

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9637-7:2013
ISO 1388-7:1981**

Xuất bản lần 1

**ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
PHƯƠNG PHÁP THỬ –
PHẦN 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METHANOL
[HÀM LƯỢNG METHANOL TỪ 0,01 % ĐẾN 0,20 %
(THEO THỂ TÍCH)] – PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG**

*Ethanol for industrial use – Methods of test –
Part 7: Determination of methanol content [methanol contents
between 0,01 % and 0,20 % (V/V)] – Photometric method*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9637-7:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-7:1981.

TCVN 9637-7:2013 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 chung 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 7: Xác định hàm lượng methanol [hàm lượng methanol từ 0,01 % đến 0,20 % (theo thể tích)] - Phương pháp đo quang

*Ethanol for industrial use - Methods of test - Part 7: Determination of
methanol content [methanol contents between 0,01 and 0,20 % (V/V)] -
Photometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo quang để xác định hàm lượng methanol trong ethanol sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng methanol từ 0,01 % đến 0,20 % (theo thể tích).

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

2 Nguyên tắc

Sự chuyển hóa của methanol có trong phần mẫu thử thành formaldehyd do quá trình oxy hoá với dung dịch kali permanganat trong acid phosphoric. Phản ứng của formaldehyd được tạo thành với acid chromotropic.

Đo quang của dung dịch màu tím thu được ở bước sóng khoảng 570 nm.

3 Thuốc thử

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

3.1 Kali permanganat, dung dịch 30 g/l trong acid phosphoric.

Hoà tan 3 g kali permanganat trong một ít nước, thêm 15,5 ml dung dịch acid orthophosphoric, ρ 1,69 g/ml, pha loãng đến 100 ml bằng nước và lắc đều.

3.2 Dinatri disulfit [natri metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)], dung dịch 100 g/l.

Hoà tan 10 g natri metabisulfit trong nước và pha loãng đến 100 ml.

3.3 4,5-Dihydroxynaphtalen-2,7 disulphonic acid (acid chromotropic), dung dịch trong acid sulfuric.

3.3.1 Chuẩn bị dung dịch

Hoà tan 0,1 g acid chromotropic, hoặc muối dinatri của nó trong 10 ml nước. Trong khi làm lạnh, thêm 90 ml acid sulfuric ρ khoảng 1,81 g/ml, dung dịch khoảng 90 % (theo khối lượng) và lắc đều.

Chuẩn bị dung dịch tại thời điểm sử dụng.

Nếu dung dịch gây ra sự tạo màu đáng kể trong quá trình tạo màu của dung dịch bổ chính (5.3.1) hoặc dung dịch phép thử trắng (5.2), làm sạch acid chromotropic hoặc muối dinatri của nó theo quy trình quy định tại 3.3.2.

3.3.2 Làm sạch acid chromotropic

Hoà tan khoảng 10 g acid chromotropic, hoặc muối dinatri của nó trong 25 ml nước. Nếu dùng muối dinatri, thêm 2 ml acid sulfuric có ρ khoảng 1,84 g/ml, trong khi làm lạnh để chuyển nó về dạng acid tự do. Thêm 50 ml methanol, gia nhiệt đến sôi và lọc qua phễu lọc thủy tinh thiêu kết, độ xốp P 10¹.

Thêm 100 ml propan-2-ol vào dung dịch để kết tủa acid chromotropic. Gom kết tủa trong phễu lọc thủy tinh thiêu kết, độ xốp P 10 và rửa kết tủa bằng một lượng nhỏ propan-2-ol. Để khô, ban đầu trong không khí và sau đó trong bình hút ẩm có acid sulfuric ρ khoảng 1,84 g/ml, dung dịch khoảng 98 % (theo khối lượng) làm chất hút ẩm.

Nếu sau khi làm sạch, dung dịch phép thử trắng vẫn còn màu, loại bỏ acid chromotropic.

3.4 Methanol, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,05 % (theo thể tích) methanol.

Cho 1,00 ml methanol tuyệt đối vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm lượng ethanol không chứa methanol tương đương với 99 ml ethanol khan, pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc đều.

Cho 25,0 ml dung dịch này vào bình định mức dung tích 200 ml, pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc đều.

1 ml của dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,000 5 ml methanol.

¹ Xem ISO 4793, *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation* (Phễu lọc (thủy tinh) thiêu kết – Độ xốp, phân loại và quy cách).

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Bồn cách thủy, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.2 Quang phổ kế hoặc

4.3 Máy hấp thụ quang điện, có các kính lọc đảm bảo truyền tối đa trong vùng 570 nm.

5 Cách tiến hành

5.1 Phần mẫu thử và chuẩn bị dung dịch thử

Lấy thể tích phần mẫu thử (V_2) của mẫu phòng thử nghiệm, tương ứng 5,0 ml ethanol khan, cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Chuẩn bị dung dịch thử bằng cách dùng nước pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

5.2 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng tại cùng thời điểm với phép xác định, theo cùng một quy trình và sử dụng cùng lượng của tất cả các thuốc thử được sử dụng đối với phép xác định, nhưng thay thế phần mẫu thử bằng thể tích ethanol không chứa metanol tương ứng với 5,0 ml ethanol khan.

5.3 Chuẩn bị đường chuẩn

5.3.1 Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn, được sử dụng cho việc chuẩn bị cho các dung dịch đo màu tiêu chuẩn.

Lấy một loạt sáu bình định mức dung tích 100 ml, cho những lượng dung dịch methanol tiêu chuẩn (3.4) nêu trong Bảng 1, pha loãng đến vạch mức bằng dung dịch ethanol không chứa methanol 5 % (theo thể tích) trong nước và lắc đều.

Bảng 1 – Thể tích dung dịch tiêu chuẩn methanol

Dung dịch tiêu chuẩn methanol (3.4), ml	Thể tích tương ứng của methanol, ml
0*	0
1,00	0,000 5
2,50	0,001 25
5,00	0,002 5
10,00	0,005
20,00	0,010

* Dung dịch bổ chính

TCVN 9637-7:2013

5.3.2 Chuẩn bị dung dịch đo màu tiêu chuẩn, đối với phép đo quang được thực hiện trong các cuvet có chiều dài quang học 1 cm.

Lấy một loạt sáu ống nghiệm, cho vào mỗi ống 2 ml mỗi dung dịch tiêu chuẩn methanol đã pha loãng (5.3.1).

5.3.3 Tạo màu

Thêm vào mỗi ống 1,0 ml dung dịch kali permanganat (3.1) và sau 15 min thêm 0,6 ml dung dịch *dinatri* disulfit (3.2). Các dung dịch này sẽ không có màu, trong khi làm mát với đá, thêm 10,0 ml dung dịch acid chromotropic (3.3), gia nhiệt trong bồn cách thủy (4.1), kiểm soát nhiệt độ tại $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 20 min. Lấy các ống nghiệm ra khỏi bồn cách thủy và để nguội.

CHÚ THÍCH 1: Nếu màu của dung dịch bỏ chính đậm đặc hơn màu của dung dịch đo màu tiêu chuẩn pha loãng nhất, làm sạch acid chromotropic hoặc muối *dinatri* của nó theo quy định tại 3.3.2

CHÚ THÍCH 2: Chuẩn bị đường chuẩn mới sau mỗi lần sử dụng chai acid chromotropic mới.

5.3.4 Phép đo quang

Sử dụng quang phổ kế (4.2), đặt bước sóng trong khoảng 570 nm hoặc dùng máy hấp thụ quang điện (4.3) có gắn kính lọc thích hợp, tiến hành ngay phép đo quang trên từng dung dịch đo màu tiêu chuẩn (5.3.2) sau khi điều chỉnh thiết bị về dải hấp thụ zero theo dung dịch ethanol 5 % (theo thể tích) trong nước.

5.3.5 Vẽ đồ thị

Loại bỏ dải hấp thụ của dung dịch bỏ chính ra khỏi dải hấp thụ của các dung dịch đo màu tiêu chuẩn (5.3.2). Vẽ đồ thị, ví dụ như thể tích tính bằng mililit của methanol trong dung dịch tiêu chuẩn (5.3.1) theo tọa độ và các giá trị của dải hấp thụ được hiệu chỉnh tương ứng theo tung độ.

5.4 Phép xác định

5.4.1 Tạo màu

Lấy 2,0 ml của dung dịch thử (5.1), cho vào trong ống nghiệm và tiến hành theo quy định tại 5.3.3.

5.4.2 Phép đo quang

Tiến hành phép đo quang trên dung dịch thử và dung dịch phép thử trắng theo quy trình quy định tại 5.3.4, sau khi điều chỉnh thiết bị về hệ số hấp thụ zero theo dung dịch ethanol 5 % (theo thể tích) trong nước.

6 Biểu thị kết quả

Sử dụng đường chuẩn (5.3.5), xác định thể tích methanol tương ứng với giá trị của phép đo quang.

Hàm lượng methanol, tính bằng phần trăm thể tích methanol, theo công thức sau

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 100}{V_2}$$

trong đó

V_0 là thể tích của methanol xác định được trong dung dịch phép thử trắng, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích của methanol xác định được trong dung dịch thử, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit.

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.*