

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.289 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 1/5
---	----------------------------------	--

BIA - XÁC ĐỊNH DIACETYL VÀ CÁC CHẤT DIXETON KHÁC

Beer- Determination of diacetyl and dicetones

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Hằng	Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.289 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------------	--

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quy ước để xác định các chất dioxeton có trong bia bằng phương pháp quang phổ tử ngoại.

II. Tài liệu tham khảo.

- Phương pháp này dựa trên: TCVN 6058:1995

III. Nguyên tắc.

- Tách các chất dioxeton từ bia bằng cách chưng cất. Cho phản ứng phần chưng cất được với dung dịch O-fenilendiamin và tạo được chất dẫn xuất của quinoxalin. Axit hóa và đo quang phổ các chất thu được từ phản ứng. Tính nồng độ các chất dioxeton từ đường chuẩn.

IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết (thao tác pha axit HCl ...)
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

Các dụng cụ thí nghiệm thông thường

- Bộ chưng cất đơn: bình cầu 500ml, bếp đun bình cầu, ống hoàn lưu, bình hứng.
- Máy đo quang UV-VIS
- Pipet các loại
- Bình định mức các loại
- Ống ly tâm 50ml
- Cân phân tích.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hóa chất và dung dịch hóa chất:

- HCl 4M: hút 333ml HCl đậm đặc vào trong bình định mức 1000ml đã chứa sẵn 500ml nước cất, định mức lên tới vạch bằng nước cất.
- O-fenilendiamin 10g/l trong HCl 4M, dung dịch này được chuẩn bị trong ngày và bảo quản chỗ tối. O-fenilendiamin độc và có thể gây dị ứng nên phải thao tác cẩn thận và đeo găng tay cao su.

2. Chất chuẩn và dung dịch chất chuẩn:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.289 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	--

a. Chất chuẩn: Diacetyl (*Merck*) hoặc tương đương.

b. Dung dịch chất chuẩn:

- Cân 25mg (m) chất chuẩn vào bình định mức 25ml (V) và định mức bằng nước cất ta có chuẩn khoảng 1000ppm được tính toán theo công thức sau:

$$C(\text{ppm}) = m/V \cdot 1000 \cdot \text{độ tinh khiết} / 100$$

Dung dịch này được bảo quản trong lọ thủy tinh màu nâu, bảo quản trong tủ lạnh và thời gian bảo quản là 6 tháng.

- Chuẩn trung gian 20ppm: hút 2ml của chuẩn 1000ppm và định mức thành 100ml dung dịch.
- Chuẩn làm việc:

Nồng độ (ppm)	0	0.2	0.4	0.8	2.0	4.0	6.0
V chuẩn tg, ml	0	0.5	1	2	5	10	15
V định mức, ml	50	50	50	50	50	50	50

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất:
- Mẫu lặp
- Mẫu QC hoặc Recovery

IV. Xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

- Lấy 100ml mẫu bằng bình định mức 100ml, đưa mẫu vào bộ chưng cất. Chưng cất sao cho thu được 25ml dịch cất. Thời gian đun nóng không hơn 6 phút, thời gian chưng cất từ 8 đến 10 phút.

2. Hiện màu với thuốc thử:

- Lấy 10ml dung dịch sau chưng cất vào ống ly tâm 50ml.
- Thêm 0.5ml dung dịch O-fenilendiamin vào, trộn đều hai dung dịch.
- Để yên trong chỗ tối khoảng 20-30 phút.
- Thêm 2ml HCl 4M vào hỗn hợp phản ứng.
- Đo quang ở bước sóng 335nm so sánh với nước.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.289 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 4/5
---	--	--

- Dây chuẩn cũng lấy 10ml và hiện màu giống như mẫu.

3. Mẫu trắng:

- Thực hiện phép thử song song với 1 mẫu trắng, bằng cách thay dịch cất bằng nước
- Tiến hành thử mẫu trắng giống như mẫu thử.

4. Đo quang:

- Sau khi cho tác nhân khử vào, mẫu Blank, đường chuẩn và mẫu được đo màu trên thiết bị UV – Vis trong khoảng thời gian 10 – 30 phút.
- Đo quang ở bước sóng 335nm.
- Sử dụng Blank nước cất có thêm thuốc thử để cell blank (hoặc Auto Zero).
- Trình tự đo màu:
 - ✓ Các điểm chuẩn từ thấp đến cao
 - ✓ Mẫu blank
 - ✓ Mẫu, mẫu lặp
 - ✓ Mẫu spike
 - ✓ Chuẩn check

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

- Nồng độ mẫu được tính toán dựa vào đường chuẩn:

$$C(mg / L) = \frac{C_0 \times V_1}{V}$$

Trong đó:

- o C: Nồng độ trong mẫu, mg/L
- o C₀: Nồng độ tính theo đường chuẩn, mg/L
- o V: Thể tích mẫu, mL
- o V₁: Thể tích mẫu định mức sau chưng cất, mL

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Độ lặp lại và hiệu suất thu hồi phải dựa trên tiêu chuẩn cho phép của phụ lục f AOAC

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
 - BM.15.04b

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.289 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: 5/5
---	---	--

- BM.15.06