

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6122 : 2010

ISO 3961 : 2009

Xuất bản lần 3

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ IÔT**

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of iodine value*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 6122 : 2010 thay thế TCVN 6122 : 2007;

TCVN 6122 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 3961 : 2009;

TCVN 6122 : 2010 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 đề nghị, 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 xác định trị số iốt (IV) của dầu mỡ động vật và thực vật, sau đây gọi là chất béo.

Phụ lục A 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.

CHÚ THÍCH Phương pháp trong Phụ lục A dựa trên khuyến nghị thực hành AOCS Cd 1c-85^[4].

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 thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Trị số iốt (IV) [iodine value (IV)]

w_i

Lượng halogen tính theo iốt, do phần mẫu thử hấp thụ chia cho khối lượng phần mẫu thử, ở điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Trị số iốt được biểu thị bằng số gam trên 100 g chất béo.

4 Nguyên tắc

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

CHÚ THÍCH Phụ lục A 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 thử 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 và sử dụng nước loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696).

CẢNH BÁO – Chú ý về các quy định quốc gia về xử lý các chất độc hại. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân.

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

5.2 Dung dịch hồ tinh bột: Trộn 5 g tinh bột hoà tan trong 30 ml nước, cho thêm nước sôi vào dung dịch này đến 1 000 ml. Đun trong 3 min và sau đó để nguội. Chuẩn bị dung dịch hồ tinh bột mới trong ngày làm việc.

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

5.4 Dung môi, được chuẩn bị bằng cách trộn một thể tích xyclohexan với một thể tích axit axetic băng (50 ml + 50 ml).

5.5 Thuốc thử Wijs, chứa iốt monoclorua trong axit axetic. Tỷ lệ I/Cl của thuốc thử Wijs phải trong khoảng $1,10 \pm 0,1$.

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 cụ thể như sau:

6.1 Thìa cân bằng thủy tinh, phù hợp với phần mẫu thử và cho được vào trong bình (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 độ chính xác $\pm 0,001 \text{ g}$.

6.4 Bình định mức, dung tích 1000 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042) ^[2].

6.5 Pipet, dung tích 25 ml loại tự động hoặc phù hợp với loại A của ISO 648 ^[1], được gắn quả bóp.

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu* [3].

8 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 6128 (ISO 661).

9 Cách tiến hành

9.1 Mẫu thử và chuẩn bị dung dịch mẫu trắng

9.1.1 Tùy thuộc vào trị số iốt dự kiến của mẫu, cân vào thìa cân thủy tinh (6.1) các lượng mẫu thử theo Bảng 1, chính xác đến 0,001 g.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử

Trị số iốt dự kiến w_i g/100 g	Khối lượng phần mẫu thử m g	Thể tích của dung môi V ml
$w_i < 1,5$	15,00	25
$1,5 \leq w_i < 2,5$	10,00	25
$2,5 \leq w_i < 5$	3,00	20
$5 \leq w_i < 20$	1,00	20
$20 \leq w_i < 50$	0,40	20
$50 \leq w_i < 100$	0,20	20
$100 \leq w_i < 150$	0,13	20
$150 \leq w_i < 200$	0,10	20

CHÚ THÍCH Lượng mẫu phải đủ lớn, sao cho thuốc thử Wijs dư từ 50 % đến 60 % so với lượng được thêm vào nghĩa là 100 % đến 150 % lượng được hấp thụ.

9.2 Tiến hành xác định

9.2.1 Đặt thìa thủy tinh chứa phần mẫu thử vào bình nón dung tích 500 ml (6.2) và thêm một lượng dung môi (5.4) như trong Bảng 1. Dùng pipet (6.5) thêm 25,00 ml thuốc thử Wijs (5.5). Đậy nắp và lắc bình rồi để bình nơi tối.

TCVN 6122 : 2010

CHÚ THÍCH Thia vẫn để ở trong bình.

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

9.2.2 Chuẩn bị mẫu thử trắng với lượng dung môi và thuốc thử như trong 9.2.1 nhưng không có mẫu thử.

9.2.3 Đối với mẫu có trị số iốt thấp hơn 150, thì để bình ở nơi tối trong 1 h.

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

9.2.4 Đến cuối thời điểm phản ứng (9.2.3), cho thêm 20 ml dung dịch kali iodua (5.1) và 150 ml nước.

Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat (5.3) cho đến khi gần như mất hết màu vàng của iốt. Thêm một vài giọt dung dịch hồ tinh bột (5.2) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi lắc mạnh bình thì mất màu xanh. Ghi lại thể tích dung dịch natri thiosulfat, V_2 , đã dùng đến kết thúc chuẩn độ. Có thể xác định điểm kết thúc bằng chuẩn độ điện thế.

9.2.5 Tiến hành đồng thời phép xác định mẫu trắng (9.2.2). Trong phép thử trắng 9.2.4, ghi lại thể tích dung dịch natri thiosulfat, V_1 , đã dùng đến kết thúc chuẩn độ.

10 Tính toán

Trị số iốt, w_I , tính bằng gam trên 100 g chất béo, theo công thức sau đây:

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

trong đó

c là nồng độ của dung dịch chuẩn natri thiosulfat (5.3) đã dùng, tính bằng mol trên lít (mol/l);

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

V_2 là thể tích dung dịch chuẩn 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 kết quả

Trị số iốt w_1 g/100 g	Làm tròn đến
$w_1 < 20$	0,1
$20 \leq w_1 < 60$	0,5
$w_1 \geq 60$	1

11 Độ chụm

11.1 Yêu cầu chung

Các giá trị đưa ra này có thể không áp dụng được các giải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

11.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không được lớn hơn giá trị r nêu trong Bảng 3.

11.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau và trên các thiết bị khác nhau, không được lớn hơn giá trị R nêu trong Bảng 3.

Bảng 3 – Giới hạn lặp lại và độ tái lập

Trị số iốt w_1 g/100 g	Giới hạn lặp lại r	Giới hạn tái lập R
$w_1 < 20$	0,2	0,7
$20 \leq w_1 < 50$	1,3	3,0
$50 \leq w_1 < 100$	2,0	3,0
$100 \leq w_1 < 135$	3,5	5,0

TCVN 6122 : 2010

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 thử;
- b) phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- e) kết quả thử nhận được và các đơn vị đo biểu thị kết quả hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Trị số iốt tính được

A.1 Yêu cầu chung

Phụ lục này mô tả phương pháp tính trị số iốt của dầu thực phẩm từ các thành phần axit béo xác định được bằng sắc ký khí các metyl 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 % (ví dụ: dầu cá) thì không cho kết quả 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.

A.2 Cách tiến hành

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

A.2.2 Tính trị số iốt đối với các nhóm thành phần như mô tả trong A.2.2.1 và A.2.2.2.

CHÚ THÍCH Việc tính toán cho sự đánh giá không đúng mức đối với các vật liệu có trị số iốt thấp.

A.2.2.1 Triglyxerit

Trị số iốt của các triglyxerit, $w_{i,1}$ tính được theo công thức sau:

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

A.2.2.2 Các axit béo tự do

Trị số iốt của các axit béo tự do, $w_{i,2}$ tính được theo công thức sau:

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

TCVN 6122 : 2010

Trong đó:

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

$w_{18:1}$ 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 trong dạng $n_c:n_{ene}$ biểu thị số nguyên tử cacbon trong phân tử, n_c , tiếp theo bằng số các liên kết đôi, n_{ene} .

Các trị số iốt tính được bằng phép xác định axit béo bằng sắc ký khí của các vật liệu lipid không chứa triglycerit, như các este hóa từng phần của glyxerol, sorbitol/sorbitan/isosorbit, polyoxyetylen sorbitol/sorbitan/isosorbit hoặc glyxerol, chỉ tính được trị số iốt của các axit được sử dụng để chuẩn bị các este không từng phần. Để thu được trị số iốt thực của các este hóa từng phần với các dịch pha loãng polyol axit không béo, thì cần sử dụng phương pháp xác định trị số iốt sử dụng thuốc thử Wijs clo hóa. Các trị số iốt của các este hóa từng phần theo phương pháp Wijs thấp hơn các trị số thu được bằng sắc ký khí vì việc pha loãng có ảnh hưởng đến polyol.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7151: 2002 (ISO 648: 1977), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Pipet một mức.*
 - [2] TCVN 7153: 2002 (ISO 1042: 1998) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh. Bình định mức.*
 - [3] TCVN 2625: 2007 (ISO 5555: 2001) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.*
 - [4] *AOCS Recommended Practices Cd 1c-85, Iodine value calculated from GLC.*
-