

ĐỒ HỘP RAU QUẢ		! TCVN 4716-89 !
Phương pháp xác định hàm lượng etanola		! (ST SEV !
		! 3011-81) !
! Консервы плодов и овощей.	Canned fruits and vegetables	! Có hiệu lực !
! Определение содержания этилового спирта.	Determination of ethylic alcohol content	! từ !
		! 01/01/1990 !
		! !

Tiêu chuẩn này phù hợp với ST SEV 3011-81.

1. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

Chung cất thu etanola trong sản phẩm, oxy hoá nó bằng kali bicromat trong môi trường axit, sau đó chuẩn lượng kali bicromat dư bằng dung dịch sắt amonisunfat với fero-0-fenan-trolin hoặc difenylamin làm chỉ thị.

2. LẤY MẪU theo TCVN 4409-87. Chuẩn bị mẫu theo TCVN 4413-87.

3. DỤNG CỤ, HOÁ CHẤT.

Bộ cất cầu

Cân phân tích chính xác đến 0,0001 g,

Bình định mức, dung tích 100 ml,

Bình tam giác nút mài 250 ml,

Đá bọt,

Giấy đo pH,

Axit sunfuric $d = 1,84$ và $d = 1,48$,

H_2SO_4 $d = 1,48$ pha như sau : đổ từ từ 500 ml H_2SO_4 $d = 1,84$ vào 500 ml nước cất, khuấy đều, làm nguội, chuyển vào bình mức 1000 ml và thêm nước đến vạch mức.

Canxi hydroxyt pH = 8 : hoà 110 - 112 g canxi hydroxyt vào 1000 ml nước.

Kali bicromat : cân chính xác 42,572 g $K_2Cr_2O_7$, hoà tan vào nước, chuyển vào bình định mức và thêm nước đến vạch mức, 1 ml dung dịch này tương đương với 0,01g etanola,

Sắt amoni sunfat: hoà tan 170,2 g $Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ vào nước, thêm 20 ml axit sunfuric d = 1,84 chuyển vào bình mức 1000 ml, thêm nước đến vạch, 2 ml dung dịch này tương đương với 1 ml dung dịch kali bicromat. Dung dịch được pha chế hàng ngày hoặc được ổn định bằng cách thêm vài miếng nhôm,

Fero-o-fenantrolin : cân chính xác 0,695 g $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 7H_2O$ vào 100 ml nước cất, thêm 1,485 g fero-o-fenantrolin, đun nóng dung dịch. Dung dịch phải có màu hồng.

Difenylamin : hoà tan 1,0 g $C_{12}H_{11}N$ vào 58,6 ml H_3PO_4 85%.

4. TIẾN HÀNH THỬ

Bộ cất phải tuyệt đối kín, cân từ 5 - 30 g mẫu đặc hoặc 10 - 50 ml mẫu lỏng, chuyển toàn bộ vào bình cầu cất. Tráng cốc cân bằng nước cất và thêm nước cất vào bình cầu sao cho tổng số lượng nước là 150 ml. Kiểm hoá dung dịch trong bình cầu bằng canxi hydroxyt, thử bằng giấy đo pH. Thêm vào bình mấy viên đá bọt. Thêm vào bình định mức húng dung dịch cất 10 ml nước cất, lắp vào ống sinh hàn để đầu ống ngập trong nước. Đun bình cầu cất cho sôi đều. Bình húng dịch cất phải duy trì ở nhiệt độ $150 \pm 20^\circ C$. Khi dịch cất đạt gần đến vạch mức, lấy bình ra, thêm nước đến vạch mức, lắc đều, để ở $20^\circ C$. Hút 20 ml dung dịch kali bicromat

chuyển vào bình tam giác nút mài thêm 20 ml axit sunfuric $d = 1,48$, trộn đều. Thêm 10 ml dịch cất. Đậy bình, lắc kỹ, để 30 phút, thỉnh thoảng lắc hỗn hợp. Hỗn hợp thu được không được chuyển màu xanh (do dung dịch có quá nhiều etanola). Trong trường hợp này cần lấy lượng dịch cất ít hơn.

Chuẩn dung dịch đã oxy hoá bằng dung dịch sắt amoniusunfat. Lắc đều tới khi dung dịch xuất hiện màu xanh. Thêm 4 giọt dung dịch fero-o-fenantrolin hoặc 2 giọt difenylamin rồi tiếp tục chuẩn bằng dung dịch sắt amoni sunfat cho đến khi dung dịch chuyển màu : với fero -o- fenantrolin từ màu xanh sang màu gạch với difenylamin từ màu xanh lá cây sang màu xanh da trời.

Cần chuẩn độ màu trắng với các điều kiện tương ứng.

5. TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng etanola (X_1) tính bằng %, theo công thức :

$$X_1 = \frac{0,01 \cdot V_2(V_4 - V_3) \cdot V \cdot 100}{n \cdot V_1 \cdot V_5}$$

Hàm lượng etanola (X_2) trong mẫu lỏng, tính bằng g/l theo công thức :

$$X_2 = \frac{0,01 \cdot (V_4 - V_3) \cdot V_2 \cdot V}{V_5 \cdot V_1 \cdot V_1}$$

Trong đó :

- 0,01 - lượng etanola tương ứng với 1 ml dung dịch kali bicromat, g,
- V_1 - thể tích bình định mức chứa dịch cất, ml,
- V_2 - thể tích dịch cất lấy để oxy hoá, ml,

- V_2 - thể tích dung dịch kali bicromat lấy để oxy hoá, ml.
- V_3 - thể tích dung dịch sắt amoniusunfat dùng chuẩn một lượng kali bicromat dư, ml,
- V_4 - thể tích dung dịch sắt amoniusunfat dùng để chuẩn mẫu đối chứng, ml,
- m - khối lượng mẫu cân, g.

Kết quả là trung bình cộng của 2 lần xác định song song tính chính xác đến 0,01%. Thành lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 2% kết quả trung bình.
