

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9637-4:2013
ISO 1388-4:1981**

Xuất bản lần 1

**ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
PHƯƠNG PHÁP THỬ –
PHẦN 4: XÁC ĐỊNH CÁC HỢP CHẤT CARBONYL
CÓ HÀM LƯỢNG TRUNG BÌNH – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

Ethanol for industrial use – Methods of test –

Part 4: Estimation of content of carbonyl compounds present in moderate amounts –

Titrimetric method

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9637-4:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-4:1981.

TCVN 9637-4:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 Hóa học biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 9637 (ISO 1388), *Ethanol sử dụng trong công nghiệp – Phương pháp thử*, gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 9637-1 (ISO 1388-1), *Quy định chung.*
- TCVN 9637-2 (ISO 1388-2), *Phát hiện tính kiềm hoặc xác định độ acid bằng phenolphthalein.*
- TCVN 9637-3 (ISO 1388-3), *Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng nhỏ – Phương pháp đo quang.*
- TCVN 9637-4 (ISO 1388-4), *Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng trung bình – Phương pháp chuẩn độ.*
- TCVN 9637-5 (ISO 1388-5), *Xác định hàm lượng aldehyd – Phương pháp so màu bằng mắt.*
- TCVN 9637-6 (ISO 1388-6), *Phép thử khả năng trộn lẫn với nước.*
- TCVN 9637-7 (ISO 1388-7), *Xác định hàm lượng methanol [hàm lượng methanol từ 0,01 % đến 0,20 % (theo thể tích)] – Phương pháp đo quang.*
- TCVN 9637-8 (ISO 1388-8), *Xác định hàm lượng methanol [hàm lượng methanol từ 0,10 % đến 1,50 % (theo thể tích)] – Phương pháp so màu bằng mắt.*
- TCVN 9637-9 (ISO 1388-9), *Xác định hàm lượng este – Phương pháp chuẩn độ sau khi xà phòng hóa.*
- TCVN 9637-10 (ISO 1388-10), *Xác định hàm lượng các hydrocarbon – Phương pháp chưng cất.*
- TCVN 9637-11 (ISO 1388-11), *Phép thử phát hiện fufural.*
- TCVN 9637-12 (ISO 1388-12), *Xác định thời gian oxy hóa bằng permanganat.*

Ethanol sử dụng trong công nghiệp – Phương pháp thử – Phần 4: Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng trung bình – Phương pháp chuẩn độ

Ethanol for industrial use – Methods of test –

*Part 4: Estimation of content of carbonyl compounds present in moderate amounts –
Titrimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng trung bình trong ethanol sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng các hợp chất carbonyl bằng hoặc lớn hơn 0,01 % (theo khối lượng), tính theo acetaldehyd.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này được sử dụng trong thương mại, chỉ cho phép xác định những hợp chất carbonyl phản ứng dưới điều kiện xác định.

Tiêu chuẩn này được áp dụng cùng với TCVN 9637-1 (ISO 1388-1) (xem Phụ lục A).

2 Nguyên tắc

Phản ứng của hydroxylamoni chlorua với các hợp chất carbonyl trong phần mẫu thử và chuẩn độ acid chlorhydric được tạo thành với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxide, dùng chỉ thị bromophenol xanh.

3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước với độ tinh khiết tương đương.

3.1 Thuốc thử hydroxylamoni chloride

CẢNH BÁO: Gây ăn mòn và kích ứng. Tránh tiếp xúc với mắt và da.

Hoà tan 4 g hydroxylamoni chloride trong 20 ml nước và pha loãng đến 200 ml bằng ethanol 95 % (theo thể tích). Đun hồi lưu khoảng 30 min trong bồn cách thủy, để nguội đến nhiệt độ môi trường, thêm 5 ml dung dịch bromophenol xanh (3.4) và chỉ cho vừa đủ dung dịch natri hydroxide (3.2) đến khi xuất hiện màu xanh lá cây.

3.2 Natri hydroxide, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

3.3 Acid chlohydric, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

3.4 Bromophenol xanh, dung dịch 2 g/l trong ethanol.

Hòa tan 0,2 g bromophenol xanh trong 1,5 ml dung dịch natri hydroxide (3.2) và pha loãng đến 100 ml bằng ethanol 95 % (theo thể tích).

4 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và

4.1 Bình tam giác, dung tích 150 ml, có nút thủy tinh nhám.

5 Cách tiến hành

5.1 Phần mẫu thử

Lấy 50 ml \pm 0,1 ml phần mẫu thử và cho vào bình tam giác (4.1).

5.2 Phép xác định

Lấy 50 ml thuốc thử hydroxylamoni chloride (3.1) cho vào bình tam giác thứ 2 (4.1), sử dụng làm dung dịch màu tiêu chuẩn.

Thêm 1,25 ml dung dịch bromophenol xanh vào bình tam giác có phần mẫu thử (5.1) và thêm từng giọt dung dịch natri hydroxide (3.2) hoặc dung dịch acid chlohydric (3.3) cho đến khi có màu đạt tới màu tiêu chuẩn. Sau đó thêm vào mỗi bình 25 ml thuốc thử hydroxylamoni chloride (3.1), đậy nút bình chứa dung dịch màu tiêu chuẩn.

Mở nhẹ nút bình chứa dung dịch thử và gia nhiệt trong 10 min trong bồn cách thủy đang sôi. Lấy bình ra khỏi bồn cách thủy, để nguội đến nhiệt độ môi trường và chuẩn độ dung dịch với dung dịch natri hydroxide (3.2) cho đến khi có màu càng giống màu dung dịch tiêu chuẩn càng tốt.

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng các hợp chất carbonyl được biểu thị theo phần trăm khối lượng của acetaldehyd (CH_3CHO), tính theo công thức:

$$\frac{0,004405 \times V \times 100}{50 \times \rho}$$

$$= \frac{0,00881 \times V}{\rho}$$

trong đó

- V là dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxide (3.2) dùng để xác định; tính bằng mililit;
- ρ là khối lượng riêng của mẫu ở 20 °C [xem TCVN 9637-1 (ISO 1388-1), Điều 4), tính bằng gam trên mililit;
- 0,004 405 là khối lượng của các hợp chất carbonyl tính theo acetaldehyd, tương ứng với 1 ml của dung dịch natri hydroxide, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tính bằng gam;
- 50 là thể tích phần mẫu thử (5.1), tính bằng mililit.

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn có nồng độ không chính xác theo quy định trong danh mục thuốc thử, phải tiến hành hiệu chỉnh thích hợp.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các TCVN liên quan đến ethanol sử dụng trong công nghiệp

TCVN 9637-1 (ISO 1388-1), *Quy định chung.*

TCVN 9637-2 (ISO 1388-2), *Phát hiện tính kiềm hoặc xác định độ acid bằng phenolphthalein.*

TCVN 9637-3 (ISO 1388-3), *Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng nhỏ - Phương pháp đo quang.*

TCVN 9637-4 (ISO 1388-4), *Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng trung bình – Phương pháp chuẩn độ.*

TCVN 9637-5 (ISO 1388-5), *Xác định hàm lượng aldehyd – Phương pháp so màu bằng mắt.*

TCVN 9637-6 (ISO 1388-6), *Phép thử khả năng trộn lẫn với nước.*

TCVN 9637-7 (ISO 1388-7), *Xác định hàm lượng methanol [hàm lượng methanol từ 0,01 % đến 0,20 % (theo thể tích)] – Phương pháp đo quang.*

TCVN 9637-8 (ISO 1388-8), *Xác định hàm lượng methanol [hàm lượng methanol từ 0,10 % đến 1,50 % (theo thể tích)] – Phương pháp so màu bằng mắt.*

TCVN 9637-9 (ISO 1388-9), *Xác định hàm lượng este – Phương pháp chuẩn độ sau khi xà phòng hóa.*

TCVN 9637-10 (ISO 1388-10), *Xác định hàm lượng các hydrocarbon – Phương pháp chưng cất.*

TCVN 9637-11 (ISO 1388-11), *Phép thử phát hiện fufural.*

TCVN 9637-12 (ISO 1388-12), *Xác định thời gian oxy hóa bằng permanganat.*