

XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ XÀ PHÒNG HÓA TRONG DẦU MỖ ĐỘNG THỰC VẬT BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ (DETERMINATION OF SAPONIFICATION VALUE IN OILS AND FATS BY TITRATION METHOD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.126 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 2/5
--	--------------------------------	--

A. GIỚI THIỆU

I. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chỉ số xà phòng hóa trong dầu mỡ động thực vật.

II. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: AOCS Cd3-25

III. Nguyên tắc

Mẫu được xà phòng hóa bằng KOH trong etanol. Lượng KOH dư sẽ được chuẩn độ bằng HCl.

IV. An toàn Phòng thử nghiệm

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Các hóa chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ

- Cân phân tích 0 – 200g, độ chính xác 0,0001 mg
- Buret 250ml
- Pipet các loại,
- Bình cầu 100ml.
- Bếp đun bình cầu, ống hoàn lưu.

II. Hóa chất và dung dịch hóa chất

1. Hóa chất

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.126 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 3/5
--	--------------------------------	--

- KOH tinh khiết phân tích.
- Ethanol tinh khiết phân tích ($\geq 99\%$)
- HCl tinh khiết phân tích.
- Phenolphthalein tinh khiết phân tích.
- Nước cất 02 lần

2. Dung dịch hóa chất

Tất cả các dung dịch hóa chất phải được pha bằng nước cất 02 lần.

- Dung dịch KOH: Cân khoảng 10g KOH hòa tan trong 1L ethanol 95%, sau đó chưng cất dung dịch này, bỏ vài ml đầu. Hòa tan 40g KOH trong 1L ethanol vừa chưng cất.
- Dung môi etanol: nhỏ vài giọt phenolphthalein vào etanol và trung hòa bằng KOH tới khi xuất hiện màu hồng bền trong 30s.
- HCl 0.5M: hút 4.16ml HCl đđ trong 90ml nước cất và định mức tới vạch 100ml dung dịch.
- Phenolphthalein 1%: hòa tan 1g phenolphthalein trong 100ml cồn.

III. Quy trình thử nghiệm

- Làm tan chảy mẫu nếu mẫu không tồn tại ở dạng lỏng, sau đó lọc mẫu qua giấy lọc để loại bỏ nước (quá trình lọc phải được thực hiện trong 5 phút \pm 30 giây, có thể lọc bằng áp suất kém) để đảm bảo mẫu phải hoàn toàn khô. Làm nguội mẫu, tiến hành cân khoảng 4-5g vào bình cầu 100ml, thêm 25ml dung dịch KOH, sau đó đun hoàn lưu (đun sôi nhẹ) đến khi xà phòng hóa hoàn toàn (thường khoảng 1h) làm nguội dung dịch, dùng nước cất tráng rửa thành bình, thêm vài giọt phenolphthalein và chuẩn độ bằng HCl 0.5N cho tới khi mất màu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.126 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 4/5
--	--------------------------------	--

- Tiến hành làm mẫu trắng song song.

Lưu ý: tất cả dụng cụ đều phải được tráng rửa sạch hoàn toàn và khô, tiến hành phân tích trong tủ hút.

C. TÍNH KẾT QUẢ

Chỉ số xà phòng hóa trong mẫu được tính như sau:

$$\text{Saponification value (mgKOH/g)} = \frac{(V_0 - V) * M * 56.1}{m}$$

Trong đó : V_0 : thể tích chuẩn độ mẫu trắng (ml)

V: thể tích chuẩn độ mẫu (ml)

M: nồng độ chính xác HCl chuẩn độ (N)

m : khối lượng mẫu (g).

D. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 10 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá giới hạn cho phép theo phụ lục f AOAC

Nồng độ	RSD, %
100%	1.3
10%	1.9
1%	2.7
0.10%	3.7
100ppm	5.3
10ppm	7.3
1ppm	11
100ppb	15
10ppb	21
1ppb	30

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.126 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/9/2017 Trang: 5/5
--	--------------------------------	--

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b và BM.15.06, bao gồm:

- Mã số mẫu, ngày phân tích,...
- Khối lượng cân của mẫu thử nghiệm.
- Các số liệu liên quan A, B, M, C...
- Những ghi nhận hay thay đổi khác (nếu có).