

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10474:2014

ISO 3656:2011

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH
ĐỘ HẤP THỤ TỬ NGOẠI THEO HỆ SỐ TẮT UV RIÊNG**

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of ultraviolet absorbance expressed as specific UV extinction

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10474:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 3656:2011;

TCVN 10474:2014 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.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ hấp thụ ánh sáng của dầu mỡ trong phổ tử ngoại (UV). Sự thay đổi độ hấp thụ trong vùng UV được sử dụng để đánh giá chất lượng, độ tinh khiết và các chỉ về độ thực đối với dầu mỡ. Quá trình tinh luyện tạo thành các dianken và trianken liên hợp, làm tăng giá trị K_{232} và K_{268} và cho thấy sự có mặt của dầu tinh luyện. Quá trình oxy hóa linoleic và axit linoleic tạo thành các hydroperoxit trong đó liên kết đôi chuyển thành liên hợp. Ngoài ra, còn quan sát được sự hình thành các liên kết cacbon-cacbon hoặc các liên kết cacbon-oxy (các hợp chất cacbonyl α,β -không bão hòa) là các sản phẩm oxy hóa bậc hai. Các hợp chất này làm tăng độ hấp thụ trong dải bước sóng từ 225 nm đến 325 nm.

Lần xuất bản thứ ba của tiêu chuẩn ISO 3656 cho phép xác định độ hấp thụ UV ở bước sóng 232 nm và bước sóng 268 nm sử dụng ba dung môi khác nhau (isooctan, xyclohexan hoặc *n*-hexan). Tuy nhiên, trong dầu thực vật các dung môi có ảnh hưởng đến độ hấp thụ UV ở bước sóng từ 260 nm đến 276 nm. Các nghiên cứu gần đây cho thấy phép đo K_{268} và K_{270} đối với cùng một mẫu dầu trong isooctan hoặc trong xyclohexan cho các kết quả khác nhau đáng kể. Trong isooctan, các độ hấp thụ cực đại xuất hiện ở bước sóng từ 267 nm đến 268 nm trong khi trong xyclohexan, các độ hấp thụ cực đại xuất hiện ở bước sóng từ 268 nm đến 269 nm. Trong tiêu chuẩn IOC để xác định độ hấp thụ UV của dầu oliu (nguyên chất) thì bước sóng quy định là 232 nm và 270 nm.

Theo tính toán ở trên, lần xuất bản thứ tư của tiêu chuẩn ISO 3656 quy định đo ở bước sóng 268 nm khi sử dụng isooctan và đo ở bước sóng 270 nm khi sử dụng xyclohexan. Ngoài ra, độ biến thiên của hệ số tắt riêng, ΔK , đối với dầu oliu được đưa vào. Dữ liệu độ chụm từ phép thử liên phòng mới, cũng được xem xét đưa vào tiêu chuẩn này.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định độ hấp thụ tử ngoại theo hệ số tắt UV riêng

Animal and vegetable fats and oils - Determination of ultraviolet absorbance expressed as specific UV extinction

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ hấp thụ của dầu mỡ động vật và thực vật ở bước sóng UV.

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

CHÚ THÍCH: Các kí hiệu được sử dụng theo EEC No 2568/91^[5].

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

3.1

Hệ số tắt riêng (specific extinction) ($K_{232} - K_{268} - K_{270}$)

Độ hấp thụ của 1 g mẫu thử, được hòa tan trong 100 ml isooctan hoặc cyclohexan, đo trong cuvet có chiều dài đường quang 10 mm ở các bước sóng cụ thể 232 nm, 268 nm và 270 nm.

4 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong isooctan hoặc xyclohexan rồi đo độ hấp thụ bằng phương pháp quang phổ trong dải bước sóng UV quy định. Tính độ hấp thụ cụ thể ở bước sóng 232 nm và 268 nm trong isooctan hoặc ở bước sóng 232 nm và 270 nm trong xyclohexan với nồng độ 1 g trên 100 ml trong cuvet có chiều dài đường quang 10 mm.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Cần chú ý các quy định cụ thể về việc xử lý các chất gây nguy hiểm. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân.

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.1 Dung môi: isooctan (2,2,4-trimethylpentan) dùng để đo ở bước sóng 232 nm và 268 nm hoặc **xyclohexan** dùng để đo ở bước sóng 232 nm và 270 nm, có độ hấp thụ thấp hơn 0,12 khi đo ở bước sóng 232 nm và có độ hấp thụ thấp hơn 0,05 khi đo ở bước sóng 250 nm so với nước, được đo trong cuvet có chiều dài đường quang 10 mm.

6 Thiết bị, dụng cụ

Các dụng cụ thủy tinh được dùng để xác định cần được làm sạch và tráng rửa kĩ bằng dung môi (5.1) trước khi dùng để loại bỏ các tạp chất có độ hấp thụ trong dải bước sóng từ 220 nm đến 360 nm.

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

6.1 Bình định mức một vạch, dung tích 25 ml, loại A theo TCVN 7153 (ISO 1042)^[1].

6.2 Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 0,000 1 g.

6.3 Máy đo phổ, có cuvet thạch anh có chiều dài đường quang 10 mm, thích hợp để đo ở bước sóng UV (từ 220 nm đến 360 nm).

6.3.1 Yêu cầu chung

Trước khi sử dụng nên kiểm tra các thang đo bước sóng và các thang đo độ hấp thụ của máy đo phổ theo quy định trong 6.3.2 và 6.3.3.

6.3.2 Thang đo bước sóng

Kiểm tra thang đo bước sóng bằng cách sử dụng vật liệu chuẩn gồm bộ lọc thủy tinh quang học chứa holmi oxit có dải hấp thụ riêng. Vật liệu chuẩn được thiết kế để kiểm tra và hiệu chuẩn các thang đo bước sóng của máy đo quang phổ UV-VIS có độ rộng phổ danh định 5 nm hoặc nhỏ hơn. Bộ lọc thủy

ting holmi được đo ở chế độ hấp thụ dựa vào khoảng trống không khí trong dải bước sóng từ 640 nm đến 240 nm. Đối với mỗi độ rộng phổ (0,10, 0,25, 0,50, 1,00, 1,50, 2,00 và 3,00) thì việc hiệu chỉnh đường nền được thực hiện với giá đỡ cuvet rỗng. Chiều dài bước sóng của độ rộng phổ được nêu trong giấy chứng nhận vật liệu chuẩn¹⁾.

6.3.3 Thang đo độ hấp thụ

Thang đo độ hấp thụ có thể được kiểm tra bằng cách sử dụng vật liệu chuẩn gồm bốn dung dịch kali dicromat trong axit perchloric đựng trong các cuvet thạch anh UV được đậy kín để đo độ tuyến tính và độ chính xác quang phổ chuẩn trong UV. Các cuvet được rót đầy kali dicromat (nồng độ 40 mg/ml, 60 g/ml, 80 mg/ml và 100 mg/ml) được đo so với mẫu trắng axit perchloric (xem Tài liệu tham khảo [6]). Các giá trị độ hấp thụ cuối được nêu trong giấy chứng nhận vật liệu chuẩn¹⁾.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555).

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

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

Đảm bảo rằng mẫu thử đã đồng nhất hoàn toàn và không chứa các tạp chất dạng huyền phù. Lọc dầu dạng lỏng ở nhiệt độ phòng qua giấy lọc ở nhiệt độ khoảng 30 °C. Đồng hóa và lọc phần chất béo rắn ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của chất béo là 10 °C.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử và chuẩn bị dung dịch thử

9.1.1 Cân một lượng mẫu thử thường từ 0,05 g đến 0,25 g, chính xác đến 0,1 mg (6.2), cho vào bình định mức 25 ml (6.1) để thu được các giá trị độ hấp thụ trong khoảng từ 0,2 đến 0,8.

9.1.2 K_{232}/K_{268} . Hòa tan phần mẫu thử trong vài mililit isooctan (5.1) ở nhiệt độ phòng để xác định độ hấp thụ cụ thể ở bước sóng 232 nm và bước sóng 268 nm, rồi thêm isooctan đến vạch. Trộn kỹ.

¹⁾ Bộ lọc holmi và cuvet có kali dicromat thích hợp được đậy kín có bán sẵn, ví dụ từ Starna Scientific (www.starnascientific.com). Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định sử dụng nhà cung cấp này.

TCVN 10474:2014

9.1.3 K_{232}/K_{270} . Hòa tan phần mẫu thử trong vài mililit xyclohexan (5.1) ở nhiệt độ phòng để xác định độ hấp thụ cụ thể ở bước sóng 232 nm và bước sóng 270 nm, rồi thêm xyclohexan đến vạch. Trộn kỹ.

9.1.4 Đảm bảo các dung dịch chuẩn bị trong 9.1.2 và 9.1.3 được làm trong hoàn toàn. Nếu xuất hiện màu trắng đục hoặc vẩn đục, thì lọc nhanh qua giấy lọc.

Nếu nồng độ của mẫu thử trong dung dịch thử lớn hơn 1 g/100 ml dung dịch thì phải nêu rõ trong báo cáo thử nghiệm.

9.2 Xác định

Tráng rửa cuvet thạch anh (6.3) ba lần bằng dung dịch thử (9.1). Rót dung dịch mẫu thử đầy cuvet và đo độ hấp thụ so với dung môi được sử dụng để pha loãng bằng máy đo phổ (6.3), ở dải bước sóng từ 220 nm đến 360 nm, đo liên tiếp hoặc đo ở khoảng bước sóng 1 nm hoặc 2 nm, giảm khoảng bước sóng đến 0,5 nm trong vùng có độ hấp thụ tối đa và tối thiểu.

CHÚ THÍCH: Có thể không cần đo độ hấp thụ trên toàn bộ dải bước sóng.

Nếu giá trị độ hấp thụ thu được vượt quá 0,8 thì pha loãng dung dịch mẫu thử theo cách thích hợp và lặp lại phép xác định.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Hệ số tắt riêng (hệ số tắt) ở bước sóng quy định

Hệ số tắt riêng, K_{λ} (hệ số tắt) ở bước sóng quy định, λ , được tính như sau:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \times s}$$

Trong đó:

E_{λ} là hệ số tắt đo được ở bước sóng λ ;

c là nồng độ của dung dịch, tính bằng gam trên 100 ml, (g/100 ml);

s là chiều dài đường quang của cuvet, tính bằng xentimet, (cm).

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

10.2 Độ biến thiên hệ số tắt riêng, ΔK

Phương pháp phân tích quang phổ đối với dầu oliu theo quy định của EEC No 2568/91^[5] cũng bao gồm cả phép xác định độ biến thiên hệ số tắt riêng, ΔK , được tính bằng Công thức:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

Trong đó K_m là hệ số tắt riêng ở bước sóng m , bước sóng đối với độ hấp thụ tối đa tùy thuộc vào dung môi đã dùng.

Biểu thị kết quả của phép xác định đến hai chữ số thập phân.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm 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 khác với các giá trị đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên cùng một loại vật liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện và sử dụng cùng thiết bị trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại, r .

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập, R .

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm do Hội đồng Dầu oliu Quốc tế thực hiện năm 2009 phù hợp với TCVN 6910-1. (ISO 5725-1)^[3] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[4]. Bao gồm 22 phòng thử nghiệm đến từ bảy quốc gia đã tham gia. Các kết quả được nêu trong Bảng A.1 đến Bảng A.6.

Bảng A.1 – Hệ số tắt UV ở bước sóng 232 nm trong isoocetan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	21	22	22	22	22
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	20	18	18	21	17
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	40	36	36	42	34
Hệ số tắt riêng trung bình ở bước sóng 232 nm, \overline{K}_{232}	1,763	2,104	3,805	3,847	2,817
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,026	0,013	0,016	0,036	0,019
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	1,5	0,6	0,4	0,9	0,7
Giới hạn lặp lại, r	0,072	0,035	0,043	0,101	0,054
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,077	0,069	0,016	0,036	0,069
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	4,4	3,3	4,6	5,5	2,5
Giới hạn tái lập, R	0,216	0,194	0,488	0,582	0,194

Bảng A.2 – Hệ số tắt UV ở bước sóng 232 nm trong cyclohexan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	21	21	21	21	21
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	18	20	20	21	21
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	36	40	40	42	42
Hệ số tắt riêng trung bình ở bước sóng 232 nm, \overline{K}_{232}	1,758	2,122	3,827	3,863	2,789
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,025	0,022	0,042	0,041	0,033
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	1,4	1,0	1,1	1,1	1,2
Giới hạn lặp lại, r	0,070	0,060	0,119	0,113	0,093
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,049	0,073	0,151	0,138	0,100
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	2,8	3,4	4,0	3,6	3,6
Giới hạn tái lập, R	0,138	0,204	0,424	0,386	0,279

Bảng A.3 – Hệ số tắt UV ở bước sóng 268 nm trong isoocetan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	21	22	22	22	22
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	20	18	20	17	20
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	40	36	40	34	40
Hệ số tắt riêng trung bình ở bước sóng 268 nm, \bar{K}_{268}	0,124	0,425	1,140	0,450	0,598
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,005	0,005	0,016	0,007	0,007
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	4,0	1,2	1,4	1,5	1,1
Giới hạn lặp lại, r	0,014	0,014	0,043	0,018	0,018
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,010	0,016	0,030	0,013	0,034
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	8,0	3,8	2,6	3,0	5,6
Giới hạn tái lập, R	0,028	0,045	0,083	0,038	0,094

Bảng A.4 – Hệ số tắt UV ở bước sóng 270 nm trong cyclohexan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	21	21	21	21	21
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	20	19	20	20	17
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	40	38	40	40	34
Hệ số tắt riêng trung bình ở bước sóng 270 nm, \bar{K}_{270}	0,128	0,430	1,120	0,450	0,589
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,005	0,008	0,010	0,012	0,006
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	4,0	2,0	1,0	2,6	1,1
Giới hạn lặp lại, r	0,014	0,023	0,029	0,033	0,018
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,011	0,016	0,027	0,014	0,015
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	8,5	3,7	2,4	3,2	2,5
Giới hạn tái lập, R	0,031	0,044	0,074	0,040	0,042

Bảng A.5 – Độ biến thiên hệ số tắt riêng ΔK ở bước sóng (270 ± 4) nm trong cyclohexan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	20	21	21	21	21
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	19	20	19	20	18
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	38	40	38	40	36
Hệ số tắt riêng trung bình, $\overline{\Delta K}$	-0,002	0,002	0,085	0,035	0,047
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	28,9	21,6	1,1	2,9	2,9
Giới hạn lặp lại, r	0,002	0,002	0,003	0,003	0,004
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,003	0,001	0,004	0,003	0,004
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	147,5	52,0	5,1	7,6	8,1
Giới hạn tái lập, R	0,008	0,004	0,012	0,007	0,011

Bảng A.6 – Độ biến thiên hệ số tắt riêng ΔK ở bước sóng (268 ± 4) nm trong isoocetan

Thông số	Mẫu				
	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm, n_p	21	21	22	22	22
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	21	18	21	20	20
Số lượng kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm, n_t	42	36	42	40	40
Hệ số tắt riêng trung bình, $\overline{\Delta K}$	-0,002	0,000	0,082	0,031	0,042
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,001	0,001	0,002	0,001	0,001
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	36,4	121,1	2,3	4,4	1,7
Giới hạn lặp lại, r	0,003	0,001	0,005	0,004	0,002
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,004	0,001	0,008	0,004	0,005
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	148,2	234,8	10,0	12,6	10,6
Giới hạn tái lập, R	0,011	0,003	0,023	0,011	0,013

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức.*
- [2] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.*
- [3] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
- [4] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
- [5] COMMISSION REGULATION (EEC) No 2568/91 of 11 July 1991. On the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis. *Off. J.* 1991-09-05, **248**, p. 1. Available (viewed 10-09-20) at:
<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CONSLEG:1991R2568:20080101:EN:PDF>
- [6] BURKE, R.W., MAVRODINEANU, R. *Certification and use of acidic potassium dichromate solutions as an ultraviolet absorbance standard SRM 935.* Washington, DC: National Bureau of Standards, 1977. 147 p. (NBS Special Publication No. 260-54.).
-