

### ***Determination of insoluble impurities content***

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

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.292 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------------	--

## A. TỔNG QUAN

### I. 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

### II. Tài liệu tham khảo.

- Phương pháp này dựa trên: TCVN 6125:2010

### III. 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.

### 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
- 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.

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

- **Cân phân tích**, có độ chính xác  $\pm 0,001$  g.
- **Tủ sấy điện**, có khả năng vận hành ở  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- **Bình nón**, dung tích 250 ml,
- **Bình hút ẩm**, có chứa chất hút ẩm có hiệu quả
- **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  $2,5\text{ }\mu\text{m}$ ) 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.
- **Bộ lọc chân không**.
- **Chén sứ**

### II. Hoá chất và chất chuẩn.

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.292 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	--

- ***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.

### 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.

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

#### 2. Thực hiện phân tích:

Cân khoảng 20 g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g, cho vào bình nón.

##### a. Tiến hành xác định

- Sấy giấy lọc và chén sứ trong tủ sấy ở nhiệt độ 103 °C. Để nguội trong bình hút ẩm và đem cân chính xác đến 0,001 g.
- Thêm 200 ml *n*-hexan hoặc dầu nhẹ vào bình chứa phần mẫu thử. 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 phút ở nhiệt độ 20 °C.
- Lọc qua giấy lọc trên phễu lọc chân không. 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 trên 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.
- Nếu sử dụng giấy lọc, thì lấy giấy ra khỏi phễu và để vào chén. 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, sau đó đem cân chính xác đến 0,001 g.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.292 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 4/5
---	----------------------------------	--

- 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 sấy, để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g.
- 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.

- Tiến hành hai phép xác định trên cùng một phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu thử:

### C. TÍNH TOÁN 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, tính bằng gam (g);

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

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

Kết quả lấy đến hai chữ số thập phân.

### D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

#### 1. 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.

#### 2. Độ tái lập

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.292 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 5/5
---	----------------------------------	--

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.

**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

#### E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

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