

M



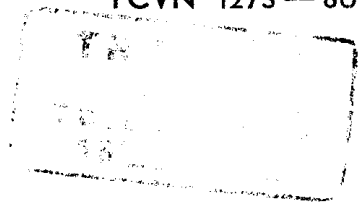
CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

RƯỢU MÙI

PHƯƠNG PHÁP THỬ

TCVN 1273 — 86



HÀ NỘI

Cơ quan biên soạn:

Cục kiểm nghiệm hàng hóa
Bộ ngoại thương

Cơ quan đề nghị ban hành:

Bộ ngoại thương

Cơ quan trình duyệt:

Tổng cục Tiêu chuẩn — Đo lường — Chất lượng
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số: 263/QĐ ngày 10 tháng 4 năm 1986

<p>RƯỢU MÙI</p> <p>Phương pháp thử</p>		<p>TCVN 1273 - 86</p>
<p>Ликер. Методы испытани</p>	<p>Liquor Test methods</p>	<p>Có hiệu lực từ 1-1-1987</p>

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1273 - 72.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại rượu mùi (rượu cam, chanh, cà phê, thanh mai...), quy định cách lấy mẫu, phương pháp thử các chỉ tiêu sau;

- Cảm quan (dạng bên ngoài, màu sắc, mùi và vị);
- Thể tích rượu trong chai;
- Hàm lượng etanola;
- Hàm lượng axit;
- Hàm lượng đường.

1. LẤY MẪU

Theo TCVN 378 - 86.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Xác định dạng bên ngoài

Theo TCVN 378 - 86.

2.2. Xác định màu sắc và độ trong

Rót 100 ml rượu vào ống thủy tinh không màu dung tích 150l. Dem quan sát màu của rượu và sự vẩn đục của rượu trong ánh sáng thường, trên nền trắng.

2.3. Xác định mùi vị

Theo TCVN 378 - 86.

2.4. Xác định thể tích rượu trong chai

Theo TCVN 378 - 86.

2.5. Xác định hàm lượng rượu Etanola

Chuẩn bị mẫu

Dùng bình định mức lấy chính xác 500 ml hoặc 250 ml rượu ở 20°C (tùy theo loại rượu kể), rót cẩn thận vào bình cầu của bộ cất rượu. Lấy khoảng 100 ml nước cất, tráng rửa bình định mức vài lần để chuyển vào bình cầu. Lắp hệ thống cất, hứng dịch cất vào bình định mức vừa tráng nói trên, trong bình này chứa sẵn 50 ml nước cất. Sau khi cất được $\frac{3}{4}$ bình hứng và nhiệt độ hơi cất đạt 100°C thì ngừng cất thêm nước cất đến vạch mức rồi giữ ở nhiệt độ 20°C trong 36 phút. Sau đó thêm nước cất đến vạch, lắc đều rồi tiếp tục tiến hành theo TCVN 378 - 86.

2.6. Xác định hàm lượng axit

2.6.1. Phương pháp hóa học

2.6.1.1. Dụng cụ và thuốc thử.

Burét, dung tích 10 ml, khắc vạch 0,05 ml ;

Pipét, dung tích 10 ml ;

Bình nón, dung tích 250 ml ;

Natri hidroxít, dung dịch 0,1 N ;

Bromtimola xanh, dung dịch 0,1 % trong rượu 20°.

2.6.1.2. Tiến hành thử

Dùng pipét hút 10 ml rượu mẫu, cho vào bình nón, dùng nước cất mới đun sôi để nguội pha loãng (đối với rượu mẫu nhạt, cho 30 ml nước, đối với rượu mẫu đậm, cho 100 ml). Thêm vào bình nón 3 - 5 giọt dung dịch bromtimola xanh, lắc đều. Ngay sau đó dùng natri hidroxít 0,1N đựng trong burét, chuẩn đến khi chuyển màu và bền trong 30 giây.

2.6.1.3. Tính kết quả

Hàm lượng axit (X_1) chuyển ra axit xitric tính bằng g/l rượu theo công thức :

$$X_1 = \frac{V \cdot 70 \cdot 0,1 \cdot 1000}{10 \cdot 1000} = 0,7 V$$

trong đó :

V — thể tích dung dịch natri hidroxít 0,1N tiêu tốn khi chuẩn, ml ;

70 — phần tư lượng axit xitric, g;

0,1 — nồng độ của NaOH;

1000 — hệ số chuyển ra g/l

2.6.2. Phương pháp dùng pH met

Phương pháp này áp dụng cho các loại rượu có màu đậm khó nhận biết sự chuyển màu của chỉ thị.

2.6.2.1. Dụng cụ và thuốc thử.

Buret, dung tích 10 ml, khắc vạch 0,05 ml;

pH mét;

Natri hidroxit, dung dịch 0,1 N.

2.6.2.1. Tiến hành thử

Lấy chính xác 10 ml rượu cho vào cốc, dung tích 100 ml thêm 50 ml nước cất (đã đun sôi và để nguội). Sau đó dùng dung dịch natri hidroxit 0,1 N vừa nhỏ giọt vừa khuấy và đo pH của dung dịch. Việc chuyển độ kết thúc ở $pH = 7$.

2.6.2.3. Tính kết quả theo điều 2.6.1.3.

2.7. Xác định hàm lượng đường sacarô

2.7.1. Phương pháp Bectrăng (phương pháp trọng tài).

2.7.1.1. Dụng cụ và thuốc thử

Bơm hút chân không;

Bình hút lọc chân không;

Buret, dung tích 25 ml, khắc vạch 0,1 ml;

Chén lọc xốp G_4 ;

Axit clohidric, dung dịch 5%;

Chi axetat, dung dịch 30%;

Dinatri photphat, dung dịch 20%;

Natri hidroxit, dung dịch 1% và 20%.

Thuốc thử Felin A : hòa tan 40g đồng sunfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) vào nước cất và pha loãng đến 1 lít.

Thuốc thử Felin B; hòa tan 200g kali-natri tetrat vào 500 — 600 ml nước cất, cho thêm 150g natri hidroxit, đã hòa tan vào 200 — 300 ml nước cất, lắc đều và thêm nước cất đến 1 lít.

Dung dịch sắt (III) sunfat $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ hòa tan 50g sắt sunfat vào một lượng nước đủ để tan thêm 100ml axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$) để nguội và thêm nước cất đến 1l. Dung dịch này không được chứa sắt II. Để

oxyhóa sắt II dùng dung dịch kali pemanganat 0,1 N cho vào dung dịch sắt III đến khi có màu hồng nhạt.

Có thể thay dung dịch sắt III sunfat bằng dung dịch sắt amoni-sunfat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ chuẩn bị như sau: hòa tan sắt amoni sunfat vào nước cho đến bão hòa, đem lọc, thêm 25 ml axit sunfuric ($d = 1,84$), để nguội và thêm nước cất đến 1 l, cũng dùng dung dịch kali pemanganat để oxy hóa sắt II như trên.

Kali pemanganat, dung dịch 0,1 N: hòa tan 3,2 g kali pemanganat vào 100 ml nước cất nóng khuấy cho tan hết, thêm nước cất đến 1 l. Dùng dung dịch trong bình mẫu nâu. Sau một tuần, đem dung dịch ra xác định lại nồng độ và tiến hành như sau:

Cân chính xác 0,25 - 0,30 g natri oxalat tinh khiết đã sấy khô ở nhiệt độ $105 - 110^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Hòa tan lượng cân vào 100 ml nước cất trong bình nón, thêm 10 ml axit sunfuric (1:4). Sau đó đem đun đến $60 - 80^\circ\text{C}$. Nhỏ dung dịch kali pemanganat đựng trong buret xuống dung dịch natri oxalat. Trong khi nhỏ kali pemanganat phải lắc đều bình cho đến lúc dung dịch có màu hồng nhạt.

Nồng độ (N) của dung dịch kali pemanganat xác định theo công thức:

$$N = \frac{G}{V \cdot M}$$

trong đó:

G - lượng cân của natri oxalat, mg;

M - đương lượng gam của natri oxalat (67), g;

V - lượng kali pemanganat tiêu tốn khi chuẩn, ml.

Chỉ thị fenolftalein dung dịch 1 % pha trong rượu 70° .

2.7.1.2. Tiến hành thử

Dùng pipet hút 10 ml rượu mẫu, cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 30 ml nước cất và 8 ml dung dịch axit clohidric 5%; cắm nhiệt kế ($0 - 100^\circ\text{C}$) vào bình. Đun dung dịch trên bếp cách thủy 80°C và giữ trong 5 phút. Chú ý lắc bình trong khoảng thời gian đó (đối với rượu Thanh mai, trước khi thủy phân phải kết tủa tạp chất. Sau khi thủy phân, làm nguội nhanh

và dùng dung dịch natri hidroxít 20 % trung hòa trước, sau đó dùng dung dịch natri hidroxít 1% trung hòa theo chỉ thị fenolftalein. Làm xút nguội đến nhiệt độ phòng, chuyển toàn bộ dung dịch sang bình định mức dung tích 250 ml. Dùng nước cất trắng bình nón, rót nước trắng vào bình định mức, sau đó thêm nước cất cho đến 250 ml lắc đều.

Hút chính xác 5ml dung dịch trên (có thể lấy số ml tương ứng với 10 — 100 mg đường) cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch Felin A, 20 ml dung dịch Felin B, thêm nước cất đến 60 ml. Đem đun trên bếp điện cho đến sôi và để sôi trong 3 phút. Lấy bình ra, để nghiêng bình cho cạn đồng (I) oxít lắng xuống một phía. Khi kết tủa lắng hết, gạt phần nước bên trên sang phễu lọc G₄, cắm xuyên qua nút cao su của một bình lọc hút có nhánh đã nối liền máy hút chân không. Cho nước đun sôi vào bình nón và tiếp tục gạt lọc cho đến khi nước trong bình nón hết màu xanh. Trong quá trình gạt lọc, chú ý tránh kết tủa đi xuống phễu và luôn luôn giữ 1 lớp nước đã đun sôi trên mặt kết tủa trong bình nón và phễu (nếu có). Sau lần gạt cuối cùng, dùng ống đong cho vào bình nón một lượng dung dịch sắt III sunfat để hòa tan kết tủa đồng I oxít. Thay bình lọc mới, đồng thời cho luôn dung dịch sắt III sunfat vào phễu lọc để hòa tan kết tủa đồng I oxít trên bề mặt phễu, tổng số lượng dung dịch sắt III sunfat để hòa tan kết tủa là 40 ml. Tiếp tục lọc hút chân không, cho thêm nước cất đun sôi trắng phễu lọc thật sạch và cũng lọc hút xuống bình. Tất cả lượng dung dịch trong bình nón cũng trắng vào bình lọc hút.

Lấy bình lọc hút ra, dùng dung dịch kali pemanganat 0,1 N chuẩn cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền.

2.7.1.3. Tính kết quả

Hàm lượng đường, (X₂) tính bằng g/l theo công thức:

$$X_2 = \frac{250 \cdot 1000 \cdot 0,950 \cdot B}{5 \cdot 10 \cdot 1000} = 5 \cdot 0,95B,$$

trong đó:

250 — lượng dung dịch sau khi pha loãng, ml;

1000 — tính chuyển ra gam;

5 - lượng dung dịch lấy để phân tích, ml;

10 - lượng dung dịch mẫu chưa pha loãng, lấy để pha loãng, ml;

1000 - tính chuyển ra lít;

0,95 - hệ số đổi đường chuyển hóa ra đường Sacarô;

B - lượng đường hút được theo số mg đồng (a), bằng cách tra bảng Béc-trăng (xem Phụ lục). a được tính theo công thức:

$$a = \frac{N \cdot V \cdot 6,36}{0,1} = N \cdot V \cdot 63,6$$

trong đó:

N - nồng độ đương lượng của dung dịch kali pemanganat;

V - lượng kali pemanganat dùng để chuẩn mẫu thử, ml;

6,36 - số ml đường tương ứng với 1 ml dung dịch kali pemanganat 0,1N.

2.7.2. Phương pháp metylen xanh

2.7.2.1. Dụng cụ và thuốc thử

Bình nón, dung tích 250 ml;

Bình định mức, dung tích 100, 150 ml;

Pipet, dung tích 5; 10 ml;

Dung dịch felin A và B:

A - hòa tan 69,38g CuSO_4 mới tinh chế lại vào nước cất trong bình định mức 1l, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

B - hòa tan 361,0g kali natri tetrat vào 500ml nước cất trong bình định mức dung tích 1l, thêm 103,2g natri hidroxit để hòa tan trong nước cất, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Dung dịch metylen xanh 1%. Hòa tan 1g metylen xanh vào 100 ml nước cất.

Xác định độ chuẩn của hỗn hợp felin A và B. Nghiền đường sacarô nguyên chất thành bột, sấy khô trong bình hút ẩm chứa canxi clorua khan trong khoảng 2 - 3 ngày. Cân 2 - 2,5g bột đường trên cân phân tích. Hòa tan lượng cân vào 50 ml nước cất và rót chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml. Tráng lại cốc và cho nước tráng vào bình định mức. Thêm 3 ml axit clohidric

($d = 1,19$) và tiến hành chuyển hóa. Cắm vào bình một nhiệt kế ($0 - 100^{\circ}\text{C}$), đun dung dịch trên bếp cách thủy $68 - 70^{\circ}\text{C}$ và giữ ở nhiệt độ này trong 5 phút sau đó lấy bình ra làm nguội và dùng dung dịch natri hidroxit 10 % trung hòa theo chỉ thị fenolf-talein, thêm nước đến đủ 250 ml.

Dự kiểm: Lấy chính xác 10 ml felin A và 10 ml felin B cho vào bình nón dung tích 250 ml đun sôi và vẫn giữ trên bếp cẩn thận, và từ từ giở dung dịch đường vào bình nón cho đến khi màu xanh của hỗn hợp đang sôi hầu như mất đi hoàn toàn. Thêm vào 1 giọt metylen xanh 1 % vẫn tiếp tục đun sôi và lại thêm từng giọt dung dịch đường vào cho đến khi dung dịch đang sôi có kết tủa màu đỏ.

Xác định chính thức trên mẫu thí nghiệm. Cũng tiến hành như trên, nhưng khi hỗn hợp felin sôi, cho nhanh một lượng dung dịch đường ít hơn lần xác định dự kiểm 0,5 - 1 ml. Giữ hỗn hợp trong bình nón sôi trong 2 phút và vẫn để trên bếp, thêm 3 - 5 giọt metylen xanh và tiếp tục giở dung dịch đường cho tới khi màu xanh của dung dịch mất đi và hỗn hợp có kết tủa màu đỏ.

Lấy kết quả của 3 lần xác định, chênh nhau không quá 0,2 ml để xác định độ chuẩn T. Độ chuẩn T xác định theo công thức sau:

$$T = \frac{V \cdot g}{250} ,$$

trong đó:

V — lượng dung dịch đường để chuẩn độ, ml;

g — khối lượng đường, g;

250 — dung tích bình, ml.

Xác định hàm lượng đường trong rượu thử:

Chuẩn bị một dung dịch đường 0,7 - 1 %

Hút 20 ml rượu mẫu, cho vào bình định mức 100 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều (đối với rượu Thanh mai trước khi định mức phải kết tủa tạp chất).

Lấy 25 ml rượu ở bình định mức, cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 25 ml nước cất, 5 ml axit clohidric

(d = 1,19) rồi tiến hành chuyển hóa như trên. Sau khi chuyển hóa, làm lạnh nhanh, trung hòa, thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều.

2.7.2.2. Tiến hành thử

Tiến hành như dự kiểm và xác định chính thức trên mẫu thí nghiệm.

2.7.2.3. Tính kết quả

Hàm lượng sacarô (X) tính bằng g/l rượu mẫu, theo công thức:

$$X = \frac{T \cdot 1000 \cdot A}{V} ,$$

trong đó :

T — độ chuẩn của hỗn hợp felin A và B;

A — hệ số pha loãng (20);

V — lượng dung dịch đường tiêu tốn khi chuẩn, ml.

PHỤ LỤC CỦA TCVN 1273 - 86

1. Đối với những loại rượu có đường với lượng khác nhau lấy số ml rượu để pha loãng như trong bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng đường tính bằng (g) trong 100 ml	Lượng rượu nghiên cứu (ml)	Dung tích bình định mức (ml)
Đến 5		
Từ 6 đến 12	20	50
— 15 — 24	20	100
— 25 — 30	25	200
— 35 — 50	10	100
— 50 — 60	20	250

2. Bảng xác định hàm lượng đường chuyển hóa. Dung dịch thí nghiệm chứa từ 10 đến 100 mg đường chuyển hóa.

mg

Bảng 2

Hàm lượng đường chuyển hóa	Lượng đồng	Hàm lượng đường chuyển hóa	Lượng đồng	Hàm lượng đường chuyển hóa	Lượng đồng
1	2	3	4	5	6
10	20,6	16	32,5	22	44,2
11	22,6	17	34,5	23	46,1
12	6	18	36,4	24	48,0
13	6,5	19	38,4	25	49,8
14	28,5	20	40,4	26	51,7
15	30,5	21	43,3	27	53,6

(Tiếp bảng 2)

1	2	3	4	5	6
28	55,5	53	100,6	78	142,1
29	57,4	54	102,3	79	143,7
30	59,3	55	104,0	80	145,3
31	61,1	56	105,7	81	146,9
32	63,0	57	107,4	82	148,5
33	64,8	58	109,2	83	150,0
34	66,7	59	110,9	84	151,5
35	68,5	60	112,6	85	153,2
36	70,3	61	114,3	86	154,8
37	72,2	62	115,9	87	156,4
38	74,0	63	117,6	88	157,9
39	75,9	64	119,2	89	159,5
40	77,7	65	120,9	90	161,1
41	79,5	66	122,6	91	162,6
42	81,2	67	124,2	92	164,2
43	83,0	68	125,9	93	165,7
44	84,8	69	127,5	94	167,3
45	86,5	70	129,2	95	168,8
46	88,3	71	130,8	96	170,3
47	90,1	72	132,4	97	171,9
48	91,9	73	134,0	98	173,4
49	93,6	74	135,6	99	175,0
50	95,4	75	137,2	100	176,5
51	97,1	76	138,9		
52	98,3	77	140,5		