

Việt nam Dân chủ Cộng hòa Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước Viện Tiêu chuẩn	<b>RƯỢU LÚA MỚI</b> Phương pháp thử	<b>TCVN</b> <b>378 — 70</b> <hr/> Nhóm M
--	--	--

Tiêu chuẩn này áp dụng cho rượu Lúa mới và quy định phương pháp thử các chỉ tiêu sau:

Các chỉ tiêu cảm quan (dạng bên ngoài, màu sắc, mùi và vị):

- Hàm lượng rượu etanola;
- Hàm lượng axit;
- Hàm lượng andehit;
- Hàm lượng este;
- Hàm lượng rượu tạp;
- Hàm lượng metanola.

## 1. LẤY MẪU

1.1. Chất lượng rượu Lúa mới được xác định qua việc phân tích mẫu trung bình lấy ở mỗi lô hàng.

1.2. Lô hàng là lượng rượu đồng nhất, sản xuất ở cùng một nhà máy, đóng trong cùng một loại bao bì, có cùng một ký, nhãn hiệu, có cùng một giấy chứng nhận chất lượng và giao nhận cùng một lúc.

1.3. Trước lúc lấy mẫu, nhìn vào dạng bên ngoài của lô hàng xem bao gói, nhãn, chai có nguyên vẹn hay không, có đúng theo các yêu cầu đề ra trong tiêu chuẩn về bao gói, ghi nhãn quy định cho rượu Lúa mới hay không.

1.4. Lấy 2l rượu mẫu tại các vị trí khác nhau của lô hàng. Chia rượu mẫu làm 2 phần bằng nhau: một phần dùng để phân tích; một phần dùng để phân tích trọng tải lúc có tranh chấp. Phần dùng để phân tích trọng tải cho vào chai và niêm phong (bằng cách gắn chì hoặc xi) có nhãn ghi: tên đơn vị sản xuất, ngày sản xuất, lượng rượu có trong

Cục kiểm nghiệm  
 Bộ Ngoại thương  
 biên soạn

Ủy ban Khoa học và  
 Kỹ thuật Nhà nước  
 duyệt y ngày 14-12-1970

Có hiệu lực  
 từ 1-1-1972

một lô hàng. Số hiệu giấy chứng nhận chất lượng, ký hiệu của lô hàng, ngày tháng lấy mẫu và người lấy mẫu.

Cơ quan chọn để phân tích trọng tài do các bên hữu quan thỏa thuận với nhau. Mẫu để phân tích trọng tài giữ trong 10 tháng.

## 2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

### 2.1. Xác định các chỉ tiêu cảm quan

#### 2.1.1. Xác định dạng bên ngoài

Lấy 1 % số đơn vị bao gói của lô hàng để kiểm tra nhãn, bao gói của hòm đựng và chai. Sau đó lấy các chai rượu bên trong ra, sơ bộ xem có vẩn đục, tạp chất lạ không. Kết quả kiểm tra được dùng cho cả lô hàng.

#### 2.1.2. Xác định màu sắc, độ trong

Dùng hai ống nghiệm so màu có chiều cao đường kính như nhau và tiến hành thử như sau :

Rót 10 ml rượu thử vào một ống nghiệm, rót 10 ml nước cất vào ống nghiệm còn lại. Đưa hai ống nghiệm ra chỗ sáng, đặt trên nền trắng để so sánh màu sắc, độ trong. Màu sắc, độ trong của hai ống phải như nhau.

#### 2.1.3. Xác định mùi và vị

Rót 50 ml rượu thử vào chén sứ dung tích 100 – 150 ml, ngay sau đó tiến hành thử mùi và vị.

Khi có rượu chuẩn, cho phép thử nếm so sánh nhưng không được thử quá 3 mẫu. Thử nếm để so sánh mẫu thử với các mẫu có chất lượng đã biết phải theo thứ tự từ mẫu có chất lượng tốt đến xấu.

Chú thích: Tiến hành thử các chỉ tiêu cảm quan trong phòng thoáng, xa phòng thí nghiệm hóa học.

### 2.2. Xác định các chỉ tiêu hóa lý

#### 2.2.1. Xác định hàm lượng rượu etanol

##### 2.2.1.1. Nội dung

Dùng rượu kế và nhiệt kế để đo độ rượu ở nhiệt độ thí nghiệm. Đo độ rượu ở 15°C.

### 2.2.1.2. Dụng cụ

Ống đong dung tích 250 ml ;

Rượu kế chia độ đến 1° ;

Nhiệt kế chia độ đến 0,1° C có phạm vi đo từ 0 đến 50° C.

### 2.2.1.3. Tiến hành thử

Đổ một ít rượu thử ở 15° C vào ống đong, thả nhiệt kế và rượu kế vào, rót thêm rượu thử ở 15° C cho đầy ống đong. Khi rượu kế đứng yên, không chạm vào thành và đáy ống đong, đọc nhiệt độ và độ rượu.

## 2.2.2. Xác định hàm lượng axit

### 2.2.2.1. Nội dung

Dùng dung dịch natri hidroxit đã biết nồng độ để chuẩn lượng axit có trong rượu thử với chỉ thị brom thimola xanh.

### 2.2.2.2. Dụng cụ và thuốc thử

Microburet, chia độ đến 0,01 ml ;

Bình nón dung tích 250 ml có ống sinh hàn hồi lưu lắp vừa bình nón ;

Pipet dung tích 100 ml ;

Natri hidroxit, dung dịch 0,05 N.

Brom thimola xanh dung dịch 0,05 % pha trong rượu 20 %.

### 2.2.2.3. Tiến hành thử

Dùng pipet hút 100 ml rượu thử đã cất lại, cho vào bình nón, lắp ống sinh hàn hồi lưu vào bình nón và đặt bình nón lên nồi cách thủy. Giữ cho rượu sôi 1—3 phút trên nồi cách thủy, lấy bình nón ra và lắp bộ phận bảo vệ đựng vòi xút vào cuối ống sinh hàn. Đợi cho rượu nguội đến nhiệt độ phòng, tháo ống sinh hàn ra, thêm vào bình nón 10 giọt chỉ thị brom thimola xanh, lắc đều. Ngay sau đó dùng microburet đựng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn cho đến lúc chỉ thị chuyển màu.

### 2.2.2.4. Tính toán kết quả

Hàm lượng axit ( $X_1$ ), chuyển ra axit axetic trong 1 l rượu 100°, tính bằng mg theo công thức :

$$X_1 = \frac{V.N.M.10}{C} . 100$$

trong đó:

V — lượng natri hidroxit 0,05 N đã tiêu tốn, tính bằng ml;

N — nồng độ đương lượng của dung dịch natri hidroxit;

M — khối lượng phân tử (60) của axit axetic, tính bằng g;

10 — hệ số chuyển hàm lượng axit trong 100 ml rượu thử ra 1 lít;

$\frac{100}{C}$  — hệ số chuyển rượu có độ rượu C ra rượu 100°;

C — độ rượu của mẫu thử.

### 2.2.3. Xác định hàm lượng andehit

#### 2.2.3.1. Nội dung

Cho thuốc thử fucsin-sunfit tác dụng với rượu thử và rượu có hàm lượng andehit đúng tiêu chuẩn, màu của dung dịch rượu thử không đậm hơn màu của dung dịch andehit tiêu chuẩn.

#### 2.2.3.2. Dụng cụ và thuốc thử:

Ampun thủy tinh, dung tích 1 — 2 ml;

Đèn cồn;

Cân phân tích;

Bình định mức, dung tích 100 ml;

Ống nghiệm so màu đáy bằng, dung tích 25 ml có nút mài;

Đũa thủy tinh;

Cốc dung tích 50; 100 ml;

Pipet dung tích 2 ml chia độ đến 0,01 ml;

Ông đong dung tích 10; 15 ml;

Natri hidrosunfit, tinh khiết để phân tích, dung dịch mới pha có khối lượng riêng ( $d = 1,308 \text{ g/cm}^3$ ).

Axit sunfuric, giữ mẫu Xavali;

Rượu etanola không chứa andehit (thử theo điều 2.2.3.4 không hiện màu) điều chế trên thiết bị chưng cất đặc biệt đã pha loãng thành 45° C;

Nước cất;

Andehit axetic (khối lượng riêng  $0,7830 \text{ g/cm}^3$ ); nhiệt độ sôi  $20,8 - 21,8^\circ \text{C}$ .

### 2.2.3.3. Chuẩn bị các dung dịch

#### 2.2.3.3.1. Dung dịch fucsin-sunfit

Cân  $0,1 \text{ g}$  fucsin bazơ hay para fucsin chính xác đến  $0,0002 \text{ g}$  trong cốc khô. Hòa tan lượng cân trong  $70 \text{ ml}$  nước cất  $80^\circ \text{C}$ . Chuyển dung dịch từ cốc vào bình định mức dung tích  $100 \text{ ml}$ . Đồi nguội bình định mức đến  $20^\circ \text{C}$ , thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Lấy  $15 \text{ ml}$  fucsin từ bình định mức trên, cho vào bình thủy tinh có nút mài dung tích  $150 - 200 \text{ ml}$ , thêm  $10 \text{ ml}$  dung dịch natri hidrosunfit ( $d = 1,308$ ) vừa điều chế, lắc đều hỗn hợp và thêm tiếp  $100 \text{ ml}$  nước cất,  $1,5 \text{ ml}$  axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ), lắc đều.

Dung dịch pha xong đựng trong bình thủy tinh màu có nút mài, để ở chỗ lạnh ( $1 - 18^\circ \text{C}$ ) sau 24 giờ mới đem dùng; lúc dùng, dung dịch phải không màu và có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxit.

#### 2.2.3.3.2. Dung dịch andehit chính.

Lấy ampun hàn kin một đầu đã cân chính xác đến  $0,0002 \text{ g}$ , hơ nóng phần bầu của nó trên ngọn lửa đèn. Ngay sau đó, nhúng đầu hở của ampun vào bình andehit axetic. Đợi cho andehit vào  $2/3$  dung tích ampun, lấy ampun ra và hàn đầu hở của ampun trên đèn cồn.

Cân ampun đựng andehit chính xác tới  $0,0002 \text{ g}$  và xác định khối lượng andehit.

Vi dụ:

Khối lượng ampun có andehit  $1,9320 \text{ g}$

Khối lượng ampun không  $1,7070 \text{ g}$

Khối lượng andehit:  $1,9320 - 1,7070 = 0,2250 \text{ g}$

Dung dịch chính có  $0,45 \text{ mg/1 ml}$  vì vậy phải dùng một lượng rượu etanola  $45^\circ$  không chứa andehit và rượu tạp như sau:

$$\frac{225}{0,45} - \frac{0,2250}{0,7830} = 500 - 0,2783 = 499,7 \text{ ml}$$

Trong đó:  $0,7830$  là khối lượng riêng của andehit axetic.

Cho 499,7 ml rượu etanola 45°, không chứa andehit và rượu tạp, vào bình thủy tinh màu nâu, dung tích 500 — 1000 ml có nút mài. Thả ampun đựng andehit vào bình, đậy chặt nút lại, lắc mạnh để đập vỡ ampun. Không lọc các mảnh ampun vỡ để tránh sai số.

**Chú thích.** Rượu etanola đem dùng phải làm lạnh đến 20° C.

#### 2.2.3.3. Dung dịch andehit axetic tiêu chuẩn

Lấy 1 bình định mức dung tích 100 ml, cho etanola 45° (đã làm lạnh đến 20° C) không chứa andehit và rượu tạp vào khoảng 1,2 dung tích bình. Dùng pipet chia độ đến 0,01 ml cho 1,2 ml dung dịch andehit axetic chính vào bình định mức, thêm etanola 45° (đã làm lạnh đến 20° C) không chứa andehit và rượu tạp đến vạch mức, lắc đều.

Các dung dịch andehit chính và tiêu chuẩn phải giữ trong bình thủy tinh màu nâu có nút mài, để ở chỗ mát.

#### 2.2.3.4. Tiến hành thử

Dùng pipet lấy 10 ml rượu thử, cho vào một ống nghiệm so màu đáy bằng, lấy 10 ml andehit axetic tiêu chuẩn cho vào một ống nghiệm so màu khác. Đặt cả hai ống nghiệm vào chậu nước có nhiệt độ  $20^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$ , để cho nhiệt độ của rượu trong hai ống nghiệm nguội (hoặc nóng) đến  $20^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$ , thêm vào mỗi ống nghiệm 2 ml thuốc thử fucsin-sunfit, lắc đều và giữ hai ống nghiệm trong chậu nước  $20^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$  trong 20 phút kể từ lúc cho thuốc thử fucsin vào. Sau đó đem hai ống nghiệm ra chỗ sáng để so sánh màu sắc. Màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch tiêu chuẩn.

#### 2.2.4. Xác định este

##### 2.2.4.1. Nội dung

Sau khi đã trung hòa lượng axit có trong rượu thử thêm một lượng natri hidroxit dư để xà phòng hóa este trong rượu và chuẩn lượng natri hidroxit dư.

##### 2.2.4.2. Dụng cụ và thuốc thử:

- Bộ chưng cất với ống sinh hàn thẳng;
- Bình nón dung tích 250 ml, có nút mài;
- Ống sinh hàn hồi lưu lắp vừa bình nón;
- Bếp điện;

Pipet dung tích 10, 100 ml ;  
 Natri hidroxit, dung dịch 0,1 N ;  
 Axit sunfuric, đậm đặc và dung dịch 0,1 N ;  
 Brom thimola xanh, dung dịch 0,05 % pha trong etanola  
 20° ;  
 Bari clorua, dung dịch 10 %.

#### 2.2.4.3. Tiến hành thử

Thêm 10 ml bari clorua vào 200 ml rượu thử đựng trong bình cầu chưng cất. Lắp ống sinh hàn thu hồi vào bình cầu và cất rượu.

Khi dịch cất thu được 150 ml thì ngừng chưng cất và thêm nước cất vào dịch cất cho đến 200 ml. Chuyển 100 ml dịch cất vào bình nón có nút mài dung tích 250 ml, thêm 10 giọt brom thimola xanh, lắc đều. Dùng natri hidroxit 0,05 N chuẩn cho đến lúc bắt đầu đổi màu. Thêm 10ml natri hidroxit 0,1 N, lắp ống sinh hàn hồi lưu vào bình nón và đun sôi trên nồi cách thủy trong 1 giờ. Sau khi để nguội đến nhiệt độ phòng (để tránh tác dụng của cacbon dioxit khi làm nguội phải lắp vào phía trên ống sinh hàn hồi lưu bộ phận bảo vệ đựng vôi xút có thay đổi định kỳ), tháo ống sinh hàn ra, dùng nước cất tráng ống sinh hàn, cho nước tráng vào bình nón, thêm chính xác 10 ml dung dịch axit sunfuric 0,1 N và dùng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn lượng axit dư cho đến lúc bắt đầu xuất hiện màu xanh bền trong 1 phút.

Hàm lượng este ( $X_2$ ), theo este etylaxetat tinh bằng mg trong 1 lit rượu 100°, theo công thức :

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 8,8 \cdot 10 \cdot 100}{C} ,$$

trong đó :

$V_1$  — lượng dung dịch natri hidroxit tiêu tốn trong khi xà phòng hóa 100 ml rượu thử, tính bằng ml ;

8,8 — lượng este etylaxetat tương ứng với 1 ml dung dịch natri hidroxit 0,1 N, tính bằng mg ;

10 — hệ số chuyển 1 lit rượu thử ;

$\frac{100}{C}$  — hệ số chuyển từ rượu có độ rượu C ra rượu 100° ;

C — độ rượu của mẫu thử

$$V_1 = \left(10 + \frac{V_2}{2}\right) K - 10$$

trong đó:

$V_2$  — lượng dung dịch natri hidroxit 0,50 N tiêu tốn khi chuẩn axit dư, tính bằng ml;

10 — lượng dung dịch natri hidroxit và axit sunfuric, tính bằng ml;

K — hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch natri hidroxit về 0,1N;

Chấp nhận dung dịch axit sunfuric 0,1 N chuẩn bị từ fixaman là đúng để thiết lập hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch natri hidroxit về 0,1 N như sau: thêm vào dung dịch sau khi xác định este 10 ml axit sunfuric 0,1 N và 10 ml natri hidroxit 0,1 N. Dùng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn lượng axit dư và tính hệ số hiệu chỉnh (K) theo công thức:

$$K = \frac{10}{10 + \frac{V_3}{2}}$$

trong đó:

$V_3$  — lượng dung dịch natri hidroxit 0,05 N tiêu tốn khi chuẩn lượng axit dư, tính bằng ml;

10 — lượng dung dịch axit sunfuric và natri hidroxit 0,1 N, tính bằng ml;

Dung dịch natri hidroxit lúc chuẩn độ phải có hệ số hiệu chỉnh trong khoảng 0,97 — 0,99;

Dung dịch natri hidroxit 0,05 N điều chế bằng cách pha loãng dung dịch natri hidroxit 0,1 N gấp 2.

Khi xác định hàm lượng este và thiết lập độ chuẩn, phải dùng cùng một pipet hoặc buret để lấy axit và cùng một pipet hoặc buret khác để lấy kiềm.

Vi dụ tính:

Xác định hàm lượng este trong rượu đã tiêu tốn 0,8 ml dung dịch natri hidroxit 0,05 N. Xác định hệ số hiệu chỉnh đã tiêu tốn 0,4 ml dung dịch natri hidroxit 0,05 N.



Tính hệ số hiệu chỉnh:

$$K = \frac{10}{10 + \frac{0,4}{2}} = 0,98$$

Hàm lượng este ( $X_2$ ) tính bằng *mg/l*

$$V_1 = \left(10 + \frac{0,8}{2}\right) \cdot 0,98 - 10 = 0,192$$

$$X_2 = \frac{0,192 \cdot 8,8 \cdot 10 \cdot 100}{45} = 37,5$$

## 2.2.5. Xác định hàm lượng rượu tạp

### 2.2.5.1. Nội dung

Cho rượu thử và rượu tạp đúng tiêu chuẩn tác dụng với thuốc thử. Sau đó so sánh màu của hai dung dịch. Màu của dung dịch rượu thử không được đậm hơn màu của dung dịch rượu tạp tiêu chuẩn.

### 2.2.5.2. Dụng cụ và thuốc thử:

Ống nghiệm so màu đáy bằng, dung tích 50 ml ;

Pipet dung tích 5ml, chia độ đến 0,1 ml ;

Bình cầu cổ dài, hẹp có nút mài, dung tích 50 — 70 ml ;

Bình định mức, dung tích 150 ml ;

Ống đong dung tích 10 ml ;

Axit sunfuric, giữ mẫu Xavali.

Isobutanola, có nhiệt độ sôi 108°C (khối lượng riêng 0,803g/cm<sup>3</sup>).

Isopentanola, có nhiệt độ sôi 132°C (khối lượng riêng 0,812 g/cm<sup>3</sup>).

Etanola 45° không có rượu tạp và andehit đã làm lạnh đến 20°C.

### 2.2.5.3. Chuẩn bị các dung dịch

#### 2.2.5.3.1. Hỗn hợp rượu bậc cao

Cho vào bình nón có nút mài 10 ml isobutanola và 30 ml isopentanola, đậy nút, lắc đều. Nạp rượu hỗn hợp vào các ampun nhỏ.

## 2.2.5.3.2. Dung dịch chính của hỗn hợp rượu bậc cao.

Vi dụ:

Khối lượng ampun có rượu bậc cao : 1,6250 g

Khối lượng ampun không : 1,2340 g

Dung dịch chính sau khi pha phải có 0,45 mg rượu bậc cao trong 1 ml do đó lượng 391 mg (1,6250 g — 1,2340g) phải pha trong 868,88 ml etanola 45° không chứa rượu tạp và andehit. Vì bản thân rượu bậc cao chiếm một thể tích nên lượng etanola 45° chỉ cần :

$$868,88 - \frac{0,391}{0,810} = 868,4ml$$

trong đó :

0,810 — khối lượng riêng của hỗn hợp rượu.

Cho 868,4 ml etanola 45° (20°C) không chứa rượu tạp và andehit vào bình thủy tinh khô có nút mài. Thả ampun đựng rượu bậc cao vào. Đậy chặt nút lại, lắc mạnh để đập vỡ ampun. Không lọc các mảnh ampun vỡ.

## 2.2.5.3.3. Dung dịch rượu tạp tiêu chuẩn

Rót etanola 45° vào bình định mức dung tích 200 ml đến khoảng 1/2 dung tích bình. Lấy 6 ml dung dịch chính của rượu bậc cao cho vào bình định mức, sau đó dùng pipet khác lấy 2,4 ml dung dịch chính của andehit axetic cũng cho vào bình định mức và thêm etanola 45° không chứa rượu tạp và andehit đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch chính và dung dịch tiêu chuẩn của rượu bậc cao đều phải đựng trong bình màu nâu, có nút mài.

2.2.5.3.4. Dung dịch andehit salisilic (nhiệt độ sôi 196 — 197°C) 1% chuẩn bị như sau: cho 1 ml andehit salisilic vào bình định mức dung tích 100 ml đã có sẵn 50 ml etanola 96° không chứa rượu tạp và andehit, thêm tiếp etanola 96° trên đến vạch mức, lắc đều. Đựng dung dịch vừa pha trong bình màu nâu.

## 2.2.5.4. Tiến hành thử

Lần lượt cho vào hai bình cầu dung tích 50 — 70 ml : bình thứ nhất 5 ml rượu thử, bình thứ hai 5 ml rượu tạp tiêu chuẩn.

Thêm vào cả hai bình mỗi bình 0,2ml dung dịch andehit salisilic 1%, lắc đều. Thêm từ từ vào mỗi bình 10ml axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ), lắc đều. Giữ hai bình cầu trong 20 phút, sau đó, đem so màu của hai dung dịch: Màu của rượu thử không được đậm hơn màu của rượu tạp tiêu chuẩn (nếu khó so màu có thể rót hai dung dịch vào hai ống nghiệm so màu).

**Chú thích.** Lúc rót axit sunfuric phải rót từ từ theo thành bình để khi chưa lắc axit không trộn với rượu mà ở đáy bình.

## 2.2.6. Xác định hàm lượng rượu metanola

### 2.2.6.1. Nội dung

Cho rượu thử tác dụng với thuốc thử fucsin sunfit sau khi đã ôxi hóa metanola thành andehit foomic. So màu của dung dịch thu được với màu của dung dịch tiêu chuẩn.

### 2.2.6.2. Dụng cụ và thuốc thử:

Bình định mức, dung tích 100 ml;

Cân phân tích, chính xác đến 0,0002 g;

Pipet dung tích 1ml, chia độ đến 0,01ml;

Ống nghiệm dung tích 25ml, không màu, đáy bằng có nút mài.

Kali pemanganat, dung dịch 1%. Giữ dung dịch kali pemanganat trong bình màu nâu để ở chỗ lạnh. Sau khi pha 24 giờ mới đem dùng và dùng không quá 4 ngày đem. Khi dùng, dung dịch phải trong và có màu hồng.

Axit sunfuric đậm đặc, giữ mẫu Xavali và dung dịch pha loãng 1:1;

Axit oxalic bão hòa.

### 2.2.6.3. Chuẩn bị các dung dịch

#### 2.2.6.3.1. Dung dịch metanola tiêu chuẩn

Rót etanola 45° không có rượu tạp và andehit vào bình định mức có nút mài, dung tích 1000ml đến 3/4 thể tích bình và giữ ở 20°C. Dùng microburet đựng metanola cho vào bình định mức 0,27ml, lắc đều. Thêm tiếp etanola 45° (có nhiệt độ 20°C), không chứa rượu tạp và andehit đến vạch mức, lắc đều. Như vậy ta có dung dịch rượu metanola 0,06%.

#### 2.2.6.3.2. Dung dịch fucsin sunfit.

Hòa tan 0,1g fucsin bazơ hay parafucsin trong 70ml nước cất 70 — 80°C. Rót dung dịch vào bình định mức dung tích 100ml, để nguội đến 20°C rồi thêm nước cất 20°C đến vạch mức, lắc đều. Rót cả 100ml fucsin vừa pha vào bình thủy tinh có nút mài, dung tích 150 — 200ml, thêm 2,5ml dung dịch natri hidrosunfit ( $d = 1,262$ ) mới pha, lắc đều. Sau 3 — 4 giờ thêm vào dung dịch 0,48 ml axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ).

Dung dịch pha xong phải giữ trong bình thủy tinh màu nâu và để ở chỗ lạnh; lúc đem dùng dung dịch phải không màu, có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxit. Khi trộn với một thể tích bằng thể tích etanola 45° không có rượu tạp và andehit phải không được hiện màu.

#### 2.2.6.4.

Lần lượt cho vào hai ống nghiệm so màu đầy bằng dung tích 25ml. Ống thứ nhất 0,2ml rượu mẫu; ống thứ hai 0,2ml rượu metanola tiêu chuẩn. Thêm vào mỗi ống 5ml dung dịch kali pemanganat 1% và 0,4ml axit sunfuric (1 : 1). Đậy nút các ống nghiệm lại, lắc đều.

Sau 3 phút thêm vào 2 ống nghiệm, mỗi ống 1ml axit oxalic bão hòa, khi dung dịch ngả màu vàng nhạt cho thêm 1ml axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ), để dung dịch mất màu hoàn toàn thêm vào mỗi ống 5ml thuốc thử fucsin sunfit, lắc đều và đậy nút lại. Để yên hai ống nghiệm 35 phút, sau đó, đem so màu của hai dung dịch. Màu của rượu thử không được đậm hơn màu của dung dịch rượu tiêu chuẩn.