

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định hàm lượng galat – Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử

Animal and vegetable fats and oils – Determination of gallates content – Molecular absorption spectrometric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử để xác định riêng rẽ hàm lượng các galat Propyl, octyl và dodexyl, được sử dụng làm chất chống oxi hoá trong dầu mỡ động vật và thực vật.

Khi có các chất chống oxi hoá khác có thể phát hiện và xác định được theo phương pháp qui định trong TCVN 6349 :1998 (ISO 5558), thì phải cẩn thận khi biểu thị kết quả, vì hàm lượng này có thể gây ảnh hưởng và làm cho giá trị của các galat nhận được cao hơn kết quả thực tế.

Chú thích - Điều đó có thể được chỉ ra như sau :

a) đối với hàm lượng của một trong 3 loại galat là 200 mg/kg, thì chất chống oxy hoá sau đây với hàm lượng tới 50mg/kg, cũng ảnh hưởng không đáng kể đến việc xác định galat propyl và octyl:

- ionox 100;
- – axit nordihydroguaiaretic (NDGA);
- -- tertibutylhydroquinon (TBHQ);
- – 2,4,5 - trihydroxybutyrophenon (THBP);

b) butylhydroxyanisol có thể là nguồn gây nhiễu. Nếu có sự gây nhiễu thì sẽ quan sát thấy sự dịch chuyển của pic tương ứng với độ hấp thụ cực đại.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6128 : 1996 (ISO 661: 1989) - Dầu mỡ động vật và thực vật - Chuẩn bị mẫu thử;

TCVN 2625 : 1999 (ISO 5555: 1991) - Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu;

TCVN 6349 : 1998 (ISO 5558: 1982) - Dầu mỡ động vật và thực vật - Phát hiện và nhận biết các chất chống oxi hoá - Phương pháp sắc ký lớp mỏng.

3 Nguyên tắc

Chiết từng loại galat từ phần mẫu thử bằng các dung môi thích hợp và xác định bằng cách đo quang phổ ở vùng cực tím theo thứ tự sau :

- galat propyl;
- galat octyl;
- galat dodexyl.

4 Thuốc thử

Các thuốc thử phải đạt chất lượng tinh khiết phân tích và nước được dùng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 n - hexan.

4.2 Amoni axetat, dung dịch 10 g/l.

4.3 Axetonitril, dung dịch 32% (V/ V), đạt chất lượng có độ truyền tối thiểu là 40% ở bước sóng 270 nm.

Cảnh báo - Axetonitril rất dễ cháy, và độc khi hít vào, tiếp xúc với da và khi ăn phải.

4.4 Axetonitrit, dung dịch 46% (V/ V), đạt chất lượng có độ truyền tối thiểu là 40% ở bước sóng 270 nm.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bình nón, dung tích 500 ml.

5.2 Phễu chiết, dung tích 500 ml.

5.3 Cốc, dung tích 150 ml.

5.4 Pipet, dung tích 100 ml hoặc ống đong hình trụ, dung tích 100 ml.

5.5 Phổ kế, có cuvet với chiều dài đường quang 10 mm, thích hợp với việc đo trong vùng tia cực tím.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu thí nghiệm theo TVCN 2625 : 1999 (ISO 5555 :1991).

7 Phát hiện

Theo TCVN 6349 :1998 (ISO 5558 :1982).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 :1996 (ISO 661 :1989).

8.2 Phần mẫu thử

Cân 20 g mẫu thử chính xác đến 0,1 g, cho vào bình nón (5.1).

8.3 Tiến hành xác định

Hoà tan phần mẫu thử trong 250 ml n-hexan (4.1) và rót toàn bộ dung dịch đó vào phễu chiết (5.2), rửa bình với một ít n-hexan.

Tiến hành chiết và xác định các galat theo thứ tự : galat propyl, galat octyl và galat dodexyl.

8.3.1 Xác định galat propyl

8.3.1.1 Tiến hành chiết

Dùng pipet hoặc ống đong hình trụ (5.4) thêm 100 ml dung dịch amoni axetat (4.2) vào phễu chiết.

Lắc, để yên cho các pha tách lớp, thu lấy pha nước vào cốc (5.3). Tiến hành chiết thêm một hoặc ít nhất hai lần đối với pha hexan, mỗi lần với 100 ml dung dịch amoni axetat (4.2) và cũng thu lấy từng phần dịch chiết vào các cốc riêng rẽ (5.3).

8.3.1.2 Tiến hành xác định

Đo độ hấp thụ tại các bước sóng 272 nm và 330 nm của mỗi dịch chiết trong cuvet với chiều dài đường quang 10 mm trên phổ kế (5.5), dùng dung dịch amoni axetat làm dung dịch đối chiếu. Tính toán sự chênh lệch giữa các giá trị của độ hấp thụ đã đo được. Gọi các kết quả này là A_1 , A_2 và A_3 nếu phù hợp.

Cần đảm bảo rằng đã chiết được toàn bộ galat propyl và không có các galat khác bị chiết lẫn vào bằng cách kiểm tra lại việc tính toán sự chênh lệch các giá trị của độ hấp thụ đã đo được tại các bước sóng 272 nm và 330 nm của lần chiết cuối cùng phải nhỏ hơn 0,05.

8.3.2 Xác định galat octyl

8.3.2.1 Tiến hành chiết

Sau khi chiết galat propyl, dùng pipet hoặc ống đong (5.4) cho thêm 100 ml dung dịch axetonitril 32% (V/V) (4.3) vào pha hexan trong phễu chiết.

Lắc, để tách pha và thu pha nước vào cốc (5.3). Tiến hành chiết thêm một hoặc ít nhất hai lần, mỗi lần với 100 ml dung dịch axetonitril 32% (V/V) (4.3) và thu lấy từng phần dịch chiết vào các cốc riêng rẽ (5.3).

8.3.2.2 Tiến hành xác định

Đo độ hấp thụ tại các bước sóng 272 nm và 330 nm của mỗi dịch chiết trong cuvet với chiều dài đường quang 10 mm trên phổ kế (5.5), dùng dung dịch axetonitril 32% (V/V) (4.3) làm dung dịch đối chiếu. Tính toán sự chênh lệch giữa các giá trị của độ hấp thụ đã đo được. Gọi các kết quả này là B_1 , B_2 và B_3 nếu phù hợp.

TCVN 6764 : 2000

Cần đảm bảo rằng đã chiết được toàn bộ galat octyl và không có các galat khác bị chiết lẫn vào bằng cách kiểm tra lại sự chênh lệch các giá trị của độ hấp thụ đã đo được tại các bước sóng 272 nm và 330 nm của lần chiết cuối cùng phải nhỏ hơn 0,05.

8.3.3 Xác định galat dodexyl

8.3.3.1 Tiến hành chiết

Sau khi chiết các galat propyl và octyl, dùng pipet hoặc ống đong (5.4) cho thêm 100 ml dung dịch axetonitrit 46% (V/V) (4.4) vào pha hexan trong phễu chiết.

Lắc nhẹ để tránh tạo huyền phù, để cho tách pha, và lấy pha nước cho vào cốc (5.3). Tiến hành chiết thêm một hoặc ít nhất hai lần, mỗi lần với 100 ml dung dịch axetonitrit 46% (V/V) (4.4) và thu lấy từng phần dịch chiết vào các cốc riêng rẽ (5.3).

8.3.3.2 Tiến hành xác định

Đo độ hấp thụ tại các bước sóng 272 nm và 330 nm của mỗi dịch chiết trong cuvet với chiều dài đường quang 10 mm trên phổ kế (5.5), dùng dung dịch axetonitrit 46% (V/V) (4.4) làm dung dịch đối chiếu. Tính toán sự chênh lệch giữa các giá trị của độ hấp thụ đã đo được. Gọi các kết quả này là C_1 , C_2 và C_3 nếu phù hợp.

Cần đảm bảo rằng đã chiết được toàn bộ galat dodexyl và không có các galat khác bị chiết lẫn vào bằng cách kiểm tra lại sự chênh lệch các giá trị của độ hấp thụ đã đo được tại các bước sóng 272 nm và 330nm của lần chiết cuối cùng phải nhỏ hơn 0,1.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Hàm lượng galat propyl được tính toán bằng miligam trên kilogam (ppm) của sản phẩm theo công thức :

$$\frac{(A_1 + A_2 + A_3) \times 10^6}{430 \times m}$$

trong đó

A_1 , A_2 và A_3 là các giá trị chênh lệch giữa các độ hấp thụ đo được ở bước sóng 272 nm và 330 nm của từng dịch chiết (xem 8.3.1.2) ;

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (8.2).

9.2 Hàm lượng galat octyl được tính toán bằng miligam trên kilogam (ppm) của sản phẩm theo công thức :

$$\frac{(B_1 + B_2 + B_3) \times 10^6}{370 \times m}$$

trong đó

B_1 , B_2 và B_3 là các giá trị chênh lệch giữa các độ hấp thụ đo được ở bước sóng 272 nm và 330 nm của từng dịch chiết (xem 8.3.2.2) ;

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (8.2).

9.3 Hàm lượng galat dodexyl được tính toán bằng miligam trên kilogam (ppm) của sản phẩm theo công thức :

$$\frac{(C_1 + C_2 + C_3) \times 10^6}{280 \times m}$$

trong đó

C_1 , C_2 và C_3 là các giá trị chênh lệch giữa các độ hấp thụ đo được ở bước sóng 272 nm và 330 nm của từng dịch chiết (xem 8.3.3.2);

m là khối lượng của phân mẫu thử, tính bằng gam (8.2).

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần phải nêu rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo kết quả cũng được đề cập đến một số các điều kiện thao tác khác không qui định trong tiêu chuẩn này cũng như một số các chi tiết có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả các thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ về mẫu thử.
