HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.283 Lần ban hành:01 Ngày ban hành: 15/6/2018

Trang: **1/5**

DẦU MỚ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ AXIT

Animal and vegetable fats and oils – Detemination of acid value

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

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi	

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.283 Lần ban hành:01

Ngày ban hành: 15/6/2018

Trang: **2**/**5**

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này quy định phương pháp để xác định độ axit trong dầu mỡ động vật và thực vật, sau đây được gọi là chất béo. Để thuận tiện, độ axit được biểu thị theo trị số axit hoặc cách khác, theo độ axit được tính theo quy ước.
- Tiêu chuẩn này áp dụng cho dầu mỡ động thực vật dạng thô và tinh luyện, các axit béo gốc xà phòng hoặc axit béo kỹ thuật. Các phương pháp này không áp dụng cho các loại sáp.
- Vì các phương pháp này hoàn toàn không đặc trưng nên không áp dụng chúng để phân biệt giữa các axit vô cơ, axit béo tự do và các loại axit hữu cơ khác. Do đó, trị số axit cũng gồm cả axit vô cơ có thể có mặt.

II. Tài liệu tham khảo.

Phương pháp này dưa trên: TCVN 6127:2010

III. Nguyên tắc.

• Mẫu thử được hòa tan trong hỗn hợp dung môi thích hợp và các axit có mặt được chuẩn đô bằng dung dịch kali hoặc natri hydroxit trong etanol hoặc trong metanol.

VI. 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 nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

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

- MicroBuret, dung tích 5 ml, được chia vạch đến 0,02 ml.
- Buret, dung tích 25 ml, được chia vạch đến 0,05 ml.
- Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 0,001 g.
- Bình đinh mức, dung tích 1000 ml.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

<u>CẢNH BÁO</u> – 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, trừ khi có quy định khác.

- Dung môi A dùng cho hỗn hợp dung môi: etanol, φ ≈ 96 % thể tích.
 Có thể sử dụng propan-2-ol φ ≈ 99 % thể tích để thay thế cho etanol.
- Dung môi B dùng cho hỗn hợp dung môi: dietyl ete, không chứa peroxit.
 Có thể sử dụng *ter*-butyl metyl ete, dầu nhẹ (dải sôi từ 40°C đến 60°C) hoặc toluen để thay thế cho dietyl ete.

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.283 Lần ban hành:01

Ngày ban hành: 15/6/2018

Trang: **3**/**5**

<u>CẢNH BÁO</u> – Dietyl ete rất để cháy và có thể tạo thành các peroxit gây nổ. Hết sức cấn

thận khi sử dụng.

 Hỗn hợp dung môi, trộn các thể tích bằng nhau của các dung môi A và dung môi B (ví du

 $\phi A = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml và } \phi B = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$).

Đối với các chất béo động vật hoặc chất béo dạng rắn, thì khuyến cáo sử dụng hỗn hợp gồm một phần thể tích dung môi A (ví dụ: 25 ml) và ba thể tích *ter*-butyl metyl ete hoặc toluen (ví dụ: 75ml).

Ngay trước khi sử dụng, trung hòa bằng cách thêm dung dịch NaOH hoặc KOH với sự có mặt của 0,3ml dung dịch phenolphtalein đối với 100 ml hỗn hợp dung môi. Có thể sử dụng dung môi propan-2-ol để chuẩn độ với dung dịch KOH.

- Etanol hoặc metanol, tối thiểu φ = 95 % thể tích.
- Natri hydroxit hoặc kali hydroxit, dung dịch chuẩn trong metanol hoặc etanol có nồng đô

chất c(NaOH) hoặc c(KOH) = 0.01 mol/l và 0,1 mol/l. Nồng độ phải được kiểm tra bằng dung dịch chuẩn $H_2C_2O_4$ với nồng độ tương ứng .

<u>CHÚ THÍCH:</u> Dung dịch natri hydroxit hoặc kali hydroxit trong metanol hoặc etanol có thể được thay bằng dung dịch natri hydroxit hoặc kali hydroxit, chỉ khi lượng nước đưa vào không làm tách pha.

- Phenolphtalein, dung dịch trong etanol, nồng độ khối lượng p = 1 g/100 ml.
- Thymolphtalein, dung dịch trong etanol, nồng độ khối lượng p = 2 g/100 ml.
- Alkali blue, dung dịch trong etanol, nồng độ khối lượng p = 2 g/100 ml.
 Đối với các chất béo có màu đậm, thì phải sử dụng alkali blue hoặc thymolphtalein.
- Nước, phù hợp với loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696).

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất:
- ➤ Mẫu lặp

VI. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

• Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 (ISO 661), trừ khi mẫu thử chứa các axit béo bay hơi thì mẫu thử không được làm nóng và không lọc..

2. Thực hiện phân tích:

Phương pháp dung môi lạnh sử dụng chất chỉ thị (Phương pháp chuẩn)

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.283 Lần ban hành:01

Ngày ban hành: 15/6/2018

Trang: **4**/**5**

Tùy thuộc vào trị số axit dự kiến, chọn khối lượng phần mẫu thử và nồng độ kiềm theo, theo bảng 1 dưới đây.

Bảng 1: Khối lượng của phần mẫu thử và nồng độ của dung dịch kiềm

Nhóm sản phẩm (các ví dụ)	Trị số axit xấp xỉ	Khối lượng phần mẫu thử	Nồng độ KOH
		g	mol/l
Dầu thực vật tinh luyện Mỡ động vật	từ 0 đến 1	20	0,1
Dầu thực vật khô	từ 1 đến 4	10	0,1
Mỡ động vật loại kỹ thuật	từ 4 đến 15	2,5	0,1
Axit béo gốc xà phòng	từ 15 đến 75	0,5	0,1
Axit bed got xa priorig	tu 13 deli 73	3,0	0,5
Axit béo kỹ thuật	> 75	0,2	0,1
ANI DEO NY ITIGAL	773	1,0	0,5

Cân phần mẫu thử cho vào bình nón 250 ml.

Thêm từ 50 ml đến 100 ml hỗn hợp dung môi đã trung hòa và hòa tan phần mẫu thử bằng cách làm nóng nhẹ, nếu cần.

Đối với các mẫu có điểm tan chảy cao, thì sử dụng hỗn hợp etanol-toluen.

Sau khi thêm chất chỉ thị chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn kali hydroxit hoặc NaOH trong khi xoay bình liên tục. Việc chuẩn độ được coi là kết thúc khi thêm một giọt kiềm sẽ tạo ra màu nhẹ nhưng việc đổi màu ổn định trong ít nhất 15 s.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

1. Trị số axit, W_{AV}, mgKOH/g được tính theo công thức sau:

$$W_{AV} = \frac{56, 1 \times c \times V}{m}$$

Trong đó

c là nồng độ của dung dịch chuẩn natri hydroxit hoặc kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mol trên lít (mol/l);

V là thể tích của dung dịch chuẩn natri hydroxit hoặc kali hydroxit đã sử dụng, tính bằng mililit (ml);

m là khối lương phần mẫu thử, tính bằng gam (g)..

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

1. Độ lặp lại

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.283 Lần ban hành:01

Ngày ban hành: 15/6/2018

Trang: **5**/**5**

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng lẻ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một

phương pháp, trên cùng vật liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người thao

tác, trên cùng một thiết bị trong cùng một thời gian ngắn, không quá 5% trường hợp lớn hơn các

giá trị nêu trong Bảng A.1

2. Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng 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 các giá trị nêu trong Bảng A.1

Bảng A.1 – Tổng hợp các kết quả thống kê (trị số axit tính theo mg KOH/g chất béo)

Bang A.1 – Tong nợp các kết quá thông kế (trị số axit tinh theo mg KOH/g chất beo)						
Mẫu	Dầu hạt cải tinh luyện	Mő	Dầu hạt hướng dương thô	Dầu oliu nguyên chất Lampante	Dầu mầm lúa mì ép lạnh	Axit béo kỹ thuật
Số phòng thử nghiệm tham gia, N	26	26	26	26	26	26
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trử ngoại lệ, <i>n</i>	25	24	26	24	23	24
Số lượng kết quả riêng rẽ của tất cả các phòng thử nghiệm trên từng mẫu, n	50	48	52	48	46	48
Giá trị trung bình, <i>W</i> A∨, mg/g³	0,080	0,381	1,39	5,48	7,48	128,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s _{r.} mg/g³	0,003	0,006	0,04	0,07	0,08	0,6
Hệ số biến thiên lặp lại, C∨(r), %	3,6	1,7	2,6	1,2	1,1	0,4
Giới hạn lặp lại, r (s _r x 2,8), mg/g ^a	0,008	0,018	0,10	0,19	0,23	1,6
Độ lệch chuẩn tái lập, s _R , mg/g³	0,018	0,019	0,05	0,15	0,40	2,6
Hệ số biến thiên tái lập, CV(R), %	22,2	5,0	3,6	2,7	5,3	2,1
Giới hạn tái lập, R (s _R x 2,8), mg/g ^a	0,049	0,053	0,14	0,41	1,12	7,4
Dữ liệu độ chụm về độ axit theo phần trăm của các axit béo có thể tính được bằng cách chia						

các giá trị trị số axit tương ứng cho 1,99.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04b
 - BM.15.06