

**TCVN** TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9637-3:2013  
ISO 1388-3:1981**

Xuất bản lần 1

**ETHANOL SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –  
PHƯƠNG PHÁP THỬ –  
PHẦN 3: XÁC ĐỊNH CÁC HỢP CHẤT CARBONYL  
CÓ HÀM LƯỢNG NHỎ – PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG**

*Ethanol for industrial use – Methods of test –  
Part 3: Estimation of content of carbonyl compounds present in small amounts –  
Photometric method*

HÀ NỘI - 2013

## Lời nói đầu

TCVN 9637-3:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 1388-3:1981.

TCVN 9637-3:2013 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 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 3: Xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng nhỏ - Phương pháp đo quang

*Ethanol for industrial use – Methods of test –*

*Part 3: Estimation of content of carbonyl compounds present in small amounts –*

*Photometric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo quang để xác định các hợp chất carbonyl có hàm lượng nhỏ trong ethanol sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này được áp dụng cho các sản phẩm có chứa hàm lượng hợp chất carbonyl trong khoảng 0,000 25 % đến 0,01 % (theo khối lượng), tính theo acetaldehyd.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này được sử dụng trong thương mại, chỉ cho phép xác định những hợp chất carbonyl phản ứng dưới điều kiện xác định.

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

### 2 Nguyên tắc

Phản ứng trong môi trường acid của hợp chất carbonyl trong phần mẫu thử với 2,4-dinitrophenylhydrazin. 2,4-dinitrophenylhydrazon tương ứng hình thành có màu đỏ, sau khi kiềm hóa dung dịch.

Đo quang của dung dịch màu đỏ này ở bước sóng khoảng 445 nm.

### 3 Thuốc thử

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

**3.1 Ethanol**, không chứa hợp chất carbonyl, độ tinh khiết như sau:

## TCVN 9637-3:2013

Đun hồi lưu 500 ml ethanol với 5 g 2,4-dinitrophenylhydrazin và 5 giọt dung dịch acid clohydric (3.3) trong 2 h đến 3 h. Sử dụng cột cát Widmer, chiều dài khoảng 30 mm, đường kính khoảng 25 mm, hoặc cột phù hợp khác bất kỳ để cất ethanol từ từ. Loại bỏ 50 ml sản phẩm cất đầu tiên và lấy 400 ml tiếp theo, loại bỏ phần còn lại. Nếu sản phẩm chưng cất có màu thì chưng cất lại.

**3.2 2,4-Dinitrophenylhydrazin**, dung dịch bão hoà trong ethanol (3.1) ở nhiệt độ môi trường.

**3.3 Acid clohydric**, khối lượng riêng xấp xỉ 1,19 g/ml, dung dịch khoảng 38 % (theo khối lượng).

**3.4 Kali hydroxide**, dung dịch 100 g/l trong dung dịch ethanol 70 % (theo thể tích) (3.1)

**3.5 Hợp chất carbonyl**, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,440 g hợp chất carbonyl trong một lít, tính theo acetaldehyd.

Cân 1,200 g acetophenon, chính xác đến 0,000 1 g và hòa tan nó trong một lượng nhỏ ethanol (3.1). Chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 100 ml, dùng ethanol có cùng chất lượng pha loãng đến vạch mức và lắc đều. Lấy 10,0 ml của dung dịch này chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, pha loãng đến vạch mức bằng ethanol và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 440 µg hợp chất carbonyl, tính theo acetaldehyd.

## 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  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**4.2 Ống nghiệm**, có nút thủy tinh nhám.

**4.3 Quang phổ kế**, hoặc

**4.4 Máy hấp thụ quang điện**, được trang bị các bộ lọc giúp truyền dẫn tối đa với bước sóng khoảng 445 nm.

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Phần mẫu thử

Lấy 1,0 ml mẫu phòng thử nghiệm và cho vào trong ống nghiệm (4.2).

### 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 khối lượng của tất cả các thuốc thử sử dụng cho phép xác định, nhưng thay thế phần mẫu thử bằng 1,0 ml ethanol (3.1).

### 5.3 Chuẩn bị đường chuẩn

#### 5.3.1 Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn pha loãng, để chuẩn bị dung dịch đo màu tiêu chuẩn.

Lấy một loạt bảy bình định mức dung tích 25 ml, lấy các lượng dung dịch tiêu chuẩn hợp chất carbonyl (3.5) theo Bảng 1 và pha loãng đến vạch mức bằng ethanol (3.1).

**Bảng 1 – Thẻ tích dung dịch tiêu chuẩn carbonyl**

Dung dịch tiêu chuẩn hợp chất carbonyl (3.5)	Khối lượng của hợp chất carbonyl tương ứng, tính theo CH <sub>3</sub> CHO	Khối lượng của hợp chất carbonyl trong 1 ml dung dịch tiêu chuẩn pha loãng
ml	µg	µg
0*	0	0
0,15	66,0	2,6
0,25	110,0	4,4
0,50	220,0	8,8
0,75	330,0	13,2
1,00	440,0	17,6
1,25	550,0	22,0

\* Dung dịch bỏ chính.

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

Lấy một loạt bảy ống nghiệm (4.2), cho vào mỗi ống 1,0 ml dung dịch tiêu chuẩn pha loãng (5.3.1).

#### 5.3.3 Tạo màu

Thêm 1,0 ml dung dịch 2,4-dinitrophenylhydrazin (3.2) và một giọt dung dịch acid chlorhydric (3.3). Đậy nút ống và gia nhiệt khoảng 30 min trong bồn cách thủy (4.1), kiểm soát nhiệt độ ở 50 °C ± 2 °C. Để nguội, thêm 5,0 ml dung dịch kali hydroxide (3.4), lắc đều và để yên khoảng 5 min.

#### 5.3.4 Phép đo quang

Sử dụng quang phổ kế (4.3), đặt bước sóng trong khoảng 445 nm hoặc dùng máy hấp thụ quang điện (4.4) có lắp kính lọc thích hợp, tiến hành ngay phép đo quang mỗi dung dịch đo màu tiêu chuẩn sau khi điều chỉnh thiết bị về hệ số hấp thụ zero theo ethanol (3.1).

### 5.3.5 Vẽ đồ thị

Loại bỏ dải hấp thụ của dung dịch bổ chính ra khỏi dải hấp thụ của dung dịch đo màu tiêu chuẩn (5.3.2). Vẽ đồ thị, ví dụ như khối lượng tính bằng microgam của hợp chất carbonyl trong 1 ml mỗi dung dịch tiêu chuẩn pha loãng (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

Xử lý phần mẫu thử (5.1) trong ống nghiệm, theo quy trình được quy định trong 5.3.3.

### 5.4.2 Phép đo quang

Sau khi điều chỉnh thiết bị về hệ số hấp thụ zero theo ethanol (3.1), tiến hành ngay phép đo quang dung dịch thử và dung dịch phép thử trắng, theo quy trình được quy định tại 5.3.4

CHÚ THÍCH: Nếu dải hấp thụ vượt quá mức tối đa của đường chuẩn thì phải lập lại phép xác định (5.4), lấy 1,0 ml phần mẫu thử đã được chuẩn bị bằng cách pha loãng 1,0 ml của mẫu phòng thử nghiệm với thể tích ethanol (3.1) thích hợp (không vượt quá 4,0 ml).

## 6 Biểu thị kết quả

Sử dụng đường chuẩn (5.3.5), xác định khối lượng của hợp chất carbonyl tương ứng với giá trị của phép đo quang.

Hàm lượng hợp chất carbonyl được tính bằng phần trăm khối lượng của acetaldehyd ( $\text{CH}_3\text{CHO}$ ) theo công thức

$$\frac{(m_1 - m_0) \times 100}{10 \times \rho \times 10^6} \times r_D$$
$$= \frac{m_1 - m_0}{\rho \times 10^4} \times r_D$$

trong đó

- $m_0$  là khối lượng của hợp chất carbonyl xác định được trong dung dịch trắng, tính bằng microgam;
- $m_1$  là khối lượng của hợp chất carbonyl xác định được trong dung dịch thử, tính bằng microgam;
- $\rho$  là khối lượng riêng của mẫu ở 20 °C [xem TCVN 9637-1 (ISO 1388-1), Điều 4], tính bằng gam trên mililit;

- $r_D$  tỷ lệ thể tích của dung dịch thử pha loãng (xem chú thích 5.4.2) và phân ước số được lấy để xác định (nếu phần mẫu thử không đủ loãng,  $r_D$  bằng 1);
- 1,0 là thể tích của phần mẫu thử (5.1), 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.*

---