

TCVN 6121 : 1996

ISO 3960 : 1977

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PEROXIT**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6121 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 3960 : 1977;

TCVN 6121 : 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 peroxit

Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value

1 Phạm vi áp dụng

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

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

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

3 Định nghĩa

Chỉ số peroxit : Lượng chất có trong mẫu thử, tính bằng mili đương lượng của oxy hoạt tính làm oxy hoá kali iodua trên kilôgam dưới các điều kiện thao tác đã được qui định.

4 Nguyên tắc

Xử lý phần mẫu thử trong môi trường axit axetic và cloroform bằng dung dịch kali iodua. Chuẩn độ iodua tự do bằng dung dịch chuẩn natri tiosunfat.

5 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử phải có chất lượng phân tích. Nước để thử là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương. Các thuốc thử và nước phải được làm sạch oxy.

5.1 Clorofom, làm sạch oxy bằng cách xử lý với khí trơ nóng, tinh khiết.

5.2 Axit axetic băng, làm sạch oxy bằng cách xử lý với khí trơ, nóng tinh khiết.

5.3 Dung dịch kali iodua, bão hoà, được pha mới nhất và làm sạch iodat và các chất iốt tự do.

Chú thích – Pha chế dung dịch bão hoà còn lại như đã chỉ dẫn bằng sự hiện diện của các tinh thể không tan. Bảo quản trong bóng tối. Thử hàng ngày bằng cách cho 2 giọt dung dịch tinh bột (5.5) vào 0,5 ml dung dịch kali iodua trong 30 ml dung dịch axit axetic cloroform (3.2). Nếu hình thành màu xanh thì phải cho nhiều hơn một giọt dung dịch natri tiosunfat 0,01N để làm mất màu, loại bỏ dung dịch iốt và chuẩn bị dung dịch mới.

5.4 Natri tiosunfat dung dịch chuẩn 0,01N hoặc 0,002N, đã được chuẩn hoá trước khi đem sử dụng.

5.5 Dung dịch hồ tinh bột

Trộn 5 g tinh bột trong 30 ml nước, thêm vào hỗn hợp đó 1000 ml nước sôi và để sôi trong 3 phút.

6 Thiết bị

Tất cả các thiết bị được sử dụng không được có chất oxy hoá và oxy hoá khử.

Chú thích – Không được bôi mỡ bề mặt đáy thuỷ tinh.

Sử dụng các thiết bị trong phòng thí nghiệm và :

6.1 Bình thốt cổ, có cổ mài và nút thuỷ tinh mài, dung tích khoảng 250 ml, được sấy nóng trước khi chứa đầy khí trơ nóng tinh khiết (nito hoặc, thích hợp hơn là cacbon dioxit).

6.2 Thìa thuỷ tinh, dung tích phù hợp với phần mẫu thử.

6.3 Buret, phù hợp loại A của ISO/ R 385.

6.4 Cân phân tích.

7 Lấy mẫu

Xem ISO 5555 : 1991.

Để mẫu thử được bảo đảm, mẫu phải được bảo quản ở cách xa ánh sáng mạnh, giữ lạnh và đựng đầy trong bình thuỷ tinh và đậy chặt bằng nút thuỷ tinh mài hoặc nút bần.

8 Tiến hành thử

Phép thử được tiến hành trong ánh sáng ban ngày khuếch tán hoặc ánh sáng nhân tạo.

8.1 Phần mẫu thử

Cân cho vào bình (6.1) một lượng mẫu thử chính xác đến 0,001 g, theo chỉ số peroxit dự kiến phù hợp với bảng 1. Nếu như bình không thể cân trực tiếp được thì thay thế bằng cách cân mẫu thử trong thìa thủy tinh.

Bảng 1

Chỉ số peroxit dự kiến mili đương lượng / kg	Khối lượng mẫu thử g
0 đến 12	5,0 đến 2,0
12 đến 20	2,0 đến 1,2
20 đến 30	1,2 đến 0,8
30 đến 50	0,8 đến 0,5
50 đến 90	0,5 đến 0,3

8.2 Tiến hành xác định

Nếu phần mẫu thử được cân ở trong thìa (6.2) thì đặt cả thìa và phần mẫu thử vào trong bình (6.1).

Thêm 10 ml clorofom (5.1). Hoà tan phần mẫu thử bằng cách lắc nhanh.

Thêm 15 ml axit axetic (5.2), sau đó cho thêm 1 ml dung dịch kali iodua (5.3).

Đậy bình (6.1) ngay lập tức, lắc trong 1 phút và để yên chính xác trong 5 phút ở nhiệt độ từ 15°C đến 25°C, tránh xa ánh sáng.

Cho thêm khoảng 75 ml nước, lắc mạnh, cho thêm ít giọt dung dịch hồ tinh bột (5.5) làm chất chỉ thị, chuẩn độ iốt tự do với dung dịch natri tiosunfat (5.4), dùng dung dịch 0,002N cho chỉ số dự kiến peroxit nhỏ hơn hoặc bằng 12, hoặc dung dịch 0,01 N cho chỉ số dự kiến peroxit lớn hơn 12.

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

8.3 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với mẫu thử.

Nếu kết quả thử của mẫu trắng vượt quá 0,1 ml dung dịch natri tiosunfat 0.01N (5.4) thì thay thuốc thử không tinh khiết.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp và công thức tính

Chỉ số peroxit, tính bằng đương lượng mili oxy hoạt tính trên kilogam mẫu thử, được tính theo công thức :

$$\frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \times 100$$

trong đó

V_0 là thể tích của dung dịch natri tiosunfat (5.4) dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit ;

V_1 là thể tích của dung dịch natri tiosunfat (5.4) dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit ;

T là nồng độ của dung dịch natri tiosunfat (5.4) đã sử dụng;

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam .

Kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định.

Chú thích – Chỉ số peroxit có thể được biểu thị bằng milimol trên kilogam hoặc bằng microgam oxy hoạt tính trên gam (xem phụ lục).

9.2 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa kết quả của hai phép xác định được tiến hành cùng một lúc hoặc kế tiếp nhau, cùng người thao tác trên cùng mẫu thử giống nhau không được vượt quá các giá trị ở bảng 2.

Bảng 2

Chỉ số peroxit mili đương lượng/kg	Độ lặp lại
nhỏ hơn 1	0,1
1 đến 6	0,2
6 đến 12	0,5
lớn hơn 12	1

10 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 quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tự chọn, 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.

Phụ lục

Hệ số chuyển đổi

Để biểu thị chỉ số peroxit ở milimol của oxy hoạt tính theo kilogam của mỡ hoặc ở microgam của oxy hoạt tính theo gam của mỡ, nhân kết quả thu được ở mục 9.1 với hệ số chuyển đổi trong bảng A.1:

Bảng A.1

Phương pháp biểu thị	Hệ số chuyển đổi
mili đương lượng / kg	1
milimol / kg	0,5
microgam / g	8