

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10113:2013

ISO 15301:2001

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHẤT LẮNG TRONG DẦU MỠ THÔ –
PHƯƠNG PHÁP LY TÂM**

***Animal and vegetable fats and oils – Determination of sediment
in crude fats and oils – Centrifuge method***

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 10113:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 15301:2001 và bản Đính chính kỹ thuật 1:2007;

TCVN 10113:2013 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 chất lắng trong dầu mỡ thô – Phương pháp ly tâm

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of sediment
in crude fats and oils – Centrifuge method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định chất lắng trong dầu hoặc mỡ thô có thể tách được bằng ly tâm.

Phương pháp này có thể áp dụng cho dầu thô và dầu có hàm lượng chất lắng từ 0,1 ml/100 g đến 15 ml/100 g, thu được bằng phương pháp trích ly và/hoặc ép.

Phương pháp này không áp dụng cho chất béo dạng lỏng ở nhiệt độ 20 °C.

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 6128:1996 (ISO 661:1989)¹⁾, *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:

¹⁾ TCVN 6128:1996 (ISO 661:1989) đã hủy và được thay thế bằng TCVN 6128:2007 (ISO 661:2003).

TCVN 10113:2013

3.1

Chất lắng (sediment)

Phần chất không tan trong dầu hoặc mỡ thô, có thể tách bằng ly tâm và là tổng các thành phần của lớp không trong thu được ở đáy ống đo sau khi ly tâm.

CHÚ THÍCH Ví dụ chất lắng gồm: phospholipid, tạp chất, bụi bẩn, v.v..., phân tán trong pha chứa nước và có thể xác định được theo tiêu chuẩn này. Các phần tinh thể trắng kết tủa lên trên và bên trong của lớp chất không hòa tan màu tối được xem là phần chất lắng.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử đã đồng hóa được ly tâm theo qui định. Đo thể tích lượng chất tách được (chất lắng) trong ống ly tâm đã hiệu chuẩn.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Ống ly tâm, dung tích 100 ml, hình quả lê hoặc hình nón, được làm từ thủy tinh đã tôi luyện và có nắp đậy (xem Hình 1 và Hình 2).

CHÚ THÍCH: Việc đọc thể tích của lớp lắng không trong, trong ống hình nón khó hơn nhiều trong ống hình quả lê.

5.2 Giá đựng, dùng cho ống ly tâm (5.1), chịu được dầu và mỡ.

5.3 Máy ly tâm, thích hợp cho các ống ly tâm (5.1) đặt trong giá đựng (5.2), có thể kiểm soát tần suất quay sao cho gia tốc quay tại phần hẹp của ống từ 700 lần đến 800 lần gia tốc rơi tự do.

Xem Phụ lục A để tính tần suất quay của máy ly tâm.

Trong phòng không có điều hòa không khí, thì sử dụng máy ly tâm có thể duy trì nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C.

5.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) ⁽¹⁾.

Bảo quản mẫu trong chai thủy tinh hoặc chai polyetylen terephthalat (PET).

7 Chuẩn bị mẫu thử

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

Đưa mẫu thử về nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C, nếu cần.

Hòa lại mọi chất lắng trong dầu trên đáy chai đựng mẫu để đảm bảo thu được mẫu đồng nhất và đại diện. Tiến hành ngay theo Điều 8.

8 Cách tiến hành

Cân hai ống ly tâm (5.1), chính xác đến 0,1 g. Chuyển 100 ml mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 7) vào từng ống ly tâm. Cân các ống ly tâm và đặt vào giá đựng (5.2) trong máy ly tâm (5.3). Điều chỉnh tần suất quay để có được gia tốc quay tại phần hẹp của ống bằng 700 lần đến 800 lần gia tốc rơi tự do. Ly tâm trong 1 h ± 5 s.

Đối với thể tích chất lắng nhỏ hơn hoặc bằng 1,5 ml, đọc chính xác đến 0,03 ml. Đối với thể tích chất lắng lớn hơn 1,5 ml, đọc chính xác đến 0,5 ml.

Khi sử dụng ống ly tâm hình nón thì có thể khó đọc thể tích của lớp chất lắng; đọc thể tích chất lắng này càng chính xác càng tốt.

Nếu trong ống hình quả lê, việc tách không hoàn toàn (có lớp trong ở phần hẹp của ống) thì khi đọc thể tích chất lắng cần phải hiệu chỉnh cho thể tích này.

Ghi lại gia tốc quay tương đối hoặc đường kính quay và tần suất quay của máy ly tâm.

Ghi lại nhiệt độ trước và sau ly tâm.

9 Biểu thị kết quả

Tính hàm lượng chất lắng của mẫu thử, sử dụng công thức:

$$w = \frac{V \times 100}{(m_1 - m_2)}$$

Trong đó:

w là hàm lượng chất lắng của mẫu thử, tính bằng mililit trên 100 g (ml/100 g);

V là thể tích chất lắng, tính bằng mililit (ml);

m_1 là khối lượng ống ly tâm cùng với phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng ống ly tâm, tính bằng gam (g);

Tính trung bình các kết quả của hai ống ly tâm và báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 ml/100 g.

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, 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 nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn lặp lại (r) và giới hạn tái lập (R)

Hàm lượng chất lắng ml/100 g	r ml/100 g	R ml/100 g
< 1	0,1	0,7
từ 1 đến 3	0,2	1,0

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống 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, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 1.

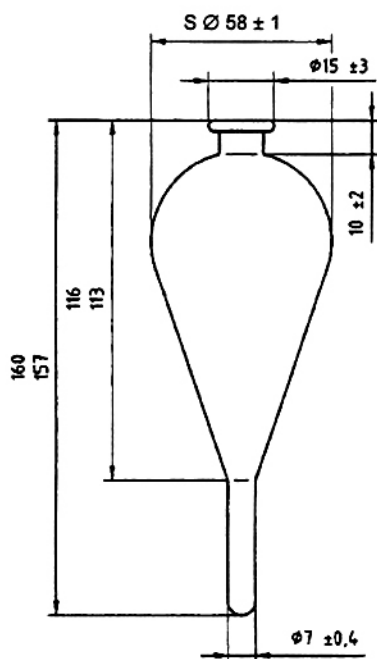
11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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;
- gia tốc hướng tâm tương đối hoặc đường kính cánh khuấy và tần suất quay;

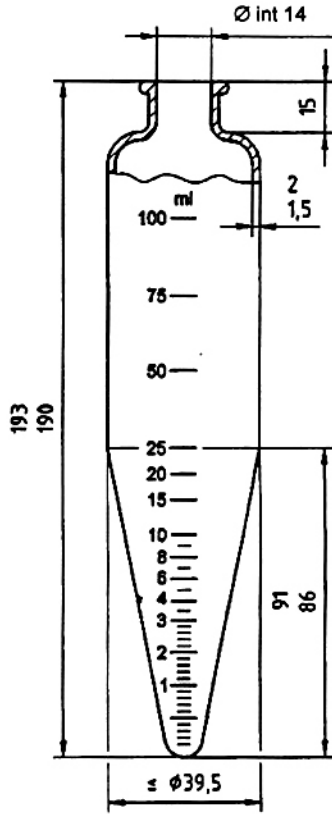
- nhiệt độ trước và sau ly tâm;
- mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc hai kết quả thử thu được nếu kiểm tra độ lặp lại.

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 – Ống ly tâm chất lỏng hình quả lê

Kích thước tính bằng milimet



Hình 2 - Ống ly tâm chất lỏng hình nón

Phụ lục A
(Tham khảo)

Tính tần suất quay của máy ly tâm

Tần suất quay của máy ly tâm có thể tính được theo Công thức sau:

$$n = 1\,337 \sqrt{\frac{a_r}{d}}$$

Trong đó:

n là tần suất quay, tính bằng vòng trên phút (min^{-1})

a_r là gia tốc hướng tương đối (ví dụ $a_r = 700$ hoặc $a_r = 800$)

d là đường kính của cánh khuấy, đo được giữa các đầu đối diện của ống khi ống ở vị trí quay, tính bằng milimet (mm).

Phụ lục B
(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

B.1 Kết quả phân tích thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp được thiết lập bởi hai phép thử liên phòng thử nghiệm tổ chức bởi Hiệp hội thương mại về tinh dầu hạt có dầu và chất béo Netherland (NOFOTA) kết hợp với Liên đoàn Hiệp hội dầu, hạt có dầu và chất béo (FOSFA quốc tế) năm 1996 và 1997/1998 tiến hành theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) [3]. Trong phép thử lần thứ nhất có 12 phòng thử nghiệm tham gia. Điều tra trên sáu mẫu (thêm chuẩn) dầu hạt hướng dương thô. Trong phép thử lần thứ hai, 9 phòng thử nghiệm tham gia. Điều tra trên bốn mẫu (thêm chuẩn) dầu hạt hướng dương thô.

Xem Bảng B.1 và B.2 tóm tắt các kết quả phân tích thống kê.

**Bảng B.1 – Kết quả phân tích thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm
tổ chức năm 1996**

Thông số	Mẫu					
	1	2	3	4	5	6
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	11	10	11
Hàm lượng chất lắng trung bình, ml/100 g	0,75	1,36	0,54	1,62	2,07	2,61
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), ml/100 g	0,04	0,06	0,04	0,06	0,03	0,07
Hệ số biến thiên lặp lại, %	4,76	4,29	6,85	3,60	1,59	2,78
Giới hạn lặp lại (r) [$r = 2,8 \times s_d$], ml/100 g	0,10	0,16	0,10	0,16	0,09	0,20
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), ml/100 g	0,26	0,22	0,26	0,28	0,26	0,35
Hệ số biến thiên tái lập, %	34,6	16,0	47,9	17,2	12,6	13,5
Giới hạn tái lập (R) [$R = 2,8 \times s_R$], ml/100 g	0,72	0,61	0,72	0,78	0,73	0,99

**Bảng B.2 – Kết quả phân tích thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm
tổ chức năm 1997/1998**

Thông số	Mẫu			
	1	2	3	4
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	7	8	8	7
Hàm lượng chất lắng trung bình, ml/100 g	0,07	1,28	1,20	2,39
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), ml/100 g	0,00	0,04	0,04	0,00
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,00	2,77	2,95	0,00
Giới hạn lặp lại (r) [$r = 2,8 \times s_d$], ml/100 g	0,00	0,10	0,10	0,00
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), ml/100 g	0,07	0,12	0,08	0,35
Hệ số biến thiên tái lập, %	97,8	9,1	7,0	14,8
Giới hạn tái lập (R) [$R = 2,8 \times s_R$], ml/100 g	0,20	0,33	0,24	0,99

B.2 So sánh với phương pháp 96 h

Trong hai phép thử liên phòng thử nghiệm, phương pháp ly tâm được so sánh với phương pháp để yên mẫu thử ở nhiệt độ được kiểm soát trong 96 h.

Áp dụng phép hồi qui cho các kết quả của hai phép thử liên phòng thử nghiệm đối với mối liên hệ giữa hai phương pháp, được thiết lập theo công thức (hệ số tương quan là 0,96).

$$w_2 = 2,5 w_1 - 0,5$$

Trong đó:

w_1 là hàm lượng chất lắng thu được với phương pháp 96 h, tính bằng mililit trên 100 ml (ml/100ml);

w_2 là giá trị của hàm lượng chất lắng thu được bằng phương pháp ly tâm, tính bằng mililit trên 100 g.

Việc so sánh này cho thấy phương pháp ly tâm có thể được coi là phương pháp thay thế cho phương pháp 96 h, đây là phương pháp kiểm soát nhanh được yêu cầu đối với mức chất lắng vượt quá 0,5 ml/100 ml.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625: 2007 (ISO 5555:2001) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu*
 - [2] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*
 - [3] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) *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*
-