

[illegible]

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN. 308 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 13/09/2018 Trang: 2/5</p>
---	-----------------------------------	--

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng

- Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số khúc xạ của tinh dầu, hương tổng hợp và dầu mỡ động vật, thực vật.

II. Tài liệu tham khảo:

- ✓ TCVN 8445:2010 : Tinh dầu - Xác định chỉ số khúc xạ
- ✓ TCVN 2640:2007 : Dầu mỡ động thực vật - Xác định chỉ số khúc xạ

III. Nguyên tắc

- Đo chỉ số khúc xạ của mẫu ở dạng lỏng tại nhiệt độ quy định bằng khúc xạ kế.

IV. Thông tin an toàn phòng thí 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 hoá 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 phân tích

1. Thiết bị cơ bản

- Máy đo khúc xạ cho phép đọc trực tiếp các chỉ số khúc xạ từ 1,3330 đến 1,5318 có độ chính xác $\pm 0,0002$.

II. Hóa chất và chất chuẩn

- ❖ **Chất chuẩn:** *p*-Cymen, nước cất

II. Thực hiện QA/QC

- Kiểm tra máy đo khúc xạ bằng cách đo chỉ số khúc xạ của chuẩn: nước cất có chỉ số khúc xạ là 1.3330 nD và *p*-Cymen có chỉ số khúc xạ là 1.4906 nD tại 20°C

IV. Xử lý mẫu

1. Chuẩn bị mẫu

- Mẫu được bảo quản nơi thoáng mát tránh ánh sáng và nhiệt độ cao. Đưa mẫu thử về nhiệt độ cần đo.

2. Điều chỉnh máy đo khúc xạ

- ✓ Đảm bảo rằng máy đo khúc xạ được duy trì ở nhiệt độ đọc kết quả.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN. 308 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 13/09/2018 Trang: 3/5</p>
---	-----------------------------------	--

- ✓ Nhiệt độ này không được sai khác với nhiệt độ chuẩn quá $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ trong suốt quá trình thử nghiệm.
- ✓ Nhiệt độ chuẩn là 20°C , ngoại trừ các tinh dầu khi ở nhiệt độ này không ở trạng thái lỏng thì sử dụng nhiệt độ là 25°C hoặc 30°C tùy thuộc vào điểm nóng chảy của các loại tinh dầu hay theo yêu cầu của khách hàng.
- ✓ Đo chỉ số khúc xạ của dầu mỡ động thực vật tại một trong những nhiệt độ sau đây:
 - 20°C đối với dầu và mỡ ở trạng thái lỏng hoàn toàn tại nhiệt độ đó.
 - 40°C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 20°C ;
 - 50°C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 40°C ;
 - 60°C đối với dầu và mỡ đã nóng chảy hoàn toàn tại nhiệt độ đó, nhưng không tại nhiệt độ 50°C ;
 - 80°C hoặc cao hơn đối với dầu và mỡ khác, ví dụ các mỡ ở trạng thái cứng hoàn toàn hoặc sáp.

3. Phép xác định

Đặt mẫu thử đã được chuẩn bị vào máy đo khúc xạ. Đợi cho đến khi nhiệt độ ổn định và thực hiện các phép đo.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

Đo chỉ số khúc xạ trên hai lần. Kết quả là giá trị trung bình của ba lần đo và được coi là kết quả của phép thử. Biểu diễn kết quả đến 4 chữ số thập phân

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

1. Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một nguyên liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác sử dụng cùng một thiết bị trong một thời gian ngắn không được vượt quá 5 % trường hợp lớn hơn giới hạn độ lặp lại r đưa ra trong Phụ lục A.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 308 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 13/09/2018 Trang: 4/5
--	----------------------------	--

2. Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một nguyên liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau sử dụng các thiết bị khác nhau trong một thời gian ngắn không được vượt quá 5 % trường hợp lớn hơn giới hạn độ tái lập R đưa ra trong Phụ lục A.

Phụ lục A (quy định)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một nghiên cứu cộng tác quốc gia Đức gồm chín phòng thử nghiệm đã thực hiện trên năm mẫu. Đánh giá thống kê phù hợp với TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994) và TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) đưa ra dữ liệu về độ chụm được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 - Tóm tắt kết quả thống kê

	Mẫu				
	Dầu hạt cải	Dầu hướng dương	Dầu lanh cải biến	Dầu thầu dầu cải biến	Dầu thầu dầu
Số phòng thử nghiệm tham gia	9	9	9	9	9
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	9	9	9	9
Số kết quả thử đơn của tất cả phòng thử nghiệm cho mỗi mẫu	45	45	45	45	45
Giá trị trung bình	1,473 24	1,4575 12	1,482 33	1,483 91	1,479 30
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,000 06	0,000 06	0,000 06	0,000 05	0,000 05

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 308 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 13/09/2018 Trang: 5/5
--	----------------------------	--

Hệ số biến thiên lặp lại,%	0,004	0,004	0,004	0,003	0,003
Giới hạn lặp lại r (2,8 s_r)	0,000 17	0,000 17	0,000 17	0,000 15	0,000 13
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,000 27	0,000 30	0,000 33	0,000 40	0,000 35
Hệ số biến thiên tái lập,%	0,018	0,020	0,022	0,027	0,024
Giới hạn tái lập R (2,8 s_R)	0,000 75	0,000 84	0,000 94	0,001 12	0,000 98

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM 15.04b và BM 15.06