

TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9637-9:2013
ISO 1388-9:1981**

Xuất bản lần 1

**ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
PHƯƠNG PHÁP THỬ –
PHẦN 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ESTE –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ SAU KHI XÀ PHÒNG HÓA**

Ethanol for industrial use – Methods of test –

Part 9: Determination of esters content – Titrimetric method after saponification

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9637-9:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-9:1981.

TCVN 9637-9:2013 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 9: Xác định hàm lượng este – Phương pháp chuẩn độ sau khi xà phòng hóa

Ethanol for industrial use – Methods of test –

Part 9: Determination of esters content – Titrimetric method after saponification

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng este của ethanol sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng este từ 0,005 % đến 0,15 % (theo khối lượng), tính theo ethyl acetat.

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

2 Nguyên tắc

Xà phòng hoá este có trong phần mẫu thử bằng cách đun sôi với lượng dư dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit; xác định natri hydroxit dư, từ đó xác định lượng đã sử dụng để xà phòng hoá bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn acid clohydric với chỉ thị phenolphtalein.

3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, trừ trường hợp 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, không chứa carbon dioxide, mới được pha chế.

3.1 Nước, không chứa carbon dioxide

Đun sôi nước cất và để nguội trong bình có nút mang ống bẫy chứa soda vôi.

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

TCVN 9637-9:2013

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

3.4 Phenolphtalein, dung dịch 5 g/l trong ethanol

Hoà tan 0,5 g phenolphtalein trong 100 ml chứa ethanol 95 % (theo thể tích) và thêm dung dịch natri hydroxide (3.2) cho đến khi thu được màu hồng nhạt.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Bình tam giác, bằng thủy tinh borosilicate, dung tích 500 ml, có cổ nhám.

4.2 Ống ngưng hồi lưu, làm lạnh bằng nước có ống nối bằng thủy tinh nhám hợp với bình (4.1).

CHÚ THÍCH: Làm sạch thiết bị, dụng cụ như sau.

Cho hỗn hợp ethanol và dung dịch natri hydroxide (tỷ lệ không vượt quá tới hạn) vào bình (4.1) và nối với ống ngưng hồi lưu (4.2). Gia nhiệt nhẹ hỗn hợp trong hồi lưu trong vài phút.

Loại bỏ hỗn hợp và làm sạch bình tam giác và ống ngưng, trước tiên rửa dưới nước vòi và sau đó tráng lại vài lần bằng nước cất.

5 Cách tiến hành

5.1 Phần mẫu thử

Lấy 50,0 ml mẫu phòng thử nghiệm. Nếu hàm lượng este, tính theo ethyl acetat, được dự kiến nhỏ hơn hoặc bằng 0,01 % (tính theo khối lượng) thì lấy 100 ml $\pm 0,1$ ml.

5.2 Cách xác định

Rót phần mẫu thử (5.1) vào bình (4.1), thêm 20 ml nước và 0,5 ml dung dịch phenolphtalein (3.4). Trung hòa dung dịch [thông thường với dung dịch natri hydroxide (3.2) cho đến khi màu hồng xuất hiện, tồn tại trong khoảng 15 s].

Thêm 10,0 ml dung dịch natri hydroxide (3.2). Lắp vào ống ngưng (4.2) và gia nhiệt trong 1 h trong bồn cách thủy đang sôi. Lắp ống bẫy chứa soda-vôi vào đầu trên của ống ngưng và làm nguội bình trong nước. Tháo ống bẫy chứa soda-vôi ra và rửa bên trong ống ngưng bằng hai lần nước, mỗi lần 10 ml, gom nước rửa vào bình. Tháo bình ra và rửa cổ bình bằng 10 ml nước, lại gom nước rửa vào bình.

Cẩn thận chuẩn độ dung dịch với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn acid chlorhydric (3.3) cho đến khi màu hồng biến mất.

5.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng với dung dịch trung hòa của phép xác định (5.2), sử dụng quy trình quy định tại 5.2, đoạn 2 và 3.

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng este, tính theo phần trăm khối lượng của ethyl acetat ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$), theo công thức

$$\frac{0,0088 \times (V_2 - V_1) \times 100}{V_0 \rho}$$

$$= \frac{0,88 \times (V_2 - V_1)}{V_0 \rho}$$

trong đó:

- V_0 là thể tích của phần mẫu thử (5.1), tính bằng mililit;
 - V_1 là thể tích của dung dịch acid clohydric sử dụng trong phép xác định (3.3), tính bằng mililit;
 - V_2 là thể tích của dung dịch acid clohydric sử dụng trong phép thử trắng (3.3), 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;
- 0,008 8 là khối lượng của este tính theo ethyl acetat, tương ứng 1 ml dung dịch natri hydroxide, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tính bằng gam.

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.*