

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10475:2014

ISO 5508:1990

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – PHÂN TÍCH
METYL ESTE CỦA CÁC AXIT BÉO BẰNG SẮC KÝ KHÍ**

*Animal and vegetable fats and oils –
Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids*

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10475:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 5508:1990;

TCVN 10475:2014 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.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Phân tích metyl este của các axit béo bằng sắc kí khí

Animal and vegetable fats and oils -

Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn chung đối với việc áp dụng phương pháp sắc kí khí sử dụng cột nhồi hoặc cột mao quản để định tính và định lượng thành phần hỗn hợp các metyl este của axit béo thu được theo phương pháp quy định trong ISO 5509¹⁾.

Phương pháp này không áp dụng cho các axit béo đã polymer hóa.

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).

ISO 5509:1978¹⁾, *Animal and vegetable fats and oils – Preparation of methyl esters of fatty acids (Dầu mỡ động thực vật – Chuẩn bị các metyl este của axit béo)*.

3 Thuộc thủ

3.1 Khí mang

Khí trơ (nitơ, heli, argon, hydro, v.v.) được làm khô hoàn toàn và có hàm lượng oxi thấp hơn 10 mg/kg.

CHÚ THÍCH 1: Hydro được sử dụng làm khí mang chỉ dùng cho cột mao quản có thể tăng gấp đôi tốc độ phân tích nhưng rất nguy hiểm. Cần có sẵn các thiết bị bảo vệ an toàn.

¹⁾ Tiêu chuẩn ISO 5509:1978 đã hủy và thay thế bằng tiêu chuẩn ISO 12966-2:2011 được chấp nhận thành TCVN 9675-2:2013 (ISO 12966-2:2011), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Phương pháp sắc kí khí các metyl este của axit béo – Phần 2: Chuẩn bị metyl este của axit béo*.

3.2 Khí phụ trợ

3.2.1 Hydro (độ tinh khiết $\geq 99,9\%$), không chứa các tạp chất hữu cơ.

3.2.2 Không khí hoặc oxy, không chứa các tạp chất hữu cơ.

3.3 Chất chuẩn so sánh

Hỗn hợp các metyl este của các axit béo tinh khiết hoặc hỗn hợp các metyl este của chất béo đã biết thành phần, tốt nhất là tương tự với thành phần chất béo cần phân tích.

Lấy cẩn thận để tránh bị oxi hóa các axit béo không bão hòa đa.

4 Thiết bị, dụng cụ

Các hướng dẫn được đưa ra liên quan đến các thiết bị thông thường dùng cho sắc kí khí, sử dụng cột nhồi và/hoặc cột mao quản và detector ion hóa ngọn lửa. Tất cả các thiết bị có hiệu suất và độ phân giải được quy định trong 5.1.2 là thích hợp.

4.1 Máy sắc kí khí

Máy sắc kí khí bao gồm các bộ phận sau:

4.1.1 Hệ thống bơm

Sử dụng một trong hai hệ thống bơm dưới đây:

- a) dùng cho cột nhồi, có khoảng chết nhỏ nhất có thể (trong trường hợp này hệ thống bơm cần được gia nhiệt đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ cột từ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $50\text{ }^{\circ}\text{C}$), hoặc
- b) dùng cho cột mao quản, trong trường hợp này hệ thống bơm cần phải được thiết kế đặc biệt để sử dụng cho các cột này, có thể loại bơm chia dòng hoặc loại bơm lên cột không chia dòng.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp các axit béo có ít hơn 16 nguyên tử cacbon thì có thể sử dụng một bơm kim tiêm tháo rời.

4.1.2 Lò sấy

Lò sấy phải có khả năng gia nhiệt cột đến nhiệt độ thấp nhất là $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ và phải duy trì được nhiệt độ cần thiết trong khoảng $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ đối với cột nhồi và trong khoảng $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ đối với cột mao quản. Yêu cầu này là đặc biệt quan trọng khi sử dụng cột silica nóng chảy.

Trong mọi trường hợp nên sử dụng chương trình cài đặt nhiệt độ và đặc biệt là đối với các axit béo có ít hơn 16 nguyên tử carbon.

4.1.3 Cột nhồi

4.1.3.1 Cột, được làm từ vật liệu trơ với các chất phân tích (ví dụ bằng thủy tinh hoặc bằng thép không gỉ) có kích thước như sau:

a) Chiều dài: từ 1 m đến 3 m. Nên sử dụng cột tương đối ngắn khi có mặt các axit béo mạch dài (trên C₂₀). Khi phân tích các axit béo có 4 nguyên tử cacbon hoặc axit béo có 6 nguyên tử cacbon thì nên sử dụng cột dài 2 m.

b) Đường kính trong: từ 2 mm đến 4 mm.

CHÚ THÍCH 3: Nếu có mặt các thành phần không bão hòa đa có nhiều hơn ba liên kết đôi thì các thành phần này có thể bị phân hủy trong cột thép không gỉ.

CHÚ THÍCH 4: Có thể sử dụng hệ thống có hai cột nhồi.

4.1.3.2 Vật liệu nhồi, bao gồm các thành phần dưới đây:

a) Chất mang: Diatomit đã làm sạch axit và đã silan hóa hoặc chất mang trơ thích hợp khác có dải cỡ hạt hẹp (25 µm trong dải giới hạn từ 125 µm đến 200 µm), cỡ hạt trung bình phải tương ứng với đường kính trong và chiều dài cột.

b) Pha tĩnh: loại polyeste của chất lỏng phân cực (ví dụ: dietyl glycol polysuccinat, butanediol polysuccinat, etylenglycol polyadipat, v.v.), xyanosilicon hoặc bất kỳ chất lỏng nào đáp ứng phép tách sắc kí theo yêu cầu (xem Điều 5). Pha tĩnh phải chứa một lượng từ 5 % (khối lượng) đến 20 % (khối lượng) vật liệu nhồi. Có thể sử dụng pha tĩnh không phân cực cho các phép tách nói chung.

4.1.3.3 Ổn định cột

Đối với cột có thể tháo rời khỏi detector thì gia nhiệt từ từ lò sấy đến 185 °C và cho dòng khí trơ qua cột mới được chuẩn bị ở tốc độ từ 20 ml/min đến 60 ml/min trong ít nhất 16 h ở nhiệt độ này và để thêm 2 h ở 195 °C.

4.1.4 Cột mao quản

4.1.4.1 Cột, bằng vật liệu trơ với các chất phân tích (thường là thủy tinh hoặc silica nóng chảy). Đường kính trong từ 0,2 mm đến 0,8 mm. Mặt trong phải qua xử lý thích hợp (ví dụ: chuẩn bị bề mặt, khử hoạt tính) trước khi thu lớp phủ của pha tĩnh. Chiều dài 25 m là đủ trong hầu hết các trường hợp.

4.1.4.2 Pha tĩnh, thường dùng loại polyglycol [poly (etylen glycol) 20 000], polyeste (butanediol polysuccinat) hoặc polysiloxan phân cực (xyanosilicon). Cột liên kết (liên kết ngang) là thích hợp.

CHÚ THÍCH 5: Polysiloxan phân cực có khả năng gây khó khăn trong việc nhận biết và tách axit linolenic và các axit C₂₀.

Các lớp phủ cần phải mỏng, ví dụ: từ 0,1 µm đến 0,2 µm.

4.1.4.3 Lắp ráp và ổn định cột

Tuân thủ các biện pháp phòng ngừa khi lắp bộ phận của các cột mao quản, nghĩa là bố trí cột trong lò sấy (giá đỡ), chọn và lắp ráp các đầu nối (kín không rò rỉ), đặt vào điểm cuối của cột trong bơm và detector (giảm các khoảng chết). Đặt cột dưới dòng khí mang [ví dụ: 0,3 bar (30 kPa) đối với cột có chiều dài 25 mm và đường kính trong 0,3 mm].

Ổn định cột bằng cách cài đặt chương trình nhiệt độ của lò sấy ở 3 °C/min từ nhiệt độ phòng đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ giới hạn phân hủy của pha tĩnh là 10 °C. Duy trì lò sấy ở nhiệt độ này trong 1 h cho đến khi ổn định đường nền. Lắp lại bước này ở 180 °C thực hiện trong điều kiện đẳng nhiệt.

CHÚ THÍCH 6: Cột đã ổn định trước thích hợp có bán sẵn.

4.1.5 Detector, tốt nhất là có khả năng gia nhiệt đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ cột.

4.2 Xyranh

Xyranh phải có dung tích tối đa 10 µl và được chia vạch đến 0,1 µl.

4.3 Bộ ghi

Nếu sử dụng đường ghi để tính thành phần hỗn hợp cần phân tích thì cần dùng một bộ ghi điện tử có độ chính xác cao tương thích với các thiết bị, dụng cụ sử dụng. Bộ ghi phải có các đặc tính như sau:

- a) tốc độ đáp ứng dưới 1,5 s, tốt nhất là 1 s (tốc độ đáp ứng là thời gian cần để bút ghi chạy từ 0 % đến 90 % sau khi xuất hiện đột ngột 100 % tín hiệu;
- b) độ rộng của giấy tối thiểu là 20 cm;
- c) tốc độ ghi trên giấy có thể điều chỉnh đến các giá trị trong khoảng từ 0,4 cm/min đến 2,5 cm/min.

4.4 Bộ tích phân hoặc máy tính (tùy chọn)

Để cho kết quả nhanh và chính xác sử dụng bộ tích phân điện tử hoặc máy tính đáp ứng tuyến tính với độ nhạy tương ứng và thỏa mãn việc hiệu chỉnh đối với độ lệch đường nền.

5 Cách tiến hành

Các thao tác được quy định trong 5.1 đến 5.3 liên quan đến việc sử dụng detector ion hóa ngọn lửa.

Có thể dùng máy sắc kí khí sử dụng detector đo độ dẫn nhiệt của khí (làm việc theo nguyên tắc đo sự thay đổi độ dẫn nhiệt). Các điều kiện đo khi đó được thay đổi theo quy định trong Điều 7.

5.1 Điều kiện thử nghiệm

5.1.1 Lựa chọn điều kiện đo tối ưu

5.1.1.1 Cột nhồi

Khi lựa chọn các điều kiện thử nghiệm thì các tham số dưới đây cần được tính đến:

- a) chiều dài và đường kính cột;
- b) đặc tính và lượng của pha tĩnh;
- c) nhiệt độ cột;
- d) dòng khí mang;
- e) độ phân giải cần thiết;
- f) cỡ phần mẫu thử, được chọn sao cho việc lắp ráp detector và điện kế cho một đáp ứng tuyến tính;
- g) khoảng thời gian phân tích.

Nói chung, các giá trị nêu trong Bảng 1 và Bảng 2 sẽ cho các kết quả mong muốn, nghĩa là có ít nhất 2 000 đĩa lý thuyết trên mét chiều dài cột đối với methyl stearat và thời gian rửa giải methyl stearat trong khoảng 15 min.

Nếu được, bộ bơm mẫu phải đặt ở nhiệt độ khoảng 200 °C và detector phải ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn nhiệt độ cột.

Về nguyên tắc, tỷ lệ giữa tốc độ dòng khí hydro cung cấp cho detector ion hóa ngọn lửa so với tốc độ dòng khí mang phải biến thiên từ 1:2 đến 1:1 phụ thuộc vào đường kính cột. Tốc độ dòng khí oxy bằng khoảng 5 lần đến 10 lần tốc độ dòng khí hydro.

Bảng 1

Đường kính trong của cột mm	Dòng khí mang ml/min
2	từ 15 đến 25
3	từ 20 đến 40
4	từ 40 đến 60

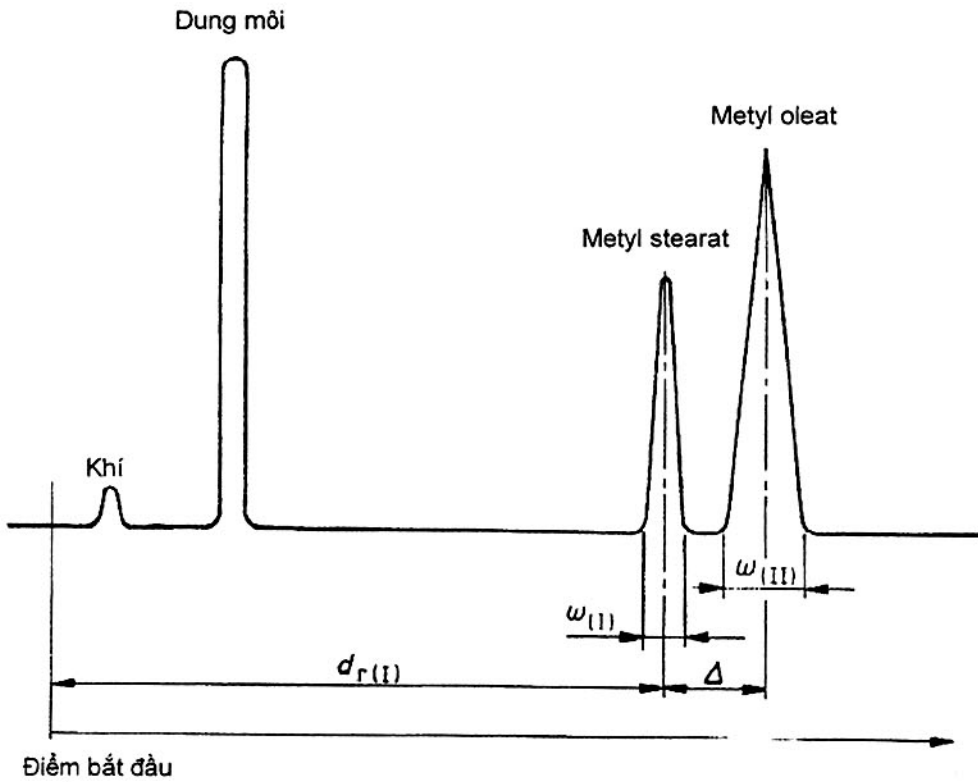
Bảng 2

Nồng độ pha tính % (m/m)	Nhiệt độ cột °C
5	175
10	180
15	185
20	185

5.1.1.2 Cột mao quản

Thuộc tính hiệu suất và độ thấm thấu của cột mao quản dùng để tách các thành phần và thời gian phân tích phần lớn phụ thuộc vào tốc độ dòng khí mang trong cột. Do đó cần tối ưu hóa các điều kiện thao tác bằng cách tác động vào các tham số này (hoặc đơn giản hơn là tác động lên đầu ra của cột), tùy thuộc vào việc muốn cải thiện quá trình tách hoặc để thực hiện phép phân tích nhanh.

5.1.2 Xác định số lượng đĩa lý thuyết (hiệu suất) và độ phân giải (Xem Hình 1).



Hình 1 – Sắc ký đồ để xác định số lượng đĩa lý thuyết (hiệu suất) và độ phân giải

Tiến hành phép phân tích hỗn hợp metyl stearat và metyl oleat với khoảng tỷ lệ tương đương (ví dụ: metyl este từ bơ cacao).

Chọn nhiệt độ cột và dòng khí mang sao cho pic metyl stearat cực đại được ghi lại sau pic dung môi khoảng 15 min. Dùng một lượng vừa đủ hỗn hợp metyl este sao cho pic metyl stearat cao khoảng ba phần tư toàn thang đo.

Tính số lượng đĩa lý thuyết, n (hiệu suất) theo Công thức:

$$n = 16 \left(\frac{d_{r(I)}}{\omega_{(I)}} \right)^2$$

và độ phân giải, R , theo Công thức:

$$R = \frac{2\Delta}{\omega_{(II)} + \omega_{(I)}}$$

Trong đó

$d_{r(I)}$ là khoảng lưu từ khi sắc đồ bắt đầu cho pic metyl stearat cực đại, tính bằng milimet, (mm);

$\omega_{(I)}$ và $\omega_{(II)}$ là chiều rộng của pic metyl stearat và pic metyl oleat tương ứng đo được giữa các giao điểm của các tiếp tuyến tại các điểm uốn của đồ thị với đường đi qua gốc tọa độ, tính bằng milimet, (mm);

Δ là khoảng cách giữa pic metyl stearat cực đại và pic metyl oleat cực đại.

Các điều kiện thao tác được chọn là các điều kiện sẽ cho ít nhất 2 000 đĩa lý thuyết trên mét chiều dài cột đối với metyl stearat và độ phân giải ít nhất là 1,25.

5.2 Phân mẫu thử

Dùng xyranh (4.2) lấy từ 0,1 μ l đến 2 μ l dung dịch metyl este đã chuẩn bị theo ISO 5509¹⁾ và bơm vào cột.

Trong trường hợp không có các este trong dung dịch thì chuẩn bị dung dịch có nồng độ khoảng 100 mg/ml trong heptan và bơm từ 0,1 μ l đến 1 μ l dung dịch này.

Nếu phép phân tích chỉ cho lượng vết nhỏ các thành phần thì cần tăng cỡ phần mẫu thử (tăng đến 10 lần).

5.3 Phân tích

Các điều kiện thao tác được quy định trong 5.1.1.

TCVN 10475:2014

Tuy nhiên, có thể tiến hành phân tích ở nhiệt độ cột thấp hơn khi xác định các axit béo có ít hơn 12 nguyên tử carbon, hoặc phân tích ở nhiệt độ cao hơn khi xác định các axit béo có nhiều hơn 20 nguyên tử carbon. Đôi khi, có thể sử dụng chương trình nhiệt độ trong cả hai trường hợp này. Ví dụ: nếu mẫu thử chứa metyl este của axit béo có ít hơn 12 nguyên tử carbon thì bơm mẫu ở 100 °C (hoặc ở từ 50 °C đến 60 °C nếu có mặt axit butyric) và tăng ngay nhiệt độ ở tốc độ từ 4 °C/min đến 8 °C/min đến nhiệt độ tối ưu. Trong các trường hợp cụ thể, tiến hành đồng thời hai quy trình.

Sau khi nhiệt độ đã được cài đặt, tiếp tục rửa giải ở nhiệt độ không đổi cho đến khi tất cả các thành phần được rửa giải. Nếu thiết bị không có chương trình cài đặt nhiệt độ thì sử dụng thiết bị ở hai nhiệt độ cố định trong khoảng từ 100 °C đến 195 °C.

Nên tiến hành phân tích trên hai pha tĩnh có độ phân cực khác nhau để chứng minh không có mặt các pic bị che phủ, nếu cần, ví dụ: đối với dầu cá hoặc trong trường hợp có mặt đồng thời liên kết $C_{18:3}$ và $C_{20:0}$ hoặc $C_{18:3}$ và $C_{18:2}$.

5.4 Chuẩn bị sắc ký đồ chuẩn và đồ thị chuẩn

Phân tích hỗn hợp chất chuẩn so sánh (3.3), sử dụng cùng các điều kiện thao tác như các điều kiện đã sử dụng cho mẫu thử và đo thời gian lưu hoặc khoảng thời gian lưu đối với thành phần các axit béo. Dụng đồ thị bán logarit đối với độ không bão hòa bất kỳ, các đồ thị cho thấy logarit của thời gian lưu hoặc khoảng thời gian lưu là một hàm số của số các nguyên tử carbon. Ở điều kiện đẳng nhiệt, đồ thị đối với các axit mạch thẳng có cùng độ không bão hòa phải là các đường thẳng. Các đường thẳng này phải gần như song song.

Phải tránh các điều kiện đo làm xuất hiện "các pic bị che phủ", nghĩa là độ phân giải không đủ để tách riêng hai thành phần.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Phân tích định tính

Nhận biết các pic metyl este của mẫu thử từ đồ thị được chuẩn bị trong 5.4 bằng phép nội suy, nếu cần.

6.2 Phân tích định lượng

6.2.1 Xác định thành phần

Trừ các trường hợp đặc biệt, sử dụng phương pháp nội chuẩn, nghĩa là toàn bộ các thành phần của mẫu được thể hiện trên sắc ký đồ, sao cho tổng diện tích bên dưới các pic thể hiện 100 % các thành phần (tổng rửa giải).

Nếu các thiết bị bao gồm cả bộ tích phân, thì sử dụng các số liệu thu được từ bộ tích phân. Nếu không, xác định diện tích bên dưới mỗi pic bằng cách nhân chiều cao pic với chiều rộng pic tại giữa chiều cao và đưa vào công thức tính các độ pha loãng khác được sử dụng trong suốt quá trình ghi, khi cần.

6.2.2 Phương pháp tính

6.2.2.1 Trường hợp chung

Tính hàm lượng thành phần đã cho thứ i , biểu thị theo phần trăm khối lượng của metyl este bằng cách xác định phần trăm diện tích pic tương ứng so với tổng diện tích tất cả các pic, bằng công thức sau:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

Trong đó

A_i là diện tích dưới pic tương ứng với thành phần thứ i ;

$\sum A$ là tổng diện tích dưới tất cả các pic.

Lấy kết quả đến một chữ số thập phân.

CHÚ THÍCH 7: Trong trường hợp này, kết quả tính toán tùy thuộc vào diện tích tương ứng tính theo phần trăm khối lượng. Nếu không xem 6.2.2.2.

6.2.2.2 Sử dụng hệ số hiệu chỉnh

Trong trường hợp cụ thể, ví dụ trong trường hợp có mặt các axit béo có ít hơn 8 nguyên tử carbon hoặc axit có các nhóm chức phụ thì sử dụng các detector dẫn nhiệt hoặc khi cần độ chính xác cao nhất nên sử dụng các hệ số hiệu chỉnh để chuyển phần trăm diện tích pic sang phần trăm khối lượng các thành phần.

Xác định hệ số hiệu chỉnh bằng sắc ký đồ thu được từ phép phân tích hỗn hợp chất chuẩn so sánh metyl este đã biết thành phần, tiến hành dưới các điều kiện thao tác giống hệt với phép phân tích mẫu thử.

Đối với hỗn hợp chất chuẩn so sánh này, phần trăm khối lượng của thành phần thứ i được tính theo công thức:

$$\frac{m_i}{\sum m} \times 100$$

Trong đó:

m_i là khối lượng thành phần thứ i trong hỗn hợp chất chuẩn so sánh;

$\sum m$ là khối lượng tổng số các thành phần khác nhau trong hỗn hợp chất chuẩn so sánh.

TCVN 10475:2014

Từ sắc kí đồ của hỗn hợp chất chuẩn so sánh (5.4), tính phần trăm (diện tích) đối với thành phần thứ i như sau:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

Trong đó:

A_i là diện tích dưới pic tương ứng với thành phần thứ i ;

$\sum A$ là tổng diện tích dưới tất cả các pic.

Hệ số hiệu chỉnh được tính như sau:

$$K_i = \frac{m_i \times \sum A}{A_i \times \sum m}$$

Thông thường, hệ số hiệu chỉnh được biểu thị tương quan theo K_{C16} vì thế hệ số tương quan tính như sau:

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{C16}}$$

Đối với mẫu thử thì hàm lượng mỗi thành phần thứ i được tính theo phần trăm khối lượng methyl este:

$$\frac{K'_i \times A_i}{\sum (K'_i \times A_i)} \times 100$$

Lấy kết quả đến một chữ số thập phân.

6.2.2.3 Sử dụng chất chuẩn nội

Trong các phép phân tích cụ thể (ví dụ khi không định lượng được tất cả các axit béo chẳng hạn khi có mặt đồng thời các axit có 4 carbon và 6 carbon, các axit mạch dài có 16 carbon và 18 carbon hoặc khi cần xác định lượng axit béo nguyên chất trong mẫu thử) thì cần sử dụng chất chuẩn nội. Thường sử dụng các axit béo có 5 carbon, 15 carbon hoặc 17 carbon. Cần xác định hệ số hiệu chỉnh (nếu có) đối với chất chuẩn nội.

Phần trăm khối lượng thành phần thứ i được tính theo methyl este bằng công thức sau:

$$\frac{m_s \times K'_i \times A_i}{m \times K'_s \times A_s} \times 100$$

Trong đó:

A_i là diện tích dưới pic tương ứng với thành phần thứ i ;

A_s là diện tích dưới pic tương ứng với chất chuẩn nội;

K'_i là hệ số hiệu chỉnh đối với thành phần thứ i (liên quan đến K_{C16});

K'_s là hệ số hiệu chỉnh đối với chất chuẩn nội (liên quan đến K_{C16});

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng miligam (mg);

m_s là khối lượng chất chuẩn nội, tính bằng miligam (mg).

Lấy kết quả đến một chữ số thập phân.

6.2.3 Độ chụm

Các giá trị đối với độ lặp lại và độ tái lập được nêu dưới đây bao gồm cả việc chuẩn bị các methyl este theo ISO 5509¹⁾, cùng với phép phân tích sắc kí khí được quy định trong tiêu chuẩn này.

6.2.3.1 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các giá trị của hai phép xác định, tiến hành nhanh liên tiếp trên cùng một mẫu thử, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị đối với các thành phần có mặt với các lượng vượt quá 5 % (khối lượng), không được quá 3 % (tương đối) giá trị xác định được, với chênh lệch tối đa 1 % (khối lượng). Đối với các thành phần có mặt với các lượng nhỏ hơn, thì chênh lệch này không được quá giá trị 0,2 % (khối lượng).

6.2.3.2 Độ tái lập

Chênh lệch giữa các giá trị của kết quả cuối cùng thu được trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng cùng một phương pháp để phân tích cùng một mẫu phòng thử nghiệm đối với các thành phần có mặt với các lượng vượt quá 5 % (khối lượng), không được quá 10 % (tương đối) giá trị xác định được, với chênh lệch tối đa 3 % (khối lượng). Đối với các thành phần có mặt với các lượng nhỏ hơn, chênh lệch này không được quá giá trị 0,5 % (khối lượng).

7 Trường hợp đặc biệt – Sử dụng detector đo độ dẫn nhiệt của khí (làm việc dựa trên nguyên tắc đo sự thay đổi độ dẫn nhiệt)

Có thể sử dụng phương pháp sắc kí khí sử dụng detector làm việc dựa trên nguyên tắc đo sự thay đổi độ dẫn nhiệt (độ dẫn nhiệt của khí) để định lượng và định tính thành phần hỗn hợp methyl este của axit béo.

TCVN 10475:2014

Nếu sử dụng phương pháp này thì các điều kiện được quy định trong Điều 4 và Điều 5 cần được thay đổi như trong Bảng 3.

Đối với phép phân tích định lượng thì sử dụng hệ số hiệu chỉnh được quy định trong 6.2.2.2.

Bảng 3

Thông số	Giá trị/điều kiện
Cột	Chiều dài: từ 2 m đến 4 m Đường kính trong: 4 mm
Giá đỡ	Cỡ hạt khoảng từ 160 μm đến 200 μm
Nồng độ pha tĩnh	Từ 15 % (khối lượng) đến 25 % (khối lượng)
Khí mang	Heli hoặc hydro có hàm lượng oxy thấp nhất có thể
Khí phụ trợ	Không có
Nhiệt độ bơm	Cao hơn nhiệt độ cột từ 40 °C đến 60 °C
Nhiệt độ cột	Từ 180 °C đến 200 °C
Dòng khí mang	Thường khoảng từ 60 ml/min đến 80 ml/min
Cỡ phân mẫu thử đã bơm	Thường khoảng từ 0,5 μl đến 2 μl

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp thử đã dùng để chuẩn bị metyl este và để phân tích sắc kí khí và các kết quả thử nghiệm thu được. Báo cáo cũng phải nêu rõ 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.

Báo cáo cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.