

TCVN 2640 : 2007

ISO 6320 : 2000

Xuất bản lần 2

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ KHÚC XẠ**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of refractive index

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 2640 : 2007 thay thế TCVN 2640 : 1999;

TCVN 2640 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 6320 : 2000 và bản
đính chính kỹ thuật 1:2007;

TCVN 2640 : 2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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 chỉ số khúc xạ

Animal and vegetable fats and oils – Determination of refractive index

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số khúc xạ của dầu mỡ động vật và thực vật.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 6128 : 2007 (ISO 661 : 2003), Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa sau đây:

3.1

chỉ số khúc xạ (của môi trường) [refractive index (of a medium)]

tỷ số giữa vận tốc ánh sáng của bước sóng xác định trong chân không với vận tốc ánh sáng ở trong môi trường.

CHÚ THÍCH 1: Trong thực tế, vận tốc ánh sáng trong không khí được sử dụng thay cho vận tốc ánh sáng trong chân không và trừ khi có quy định khác, bước sóng được chọn là bước sóng trung bình D của natri (589,6 nm).

CHÚ THÍCH 2: Chỉ số khúc xạ của một chất đã cho thay đổi theo bước sóng của tia ánh sáng tới và theo nhiệt độ. Ký hiệu là n_D^t , trong đó t là nhiệt độ tính bằng °C.

4 Nguyên tắc

Đo chỉ số khúc xạ của mẫu ở dạng lỏng tại nhiệt độ qui định bằng khúc xạ kế.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các loại thuốc thử có độ tinh khiết phân tích, nước cất hay nước không chứa các chất khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Etyl laurat, có chất lượng phù hợp để đo khúc xạ và chỉ số khúc xạ đã biết.

5.2 Hexan hoặc các dung môi thích hợp khác như **dầu nhẹ**, **axeton** hoặc **toluen** dùng để làm sạch lăng kính của khúc xạ kế.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Khúc xạ kế, ví dụ: loại Abbe thích hợp để đo chỉ số khúc xạ trên khoảng từ $n_D = 1,300$ đến $n_D = 1,700$ với sai số $\pm 0,0001$.

6.2 Nguồn sáng, đèn khí natri

Có thể dùng ánh sáng tự nhiên, nếu khúc xạ kế được lắp một hệ thống tiêu sắc bù.

6.3 Tấm thủy tinh, đã biết chỉ số khúc xạ.

6.4 Nồi cách thủy, điều chỉnh được nhiệt độ, có bơm tuần hoàn và giữ được nhiệt độ với sai lệch $\pm 0,1$ °C.

6.5 Nồi cách thủy, có khả năng duy trì được nhiệt độ cần đo (trong trường hợp mẫu ở dạng rắn).

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 qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 : 2007 (ISO 5555 : 2001).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 : 2007 (ISO 661 : 2003).

Chỉ số khúc xạ được xác định khi dầu và mỡ đã được lọc và làm khô.

TCVN 2640 : 2007

Trong trường hợp mẫu thử ở dạng rắn, thì chuyển mẫu thử đã được chuẩn bị theo TCVN 6128 : 2007 (ISO 661 : 2003) vào vật đựng mẫu thích hợp và đặt vào bình cách thuỷ (6.5), điều chỉnh nhiệt độ theo yêu cầu của phép đo. Để một thời gian đủ cho nhiệt độ của mẫu thử ổn định.

9 Cách tiến hành

CHÚ THÍCH: Nếu có yêu cầu kiểm tra độ lặp lại có đáp ứng được không thì tiến hành hai phép xác định riêng biệt theo 9.1 và 9.2.

9.1 Hiệu chuẩn thiết bị thử

Kiểm định và hiệu chuẩn khúc xạ kế (6.1) bằng cách đo chỉ số khúc xạ của tấm thuỷ tinh (6.3), theo hướng dẫn của nhà sản xuất hoặc đo chỉ số khúc xạ của etyl laurat (5.1).

9.2 Xác định

Đo chỉ số khúc xạ của máy thử tại một trong những nhiệt độ sau đây :

- a) 20 °C đối với dầu và mỡ ở trạng thái lỏng hoàn toàn tại nhiệt độ đó;
- b) 40 °C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 20 °C;
- c) 50 °C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 40 °C;
- d) 60 °C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 50 °C;
- e) 80 °C hoặc cao hơn đối với dầu và mỡ khác, ví dụ các mỡ ở trạng thái cứng hoàn toàn hoặc sáp.

Duy trì nhiệt độ lăng kính của khúc xạ kế ở giá trị không đổi đã được qui định bằng cách lưu thông nước trong bình cách thuỷ (6.4).

Dùng nhiệt kế có độ chính xác phù hợp để kiểm soát được nhiệt độ của nước chảy ra từ khúc xạ kế. Ngay trước khi đo, hạ thấp một phần lăng kính theo vị trí nằm ngang. Lau bề mặt của lăng kính bằng một miếng vải mềm và sau đó bằng một miếng bông đã được tẩm ướt bằng một vài giọt dung môi (5.2). Sau đó để khô.

Tiến hành đo theo hướng dẫn vận hành thiết bị. Đọc chỉ số khúc xạ với độ chính xác 0,0001 và được coi là chỉ số tuyệt đối, ghi lại nhiệt độ lăng kính của thiết bị.

Sau khi đo, lau ngay bề mặt lăng kính bằng một miếng vải mềm và sau đó bằng một miếng bông đã được tẩm ướt bằng vài giọt dung môi (5.2). Sau đó để khô.

Đo chỉ số khúc xạ trên hai lần. Kết quả là giá trị trung bình của ba lần đo và được coi là kết quả của phép thử.

10 Tính toán kết quả

Nếu chênh lệch giữa nhiệt độ đo t_1 và nhiệt độ chuẩn t nhỏ hơn 3 °C thì chỉ số khúc xạ n_D^t tại nhiệt độ qui chiếu t được tính theo công thức sau đây:

$$n_D^t = n_D^{t_1} + (t_1 - t)F$$

trong đó:

t_1 là nhiệt độ đo, tính bằng °C;

t là nhiệt độ chuẩn (xem 9.2), tính bằng °C;

F là hệ số bằng:

0,00035 tại nhiệt độ $t = 20$ °C;

0,00036 tại nhiệt độ $t = 40$ °C, $t = 50$ °C và $t = 60$ °C;

0,00037 tại nhiệt độ $t = 80$ °C hoặc cao hơn.

Nếu chênh lệch giữa nhiệt độ đo t_1 và nhiệt độ chuẩn t bằng hoặc lớn hơn 3 °C thì kết quả bị loại bỏ và tiến hành xác định lại.

Báo cáo kết quả làm tròn đến bốn chữ số thập phân.

11 Độ chụm

11.1 Thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được tổng kết trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ việc thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng đối với dải nồng độ và chất nền (matrix) ngoài phạm vi đã cho.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một nguyên liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác sử dụng cùng một thiết bị trong một thời gian ngắn không được vượt quá 5 % trường hợp lớn hơn giới hạn độ lặp lại r đưa ra trong Phụ lục A.

11.3 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 một nguyên liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau sử dụng các thiết bị khác nhau trong một thời gian ngắn không được vượt quá 5 % trường hợp lớn hơn giới hạn độ tái lập R đưa ra trong Phụ lục A.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận dạng mẫu đầy đủ;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- 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;
- kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(qui định)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một nghiên cứu cộng tác quốc gia Đức gồm chín phòng thử nghiệm đã thực hiện trên năm mẫu. Đánh giá thống kê phù hợp với TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1 : 1994) và TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2 : 1994) đưa ra dữ liệu về độ chụm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Tóm tắt kết quả thống kê

	Mẫu				
	Dầu hạt cải	Dầu hướng dương	Dầu lanh cải biến	Dầu thầu dầu cải biến	Dầu thầu dầu
Số phòng thử nghiệm tham gia	9	9	9	9	9
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	9	9	9	9
Số kết quả thử đơn của tất cả phòng thử nghiệm cho mỗi mẫu	45	45	45	45	45
Giá trị trung bình	1,473 24	1,4575 12	1,482 33	1,483 91	1,479 30
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,000 06	0,000 06	0,000 06	0,000 05	0,000 05
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,004	0,004	0,004	0,003	0,003
Giới hạn lặp lại r ($2,8 s_r$)	0,000 17	0,000 17	0,000 17	0,000 15	0,000 13
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,000 27	0,000 30	0,000 33	0,000 40	0,000 35
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,018	0,020	0,022	0,027	0,024
Giới hạn tái lập R ($2,8 s_R$)	0,000 75	0,000 84	0,000 94	0,001 12	0,000 98

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 : 994), 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.
