

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10795:2015

Xuất bản lần 1

**HOA HUBLÔNG –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TINH DẦU –
PHƯƠNG PHÁP CHƯNG CẤT HƠI NƯỚC**

*Hops – Determination of essential oil content –
Steam distillation method*

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu

TCVN 10795:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 991.18
Essential oil in hops and hop pellets. Steam distillation method;

TCVN 10795:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9
Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Hoa hublông – Xác định hàm lượng tinh dầu – Phương pháp chưng cất hơi nước

*Hops – Determination of essential oil content –
Steam distillation method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chưng cất hơi nước để xác định hàm lượng tinh dầu của hoa hublông.

Kết quả của phép thử nghiệm liên phòng đối với hoa hublông dạng cánh và dạng viên được nêu trong Phụ lục A.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 10792:2015, *Hoa hublông – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử*.

3 Nguyên tắc

Mẫu thử hoa hublông dạng cánh hoặc dạng viên được nghiền và trộn với một lượng lớn thể tích nước. Chưng cất hỗn hợp này, sử dụng bộ sinh hàn hồi lưu, thu tinh dầu và đọc thể tích tinh dầu thu được.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước đạt loại 3 theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), trừ khi có quy định khác.

4.1 Metanol hoặc axeton.

4.2 Dung dịch làm sạch dicromat.

CẢNH BÁO: Dung dịch làm sạch dicromat trong môi trường axit là chất ăn mòn, rất dễ cháy và có thể gây tử vong nếu nuốt phải.

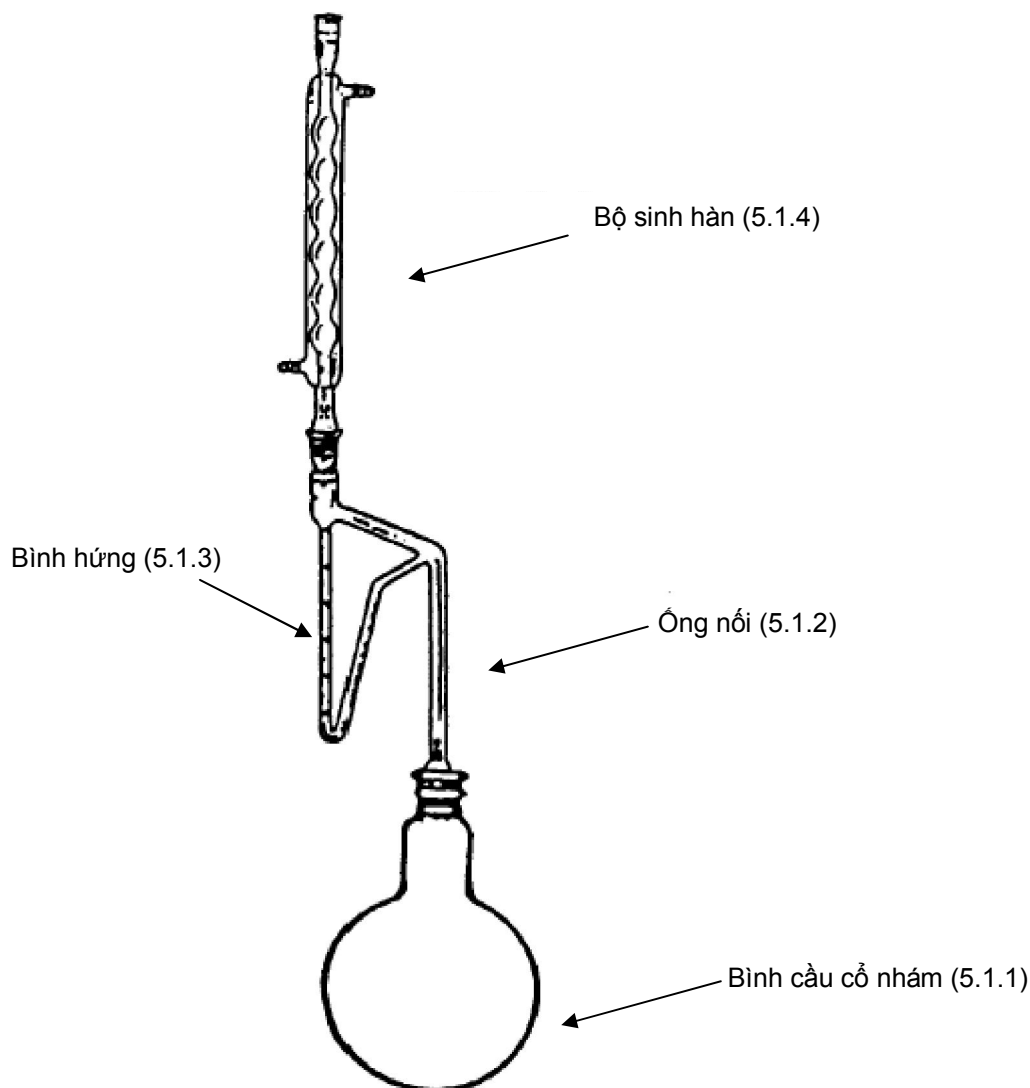
4.3 Viên trợ sôi teflon.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bộ chưng cất (xem Hình 1), bao gồm các dụng cụ sau:

5.1.1 Bình cầu cổ nhám, dung tích 5 000 ml, đáy tròn, chịu nhiệt, miệng bình có kích thước chuẩn 45/50.



Hình 1 – Bộ chưng cất

5.1.2 Ống nối, đầu trên có khớp nối ngoài kích thước chuẩn 24/40, đầu dưới có khớp nối trong kích thước chuẩn 45/50.

5.1.3 Bình hứng, dung tích 5,0 ml, có khớp nối kích thước chuẩn 24/40, được chia vạch đến 0,1 ml.

5.1.4 Bộ sinh hàn, chiều dài khoảng 300 mm, đường kính ngoài 41 mm.

5.2 Biến áp tự ngẫu.

5.3 Bộ gia nhiệt, dung tích 5 000 ml.

5.4 Máy nghiền dao.

5.5 Cân, có thể cân chính xác đến 0,5 g.

5.6 Bình định mức, dung tích 50 ml và 100 ml.

Lưu ý: Sau mỗi lần phân tích, phải tráng rửa kỹ ống sinh hàn và bình hứng bằng metanol hoặc axeton (4.1). Sau một số lần phân tích, rửa bình hứng bằng dung dịch làm sạch dicromat (4.2) để tránh tạo thành lớp màng dầu ở bề mặt bên trong của bình.

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 10792:2015.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 10792:2015.

Nghiền mẫu dạng cánh trong máy nghiền (5.4) để thu được bột thô. Tránh tạo nhiệt dư trong quá trình nghiền. Tiến hành nghiền ngay trước khi phân tích.

Đối với mẫu dạng viên, không cần thực hiện quá trình nghiền.

8 Cách tiến hành

Cân từ 100 g đến 120 g phần mẫu thử dạng viên hoặc dạng cánh đã nghiền thô, chính xác đến 0,5 g, chuyển vào bình cầu cổ nhám (5.1.1) và thêm 3 000 ml nước. Có thể thêm vài viên trợ sôi teflon (4.3). Lắp ống nối (5.1.2) vào cổ bình cầu, lắp bình hứng (5.1.3) vào ống nối rồi lắp bộ sinh hàn (5.1.4) vào đầu trên của bình hứng. Trước khi tiến hành chưng cất, rót nước qua bộ sinh hàn vào bình hứng.

Cho nước sôi hồi lưu bằng cách cài đặt mức nhiệt của biến áp tự ngẫu (5.2) đến cực đại, thường cần khoảng 30 min. Sau đó, giảm nhiệt để duy trì quá trình sôi hồi lưu. Điều chỉnh tốc độ chưng cất sao cho chất lỏng ngưng ở mức 25 giọt/min đến 35 giọt/min. Tiếp tục chưng cất trong 4 h sau khi đạt được quá trình sôi hồi lưu. Ghi lại thể tích dầu thu được trong bình hứng, chính xác đến 0,05 ml.

CHÚ THÍCH: Đôi khi, phần dầu hoa huylông có thể bám trên thành của bình hứng. Khi đó, dùng dây đồng xuyên qua đầu ống sinh hàn để gạt các giọt tinh dầu bám trên thành bình. Sau khi phân tích, rửa bình hứng bằng dung dịch làm sạch dicromat.

9 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng tinh dầu của mẫu thử, X , biểu thị bằng mililit trên 100 g (ml/100 g), được tính theo Công thức sau:

$$X = \frac{V \times 100}{w}$$

Trong đó:

V là thể tích tinh dầu thu được trong bình hứng, tính bằng mililit (ml);

w là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

Biểu thị kết quả đến một chữ số thập phân.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Kết quả của phép thử nghiệm liên phòng đối với hoa hublông dạng cánh và dạng viên được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

	Hoa hublông dạng cánh	Hoa hublông dạng viên
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , ml/100 g	0,048	0,056
Độ lệch chuẩn lặp lại tương đối, RSD_r , %	7,4	6,2
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , ml/100 g	0,090	0,076
Độ lệch chuẩn tái lập tương đối, RSD_R , %	9,9	9,4