

TCVN 3663 : 1981

**RƯỢU MÙI
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHẤT CHIẾT CHUNG**

Liquor - Methods for the determination of total extract content

HÀ NỘI - 1982

RUỢU MÙI

**Phương pháp xác định hàm lượng chất
chiết chung**

**TCVN
3663 — 81**

Изделия ликёрные
Методы определения
содержания общего
экстракта

LIQUOR
Methods for the
determination of total
extract content.

**Có hiệu lực
từ 1-1-1982**

1. Lấy mẫu theo TCVN 1273 — 72

2. Tiến hành thử

2.1. Phương pháp bình tỷ trọng (Phương pháp trọng tài)

2.1.1. Nguyên tắc: Phương pháp này dựa trên cơ sở xác định tỷ trọng tương đối của rượu thử và tỷ trọng tương đối của phần cất ra từ rượu đó. Dựa vào hiệu số của hai tỷ trọng tương đối trên, tra bảng tính ra hàm lượng chất chiết chung trong rượu thử.

2.1.2. Dụng cụ và hóa chất

Bình tỷ trọng có dung tích 25 ml hoặc 50 ml, có kèm theo nhiệt kế thủy ngân chia độ đến 0,1°C;

Nồi cách thủy điều chỉnh được nhiệt độ;

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

Bình cầu dung tích 250 ml;

Bộ chưng cất rượu;

Cồn etylic;

Ête etylic;

Kali bicrômat pha trong axit đậm đặc.

2.1.3. Tiến hành thử

Tỷ trọng tương đối của mẫu thử được xác định bằng cách sau:

2.1.3.1. Xác định khối lượng bình tỷ trọng (G)

Rửa cẩn thận bình tỷ trọng bằng kali bicromat pha trong axit sunfuric đậm đặc, sau đó lần lượt dùng nước cất, cồn, ête, rửa tráng lại, làm khô và cân khối lượng bình trên cân phân tích, lặp lại phép cân 3 lần, kết quả cho phép sai lệch không quá 0,001 g.

2.1.3.2. Xác định khối lượng của bình tỷ trọng có nước (G₀)

Cho nước cất đã đun sôi để nguội đến $18-20^{\circ}\text{C}$ vào bình tỷ trọng, cảm nhiệt kế và đặt vào nồi điều chỉnh nhiệt độ sao cho nước ngập phần bầu to của bình tỷ trọng. Khi nhiệt độ nước trong bình đạt đến 20°C , giữ nhiệt độ này trong 30 phút. Dùng giấy lọc thấm hết nước trên mặt cầu lồi và tràn ra phía ngoài mao quản, đẩy mũ mao quản. Dùng khăn mềm hoặc giấy lọc thấm hết nước dính ở ngoài bình, đặt vào buồng cân khoảng 30 phút. Sau đó đem cân bình tỷ trọng trên cân phân tích, lặp lại các phép cân 2 lần. Kết quả cho phép sai lệch không quá 0,001 g.

Chú ý: — khi cho mẫu thử vào bình không để xuất hiện bọt khí.

— khi tiếp xúc với bình tỷ trọng, tay không được cầm ở thân bình mà chỉ được cầm phía trên bình gần miệng không có dung dịch.

2.1.3.3. Xác định khối lượng bình tỷ trọng có rượu thử (G_1)

Đổ hết nước trong bình tỷ trọng ra và dùng mẫu thử rửa bình hai đến ba lần. Dùng pipet cho rượu thử ở nhiệt độ $18-20^{\circ}\text{C}$ vào bình tỷ trọng và tiến hành làm như điều 2.1.3.2.

2.1.3.4. Xác định khối lượng của bình tỷ trọng có dịch cất ra từ rượu thử đó (G_2).

Chưng cất rượu

Mẫu rượu thử đã được xác định theo điều 2.1.3.3. được chuyển vào bình chưng cất dung tích 250 ml, dùng nước cất tráng bình tỷ trọng và rửa nhiệt kế vài ba lần (số nước cất dùng để tráng, rửa bằng khoảng $1/3$ thể tích rượu thử). Rót tất cả nước tráng vào bình chưng cất.

Đối với rượu sản xuất từ nước quả ép quá đậm đặc có nhiều axit bay hơi thì phải thêm NaOH hay KOH 0,1N vào dung dịch rượu thử cho đến khi có phản ứng kiềm yếu trên giấy quỳ.

Lắp bình chưng vào ống sinh hàn nước, phần cuối của ống sinh hàn nối với 1 ống cổ cong và thu hồi dịch cất vào bình tỷ trọng đã có sẵn 5 ml nước cất. Bình tỷ trọng đặt trong cốc thủy tinh có sẵn nước để làm lạnh. Tiến hành chưng cất được $9/10$ dung tích bình tỷ trọng thì ngừng.

Lấy bình tỷ trọng ra, lắc đều cho đến khi dung dịch đồng nhất, sau đó thêm nước cất cùng nhiệt độ đến vạch mức và tiếp tục làm như điều 2.1.3.2.

2.1.4. Tính kết quả

Tỷ trọng tương đối của rượu thử (d_1) hoặc của phần cất ra từ rượu thử đó (d_2) được tính theo công thức:

$$d_{1,2} = \frac{G_{1,2} - G}{G_0 - G},$$

trong đó:

G — khối lượng bình tỷ trọng, g;

G_0 — khối lượng bình tỷ trọng có đầy nước, g;

$G_{1,2}$ — khối lượng bình tỷ trọng có đầy rượu thử hoặc dịch cất từ rượu thử đó, g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá 0,001.

Tính kết quả được lấy chính xác đến 0,001

— Tỷ trọng tương đối của dung dịch chiết (d_c) được tính theo công thức:

$$d_c = 1 + (d_1 - d_2)$$

trong đó:

1 — tỷ trọng của nước;

d_1 — tỷ trọng tương đối của rượu thử;

d_2 — tỷ trọng tương đối của phần cất ra từ rượu thử đó.

Biết d_c , tra bảng 1 của phần phụ lục, tìm được hàm lượng chất chiết chung, tính bằng số gam trong 100 ml rượu thử.

2.2. Phương pháp khúc xạ kế (phương pháp nhanh)

2.2.1. Dụng cụ và hóa chất

— khúc xạ kế dùng cho thí nghiệm

— nhiệt kế thủy ngân có chia độ đến 0,1°C

— thìa hay đũa thủy tinh

— cồn etylic, ete etylic.

2.2.2. Tiến hành thử

Xác định hàm lượng chất chiết chung bằng cách sau đây:

Chuyển định lượng dung dịch còn lại trong bình chung sau khi đã chưng cất theo điều 2.1.3.4 vào bình tỷ trọng đã sử dụng trên. Điều chỉnh nhiệt độ của dung dịch trong bình tỷ trọng đến 20°C, sau đó thêm nước cất cùng nhiệt độ vào vừa đủ, để cắm nhiệt kế vào thì dung dịch vẫn đầy bình và không được trào ra ngoài. Trộn đều dung dịch trong bình tỷ trọng. Dùng thìa thủy tinh hoặc thìa lấy dung dịch trong bình tỷ trọng cho vào giữa lăng kính. Hạ phần trên của lăng kính xuống và đọc độ chỉ trên thang chia độ của khúc xạ kế. Dựa vào chỉ số của khúc xạ kế trên theo bảng 1 của phần phụ lục để xác định hàm lượng chất chiết chung tính bằng số gam trong 100 ml rượu thử.

Nếu độ chỉ của khúc xạ kế chỉ ứng với nhiệt độ khác với 20°C thì phải hiệu chỉnh theo bảng 2 của phần phụ lục.

Chú ý:

— Trước khi đo mẫu phải rửa hai lăng kính của khúc xạ kế bằng nước cất, cồn, ete và sau đấy lấy bông lau khô.

— Dùng nước cất hoặc dung dịch chuẩn để kiểm tra độ chính xác của khúc xạ kế. Nếu khúc xạ kế chỉ không đúng thì phải điều chỉnh cho chính xác.

PHỤ LỤC TCVN 3663 — 81
theo điều 2.1.4

**Hàm lượng chất chiết chung theo tỷ trọng tương đối
của dung dịch nước chiết và chỉ số khúc xạ**

Bảng 1

Chỉ số khúc xạ (% khối lượng)	Hàm lượng chất chiết chung g/100ml	d _c 20	Chỉ số khúc xạ % khối lượng)	Hàm lượng chất chiết chung g/100 ml	d _c 20
1	2	3	1	2	3
0,0	0,000	1,0000	3,0	3,028	1,0117
1	0,099	4	1	132	21
2	199	8	2	234	25
3	299	12	3	336	29
4	399	16	4	439	33
5	500	19	5	541	37
6	600	23	6	644	41
7	700	27	7	769	45
8	800	31	8	849	49
9	900	35	9	952	53
1,0	1,000	39	4,0	4,055	1,0157
1	102	43	1	158	61
2	203	47	2	261	65
3	304	51	3	364	69
4	405	55	4	468	73
5	506	58	5	571	77
6	607	62	6	674	81
7	708	66	7	778	85
8	809	70	8	881	89
9	910	74	9	985	93
2,0	2,012	78	5,0	5,089	97
1	113	82	1	193	1,0210
2	214	86	2	296	05
3	316	90	3	400	09
4	418	94	4	505	13
5	519	98	5	609	17
6	621	1,0102	6	713	21
7	723	06	7	817	25
8	825	09	8	922	29
9	927	13	9	6,026	33

1	2	3	1	2	3
6,0	6,131	1,0237	10,0	10,381	1,0400
1	235	41	1	489	04
2	340	45	2	597	09
3	445	49	3	705	13
4	550	53	4	812	17
5	655	57	5	822	21
6	760	61	6	11,030	25
7	865	65	7	139	28
8	970	69	8	247	33
9	7,075	73	9	356	38
7,0	180	77	11,0	465	42
1	236	81	1	574	46
2	392	85	2	683	50
3	497	89	3	792	54
4	603	94	4	901	59
5	709	98	5	12,010	63
6	815	1,0302	6	120	67
7	921	06	7	229	71
8	8,027	10	8	338	75
9	133	14	9	448	80
8,0	239	18	12,0	538	87
1	345	22	1	667	88
2	452	26	2	777	92
3	553	30	3	587	96
4	665	34	4	996	1,0501
5	771	38	5	13,106	05
6	878	43	6	217	09
7	985	47	7	327	13
8	9,092	51	8	937	17
9	199	55	9	548	22
9,0	306	59	13,0	658	26
1	413	63	1	769	30
2	520	67	2	875	34
3	627	71	3	991	39
4	735	75	4	14,102	43
5	832	80	5	213	47
6	950	84	6	324	51
7	10,057	88	7	435	56
8	165	92	8	576	60
9	273	96	9	657	64

1	2	3	1	2	3
14,0	14,769	1,0568	18,0	19,299	1,0746
1	880	77	1	413	50
2	992	81	2	529	55
3	15,103	85	3	644	59
4	207	89	4	759	83
5	327	94	5	875	88
6	439	98	6	990	72
7	551	1,0603	7	20,106	—
8	663	07	8	222	77
9	775	11	9	338	81
15,0	887	15	19,0	455	85
1	999	20	1	570	90
2	16,112	24	2	686	94
3	225	28	3	802	98
4	338	33	4	919	1,0803
5	449	37	5	21,035	07
6	563	41	6	132	12
7	676	46	7	218	16
8	789	50	8	385	21
9	902	54	9	502	25
16,0	17,016	59	20,0	619	30
1	129	63	1	736	34
2	242	67	2	853	39
3	356	72	3	970	43
4	769	76	4	22,108	48
5	583	80	5	205	52
6	696	85	6	323	56
7	810	89	7	430	61
8	924	93	8	558	65
9	18,038	98	9	676	70
17,0	152	1,0702	21,0	794	74
1	267	06	1	912	79
2	381	11	2	23,029	83
3	495	15	3	148	88
4	610	19	4	266	92
5	724	24	5	385	97
6	839	28	6	503	1,0901
7	954	33	7	622	05
8	19,069	37	8	740	10
9	184	41	9	859	15

1	2	3	1	2	3
22,0	23,978	1,0919	26,0	28,813	1,1103
1	24,087	24	1	935	07
2	216	28	2	29,058	12
3	335	33	3	182	17
4	434	37	4	305	21
5	574	42	5	428	26
6	693	46	6	552	31
7	812	51	7	675	35
8	931	56	8	718	40
9	25,052	60	9	923	45
23,0	172	65	27,0	30,046	49
1	292	69	1	170	54
2	412	74	2	297	59
3	532	78	3	418	63
4	652	83	4	543	68
5	772	87	5	667	73
6	893	92	6	792	78
7	26,013	97	7	916	82
8	134	1,1001	8	31,041	87
9	254	06	9	165	92
24,0	375	10	28,0	290	96
1	406	15	1	415	1,1203
2	517	20	2	540	06
3	738	24	3	665	10
4	859	29	4	798	15
5	981	33	5	916	20
6	27,102	1,1038	6	32,042	1,1225
7	224	43	7	167	29
8	345	47	8	293	34
9	467	52	9	418	39
25,0	589	56	29,0	545	44
1	711	61	1	671	48
2	833	66	2	797	53
3	955	70	3	923	58
4	28,077	75	4	33,049	63
5	199	79	5	176	67
6	322	84	6	302	72
7	444	83	7	429	77
8	567	93	8	555	82
9	683	98	9	683	87

1	2	3	1	2	3
30,0	33,779	1,1292	34,0	38,936	86
1	936	97	1	39,107	90
2	34,064	1,1301	2	238	95
3	191	06	3	370	1,1500
4	318	11	4	502	05
5	456	15	5	634	10
6	574	20	6	766	15
7	701	25	7	818	20
8	829	30	8	40,023	25
9	957	34	9	162	30
31,0	35,085	39	35,0	295	35
1	216	44	1	427	40
2	341	49	2	558	45
3	469	54	3	692	50
4	598	59	4	825	55
5	726	63	5	947	60
6	852	68	6	41,091	65
7	984	73	7	244	70
8	36,113	78	8	357	75
9	242	1,1383	9	607	80
32,0	371	88	36,0	625	85
1	580	93	1	758	90
2	629	97	2	832	95
3	759	1,1402	3	42,026	1,1600
4	888	07	4	159	05
5	37,018	12	5	293	10
6	143	17	6	428	15
7	278	22	7	562	20
8	408	27	8	697	25
9	538	32	9	831	30
33,0	668	36	37,0	926	35
1	718	41	1	43,100	40
2	928	46	2	235	45
3	38,051	51	3	330	1,1650
4	183	56	4	515	55
5	320	61	5	643	60
6	451	66	6	776	65
7	582	71	7	931	70
8	713	76	8	44,047	75
9	844	81	9	182	80

1	2	3	1	2	3
38,0	44,318	1,1685	42,0	49,844	1,1891
1	457	90	1	985	96
2	590	96	2	50,125	1,1901
3	726	1,1701	3	266	07
4	863	06	4	407	12
5	919	11	5	559	17
6	45,135	16	6	689	22
7	272	21	7	831	23
8	408	26	8	972	33
9	545	31	9	51,114	38
39,0	682	36	43,0	258	43
1	819	41	1	397	49
2	956	46	2	539	54
3	46,093	52	3	680	59
4	231	57	4	823	64
5	369	62	5	965	70
6	506	67	6	52,108	75
7	643	72	7	250	80
8	771	77	8	393	1,1985
9	919	82	9	536	91
40,0	47,057	87	44,0	678	96
1	196	93	1	821	1,2001
2	334	98	2	961	07
3	472	1,1803	3	53,108	12
4	611	08	4	251	17
5	750	13	5	395	23
6	883	18	6	538	28
7	48,027	24	7	682	33
8	161	28	8	826	39
9	306	34	9	970	44
41,0	445	39	45,0	54,104	49
1	584	44	1	258	54
2	724	49	2	402	60
3	863	55	3	547	65
4	49,003	60	4	691	70
5	143	65	5	836	76
6	283	70	6	948	81
7	423	75	7	55,209	86
8	563	81	8	355	91
9	704	86	9	497	96

1	2	3	1	2	3
46,0	55,534	1,2101	50,0	61,478	1.2320
1	687	06	1	628	26
2	844	11	2	779	31
3	56,039	16	3	930	37
4	182	21	4	62,081	42
5	232	27	5	252	48
6	436	35	6	383	53
7	568	40	7	534	59
8	729	46	8	686	64
9	875	51	9	837	70
47,0	57,026	56	51,0	989	76
1	168	62	1	63,141	81
2	315	67	2	293	87
3	462	73	3	445	92
4	609	78	4	597	98
5	756	84	5	749	1,2403
6	951	89	6	902	09
7	58,051	94	7	64,054	15
8	199	1,2210	8	207	20
9	347	05	9	360	26
48,0	494	11	52,0	513	31
1	642	16	1	666	37
2	790	22	2	819	42
3	993	27	3	973	48
4	59,087	32	4	65,126	54
5	235	38	5	280	59
6	384	43	6	433	65
7	533	49	7	587	71
8	632	54	8	741	76
9	831	60	9	896	82
49,0	980	65	53,0	66,050	87
1	60,120	71	1	204	93
2	278	76	2	359	99
3	428	82	3	541	1,2504
4	577	87	4	663	10
5	627	93	5	823	16
6	877	98	6	978	21
7	61,027	1,2304	7	67,134	27
8	177	09	8	289	33
9	327	15	9	445	38

1	2	3	1	2	3
54,0	67,600	1,2544	58,0	73,933	1,2774
1	756	50	1	74,098	79
2	913	55	2	258	85
3	68,668	61	3	424	91
4	223	67	4	582	97
5	380	72	5	744	1,2803
6	537	78	6	906	09
7	695	84	7	75,068	15
8	850	89	8	230	21
9	69,007	95	9	392	26
55,0	164	1,2601	59,0	555	32
1	321	06	1	717	38
2	476	12	2	880	44
3	636	18	3	76,043	50
4	793	24	4	206	56
5	951	28	5	369	61
6	70,109	35	6	532	67
7	267	41	7	696	73
8	425	47	8	819	79
9	583	52	9	77,023	85
56,0	741	58	60,0	187	91
1	900	64	1	351	97
2	71,058	70	2	515	1,2908
3	206	75	3	685	09
4	365	81	4	844	14
5	529	87	5	78,008	20
6	694	93	6	173	26
7	853	98	7	338	32
8	72,013	1,2704	8	503	38
9	172	10	9	683	44
57,0	382	16	61,0	733	50
1	492	21	1	999	56
2	652	27	2	79,154	62
3	812	33	3	330	66
4	963	39	4	496	74
5	73,132	45	5	662	80
6	293	50	6	828	86
7	453	56	7	994	92
8	614	62	8	80,100	98
9	755	68	9	327	1,3004

1	2	3	1	2	3
62,0	80,494	1,3010	66,0	87,280	1,3252
1	660	15	1	452	58
2	327	21	2	525	64
3	991	27	3	758	70
4	81,162	33	4	7071	76
5	329	39	5	88,145	82
6	457	45	6	318	88
7	664	51	7	894	95
8	832	57	8	665	1,3301
9	82,060	63	9	839	07
63,0	168	69	67,0	89,013	13
1	337	75	1	186	19
2	575	81	2	262	25
3	675	87	3	536	32
4	842	93	4	711	33
5	83,011	1,3100	5	885	40
6	180	06	6	90,050	50
7	349	12	7	235	56
8	511	18	8	410	63
9	698	24	9	587	69
64,0	858	30	68,0	761	75
1	84,027	36	1	937	81
2	197	42	2	91,112	87
3	367	48	3	288	94
4	537	54	4	464	1,3400
5	708	60	5	641	06
6	878	66	6	815	12
7	85,049	72	7	994	18
8	219	78	8	92,170	25
9	390	84	9	247	31
65,0	561	90	69,0	524	37
1	732	97	1	701	43
2	904	1,3203	2	878	50
3	86,075	09	3	93,056	56
4	247	15	4	233	62
5	418	21	5	411	68
6	590	27	6	547	75
7	762	33	7	767	81
8	935	39	8	945	87
9	87,197	45	9	94,123	94

1	2	3	1	2	3
70,0	94,302	1,3500	72,6	98,996	1,3664
1	480	06	7	99,179	71
2	659	12	8	362	77
3	838	19	9	545	84
4	95,017	25	73,0	99,728	1,3690
5	137	31	1	911	96
6	375	38	2	100,095	1,3700
7	556	44	3	278	09
8	735	50	4	462	1,3690
9	915	57	5	646	22
71,0	96,095	63	6	830	29
1	275	69	7	101,014	35
2	456	75	8	198	41
3	636	82	9	383	48
4	817	88	74,0	567	54
5	997	94	1	752	61
6	97,179	1,3601	2	937	67
7	359	07	3	102,122	74
8	541	14	4		
9	722	20	5		
72,0	904	26	6		
1	98,086	32	7		
2	267	39	8		
3	449	45	9		
4	631	52	75,0		
5	814	58			

PHỤ LỤC TCVN 3663 — 81
theo điều 2.2.2

**Hệ số điều chỉnh chỉ số khúc xạ khi xác định hàm lượng
chất chiết chung đòi ra nhiệt độ 20°C.**

Bảng 2

Nhiệt độ thay đổi (°C)	Hàm lượng chất chiết chung (% khối lượng)							
	0	10	20	30	40	50	60	70
Trừ đi số tìm được								
10	0,50	0,58	0,64	0,68	0,72	0,74	0,76	0,79
11	46	53	58	62	65	67	69	71
12	42	48	52	56	58	60	61	63
13	37	42	43	49	51	53	57	56
14	33	37	40	42	44	45	46	48
15	27	31	34	35	37	38	39	40
16	22	25	27	28	30	30	31	32
17	17	15	21	21	22	23	23	24
18	12	13	14	14	15	15	16	16
19	06	06	07	07	08	08	08	08
Cộng thêm vào số tìm được								
21	0,06	0,07	0,07	0,08	0,03	0,03	0,08	0,08
22	13	14	15	15	15	16	16	16
23	19	21	22	23	23	24	24	24
24	23	26	30	31	31	31	32	32
25	33	36	38	39	40	40	40	40
26	40	43	45	47	48	48	48	48
27	48	52	54	55	56	56	56	56
28	56	60	62	63	64	64	64	64
29	64	68	71	73	73	73	73	73
30	72	77	79	80	81	81	81	81