

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6125:2010

ISO 663:2007

DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT -

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TẠP CHẤT KHÔNG TAN

Animal and vegetable fats and oils -

Determination of insoluble impurities content

Lời nói đầu

TCVN 6125:2010 thay thế TCVN 6125:2007;

TCVN 6125:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 663:2007;

TCVN 6125:2010 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 HÀM LƯỢNG TẠP CHẤT KHÔNG TAN

Animal and vegetable fats and oils -

Determination of insoluble impurities content

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tạp chất không tan trong dầu mỡ động vật và thực vật.

Nếu không phải tính các chất xà phòng (các xà phòng canxi) hoặc các axit béo đã oxy hóa trong hàm lượng các tạp chất không tan thì cần sử dụng các dung môi và các quy trình khác. Trong trường hợp này các bên cần thỏa thuận với nhau.

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.

3. Thuật ngữ và định nghĩa

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

Hàm lượng tạp chất không tan (insoluble impurities content)

Lượng tạp chất và các chất ngoại lai khác không tan trong *n*-hexan hoặc dầu nhẹ thu được ở các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng được tính theo phần trăm khối lượng.

CHÚ THÍCH 2: Các tạp chất này bao gồm tạp chất cơ học, các chất khoáng, cacbohydrat, các hợp chất nitơ, các chất nhựa khác, xà phòng canxi, axit béo đã oxy hóa, lacton axit béo và xà phòng kiềm (một phần), axit hydroxy-béo và các glyxerit của chúng.

4. Nguyên tắc

Phần mẫu thử được xử lý với một lượng dư *n*-hexan hoặc dầu nhẹ, sau đó lọc dung dịch thu được. Rửa phễu lọc và cặn với cùng một loại dung môi, sấy khô ở nhiệt độ 103 °C và cân.

5. Thuốc thử

CẢNH BÁO - Chú ý về các quy định quốc gia về xử lý các chất độc hại. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân.

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

5.1. *n*-hexan, hoặc khi không có thì dùng dầu nhẹ có dải chưng cất trong khoảng 30°C đến 60°C và chỉ số brom nhỏ hơn 1.

Đối với dung môi, phần còn lại sau khi bay hơi hoàn toàn không được vượt quá 0,002 g/100 ml.

5.2. Kieselgur, đã tinh sạch, đã canxi hóa, hao hụt khối lượng sau khi nung ở nhiệt độ 900 °C nhỏ hơn 0,2% khối lượng.

6. Thiết bị, dụng cụ

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

6.1. Cân phân tích, có độ chính xác $\pm 0,001$ g.

6.2. Tủ sấy điện, có khả năng vận hành ở $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.3. Bình nón, dung tích 250 ml, có nút thủy tinh mài.

6.4. Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm có hiệu quả.

6.5. Giấy lọc không tro (hàm lượng tro tối đa 0,01 % khối lượng), giữ lại được 98% khối lượng của các hạt có kích thước lớn hơn $2,5\text{ }\mu\text{m}^1$ hoặc bộ lọc sợi thủy tinh tương đương, đường kính 120 mm có gắn bình thủy tinh hoặc kim loại (tốt nhất là bằng nhôm) hoặc bình thủy tinh có nút đậy kín.

Giấy lọc này dùng để thay thế cho bộ lọc (6.6) đối với tất cả các sản phẩm, trừ các dầu axit.

6.6. Phễu lọc, bằng thủy tinh, loại P16 (kích thước lỗ lọc 10 μm đến 16 μm), đường kính 40 mm, dung tích 50 ml, có gắn bình hút.

Được dùng để thay thế cho 6.5 đối với tất cả các loại sản phẩm kể cả dầu axit.

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 quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) *Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu*.

8. Chuẩn bị mẫu thử

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

9. Cách tiến hành

9.1. Phần mẫu thử

Cân khoảng 20 g mẫu thử (Điều 8), chính xác đến 0,01 g, cho vào bình nón (6.3).

9.2. Tiến hành xác định

¹⁾ Giấy lọc loại Whatman 42 (2,5 μm) hoặc giấy lọc sợi thủy tinh loại Whatman GF/D là những sản phẩm thích hợp có bán sẵn trên thị trường. Thông tin này được đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, còn ISO không ấn định phải sử dụng chúng.

9.2.1. Sấy giấy lọc và bình (6.5) cùng với nút đậy hoặc phễu lọc (6.6) trong tủ sấy (6.2) ở nhiệt độ 103 °C. Để nguội trong bình hút ẩm (6.4) và đem cân chính xác đến 0,001 g. Đối với các dầu axit, thì chuẩn bị phễu lọc theo 9.2.7 và tiếp tục theo 9.2.2.

9.2.2. Thêm 200 ml *n*-hexan hoặc dầu nhẹ (5.1) vào bình chứa phần mẫu thử (9.1). Đậy nắp bình và lắc.

Đối với dầu thầu dầu, thì có thể phải tăng lượng dung môi để dễ thao tác và nếu cần có thể sử dụng bình lớn hơn.

Để yên trong 30 min ở nhiệt độ 20 °C.

9.2.3. Lọc qua giấy lọc trên phễu thích hợp hoặc qua phễu lọc dùng bơm hút, nếu cần. Tráng rửa bình để đảm bảo rằng tất cả các tạp chất đã được rửa xuống phễu/bộ lọc.

Rửa giấy lọc hoặc phễu lọc bằng cách rót qua đó một lượng nhỏ dung môi như đã sử dụng ở 9.2.2 nhưng không nhiều hơn lượng cần thiết sao cho dịch lọc cuối cùng không chứa chất béo hoặc dầu. Làm nóng dung môi ở nhiệt độ tối đa là 60 °C để làm tan mỡ đặc đọng trên phễu lọc, nếu cần.

9.2.4. Nếu sử dụng giấy lọc, thì lấy giấy ra khỏi phễu và để vào bình. Cho bay hơi số dung môi còn lại trên giấy lọc trong không khí và làm bay hơi hoàn toàn trong tủ sấy ở nhiệt độ 103 °C. Lấy bình ra khỏi tủ, đậy nắp và để nguội trong bình hút ẩm (6.4), sau đó đem cân chính xác đến 0,001 g.

9.2.5. Nếu dùng phễu lọc, để phần lớn dung môi bay hơi trong tủ hút và làm bay hơi hoàn toàn trong tủ sấy ở nhiệt độ 103 °C. Lấy bình ra khỏi tủ hút, để nguội trong bình hút ẩm (6.4) và cân chính xác đến 0,001 g.

9.2.6. Nếu muốn xác định hàm lượng tạp chất hữu cơ thì sử dụng giấy lọc không tro đã được sấy khô và cân trước. Trong trường hợp này, giấy lọc chứa các chất không tan phải được đốt cháy và khối lượng của tro thu được trừ đi khối lượng tạp chất không tan.

Hàm lượng tạp chất hữu cơ được biểu thị bằng phần trăm khối lượng và được tính toán bằng cách nhân chênh lệch khối lượng này với 100/ m_0 , trong đó m_0 là khối lượng phần mẫu thử tính bằng gam.

9.2.7. Nếu phân tích dầu axit, thì phủ lên phễu lọc thủy tinh thuốc thử Kieselgur (5.2) như sau: Chuẩn bị một chất hồ gồm 2 g Kieselgur và khoảng 30 ml dầu nhẹ (5.1) trong cốc thủy tinh dung tích 100 ml. Rót hỗn hợp này vào phễu lọc dưới áp suất giảm để thu được một lớp Kieselgur trên phễu lọc thủy tinh.

Sấy phễu lọc đã được chuẩn bị trong tủ sấy (6.2) một giờ ở nhiệt độ 103 °C. Sau đó làm nguội trong bình hút ẩm (6.4) và cân chính xác đến 0,001 g.

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu thử (Điều 8).

10. Biểu thị kết quả

Hàm lượng tạp chất không tan, w , tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

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

Trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của bình, nút bình và giấy lọc, hoặc phễu lọc (xem 9.2.1), tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng của bình, nút bình và giấy lọc gồm cả phần cặn khô (xem 9.2.4), hoặc phễu lọc và cặn khô (xem 9.2.5), tính bằng gam (g).

Kết quả lấy đến hai chữ số thập phân.

11. Độ chụm

11.1. Thử liên phòng thử nghiệm

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

11.2. 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 phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một loại thiết bị, trong khoảng một thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn lặp lại, r , nêu trong Bảng A.1.

11.3. 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 quá 5 % trường hợp lớn hơn giá trị giới hạn tái lập, R , nêu trong Bảng A.1.

12. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết mẫu đầy đủ;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) dung môi đã sử dụng;
- e) 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;
- f) 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

(Tham khảo)

KẾT QUẢ THỬ LIÊN PHÒNG THỬ NGHIỆM

Phép thử liên phòng thử nghiệm để xác định tạp chất không tan trong dầu cọ, dầu cọ thô và dầu hạt cọ do FOSFA tổ chức và tiến hành theo TCVN 6910-2 (ISO 5725).

Các kết quả được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 - Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm trên các loại dầu khác nhau

Mẫu	Olien dầu cọ đã khử mùi và tẩy màu	Dầu cọ đã khử mùi và tẩy màu	Dầu nhân cọ thô	Olein cọ thô	Dầu cá thô	Dầu cọ thô
Số phòng thử nghiệm tham gia	16	35	41	27	41	12
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	16	31	33	26	35	11
Số lượng các kết quả thử riêng lẻ trên từng mẫu của tất cả các phòng thử nghiệm	16	93	66	52	70	22
Giá trị trung bình, %	0,004	0,008	0,012	0,016	0,021	0,025
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,003	0,003	0,003	0,005	0,004	0,004
Hệ số biến thiên lặp lại, %	57,1	41,1	22,4	30,5	20,4	14,8
Giới hạn lặp lại, r , ($s_r \times 2,8$)	0,007	0,009	0,008	0,013	0,012	0,010
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,005	0,010	0,010	0,009	0,009	0,013
Hệ số biến thiên tái lập, %	116,6	119,6	81,2	58,4	39,8	52,3
Giới hạn tái lập, R , ($s_R \times 2,8$)	0,014	0,027	0,028	0,026	0,024	0,037

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 5725-1:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc chung và định nghĩa.*
- [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.*