

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11515:2016
ISO 18301:2014**

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT - XÁC ĐỊNH
KHỐI LƯỢNG QUI ƯỚC TRÊN THỂ TÍCH (KHỐI LƯỢNG
CỦA MỘT LÍT TRONG KHÔNG KHÍ) - PHƯƠNG PHÁP
SỬ DỤNG ÓNG CHỮ U DAO ĐỘNG**

*Animal and vegetable fats and oils -
Determination of conventional mass per volume (litre weight in air) -
Oscillating U-tube method*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11515:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 18301:2014;

TCVN 11515:2016 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

Khối lượng qui ước trên thể tích "khối lượng của một lít trong không khí", đôi khi được gọi là "tỷ trọng biểu kiến" hoặc "tỷ trọng qui ước" là thông số quan trọng đối với việc vận chuyển dầu mỡ. Chúng được dùng để chuyển đổi thể tích của dầu trong bể chứa sang khối lượng và thông thường được đo ở thời điểm nạp và dỡ hàng trên tàu. Phương pháp thông thường [TCVN 6117 (ISO 6883)] sử dụng pyknometer; phương pháp này yêu cầu người thực hiện phải có kỹ năng để thực hiện chính xác. Khi sử dụng phương pháp tự động sẽ đơn giản hơn và cũng có thể kiểm soát được nhiệt độ dễ dàng hơn.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định khối lượng qui ước trên thể tích (khối lượng của một lít trong không khí) - Phương pháp sử dụng ống chữ U dao động

Animal and vegetable fats and oils -

Determination of conventional mass per volume (litre weight in air) -

Oscillating U-tube method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định khối lượng qui ước trên thể tích của dầu mỡ động vật và thực vật trong dải từ 0,800 kg/l đến 1,000 kg/l ở trạng thái pha lỏng ở nhiệt độ thử nghiệm.

Phương pháp này không dùng để hiệu chỉnh trực tiếp máy đo tỷ trọng.

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.*

TCVN 4851 (ISO 3696) *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Khối lượng qui ước trên thể tích (conventional mass per volume)

Khối lượng của một lít trong không khí (litre weight in air)

Khối lượng chất chia cho thể tích, được đo trong không khí.

TCVN 11515:2016

CHÚ THÍCH: Khối lượng được biểu thị bằng kilogam trên lít trong khi thể tích được biểu thị bằng lít.

3.2

Nhiệt độ chuẩn (reference temperature)

Nhiệt độ mà tại đó “khối lượng của một lít” của mẫu được ghi lại.

3.3

Hiệu chuẩn (calibration)

Tập hợp các thao tác trong đó thiết lập mối tương quan giữa “khối lượng của một lít trong không khí” của các chất chuẩn đối chứng và số đọc “khối lượng của một lít trong không khí” của thiết bị tương ứng.

4 Nguyên tắc

Một phần nhỏ mẫu thử (thường là 1 ml) được đưa vào cuvet mẫu có kiểm soát nhiệt độ. Ghi lại tần số dao động và “khối lượng của một lít” của mẫu thử tính được, sử dụng hằng số của cuvet đã được xác định trước, bằng cách đo tần số dao động khi cuvet được đổ đầy môi trường hiệu chuẩn đã biết khối lượng của một lít.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Máy đo tỷ trọng bằng kỹ thuật số, đã được hiệu chuẩn để xác định “khối lượng của một lít” với độ phân giải $\pm 0,000$ 1 kg/l hoặc tốt hơn.

Nên sử dụng dụng cụ bơm đã làm nóng, nếu mẫu cần phân tích ở dạng rắn khi ở nhiệt độ phòng.

5.2 Bể tuần hoàn nhiệt độ ổn định, nếu cần (xem 9.1.1), để duy trì nhiệt độ của chất lỏng tuần hoàn trong khoảng $\pm 0,05$ °C của nhiệt độ yêu cầu.

5.3 Bộ cảm biến nhiệt đã hiệu chuẩn, có thể đo nhiệt độ cuvet, chính xác đến 0,1 °C

6 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đề cập được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng hoặc các giới hạn qui định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

6.1 Dung môi làm sạch, có thể sử dụng dung môi bất kỳ với điều kiện có thể làm khô cột, tốt nhất là dùng axeton, sau đó được làm khô bằng không khí khô.

6.2 Môi trường hiệu chuẩn, cần một hoặc hai môi trường hiệu chuẩn để hiệu chuẩn cuvet.

Chọn môi trường sao cho “khối lượng của một lít” gần giống với khối lượng của một lít của mẫu cần thử. Khối lượng của một lít của môi trường hiệu chuẩn phải được liên kết chuẩn quốc gia được công nhận hoặc dựa trên các giá trị được quốc tế chấp nhận.

Khi sử dụng nước thì phải đáp ứng các yêu cầu trong 6.3.

6.3 Nước, đạt loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

Trước khi sử dụng, lọc nước qua bộ lọc 0,45 μm và loại bỏ không khí hòa tan bằng cách đun sôi và sau đó làm nguội. Khí khử khí, xử lý nước cẩn thận sao cho giảm thiểu lượng không khí hòa tan lại. “Khối lượng của một lít trong không khí” của nước ở nhiệt độ từ 15 $^{\circ}\text{C}$ đến 65 $^{\circ}\text{C}$ được nêu trong Bảng 1.

7 Lấy mẫu

Phần mẫu thử phải đại diện cho mẫu chung và mẫu hỗn hợp, đôi khi có thể cần trộn để đảm bảo độ đồng nhất trước khi lấy mẫu con.

8 Chuẩn bị mẫu thử và phần thử

Chuẩn bị mẫu thử theo phương pháp nêu trong TCVN 6128 (ISO 661).

Gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ cao hơn điểm tan chảy của mẫu ít nhất 10 $^{\circ}\text{C}$, trước khi đưa vào trong thiết bị. Dầu mỡ phải được trộn bằng cách lắc nhẹ để tránh không khí lẫn vào.

9 Cách tiến hành

9.1 Chuẩn bị thiết bị, dụng cụ

9.1.1 Nhiệt độ thử nghiệm

Khi có thể, xác định “khối lượng của một lít” của mẫu ở nhiệt độ chuẩn.

Nếu dụng cụ đo tỷ trọng gắn với bộ ổn nhiệt tích phân thì cài đặt nhiệt độ cuvet theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Cách khác, nối dụng cụ đo với bể ổn định nhiệt độ. Để nhiệt độ ổn định. Dải nhiệt độ làm việc và dải áp suất đối với cuvet của dụng cụ đo tỷ trọng không được vượt quá qui định của nhà sản xuất. Khi sử dụng bể kiểm soát nhiệt độ thì cần đảm bảo rằng chất lỏng tuần hoàn phải sạch.

9.1.2 Làm sạch cuvet

Làm sạch và làm khô cuvet, sử dụng dung môi làm sạch (6.1) và nước (6.3), nếu cần, cho phép rửa

bằng nước lẫn dung môi (6.1) và thổi khô bằng không khí khô.

Bảng 1 – Khối lượng quy ước trên thể tích của nước “khối lượng của một lít trong không khí” ở nhiệt độ từ 15 °C đến 65 °C

Nhiệt độ θ °C	“Khối lượng của một lít trong không khí” ρ_w g/ml	Nhiệt độ θ °C	“Khối lượng của một lít trong không khí” ρ_w g/ml	Nhiệt độ θ °C	“Khối lượng của một lít trong không khí” ρ_w g/ml
15	0,998 05	35	0,992 98	55	0,984 65
16	0,997 89	36	0,992 64	56	0,984 16
17	0,997 72	37	0,992 28	57	0,983 67
18	0,997 54	38	0,991 92	58	0,983 17
19	0,997 35	39	0,991 55	59	0,982 67
20	0,997 15	40	0,991 17	60	0,982 17
21	0,996 94	41	0,990 79	61	0,981 65
22	0,996 72	42	0,990 39	62	0,981 13
23	0,996 49	43	0,989 99	63	0,980 60
24	0,996 24	44	0,989 58	64	0,980 06
25	0,995 99	45	0,989 17	65	0,979 52
26	0,995 73	46	0,988 74	-	-
27	0,995 46	47	0,988 32	-	-
28	0,995 18	48	0,987 88	-	-
29	0,994 90	49	0,987 44	-	-
30	0,994 60	50	0,986 99	-	-
31	0,994 29	51	0,986 54	-	-
32	0,993 98	52	0,986 07	-	-
33	0,993 65	53	0,985 61	-	-
34	0,993 32	54	0,985 13	-	-

9.2 Hiệu chuẩn thiết bị, dụng cụ

9.2.1 Dụng cụ đo tỷ trọng phải được hiệu chuẩn khi lắp đặt lần đầu hoặc khi tiến hành bảo dưỡng hoặc khi hệ thống bị nhiễu. Kiểm tra việc hiệu chuẩn dụng cụ đo tỷ trọng trong khoảng thời gian không quá bảy ngày trước khi sử dụng.

9.2.2 Tiến hành hiệu chuẩn theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Đưa môi trường hiệu chuẩn (6.2) thứ nhất vào cuvet và để cuvet cùng lượng chứa đạt đến nhiệt độ cân bằng. Ghi lại thời gian dao động hoặc số đọc “khối lượng của một lít trong không khí” và nhiệt độ của cuvet. Làm sạch cuvet theo 9.1.2.

9.2.3 Đưa môi trường hiệu chuẩn (6.2) thứ hai vào cuvet và để cuvet cùng lượng chứa đạt đến

hiệt độ cân bằng. Ghi lại thời gian dao động hoặc số đọc "khối lượng của một lít trong không khí" và nhiệt độ của cuvet.

9.2.4 Độ ổn định của cuvet được tính tự động trên thiết bị.

9.2.5 Sau khi hiệu chuẩn, làm sạch và làm khô cuvet theo qui trình nêu trong 9.1.2.

9.3 Tiến hành đo

9.3.1 Kiểm tra số đọc của dụng cụ đo tỷ trọng khi cuvet được đổ đầy không khí môi trường trong khoảng ± 1 của chữ số có nghĩa cuối cùng so với giá trị tham chiếu đã đạt được trong quá trình hiệu chuẩn (9.2). Nếu không, làm sạch và làm khô lại cuvet và lặp lại việc kiểm tra. Nếu số đọc vẫn lệch thì hiệu chuẩn lại dụng cụ đo tỷ trọng.

9.3.2 Dùng xyranh thích hợp, đưa phần mẫu thử vào cuvet hoặc sử dụng bộ lấy mẫu tự động, đổ đầy cuvet theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Khi mẫu thử ở dạng rắn tại nhiệt độ phòng, thì làm ấm xyranh hoặc bộ lấy mẫu tự động đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ tan chảy của mẫu 20 °C.

9.3.3 Khi sử dụng bộ lấy mẫu tự động, cho chạy mẫu hai lần hoặc kiểm tra mẫu để phát hiện sai số do việc tạo thành bọt khí và kiểm soát quá trình vận hành của thiết bị. Khi tiến hành bơm bằng tay, cần bật đèn chiếu sáng cuvet trước khi bơm. Kiểm tra bọt trong cuvet và đổ đầy theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Nếu phát hiện có bọt thì tháo hết và đổ đầy lại cuvet và kiểm tra lại bọt. Quan sát và bật đèn chiếu sáng cuvet nên tham khảo các khuyến cáo của nhà sản xuất.

9.3.4 Khi dụng cụ đo tỷ trọng hiển thị số đọc ổn định khoảng 0,1 g/l đối với "khối lượng của một lít trong không khí" hoặc đến năm chữ số có nghĩa trong thời gian dao động, thì ghi lại và báo cáo chữ số hiển thị và nhiệt độ cuvet, chính xác đến 0,1 °C.

Độ trôi ổn định trong khoảng thời gian dao động hoặc trong số đọc "khối lượng của một lít trong không khí" chứng tỏ cuvet chưa đạt đến nhiệt độ cân bằng. Sự thay đổi ngẫu nhiên về số đọc thường cho thấy có mặt không khí hoặc bọt khí trong cuvet. Trong trường hợp này, nên thay mẫu mới trong cuvet.

9.3.5 Làm sạch và làm khô cuvet theo qui trình đã cho trong 9.1.2.

10 Tính kết quả

10.1 Nếu dụng cụ đo tỷ trọng hiển thị thời gian dao động, thì tính "khối lượng của một lít" của mẫu theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

TCVN 11515:2016

10.2 Nếu yêu cầu “khối lượng của một lít trong không khí” ở nhiệt độ chuẩn khác với nhiệt độ thực hiện phép xác định thì chuyển đổi “khối lượng của một lít trong không khí” thành khối lượng của một lít ở nhiệt độ chuẩn, sử dụng hệ số hiệu chuẩn là 0,000 68 trên °C. Chênh lệch không lớn hơn 3 °C được chuyển đổi theo cách tính này.

Biểu thị “khối lượng của một lít trong không khí” chính xác đến 0,000 1 kg/l ở nhiệt độ chuẩn.

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 này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ phân tích và chất nền khác với dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Giới hạn lặp lại (r)

Giới hạn lặp lại (r) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện lặp lại sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %. Điều kiện lặp lại là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

11.3 Giới hạn tái lập, (R)

Giới hạn tái lập (R) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện tái lập sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %. Điều kiện tái lập là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi thao tác không qui 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 thử nghiệm;

e) kết quả thử thu được;

f) nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập theo phép thử liên phòng tiến hành phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725). Phép thử được Viện tiêu chuẩn hóa Hà Lan (NEN) tổ chức năm 2013.

Kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Kết quả thống kê đối với phương pháp sử dụng ống chữ U

Loại mẫu và nhiệt độ đo	Dầu hạt hướng dương (20 °C)	Dầu đậu tương (20 °C)	Dầu hạt cải dầu (20 °C)	Dầu dừa (45 °C)	Dầu cọ (55 °C)	Dầu cọ FA chưng cất (65 °C)
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	16	16	15	15	15	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	12	12	13	12
Số lượng phép thử riêng rẽ trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	28	24	24	26	24
Giá trị trung bình, m (kg/l)	0,922 31	0,919 21	0,914 58	0,903 52	0,886 24	0,859 64
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,000 10	0,000 09	0,000 05	0,000 02	0,000 05	0,000 08
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$ (%)	0,011	0,010	0,005	0,002	0,005	0,010
Giới hạn lặp lại, r (2,8 s_r)	0,000 27	0,000 25	0,000 13	0,000 06	0,000 13	0,000 24
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,000 85	0,000 89	0,000 72	0,000 67	0,000 67	0,000 73
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$ (%)	0,093	0,097	0,079	0,074	0,076	0,085
Giới hạn tái lập, R (2,8 s_R)	0,002 39	0,002 50	0,002 01	0,001 88	0,001 88	0,002 03

Phương pháp đo tỷ trọng TCVN 6117 (ISO 6883) được dùng để đo "khối lượng của một lít trong không khí" của cùng mẫu. Thông tin về các kết quả từ phép thử này nêu trong Bảng A.2 và chỉ để so sánh.

**Bảng A.2 – Kết quả thống kê đối với phương pháp
dùng pycnometer [TCVN 6117 (ISO 6883)]**

Loại mẫu và nhiệt độ đo	Dầu hạt hướng dương (20 °C)	Dầu đậu tương (20 °C)	Dầu hạt cải dầu (20 °C)	Dầu dừa (45 °C)	Dầu cọ (55 °C)	Dầu cọ FA chưng cất (65 °C)
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	15	15	15	15	15	15
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	15	14	15	15
Số lượng phép thử riêng rẽ trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	28	30	28	30	30
Giá trị trung bình, m (kg/l)	0,922 37	0,919 08	0,914 19	0,903 49	0,886 44	0,860 12
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,000 16	0,000 14	0,000 16	0,000 20	0,000 31	0,000 28
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$ (%)	0,017	0,015	0,017	0,022	0,035	0,032
Giới hạn lặp lại, r (2,8 s_r)	0,000 44	0,000 40	0,000 44	0,000 56	0,000 88	0,000 78
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,000 70	0,000 61	0,000 80	0,000 45	0,000 76	0,001 29
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$ (%)	0,076	0,066	0,087	0,050	0,086	0,150
Giới hạn tái lập, R (2,8 s_R)	0,001 96	0,001 71	0,002 24	0,001 26	0,002 13	0,003 61

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6117 (ISO 6883) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định khối lượng quy ước theo thể tích (trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí).*
-