TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 2628 - 1993

DẦU THỰC VẬT

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ REICHERT - MEISSL VÀ POLENSKE

HÀ NỘI 1993

Lời nói đầu

TCVN 2628 - 1993 thay thế cho TCVN 2628 - 78.

TCVN 2628 - 1993 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Chất lượng biên soạn , Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học , Công nghệ và Môi trường ban hành theo quyết định số 548 ngày 7 tháng 10 năm 1993.

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM TCVN 2628 - 1993

Soát xét lần 1

DẦU THỰC VẬT
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ REICHERT - MEISSL VÀ POLENSKE

Vegetable oil
Method for the determination of
Reichert - Meissl and Polenske values.

Chỉ số Reichert - Meissl là lượng dung dịch kali hydroxit nồng độ 0,1N , tính bằng số mililit cần thiết để trung hoà axit béo bay hơi hoà tan trong nước được giải phóng ra từ 5g dầu trong những điều kiện xác định ở tiêu chuẩn này.

Chỉ số Polenske là lượng dung dịch kali hydroxyt nồng độ 0,1N, tính bằng mililit cần thiết để trung hoà hết lượng axit béo bay hơi không tan trong nước được giải phóng ra từ 5g dầu trong những điều kiện xác định ở tiêu chuẩn này.

1 Xác định chỉ số Reichert - Meissl

1.1 Dụng cụ thuốc thử

- Bình đáy tròn dung tích 250ml;
- Buret có khoá bên cạnh dung tích 50ml;
- Ống nối có bầu tròn;
- Môi trường điều nhiệt
- Ống ngưng;
- Bình định mức dung tích 100 - 110 ml có chia vạch
- Phễu lọc ;
- Bếp điện có bộ phận điều chỉnh;
- Giấy lọc;
- Glyxerin;
- Dung dịch natri hydroxit nồng độ 5% không chứa cacbonic;
- Dung dịch a xit sunfuric nồng độ 5% ;
- Dung dịch kali hydroxit hoặc natri hydroxit nồng độ 0.1 N;

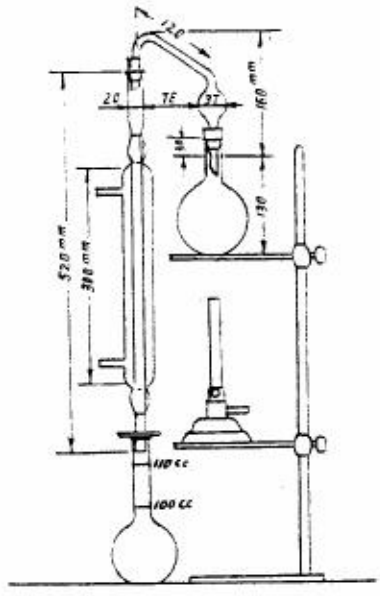
- Phenolphtalein nồng độ 1% pha trong etanol.

- Đá bột nghiền nát kích thước 1,5 - 2mm.

1.2 Tiến hành thử

Cân 5g mẫu (chính xác đến ± 0.01g) vào bình đáy tròn dung tích 250ml cho vào đó 18ml glyxerin trung tính và 2ml dung dịch natri hydroxit nồng độ 50% không chứa cácbonic được lấy từ cuvet phía trên có gắn ống vôi (bỏ đi những giọt đầu tiên). Vừa lắc vừa đun nóng bình trên bếp điện có bộ phận điều chỉnh cho đến khi chất lỏng trong bình trở nên trong suốt (được xà phòng hoá hoàn toàn). Khi đun nóng bình cần tránh làm cháy chất lỏng trong bình. Quá trình xà phòng hoá được kết thúc sau 15 phút.

Sau khi xà phòng hoá đem làm nguội bình đến 80 - 90°C khoảng 5 phút cho thêm vào đó 135 ml nước cất đun sôi và đun cho xà phòng tan hoàn toàn (dung dịch xà phòng phải không mầu hoặc mầu vàng nhạt). Thêm vào dung dịch xà phòng 50ml dung dịch axit sunfuric nồng độ 5% và 0,6 - 0,7 g đá bột (khoảng 15 hạt sic). Gắn bình với ống ngưng (theo sơ đồ trong hình vẽ) và tiến hành chưng cất sao cho sau khoảng 30 phút thì cất được 110ml chất lỏng. Thời gian được tính từ lúc bắt đầu xuất hiện giọt chất lỏng đầu tiên trong ống ngưng. Nhiệt độ chất lỏng ở đầu thoát ra từ ống ngưng phải đạt khoảng 20°C.



Hình vẽ

Khi thu được vừa đủ 110ml chất lỏng thì ngừng đun và lấy bình hứng ra thay vào một bình khác. Đặt bình hứng chất lỏng vào nồi điều nhiệt có nhiệt độ 15°C trong 15 phút sao cho mực chất lỏng thấp hơn nước 1cm (cần dùng bình ổn nhiệt)

Sau 10 phút, lắc nhẹ chất lỏng trong bình và lọc qua giấy lọc khô có đường kính 7 - 8 cm. Lấy ra 100ml dung dịch lọc thêm vào đó 3 - 4 giọt phenolphtalein 1% và chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxit nồng độ 0.1 N (hoặc natri hydroxit 0.1N). Dung dịch phải giữ được màu hồng trong 2 -3 phút.

Cũng điều kiện giống như trên, đồng thời tiến hành xác định trên mẫu đối chứng (không có dầu) và thay quá trình xà phòng hoá trên bếp điện bằng cách đặt mẫu đối chứng vào nồi nước sôi trong 15 phút.

1.3 Tính kết quả

1.3.1 Chỉ số Reichert - meissl (RM) được tính theo công thức:

$RM = (V - V_1)K . 1,1$

Trong đó:

V - Thể tích dung dịch kiềm nồng độ 0.1N đã dùng để chuẩn độ mẫu thử , ml

V_1 - Thể tích dung dịch kiềm nồng độ 0.1N đã dùng để chuẩn độ mẫu đối chứng .ml

K - Hệ số hiệu chỉnh độ chuẩn của dung dịch kiềm nồng độ 0.1N

1.1 - Hằng số .

1.3.2 Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả thử không quá:

0.2ml khi chỉ số RM dưới 2:

0,3 ml khi chỉ số RM từ 2 đến 5

0.4 ml khi chỉ số RM từ 5 đến 9 .

2 Xác định chỉ số Polenske

2.1 Dụng cụ và thuốc thử giống như mục 1.1

2.1 Tiến hành thử

Sau khi xác định chỉ số Reichert - Meissl (RM) phải làm sạch axit béo bay hơi tan trong nước bằng cách: dùng nước có nhiệt độ 15°C để rửa ống ngưng và 2 bình hứng 3 lần, mỗi lần 15ml. Những đợt nước rửa này cho qua giấy lọc đã dùng ở phần trên. Sau đó thu axit béo không hoà tan trong nước vào dung dịch etanola bằng cách rửa ba lần ống ngưng, 2 bình hứng và giấy lọc bằng etanola trung tính 90%, mỗi lần 15 ml. Khi rửa giấy lọc phải chú ý sao cho lần trước chảy hết mới cho lần sau vào.

Gộp chung các phần dung dịch etanola lọc được với nhau và đem chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxit hay natri hydroxit nồng độ 0.1N với chỉ thị màu phenolphtalein.

2.3 Tính kết quả

2.3.1 Chỉ số polenske được tính theo công thức:

Chỉ số Polenske = V.K

Trong đó:

V - Thể tích dung dịch kiềm nồng độ 0.1 N dùng để chuẩn độ.ml

K - Hệ số hiệu chỉnh độ chuẩn của dung dịch kiềm về nồng độ 0.1N.

2.3.2 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả thử song song .

2.3.3 Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả thử song song không vượt quá:

0,2 ml khi chỉ số polenske dưới 2

0.3 ml khi chỉ số polenske từ 2 đến 5

0,4ml khi chỉ số polenske lớn hơn 5.