

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6429 : 1998

ISO 2448 : 1973

CÁC SẢN PHẨM RAU, QUẢ -  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ETANOL

*Fruit and vegetable products -  
Determination of ethanol*

HÀ NỘI - 1998

## Lời nói đầu

TCVN 6429 : 1998 hoàn toàn tương đương với ISO 2448 : 1973

TCVN 6429 : 1998 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/F10 Rau quả và sản phẩm rau quả biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

## Các sản phẩm rau, quả - Xác định hàm lượng etanol

*Fruit and vegetable products - Determination of ethanol*

### 1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

#### 1.1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hóa học xác định etanol trong các sản phẩm rau quả.

#### 1.2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này không áp dụng cho các sản phẩm chứa quá 5% (m/m) etanol.

Đối với các sản phẩm chứa tinh dầu, thì cần chuyển sang phần dưới đây (xem điều 8).

### 2 Định nghĩa

Định nghĩa dưới đây áp dụng cho mục đích của tiêu chuẩn này :

Etanol : Tất cả các sản phẩm có thể oxy hoá được trong điều kiện của phương pháp được mô tả.

Hàm lượng etanol được biểu thị bằng phần trăm khối lượng đối với các sản phẩm rắn, và bằng gam trong 100 ml đối với các sản phẩm lỏng.

### 3 Nguyên tắc

Tách etanol bằng phương pháp cất, sau đó oxy hoá bằng kali dicromat trong môi trường axit sunfuric. Xác định lượng dicromat dư bằng sắt (II) sunfat amoni dùng sắt fero - O - phenanthrolin làm chất chỉ thị.

### 4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải thuộc loại phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết ít nhất là tương đương.

4.1 Axit sunfuric,  $P_{20} = 1,836\text{g/ml}$

4.2 Axit sunfuric,  $P_{20} = 1,488\text{g/ml}$ , dung dịch chứa 500ml axit sunfuric (4.1)/lít.

4.3 Canxi hidroxit  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ , huyền phù thu được bằng cách hòa 110 - 112g canxi oxit vào 1 lít nước.

4.4 Dung dịch kali dicromat, chứa 42,572g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  trong 1 lít .

1ml dung dịch này tương đương với 0,01g etanol.

4.5 Dung dịch kali permanganat chứa 1,372g  $\text{KMnO}_4$  trong 1lít.

10ml dung dịch này tương đương với 1ml dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6).

4.6 Amoni sắt (II) sunfat ngậm 6 phân tử nước  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , 170, 2g/ lít dung dịch chứa 20 ml axit sunfuric (4.1)/lít, thu được bằng cách hòa tan muối này trong nước, thêm axit sunfuric (4.1) và thêm nước tới vạch. Ổn định bằng cách thêm vài mảnh nhôm vào.

2ml dung dịch này tương đương với 1ml dung dịch kali dicromat (4.4).

4.7 Dung dịch fero - O - phenanthrolin

Hòa tan 0,695g sắt (II) sunfat ngậm 7 phân tử nước ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) trong 100ml nước, thêm 1,485g O-phenanthrolin ngậm 1 phân tử nước và đun nóng để dễ hoà tan .

Dung dịch này cần bảo quản tốt .

### 5 Dụng cụ

5.1 Dụng cụ cất, gồm một bình cầu 500ml lắp kín với ống sinh hàn và một ống ngưng có phần cuối được vuốt thon hình búp măng đủ ngập tới đáy của một bình cầu 100ml.

Có thể sử dụng các dụng cụ chưng hơi nước khác, nếu thỏa mãn được thử nghiệm sau đây :

200ml hỗn hợp 10% etanol/nước được cất 5 lần liên tiếp, sẽ chứa ít nhất 9,9% etanol sau lần cất cuối cùng, có nghĩa là không mất quá 0,02% etanol trong quá trình cất .

**5.2** Dụng cụ đun nóng không gây một sự phân hủy nhẹ nào đối với các chất có thể chiết được chứa trong bình cầu .

**5.3** Các bình định mức dung tích 100ml phù hợp với loại A của ISO/R1042.

**5.4** Các pipet một vạch dung tích 5, 10, 20ml phù hợp loại A ISO/R648.

**5.5** Các buret có khoá vòi, dung tích 50ml phù hợp loại A của ISO/R385.

**5.6** Các bình cầu rộng cổ, nút mài dung tích 250ml, sạch, khô không có dầu mỡ và kín khí (đảm bảo kín hoàn toàn nhờ bọc bên ngoài bằng polytetrafluorethylen).

**5.7** Máy trộn

**5.8** Cân phân tích

## **6 Cách tiến hành**

**6.1** Chuẩn bị mẫu thử

**6.1.1** Các sản phẩm rắn hoặc đặc (purê, mứt cam, hoặc jam (đặc sền sệt), các loại quả, các loại rau).

Nghiền trộn toàn bộ mẫu được cung cấp, chú ý không để tăng nhiệt độ của sản phẩm và lấy đủ khối lượng sản phẩm để có thể tiến hành hai lần xác định song song.

**6.1.2** Các sản phẩm lỏng (nước quả, thịt quả nhão và xirô).

Trộn đều mẫu và lấy đủ khối lượng sản phẩm để có thể tiến hành hai lần xác định song song.

**6.2** Phần mẫu thử

Cân một khối lượng mẫu đã chuẩn bị, chính xác đến 0,01g hoặc lấy một thể tích của mẫu thử, sao cho lượng etanol thu được trong 100ml dịch cất ít hơn 1g.

**6.3** Xác định

## TCVN 6429 : 1998

### 6.3.1 Chưng cất

Pha loãng phần mẫu thử với khoảng 50ml nước và chuyển toàn bộ khối lượng ấy vào bình cầu của dụng cụ cất (5.1). Tráng rửa bình đựng phần mẫu thử ấy bằng nước không quá 120ml, thu lấy nước rửa ấy cho vào bình cầu.

Điều chỉnh cho sản phẩm có độ kiềm nhẹ (pH gần đến 8) bằng canxi hidroxit huyền phù (4.3), lắc đều trước khi dùng.

Cho thêm các hạt thủy tinh hoặc các mảnh sứ vào để khống chế mức độ sôi. Rót 10ml nước vào một bình định mức dung tích 100ml (5.3) và lắp vào ống sinh hàn để đuôi ống ngập vào trong nước.

Chưng cất sao cho dịch cất chảy vào bình định mức (bình hứng) có nhiệt độ tương đối thấp (15 - 20 °C).

Lấy khoảng 80 - 85ml dịch cất. Ngưng cất và rửa ống ngưng và phần đuôi của nó bằng một vài mililit nước.

Lắc đều dịch cất trong bình định mức. Nếu cần, có thể ngâm bình định mức vào nước lạnh (15 - 20 °C) trong ít phút.

Pha loãng lượng dịch cất trong bình định mức đến vạch bằng nước và lắc đều.

### 6.3.2 Oxy hoá

Rót chính xác 20ml (thể tích  $V_1$ ) dung dịch kali dicromat (4.4) (xem 6.5.1), và 20ml dung dịch axit sunfuric (4.2) vào một bình cầu nút mài 250ml (5.6) và lắc đều.

Thêm chính xác 10ml (thể tích  $V_0$ ) dịch cất. Đậy bình cầu, làm ấm nút bằng một giọt axit sunfuric (4.1), lắc và đợi ít nhất 30 phút, thỉnh thoảng lắc bình.

Hỗn hợp thu được tổng hợp ấy trong trường hợp không chuyển được sang màu xanh lá cây của cation crom, điều đó cho thấy hàm lượng etanol của phần mẫu thử quá cao. Nếu điều này xảy ra, cần oxy hoá lại từ đầu với một lượng dung dịch cất nhỏ hơn (ví dụ 5ml). Nếu cần, làm lại cả hai việc chưng cất và oxy hoá với một phần mẫu thử nhỏ hơn. Cần nêu bất kỳ sự thay đổi nào như vậy trong tính toán kết quả.

### 6.3.3 Chuẩn độ

Chuẩn độ lượng dicromat dư bằng dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6). Lượng dicromat dư ít nhất tương đương với 20% lượng được dùng cho mẫu trắng. Lắc bình cầu sau mỗi lần thêm dung dịch chuẩn vào.

Khi màu chuyển sang xanh lá cây, thêm 4 giọt dung dịch fero - O - phenanthrolin (4.7). Có thể dùng chỉ thị màu thích hợp khác, tùy theo ý muốn của người thực hiện (xem 6.5.2). Tiếp tục thêm dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6) tới khi màu của hỗn hợp chuyển từ màu xanh lá cây sang nâu. Nếu điểm kết thúc bị vượt quá, thì làm lại bằng cách thêm chính xác dung dịch kali permanganat (4.5). Trừ đi 1/10 thể tích dung dịch kali permanganat thêm vào từ thể tích dung dịch amoni sắt (II) sunfat đã dùng. Coi sự chênh lệch này là  $V_2$ , nó biểu thị thể tích chính xác của dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6) tương đương với lượng kali dicromat dư.

6.3.4 Tiến hành hai lần xác định trên cùng mẫu đã được chuẩn bị

## 6.4 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng trong cùng điều kiện như việc chuẩn độ, thay thể tích  $V_0$  của dịch cất bằng cùng thể tích nước cất. Coi  $V_3$  là thể tích của dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6) được dùng theo các bước tiến hành ở 6.3.3.

## 6.5 Những lưu ý trong trình tự thử

6.5.1 Nếu phần mẫu thử chứa quá ít etanol, thì có thể sử dụng một lượng dung dịch dicromat kali (4.4) nhỏ hơn, có nghĩa là 10ml hoặc 5ml dung dịch này được pha loãng với 10ml hoặc 15ml nước cất. Cần nêu bất kỳ sự thay đổi nào như vậy trong tính toán kết quả.

6.5.2 Việc chuẩn độ lượng dicromat dư bằng dung dịch amoni sắt (II) sunfat (4.6) cũng có thể được tiến hành khi có mặt của hỗn hợp:

- 1ml axit octophosphoric 85%,  $\rho_{20} = 1,71\text{g/ml}$  ;

Và :

- 1ml dung dịch bari diphenylamin sulphonat chứa 0,5g/ 100ml.

## 7 Biểu thị kết quả

### 7.1 Phương pháp tính toán và công thức

#### 7.1.1 Các sản phẩm đặc

Hàm lượng etanol, được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức :

$$0.01V_1 \times \frac{(V_3 - V_2)}{V_3} \times \frac{100}{V_6} \times \frac{100}{m}$$

trong đó :

$m$  là khối lượng của phần mẫu thử tính bằng gam ;

$V_0$  là thể tích của dịch cất được lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit ;

$V_1$  là lấy thể tích của dung dịch kali dicromat được dùng để oxy hoá, tính bằng mililit ;

$V_2$  là thể tích của dung dịch amoni sắt (II) sunfat được dùng cho lần chuẩn độ ngược của dicromat, tính bằng mililit.

$V_3$  là thể tích của dung dịch amoni sắt (II) sunfat được dùng trong thử mẫu trắng, tính bằng mililit.

### 7.1.2 Các sản phẩm lỏng

Hàm lượng etanol được biểu thị bằng số gam trong 100ml sản phẩm theo công thức :

$$0,01V_1 \times \frac{(V_3 - V_2)}{V_3} \times \frac{100}{V_0} \times \frac{100}{V_4}$$

trong đó :

$V_0, V_1, V_2, V_3$  có cùng ý nghĩa như ở 7.1.1.

$V_4$  là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit

Lấy kết quả là trung bình cộng của hai phép xác định nếu độ lặp lại (xem 7.2) được thỏa mãn. Nếu điều kiện này không được đáp ứng, thì tiến hành xác định lại.

Báo cáo kết quả đến hai số có nghĩa .

### 7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định được tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp nhau bởi cùng một người phân tích phải không vượt quá 1% giá trị trung bình.

## 8 Trường hợp đặc biệt : sản phẩm chứa tinh dầu

Khi có mặt của tinh dầu, dịch cất bị đục, có các giọt dầu nổi trên bề mặt. Quá trình xác định sẽ phải thay đổi như sau :

Cho dịch cất vào bình định mức dung tích 100ml và để yên trong 2 giờ. Pha loãng tới vạch bằng nước, mặt phân giới giữa dầu và nước ở ngang vạch . Để yên thêm 1 - 2 giờ nữa.

Loại bỏ một lượng nhỏ của tinh dầu được dồn lại trên bề mặt, bằng cách dùng một pipet nhỏ hút ra hoặc có thể lọc qua một phễu có lót giấy lọc .



## **TCVN 6429 : 1998**

Chuyển phần dịch lọc còn đục vào một bình cầu 150ml cùng với 10g hạt polystyren nhỏ (cỡ hạt 1 - 2mm) Đậy nút bình, lắc 15 phút và sau đó lọc hỗn hợp ấy qua một phễu có lót vải mịn hoặc gạc ; chất lỏng sau đó sẽ trở nên trong và gần như mất mùi hoàn toàn. Tiếp tục xác định trên chất lỏng này.

### **9 Báo cáo kết quả**

Báo cáo phải nêu phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Cần phải nêu tất cả mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc coi như tùy ý lựa chọn, cùng tình huống bất kỳ nào có ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo phải nêu toàn bộ thông tin cần thiết về việc nhận biết hoàn toàn mẫu.

---