

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11032:2015

Xuất bản lần 1

**ĐỒ UỐNG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG GLYCEROL
TRONG RƯỢU VANG VÀ NƯỚC NHO -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG**

*Beverages - Determination of glycerol content in wine and grape juice -
Liquid chromatographic method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11032:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 991.46
Glycerol in wine and grape juice. Liquid chromatographic method;

TCVN 11032:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9
Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đồ uống - Xác định hàm lượng glycerol trong rượu vang và nước nho - Phương pháp sắc ký lỏng

*Beverages - Determination of glycerol content in wine and grape juice -
Liquid chromatographic method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký lỏng để xác định glycerol trong rượu vang và các loại nước nho.

2 Nguyên tắc

Lọc phần mẫu thử qua màng lọc. Glycerol trong mẫu thử được xác định bằng sắc ký lỏng (LC), dùng cột trao đổi cation mạnh với detector chỉ số khúc xạ, bộ tích phân và chất chuẩn ngoại.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước đã khử ion hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.1 Glycerol, độ tinh khiết 99,5 %.

3.2 Dung dịch chuẩn glycerol (dùng cho rượu vang), 7 500 mg/l.

3.3 Dung dịch chuẩn glycerol (dùng cho nước nho), 1 000 mg/l.

3.4 Pha động, nước, dùng cho LC (hoặc nước đã khử ion, lọc qua màng lọc cỡ lỗ 0,45 µm), đã khử khí bằng cách đun sôi hoặc sục khí heli.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Máy sắc ký lỏng (LC), có bộ bơm mẫu, bộ phận làm nóng cột, detector chỉ số khúc xạ, máy tích phân.

4.2 Cột LC, kích thước 300 mm × 7,8 mm, được nhồi cation mạnh (dạng H⁺), số đĩa lý thuyết $n \geq 1\,500$, hệ số đuôi $T \leq 1,5$ được tính cho glycerol (ví dụ: Cột Bio-Rad HPX87⁺, No. 125-0740, có $n = 2\,800$, T khoảng 1,0).

4.3 Cột bảo vệ, có hệ thống khử tro, để loại bỏ các tạp chất vô cơ (nhựa cation mạnh H⁺; nhựa anion mạnh OH⁻). Nếu hệ thống LC (cột bảo vệ và cột LC) có hệ số kéo đuôi đối với glycerol $> 1,5$ thì thay cột bảo vệ. Ví dụ: Bio-Rad, No. 125-0118 hoặc loại tương đương.

4.4 Bộ lọc màng, dùng một lần, cỡ lỗ 0,45 μm (đường kính 3 cm), được gắn với xyranh bằng thủy tinh hoặc xyranh bằng chất dẻo dung tích 5 ml.

5 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Xem tiêu chuẩn cụ thể có liên quan đến sản phẩm. Nếu chưa có tiêu chuẩn cụ thể liên quan đến sản phẩm thì các bên có liên quan nên thoả thuận với nhau về vấn đề này.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Lọc mẫu qua bộ lọc màng (4.4).

6.2 Điều kiện vận hành sắc kí

Khuyến cáo các điều kiện vận hành sau đây:

- tốc độ dòng: 0,5 ± 0,05 ml/min (glycerol cần rửa giải ít nhất 12 min);
- thể tích bơm mẫu: 10 μl ;
- nhiệt độ cột: 65 °C.

6.3 Xác định

Bơm dung dịch chuẩn (3.2 hoặc 3.3) vào máy sắc ký lỏng (4.1) cho đến khi thu được độ tái lập nhỏ hơn 2 % đối với năm lần liên tiếp. Bơm ba lần chất chuẩn để lấy giá trị trung bình.

7 Tính kết quả

Hàm lượng glyceryl trong mẫu, X , biểu thị bằng miligam trên lit (mg/l), tính theo công thức sau:

$$X = \frac{S}{S'} \times C'$$

Trong đó:

S là diện tích pic của phần mẫu thử;

S' là diện tích pic của chất chuẩn;

C' là nồng độ glycerol trong dung dịch chuẩn (3.2 hoặc 3.3), tính bằng miligam trên lit (mg/l).

8 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, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

. Các kết quả của nghiên cứu liên phòng thử nghiệm

**Bảng A.1 – Các kết quả của nghiên cứu liên phòng thử nghiệm
trên dải nồng độ glycerol từ 25 mg/l đến 10 000 mg/l**

Mẫu	Rượu	Nước nho trắng	Nước nho đỏ
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/l	57,96	19,29	31,02
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r , %	1,25	7,32	8,63
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/l	143,69	52,55	55,14
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R , %	2,79	16,97	19,10