

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7044:2009

Xuất bản lần 2

RƯỢU MÙI – QUY ĐỊNH KỸ THUẬT

Liqueur – Specification

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 7044:2009 thay thế TCVN 7044:2002;

TCVN 7044:2009 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 mùi – Quy định kỹ thuật

Liqueur – Specification

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại rượu mùi.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 1052:1971, Etanol tinh chế – Yêu cầu kỹ thuật.

TCVN 7087:2008 (CODEX STAN 1-2005), Ghi nhãn thực phẩm bao gói sẵn.

TCVN 8007:2009 Rượu – Chuẩn bị mẫu và kiểm tra cảm quan.

TCVN 8008:2009 Rượu chưng cất – Xác định độ cồn.

TCVN 8009:2009 Rượu chưng cất – Xác định hàm lượng aldehyt.

TCVN 8010:2009 Rượu chưng cất – Xác định hàm lượng metanol.

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

TCVN 8012:2009 Rượu – Xác định độ axit.

AOAC 972.07, Esters in distilled liquors. Spectrophotometric method (Este trong rượu chưng cất. Phương pháp quang phổ).

TCVN 7044:2009

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

3.1

Rượu mùi (Liqueur)

Đồ uống được pha chế từ cồn thực phẩm, đường, phụ gia thực phẩm và có thể bổ sung dịch chiết trái cây.

4 Yêu cầu kỹ thuật

4.1 Nguyên liệu

4.1.1 Nước dùng để chế biến rượu mùi: theo qui định hiện hành.

4.1.2 Etanol dùng để chế biến rượu mùi: theo TCVN 1052:1971.

4.2 Yêu cầu cảm quan

Các chỉ tiêu cảm quan đối với rượu mùi được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Yêu cầu cảm quan

Tên chỉ tiêu	Yêu cầu
1. Màu sắc	Đặc trưng cho từng loại sản phẩm
2. Mùi	Đặc trưng cho từng loại sản phẩm, không có mùi lạ
3. Vị	Đặc trưng cho từng loại sản phẩm, không có vị lạ
4. Trạng thái	Dạng lỏng, đồng nhất

4.3 Chỉ tiêu hoá học

Các chỉ tiêu hoá học trong rượu mùi được quy định trong Bảng 2.

Bảng 2 – Các chỉ tiêu hóa học

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Hàm lượng etanol (cồn) ở 20 °C, % thể tích	Nhà sản xuất tự công bố
2. Hàm lượng aldehyt, mg axetaldehyt / l etanol 100°, không lớn hơn	20
3. Hàm lượng este	Nhà sản xuất tự công bố
4. Hàm lượng metanol, % thể tích / l etanol 100°, không lớn hơn	0,05
5. Hàm lượng rượu bậc cao	Nhà sản xuất tự công bố
6. Độ axit	Nhà sản xuất tự công bố
7. Hàm lượng đường	Nhà sản xuất tự công bố

5 Phụ gia thực phẩm

Phụ gia thực phẩm được sử dụng cho rượu mùi: theo quy định hiện hành.

6 Yêu cầu vệ sinh

6.1 Kim loại nặng

Giới hạn tối đa hàm lượng kim loại nặng trong rượu mùi: theo quy định hiện hành.

6.2 Vi sinh vật

Các chỉ tiêu vi sinh vật trong rượu mùi: theo quy định hiện hành.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định các chỉ tiêu cảm quan, theo TCVN 8007:2009.

7.2 Xác định hàm lượng etanol, theo TCVN 8008:2009.

7.3 Xác định hàm lượng aldehyt, theo TCVN 8009:2009.

7.4 Xác định hàm lượng este, theo AOAC method 972.07.

7.5 Xác định hàm lượng metanol, theo TCVN 8010:2009.

7.6 Xác định hàm lượng rượu bậc cao, theo TCVN 8011:2009.

7.7 Xác định độ axit, theo TCVN 8012:2009.

7.8 Xác định hàm lượng đường: xem Phụ lục A.

8 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản và vận chuyển

8.1 Bao gói

Rượu mùi được đóng trong các bao bì kín, chuyên dùng cho thực phẩm và không ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm.

8.2 Ghi nhãn

Ghi nhãn sản phẩm theo quy định hiện hành và TCVN 7087:2008 (CODEX STAN 1-2005).

TCVN 7044:2009

8.3 Bảo quản

Bảo quản rượu mùi nơi khô, mát, tránh ánh nắng mặt trời và không ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm.

8.4 Vận chuyển

Phương tiện vận chuyển rượu mùi phải khô, sạch, không có mùi lạ và không ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm.

Phụ lục A

(quy định)

Phương pháp xác định hàm lượng đường

A.1 Phương pháp Bertrand (phương pháp trọng tài)

A.1.1 Thuốc thử

- Axit clohydric, dung dịch 5 %;
 - Chi axetat, dung dịch 30 %;
 - Dinatri phosphat, dung dịch 20 %;
 - Natri hydroxit, dung dịch 1 % và 2 %;
 - Dung dịch Felin A: hoà tan 40 g đồng sulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) vào nước cất và pha loãng đến 1000 ml.
 - Dung dịch Felin B: hoà tan 200 g kali - natri tacrat vào 500 ml đến 600 ml nước cất, cho thêm 150 g natri hydroxit, đã hoà tan vào 200 ml đến 300 ml nước cất, lắc đều và thêm nước cất đến 1000 ml.
 - Dung dịch sắt (III) sulfat [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$]: hoà tan 50 g sắt (III) sulfat vào một lượng nước đủ để tan, thêm 100 ml axit sulfuric đậm đặc ($d = 1,84$) để nguội và thêm nước cất đến 1000 ml. Dung dịch này không được chứa sắt (II). Để oxy hoá sắt (II), dùng dung dịch kali pemanganat 0,02 M cho vào dung dịch sắt (III) đến khi có màu hồng nhạt.
 - Có thể thay dung dịch sắt (III) sulfat bằng dung dịch sắt amoni sulfat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ chuẩn bị như sau: hoà tan sắt amoni sulfat vào nước cho đến bão hoà, đem lọc, thêm 25 ml axit sulfuric ($d = 1,84$), để nguội và thêm nước cất đến 1000 ml, cũng dùng dung dịch kali pemanganat để oxy hoá sắt (II) như trên.
 - Kali pemanganat, dung dịch 0,02 M: hoà tan 3,2 g kali pemanganat vào 100 ml nước cất nóng, khuấy cho tan hết và thêm nước cất đến 1000 ml. Đựng dung dịch trong bình màu nâu. Sau một tuần, đem dung dịch ra xác định lại nồng độ và tiến hành như sau:
- Cân chính xác 0,25 g đến 0,30 g natri oxalat tinh khiết đã sấy khô ở nhiệt độ 105 °C đến 110 °C đến khối lượng không đổi. Hoà tan lượng cân vào 100 ml nước cất trong bình nón, thêm 10 ml axit sulfuric (1:4). Sau đó đem đun đến khoảng từ 60 °C đến 80 °C. Nhỏ dung dịch kali pemanganat đựng trong

TCVN 7044:2009

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 mol/l (C_M) của dung dịch kali pemanganat xác định được theo công thức sau đây:

$$C_M = \frac{2 \times G}{5 \times M \times V}$$

trong đó:

G là lượng cân của natri oxalat, tính bằng miligam;

M là khối lượng mol của natri oxalat, tính bằng gam trên mol ($M = 134$ g/mol);

V là lượng kali pemanganat tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng mililit.

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

A.1.2 Dụng cụ

- Bơm hút chân không;
- Bình hút lọc chân không;
- Buret, dung tích 25 ml, khắc vạch 0,1 ml;
- Chén lọc xốp G_4 .

A.1.3 Tiến hành thử

Dùng pipet hút 10 ml rượu mẫu (mẫu có thể cần được pha loãng theo Bảng A.1 tùy theo hàm lượng đường dự kiến có trong mẫu), cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 30 ml nước cất và 8 ml dung dịch axit clohydric 5 %; cắm nhiệt kế (được chia vạch từ 0 °C đến 100 °C) vào bình. Đun dung dịch trên bếp cách thủy 80 °C và giữ trong 5 min. Chú ý lắc bình trong khoảng thời gian đó. Sau khi thủy phân, làm nguội nhanh và dùng dung dịch natri hydroxit 20 % trung hoà trước, sau đó dùng dung dịch natri hydroxit 1 % trung hoà theo chỉ thị phenolphtalein. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, rồi chuyển hết sang bình định mức dung tích 250 ml. Dùng nước cất tráng bình nón, rót nước tráng vào bình định mức, sau đó thêm nước cất cho đến 250 ml và lắc đều.

Lấy chính xác 5 ml dung dịch trên (có thể lấy số mililit tương ứng với 10 mg đến 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. Đun trên bếp điện cho đến sôi và để sôi trong 3 min. Lấy bình ra, để nghiêng bình cho cạn đồng (I) oxit lắng xuống một phía. Khi kết tủa lắng hết, gạn phần nước bên trên sang phễu lọc G_4 , 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 gạn lọc cho đến khi nước trong bình nón hết màu xanh. Trong quá trình gạn lọc, chú ý tránh kết tủa lọt xuống phễu và luôn luôn giữ một lớp nước đã đun sôi trên mặt kết tủa trong bình nón và phễu (nếu có). Sau lần gạn cuối cùng, dùng ống đong cho vào bình nón một lượng dung dịch sắt (III) sulfat để hoà tan kết tủa đồng (I) oxit. Thay bình lọc mới, đồng thời cho luôn dung dịch sắt (III) sulfat vào phễu lọc để hoà tan kết tủa đồng (I) oxit trên bề mặt phễu, tổng lượng dung dịch sắt (III) sulfat để hoà tan kết tủa là 40 ml. Tiếp tục lọc hút chân không, cho thêm nước cất đun sôi tráng phễu lọc thật sạch và lọc xuống bình. Tất cả lượng dung dịch trong bình nón cũng tráng cho vào bình lọc hút.

Lấy bình lọc hút ra, dùng dung dịch kali pemanganat 0,02 M chuẩn độ cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền.

A.1.4 Tính kết quả

Hàm lượng đường, X_2 , tính bằng gam trên lít theo công thức:

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

trong đó:

250 là lượng dung dịch sau khi pha loãng, tính bằng mililit;

1000 là hệ số tính chuyển ra gam và chuyển ra lít;

5 là lượng dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililit;

10 là lượng dung dịch mẫu chưa pha loãng được lấy ra để pha loãng, tính bằng mililit;

0,95 là hệ số chuyển đổi đường chuyển hoá ra đường sacaroza;

B là khối lượng đường chuyển hóa, tính bằng miligam. B được tra theo số miligam đồng (a), (xem Bảng A.2), a được tính theo công thức sau đây:

$$a = 5 \times 63,6 \times C_M \times V$$

trong đó:

C_M là nồng độ mol/l của dung dịch kali pemanganat;

V là lượng kali pemanganat dùng để chuẩn mẫu thử, tính bằng mililit;

6,36 là khối lượng mol của đồng, tính bằng gam trên mol.

**Bảng A.1 – Số mililit rượu được lấy để pha loãng
theo hàm lượng đường dự kiến có trong rượu**

Hàm lượng đường dự kiến, g/100 ml	Lượng rượu nghiên cứu, ml	Dung tích bình định mức, ml
Đến 5	Không cần pha loãng	
Từ 6 đến 12	20	50
Từ 13 đến 24	20	100
Từ 25 đến 30	25	200
Từ 35 đến 50	10	100
Từ 50 đến 60	20	250

**Bảng A.2 – Hàm lượng đường chuyển hoá theo số miligam đồng
(Dung dịch thử chứa từ 10 mg đến 100 mg đường chuyển hoá)**

Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg	Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg	Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg
10	20,6	23	46,1	36	70,3
11	22,6	24	48,0	37	72,2
12	24,6	25	49,8	38	74,0
13	26,5	26	51,7	39	75,9
14	28,5	27	53,6	40	77,7
15	30,5	28	55,5	41	79,5
16	32,5	29	57,4	42	81,2
17	34,5	30	59,3	43	83,0
18	36,4	31	61,1	44	84,8
19	38,4	32	63,0	45	86,5
20	40,4	33	64,8	46	88,3
21	43,3	34	66,7	47	90,1
22	44,2	35	68,5	48	91,9

Bảng A.2 – Bảng xác định hàm lượng đường chuyển hoá (kết thúc)

Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg	Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg	Hàm lượng đường chuyển hoá, mg	Lượng đồng, mg
49	93,6	67	124,2	84	151,5
50	95,4	68	125,9	85	153,2
51	97,1	69	127,5	86	154,8
52	98,3	70	129,2	87	156,4
53	100,6	71	130,8	88	157,9
54	102,3	72	132,4	89	159,5
55	104,0	73	134,0	90	161,1
56	105,7	74	135,6	91	162,6
57	107,4	75	137,2	92	164,2
58	109,2	76	138,9	93	165,7
59	110,9	77	140,5	94	167,3
60	112,6	78	142,1	95	168,8
61	114,3	79	143,7	96	170,3
62	115,9	80	145,3	97	171,9
63	117,5	81	146,9	98	173,4
64	119,2	82	148,5	99	175,0
65	120,9	83	150,0	100	176,5
66	122,6				

A.2 Phương pháp metylen xanh**A.2.1 Thuốc thử**

- Dung dịch Felin A: hoà tan 69,38 g CuSO_4 mới tinh chế lại vào nước cất đựng trong bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.
- Dung dịch Felin B: hoà tan 364,0 g kali natri tacrat trong 500 ml nước cất đựng trong bình định mức 1000 ml, thêm 103,2 g natri hydroxit và hoà tan trong nước cất, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

TCVN 7044:2009

- Dung dịch metylen xanh 1 %: hoà tan 1 g metylen xanh trong 100 ml nước cất.
- Dung dịch natri hydroxit 10 %;
- Axit clohydric, $d = 1,19$.

Xác định độ chuẩn của hỗn hợp Felin A và Felin B. Nghiền đường sacaroza nguyên chất thành bột, sấy khô trong bình hút ẩm chứa canxi clorua khan trong khoảng 2 ngày đến 3 ngày. Cân 2 g đến 2,5 g bột đường trên cân phân tích. Hoà 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 clohydric ($d = 1,19$) và tiến hành chuyển hoá. Cắm vào bình một nhiệt kế (có vạch chia từ 0 °C đến 100 °C), đun dung dịch trên nồi cách thủy 68 °C đến 70 °C và giữ ở nhiệt độ này trong 5 min sau đó lấy bình ra làm nguội và dùng dung dịch natri hydroxit 10 % trung hoà theo chỉ thị phenolphtalein, thêm nước đến đủ 250 ml.

A.2.2 Dụng cụ

- Bình nón, dung tích 250 ml;
- Bình định mức, dung tích 100 ml và 150 ml;
- Pipet, dung tích 5 ml, 10 ml;
- Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ ở 68 °C đến 70 °C

A.2.3 Tiến hành thử

Xác định sơ bộ: 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 đổ 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 thử nghiệm: tiến hành như trên, nhưng khi hỗn hợp Felin sôi, cho nhanh một lượng dung dịch đường ít hơn lần xác định sơ bộ 0,5 ml đến 1 ml. Giữ hỗn hợp trong bình nón sôi trong 2 min và vẫn để trên bếp, thêm 3 giọt đến 5 giọt metylen xanh và tiếp tục đổ 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:

$$T = \frac{V \times g}{250}$$

trong đó:

V là lượng dung dịch đường để chuẩn độ, tính bằng mililit;

g là khối lượng đường, tính bằng gam;

250 là dung tích bình, tính bằng mililit.

Chuẩn bị dung dịch đường có hàm lượng từ 0,7 % đến 1 %.

Hút 20 ml rượu mẫu, cho vào bình định mức 100 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

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

A.2.4 Tính kết quả

Hàm lượng sacaroza (X) tính bằng gam trên lít rượu mẫu, theo công thức:

$$X = \frac{T \times 1000 \times A}{V}$$

trong đó:

T là độ chuẩn của hỗn hợp Felin A và Felin B;

A là hệ số pha loãng (20);

V là lượng dung dịch đường tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng mililit.