

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9637-12:2013
ISO 1388-12:1981**

Xuất bản lần 1

**ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
PHƯƠNG PHÁP THỬ –
PHẦN 12: XÁC ĐỊNH THỜI GIAN OXY HÓA
BẰNG PERMANGANAT**

*Ethanol for industrial use – Methods of test –
Part 12: Determination of permanganate time*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9637-12:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-12:1981.

TCVN 9637-12:2013 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 12: Xác định thời gian oxy hóa bằng permanganat

*Ethanol for industrial use – Methods of test –
Part 12: Determination of permanganate time*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định thời gian oxy hóa của ethanol dùng trong công nghiệp bằng permanganat.

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

2 Thuật ngữ, định nghĩa

2.1

Thời gian oxy hóa (permanganate time)

Số thời gian cần thiết, tính bằng phút, sau khi thêm 2 ml dung dịch kali permanganat 0,2 g/ml vào 50 ml mẫu, để màu phù hợp với màu tiêu chuẩn.

3 Nguyên tắc

Thêm vào phần mẫu thử, trong điều kiện quy định, dung dịch kali permanganat. Xác định thời gian để màu của dung dịch thử này đạt tới màu của dung dịch cobalt (II) chloride và màu tiêu chuẩn uranyl nitrat.

4 Thuốc thử

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

4.1 Kali permanganat, dung dịch 0,2 g/l

Dùng nước đã được đun sôi trước đó 30 min đủ để pha loãng kali permanganat cho dung dịch màu hồng nhạt bền. Làm nguội nước trước khi chuẩn bị dung dịch.

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi sử dụng và tránh ánh sáng.

4.2 Cobalt (II) chloride và uranyl nitrat, màu tiêu chuẩn

Lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) chloride hexahydrat ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 50 g/l, thêm 7 ml dung dịch uranyl nitrat hexahydrate [$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 40 g/l, pha loãng với nước đến 50 ml.

Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

5 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH: Làm sạch đồ thủy tinh được sử dụng để tránh bất kỳ sự ô nhiễm nào.

Thiết bị, dụng cụ thí nghiệm thông thường và

5.1 Bồn cách thủy, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ ở $15\text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2\text{ }^\circ\text{C}$.

5.2 Hai ống đong giống nhau, dung tích 100 ml, thủy tinh không màu và trong suốt, được chia vạch tại 50 ml và có nút thủy tinh nhám.

5.3 Buret, dung tích 10 ml, có vạch chia 0,05 ml.

6 Cách tiến hành

6.1 Phân mẫu thử

Thực hiện càng sớm càng tốt sau khi nhận được mẫu thử. [Hướng dẫn cho việc bảo quản mẫu được quy định trong TCVN 9637-1 (SO 1388-1)].

Rửa một trong hai ống đong (5.2), trước tiên rửa với 15 ml đến 20 ml acid clohydric, ρ xấp xỉ 1,19 g/ml, dung dịch khoảng 38 % (theo khối lượng), sau đó sáu lần với nước vôi, hai lần với nước cất và cuối cùng với một chút mẫu phòng thử nghiệm.

Đổ mẫu thí nghiệm ở nhiệt độ khoảng $15\text{ }^\circ\text{C}$ đến vạch mức của ống đong.

6.2 Phép xác định

Rót dung dịch màu tiêu chuẩn đến vạch mức của ống đong thứ hai (4.2).

Cho ống đong chứa phần mẫu thử (6.1) trong bồn cách thủy (5.1), kiểm soát nhiệt độ ở $15\text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2\text{ }^\circ\text{C}$, sao cho mực nước trong bồn xấp xỉ 25 mm dưới cổ của ống đong. Sau 15 min, lấy ống đong ra khỏi bồn cách thủy, dùng buret (5.3), thêm 2,0 ml dung dịch kali permanganat (4.1). Ghi lại thời gian. Đậy ngay nút ống đong lắc và đặt vào trong bồn cách thủy.

Lấy ống đong ra khỏi bồn cách thủy, cứ khoảng 1 min lại so sánh màu, xem từ trên xuống dưới theo chiều dọc trên nền trắng, với màu của dung dịch màu tiêu chuẩn. Tránh phơi dung dịch thử với ánh sáng mạnh ban ngày.

Ghi lại thời gian mà tại đó màu của dung dịch thử giống với màu của dung dịch tiêu chuẩn.

7 Biểu thị kết quả

Báo cáo thời gian, tính bằng phút, từ khi thêm dung dịch kali permanganat đến khi màu của dung dịch thử giống với màu của dung dịch tiêu chuẩn.

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.*