

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6120:2007

ISO 662:1998

Xuất bản lần 2

**DẦU MỠ ĐỘNG THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM
VÀ HÀM LƯỢNG CHẤT BAY HƠI**

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of moisture and volatile matter content*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6120:2007 thay thế TCVN 6120:1996;

TCVN 6120:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 662:1998;

TCVN 6120:2007 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 độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of moisture and volatile matter content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của dầu mỡ động vật và thực vật bằng cách sấy.

- phương pháp A: sử dụng bếp sấy bằng cát hoặc bếp đun;
- phương pháp B: sử dụng tủ sấy.

Phương pháp A áp dụng cho tất cả các loại dầu và mỡ.

Phương pháp B chỉ áp dụng cho các loại dầu và mỡ không sấy được và có chỉ số axit nhỏ hơn 4. Đối với dầu lauric không sử dụng được các phương pháp này.

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 Định nghĩa**3.1**

độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi (moisture and volatile matter content)

lượng mất đi của sản phẩm khi bị sấy nóng ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo các điều kiện qui định của tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Độ ẩm và chất bay hơi được tính bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Sấy nóng phần mẫu thử ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khi độ ẩm và chất bay hơi hoàn toàn được loại bỏ và xác định khối lượng mất đi.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001).

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

6 Chuẩn bị mẫu thử

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

7 Phương pháp A

7.1 Thiết bị, dụng cụ

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

7.1.1 Cân phân tích, chính xác đến 0,001 g.

7.1.2 Chén, bằng sứ hoặc thủy tinh, đường kính từ 80 mm đến 90 mm, sâu khoảng 30 mm và có đáy phẳng.

7.1.3 Nhiệt kế được chia độ, từ $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, dài khoảng 100 mm, có bầu thủy ngân chắc chắn và khoang dẫn nở được bao bên ngoài ở phần cuối nhiệt kế.

7.1.4 Bếp đun bằng cát hoặc bếp điện.

7.1.5 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm đặc hiệu.

7.2 Cách tiến hành

7.2.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 20 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g (điều 6) cho vào chén (7.1.2) đã được sấy khô trước và sau đó đem cân cùng với nhiệt kế (7.1.3).

7.2.2 Xác định

Làm nóng chén chứa phần mẫu thử (7.2.1) trên bếp đun bằng cát hoặc bếp điện (7.1.4) sao cho tốc độ tăng nhiệt độ khoảng $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ cho đến $90\text{ }^{\circ}\text{C}$, khuấy liên tục bằng nhiệt kế.

Giảm tốc độ làm nóng, chú ý tốc độ tăng nhiệt độ khi có bọt thoát ra từ đáy chén, và để nhiệt độ đạt đến $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Không được sấy quá $105\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tiếp tục khuấy, cạo vào đáy chén cho đến khi tất cả bọt khí vỡ tung hết thì thôi.

Để cho bay hơi hết, sấy lại ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ vài lần, làm nguội đến $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ giữa các lần làm nóng. Sau đó làm nguội cả chén và nhiệt kế trong bình hút ẩm (7.1.5) đến nhiệt độ phòng và đem cân chính xác đến 0,001 g. Lặp lại thao tác trên cho đến khi sự chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 2 mg.

7.2.3 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên hai phần mẫu thử lấy trên cùng một mẫu thử (điều 6).

8 Phương pháp B

8.1 Thiết bị, dụng cụ

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

8.1.1 Cân phân tích, chính xác đến 0,001 g.

8.1.2 Bình thủy tinh, đường kính khoảng 50 mm, cao 30 mm và có đáy phẳng.

8.1.3 Tủ sấy điện, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

8.1.4 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm đặc hiệu.

8.2 Cách tiến hành

8.2.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 5 g hoặc 10 g mẫu thử chính xác đến 0,001 g (điều 6) theo độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi dự kiến, cho vào bình (8.1.2), đã được sấy khô và cân trước.

8.2.2 Xác định

Để bình chứa phần mẫu thử (8.2.1) một giờ trong tủ sấy (8.1.3) ở nhiệt độ $103\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sau đó làm nguội trong bình hút ẩm (8.1.4) đến nhiệt độ phòng, đem cân chính xác đến 0,001 g. Lặp lại các thao tác trên, nhưng mỗi lần chỉ để 30 phút trong tủ sấy, cho đến khi lượng mất đi của hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau quá 2 mg hoặc 4 mg, tùy theo khối lượng của phần mẫu thử.

CHÚ THÍCH: Sự tăng khối lượng phần mẫu thử sau khi sấy lại do sự oxy hoá đã xảy ra của chất béo. Trong trường hợp này, kết quả được tính bằng cách lấy khối lượng nhỏ nhất hoặc tốt nhất sử dụng phương pháp A.

8.2.3 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên hai phần mẫu thử lấy trên cùng một mẫu thử (điều 6).

9 Biểu thị kết quả**9.1 Phương pháp tính**

Độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi, w , tính bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

trong đó

m_0 là khối lượng của chén và nhiệt kế (xem 7.2.1), hoặc bình thủy tinh (xem 8.2.1), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của chén, nhiệt kế và phần mẫu thử (xem 7.2.1), hoặc của bình thủy tinh và phần mẫu thử (xem 8.2.1) trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là phần khối lượng của chén, nhiệt kế và phần cặn lại (xem 7.2.2), hoặc của bình thủy tinh và phần còn lại (xem 8.2.2), sau khi sấy, tính bằng gam.

Kết quả là giá trị trung bình cộng của hai lần xác định với điều kiện độ lặp lại (xem 10.2) phải được thỏa mãn.

Báo cáo kết quả lấy đến số thập phân thứ hai.

10 Độ chụm**10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm**

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm được tổng kết trong phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này không áp dụng cho giải nồng độ và chất nền (matrix) ngoài phạm vi đã cho.

10.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng vật liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị trong cùng một thời gian ngắn, không quá 5 % trong trường hợp lớn hơn 0,03 g hàm lượng ẩm và chất bay hơi trên 100 g mẫu thử khi độ ẩm và chất bay hơi khoảng 0,3 %.

10.3 Độ tái lập

Sự 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, ở các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau và trên các thiết bị khác nhau, không vượt quá 5 % trường hợp lớn hơn 0,15 g độ ẩm và chất bay hơi trên 100 g mẫu thử khi độ ẩm và chất bay hơi khoảng 0,3 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu được sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử được sử dụng và việc viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết về thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tự chọn, các chi tiết bất kỳ có ảnh hưởng đến kết quả;
- các kết quả thử nhận 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

Kết quả được đưa ra trong bảng A.1 và A.2 là kết quả nhận được từ thử liên phòng thử nghiệm xác định độ ẩm và hàm lượng chất bay hơi của mỡ và dầu, do Liên đoàn Dầu, Hạt và Hiệp hội chất béo (FOSFA) tổ chức và được tiến hành phù hợp với ISO 5725¹⁾.

Bảng A.1 – Kết quả đạt được khi sử dụng phương pháp A (xem 7)

Thời gian	1993	1993	1992	1991	1991	1997	1998	
Loại dầu hoặc mỡ	Dầu hướng dương		Dầu cọ	Mỡ bò		Dầu dừa		Dầu cọ
	Mẫu			Mẫu		Mẫu		
	a	b	a	b	a	b		
Số phòng thử nghiệm được chấp nhận	27	27	33	17	17	21	21	27
Số kết quả nhận được	27	27	31	17	16	21	21	21
Giá trị trung bình, %	0,13	0,13	0,017	0,260	0,270	0,233	0,231	0,045
Độ lệch chuẩn lặp lại s_r , %	0,01	0,01	0,003	0,01	0,01	0,009	0,011	0,007
Hệ số biến thiên lặp lại, %	4,68	4,86	15,2	3,99	2,41	3,717	4,593	14,4
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , %	0,02	0,02	0,012	0,03	0,03	0,047	0,052	0,024
Hệ số biến thiên tái lập, %	15,5	13,3	66,6	12,7	11,7	20,35	22,37	51,4
Giới hạn độ lặp lại, r , ($2,8 s_r$), %	0,020	0,020	0,007	0,030	0,020	0,025	0,031	0,020
Giới hạn độ tái lập, R , ($2,8 s_R$) %	0,060	0,050	0,033	0,090	0,090	0,132	0,145	0,070

¹⁾ ISO 5725:1986 (hiện nay đã hủy) được sử dụng để đạt được độ chụm của dữ liệu.

Bảng A.2 – Kết quả đạt được khi sử dụng phương pháp B (xem điều 8)

Thời gian	1995	1995	1993	1993	1991	1991	1989
Loại dầu hoặc mỡ	Dầu đậu tương		Dầu hướng dương		Mỡ bò		Dầu cá
	Mẫu		Mẫu		Mẫu		
	a	b	a	b	a	b	
Số phòng thử nghiệm được chấp nhận	51	51	25	25	25	25	43
Số kết quả nhận được	51	51	25	25	24	25	39
Giá trị trung bình, %	0,040	0,094	0,130	0,130	0,250	0,250	0,090
Độ lệch chuẩn lặp lại s_r , %	0,004	0,005	0,01	0,01	0,01	0,01	0,006
Hệ số biến thiên lặp lại, %	10,00	5,32	5,24	4,06	3,97	3,25	6,43
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , %	0,16	0,02	0,03	0,03	0,04	0,04	0,03
Hệ số biến thiên tái lập, %	40,0	21,28	18,90	19,70	18,20	14,40	34,63
Giới hạn độ lặp lại, r , ($2,8 s_r$) %	0,012	0,013	0,020	0,010	0,030	0,020	0,020
Giới hạn độ tái lập, R , ($2,8 s_R$) %	0,046	0,056	0,070	0,070	0,110	0,100	0,090

Phụ lục B

(tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001), Dầu mỡ động vật và thực vật. Lấy mẫu.
- [2] ISO 5725:1986, Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for standard tests methods by inter-laboratory tests (hiện nay đã hủy).
- [3] 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.
- [4] 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.
-