

TCVN

T I Ê U C H U Ẩ N Q U Ố C G I A

TCVN 9678:2013

ISO 5567:1982

Xuất bản lần 1

**TỎI KHÔ – XÁC ĐỊNH CÁC HỢP CHẤT
LƯU HUỖNH HỮU CƠ DỄ BAY HƠI**

Dehydrated garlic – Determination of volatile organic sulphur compounds

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9678:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 5567:1982;

TCVN 9678:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4
Gia vị và phụ gia thực phẩm biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo
Lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tỏi khô - Xác định các hợp chất lưu huỳnh hữu cơ dễ bay hơi

Dehydrated garlic - Determination of volatile organic sulphur compounds

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các hợp chất lưu huỳnh dễ bay hơi trong tỏi khô.

2 Nguyên tắc

Sau khi ngâm chiết phần mẫu thử trong nước, thêm etanol rồi chưng cất các hợp chất lưu huỳnh hữu cơ dễ bay hơi và chuẩn độ dịch chưng cất trong môi trường axit nitric bằng phương pháp chuẩn độ bạc.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng phân tích. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Etanol, 95 % (thể tích).

3.2 Parafin lỏng.

3.3 Amoni hydroxit, dung dịch 10 %.

3.4 Bạc nitrat, dung dịch 0,1 mol/l.

3.5 Axit nitric, $\rho_{20} \approx 1,40$ g/ml.

3.6 Axit nitric, dung dịch 10 % (thể tích).

3.7 Phèn sắt amoni, dung dịch bão hòa lạnh.

3.8 Amoni thioxyanat, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1$ mol/l.

4 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH: Trong quá trình phân tích, tránh mọi tiếp xúc với đồng hoặc cao su, đặc biệt trong thiết bị chưng cất. Các thiết bị cần phải có các khớp nối thủy tinh mài.

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

4.1 Thiết bị chưng cất (xem Hình 1), gồm có bình cầu dung tích 250 ml, cổ mài có nắp đậy kín và một ống ngưng thẳng.

4.2 Bình nón, dung tích 250 ml cổ mài có thể nối kín với bộ ngưng hồi lưu.

4.3 Pipet một vạch, dung tích 20 ml.

4.4 Buret có khóa, dung tích 25 ml, có thể lấy chính xác đến 0,05 ml.

4.5 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

4.6 Cân.

4.7 Bộ lọc thủy tinh xốp, độ xốp từ 4 μm đến 16 μm và **bình lọc**.

4.8 Bơm chân không.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hóa mẫu phòng thử nghiệm và nghiền mẫu đến độ mịn theo yêu cầu, nếu cần.

5.2 Phần mẫu thử

Cân khoảng 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g.

5.3 Xác định

5.3.1 Ngâm chiết

Cho phần mẫu thử vào bình cầu của thiết bị chưng cất (4.1), thêm 100 ml nước ở 40°C và ngâm chiết 2 h trong nồi cách thủy (4.5) ở $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ rồi đặt bình cầu bằng nút mài.

5.3.2 Chưng cất

Cho 20 ml etanol (3.1) và 2 ml parafin lỏng (3.2) vào bình cầu để tránh tạo bọt.

Nối nhanh bình cầu với bộ ngưng sao cho đầu ra của ống ngưng ngập trong bình nón (4.2) chứa

khoảng 10 ml dung dịch amoni hydroxit (3.3). Đảm bảo rằng đầu ra của ống ngưng luôn thấp hơn bề mặt của dung dịch amoni hydroxit.

Điều chỉnh nguồn nhiệt để tránh tạo bọt vì bọt có thể tạo thành ngay cả khi có mặt parafin lỏng.

Đun nóng bình cầu (xem 4.1) để đạt được tốc độ chưng cất nhanh và tiếp tục chưng cất cho đến khi thu được khoảng 60 ml dịch chưng cất.

Tráng rửa bộ ngưng bằng nước rồi thu lấy nước rửa vào bình nón.

5.3.3 Chuẩn độ

Trung hòa dịch chưng cất có chứa amoniac trong bình nón (4.2), chỉnh pH đến $7 \pm 0,1$ bằng cách thêm dung dịch axit nitric (3.6).

Dùng pipet (4.3) thêm 20 ml dung dịch bạc nitrat (3.4) và đun sôi hồi lưu trong 1 h.

Để nguội bình và lọc dịch chưng cất qua bộ lọc thủy tinh xốp (4.7) đặt trên bình lọc, có hút bằng bơm chân không (4.8). Rửa phần kết tủa bốn lần bằng nước nóng rồi thu lấy dịch lọc và nước rửa.

Thêm khoảng 5 ml axit nitric (3.5), vài giọt dung dịch phen sắt amoni (3.7) và chuẩn độ bằng dung dịch amoni thioxyanat (3.8) cho đến khi thu được màu hồng bền.

5.4 Số lần xác định

Tiến hành hai lần xác định trên cùng một mẫu thử đã chuẩn bị.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Phương pháp tính và công thức tính

Hàm lượng các hợp chất lưu huỳnh hữu cơ dễ bay hơi, biểu thị theo phần trăm khối lượng của alyl sulfit, được tính bằng công thức sau:

$$0,0057 (20 - V) \times \frac{100}{m}$$

Trong đó

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

V là thể tích của dung dịch amoni thioxyanat đã dùng, tính bằng mililit (ml).

Lấy kết quả là trung bình của các giá trị thu được trong hai lần xác định, với điều kiện đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại (xem 6.2). Nếu không, lặp lại phép phân tích.

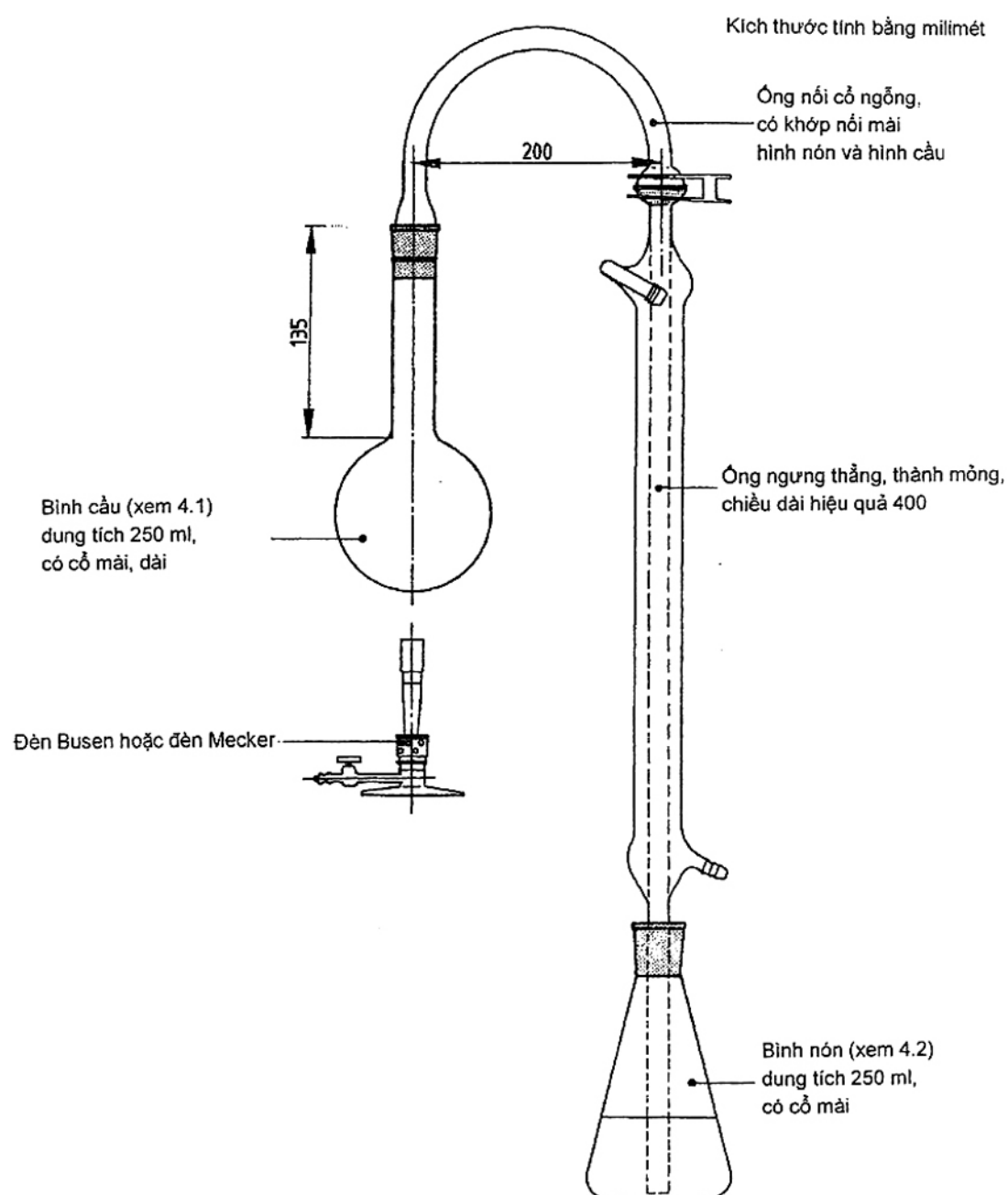
6.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người phân tích không được vượt quá 5 % giá trị trung bình.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra phương pháp thử đã sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn cũng như sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.



Hình 1 – Thiết bị chưng cất alyl sulfit (khuyến cáo)