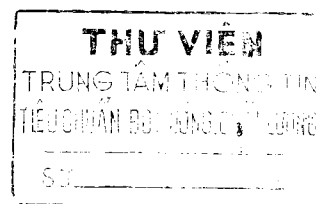


TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 2638 - 1993

DẦU THỰC VẬT
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XÀ PHÒNG



HÀ NỘI 1993

Lời nói đầu

TCVN 2638 - 1993 thay thế TCVN 2638 - 78.

TCVN 2638 - 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/QĐ ngày 7 tháng 10 năm 1993

DẦU THỰC VẬT

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XÀ PHÒNG

Vegetable oil
Method for the determination of soap content.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng xà phòng, áp dụng cho dầu thực vật được tinh chế bằng kiềm.

Phương pháp xác định căn cứ vào yêu cầu kỹ thuật đối với từng loại dầu.

1 Xác định sự có mặt của xà phòng (phương pháp định tính)

Cho khoảng 50ml nước cất và vài giọt phenolphthalein 1% pha trong cồn vào bình nón dung tích 250ml. Sau đó thêm vào 10ml mẫu (không lọc) đã trộn đều, đun sôi khoảng 5 - 10 phút (cho vào bình một số hạt thủy tinh). Sau khi đun sôi, đặt bình lên tờ giấy trắng và cho thêm vào đó vài giọt phenolphthalein.

Nếu trong dầu không có xà phòng thì phần dưới của dung dịch không có màu.

2 Xác định hàm lượng xà phòng bằng phương pháp chuẩn độ trong dung dịch etanola - xăng trắng.

2.1 Dụng cụ và thuốc thử

- Bình nón dung tích 250ml
- Microburet ;
- Cân phân tích ;
- Bếp cách thủy ;
- Etanola 95% , TKPT
- Xăng trắng có độ chung cất như sau:

Chung cất được 10% khi nhiệt độ không quá 75°C

Chung cất được 50% khi nhiệt độ không quá 105°C

Chung cất được 95% khi nhiệt độ không quá 145°C

Chung cất được 97,5% khi nhiệt độ không quá 180°C

- Axit sunfuric nồng độ 0,1N và 0,01N hay dung dịch axit clohydric nồng độ 0,1N và 0,01N.
- Metyl đỏ dung dịch 0,2% pha trong nước:
- Nước cất.

2.2 Tiến hành thử.

Cán vào bình nón khô khoảng 10g mẫu đã được khuấy đều và không lọc, thêm vào đó 5ml etanola 95% và 30ml xăng trắng lắc cho dầu tan hoàn toàn, thêm tiếp 50ml nước cất nóng 80 - 90°C, lắc thành dạng nhũ tương, nhỏ 5 giọt metyl đỏ và chuẩn độ bằng dung dịch axit sunfuric hoặc axit clohydric nồng độ 0,1N. Trong thời gian chuẩn độ phải nhỏ axit xuống từ từ bắt đầu bằng 3- 4 giọt, sau đó nhỏ liên tục từng giọt một và lắc thật mạnh. Dung dịch phân thành hai lớp và tiến hành quan sát màu sắc lớp dung dịch phía dưới. Khi màu của lớp dung dịch phía dưới chuyển thành màu hồng nhạt thì ngừng chuẩn độ.

Tiến hành làm mẫu đối chứng với dụng cụ và thuốc thử như trên, nhưng không có dầu.

Chú thích: Trường hợp hàm lượng xà phòng trong dầu tinh chế rất bé, cho phép dùng dung dịch axit sunfuric hoặc axit clohydric nồng độ 0,01 N.

2.3 Tính kết quả

Hàm lượng xà phòng (X) tính bằng % theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 0,0304}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

V_1 - Thể tích dung dịch axit sunfuric hoặc axit clohydric nồng độ 0,1N đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, ml;

V_2 - Thể tích dung dịch axit sunfuric hoặc axit clohydric nồng độ 0,1N đã dùng để chuẩn độ mẫu đối chứng ml;

F - Hệ số chuẩn của dung dịch axit sunfuric hoặc axit clohydric nồng độ 0,1N;

0,0304 - Hàm lượng xà phòng tương ứng với 1ml dung dịch axit nồng độ đúng 0,1N, g;

m - Khối lượng mẫu thử, g;

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

Sai lệch giữa hai kết quả thử song song không vượt quá 0,01%.

3 Xác định hàm lượng xà phòng bằng phương pháp chuẩn độ trong dung dịch axeton

3.1 Dụng cụ và thuốc thử:

- Microburet;
- Cân phân tích;
- Bếp cách thủy;
- Buret dung tích 25ml;

- Bình định mức dung tích 1000ml;
- Natri hydroxit nồng độ 0.01N:TKPT;
- Bromphenol xanh nồng độ 0.01% , pha trong axeton được chuẩn bị như sau: dùng 20ml nước cất để hoà tan 0.1g bromphenol xanh trong bình định mức dung tích 1000ml, thêm axeton đến vạch và lắc đều;
- Dung dịch axit clohydric nồng độ 0.01N được chuẩn bị bằng cách: cho 10ml dung dịch axit clohydric nồng độ 1N vào bình định mức 1lít , thêm axeton vào đến vạch , lắc đều.

3.2 Chuẩn bị thử

3.2.1 Xác định hệ số chuẩn (F) của dung dịch axit clohydric nồng độ 0.01N bằng cách: dùng pipet lấy 10ml dung dịch natri hydroxit cho vào bình nón . Thêm vào đó 50ml dung dịch chỉ thị bromphenol xanh . Tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric nồng độ 0.01N cho đến khi màu của dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu xanh vàng (màu ban đầu của chất chỉ thị). Tiến hành ba phép thử và lấy kết quả trung bình .

Hệ số chuẩn (F_{HCl}) tính theo công thức:

$$F_{HCl} = \frac{10 \cdot K}{V}$$

Trong đó :

K - hệ số hiệu chỉnh của dung dịch natri hydroxit nồng độ 0.01N;

V - thể tích dung dịch axit clohydric đã dùng để chuẩn độ , ml.

3.3 Tiến hành thử:

Cân vào bình nón khô 5 - 40 g mẫu tùy thuộc vào hàm lượng xà phòng , thêm vào đó 50ml dung dịch chỉ thị bromphenol xanh , lắc mạnh và để yên cho phân lớp . Nếu trong dầu có xà phòng thì lớp dung dịch phía trên hiện màu xanh lá mạ.

Dùng dung dịch axit clohydric để chuẩn độ dung dịch thử cho đến khi lớp dung dịch phía trên hiện màu vàng (tương ứng với màu ban đầu của dung dịch chỉ thị). Trong quá trình chuẩn độ phải thường xuyên lắc và làm nóng bình trong chậu nước nóng ở nhiệt độ 30 - 40°C.

3.4 Tính kết quả

Hàm lượng xà phòng (X) tính bằng % theo công thức :

$$X = \frac{F_{HCl} \cdot V \cdot 0.00304 \cdot 100}{m}$$

Trong đó :

F_{HCl} - Hệ số chuẩn của dung dịch axit clohydric nồng độ 0,01N;

V - Thể tích dung dịch axit clohydric nồng độ 0,01N; đã dùng để chuẩn độ, ml ;

0,00304 - Lượng xà phòng tương ứng với 1ml dung dịch axit clohydric nồng độ đúng 0,01N, g ;

m - Khối lượng mẫu thử, g ;

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

Chênh lệch giữa hai kết quả thử song song không được quá 0,01%.
