

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8011:2009

Xuất bản lần 1

**RƯỢU CHỨNG CẤT – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG RƯỢU BẬC CAO VÀ ETYL AXETAT
BẰNG SẮC KÝ KHÍ**

*Distilled liquors – Determination of alcohols (higher) and ethyl acetate
contents by gas chromatographic method*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8011:2009 được xây dựng trên cơ sở AOAC 972.10 *Alcohols (Higher) and Ethyl Acetate in Distilled Liquors. Alternative Gas Chromatographic Method*;

TCVN 8011:2009 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 chưng cất – Phương pháp xác định hàm lượng rượu bậc cao và etyl axetat bằng phương pháp sắc ký khí

*Distilled liquors – Determination of alcohols (higher) and ethyl acetate contents
by gas chromatographic method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng rượu bậc cao và etyl axetat trong rượu chưng cất bằng sắc ký khí.

2 Thuốc thử

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

2.1 Alcohol *n*-propyl.

2.2 Alcohol isobutyl.

2.3 Alcohol amyl

Hỗn hợp của các alcohol isoamyl và amyl hoạt hóa tương ứng khoảng 22 % và 78 %, nồng độ của hai chất đồng phân thay đổi theo từng mẻ. Xác định thành phần của thuốc thử theo điều 4. Đo các diện tích của 2 pic bằng phép tam giác đặc (chiều cao \times chiều rộng tại nửa chiều cao) và thu được nồng độ của mỗi loại bằng cách chia tổng diện tích của hai pic cho diện tích của mỗi pic.

2.4 Dung dịch chuẩn nội 3-pentanol, 40,76 mg/ml

Chuẩn bị dung dịch chứa 10 ml thuốc thử trong 200 ml alcohol-nước (1 + 1).

2.5 Etyl axetat.

2.6 Dung dịch chuẩn alcohol amyl, alcohol isobutyl và alcohol *n*-propyl

Chuẩn bị 3 hoặc 4 dung dịch chuẩn chứa các lượng alcohol khác nhau như sau: Cho vào các bình định mức 100 ml (3.4) có chứa alcohol-nước (1 + 1), dùng pipet lấy các loại alcohol và cân sau mỗi lần bổ sung thành phần. Các tỷ lệ của các loại alcohol trong mỗi dung dịch chuẩn cần thay đổi sao cho dải nồng độ mong muốn của mỗi loại được thể hiện ngẫu nhiên trong dãy các dung dịch chuẩn. Các lượng gợi ý trong khoảng từ 0,25 ml đến 1,5 ml *n*-propanol, từ 1,0 ml đến 2,5 ml alcohol isobutyl và từ 2,0 ml đến 5,0 ml alcohol amyl. Pha loãng mỗi loại bằng alcohol-nước (1 + 1) đến thể tích yêu cầu.

2.7 Dung dịch chuẩn làm việc alcohol amyl, alcohol isobutyl và alcohol *n*-propyl

Pha loãng trong bình định mức 200 ml (3.4) 10 ml của mỗi dung dịch chuẩn và 2,0 ml dung dịch chuẩn nội 3-pentanol (2.4) bằng hỗn hợp alcohol-nước (1 + 1) đến vạch 200 ml (độ pha loãng 1/20).

2.8 Dung dịch chuẩn etyl axetat

Chuẩn bị 3 hoặc 4 dung dịch chuẩn chứa từ 0 g/l đến 0,5 g/l (từ 0 g/100 l đến 50 g/100 l) trong nước hoặc trong hỗn hợp alcohol-nước (1 + 1). Sử dụng các dung dịch này để chuẩn bị đường chuẩn trực tiếp bằng cách dựng chiều cao pic (mm) dựa theo nồng độ tính bằng g/100 l.

3 Thiết bị, dụng cụ

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

3.1 Máy sắc ký khí, được trang bị bộ detector ion hoá ngọn lửa.

3.1.1 Cột: glyxerol 2 % và 1,2,6-hexanetriol 2 %. Ống nhồi dài 3 m và đường kính ngoài 3 mm. Ổn định cột qua đêm trong lò ở 80 °C với tốc độ dòng khí heli từ 10 ml/min đến 25 ml/min và detector ở cuối cột đã được tháo ra.

3.1.2 Các thông số:

- Nhiệt độ cột là 80 °C;
- Nhiệt độ của bộ bơm mẫu là 100 °C;
- Nhiệt độ detector là 125 °C;

Tốc độ dòng khí mang heli và hydro là 25 ml/min, tốc độ không khí từ 250 ml/min đến 400 ml/min.

Các điều kiện vận hành tối ưu thay đổi tùy thuộc vào cột và thiết bị và cần được xác định bằng cách sử dụng các dung dịch chuẩn. Chính các thông số cho có được độ sắc nét pic tối đa và tách pic tối ưu. Phép phân tích được hoàn thành trong khoảng 11 min.

3.2 Pipet, dung tích 10 ml, 0,2 ml được chia vạch 0,01 ml.

3.4 Bình định mức, dung tích 100 ml và 200 ml.

4 Cách tiến hành

Dùng pipet (3.2) lấy 10 ml phần mẫu thử cho vào bình thích hợp (ví dụ: chai thủy tinh thích hợp có nắp vặn). Dùng pipet (3.2) cho thêm 0,1 ml dung dịch chuẩn nội 3-pentanol và trộn. Bơm 2 μ l phần mẫu thử và các dung dịch chuẩn làm việc. Đo chiều cao pic của mỗi thành phần trong dung dịch chuẩn làm việc và tính tỷ lệ chiều cao pic của từng thành phần với dung dịch chuẩn nội. Tính tỷ lệ nồng độ của từng thành phần bằng cách chia khối lượng của chất chuẩn nội cho khối lượng của thành phần.

CHÚ THÍCH Tỷ lệ của alcohol isoamyl và alcohol amyl trong hỗn hợp cần được đề cập đến trong tính toán khối lượng thực của từng chất đồng phân trong các dung dịch chuẩn làm việc.

Dụng đồ thị của các tỷ lệ nồng độ trên trục hoành dựa theo các tỷ lệ chiều cao pic trên trục tung đối với mỗi loại alcohol bậc cao trong tất cả các chuẩn làm việc để thu được các đường chuẩn. Đối với etyl axetat, dụng chiều cao pic trực tiếp dựa theo nồng độ.

Tương tự, đo chiều cao pic của từng thành phần trên sắc đồ mẫu thử và tính tỷ lệ chiều cao pic. Đọc các tỷ lệ nồng độ của tất cả các loại alcohol, sử dụng đường chuẩn. Nhân tỷ lệ nồng độ của từng loại alcohol có trong phần mẫu thử với 40,76 để thu được số g/100 l. Cần phải dụng đường chuẩn mới khi sử dụng các thiết bị, các thông số hoặc các chất chuẩn mới.

5 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.