

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 1051:2009

ETANOL TINH CHẾ - PHƯƠNG PHÁP THỬ

Pure ethanol – Test methods

Lời nói đầu

TCVN 1051:2009 thay thế cho TCVN 1051-71.

TCVN 1051:2009 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.

ETANOL TINH CHẾ - PHƯƠNG PHÁP THỬ

Pure ethanol – Test methods

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thử đối với etanol tinh cất, tinh khiết cao, sản xuất bằng phương pháp lên men từ ngũ cốc, rỉ đường.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 7764 (ISO 6353) (các phần), *Thuốc thử dùng trong phân tích hóa học*.

3. Hóa chất, thuốc thử

Các hóa chất, thuốc thử được sử dụng trong quá trình phân tích phải phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 7764 (ISO 6353), hoặc có cấp tinh khiết tương đương. Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc có cấp tinh khiết tương đương (sau đây gọi là nước).

3.1. Axit sulfuric (H_2SO_4) đậm đặc ($d = 1,84$).

3.2. Axit sulfuric (H_2SO_4), dung dịch (1+1).

3.3. Axit sulfuric, dung dịch 0,1 N, pha từ fixanal.

3.4. Aldehyt axetic (CH_3CHO), $d = 0,7830$, nhiệt độ sôi $20,8\text{ }^{\circ}C$ đến $21,8\text{ }^{\circ}C$.

3.5. Axit clohydric (HCl) ($d = 1,188$).

3.6. Axit oxalic ($H_2C_2O_4$) bão hòa.

3.7. Natri dithionit ($Na_2S_2O_4$), dung dịch mới pha có khối lượng riêng $d = 1,308$.

3.8. Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 0,1 N; 0,05 N.

3.9. Isobutanol, có nhiệt độ sôi $108\text{ }^{\circ}C$ ($d = 0,803$).

3.10. Isopentanol, có nhiệt độ sôi $132\text{ }^{\circ}C$ ($d = 0,812$).

3.11. Bromthymol xanh, dung dịch 0,05% pha trong etanol 20° .

3.12. Etanol không chứa aldehyt, điều chế trên thiết bị chưng cất đặc biệt, đã pha loãng thành 50° (xem Phụ lục A).

3.13. Etanol không chứa rượu bậc cao và aldehyt đã làm lạnh đến 20 °C, có độ cồn 96°.

3.14. Kali pemanganat, dung dịch 0,02%, bảo quản lạnh trong bình thủy tinh sẫm màu và để ổn định trong 24 h. Chỉ sử dụng dung dịch trong thời gian 4 ngày kể từ khi pha chế, khi dùng dung dịch phải có màu và trong suốt.

3.15. Kali pemanganat, dung dịch 1%, bảo quản lạnh trong bình thủy tinh sẫm màu và để ổn định trong 24h. Chỉ sử dụng dung dịch trong thời gian 4 ngày kể từ khi pha chế, khi dùng dung dịch phải có màu hồng và trong suốt.

3.16. Fucsin bazơ hay para fucsin bazơ

3.17. Aldehyt salisilic, dung dịch.

3.18. Metanol.

3.19. Anilin.

4. Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau.

4.1. Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,0001 g.

4.2. Nhiệt kế, chính xác đến 0,1 °C và có dải đo từ 0°C đến 50 °C.

4.3. Cồn kế, chính xác đến 0,1°.

4.4. Đồng hồ bấm giây

4.5. Bể điều nhiệt.

5. Lấy mẫu

5.1. Trong mỗi đơn vị bao gói được lấy mẫu, phải lấy mẫu ở 3 vị trí: trên, dưới và giữa. Lấy mẫu ở 5% số đơn vị bao gói của lô hàng nhưng không được lấy ít hơn 3 đơn vị.

5.2. Lấy 2 lít mẫu, trộn đều và chia thành hai phần bằng nhau: một phần cho vào lọ có nút mài dùng để phân tích; phần còn lại cho vào lọ có nút mài khác, dùng để lưu.

Chai đựng mẫu phải được gắn kín và có nhãn ghi:

- Tên nhà sản xuất;
- Tên và loại sản phẩm;
- Số hiệu của lô hàng;
- Dung tích của lô hàng, tính bằng lít;
- Thời gian và nơi lấy mẫu.

6. Phương pháp thử

6.1. Xác định các chỉ tiêu cảm quan

6.1.1. Việc xác định các chỉ tiêu cảm quan được tiến hành trong phòng sáng, thoáng không khí và không có mùi lạ.

6.1.2. Xác định màu sắc và độ trong

Cho lần lượt vào 2 ống nghiệm so màu có chiều cao và đường kính như nhau: ống thứ nhất 10 mL mẫu thử; ống thứ hai 10 mL nước. Đưa hai ống nghiệm ra chỗ sáng, đặt trên nền trắng, so sánh màu sắc, độ trong. Màu sắc và độ trong của hai ống phải như nhau.

6.1.3. Xác định mùi và vị

Pha loãng mẫu thử thành 2 loại: 20°C và 50°C. Rót hai loại vừa pha loãng vào hai chén sứ dung tích 100 mL, mỗi loại 50 mL. Etanol 20° dùng để thử mùi, etanol 50° dùng để thử vị.

Khi có etanol chuẩn, tiến hành thử nếm để so sánh nhưng không quá 3 mẫu. Thử nếm để so sánh mẫu thử với mẫu có chất lượng đã biết, nhưng phải tiến hành theo trình tự từ mẫu có chất lượng tốt đến xấu.

6.2. Xác định các chỉ tiêu hóa lý

6.2.1. Xác định độ cồn ở 20 °C (hàm lượng etanol ở 20 °C)

6.2.1.1. Nguyên tắc

Dùng cồn kế và nhiệt kế để xác định độ cồn và nhiệt độ của etanol cần thử.

6.2.1.2. Cách tiến hành

Rót khoảng 20 mL mẫu thử vào ống đong dung tích 250 mL, thả nhiệt kế và cồn kế vào ống đong, đổ tiếp mẫu thử cho đầy ống đong. Đặt ống đong vào chậu nước có nhiệt độ dưới 20 °C (thỉnh thoảng cầm cồn kế khuấy nhẹ etanol trong ống đong). Đợi cho etanol trong ống đong có nhiệt độ 20 °C, đọc độ cồn của etanol trên cồn kế (trường hợp thử etanol ở điều kiện nhiệt độ dưới 20 °C phải dùng chậu nước có nhiệt độ trên 20 °C).

6.2.3. Xác định thời gian oxy hóa

6.2.3.1. Nguyên tắc

Cho etanol tác dụng với kali permanganat đến mức qui định, xác định thời gian phản ứng.

6.2.3.2. Cách tiến hành

Dùng mẫu thử tráng ống đong có nút mài, dung tích 100 mL một vài lần. Rót khoảng 50 mL mẫu thử vào ống đong, đặt ống đong vào bể điều nhiệt cho đến khi mẫu thử có nhiệt độ 20 °C. Sau đó thêm 1 mL dung dịch kali permanganat 0,02% (3.14) vào ống đong, đậy nút lại, lắc đều và lại đặt ống đong vào bể điều nhiệt có nhiệt độ 20 °C. Lúc này, luôn phải theo dõi màu của dung dịch trong ống đong chứa mẫu thử và màu của dung dịch tiêu chuẩn gồm 0,25 g coban clorua và 0,28 g uran nitrat trong 100 mL nước. Khi màu của hai dung dịch giống nhau thì ngừng theo dõi thời gian. Thời gian phản ứng tính từ lúc cho thuốc thử kali pemanganat vào đến lúc màu của hai dung dịch như nhau.

6.2.4. Xác định hàm lượng aldehyt

6.2.4.1. Nguyên tắc

Cho thuốc thử fucsin-sunfit tác dụng của mẫu thử và etanol có dung dịch aldehyt tiêu chuẩn. So màu của mẫu thử và màu của etanol có dung dịch aldehyt tiêu chuẩn.

6.2.4.2. Chuẩn bị các dung dịch

6.2.4.2.1. Dung dịch fucsin sunfit

Cân 0,1 g fucsin bazơ hay para fucsin bazơ (3.16) chính xác đến 0,0002 g trong cốc thủy tinh sạch, khô. Hòa tan lượng cân trong 70 mL nước. Rót dung dịch vào bình định mức dung tích 100 mL, để nguội bình đến 20 °C, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Lấy 15 mL dung dịch fucsin từ bình định mức trên, cho vào bình thủy tinh có nút mài dung tích 200 mL, thêm 10 mL dung dịch natri dithionit (d = 1,308) (3.7) vừa điều chế, lắc đều hỗn hợp và thêm tiếp 100 mL nước, 1,5 mL axit sulfuric đậm đặc (d = 1,84) (3.1), lắc đều.

Dung dịch pha xong đựng trong bình thủy tinh màu nâu có nút mài và để chỗ lạnh (khoảng 1 °C đến 8 °C) sau 24 h mới đem dùng, lúc này dung dịch phải không màu và có mùi đặc trưng của sulfua dioxit.

6.2.4.2.2. Dung dịch aldehyt axetic gốc

Lấy ampun đã hàn kín một đầu và cân chính xác đến 0,000 2 g, hơ nóng phần bầu của nó trên ngọn lửa đèn cồn. Ngay sau đó, nhúng đầu hở của ampun vào bình chứa aldehyt axetic (3.4). Đợi cho aldehyt axetic vào khoảng 2/3 dung tích ampun thì lấy ampun ra và hàn đầu hở của ampun trên đèn cồn.

Cân ampun đưng aldehyt chính xác tới 0,000 2 g và xác định khối lượng aldehyt axetic.

VÍ DỤ:

Khối lượng ampun có aldehyt axetic: 1,856 3 g;

Khối lượng ampun không: 1,530 6 g;

Khối lượng aldehyt axetic $1,856\ 3 - 1,530\ 6 = 0,325\ 7$ (g)

Dung dịch gốc có 1 mg aldehyt axetic/1 mL, do đó lượng cân 325,7 mg phải pha trong 325,7 mL etanol 50°. Do lượng aldehyt axetic chiếm một thể tích nên lượng etanol 50° thực tế cần:

$$325,7 - \frac{0,3256}{0,7830} = 325,6(mL)$$

Trong đó 0,7830 là khối lượng riêng của aldehyt axetic.

Cho 325,6 mL etanol 50° không chứa aldehyt và rượu bậc cao (đã làm lạnh đến 20 °C) vào bình thủy tinh màu nâu, dung tích 500 mL có nút mài. Thả ampun đưng aldehyt axetic vào bình, đậy chặt nút lại, lắc mạnh để đập vỡ ampun. Không lọc các mảnh ampun vỡ để tránh sai số.

6.2.4.2.3. Dung dịch aldehyt axetic tiêu chuẩn

Lấy 2 bình định mức dung tích 100 mL, cho etanol 50° không chứa rượu bậc cao và aldehyt (3.12) (đã làm lạnh đến 20 °C) vào một nửa dung tích bình. Dùng pipet có độ chính xác đến 0,01 mL, lấy 0,40 mL aldehyt axetic gốc, cho vào bình thứ nhất, 1,00 mL aldehyt axetic gốc cho vào bình thứ hai, lắc đều cả hai bình. Sau đó, thêm etanol 50° vào các bình đến vạch mức, lắc đều.

Các dung dịch aldehyt axetic gốc và aldehyt axetic tiêu chuẩn được bảo quản trong bình thủy tinh màu nâu, có nút mài và để ở chỗ mát.

6.2.4.2.4. Pha một dung dịch aldehyt axetic có 1 mg aldehyt axetic trong 1 mL etanol 96°.

6.2.4.3. Cách tiến hành

Lấy 3 ống nghiệm so màu đáy bằng, có chiều cao và đường kính như nhau. Cho vào ống nghiệm thứ nhất 5 mL mẫu thử, 5 mL nước; ống thứ hai, thứ ba lần lượt mỗi ống 10 mL etanol tiêu chuẩn có nồng độ aldehyt axetic tương ứng với 10 mg/L và 20 mg/L etanol 100°. Đặt cả 3 ống nghiệm vào chậu nước có nhiệt độ 20 °C ± 2 °C và giữ đến lúc etanol trong các ống nghiệm cũng có nhiệt độ đó. Sau đó lấy các ống nghiệm ra, cho vào mỗi ống nghiệm 2 mL thuốc thử fucsin – sunfit, lắc đều rồi đặt các ống nghiệm vào chậu nước có nhiệt độ 20 °C ± 2 °C. Sau 20 min, kể từ lúc thêm thuốc thử vào, đem các ống nghiệm ra so màu. Mẫu thử thuộc loại nào thì màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch aldehyt axetic thuộc loại đó.

6.2.5. Xác định hàm lượng axit

6.2.5.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit để chuẩn độ axit có trong etanol, sử dụng chỉ thị bromthymol xanh.

6.2.5.2. Cách tiến hành

Lấy 100 mL mẫu vào bình cầu dung tích 500 mL, thêm 100 mL nước và lắp ống sinh hàn hồi lưu vào bình cầu. Đun sôi dung dịch trong bình cầu 5 min, sau đó làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng (lúc làm nguội để tránh tác dụng của cacbon dioxit, lắp vào phần trên của ống làm lạnh bộ phận bảo vệ đưng với nút thay đổi định kỳ). Tháo ống làm lạnh, thêm 10 giọt chỉ thị bromthymol xanh (3.11) và dùng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit 0,05 N (3.5) chuẩn độ cho đến lúc đổi màu.

6.2.5.3. Tính kết quả

Hàm lượng axit (X), quy đổi ra axit axetic, tính bằng mg trong 1 lít etanol 100°, theo công thức:

$$X = \frac{V \times N \times M \times 10 \times 100}{C}$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit 0,05N đã tiêu tốn, tính bằng mL;

N là nồng độ đương lượng của dung dịch natri hydroxit;

M là khối lượng phân tử của axit axetic, tính bằng g;

10 là hệ số chuyển hàm lượng axit trong 100 mL mẫu thử ra 1 L;

$\frac{100}{C}$ là hệ số chuyển hàm lượng etanol C ra hàm lượng etanol 100°;

C là hàm lượng etanol của mẫu thử (xác định tại 6.2.1).

6.2.6. Xác định hàm lượng este

6.2.6.1. Nguyên tắc

Lấy etanol cần thử vừa xác định axit, thêm một lượng natri hydroxit xác định để xà phòng hóa este và chuẩn độ lại lượng natri hydroxit dư.

6.2.6.2. Cách tiến hành

Thêm 10 mL dung dịch natri hydroxit 0,1 N (3.8) vào dung dịch sau khi đã trung hòa axit trong bình nón, lắp ống làm lạnh hồi lưu vào bình nón và đun sôi dung dịch trên bếp cách thủy trong 1 h. Sau đó, lấy bình nón ra và làm nguội đến nhiệt độ phòng (lúc làm nguội để tránh tác dụng của cacbon dioxide, lắp vào phần trên của ống làm lạnh bộ phận bảo vệ đựng vôi xút thay đổi định kỳ) tháo ống làm lạnh, thêm 10 mL dung dịch axit sulfuric 0,1 N (3.3) và dùng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit 0,05N (3.8) chuẩn độ lượng axit dư.

Hàm lượng este (X), quy đổi ra este etylaxetat, trong 1 L etanol 100° tính bằng mg theo công thức:

$$X = \frac{V_1 \times 8,8 \times 10 \times 100}{C}$$

Trong đó

8,8 là lượng este etylaxetat, tương ứng với 1 mL dung dịch natri hydroxit 0,1 N, tính bằng mg;

10 là hệ số chuyển ra 1 L etanol;

$\frac{100}{C}$ là hệ số chuyển hàm lượng etanol C ra hàm lượng etanol 100°;

C là hàm lượng etanol của mẫu thử

V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,1 N tiêu tốn khi xà phòng hóa 100 mL mẫu thử, tính bằng mL theo công thức:

$$V_1 = \left(10 + \frac{V_2}{2}\right) \times K - 10$$

Trong đó

V_2 là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,05 N tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ lượng axit dư, tính bằng mL;

10 thể tích dung dịch natri hydroxit và axit sulfuric, tính bằng mL;

K là hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch natri hydroxit về 0,1 N;

Chấp nhận dung dịch axit sulfuric vừa chuẩn từ fixanal là đúng để thiết lập hệ số hiệu chỉnh, đưa dung dịch natri hydroxit về 0,1 N như sau: thêm vào dung dịch sau khi xác định este 10 mL axit sulfuric 0,1 N và 10 mL dung dịch natri hydroxit 0,1 N. Dùng dung dịch natri hydroxit 0,05 N chuẩn độ lượng axit dư và tính hệ số điều chỉnh K theo công thức:

$$K = \frac{10}{10 + \frac{V_3}{2}}$$

Trong đó

V_3 là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,05 N tiêu tốn khi chuẩn lượng axit dư, tính bằng mL;

10 là thể tích dung dịch axit sulfuric và natri hydroxit 0,1 N, tính bằng mL;

Dung dịch natri hydroxit lúc chuẩn bị phải có hệ số hiệu chỉnh trong khoảng 0,97 đến 0,99;

Dung dịch natri hydroxit 0,05 N điều chế bằng cách pha loãng dung dịch natri hydroxit 0,1 N gấp đôi.

CHÚ THÍCH: Khi xác định hàm lượng este và thiết lập độ chuẩn, phải dùng cùng một pipet hoặc buret để lấy axit và cùng một buret để lấy kiềm.

VÍ DỤ:

Xác định hàm lượng este trong mẫu thử đã tiêu tốn 0,9 mL, dung dịch natri hydroxit 0,05 N. Khi xác định hệ số hiệu chỉnh đã tiêu tốn khoảng 0,2 mL dung dịch natri hydroxit 0,05 N.

Tính hệ số hiệu chỉnh (K) theo công thức:

$$K = \frac{10}{10 + \frac{0,2}{2}} = 0,99$$

Hàm lượng este (X) etylaxetat tính bằng mg/L etanol 100°, xác định theo công thức:

$$X = \frac{\left[\left(10 + \frac{0,9}{2} \right) 0,99 - 10 \right]}{96} \times 8,8 \times 10 \times 100 = 31,6$$

6.2.7. Xác định hàm lượng rượu bậc cao

6.2.7.1. Nguyên tắc

Cho etanol và các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn tác dụng với thuốc thử, căn cứ vào màu sắc của dung dịch thử và các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn để quyết định loại cho etanol thử.

6.2.7.2. Chuẩn bị các dung dịch

6.2.7.2.1. Hỗn hợp rượu bậc cao

Cho 10 mL isobutanol (3.9) và 30 mL isopentanol (3.10) vào bình nón có nút mài, đậy nút lại lắc đều. Nạp rượu hỗn hợp vào các ampun nhỏ.

6.2.7.2.2. Dung dịch gốc của hỗn hợp rượu bậc cao

VÍ DỤ:

Khối lượng ampun có rượu bậc cao: 1,8200 g

Khối lượng ampun không: 1,3600 g

Dung dịch gốc sau khi pha phải có: 0,96 mg/mL, do đó lượng 460 mg (1,8200-1,3600) phải pha trong 479,16 mL etanol 96° không chứa rượu bậc cao và aldehyt. Vì bản thân bậc cao chiếm một thể tích nên lượng etanol 96° chỉ cần:

$$479,16 - \frac{0,460}{0,810} = 479,16 - 0,56 = 478,5(mL)$$

Trong đó

0,810 là khối lượng riêng của hỗn hợp rượu

Cho 478,5 mL etanol 96° (20 °C) không chứa rượu bậc cao và aldehyt vào bình thủy tinh khô có nút mài. Thả ampun đựng rượu bậc cao vào. Đậy chặt nút lại, lắc mạnh để đập vỡ ampun. Không lọc các mảnh ampun vỡ.

6.2.7.2.3. Các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn

Lấy hai bình định mức dung tích 100 mL, cho etanol 96° đến khoảng ½ dung tích bình. Dùng pipet chia độ đến 0,01 mL lấy dung dịch gốc của rượu bậc cao, cho vào bình thứ nhất 3,12 mL và cho vào bình thứ hai 6,24 mL, lắc đều. Sau đó, dùng một pipet khác lấy dung dịch aldehyt axetic (chuẩn bị theo 6.2.4.2.3) cho thêm vào bình thứ nhất 0,8 mL, cho vào bình thứ 2 mL, lắc đều. Thêm etanol 96° vào các bình đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch gốc và dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn phải đựng trong bình thủy tinh màu nâu có nút mài.

6.2.7.2.4. Dung dịch aldehyt salisilic (nhiệt độ sôi khoảng 196 °C) chuẩn bị như sau: cho 1mL aldehyt salisilic (3.17) vào bình định mức dung tích 100 mL, đã có sẵn 50 mL etanol 96° không chứa rượu bậc cao và aldehyt. Sau đó, thêm tiếp etanol 96° trên đây đến vạch mức, lắc đều. Đựng dung dịch vừa pha trong bình thủy tinh màu nâu.

6.2.7.3. Cách tiến hành

Lần lượt cho vào 3 bình cầu dung tích 50 mL – 70 mL: bình thứ nhất 5 mL mẫu thử, bình thứ hai và thứ ba mỗi bình 5 mL rượu bậc cao tương ứng với 30 mg và 60 mg trong 1 L etanol 100°. Thêm vào cả 3 bình mỗi bình 0,2 mL dung dịch aldehyt salisilic 1%, lắc đều. Giữ các bình cầu trong 20 min, sau đó, đem so màu của dung dịch thử với các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn (nếu khó so màu có thể rót 3 dung dịch vào 3 ống nghiệm so màu).

CHÚ THÍCH: Khi rót dung dịch axit sulfuric phải rót từ từ theo thành bình để khi chưa lắc axit không trộn với etanol mà ở đáy bình.

6.2.8. Xác định hàm lượng metanol

6.2.8.1. Nguyên tắc

Cho mẫu thử tác dụng với thuốc thử fucsin – sunfit sau khi đã oxy hóa metanol thành aldehyt focmin. So màu của dung dịch thử với các dung dịch metanol tiêu chuẩn.

6.2.8.2. Chuẩn bị các dung dịch

6.2.8.2.1. Dung dịch metanol tiêu chuẩn

Rót etanol 96° không chứa rượu bậc cao và aldehyt vào hai bình định mức có nút mài, dung tích 1000 mL, đến ¾ thể tích bình, và giữ ở 20 °C. Dùng microburet đựng methanol (3.18) cho vào 2 bình định mức lần lượt 0,6 mL, 1 mL, lắc đều. Thêm etanol 96° không chứa rượu bậc cao và aldehyt đến vạch mức, lắc đều.

6.2.8.2.2. Dung dịch fucsin – sunfit

Hòa tan 0,1 g fucsin bazơ hay parafucsin bazơ (3.16) trong 70 ml nước ấm (khoảng 70 °C đến 80 °C). Rót dung dịch vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Rót cả 100 mL dung dịch fucsin vừa pha vào bình thủy tinh có nút mài, dung tích 200 mL, thêm 2,5 mL dung dịch natri dithionit (d = 1,262) mới pha, lắc đều. Sau 3 h đến 4 h, thêm 0,48 mL axit sulfuric đậm đặc (d = 1,84) (3.1) vào dung dịch.

Dung dịch pha xong phải giữ cho bình thủy tinh màu nâu và để ở chỗ lạnh; lúc đem dùng, dung dịch phải không màu, có mùi đặc trưng của sulfua dioxit, khi trộn với một thể tích etanol 45° không có rượu bậc cao và aldehyt phải không được hiện màu.

6.2.8.3. Cách tiến hành

Lần lượt cho vào 3 ống nghiệm so màu đáy bằng dung tích 25 mL: ống thứ nhất 0,1 mL mẫu thử; các ống khác mỗi ống 0,1 mL metanol tiêu chuẩn có hàm lượng metanol tương ứng với 0,06 %; 0,1%. Thêm vào mỗi ống 5 mL dung dịch kali pemanganat 1% (3.12) và 0,4 mL dung dịch axit sulfuric (1+1) (3.2). Đậy nút các ống nghiệm lại, lắc đều.

Sau 3 min, thêm vào các ống nghiệm mỗi ống 1 mL dung dịch axit oxalic bão hòa (3.6), khi dung dịch đã ngã màu vàng nhạt, thêm vào mỗi ống nghiệm 1 mL dung dịch axit sulfuric đậm đặc ($d = 1,84$) (3.1). Để các dung dịch mất màu hoàn toàn, thêm vào mỗi ống nghiệm 5 mL thuốc thử fucin-sunfit, lắc đều, đậy chặt nút lại. Để yên các ống nghiệm 35 min, sau đó đem so màu của dung dịch thử với các dung dịch metanol tiêu chuẩn.

6.2.9. Xác định hàm lượng furfurool

Cho mười giọt aniline (3.19) (không màu, nếu có màu phải tinh cất lại), 3 giọt axit clohydric ($d = 1,188$) (3.5) vào ống nghiệm so màu đáy bằng có nút mài dung tích 20 mL, sau đó cho 10 mL mẫu thử và lắc đều.

Sau 10 min, lấy ống nghiệm ra quan sát, dung dịch etanol sau khi thử phải không được hiện màu. Khi xuất hiện màu đỏ chứng tỏ có furfurool.

7. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- kết quả phép thử;
- các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử;
- các thao tác bất kỳ được thực hiện không qui định trong tiêu chuẩn này;
- ngày, tháng, năm thử nghiệm.

PHỤ LỤC A

(tham khảo)

BẢNG THỂ TÍCH ETANOL VÀ NƯỚC LẤY ĐỂ PHA ETANOL 50% (THEO THỂ TÍCH) Ở 20°C

| Độ còn của etanol ban đầu tính bằng % thể tích | Lượng chất lấy (mL) | | Độ còn của etanol ban đầu tính bằng % thể tích | Lượng chất lấy (mL) | | Độ còn của etanol ban đầu tính bằng % thể tích | Lượng chất lấy (mL) | |
|--|---------------------|------|--|---------------------|------|--|---------------------|------|
| | Etanol | Nước | | Etanol | Nước | | Etanol | Nước |
| 100 | 500 | 537 | 83 | 602 | 418 | 66 | 758 | 253 |
| 99 | 505 | 530 | 82 | 610 | 410 | 65 | 769 | 240 |
| 98 | 510 | 524 | 81 | 617 | 430 | 64 | 781 | 227 |
| 97 | 515 | 517 | 80 | 625 | 394 | 63 | 794 | 214 |
| 96 | 520 | 511 | 79 | 633 | 385 | 62 | 806 | 201 |
| 95 | 526 | 504 | 78 | 641 | 376 | 61 | 820 | 187 |
| 94 | 532 | 498 | 77 | 649 | 367 | 60 | 833 | 173 |

| | | | | | | | | |
|----|-----|-----|----|-----|-----|----|-----|-----|
| 93 | 538 | 491 | 76 | 658 | 359 | 59 | 847 | 158 |
| 92 | 543 | 484 | 75 | 667 | 349 | 58 | 862 | 143 |
| 91 | 549 | 477 | 74 | 676 | 339 | 57 | 877 | 127 |
| 90 | 556 | 471 | 73 | 685 | 330 | 56 | 893 | 111 |
| 89 | 562 | 463 | 72 | 694 | 320 | 55 | 909 | 94 |
| 88 | 568 | 456 | 71 | 704 | 308 | 54 | 926 | 76 |
| 87 | 575 | 449 | 70 | 714 | 298 | 53 | 943 | 59 |
| 86 | 581 | 442 | 69 | 725 | 287 | 52 | 962 | 40 |
| 85 | 588 | 434 | 68 | 735 | 276 | 51 | 980 | 21 |
| 84 | 595 | 426 | 67 | 746 | 265 | | | |

CHÚ THÍCH: Các số trong bảng chỉ ra lượng etanol và nước (tính bằng mL) lấy để pha 1 L etanol.