

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6122 : 1996

~~ISO 3961 : 1989~~

**DAU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ IỐT**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6122 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 3961 : 1989;

TCVN 6122 : 1996 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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, Công nghệ và Môi
trường ban hành.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định chỉ số iốt

Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định chỉ số iốt của dầu mỡ động vật và thực vật.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6128 : 1996 (ISO 661 : 1989) Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử;

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử;

ISO 5555:1991 Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.

3 Định nghĩa

Áp dụng các định nghĩa sau đây cho mục đích của tiêu chuẩn này :

Chỉ số iốt : Khối lượng iốt do mẫu thử hấp thụ dưới các điều kiện thao tác đã được qui định trong tiêu chuẩn này.

Chỉ số iốt được biểu thị bằng gam iốt trên 100 g mẫu thử.

4 Nguyên tắc

Hoà tan lượng mẫu thử trong dung môi và cho thêm thuốc thử Wijs. Sau một thời gian xác định cho thêm dung dịch kali iodua và nước, chuẩn độ iốt đã được giải phóng với dung dịch natri tiosunphat.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử đều là loại hoá chất tinh khiết phân tích.

5.1 Nước, theo TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987), hạng 3.

5.2 Kali iodua, 100 g/l dung dịch, không có iot hoá hoặc iot tự do.

5.3 Dung dịch tinh bột

Trộn 5 g tinh bột hoà tan trong 30 ml nước, cho thêm vào dung dịch này 1000 ml nước sôi, đun sôi trong 3 phút và sau đó làm nguội.

5.4 Natri tiosunfat, dung dịch chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$, để không quá 7 ngày trước khi sử dụng.

5.5 Dung môi cacbon tetraclohua

Cảnh báo – Cacbon tetraclohua là chất độc. Một dung môi ít độc hơn đang được nghiên cứu.

5.6 Thuốc thử Wijs, chứa iốt clorua đơn trong axit axetic. Có thể sử dụng thuốc thử Wijs loại thương phẩm.

6 Thiết bị

Sử dụng các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và:

6.1 Thìa cân bằng thuỷ tinh, phù hợp với phần mẫu thử và cho được vào trong bình (6.2)

6.2 Bình nón, dung tích 500ml, có nút thuỷ tinh mài vừa khít và đã được sấy khô.

7 Mẫu thử

Mẫu thử được tiến hành lấy theo ISO 5555 : 1991.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 6128 : 1996 (ISO 661 : 1989).

9 Tiến hành thử

9.1 Phần mẫu thử

Khối lượng phần mẫu thử thay đổi theo chỉ số iốt dự kiến ở bảng 1.

Bảng 1

Chỉ số iốt dự kiến	Khối lượng phần mẫu thử g
nhỏ hơn 5	3,00
5 đến 20	1,00
21 đến 50	0,40
51 đến 100	0,20
101 đến 150	0,13
151 đến 200	0,10

Cân phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg cho vào thìa cân bằng thủy tinh đã biết trọng lượng (6.1).

9.2 Tiến hành xác định

Đặt phần mẫu thử vào bình dung tích 500ml (6.2). Cho thêm 20ml dung môi (5.5) để hoà tan mỡ. Thêm chính xác 25ml thuốc thử Wijs (5.6), đậy nắp và lắc mạnh, đặt bình trong bóng tối. Không được dùng miệng hút thuốc thử Wijs qua pipet.

Tương tự chuẩn bị một mẫu thử trắng với dung môi và thuốc thử nhưng không có mẫu thử.

Đối với mẫu có chỉ số iốt thấp hơn 150, để bình trong bóng tối một giờ, đối với mẫu có chỉ số iốt trên 150 và các sản phẩm polyme hoá hoặc sản phẩm bị oxy hoá tương đối lớn thì để hai giờ.

Đến cuối thời điểm, cho thêm 20ml dung dịch kali iodua (5.2) và 150ml nước (5.1) vào mỗi bình.

Chuẩn độ bằng dung dịch natri tiosunfat chuẩn (5.4) cho đến khi gần mất hết màu vàng của iốt. Thêm một vài giọt dung dịch hồ tinh bột (5.3) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi lắc mạnh bình thì màu xanh biến mất.

Chú thích – Cho phép xác định điểm kết thúc phản ứng bằng cách đo điện thế.

9.3 Số phép xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Phương pháp tính toán

Chỉ số iốt được tính theo công thức

$$\frac{12,69 c (V_1 - V_2)}{m}$$

trong đó

c là nồng độ chính xác của dung dịch natri tiosunphat chuẩn (5.4) đã sử dụng, tính bằng mol trên lít ;

V_1 là thể tích dung dịch natri tiosunphat chuẩn (5.4) đã sử dụng cho mẫu trắng, tính bằng mililit ;

V_2 là thể tích dung dịch natri tiosunphat chuẩn (5.4) dùng để xác định, tính bằng mililit ;

m là khối lượng mẫu thử (9.1) , tính bằng gam.

Kết quả là giá trị trung bình cộng của hai phép xác định, với điều kiện độ lặp lại (10.2) phải được thoả mãn.

10.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa các giá trị của hai phép thử được tiến hành kế tiếp nhau (hoặc cùng một lúc) cùng một người phân tích, sử dụng cùng các thiết bị trên cùng một mẫu thử không được vượt quá 0,5 đơn vị chỉ số iốt.

Chú thích – Những số liệu này đã được chấp nhận. Nếu cần nó sẽ được bổ sung khi các kết quả của các phòng thí nghiệm đã có sẵn.

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải ghi rõ phương pháp sử dụng, kết quả thu được và phương pháp tính toán. Báo cáo kết quả cũng phải đề cập đến các điều kiện thao tác không được qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc liên quan như lựa chọn mẫu, thời gian phản ứng (xem 9.2), các chi tiết bất kỳ có ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả các chi tiết cần thiết cho việc nhận biết mẫu.