

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định độ giãn nở

Animal and vegetable fats and oils - Determination of dilatation

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ giãn nở của chất béo.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho dầu mỡ động vật và thực vật (gọi là các chất béo), không kể stearin dầu cọ, có điểm nóng chảy trên 0°C và dưới 60°C. Phương pháp này là theo kinh nghiệm và do đó bất kỳ sai khác nào so với các chi tiết thao tác quy định sẽ thay đổi kết quả thu được.

Qui trình đặc biệt được quy định cho việc ổn định bơ cocoa và các dạng chất béo khác

Chú thích 1 - Các chất béo chủ yếu gồm triglyxerit gốc 2- chưa bão hoà và 1, 3 - bão hoà biểu hiện đặc tính đa hình và cần phải ổn định theo phương thức đặc biệt trước khi xác định độ giãn nở. Tuy nhiên đối với các hoá chất thay thế bơ cacao được dựa trên các dẫn xuất của axit lauric, cho dù đã hiđro hoá hay chưa, có thể sử dụng phương pháp đối với chất béo dạng đơn (9.5.1). Trong báo cáo kết quả cũng phải nêu rõ chất béo đã được sử lý sơ bộ (theo 9.5.2) hay chưa.

Các chất béo rất giàu các gốc glyxerol 2-oleat, 1, 3-distearat như chất béo của mỡ, bơ kokum và nhóm chất béo allanblackia đôi khi không xác định được nếu bị giữ không khí lại; khi đó cần làm nóng dụng cụ đo độ giãn nở trước khi cho chất béo vào.

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) Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu.

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng định nghĩa sau đây:

Độ nở của chất béo : sự nở đẳng nhiệt do thay đổi trạng thái của chất béo từ rắn sang lỏng , mà trước đó chất béo đã được làm rắn lại trong các điều kiện được qui định cụ thể.

Độ nở của chất béo được biểu thị bằng mililit trên kilogam chất béo (hoặc microlit trên gam chất béo) và thể hiện sự chênh lệch giữa thể tích chất béo có thể chiếm giữ ở nhiệt độ được nói đến khi đã hoàn toàn ở trạng thái lỏng (đã được làm chậm đông) và thể tích thực của chất béo ở nhiệt độ này.

Chú thích 2 - Chú ý tránh sự nhầm lẫn với việc biểu thị độ giãn nở bằng microlit trên 25 g chất béo được sử dụng.

4 Nguyên tắc

Đo thể tích của chất béo đã biết khối lượng ở nhiệt độ 60°C và ở các nhiệt độ khác nhau dưới 60°C. Tính thể tích của chất béo ở dạng lỏng đã được làm chậm đông ở các nhiệt độ khác nhau theo yêu cầu từ thể tích đo được ở 60°C.

5 Thuốc thử

5.1 Dung dịch phủ bảo vệ, gồm nước cất đã đun sôi trong chân không và chất màu được dùng là dung dịch đỏ congo 10 g/l, metyl da cam, hoặc kali dicromat.

6 Thiết bị dụng cụ

Sử dụng các thiết bị và dụng cụ thông thường của phòng thí nghiệm và đặc biệt như sau:

6.1 Bình cầu đáy tròn, có dung tích 100 ml.

6.2 Buret, được chia độ theo 0,05 ml hoặc nhỏ hơn.

6.3 Dụng cụ đo độ giãn nở (xem hình 1).

Bầu của dụng cụ đo độ giãn nở có thể tích ($7 \pm 0,5$) ml, và phần được chia độ của ống mao dẫn có dung tích 900 μ l. Vạch zero (0) trên ống mao dẫn phải có mức ngang bằng với miệng cổ bầu của dụng cụ đo độ giãn nở. Nắp đây phải được nhồi đủ lượng chì (hoặc vật liệu thích hợp khác) để dụng cụ đo độ giãn nở không bị nổi trong nổi cách thủy.

Làm sạch dụng cụ đo độ giãn nở cẩn thận trước khi sử dụng. Dụng cụ này phải có thang chia độ đều đặn 2 μ l và có độ chính xác $\pm 0,25\%$, được tính theo 6.3.1 và 6.3.2 tương ứng.

6.3.1 Sự đồng đều của thang chia độ

Cho khoảng 250 μ l thủy ngân vào ống mao dẫn qua bầu của dụng cụ đo độ giãn nở (6.3). Đặt dụng cụ đo này ở tư thế nằm ngang trên hai khuôn gỗ và đặt một gương nhỏ dưới ống mao dẫn để tránh đọc nhầm do nhìn sai. Khi dụng cụ đo và thủy ngân đã đạt đến nhiệt độ phòng, đọc thể tích của thủy ngân trên thang chia độ. Nhẹ nhàng chuyển chỗ cột thủy ngân dọc theo ống mao dẫn và đọc lại thể tích thủy ngân trên thang chia độ. Lặp lại quy trình này ở các vị trí khác nhau trên cột mao dẫn.

Nếu sự khác nhau giữa các lần đọc vượt quá 2 μ l hoặc nếu chúng tăng đều hoặc giảm đều thì loại bỏ ống.

6.3.2 Độ chính xác của thang chia độ

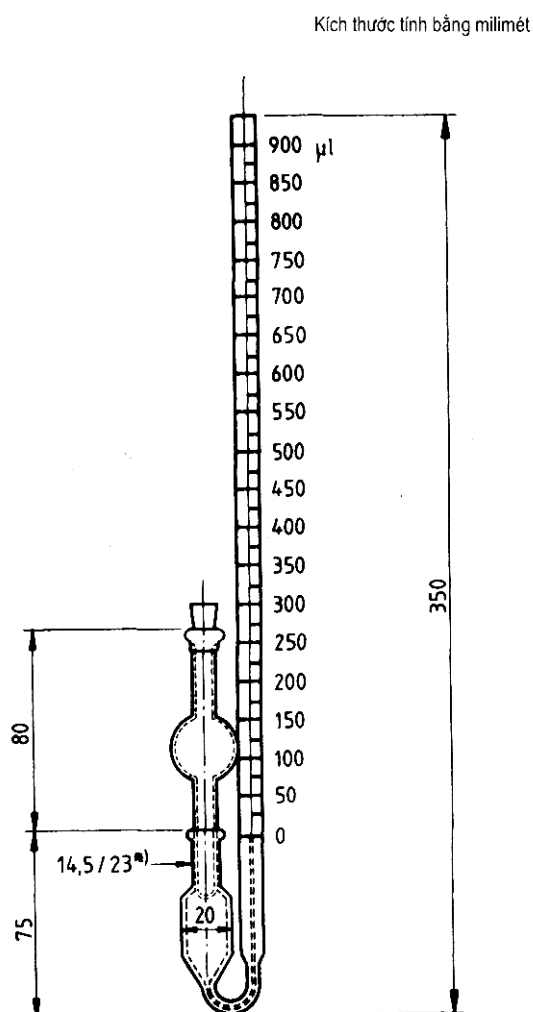
Ống mao dẫn đảm bảo phải rộng. Cho khoảng 750 μ l thủy ngân vào ống này qua bầu. Đặt dụng cụ đo độ giãn nở ở tư thế nằm ngang trên hai khuôn gỗ sát dọc theo nhiệt kế và đặt một gương nhỏ dưới ống mao dẫn.

Đọc thể tích của thủy ngân và ghi lại nhiệt độ. Nhẹ nhàng chuyển chỗ cột thủy ngân dọc theo ống mao dẫn

và đọc lại thể tích thủy ngân và ghi nhiệt độ. Lặp lại quá trình này vài lần. Rót thủy ngân ra từ cuối ống mao dẫn chia độ có dung tích 900 μl vào bình cầu đã được cân bì và cân.

Thể tích thủy ngân từ khối lượng của nó và tính tỷ khối ở nhiệt độ đo. Từ thể tích quan sát được trừ 1 μl để hiệu chỉnh thấu kính đọc, và so sánh thể tích quan sát được đã hiệu chỉnh với thể tích thực.

Loại bỏ dụng cụ đo độ giãn nở nếu thấy có sự chênh lệch 0,5 % hoặc lớn hơn.



*) Theo ISO 383 : 1976, Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Các ống tròn hình côn lắp lẫn được với nhau

Hình 1 - Dụng cụ đo độ giãn nở

6.4 Nồi cách thủy

6.4.1 Mỗi nồi cách thủy phải được trang bị :

- bộ ổn nhiệt, có thể duy trì nước ở bất kỳ nhiệt độ nào được chọn trong khoảng từ 10°C đến 60°C chính xác đến $\pm 0,1^\circ\text{C}$.
- bộ khuấy mạnh, và
- nhiệt kế (xem 6.6).

TCVN 6765 : 2000

6.4.2 Nồi cách thủy phải có đủ khả năng làm nóng để tăng nhiệt độ của nước, điều này phụ thuộc vào một hay hai nồi cách thủy sẽ được sử dụng trong phép xác định.

a) nếu sử dụng một nồi cách thủy, thì tốc độ tăng ít nhất là 1°C/phút;

b) nếu sử dụng hai nồi cách thủy, thì tăng 10°C trong vòng tối đa là 30 phút;

6.4.3 Các nồi cách thủy phải có khả năng tạo sự đồng đều nhiệt khoảng 0,05°C trong khắp nồi cách thủy.

Chú thích 3 - Hiệu quả khuấy và sai lệch nhiệt độ của nước ở vùng lân cận dụng cụ đo độ giãn nở có thể được kiểm tra bằng cách lồng một dụng cụ đo độ giãn nở được nhồi đầy chất béo dạng rắn (thí dụ, dầu cọ dạng rắn, có điểm nóng chảy từ 42°C đến 48°C) và gắn với một nhiệt kế.

Số đọc của nhiệt kế này không lệch quá 0,05°C so với nhiệt kế trong nồi cách thủy.

6.4.4 Các nồi cách thủy phải được gắn với một đồ giá để treo các dụng cụ đo độ giãn nở trong nồi cách thủy và có thể chỉnh được theo phương thẳng đứng và có thể chuyển từ nồi cách thủy này sang nồi khác một cách dễ dàng.

6.5 Bình lạnh ở 0° C

Nước đá tán vụn được dùng cho bình lạnh ở 0°C, bình phải có các lỗ thoát, mặt khác nước ở nhiệt độ trên 0°C sẽ được lấy ra từ đáy bình. Nước đá lạnh phải được lắc trộn và bao gói lại theo định kỳ, đặc biệt cho một số dụng cụ đo được làm lạnh từ 60°C đến 0°C trong cùng một bình. Nên duy trì nhiệt độ của đơn vị làm lạnh ở 0°C, nhưng cần phải nạp đầy bằng chất lỏng có điểm đóng băng dưới 0°C.

6.6 Nhiệt kế, được chia độ ở 0,05°C khắp suốt dải nhiệt độ cần đo và được hiệu chuẩn dựa vào nhiệt kế chuẩn.

6.7 Nồi cách thủy, chứa nước sôi.

7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 2625 : 1999 (ISO 5555).

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

9 Cách tiến hành

9.1 Các loại qui trình

Có ba quy trình sau:

a) dải ngắn thường : đo ở 20°C, 25°C, 30°C, 35°C và ở các khoảng 5°C tiếp theo cho đến 60°C nếu cần;

b) dải dài thường : đo ở 0°C, 10°C, 15°C, 20°C và 25°C ở các khoảng 5°C tiếp theo cho đến 60°C nếu cần;

c) phương pháp nhanh để kiểm tra tại nhà máy : đo ở 20°C và 30°C, và ở bất kỳ các nhiệt độ nào cao hơn

nếu cần;

9.2 Phần mẫu thử

Lấy từ 15ml đến 20ml mẫu thử (điều 8) cho vào bình cầu đáy tròn 100ml (6.1), thêm một ít chất trợ sôi (6.8), đun nóng đến nhiệt độ từ 80°C đến 100°C trong nồi cách thủy (6.7) và tạo chân không, lắc mạnh định kỳ cho đến khi đuổi hết bọt khí khỏi chất trợ sôi (có thể hết 10 phút). Bảo quản phần mẫu thử trong chân không ở 70°C cho đến khi cần (xem 9.3).

9.3 Làm đầy dụng cụ đo độ giãn nở

Chú ý không làm nóng ống mao dẫn do tay hoặc hơi thở.

Dùng buret (6.2) lấy 1,5 ml dung dịch phủ bảo vệ (5.1) cho vào dụng cụ đo độ giãn nở (6.3). Cân dụng cụ này cùng với nắp đậy chính xác đến 10 mg.

Làm đầy đến cổ bầu của dụng cụ đo độ giãn nở bằng phần mẫu thử đã được chuẩn bị (9.2), nếu cần, thực hiện sau khi đã làm ấm dụng cụ đo độ giãn nở để tránh chất béo bị đông đặc. Đậy nắp cẩn thận để tránh tạo bọt khí và đồng thời phủ chất bảo vệ trên ống mao dẫn. Khi chất bảo vệ trong ống mao dẫn dâng lên đến vạch từ 600µl đến 700 µl, dùng đầu ngón tay bịt kín ống mao dẫn. Sau đó đậy nắp và bỏ tay ra. Kiểm tra không khí đã được đuổi hết khi đậy nắp. Lau sạch mặt ngoài của bầu bằng dung môi, làm khô và cân lại dụng cụ đo độ giãn nở để xác định khối lượng của chất béo.

9.4 Thể tích của chất béo dạng lỏng

Ngâm dụng cụ đo độ giãn nở trong nồi cách thủy (6.4) đến điểm zero duy trì ở nhiệt độ (60°C ± 0,1°C). Quá 30 phút đọc mức dung dịch bảo vệ trong ống mao dẫn.

Chú thích 4 - Bộ phận khuếch đại buret làm tăng độ chính xác quá trình đọc kết quả.

9.5 Xác định

9.5.1 Tất cả các loại chất béo

Lấy dụng cụ đo độ giãn nở ra khỏi nồi cách thủy (6.4) và ngâm trong buồng lạnh ở 0°C đến vạch zero trong 90 phút.

Đối với chất béo không đa thể độ giãn nở D_0 ở yêu cầu ở 0°C, ghi lại mức vòng khum trong ống mao dẫn và tiến hành tiếp theo 9.6. Đối với các loại chất béo đa thể tiến hành tiếp theo 9.5.2.

9.5.2 Xác định tiếp theo đối với chất béo đa thể

Lấy dụng cụ đo độ giãn nở ra khỏi bình lạnh ở 0°C và ngâm đến vạch zero trong nồi cách thủy (6.4) đã được lấp bộ khuấy và được duy trì ở nhiệt độ (26°C ± 0,2°C) trong (40h ± 0,5 h). Trong suốt thời gian này ống mao dẫn phải được đậy kín để tránh làm bay hơi dung dịch bảo vệ.

Ngâm lại dụng cụ đo độ giãn nở đến vạch zero trong bình lạnh ở 0°C (6.5) trong 90 phút. Ghi lại mức vòng khum trong ống mao dẫn, nếu yêu cầu chỉ số D_0 .

TCVN 6765 : 2000

9.6 Đọc trên dụng cụ đo độ giãn nở

Nếu nhiệt độ của nồi cách thuỷ vượt quá nhiệt độ dự tính, thì không được hạ nhiệt độ nồi cách thuỷ (vì phần chất béo đã nóng chảy sẽ không đông kết lại) đo độ giãn nở của chất béo và ghi lại nhiệt độ này.

9.6.1 Lấy dụng cụ đo độ giãn nở ra khỏi bình lạnh ở 0°C và ngâm đến vạch zero trong nồi cách thuỷ (6.4) được duy trì ở nhiệt độ thấp nhất mà ở đó độ giãn nở được đo. Đọc mức ở vạch vòng khum 30 phút sau khi nồi cách thuỷ đã đạt được nhiệt độ đo cần thiết. Cứ sau 5 phút lặp lại phép đo này cho đến khi có được số đo không đổi.

Tương tự, lấy các số đo của mức vòng khum ở các nhiệt độ liên tục tăng, trong mỗi trường hợp sau khi nồi cách thuỷ đã đạt được nhiệt độ đo.

9.6.2 Lặp lại phép đo ở (60°C ± 0,1°C); giá trị này nên nằm trong khoảng 2µl lệch so với giá trị thu được trong 9.4. Chênh lệch lớn hơn 2µl có thể do rò rỉ trong dụng cụ đo độ giãn nở hoặc có không khí trong chất béo.

9.7 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định theo 9.3 đến 9.6 trên các phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

Độ nở D_t của chất béo ở nhiệt độ $t^\circ\text{C}$ được tính theo công thức:

$$D_t = \frac{A_{60} - A_t - W}{m} - V_t$$

trong đó

A_{60} là số đo ở 60°C, tính bằng microlit;

A_t là số đo ở $t^\circ\text{C}$, tính bằng microlit;

m là khối lượng của chất béo trong dụng cụ đo độ giãn nở, tính bằng gam;

V_t là độ giãn nở của dầu, tức là chênh lệch giữa các thể tích của 1 gam chất béo nóng chảy ở 60°C và của chất béo đó đã làm chậm đông ở $t^\circ\text{C}$ (xem bảng 2), tính bằng microlit;

W_t là việc hiệu chỉnh đối với dung dịch bảo vệ, tức là chỉnh sự giãn nở của dung dịch bảo vệ và thuỷ tinh giữa nhiệt độ 60°C và $t^\circ\text{C}$ (xem bảng 1), tính bằng microlit.

Ghi kết quả chính xác đến nửa đơn vị.

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định với điều kiện thoả mãn về độ lặp lại (xem điều 11). Mặt khác lặp lại các quy trình trong 9.2 đến 9.7 và lấy kết quả là số ở nằm giữa của 4 phép xác định; ghi điều này trong báo cáo kết quả.

Báo cáo mẫu về cách tính độ giãn nở được chỉ ra trong phụ lục A; việc sử dụng mẫu này là không bắt buộc, chỉ là khuyến khích.

Để tìm W_t đối với độ giãn nở của chất bảo vệ và thủy tinh ở các nhiệt độ khác nhau, tính bằng microlit và các mức vòng khum khác nhau quan sát được (từ điểm zero của ống mao dẫn đến mức nước trong nôi cách thủy), làm tròn số đọc của vị trí vòng khum nhân với 100 và đọc W_t từ bảng 1

Các giá trị của V_t đưa ra trogn bảng 2.

Bảng 1 - Hiệu chỉnh W_t theo nhiệt độ t

Nhiệt độ t	Hiệu chỉnh W_t , μl đối với mức vòng khum của									
$^{\circ}\text{C}$	0	100	200	300	400	500	600	700	800	900
0	24	22	20	18	16	14	12	11	9	7
10	22	21	19	17	15	14	12	11	9	7
15	21	20	18	16	15	13	12	10	8	7
20	20	18	17	15	14	12	11	9	8	6
25	18	17	16	14	13	11	10	9	7	6
30	17	15	14	13	12	10	9	8	6	5
35	15	13	12	11	10	9	8	7	6	5
40	12	11	10	9	9	8	7	6	5	4
45	10	9	8	7	7	6	5	5	4	3
50	7	6	6	5	5	4	4	3	3	2
55	3	3	3	3	2	2	2	2	1	1
60	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Bảng 2 - Các giá trị của V_t

Nhiệt độ t °C	V_t μl/g
0	50,6
10	42,4
15	38,3
20	34,1
25	29,9
30	25,7
35	21,5
40	17,2
45	13,0
50	8,6
55	4,3
60	0

Chú thích 5 - Việc hiệu chỉnh đối với sự giãn nở của thủy tinh, của dung dịch bảo vệ và của dầu như sau:

a) hiệu chỉnh thủy tinh

Đối với dụng cụ đo độ giãn nở có thể tích 7 ml, hiệu chỉnh thủy tinh dựa trên hệ số giãn nở tuyến tính của

$$33 \times 10^{-7} \text{cm}/^{\circ}\text{C} \times 10 \text{-là } 0,07 \mu\text{l}/^{\circ}\text{C}.$$

b) hiệu chỉnh độ giãn nở của nước và thủy tinh từ $t^{\circ}\text{C}$ đến 60°C

Công thức đưa ra sự biến đổi hệ số giãn nở của nước từ 0°C đến 60°C có tuyến tính. Dùng các giá trị đã biết trên 20°C và ngoại suy đến 0°C phù hợp với công thức:

$$E_t = (60 - t) \frac{2,3 + 0,09(60 + t)}{25}$$

Lượng này nhân với thể tích nước còn lại trong bầu ở từng nhiệt độ

$$1,5 - 0,001 \times \text{số đọc ở } t^{\circ}\text{C}$$

cho ra số hiệu chỉnh nước. Hiệu chỉnh thủy tinh trung bình, tức là $0,07(60 - t)$, đã được trừ cho các giá trị trong bảng 1.

c) hiệu chỉnh độ giãn nở của dầu

Số hiệu chỉnh độ giãn nở của dầu, V_t , tính bằng microlit trên gam theo công thức:

$$V_t = \frac{1}{25} \int_t^{60} (20,5 + 0,02t) dt$$

11 Độ lặp lại

Kết quả của hai phép xác định (xem 9.7) thực hiện liên tục hoặc đồng thời, do một người thực hiện không được vượt quá 1,6 $\mu\text{l/g}$ (giá trị tuyệt đối).

Chú thích 6 - Giá trị 1,6 $\mu\text{l/g}$ do Viện tiêu chuẩn Hà Lan cung cấp NEN 6317 : 1981, Onderzoekingsmethoden voor plantaardige en dierlijke olien en vetten. Bepaling van de dilatatie van vetten.

12 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải nêu rõ "phương pháp chung" (9.5.1 và 9.6) hay "phương pháp đa thể" (9.5.2 và 9.6) và "qui trình với phạm vi nhiệt độ rộng hẹp" hay "phương pháp nhanh để kiểm tra tại nhà máy" đã được sử dụng (vì các giai đoạn nhiệt độ ảnh hưởng đến giá trị giãn nở).

Báo cáo kết quả cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có ảnh hưởng tới kết quả.

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

Phụ lục A

(tham khảo)

Bản báo cáo mẫu về độ giãn nở

Báo cáo độ giãn nở

Mẫu :.....Ngày.....

Máy đo độ giãn nở số;.....

Quy trình : phương pháp chung/phương pháp đo chất béo đa thể *)

Khoảng nhiệt độ ; khoảng hẹp/khoảng rộng/phương pháp nhanh *)

Khối lượng của máy đo độ giãn nở với chất lỏng làm kín và dầu:.....g

Khối lượng của máy đo độ giãn nở với chất lỏng làm kín:.....g

Khối lượng chất béo, m:.....g

Nhiệt độ °C	A_t	A_{60}	$A_{60} - A_t$	$W_t^{(1)}$	$A_{60} - A_t - W_t$	$\frac{A_{60} - A_t - W_t}{m}$	$V_1^{(2)}$	D_t
60							0	
0							50,6	
10							42,4	
15							38,3	
20							34,1	
25							29,9	
30							25,7	
35							21,5	
40							17,2	
45							13,0	
50							8,6	
55							4,3	
60							0	

1) Xem bảng 1.

2) Xem bảng 2.

*) Gạch bỏ loại nào không áp dụng được