Phải chú ý tuân thủ thời hạn sử dụng của thuốc thử.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và các thiết bị, dụng cụ cụ thể sau:

6.1 Thìa cân bằng thủy tinh, phù hợp với phần mẫu thử và cho được vào trong bình nón (6.2).

- 6.2 Bình nón, dung tích 500 ml, có nút thủy tinh mài vừa khít và khô hoàn toàn.
- 6.3 Cân phân tích, có thể đọc đến 0,0001 g và cân chính xác đến 0,001 g.
- 6.4 Bình định mức, dung tích 1 000 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042)^[9].
- 6.5 Pipet, dung tích 25 ml, tự động, phù hợp với loại A của ISO 8655-2^[7] hoặc của TCVN 7151 (ISO 648)^[2], được gắn quả bóp.
- 6.6 Buret, dung tích 25 ml và 50 ml, chia độ 0,1 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7149 (ISO 385)^[1], chuẩn độ tự động phù hợp với ISO 8655-3^[8].

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555)^[6].

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

8 Chuẩn bị mẫu thử và phần mẫu thử

Mẫu được chuẩn bị theo phương pháp nêu trong TCVN 6128 (ISO 661).

Tùy thuộc vào trị số iốt dự kiến của mẫu, dùng cân (6.3) cân phần mẫu thử cho vào thìa cân (6.1) các lượng mẫu thử nêu trong Bảng 1, chính xác đến 0,001 g hoặc 0,0005 g.

Nếu chưa dự kiến được trị số iốt thì thử trước với các phần thử khác nhau. Khối lượng mẫu phải đảm bảo có lượng dư thuốc thử Wijs trong khoảng 50 % đến 60 % lượng thêm vào, nghĩa là từ 100 % đến 150 % lượng hấp thụ.

9 Cách tiến hành

9.1 Đặt thìa thủy tinh chứa phần mẫu thử vào bình nón 500 ml (6.2) và thêm một lượng dung môi (5.5) như trong Bảng 1. Dùng pipet (6.5) thêm 25,00 ml thuốc thử Wijs (5.6). Đậy nắp, xoay bình sau đó để ở nơi tối.

Làm tan chảy và hòa tan chất béo có trị số iốt bằng hoặc ít hơn 20 (chất béo cứng hoặc đã làm cứng) trong dung môi ấm (60 °C). Nên làm ấm tất cả các bình và thuốc thử trước khi sử dụng. Đậy nắp bình được sử dụng để tránh bay hơi và thay đổi nồng độ khi làm ấm thuốc thử.

CHÚ THÍCH: Thìa vẫn để ở trong bình.

CẢNH BÁO – Không được dùng pipet hút bằng miệng để hút thuốc thử Wijs.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử thực tế (lý thuyết) đối với trị số iốt dự kiến

Trị số iốt dự kiến	Khối lượng thực vượt quá 150 %	Khối lượng thực vượt quá 100 %	Khối lượng thực chính xác	Hỗn hợp dung môi
	g	g	g	ml
< 3	10	10	0,001	25
3	8,461	10,576	0,001	25
5	5,077	6,346	0,001	25
10	2,538	3,173	0,001	20
20	0,846	1,586	0,001	20
40	0,634	0,793	0,001	20
60	0,432	0,529	0,001	20
80	0,317	0,397	0,001	20
100	0,254	0,317	0,0005	20
120	0,212	0,264	0,0005	20
140	0,181	0,227	0,0005	20
160	0,159	0,198	0,0005	20
180	0,141	0,176	0,0005	20
200	0,127	0,159	0,0005	20

9.2 Chuẩn bị phép thử trắng với lượng dung môi và thuốc thử như trong 9.1 nhưng không có mẫu thử.

9.3 Đối với mẫu có trị số iốt thấp hơn 150, để bình ở nơi tối trong 1 h. Đối với mẫu có trị số iốt cao hơn 150, các sản phẩm polyme hoá, dầu chứa axit béo nối đôi liên hợp (ví dụ: dầu trẩu, dầu thầu dầu đã khử nước) và bất kỳ loại dầu nào có chứa axit béo dạng keto (như một số loại dầu thầu dầu đã hydro hoá) và các sản phẩm đã oxy hoá đến mức đáng kể thì để bình ở nơi tối trong 2 h.

9.4 Ở cuối thời điểm phản ứng (9.3), thêm 20 ml dung dịch kali iodua (5.2) và 150 ml nước (5.1). Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat (5.4) cho đến khi gần như mất hết màu vàng của iốt. Thêm một vài giọt dung dịch hồ tinh bột (5.3) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi lắc mạnh bình thì mất màu xanh. Ghi lại thể tích dung dịch natri thiosulfat, cần dùng để đạt đến điểm kết thúc chuẩn độ, V_2 . Có thể xác định điểm kết thúc bằng chuẩn độ điện thế.

9.5 Tiến hành đồng thời phép xác định sử dụng dung dịch trắng (9.2). Trong bước 9.4, ghi lại thể tích dung dịch natri thiosulfat cần dùng để đạt đến kết thúc chuẩn độ, V_1 .

10 Tính kết quả

Trị số iốt (thường được viết tắt là IV), w_i , tính bằng gam trên 100 g chất béo, theo Công thức sau

$$w_i = \frac{12,69 \times c(V_1 - V_2)}{m}$$

Trong đó:

c là nồng độ của dung dịch natri thiosulfat (5.4), tính bằng mol trên lít (mol/l);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat đã dùng trong phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch natri thiosulfat đã dùng trong phép xác định, tính bằng mililit (ml);

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

Làm tròn kết quả theo Bảng 2.

Bảng 2 – Làm tròn các kết quả

IV g/100 g	Làm tròn đến
≤ 60	0,1
> 60	1

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các dải nồng độ và các chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại, r

Độ lặp lại, r , là giá trị nhỏ hơn hoặc bằng chênh lệch độ hấp thụ giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện lặp lại được dự kiến có xác suất 95 %.

Các điều kiện lặp lại là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn.

TCVN 6122:2015

11.3 Độ tái lập, R

Độ tái lập, R , là giá trị nhỏ hơn hoặc bằng chênh lệch độ hấp thụ giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện tái lập được dự kiến có xác suất 95 %.

Các điều kiện tái lập là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, trong một khoảng thời gian ngắn.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử thu được;
- f) nếu kiểm tra độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử liên phòng thử nghiệm quốc tế tiến hành thiết lập độ chụm của phương pháp phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725)^[6] do DIN tổ chức năm 2011.

Các kết quả thống kê được nêu trong Bảng A.1 đến Bảng A.3.

Bảng A.1 – Kết quả thống kê đối với phương pháp Wijs

Thông số	Mẫu							
	A	B	C	D	E	F	G	H
	Dầu thực vật cứng	Dầu dừa	Dầu bơ (butter fat)	Chất béo từ cọ	Dầu ôliu	Dầu hạt cải dầu	Dầu hướng dương	Dầu cá
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	15	18	19	19	19	19	19	19
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	15	17	16	17	17	16	18
Số phép thử riêng rẽ trong tất cả phòng thử nghiệm	24	30	34	32	34	34	32	36
Giá trị trung bình, \bar{w}_i , g/100 g	0,78	8,33	32,99	51,18	81,5	113,1	124,9	199,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,07	0,07	0,17	0,21	0,6	0,8	0,6	1,1
Hệ số biến thiên lặp lại, %	9,1	0,9	0,5	0,4	0,7	0,7	0,5	0,6
Giới hạn lặp lại, $r(2,8 s_r)$, g/100 g	0,20	0,20	0,48	0,59	1,7	2,2	1,7	3,1
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,11	0,13	0,55	0,50	1,2	1,4	1,4	5,5
Hệ số biến thiên tái lập, %	14,6	1,6	1,7	1,0	1,5	1,2	1,1	2,7
Giới hạn tái lập, $R(2,8 s_R)$, g/100 g	0,32	0,36	1,54	1,40	3,4	3,9	3,9	15,3

Bảng A.2 – Kết quả thống kê đối với phép tính từ các thành phần axit béo (Phụ lục B)

Thông số	Mẫu						
	A	B	C	D	E	F	G
	Dầu thực vật cứng	Dầu dừa	Dầu bơ	Dầu cọ	Dầu ôliu	Dầu hạt cải đầu	Dầu hạt hướng dương
Số phòng thử nghiệm tham gia	18	18	18	18	18	18	18
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	17	15	16	16	18	14	15
Số phép thử riêng rẽ trong tất cả phòng thử nghiệm	34	30	32	32	36	28	30
Giá trị trung bình, \bar{w}_i , g/100 g	0,22	8,61	30,16	51,49	80,3	111,3	124,5
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,04	0,09	0,17	0,32	0,3	0,2	0,3
Hệ số biến thiên lặp lại, %	16,6	1,0	0,6	0,6	0,4	0,2	0,2
Giới hạn lặp lại, $r(2,8 s_r)$, g/100 g	0,10	0,25	0,48	0,91	0,8	0,5	0,8
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,23	0,87	1,85	1,00	1,6	0,6	0,7
Hệ số biến thiên tái lập, %	104,5	10,1	6,1	1,9	2,0	0,5	0,6
Giới hạn tái lập, $R(2,8 s_R)$, g/100 g	0,64	2,44	5,18	2,80	4,5	1,6	2,0

Bảng A.3 – So sánh \bar{w}_i , r , R đối với cả hai phương pháp xác định

Thông số		Mẫu						
		A	B	C	D	E	F	G
		Dầu thực vật cứng	Dầu dừa	Dầu bơ	Chất béo từ cọ	Dầu ôliu	Dầu hạt cải đầu	Dầu hạt hướng dương
Giá trị trung bình, \bar{w}_i , g/100 g	Chuẩn độ Wijs	0,78	8,33	32,99	51,18	81,5	113,1	124,9
	Tính kết quả	0,22	8,61	30,16	51,49	80,3	111,3	124,5
	Chênh lệch	0,56	0,28	2,83	0,31	1,20	1,78	0,40
Giới hạn lặp lại, r , g/100 g	Chuẩn độ Wijs	0,20	0,20	0,48	0,59	1,7	2,2	1,7
	Tính kết quả	0,10	0,25	0,48	0,91	0,8	0,5	0,8
Giới hạn tái lập, R , g/100 g	Chuẩn độ Wijs	0,32	0,36	1,54	1,40	3,4	3,9	3,9
	Tính kết quả	0,64	2,44	5,18	2,80	4,5	1,6	2,0

Phụ lục B

(Tham khảo)

Trị số iốt tính được đối với dầu không phải dầu cá

B.1 Yêu cầu chung

Phụ lục này mô tả phương pháp tính trị số iốt của dầu thực phẩm trực tiếp từ các thành phần axit béo được xác định bằng sắc ký khí của methyl este của các axit béo. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho các triglyxerit và các axit béo tự do và các sản phẩm hydro hóa của chúng. Đối với các loại dầu có hàm lượng chất không xà phòng hóa lớn hơn 0,5 % phần khối lượng (ví dụ: dầu cá) thì cho kết quả không chính xác nên không thể áp dụng được.

LƯU Ý – Quy trình xác định trị số iốt này không phải là phương pháp thử nhanh. Phương pháp này cho hai kết quả từ một phép phân tích.

B.2 Cách tiến hành

B.2.1 Xác định thành phần axit béo của dầu hoặc của hỗn hợp axit béo.

Tất cả thành phần đồng phân dạng cis-/trans, có tính đến trong phép tính.

B.2.2 Tính trị số iốt đối với các nhóm thành phần như mô tả trong B.3.

CHÚ THÍCH: Kết quả của phép thử sẽ không chính xác khi các mẫu có trị số iốt thấp.

B.3 Tính kết quả

Trị số iốt đối với các triglyxerit là :

$$(w_{16:1} \times 0,950) + (w_{18:1} \times 0,860) + (w_{18:2} \times 1,732) + (w_{18:3} \times 2,616) + (w_{20:1} \times 0,785) + (w_{22:1} \times 0,723)$$

Trị số iốt đối với các axit béo là:

$$(w_{16:1} \times 0,9976) + (w_{18:1} \times 0,8986) + (w_{18:2} \times 1,810) + (w_{18:3} \times 2,735) + (w_{20:1} \times 0,8175) + (w_{22:1} \times 0,7497)$$

Trong đó:

$w_{16:1}$ là phần trăm khối lượng axit hexadecenoic;

TCVN 6122:2015

$w_{18:1}$ là phần trăm khối lượng axit octadecenoic;

$w_{18:2}$ là phần trăm khối lượng axit octadecadienoic;

$w_{18:3}$ là phần trăm khối lượng axit octadecatrienoic;

$w_{20:1}$ là phần trăm khối lượng axit eicosenoic;

$w_{22:1}$ là phần trăm khối lượng axit docosenoic.

Các trị số dưới ở dạng $n_c:n_{ene}$ biểu thị số nguyên tử cacbon trong phân tử, n_c , tiếp theo là số các liên kết đôi, n_{ene} .

Các trị số iôt tính được dựa trên phép xác định axit béo bằng sắc ký khí (GC) của các vật liệu lipid không chứa triglyxerit, như các este hóa từng phần glyxerol, este hóa từng phần sorbitol, sorbitan, hỗn hợp isosorbit, este hóa từng phần polyoxyetylen sorbitol, sorbitan, hỗn hợp isosorbit hoặc glyxerol, với điều kiện trị số iôt của các axit béo chỉ được sử dụng để chuẩn bị các este hóa từng phần. Để thu được trị số iôt thực của các este hóa từng phần với các dịch pha loãng polyol không có axit béo, thì cần sử dụng phương pháp xác định trị số iôt dùng thuốc thử Wijs clo hóa. Các trị số iôt của các este hóa từng phần theo phương pháp Wijs thấp hơn các trị số thu được bằng sắc ký khí (GC) do việc pha loãng có ảnh hưởng đến polyol.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*
 - [2] TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Pipet một mức.*
 - [3] TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Bình định mức.*
 - [4] TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*
 - [5] TCVN 2625 (ISO 5555) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.*
 - [6] TCVN 6910 (ISO 5725) (tất cả các phần), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.*
 - [7] ISO 8655-2, *Piston-operated volumetric apparatus – Part 2: Piston pipettes*
 - [8] ISO 8655-3, *Piston-operated volumetric apparatus – Part 3: Piston burettes*
 - [9] AOCS *Official method Cd 1c-85, Calculated iodine value.*
-