TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9637-5:2013
ISO 1388-5:1981

Xuất bản lần 1

ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP – PHƯƠNG PHÁP THỬ – PHẦN 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC ALDEHYD – PHƯƠNG PHÁP SO MÀU BẰNG MẮT

Ethanol for industrial use – Methods of test –
Part 5: Determination of aldehydes content – Visual colorimetric method

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9637-5:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-5:1981.

TCVN 9637-5:2013 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 phenolphtalein.*
- 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 5: Xác định hàm lượng các aldehyd - Phương pháp so màu bằng mắt

Ethanol for industrial use – Methods of test –
Part 5: Determination of aldehydes content – Visual colorimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu bằng mắt để xác định hàm lượng các aldehyd của ethanol sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng aldehyd, tính theo acetaldehyd, trong khoảng từ 0,000 25 % đến 0,001 25 % (theo khối lượng).

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

2 Nguyên tắc

Phản ứng của các aldehyd trong phần mẫu thử với thuốc thử Schiff. So sánh bằng mắt màu thu được với màu của dung dịch so màu tiêu chuẩn có chứa lượng acetaldehyd đã biết.

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 Ethanol, 95 % (theo thể tích), không chứa các aldehyd, được tinh chế như sau.

Đun hồi lưu 1 500 ml ethanol tuyệt đối trong 2 h với 15 g *m*-phenylendiamin. Chưng cất hỗn hợp, loại bỏ 50 ml phần phân đoạn đầu tiên và cuối cùng của sản phẩm chưng cất. Điều chỉnh nồng độ đến 95 % (theo thể tích) bằng cách thêm thể tích nước thích hợp và trộn đều.

Sử dụng quy trình quy định trong Điều 5 kiểm tra xác nhận ethanol được tinh chế không chứa các aldehyd.

3.2 Thuốc thử Schiff

CẢNH BÁO: Fuchsin gốc là chất gây ung thư. Tránh tiếp xúc da với fuchsin gốc và dung dịch của fuchsin. Tránh hít phải bụi của fuchsin.

3.2.1 Cách tiến hành

Lấy 1 500 ml nước vào bình tam giác dung tích 3 000 ml, thêm 4,500 g ± 0,005 g *p*-rosanilin hydrochloride (fuchsin gốc) và khuấy đều đến khi hòa tan. Thêm 9,60 g ± 0,05 g *di*sodium disulfit [natri metabisulfit ($Na_2S_2O_5$)], trộn và để yên 5 min đến 10 min. Thêm 40 ml dung dịch acid sulfuric nồng độ khoảng 295 g/ml, lắc kỹ, đậy nút và để yên khoảng 12 h. Khử màu dung dịch bằng carbon hoạt tính, nếu cần.

3.2.2 Xác định và điều chỉnh hàm lượng lưu huỳnh dioxide tự do

Chuyển 10 ml thuốc thử không màu (3.2.1) vào bình tam giác dung tích 250 ml. Thêm 20 ml nước và 5 ml dung dịch hồ tinh bột vừa mới chuẩn bị và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn iod, $c(1/2\ I_2)$ = 0,1 mol/l, cho đến khi nhận được màu xanh đen đặc trưng.

CHÚ THÍCH: 1 ml dung dịch iod, $c(1/2\ I_2)$ = 0,1 mol/l tương đương với 0,003 2 g SO_2.

Nếu hàm lượng lưu huỳnh dioxide tự do nằm ngoài dải tối ưu (0,18 g đến 0,31 g trong 100 ml thuốc thử), điều chỉnh cho thích hợp, tăng lên bằng cách thêm lượng đã tính của dinatri disulfit hoặc giảm đi bằng cách tạo bọt không khí trong dung dịch thuốc thử.

3.3 Acetaldehyd, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng với 1 g acetaldehyd trong mỗi lít.

Cân 0,693 0 g acetaldehyd amonia [$CH_3CH(NH_2)OH$], chính xác đến 0,000 1 g, hòa tan trong ethanol (3.1). Chuyển định lượng dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, pha loãng đến vạch mức bằng ethanol (3.1) và lắc đều.

1 ml của dung dịch này chứa 0,001 g acetaldehyd.

CHÚ THÍCH: Nếu acetaldehyd amonia cấp phân tích không có sẵn, tinh chế sản phẩm thương mại như sau:

Hòa tan khoảng 5 g acetaldehyd amonia trong một lượng nhỏ ethanol tuyệt đối và kết tủa nó bằng cách thêm hai lần thể tích diethyl ete khô ($C_2H_5OC_2H_5$). Sử dụng phễu Buchner, lọc kết tủa và rửa với nhiều diethyl ete, chuyển ngay vào bình hút ẩm chân không có chứa dung dịch acid sulfuric 98 % (theo khối lượng) là chất hút ẩm, ρ xấp xỉ 1,84 g/ml và để khô trong 3 h đến 4 h. Lặp lại việc tinh chế này nếu cần, cho đến khi sản phẩm mất màu.

CẢNH BÁO: Diethyl ete rất dễ cháy và hơi của nó có hại. Tránh hít phải hơi.

3.4 Acetaldehyd, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng đến 0,1 g acetaldehyd trong mỗi lít.

Chuyển 25,0 ml dung dịch tiêu chuẩn acetaldehyd (3.3) vào bình định mức dung tích 250 ml, pha loãng đến vạch mức bằng ethanol (3.1) và lắc đều.

1 ml của dung dịch này chứa 0,0001 g acetaldehyd.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Ống so màu, có nút thủy tinh nhám, dung tích khoảng 20 ml, và có vạch chia tại 10 ml và 14 ml.

4.2 Pipet chia độ, dung tích 5 ml, chính xác đến 0,02 ml.

5 Cách tiến hành

5.1 Phần mẫu thử

Sử dụng pipet chia độ (4.2), lấy 0,3 ml mẫu phòng thử nghiệm cho vào ống so màu (4.1)

5.2 Chuẩn bị dung dịch thử và dung dịch so màu tiêu chuẩn

Lấy một loạt sáu bình định mức dung tích 100 ml, cho dung dịch tiêu chuẩn acetaldehyd (3.4) theo từng thể tích quy định trong Bảng 1, pha loãng đến vạch mức bằng ethanol (3.1) và lắc đều.

Bảng 1 – Thể tích dung dịch tiêu chuẩn acetaldehyd

Dung dịch tiêu chuẩn acetaldehyd (3.4), ml	**Khối lượng acetaldehyd tương ứng,** g
2,0	0,000 2
3,0	0,000 3
5,0	0,000 5
7,0	0,000 7
9,0	0,000 9
10,0	0,001 0

Dùng pipet chia độ (4.2) lấy 3,0 ml mỗi dung dịch tiêu chuẩn acetaldehyd đã pha loãng cho vào sáu ống so màu (4.1).

Xử lý dung dịch trong từng ống, bao gồm cả những ống có chứa phần mẫu thử (5.1) như sau:

Pha loãng 10 ml với nước và thêm đủ thuốc thử Schiff (3.2) cho đến thể tích 14 ml. Đậy nút lại, trộn dung dịch (tốt nhất là cùng một lúc) và để yên trên giá khoảng 25 min.

5.3 Phép xác định

So sánh màu của dung dịch thử với màu của dung dịch so màu tiêu chuẩn, trong ánh sáng ban ngày.

CHÚ THÍCH: Nếu màu của dung dịch thử đậm hơn so với màu của dung dịch đo màu tiêu chuẩn đậm đặc nhất, lặp lại phép thử bằng cách sử dụng nhiều mẫu thí nghiệm hơn được pha loãng phù hợp với ethanol (3.1) và điều này phải được tính đến khi tính kết quả.

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng các aldehyd, tính theo phần trăm khối lượng của acetaldehyd, được tính theo công thức

$$\frac{m}{\rho}$$

trong đó

m là khối lượng của acetaldehyd được dùng để chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn pha loãng để có màu đối chứng gần nhất với màu của dung dịch thử, tính bằng gam (xem Bảng 1);

ρ là khối lượng riêng của mẫu ở 20 °C [xem TCVN 9637-1 (ISO 1388-1), Điều 4), tính bằng gam trên 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 phenolphtalein.*

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.*