

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6126 : 2007

ISO 3657 : 2002

Xuất bản lần 2

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

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of saponification value*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6126 : 2007 thay thế TCVN 6126 : 1996;

TCVN 6126 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 3657 : 2002;

TCVN 6126 : 2007 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 và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định chỉ số xà phòng

Animal and vegetable fats and oils – Determination of saponification value

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số xà phòng cho dầu mỡ động vật và thực vật. Chỉ số xà phòng là số đo axit tự do và axit đã este hoá có trong mỡ và axit béo.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho mỡ động thực vật thô và tinh chế.

Nếu trong sản phẩm có chứa axit vô cơ thì kết quả của phương pháp này sẽ không đúng, trừ khi các axit vô cơ này được xác định riêng.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 6128 : 2007 (ISO 661 : 2003), Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

chỉ số xà phòng (saponification value)

số miligam kali hydroxit cần để xà phòng hoá 1 g chất béo dưới các điều kiện quy định của tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Đun sôi mẫu thử với dung dịch kali hydroxit trong etanol dư trong hệ thống có lắp bộ sinh hàn hồi lưu sau đó chuẩn độ lượng kali hydroxit dư bằng dung dịch chuẩn axit clohydric.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Kali hydroxit, dung dịch $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ trong etanol 95 % (V/V).

Dung dịch này không màu hoặc màu vàng nhạt. Dung dịch ổn định không màu có thể được chuẩn bị theo các cách sau đây:

a) Cho hồi lưu 1 lít etanol với 8 g kali hydroxit và 5 g nhôm hạt trong 1 h, sau đó đem chưng cất ngay. Hoà tan một lượng cần thiết kali hydroxit (khoảng 35 g) trong dịch cất. Để yên trong vài ngày, sau đó gạn chất lỏng trên bề mặt của kali cacbonat vào một chai có nút thủy tinh màu nâu.

b) Thêm 4 g nhôm tert- butylat trong 1 lít etanol và sau đó trộn rồi để yên trong vài ngày. Gạn chất lỏng trên bề mặt và đem hoà tan vào đó lượng kali cacbonat cần thiết, để yên trong một vài ngày. Sau đó gạn chất lỏng trên lớp kali cacbonat kết tủa vào một chai màu nâu có nút thủy tinh.

5.2 Axit clohydric, dung dịch chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.3 Dung dịch phenolphthalein, ($\rho = 0,1 \text{ g/100 ml}$) trong etanol (95 % V/V).

5.4 Dung dịch kiểm xanh 6B, ($\rho = 2,5 \text{ g/100 ml}$) trong etanol (95 % V/V).

5.5 Chất trợ sôi

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Bình nón, dung tích 250 ml có cổ mài, được làm bằng thủy tinh bền với kiềm.

6.2 Bộ sinh hàn, có chỗ nối bằng thủy tinh mài nối vừa khít với bình nón (6.1).

6.3 Dụng cụ đun nóng (nồi cách thủy, bếp đun nóng bằng điện hoặc các dụng cụ thích hợp khác). Ngọn lửa trần là không thích hợp.

6.4 Buret, dung tích 50 ml, có vạch chia 0,1 ml hoặc **buret tự động**.

6.5 Pipet, dung tích 25 ml hoặc **pipet tự động**.

6.6 Cân phân tích.

7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 : 2007 (ISO 5555 : 2001).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 : 2007 (ISO 661 : 2003).

Mẫu thử phải được trộn kỹ và lọc nếu nhìn thấy có tạp chất. Nếu phải lọc thì cần được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

9 Cách tiến hành

9.1 Mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu thử, chính xác đến 5 mg (theo điều 8) cho vào bình nón (6.1).

Phần mẫu thử 2 g để xác định chỉ số xà phòng từ 170 đến 200. Đối với các chỉ số xà phòng khác lượng phần mẫu thử cần được thay đổi cho phù hợp sao cho khoảng một nửa dung dịch kali hydroxit trong etanol được trung hoà. Khối lượng phần mẫu thử được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu thử

Chỉ số xà phòng hoá dự kiến	Khối lượng phần mẫu thử
150 đến 200	2,2 g đến 1,8 g
200 đến 250	1,7 g đến 1,4 g
250 đến 300	1,3 g đến 1,2 g
> 300	1,1 g đến 1,0 g

9.2 Xác định

9.2.1 Dùng pipet (6.5) lấy 25,0 ml dung dịch kali hydroxit trong etanol (5.1) cho vào phần mẫu thử và một ít chất trợ sôi (5.5). Nối bộ sinh hàn (6.2) với bình, đặt bình lên dụng cụ đun nóng (6.3) và đun sôi từ từ, thỉnh thoảng lắc nhẹ trong suốt thời gian 60 phút, hoặc 2 h trong trường hợp dầu và mỡ có điểm nóng chảy cao và khó xà phòng hoá.

TCVN 6126 : 2007

9.2.2 Cho thêm vào dung dịch đang nóng 0,5 ml đến 1 ml dung dịch phenolphthalein (5.3) và chuẩn độ với axit clohydric (5.2) cho đến khi màu hồng của chất chỉ thị biến mất. Nếu dung dịch có màu đậm thì sử dụng 0,5 ml đến 1 ml dung dịch kiểm xanh 6B (5.4).

9.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo trình tự ở 9.2, dùng 25,0 ml dung dịch kali hydroxit trong etanol (5.1) nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

10 Biểu thị kết quả

Chỉ số xà phòng hoá, I_s , được tính theo công thức sau đây:

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

trong đó:

V_0 là thể tích của dung dịch axit clohydric (5.2) đã sử dụng cho phép thử trắng, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích của dung dịch axit clohydric (5.2) đã sử dụng cho phép xác định tính bằng mililit;

c là nồng độ chính xác của dung dịch axit clohydric (5.2), tính bằng mol trên lít;

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

Kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định với điều kiện thoả mãn yêu cầu về độ lặp lại (11.2).

Kết quả được làm tròn đến số nguyên.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm ở quy mô quốc tế do DIN thực hiện trong năm 2000, gồm 22 phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng tiến hành hai phép xác định trên mỗi mẫu đã cho kết quả thống kê được đưa ra trong Phụ lục A.

11.2 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 vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, với cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không được vượt quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn độ lặp lại, r , được chỉ ra trong Phụ lục A.

11.3 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 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 được vượt quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn độ tái lập, R , chỉ ra trong Bảng A.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu đầy đủ;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử được sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chất chỉ thị đã sử dụng trong (5.3) hoặc (5.4);
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Thử liên phòng thử nghiệm cấp quốc tế với sự tham gia của 22 phòng thử nghiệm của 8 nước với các mẫu sau:

- dầu dừa (A);
- dầu cọ (B);
- dầu cải dầu (C);
- dầu với triglyxerit mạch trung bình (MCT);
- hỗn hợp 60 % A và 40 % MCT.

Việc thử do DIN tiến hành năm 2000 và kết quả thử được xử lý phân tích thống kê theo TCVN 6910-2 (ISO 5725 -2) cho dữ liệu về độ chụm trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Số liệu độ chính xác

	Mẫu				
	Dầu cải dầu (C)	Dầu cọ (B)	Dầu dừa (A)	60%A+40% D (E)	Dầu MCT (D)
Số phòng thử nghiệm tham gia	22	22	22	22	20
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	19	17	20	18	16
Số kết quả thử đơn của tất cả phòng thử nghiệm cho mỗi mẫu	38	34	40	36	32
Giá trị trung bình	190,2	199,5	256,8	287,5	334,1
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,7	0,6	0,7	0,7	1,4
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,4	0,3	0,3	0,2	0,4
Giới hạn độ lặp lại (r)	2,1	1,6	2,0	2,0	3,9
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	1,8	2,0	4,2	2,4	2,9
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,9	1,0	1,6	0,8	0,9
Giới hạn tái lập (R)	5,0	5,7	11,7	6,6	8,0

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 : 2007 (ISO 5555 : 2001), Dầu mỡ động vật và thực vật. Lấy mẫu.
- [2] TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1 : 1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.
- [3] TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2 : 1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.
-