

XÀ PHÒNG BÁNH

Phương pháp thử

TCVN

1557 — 74

91

Có hiệu lực
từ 1-1-1976

Tiêu chuẩn này quy định cách lấy mẫu, phương pháp xác định các chỉ tiêu cảm quan, lý, hóa cho xà phòng giặt và xà phòng tắm dạng bánh sản xuất từ hỗn hợp dầu mỡ động thực vật và axit béo tổng hợp.

1. LẤY MẪU

1.1. Chất lượng xà phòng được xác định trên cơ sở kết quả phân tích mẫu trung bình lấy ở mỗi lò hàng.

1.2. Lò hàng là lượng xà phòng sản xuất cùng một ca ở cùng một nhà máy, đóng trong cùng một loại bao bì, có cùng một giấy chứng nhận chất lượng và giao nhận cùng một lúc.

1.3. Trước khi lấy mẫu, phải kiểm tra xem bao bì có đúng với quy định về bao gói và ghi nhãn không.

1.4. Lấy mẫu ở 3% số hòm đựng, đối với lò hàng xà phòng giặt; và 4% đối với lò hàng xà phòng tắm, nhưng không được nhỏ hơn 4 hòm đối với lò hàng nhỏ. Lấy mẫu ban đầu ở các hòm được chỉ định lấy mẫu, mỗi hòm lấy 2% số bánh tại những vị trí khác nhau.

1.5. Lấy từ mẫu ban đầu 10 bánh, đối với xà phòng giặt; và 20 bánh, đối với xà phòng tắm, để xác định các chỉ tiêu cảm quan, khối lượng bánh và lập mẫu trung bình.

Lập mẫu trung bình bằng cách cắt đôi từng bánh xà phòng, lấy ở mỗi bánh một nửa, bảo thành phoi mỏng, bỏ chung lại, trộn đều và dằn thành lớp phẳng hình chữ nhật dày không quá 5 cm. Chia mẫu theo hai đường chéo, bỏ bớt hai phần đối diện, trộn đều hai phần còn lại và tiếp tục chia như trên cho đến lúc lượng mẫu còn lại ở hai phần đối diện khoảng 500 — 600 g thì dừng lại. Cho mẫu vào lọ thủy tinh miệng rộng và có nút mài để phân tích các chỉ tiêu lý, hóa.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Xác định các chỉ tiêu cảm quan

2.1.1. Xác định dạng bên ngoài bằng cách quan sát xem bánh có đều đặn, bờ, có vết rạn nứt và có màu xám đen hay không.

2.1.2. Xác định trạng thái bên trong và mùi

Dùng dao sắc cắt đôi bánh xà phòng, chú ý xem phần trong bánh có đều màu và bị phân lớp hay không. Mùi xà phòng cũng được xác định ngay sau khi cắt.

2.2. Xác định các chỉ tiêu lý, hóa

2.2.1. Xác định khối lượng bánh xà phòng

Cân mỗi bánh với độ chính xác đến 0,1 g. Khối lượng trung bình của bánh xà phòng là trung bình cộng kết quả các phép cân.

2.2.2. Xác định độ cứng

2.2.2.1. Dụng cụ

Máy xác định độ cứng kim vi-ca.

2.2.2.2. Tiến hành thử

Cho trục nén tiếp xúc với mặt phẳng đế máy và điều chỉnh vạch chỉ thị về vị trí 0.

Đặt mẫu vào khuôn nhựa, dùng thước chỉ cắt hai phần mẫu thừa ra, sao cho mặt cắt là những mặt phẳng trùng với mặt khuôn nhựa.

Mở khóa, nâng trục nén lên, đồng thời đặt khuôn nhựa có mẫu vào đế máy sao cho tâm khuôn nhựa trùng với tâm trục nén và từ từ hạ trục nén xuống cho tiếp xúc với mẫu, ghi lấy giá trị (L_1) trên thước đo. Sau đó, nâng trục nén lên để vạch chỉ thị trùng với vạch chia cuối cùng của thước đo (vạch có giá trị chia lớn nhất), mở khóa, thả trục nén xuống, ghi lấy giá trị (L_2) trên thước đo.

Độ cứng của xà phòng là hiệu số giữa hai giá trị đo L_1 và L_2 tính bằng mm.

Trường hợp không có máy vi-ca, cho phép dùng các dụng cụ khác, đã được các bên hữu quan thỏa thuận, để xác định độ cứng.

2.2.3. Xác định hàm lượng các axit béo

2.2.3.1. Nguyên tắc

Dùng axit vô cơ mạnh phân hủy xà phòng để giải phóng các axit béo và muối. Tách các axit béo bằng dung môi hữu cơ, sấy và cân.

2.2.3.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy

Bình cầu đáy bằng, dung tích 250 ml

Cân phân tích

Cốc thủy tinh, dung tích 250 ml

Phễu chiết, dung tích 500 ml, ba cái

Tủ sấy có nhiệt kế điều chỉnh được nhiệt độ đến 128°C

Axit clohidric, dung dịch 20%

Ete etylic

Metyla da cam, dung dịch 0,1% trong nước

Natri clorua, dung dịch 10%

Natri sunfat khan.

2.2.3.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5 g xà phòng với độ chính xác đến 0,001 g, hòa tan lượng cân vào 60 ml nước cất 80 — 90°C, làm nguội dung dịch đến khoảng 40°C, thêm 5 giọt chỉ thị metyla da cam, dùng axit clohidric 20% trung hòa cho đến khi toàn bộ dung dịch có màu hồng.

Chuyển dung dịch trên vào phễu chiết N^o1, thêm vào phễu 50 ml ete etylic.

Tráng cốc bốn lần, hai lần dùng nước cất — mỗi lần 25 ml, một lần axit clohidric 20% (5 ml) và cuối cùng dùng 25 ml ete etylic để tráng. Phần nước, axit và ete sau mỗi lần tráng đều cho vào phễu chiết N^o1. Lắc nhẹ lượng chứa trong phễu chiết N^o1 bằng cách quay tròn, để yên phễu chiết cho phân làm hai lớp. Tháo lớp nước ở dưới vào phễu chiết N^o2.

Thêm vào phễu chiết N^o2 15 ml ete etylic và cũng xử lý như trên. Tháo lớp nước ở dưới vào phễu chiết N^o3. Chuyển phần ete ở phễu chiết N^o2 sang phễu chiết N^o1, dùng ete etylic (khoảng 15 ml) tráng sạch phễu chiết N^o2, chuyển sang phễu chiết N^o3 và tiếp tục chiết như trên (giữ lại lớp nước sau khi tháo ra để xác định hàm lượng natri silicat theo điều 2.2.5). Phần ete ở phễu chiết N^o3 cũng gộp chung vào phễu chiết N^o1. Dùng 20 ml ete etylic tráng sạch phễu chiết N^o3 và gộp vào phễu chiết N^o1.

Rửa phần ete ở phễu chiết N^o1 có chứa các axit béo bằng dung dịch natri clorua 10% cho đến phản ứng trung tính (thử với metyla da cam).

Sau đó, lọc phần ete đã rửa qua giấy lọc — có khoảng 5 g natri sunfat khan, vào bình cầu đã cân. Dùng ete etylic rửa sạch phễu chiết N^o1 và giấy lọc. cất thu hồi ete etylic trên bếp cách thủy. Sau khi cất thu hồi ete, đem sấy bình cầu ở 70°C cho hết nước. Sau đó, lấy ra và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Đem cân bình cầu có chứa các axit béo với độ chính xác đến 0,001 g.

Quá trình sấy kết thúc, nếu hiệu số khối lượng giữa hai lần cân không chênh lệch quá 0,002 g.

2.2.3.4. Tính kết quả

Hàm lượng các axit béo (X_1), tính bằng phần trăm, theo công thức

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó :

G_1 — khối lượng còn lại trong bình sau khi sấy, tính bằng g ;

G — khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

2.2.4. Xác định hàm lượng kiềm tự do

2.2.4.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch axit clohidric đã biết nồng độ để chuẩn lượng kiềm tự do trong mẫu với chỉ thị fenolftalein.

2.2.4.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy

Bình nón, dung tích 250 ml

Cân phân tích

Microburet, dung tích 5 ml

Ống làm lạnh hồi lưu, dài 1 m

Axit clohidric, dung dịch 0,1 N và 0,01 N

Bari clorua trung tính dung dịch 10%

Fenolftalein, dung dịch 1% trong rượu etylic

Rượu etylic, dung dịch 75%.

2.2.4.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5 g xà phòng với độ chính xác đến 0,001 g trong bình nón, thêm vào 100 ml rượu etylic 75% (rượu đã được trung hòa bằng dung dịch natri hidroxit 0,01N với chỉ thị fenolftalein).

Nối bình nón với ống làm lạnh hồi lưu, đun trên bếp cách thủy cho đến lúc tan hết xà phòng, sau đó, thêm vào bình nón 25 ml dung dịch bari clorua 10% và tiếp tục đun nhẹ.

Không lọc kết tủa, vừa lắc, vừa dùng dung dịch axit clohidric 0,1N chuẩn với chỉ thị fenolftalein đến chuyển màu.

Trong trường hợp xà phòng có màu, phải tiến hành chuẩn độ theo mẫu so sánh.

2.2.4.4. *Tính kết quả*

Hàm lượng kiềm tự do (X_2), tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_2 = \frac{V \cdot K \cdot 0,004 \cdot 100}{G}$$

trong đó :

V — lượng dung dịch axit clohidric 0,1N tiêu tốn trong khi chuẩn, tính bằng ml ;

K — hệ số hiệu chỉnh dựa dung dịch axit clohidric về đúng 0,1N ;

0,004 — lượng kiềm tự do tương đương với 1ml dung dịch axit clohidric 0,1N, tính bằng g ;

G — khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả hai phép xác định song song.

Kết quả xác định được tính với độ chính xác đến 0,01%.

2.2.5. *Xác định hàm lượng natri silicat*

2.2.5.1 *Nguyên tắc*

Dùng axit clohidric phân hủy natri silicat để giải phóng axit silixic, sấy, nung và cân.

2.2.5.2. *Dụng cụ và thuốc thử*

Bát sứ, dung tích 250ml

Chén nung

Lò nung có nhiệt độ đến 1200°C

Đũa thủy tinh

Ống đong, dung tích 25 và 100 ml

Phiên lọc và giấy lọc định lượng không tàn

Tủ sấy

Axit clohidric đậm đặc ($d = 1,19$)

Metyla da cam, dung dịch 0,1%.

2.2.5.3. *Tiến hành thử*

Đem có phần dung dịch lấy được ở điều 2.2.3.3, trên bếp cách thủy cho đến khi còn khoảng 30 ml, thêm 15 ml axit clohidric đậm đặc ($d = 1,19$), khuấy và đun cho đến khô. Lặp lại quá trình này

2 lần và sấy kết tủa thu được trong tủ sấy ở nhiệt độ 120°C khoảng 30 phút. Hòa tan kết tủa sau khi sấy vào 25 ml nước cất đang sôi, lọc qua giấy lọc định lượng. Dùng nước cất nóng rửa sạch kết tủa. Sau đó, chuyển giấy lọc có kết tủa vào chén nung (đã nung và biết khối lượng). Đem nung từ từ đến 800 — 900°C và giữ ở nhiệt độ đó trong khoảng 1 giờ. Lặp lại quá trình nung (15 phút), làm nguội và cân đến khối lượng không đổi.

Chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,002 g được xem là đạt khối lượng không đổi.

2.2.5.4. Tinh kết quả

Hàm lượng silic dioxit (X_3), tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_3 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó :

G_1 — lượng cân sau khi nung, tính bằng g ;

G — lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

Chú thích. Nếu tính ra hàm lượng natri silicat phải nhân với hệ số 2,03 — hệ số tinh chuyển silic dioxit ra natri silicat.

2.2.6. Xác định hàm lượng natri cacbonat

2.2.6.1. Nguyên tắc

Dùng axit mạnh chuẩn tổng lượng bazơ có trong mẫu thử với chỉ thị fenolftalein và tính toán để xác định hàm lượng natri cacbonat.

2.2.6.2. Dụng cụ và hóa chất

Bếp cách thủy

Bình nón, dung tích 250 ml

Buret chia độ đến 0,1 ml

Ống làm lạnh hồi lưu

Axit clohidric, dung dịch 0,05 N

Fenolftalein, dung dịch 0.1% trong rượu etylic

Rượu etylic 75%.

2.2.6.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5 g xà phòng cần thử với độ chính xác đến 0,001 g, cho vào bình nón dung tích 250 ml ; thêm 100 ml rượu etylic 75%. Lắp ống làm lạnh hồi lưu vào bình nón, đun trên bếp cách thủy cho tan hết xà phòng. Sau khi hòa tan, làm nguội dung dịch vừa

dun đến nhiệt độ phòng, thêm 3 — 4 giọt dung dịch chỉ thị fenolftalein 0,1%, lắc đều. Dùng buret đựng dung dịch axit clohidric 0,05 N chuẩn cho đến lúc mất màu.

2.2.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng natri cacbonat (X_4), tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_4 = 2,65 \left(\frac{V \cdot N \cdot M \cdot 100}{1000 G} - X_2 \right)$$

trong đó :

V — lượng axit clohidric 0,05 N tiêu tốn trong phép chuẩn, tính bằng ml ;

N — nồng độ đương lượng của axit clohidric ;

M — đương lượng gam của natri hidroxit, tính bằng g ;

G — khối lượng mẫu thử, tính bằng g ;

X_2 — hàm lượng kiềm tự do, tính bằng %, được xác định theo điều 2.2.4 ;

2,65 — hệ số chuyển từ natri hidroxit ra natri cacbonat.

2.2.7. Xác định tổng hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa và các chất béo chưa xà phòng hóa

2.2.7.1. Nguyên tắc

Dùng ete petrola tách các chất hữu cơ và các chất béo không bị xà phòng hóa trong xà phòng, sấy và cân.

2.2.7.2. Dụng cụ và thuốc thử

Ống đong, dung tích 100 ml

Phễu chiết, dung tích 500 ml

Tủ sấy

Ete petrola, phần sôi trong khoảng 35 — 50°C.

Natri sunfat khan

Rượu etylic, dung dịch 60%

Fenolftalein, dung dịch 0,1% trong rượu etylic.

2.2.7.3. Tiến hành thử

Cân 10 — 15 g mẫu xà phòng với độ chính xác đến 0,001 g. Hòa tan lượng cân vào 75 — 100 ml rượu etylic 60%. Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết N^o1. Dùng rượu etylic 60% tráng cốc, đổ rượu tráng cốc vào phễu chiết N^o1. Thêm vào phễu chiết N^o1 50 ml ete petrola,

lắc thật mạnh, để yên, tháo lớp dưới vào phễu chiết N^o2 và lại xử lý tiếp với 50 ml ete petrola nữa. Sau khi tách rượu, chuyển phần ete petrola vào phễu chiết N^o1. Dùng nước cất rửa phần ete petrola trong phễu chiết N^o1 cho đến khi sạch xà phòng (nước rửa đem pha loãng và đun nóng nếu không xuất hiện màu hồng với chỉ thị fenolftalein là được).

Lọc phần ete petrola sau khi rửa qua phễu có 5 g natri sunfat khan vào bình cầu đã biết khối lượng. Dùng ete petrola rửa sạch phễu chiết N^o1. Gộp các phần rửa này vào bình cầu.

Đem cất thu hồi ete petrola trên bếp cách thủy. Sấy phần còn lại trong bình cầu ở nhiệt độ 73 — 75^oC cho đến khối lượng không đổi.

Quá trình sấy kết thúc nếu hiệu số khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,002 g.

2.2.7.4. Tinh kết quả

Tổng hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa và các chất béo chưa xà phòng hóa so với xà phòng (X₅), tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_5 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó :

G₁ — lượng cân còn lại trong bình cầu sau khi sấy, tính bằng g ;

G — lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

Chú thích. Sau khi cân phải giữ bình cầu có lượng cân lại để xác định hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa theo điều 2.2.8.

2.2.8. Xác định hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa

2.2.8.1. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy

Bình cầu đáy bằng, dung tích 250 ml

Buret, dung tích 25 ml

Cân phân tích

Ống làm lạnh hồi lưu, dài 1 m

Phễu chiết, dung tích 250 và 500 ml

Tủ sấy

Ete petrola, phần sôi trong khoảng 35^o — 50^oC

Kali hidroxit, dung dịch 0,5 N trong rượu etylic.

2.2.8.2. Tiến hành thử

Hòa tan cặn lấy ở điều 2.2.7 vào 25 ml dung dịch kali hidroxit 0,5N trong rượu. Nối bình cầu với ống làm lạnh hồi lưu, đem đun trên bếp cách thủy 1 giờ. Chuyển dung dịch xà phòng thu được vào phễu chiết N^o1. Dùng 25 ml ete petrola trắng bình cho sạch. Sau khi tráng, gộp phần ete petrola vào phễu chiết N^o1. Quay tròn phễu chiết nhiều lần, để yên cho phân làm 2 lớp. Tháo lớp dưới sang phễu chiết N^o2 và lại xử lý với 25 ml ete petrola nữa. Khi đã phân làm 2 lớp, tháo bỏ lớp dưới, chuyển phần ete petrola sang phễu chiết N^o1. Dùng 25 ml ete petrola trắng phễu chiết N^o2 và gộp vào phễu chiết N^o1. Chuyển hết phần ete petrola thu được ở phễu chiết N^o1 vào bình cầu đã biết khối lượng, đem cất thu hồi ete petrola trên bếp cách thủy. Sau đó, sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 73 — 75°C cho đến khối lượng không đổi.

2.2.8.3. Tinh kết quả

Hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa so với xà phòng (X₆), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_6 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó :

- G₁ — lượng cân còn lại trong bình cầu sau khi sấy, tính bằng g ;
- G — lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

2.2.9. Xác định hàm lượng các chất béo chưa xà phòng hóa

Hàm lượng các chất béo (dầu mỡ động thực vật) chưa xà phòng hóa so với xà phòng (X₇), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_7 = X_5 - X_6.$$

X₅ và X₆ — xem các công thức trên.

2.2.10. Xác định nhiệt độ đông đặc của các axit béo tách ra từ xà phòng

2.2.10.1. Dụng cụ và thuốc thử

Dụng cụ xác định nhiệt độ đông đặc — dụng cụ Von-bai

Đồng hồ bấm giây

Ống xi phông

Tủ sấy

Axit clohidric, dung dịch 30%

Metyla da cam, dung dịch 0,1%.

2.2.10.2. Chuẩn bị axit béo

Dùng cân kỹ thuật cân một lượng xà phòng để thu được 30 g axit béo. Hòa tan lượng cân vào 400 ml nước cất nóng. Dùng axit clohidric 30% phân hủy xà phòng với 2 — 3 giọt chỉ thị metyla da cam cho tới khi toàn bộ dung dịch có màu hồng thì dừng lại.

Đun nóng dung dịch trên bếp cách thủy 15 — 20 phút. Dùng ống xi phông rút lớp dung dịch axit ra. Sau đó, dùng nước cất nóng rửa phần axit béo cho đến phản ứng trung tính (thử nước rửa với chỉ thị metyla da cam).

Sau khi rửa, chuyển toàn bộ lượng axit béo sang một cốc khô khác và đem sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ đông đặc của các axit béo từ 10 — 15°C. Khi các axit béo đã nóng chảy, tiến hành lọc các axit béo qua giấy lọc vào một cốc khô khác.

Một phần axit béo được giữ lại để xác định chỉ số iot theo điều 2.2.12.

2.2.10.3. Tiến hành thử

Cho axit béo vào dụng cụ xác định nhiệt độ đông đặc, đặt trong tủ sấy, sao cho mức axit béo không đến vít của dụng cụ mà cách khoảng 1,5 — 2,0 cm. Lấy dụng cụ ra khỏi tủ sấy, dùng nút — có cắm nhiệt kế ở giữa — đậy lại. Hạ nhiệt kế xuống gần đáy và dùng nhiệt kế khuấy axit béo cho đến khi xuất hiện vân đục. Nâng nhiệt kế lên, sao cho bầu thủy ngân của nhiệt kế ở giữa khối axit béo. Đặt dụng cụ lên bàn, cứ sau 30 giây ghi lấy sự biến đổi nhiệt độ một lần. Lúc đầu nhiệt độ giảm xuống, sau đó, giữ nguyên một thời gian hay tăng một chút rồi giữ nguyên trong suốt thời gian đông đặc và lại hạ thấp dần.

Ghi nhiệt độ cao nhất giữ nguyên trong suốt thời gian các axit béo đông đặc lại. Nhiệt độ này được xem là nhiệt độ đông đặc.

Lặp lại thí nghiệm trên, nếu kết quả của các phép xác định song song không chênh nhau quá 0,4°C là được.

2.2.11. Xác định hàm lượng natri clorua

2.2.11.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch bạc nitrat đã biết nồng độ chuẩn lượng clorua trong mẫu với chỉ thị kali cromat.

2.2.11.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy

Bình nón, dung tích 500 và 1 000 ml

Cốc thủy tinh, dung tích 500 ml

Axit sunfuric, dung dịch 1 N

Bạc nitrat, dung dịch 0,1 N

Canxi cacbonat tinh thể

Magie nitrat, dung dịch 20%

Kali cromat, dung dịch 5%.

2.2.11.3. Chuẩn bị dung dịch chỉ thị kali cromat

Cân 5 g kali cromat, hòa tan trong 30 ml nước cất nóng, để nguội, thêm dung dịch bạc nitrat 0,1 N vào cho đến lúc tạo thành kết tủa đỏ nhạt. Sau đó, lọc kết tủa và dùng nước cất pha loãng dịch lọc đến 100 ml.

2.2.11.4. Tiến hành thử

Cân khoảng 5 g mẫu với độ chính xác đến 0,001 g trong cốc thủy tinh, thêm vào 300 ml nước cất và đun trên bếp cách thủy cho tan hoàn toàn mẫu.

Làm nguội dung dịch trong cốc, đồng thời thêm khoảng 25 ml dung dịch magie nitrat 20% (cho dư) để chuyển thành xà phòng không tan, dùng đũa thủy tinh khuấy đều, để yên và lọc vào bình nón. Rửa kết tủa trên giấy lọc bằng nước cất cho đến hết ion clo (nước rửa thử với dung dịch bạc nitrat — không vẩn đục).

Làm nguội dung dịch trong bình nón đến nhiệt độ phòng và trung hòa bằng dung dịch axit sunfuric 1 N với chỉ thị fenolftalein (lượng dư axit sunfuric không quá 1 giọt). Sau đó, cứ 100 ml dung dịch trên thêm vào 1 ml dung dịch chỉ thị kali cromat và dùng dung dịch bạc nitrat 0,1 N chuẩn cho đến khi xuất hiện màu đỏ gạch bền vững.

Đồng thời tiến hành một phép xác định mẫu trắng. Muốn vậy, cho vào một bình nón khác 300 ml nước cất, 25 ml dung dịch magie nitrat 20%, một lượng nước cất đúng bằng lượng nước cất rửa mẫu thử và thêm chỉ thị fenolftalein. Sau đó, vừa lắc vừa thêm từ từ một lượng canxi cacbonat vào cho đến lúc dung dịch cũng vẩn đục như khi chuẩn mẫu thử. Tiếp tục dùng dung dịch bạc nitrat 0,1 N chuẩn cho đến lúc xuất hiện màu đỏ gạch như khi chuẩn mẫu thử.

2.2.11.5. *Tinh kết quả*

Hàm lượng natri clorua (X_8), tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_8 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,005845}{G} \cdot 100,$$

trong đó :

V — lượng dung dịch bạc nitrat 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

V_1 — lượng dung dịch bạc nitrat 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng ml;

K — hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch bạc nitrat về đúng 0,1 N;

G — lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g;

0,005845 — lượng natri clorua tương đương với 1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của các kết quả xác định song song.

2.2.12. *Xác định chỉ số iot của các axit béo lấy ra từ xà phòng (phương pháp Caujman)*

2.2.12.1. *Nguyên tắc*

Cho các axit béo chưa no thực hiện phản ứng kết hợp với một lượng brom dư. Dùng kali iodua và natri thiosunfat xác định lượng brom dư.

Làm một thí nghiệm trắng trong cùng những điều kiện trên. Từ những kết quả thu được, suy ra chỉ số iot của các axit béo lấy ra từ xà phòng.

2.2.12.2. *Dụng cụ và thuốc thử*

Bình cầu, dung tích 500 ml

Bình nón có nút mài, dung tích 500 ml

Buret, dung tích 25 — 50 ml

Pipet, dung tích 5 và 10 ml

Brom

Clorofom

Kali iodua, dung dịch 10%

Metanola

Natri bromua, tinh thể

Natri thiosunfat, dung dịch 0,1 N

Hồ tinh bột, dung dịch 1%.

2.2.12.3. Chuẩn bị dung dịch natri bromua — brom trong metanola

Hòa tan 140 g natri bromua (đã sấy ở 130°C) vào một lít metanola ở nhiệt độ phòng và lắc định kỳ. Sau đó, để yên dung dịch 24 giờ cho bão hòa. Cứ một lít dung dịch natri bromua — metanola ở trên thêm vào 5,2 ml brom. Phải 10 — 15 phút sau khi thêm brom mới được sử dụng.

2.2.12.4. Tiến hành thử

Cân 0,3 — 0,4 g các axit béo (mẫu lấy ở điều 2.2.10) với độ chính xác đến 0,001 g trong bình nón, dung tích 500 ml có nút mài.

Trước khi lấy lượng cân, phải trộn thật đều các axit béo. Thêm vào lượng cân 10 ml clorofom và lắc đều cho tan hết mẫu trong bình nón.

Rót 20 ml dung dịch natri bromua — brom — metanola đã được chuẩn bị trước từ buret vào bình trên. Lắc đều lượng chứa trong bình nón và đặt vào chỗ tối ở nhiệt độ phòng trong 30 phút. Sau đó, thêm vào bình nón 15 ml dung dịch kali iodua 10% và lắc đều. Dùng dung dịch natri thiosunfat 0,1 N. chuẩn cho đến lúc dung dịch có màu vàng nhạt, thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột 1% — lúc này dung dịch có màu xanh đen, tiếp tục chuẩn cho đến mất màu hoàn toàn.

Làm một thí nghiệm trắng trong cùng những điều kiện trên.

2.2.12.5. Tính kết quả

Chỉ số iot (X_9), tính bằng số gam iot trong 100 g axit béo theo công thức:

$$X_9 = \frac{0,01269 \cdot K \cdot (V_1 - V_2)}{G} \cdot 100,$$

trong đó:

V_1 — lượng dung dịch natri thiosunfat 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng ml;

V_2 — lượng dung dịch natri thiosunfat 0,1 N tiêu tốn trong khi chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

0,01269 — lượng iot tương đương với 1 ml dung dịch natri thiosunfat 0,1 N, tính bằng g;

K — hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch natri thiosunfat về đúng 0,1 N;

G — lượng mẫu các axit béo đem phân tích, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả các phép xác định song song.

Chênh lệch giữa các kết quả không được vượt quá 1 g iot.

2.2.13. Xác định thể tích ban đầu của bột

2.2.13.1. Dụng cụ

Cân phân tích

Cốc thủy tinh, dung tích 1 000 ml

Chổi khuấy

Đũa thủy tinh

Ống đong hình trụ, dung tích 250 và 1 000 ml.

2.2.13.2. Chuẩn bị nước có 10⁰ cứng (độ Đức) bằng cách sau : hòa tan 0,1732 g canxi clorua khan và 0,0546 g magie sunfat (MgSO₄ . 7H₂O) vào 1 lit nước cất.

2.2.13.3. Chuẩn bị dung dịch xà phòng

Cân 5 g xà phòng với độ chính xác đến 0,01 g. Hòa tan lượng cân trên vào 500 — 600 ml nước có 10⁰ cứng, đun nóng đến 80⁰C.

Sau khi làm nguội dung dịch, đổ thêm nước có 10⁰ cứng cho đến 1 000 ml và dùng đũa thủy tinh khuấy đều. Dung dịch thử của xà phòng tắm phải có nhiệt độ 20⁰C ; dung dịch thử của xà phòng giặt có nhiệt độ 50⁰C.

2.2.13.4. Tiến hành thử

Dùng ống đong lấy 250 ml dung dịch xà phòng, cho vào ống đong dung tích 1 000 ml. Cho chổi khuấy vào ống đong chứa dung dịch xà phòng, khuấy đều dung dịch xà phòng theo chiều lên xuống (chiều thẳng đứng của ống đong) với tốc độ 80 lần/phút.

Lặp lại thí nghiệm trên 2 lần nữa, mỗi lần với 250 ml dung dịch xà phòng mới.

Thể tích bọt ban đầu là hiệu số giữa thể tích của dung dịch xà phòng và bọt với thể tích dung dịch xà phòng, tính bằng ml.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả ba lần xác định.