

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8010 : 2009

RƯỢU CHỨNG CẮT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METANOL

Distilled liquors - Determination of methanol content

Lời nói đầu

TCVN 8010:2009 được xây dựng trên cơ sở AOAC 972.11 *Methanol in Distilled Liquors. Gas Chromatographic Method*;

TCVN 8010:2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9 *Đồ uống* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

RƯỢU CHỨNG CẮT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METANOL

Distilled liquors - Determination of methanol content

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định hàm lượng metanol trong rượu chưng cất bằng sắc ký khí và bằng phương pháp so màu.

2. Phương pháp sắc ký khí

2.1. Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

2.1.1. Etanol, 40%, không chứa metanol.

2.1.2. Dung dịch gốc metanol

Pha loãng 10 ml metanol 99,9 mol % bằng etanol 40% (2.1.1) đến 100 ml.

2.1.3. Dung dịch gốc chuẩn nội n-butanol

Pha loãng 10 ml n-butanol 99,9 mol % bằng etanol 40% (2.1.1) đến 100 ml.

2.1.4. Dung dịch chuẩn metanol

Dung dịch metanol 0,050% với dung dịch chuẩn nội n-butanol 0,030%. Đổ khoảng 99 ml etanol 40% (2.1.1) vào bình định mức 100 ml và dùng xyranh bổ sung vào đó 500 μ l dung dịch gốc metanol (2.1.2) và 300 μ l dung dịch gốc n-butanol (2.1.3). Trộn và pha loãng bằng etanol 40% (2.1.1) đến 100 ml. Trộn lại.

2.2. Thiết bị, dụng cụ

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

2.2.1. Máy sắc ký khí, được trang bị bộ detector ion hóa ngọn lửa

2.2.1.1. Cột 23% Carbowax 1500 (khối lượng) trên silica gel sắc ký W (từ 60 mesh đến 80 mesh, đã được rửa bằng axit).

2.2.1.2. Các thông số:

- Nhiệt độ cột 70⁰C (đẳng nhiệt);
- Nhiệt độ detector và ống nối 150⁰C;
- Tốc độ dòng khí mang heli 150 ml/min.

Các điều kiện vận hành tối ưu thay đổi theo cột và thiết bị và cần được xác định bằng cách sử dụng các dung dịch chuẩn. Chỉnh các thông số để có độ sắc nét tối đa và tách rõ tối ưu của pic. Với chất chuẩn mức cao, thì n-propanol cần phải tách đường nền hoàn toàn khỏi etanol.

2.2.2. Xyranh, dung tích 10 μ l.

2.3. Cách tiến hành

Dùng xyranh (2.2.2) bơm 10 μ l hỗn hợp dung dịch chuẩn (2.1.4). Chỉnh các thông số vận hành và giảm dần để thu được chiều cao pic có thể đo được (khoảng 1/2 độ uốn của toàn thang đo). Xác định thời gian lưu của metanol và n-butanol (khoảng 3 min và 12 min tương ứng). Bơm 10 μ l phần mẫu thử để ước đoán lượng metanol, pha loãng nếu cần và để kiểm tra sự không có mặt của n-butanol. Tùy thuộc vào sự có mặt hay không có mặt của n-butanol trong phần mẫu thử, xác định hàm lượng metanol từ đường chuẩn đã được chuẩn bị theo 2.3.1 hoặc 2.3.2.

2.3.1. Khi không có mặt n-butanol

Trên cơ sở ước đoán metanol, chuẩn bị một dãy các dung dịch chuẩn (4 hoặc 5) trong đó dài nồng độ bao trùm nồng độ metanol của mẫu thử. Bổ sung chất chuẩn nội vào cả phần mẫu thử lẫn dung dịch chuẩn có nồng độ tương tự với nồng độ metanol của phần mẫu thử.

Tính các tỷ số chiều cao pic của metanol: n-butanol, sử dụng trung bình của các lần bơm lặp lại và dựng đồ thị các tỷ lệ này dựa vào nồng độ metanol.

2.3.2. Khi có mặt n-butanol

Chuẩn bị một dãy chất chuẩn metanol như trong 2.3.1, nhưng không bổ sung n-butanol vào phần mẫu thử và các dung dịch chuẩn. Dựng đồ thị chiều cao pic thực tế dựa theo nồng độ metanol.

Từ đồ thị suy ra nồng độ metanol trong mẫu thử.

3. Phương pháp so màu

3.1. Nguyên tắc

Cho phần mẫu thử tác dụng với thuốc thử fucsin sulfit sau khi đã oxi hóa metanol thành aldehyd fomic. So màu của dung dịch thu được với màu của dung dịch chuẩn.

3.2. Thuốc thử

3.2.1. Kali pemanganat, dung dịch 1%

Bảo quản dung dịch này trong chai màu nâu, giữ lạnh. Sử dụng sau khi chuẩn bị 24 h và loại bỏ sau 4 ngày. Dung dịch phải trong và có màu hồng.

3.2.2. Axit sulfuric đậm đặc, $d = 1,84$.

3.2.3. Axit sulfuric, được pha loãng 1:1.

3.2.4. Axit oxalic bão hòa.

3.2.5. Dung dịch chuẩn metanol, ví dụ 0,06%

Rót etanol 45⁰ không có rượu tạp và aldehyd vào bình định mức 1000 ml (3.3.2) đến hai phần ba thể tích và giữ ở 20⁰C. Dùng microburet (3.3.3) lấy 0,27 ml metanol cho vào bình định mức và lắc đều. Thêm tiếp etanol 45⁰ (có nhiệt độ 20⁰C) không chứa rượu tạp và aldehyd đến vạch và lắc đều. Dung dịch thu được chứa 0,06% metanol.

3.2.6. Dung dịch fucsin sulfit

Hòa tan 0,1 g fucsin bazơ hoặc parafucsin trong 70 ml nước cất ở 70⁰C đến 80⁰C. Rót dung dịch này vào bình định mức dung tích 100 ml (3.3.2), để nguội đến 20⁰C rồi thêm nước cất ở 20⁰C đến vạch và lắc đều. Rót hết 100 ml fucsin vừa pha vào bình thủy tinh có nút mài 200 ml (3.3.2), thêm 2,5 ml dung dịch natri hydrosulfit (3.2.7) mới pha, lắc đều. Sau khoảng từ 3 h đến 4h thêm tiếp vào bình 0,48 ml axit sulfuric đậm đặc (3.2.2).

Dung dịch này được giữ trong bình thủy tinh màu nâu và được bảo quản lạnh. Khi sử dụng, dung dịch phải trong và có màu đặc trưng của lưu huỳnh dioxit. Khi trộn với một thể tích etanol 45⁰ không có rượu tạp và aldehyd thì không được hiện màu.

3.2.7. Natri hydrosulfit, d = 1,262

3.3. Dụng cụ

3.3.1. Ống nghiệm so màu, dung tích 25 ml, đáy bằng.

3.3.2. Bình định mức, dung tích 100 ml, 200 ml và 1000 ml có nút mài.

3.3.3. Microburet.

3.4. Cách tiến hành

Cho lần lượt vào hai ống nghiệm so màu (3.3.1). Ống thứ nhất 0,2 ml mẫu thử nghiệm và ống thứ hai 0,2 ml dung dịch metanol chuẩn. Thêm vào mỗi ống 5 ml dung dịch kali pemaganat (3.2.1) và 0,4 ml axit sulfuric đã pha loãng (3.2.3). Đậy nút các ống nghiệm và lắc đều.

Sau 3 min thêm vào mỗi ống 1 ml axit oxalic bão hòa (3.2.4). Khi dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt thì cho thêm 1 ml axit sulfuric đậm đặc (3.2.2) để dung dịch mất màu hoàn toàn. Thêm 5 ml thuốc thử fucsin sulfit (3.2.6) và lắc đều. Để yên hai ống nghiệm 35 min, sau đó so màu của hai dung dịch. Màu của rượu thử không được đậm hơn màu của dung dịch rượu chuẩn.

4. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.