

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6117 : 2010

ISO 6883 : 2007

Xuất bản lần 3

**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)**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of conventional
mass per volume (litre weight in air)*

HÀ NỘI, - 2010

Lời nói đầu

TCVN 6117 : 2010 thay thế TCVN 6117 : 2007;

TCVN 6117 : 2010 hoàn toàn tương đương với ISO 6883 : 2007;

TCVN 6117 : 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 khối lượng quy ước theo thể tích (trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí)

Animal and vegetable fats and oils – Determination of conventional mass per volume (litre weight in air)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định khối lượng quy ước theo thể tích (trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí) của dầu mỡ động vật và thực vật (dưới đây gọi là chất béo) để chuyển thể tích sang khối lượng hoặc khối lượng sang thể tích.

Phương pháp này chỉ áp dụng cho các loại chất béo ở trạng thái lỏng.

Nhiệt độ dùng để xác định đối với chất béo bất kỳ phải là nhiệt độ mà ở đó chất béo không kết tinh.

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*.

ISO 3507, *Laboratory glassware – Pyknometers (Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình đo tỷ trọng)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

Khối lượng quy ước theo thể tích (conventional mass per volume)

Trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí (litre weight in air)

Tỷ số giữa khối lượng với thể tích của chất béo trong điều kiện không khí ở nhiệt độ đã cho.

CHÚ THÍCH Khối lượng quy ước theo thể tích được biểu thị bằng kilôgam trên lít (gam trên mililit).

4 Nguyên tắc

Đo khối lượng của thể tích chất béo dạng lỏng ở nhiệt độ quy định, dùng bình đo tỷ trọng đã được hiệu chuẩn.

5 Thiết bị, dụng cụ

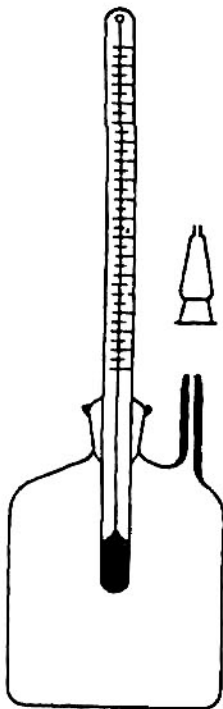
Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở nhiệt độ đã chọn để hiệu chuẩn và xác định, chính xác đến $0,1^{\circ}\text{C}$.

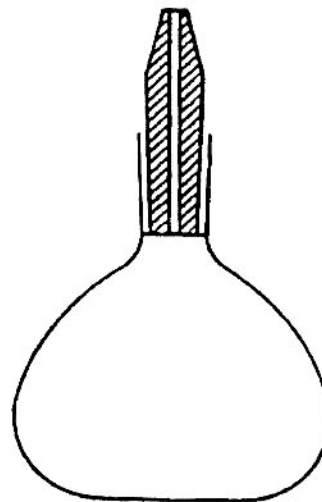
Nồi cách thủy có gắn một nhiệt kế đã hiệu chuẩn được chia độ từng khoảng $0,1^{\circ}\text{C}$ bao trùm dải nhiệt độ có liên quan.

5.2 Bình đo tỷ trọng (Jaulmes), dung tích 50 ml, có nhánh bên.

Bình đo tỷ trọng có cổ nối hình côn được gắn với một nhiệt kế đã hiệu chuẩn được chia độ ở các khoảng $0,1^{\circ}\text{C}$ và nhánh bên có nắp đậy được đục lỗ (xem Hình 1).



Hình 1 – Bình đo tỷ trọng Jaulmes



Hình 2 – Bình đo tỷ trọng Gay-Lussac

Bình đo tỷ trọng tốt nhất là được làm bằng thủy tinh bo silicat, nếu không sẵn có thì dùng loại làm bằng thủy tinh soda.

CHÚ THÍCH Khi phép xác định được tiến hành ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ môi trường thì cần phải có nắp đậy.

Cách khác, có thể sử dụng bình đo tỷ trọng (Gay-Lussac) kiểu 3 (xem Hình 2) như được quy định trong ISO 3507, tuy nhiên, tốt nhất là dùng bình đo tỷ trọng có gắn nhiệt kế.

6 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*.

7 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 (ISO 661), không lọc hoặc không làm khô mẫu.

Cẩn thận không để lẫn bọt khí vào trong chất béo.

8 Cách tiến hành

8.1 Hiệu chuẩn bình đo tỷ trọng

8.1.1 Hiệu chuẩn bình đo tỷ trọng (5.2) ít nhất một lần trong một năm và lặp lại ít nhất hai lần, theo quy trình đã mô tả trong 8.1.2. Hiệu chuẩn Bình đo tỷ trọng thủy tinh soda ít nhất một lần trong ba tháng, lặp lại ít nhất hai lần.

CHÚ THÍCH Sử dụng quy trình hiệu chuẩn đã mô tả để xác định thể tích của bình đo tỷ trọng khi đã đổ đầy nước ở nhiệt độ t .

8.1.2 Hiệu chuẩn bình đo tỷ trọng ở các nhiệt độ sau:

- ở 40 °C nếu đã biết hệ số giãn nở khối trung bình (γ) của thủy tinh bình đo tỷ trọng;
- ở 20 °C và 60 °C nếu γ chưa được biết.

8.1.3 Rửa sạch và làm khô hẳn bình đo tỷ trọng. Cân bình đo tỷ trọng trống cùng với nhiệt kế và nắp đậy hoặc nút chính xác đến 0,1 mg, (m_1).

Đưa nước mới cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, không chứa không khí, về nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của nồi cách thủy khoảng 5 °C. Tháo nhiệt kế ra, mở nắp (hoặc nút) và đổ nước đã chuẩn bị vào bình đo tỷ trọng. Lắp lại nhiệt kế hoặc đậy nắp. Chú ý không để bọt khí lẫn vào trong khi thực hiện các thao tác này. Đặt bình đo tỷ trọng đã chứa đầy nước vào nồi cách thủy nhúng ngập tới một nửa đáy hình nón cho đến khi nước chứa ở trong đạt tới nhiệt độ ổn định (mất khoảng 1 h). Để cho

TCVN 6117 : 2010

nước tràn qua nhánh bên hoặc qua miệng nắp. Ghi nhiệt độ, θ_c , của nước trong bình đo tỷ trọng chính xác đến 0,1 °C. Cẩn thận loại bỏ hết nước tràn ra từ trên đỉnh và bên cạnh nhánh bên hoặc qua nút. Đậy nắp nhánh bên. Lấy bình đo tỷ trọng ra khỏi nồi cách thủy, lau khô kỹ bằng vải bông không xơ. Để nhiệt độ của nó đạt tới nhiệt độ môi trường.

Cân bình đo tỷ trọng chứa đầy nước cùng với nhiệt kế và nắp, hoặc nút, chính xác đến 0,1 mg (m_2).

Nếu giá trị γ của bình đo tỷ trọng bằng thủy tinh chưa được biết, thì chỉnh nhiệt độ của nồi cách thủy tới nhiệt độ hiệu chuẩn lần thứ hai như mong muốn và lặp lại quy trình hiệu chuẩn.

8.2 Xác định

8.2.1 Yêu cầu chung

Khi nhiệt độ của phép xác định thấp hơn nhiệt độ môi trường thì dùng bình đo tỷ trọng Jaulmes.

Rửa sạch và làm khô hẳn bình đo tỷ trọng. Cân bình đo tỷ trọng trống cùng với nhiệt kế và nắp hoặc nút chính xác đến 0,1 mg.

Chỉnh nồi cách thủy (5.1) tới nhiệt độ không lớn hơn 1 °C so với nhiệt độ yêu cầu của phép xác định, nghĩa là nhiệt độ tại thời điểm đo của chất béo trong thùng chứa mẫu.

Đưa mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 7) đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của nồi cách thủy 3 °C đến 5 °C. Trộn kỹ.

8.2.2 Chất béo đông đặc ở nhiệt độ môi trường

Đun nóng mẫu thử (Điều 7) đến nhiệt độ cao hơn điểm nóng chảy từ 5 °C đến 10 °C, khuấy cho đến khi tan hết các tinh thể. Thực hiện theo 8.2.1, để bình đo tỷ trọng chứa đầy mẫu đã nguội trước khi cân.

8.2.3 Sử dụng bình đo tỷ trọng Jaulmes

Cân bình đo tỷ trọng trống cùng với nhiệt kế và nắp, chính xác đến 0,1 mg.

Mở nắp nhánh bên cạnh và thay bằng một đoạn ống nhựa dẻo ngắn (từ 3 cm đến 5 cm) để tạo khớp nối kín nước. Rót đầy mẫu thử vào bình đo tỷ trọng và lắp nhiệt kế, chú ý không để lẫn bọt khí.

CHÚ THÍCH Một số mẫu thử dâng lên trong ống bằng chất dẻo và sau đó có thể tràn hoặc rút nhỏ lại.

Ngâm bình đo tỷ trọng chứa đầy mẫu thử ngập đến nửa bình nón trong nồi cách thủy (5.1) khoảng 2 h và duy trì ở nhiệt độ đã chọn của phép xác định, để cho mẫu đạt được nhiệt độ này. Dùng ngón tay cái và ngón tay trở tháo ống nhựa chứa đầy mẫu và lau hết mẫu tràn ra ngoài. Đậy nắp. Ghi nhiệt độ θ_d của bình đo tỷ trọng, chính xác đến 0,1 °C.

Lấy bình đo tỷ trọng ra khỏi nồi cách thủy, lau cẩn thận bằng vải bông không xơ cho đến khô. Để cho nhiệt độ đạt được đến nhiệt độ môi trường và cân bình đo tỷ trọng chứa đầy mẫu cùng với nhiệt kế và nắp chính xác đến 0,1 mg (m_3).

8.2.4 Dùng bình đo tỷ trọng Gay-Lussac

Cân bình đo tỷ trọng trống cùng với nắp đậy, chính xác đến 0,1 mg.

Rót mẫu thử (Điều 7) vào bình đo tỷ trọng và đậy nắp, chú ý không để lẫn bọt khí. Ngâm bình đo tỷ trọng chứa đầy mẫu ngập tới giữa bình nón trong nồi cách thủy (5.1) trong 2 h, duy trì ở nhiệt độ đã chọn cho phép xác định, để cho mẫu đạt được nhiệt độ này.

Để cho mẫu tràn và lau mẫu tràn ra ngoài. Ghi nhiệt độ, θ_c của nồi cách thủy, chính xác đến 0,1 °C. Lau khô mẫu tràn ra ngoài.

Lấy bình đo tỷ trọng ra khỏi nồi cách thủy, lau cẩn thận bằng vải bông không xơ cho đến khô. Để yên cho nhiệt độ của bình đạt tới nhiệt độ môi trường. Cân bình đo tỷ trọng chứa mẫu cùng với nắp chính xác tới 0,1 mg (m_3).

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính thể tích của bình đo tỷ trọng

Tính thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ hiệu chuẩn, θ_c , theo công thức (1):

$$V_c = \frac{m_2 - m_1}{\rho_w} \quad (1)$$

Trong đó:

V_c là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ hiệu chuẩn, θ_c , tính bằng mililit (ml);

m_2 là khối lượng của bình đo tỷ trọng chứa đầy nước, gồm cả nhiệt kế và nắp, hoặc nút đậy, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng bình đo tỷ trọng trống với nhiệt kế và nắp hoặc nút đậy, tính bằng gam (g);

ρ_w là khối lượng quy ước theo thể tích của nước ở nhiệt độ hiệu chuẩn θ_c , (nội suy ρ_w theo Bảng 1, nếu cần), tính bằng gam trên mililit (g/ml).

Bảng 1 – Khối lượng quy ước theo thể tích
 (“trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí”) của nước ở nhiệt độ từ 15 °C đến 65 °C

Nhiệt độ θ °C	“Trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí” ρ_w g/ml	Nhiệt độ θ °C	“Trọng lượng của 1 lít trong điều kiện không khí” ρ_w g/ml	Nhiệt độ θ °C	“Trọng lượng của 1 lít trong điều kiện 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		

Nếu chưa biết hệ số giãn nở khối trung bình (γ) thủy tinh của bình đo tỷ trọng, thì tính γ từ các kết quả hiệu chuẩn ở 20 °C và 60 °C theo công thức (2):

$$\gamma = \frac{V_{c2} - V_{c1}}{V_{c1}(\theta_2 - \theta_1)} \quad (2)$$

trong đó

γ là hệ số giãn nở khối trung bình của bình đo tỷ trọng bằng thủy tinh, tính bằng độ C (°C);

V_{c2} là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ hiệu chuẩn θ_2 , tính bằng mililit (ml);

V_{c1} là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ hiệu chuẩn θ_1 , tính bằng mililit (ml);

θ_1 là nhiệt độ hiệu chuẩn bình đo tỷ trọng gần với 60 °C, tính bằng độ C (°C);

θ_2 là nhiệt độ hiệu chuẩn bình đo tỷ trọng gần với 20 °C, tính bằng độ C (°C).

CHÚ THÍCH Hệ số giãn nở khối trung bình của thủy tinh phụ thuộc vào thành phần của thủy tinh, ví dụ:

- thủy tinh bo silicat D 50: $\gamma \approx 0,000\ 011/^{\circ}\text{C}$;
- thủy tinh bo silicat G 20: $\gamma \approx 0,000\ 015/^{\circ}\text{C}$;
- thủy tinh soda: $\gamma \approx 0,000\ 025/^{\circ}\text{C}$ đến $0,000\ 030/^{\circ}\text{C}$.

Tính thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ θ_d theo công thức (3):

$$V_d = V_c [1 + \gamma (\theta_d - \theta_c)] \quad (3)$$

trong đó

V_d là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ θ_d , tính bằng mililit (ml);

V_c là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ hiệu chuẩn θ_c , tính bằng mililit (ml);

γ là hệ số giãn nở khối trung bình của thủy tinh của bình đo tỷ trọng trên một độ C;

θ_d là nhiệt độ mà ở đó cần phải tính thể tích của bình đo tỷ trọng, tính bằng °C;

θ_c là nhiệt độ (hoặc một trong số các nhiệt độ) mà ở đó bình đo tỷ trọng được hiệu chuẩn, tính bằng °C.

9.2 Tính toán khối lượng quy ước theo thể tích

Tính khối lượng quy ước theo thể tích của mẫu thử, ρ_{θ} , ở nhiệt độ quy định, hoặc yêu cầu, tính bằng gam trên mililit, theo công thức (4):

$$\rho_{\theta} = \frac{m_3 - m_1}{V_d} + k(\theta_d - \theta) \quad (4)$$

trong đó

m_1 là khối lượng của bình đo tỷ trọng trống với nhiệt kế và nắp hoặc nút đậy, tính bằng gam (g);

m_3 là khối lượng của bình đo tỷ trọng chứa mẫu cùng với nhiệt kế và nắp hoặc nút đậy, tính bằng gam (g);

TCVN 6117 : 2010

V_d là thể tích của bình đo tỷ trọng ở nhiệt độ θ_d , tính bằng mililit (ml);

θ_d là nhiệt độ mà ở đó tiến hành phép xác định, tính bằng độ C ($^{\circ}\text{C}$);

θ là nhiệt độ khối lượng quy ước theo thể tích được xác định, tính bằng độ C ($^{\circ}\text{C}$);

k là sự biến đổi trung bình về khối lượng quy ước theo thể tích của mỡ do nhiệt độ thay đổi, tính bằng gam trên mililit trên $^{\circ}\text{C}$ ($k = 0,000\ 68\ \text{g/ml}^{\circ}\text{C}$).

$k = 0,000\ 68\ \text{g/ml}^{\circ}\text{C}$ là giá trị trung bình gần đúng của chất béo. Nếu đã biết k thực, thì dùng k này sẽ cho độ chính xác cao hơn.

Việc hiệu chỉnh gam trên mililit trên một độ C cũng có thể được sử dụng để chuyển trọng lượng của 1 lít trong không khí ở một nhiệt độ này sang một nhiệt độ khác, khi chênh lệch nhiệt độ không lớn hơn $5\ ^{\circ}\text{C}$.

Biểu thị kết quả tính chính xác đến 0,0001 g/ml.

10 Độ chụm

10.1 Thử liên phòng thử nghiệm

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

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng lẻ, độc lập 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, trên cùng một thiết bị trong cùng một thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r nêu trong Bảng 1.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng vật liệu thử, ở các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau và trên các thiết bị khác nhau, không quá 5 % trường hợp vượt quá giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 1.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết mẫu đầy đủ;
- phương pháp đã tiến hành lấy mẫu, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kiểu bình đo tỷ trọng đã sử dụng;
- nhiệt độ xác định và nhiệt độ quy định hoặc nhiệt độ yêu cầu;
- mọi chi tiết về thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, các chi tiết bất thường làm ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử liên phòng thử nghiệm theo phương pháp nêu trong tiêu chuẩn này được thực hiện theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1 : 1994) và TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2 : 1994).

Các phép thử do FOSFA Quốc tế tổ chức thực hiện trên các loại sản phẩm sau đây. Kết quả cho trong Bảng A.1.

- olein cọ đã khử mùi và đã tẩy trắng (RBD) (A + B)
- dầu dừa thô (C + D)
- dầu hạt cải thô (E + F) và
- dầu hạt cải đã khử nhầy (G).

Bảng A.1 – Số liệu về độ chụm

Mẫu	A	B	C	D	E	F	G
Số phòng thử nghiệm tham gia (N)	53	52	35	35	54	54	57
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (n)	43	44	29	29	42	42	80
Số lượng các kết quả thử riêng lẻ trên từng mẫu của tất cả các phòng thử nghiệm (z)	86	88	62	62	84	84	160
Giá trị trung bình (\bar{m}), g/ml	0,89058	0,89064	0,90732	0,90747	0,90455	0,90453	0,91686
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r), g/ml	0,00008	0,00007	0,00005	0,00007	0,00009	0,00007	0,00010
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,00946	0,00803	0,00566	0,00772	0,00966	0,00731	0,01042
Giới hạn lặp lại, r , g/ml ($s_r \times 2,8$)	0,00024	0,00020	0,00014	0,00020	0,00024	0,00019	0,00027
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R), g/ml	0,00047	0,00071	0,00075	0,00083	0,00049	0,00047	0,00067
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,05257	0,07957	0,08254	0,09103	0,05436	0,05145	0,07292
Giới hạn tái lập, R , g/ml ($s_R \times 2,8$)	0,00131	0,00198	0,00210	0,00231	0,00138	0,00130	0,00187

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 (ISO 5555), *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 chung 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.*
-