

VIỆT NAM DÂN CHỦ CỘNG HOÀ Ủy ban khoa học và kỹ thuật nhà nước	ETANOLA(CỒN) TINH CHẾ Phương pháp thử	TCVN 1051-71
		Nhóm I

Tiêu chuẩn này áp dụng cho etanola (cồn) tinh chất, tinh khiết cao, sản xuất bằng phương pháp lên men từ ngũ cốc, rỉ đường và qui định phương pháp thử các chỉ tiêu sau đây:

Các chỉ tiêu cảm quan (màu sắc, độ trong, mùi và vị) :

- Hàm lượng etanola;
- Thử độ tinh khiết;
- Thời gian oxi hoá;
- Hàm lượng andehit;
- Hàm lượng axit;
- Hàm lượng este;
- Hàm lượng rượu bậc cao;
- Hàm lượng metanols;
- Hàm lượng fufurola.

1. LẤY MẪU

- 1.1. Chất lượng etanola được xác định qua việc phân tích mẫu trung bình lấy ở mỗi lô hàng.
- 1.2. Lô hàng là lượng etanola đồng nhất, sản xuất ở cùng một nhà máy, có cùng một giấy chứng nhận chất lượng và giao nhận cùng một lúc.
- 1.3. Mỗi lô hàng cần kèm theo một giấy chứng nhận chất lượng ghi: tên Bộ chủ quản; tên đơn vị sản xuất; tên hàng; số hiệu của giấy chứng nhận chất lượng và ký hiệu của lô hàng; ngày, tháng sản xuất; lượng etanola trong mỗi lô hàng tính bằng lít và số liệu phân tích.
- 1.4. Khi lấy mẫu, nhìn vào bao bì xem hình dáng bên ngoài có tương ứng với những quy định về bao gói, ghi nhãn hay không.
- 1.5. 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 ít hơn 3 đơn vị.
- 1.6. Lấy 2 lít mẫu, trộn đều mẫu vừa lấy và chia làm 2 phần bằng nhau: một phần cho vào lọ có nút mài dùng để phân tích; phần còn lại cho vào 1 lọ có nút mài khác, dùng để phân tích trọng tài lúc có tranh chấp. Trên mỗi chai đựng mẫu đã được niêm phong bằng chì hoặc xi găng nhãn có ghi: tên Bộ chủ quản; tên đơn vị sản xuất; tên hàng; lượng etanola có trong mỗi lô tính bằng lít; số hiệu giấy chứng nhận chất lượng của lô hàng; thời gian lấy mẫu và người lấy mẫu. Cơ quan chọn để phân tích trọng tài do các bên hữu quan thoả thuận với nhau. Mẫu để phân tích trọng tài lưu trong 1 tháng.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ.

2.1 Xác định các chỉ tiêu cảm quan

2.1.1. Tiến hành xác định các chỉ tiêu cảm quan trong phòng sáng, thoáng, không khí trong phòng không được có mùi lạ

2.2.1 .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 etanola thử, ống thứ hai 10 ml nước cất. Đưa hai ống nghiệm ra chỗ sáng, đặt trên nền trắng so sánh màu sắc, độ trong. Màu sắc, độ trong của hai ống phải như nhau.

2.1.3 Xác định mùi và vị

Dùng nước để pha loãng etanola thành hai loại: 20⁰ và 50⁰. Rót hai loại etanola vừa pha loãng vào hai chén sứ, dung tích 100 -150 ml, mỗi loại 50 ml. Etanola 20⁰ dùng để khử mùi; etanola 50⁰ dùng để thử vị.

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

2.2 Xác định các chỉ tiêu hoá lý

2.2.1 Xác định hàm lượng etanola (độ cồn)

2.2.1.1 Nội dung

Dùng rượu kế và nhiệt kế để xác định etanola ở nhiệt độ quy định

2.2.1.2 Dụng cụ

Ống đong, dung tích 250 ml

Rượu kế chia độ đến 0,1°

Nhiệt kế có phạm vi đo 0 -50°, chia độ đến 0,1°C.

Chậu nước.

2.2.1.3 Tiến hành thử

Đổ một ít etanola thử vào ống đong, thả nhiệt kế và rượu kế vào ống đong, đổ tiếp etanola thử cho đầy ống đong. Đặt ống đong vào chậu nước dưới 20°C (thỉnh thoảng cầm rượu kế khuấy nhẹ cồn trong ống đong). Đợi cho etanola trong ống đong có nhiệt độ 20°C, đọc hàm lượng etanola trên rượu kế (trường hợp thử etanola ở điều kiện dưới 20°C phải dùng chậu nước có nhiệt độ trên 20°C).

2.2.2 Thử độ tinh khiết

2.2.2.1 Nội dung

Cho mẫu thử tác dụng với axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$). So sánh màu sắc dung dịch thử với màu quy định.

2.2.2.2 Dụng cụ và thuốc thử

Bình cầu cổ hẹp, dung tích 50 -70 ml

Ống đong, dung tích 10 ml

Đèn cồn

Đồng hồ bấm giây

Axit sunfuric, giữ mẫu XAVALI

2.2.2.3 Tiến hành thử

Cho 10 ml mẫu thử vào bình cầu dung tích 50 -70 ml và thêm nhanh 10 ml axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$) rót làm 3 -4 lần vào bình cầu. Đun ngay hỗn hợp trên đèn cồn (có ngọn lửa cao 4 -5 cm và chiều rộng phía dưới khoảng 1 cm). Lúc đun hỗn hợp, phải luôn quay bình cầu để trộn đều hỗn hợp và giữ sao cho ngọn lửa đèn cồn tiếp xúc với bình cầu không cao hơn mức chất lỏng trong bình. Lúc thấy bắt đầu xuất hiện bọt khí trên bề mặt chất lỏng thì ngừng đun (thời gian đun hỗn hợp thường từ 30 -40 giây) và để yên hỗn hợp.

Để đánh giá màu sắc đúng đắn, rót hỗn hợp trên vào ống nghiệm so màu và quan sát màu sắc của hỗn hợp.

2.2.3 Xác định thời gian oxi hoá

2.2.3.1 Nội dung

Cho mẫu thử tác dụng với kali pemanganat đến mức qui định; xác định thời gian phản ứng.

2.2.3.2 Dụng cụ và thuốc thử

Ống nghiệm không màu có nút mài và có vạch mức ở 50 ml

Máy điều nhiệt 20°C hoặc chậu nước có nhiệt độ 20°C.

Dung dịch kali pemanganat 0,02 % pha trong nước cất hai lần. Giữ dung dịch pha xong trong bình thủy tinh màu nâu, đặt ở chỗ lạnh và chỉ dùng sau khi pha được 24 giờ. Dung dịch chỉ để dùng không quá 4 ngày đêm, lúc dùng dung dịch phải có màu trong suốt.

2.2.3.3 Tiến hành thử

Dùng mẫu thử tráng ống nghiệm một vài lần. Cho mẫu thử vào ống nghiệm đến mức 50 ml, đặt ống nghiệm vào máy điều nhiệt, để cho mẫu thử có nhiệt độ 20°C. Sau đó, thêm vào ống nghiệm 1 ml dung dịch kali pemanganat 0,02%, đậy nút lại, lắc đều và lại đặt ống nghiệm vào máy điều nhiệt có nhiệt độ 20°C. Lúc này, luôn phải theo dõi màu của ống nghiệm đựng 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 cất. Khi màu của hai dung dịch bằng nhau thì ngừng theo dõi thời gian. Thời gian phản ứng tính từ lúc cho thuốc thử kali permanganat vào đến lúc màu của hai dung dịch bằng nhau.

2.2.4 Xác định hàm lượng andehit

2.2.4.1 Nội dung

Cho thuốc thử fucsin-sufit tác dụng với mẫu thử và rượu có andehit đúng tiêu chuẩn. So màu của rượu thử với màu của các dung dịch andehit tiêu chuẩn.

2.2.4.2 Dụng cụ và thuốc thử

Ampun thủy tinh, dung tích 1 -2 ml.

Đèn cồn

Cân phân tích

Bình định mức, dung tích 100 ml.

Ống nghiệm so màu đáy bằng, dung tích 25 ml, có nút mài và làm từ thủy tinh không màu

Đũa thủy tinh

Cốc, dung tích 50 ml, 100 ml

Pipet, dung tích 10 ml, 15 ml

Ống đồng, dung tích 10 ml

Natri hidrosunfua, tinh khiết để phân tích, dung dịch mới pha có khối lượng riêng $d = 1,308 \text{ g/cm}^3$.

Axit sunfuric, giữ mẫu Xavali

Etanola không chứa andehit, điều chế trên thiết bị chưng cất đặc biệt, đã pha loãng thành 50⁰ (xem bảng phụ lục)

Andehit axetic (khối lượng riêng $0,7830 \text{ g/cm}^3$), nhiệt độ sôi $20,8 - 21,8^{\circ}\text{C}$

2.2.4.3 Chuẩn bị các dung dịch

2.2.4.3.1 Dung dịch fucsin-sunfit

Cân 0,1 g fucsin bazơ hay parafucsin bazơ chính xác đến 0,0002 g trong cốc khô. Hoà tan lượng cân trong 70 ml nước cất 80°C . Chuyển dung dịch từ cốc vào bình định mức dung tích 100 ml. Để nguội bình đến 20°C , thêm nước đến cất đến vạch mức, lắc đều.

Lấy 15 ml fucsin từ bình định mức trên cho vào bình thủy tinh có nút mài dung tích 150 – 200 ml, thêm 10 ml dung dịch natri hidrosunfit ($d = 1,308$) ừa đều chế, lắc đều hỗn hợp và thêm tiếp 100 ml nước cất, 1,5 ml axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$), lắc đều.

Dung dịch pha xong đựng trong bình thủy tinh màu nâu có nút mài và để chỗ lạnh ($1-18^{\circ}\text{C}$) sau 24 giờ mới đem dùng, lúc dùng dung dịch phải không màu và có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxit.

2.2.4.3.2 Dung dịch andehit chính

Lấy ampun đã hàn kín một đầu và cân chính xác đến 0,0002 g, hơ nóng phần bầu của nó trên ngọn lửa cồn. Ngay sau đó, nhúng đầu hở của ampun vào bình andehit axetic. Đợi cho andehit vào khoảng 2/3 dung tích ampun thì lấy ra và hàn đầu hở của ampun trên đèn cồn.

Cân ampun đựng andehit axetic chính xác tới 0,0002 g, và xác định khối lượng andehit.

Ví dụ:

Khối lượng ampun có andehit : 1,8563 g;

Khối lượng ampun không : 1,5306 g.

Khối lượng andehit : $1,8563 - 1,5306 = 0,3257 \text{ g}$.

Dung dịch chính có 1 mg andehit / 1 ml do đó lượng cân 325,7mg phải pha trong 325,7 ml etanola 50⁰. Do lượng andehit chiếm một thể tích nên lượng etanola 50⁰ thực tế cần:

$$325,7 - \frac{0,3256}{0,7830} = 325,6 \text{ ml}$$

Trong đó 0,7830 là khối lượng riêng của andehit axetic

Cho 325,6 ml etanola 50⁰, không chứa andehit và rượu bậc cao(đã làm lạnh đến 20⁰C) vào bình thuỷ tinh màu nâu, dung tích 500 ml có nút mài. Thả ampun đựng andehit axetic vào bình, đậy chặt nút lại, lắc mạnh để đập vỡ ampun. Không lọc các mảnh ampun vỡ để tránh sai số.

2.2.4.3.2 Dung dịch andehit tiêu chuẩn

Lấy 2 bình định mức dung tích 100 ml, cho etanola 50⁰ không chứa rượu bậc cao và andehit (đã làm lạnh đến 20⁰C)vào một nửa dung tích bình. Dùng pipet chia độ đến 0,01 ml , lấy 0,40 ml andehit axetic chính cho vào bình thứ nhất, 1,00 ml andehit axetic chính cho vào bình thứ hai, lắc đều cả hai bình. Sau đó cho thêm etanola 50⁰ vào các bình đến vạch mức, lắc đều.

Các dung dịch andehit chính và andehit tiêu chuẩn phải giữ trong bình thuỷ tinh màu nâu, có nút mài và để ở chỗ mát.

2.2.4.3.3 Pha một dung dịch andehit axetic có 1 mg andehit axetic trong 1ml etanola 96⁰.

2.2.4.4 Tiến hành thử

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 và 5 ml nước cất, ống thứ hai, thứ ba lần lượt mỗi ống 10 ml etanola tiêu chuẩn có andehit tương ứng với 10 và 20 mg/l etanola 100⁰. Đặt cả 3 ống nghiệm vào chậu nước 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 lại đặt các ống nghiệm vào chậu nước có nhiệt độ 20⁰ ± 2⁰C. Sau 20 phút, 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 đậm hơn màu của dung dịch andehit thuộc loại đó.

Chú thích: Phương pháp so màu trên đây áp dụng cho trường hợp phân tích trọng tài, lúc xác định thông thường có thể dùng phương pháp khác.

2.2.5. Xác định hàm lượng axit

2.2.5.1 Nội dung

Dùng dung dịch natri hidroxit đã biết nồng độ, trung hoà axit có trong etanola thử với chỉ thị bromthimola xanh.

2.2.5.1 Nội dung

Dùng dung dịch natri hidroxit đã biết nồng độ, trung hoà axit có trong etanola thử với chỉ thị bromthimola xanh.

2.2.5.2 Dụng cụ và thuốc thử

Bình cầu, dung tích 500 ml có ống làm lạnh

Ống nhỏ giọt

Microburet

Bình nón dung tích 250 ml

Pipet dung tích 100 ml

Natri hidroxit, dung dịch 0,05 N

Bromthimola xanh, dung dịch 0,05 % pha trong etanola 20⁰.

2.2.5.3 Tiến hành thử

Cho vào bình cầu dung tích 500 ml, 100 ml etanola thử, thêm vào đó 100 ml nước cất và lắp ống làm lạnh hồi lưu vào bình cầu. Đun sôi dung dịch trong bình cầu 5 phút, 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 đựng vôi xút thay đổi định kỳ). Tháo ống làm lạnh, thêm vào 10 giọt dung dịch chỉ thị bromthimola xanh và dùng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn cho đến lúc đổi màu.

2.2.5.4 Tính kết quả

Lượng axit có trong etanola thử (X), chuyển ra axit axetic, tính bằng mg trong 1 lit etanola 100⁰ xác định theo công thức :

$$X = \frac{V \cdot N \cdot M \cdot 10 \cdot 100}{1000}$$

Trong đó

V - lượng natri hidroxit 0,05 N đã tiêu tốn , tính bằng ml.

N- nồng độ đương lượng của dung dịch natri hidroxit;

M- khối lượng phân tử (60) của axit axetic, tính bằng g;

10 - hệ số chuyển hàm lượng axit trong 100 ml mẫu thử ra 1 lit;

100 / C - hệ số chuyển hàm lượng etanola C a hàm lượng etanola 100⁰

C – hàm lượng etanola của mẫu thử

2.2.6 Xác định hàm lượng este

2.2.6.1 Nội dung

Lấy etanola thử vừa xác định axit, thêm một lượng natri hidroxit xác định để xà phòng hoá este và chuẩn lại lượng natri hidroxit dư.

2.2.6.2 Dụng cụ và thuốc thử

Dụng cụ thuốc thử như điều 2.2.5.2 và thêm 2 ống làm lạnh lắp vừa bình nón;

Axit sunfuric, dung dịch 0,1 N vừa chuẩn bị từ fixanan.

2.2.6.3 Tiến hành thử

Thêm vào dung dịch sau khi đã trung hoà axit trong bình nón 10 ml natri hioxit 0,1 N, lắp ống làm lạnh hồi lưu vào bình nón và đun sôi dung dịch trên nồi cách thuỷ trong 1 giờ. Sau đó lấy bình nón ra và làm nguội 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 đựng vôi xút thay định kỳ), tháo ống làm lạnh, thêm 10 ml axit sunfuric 0,1 N và dùng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn lượng axit dư.

Hàm lượng este (X), chuyển ra este etilaxetat, trong 1 lit etanola 100⁰ tính bằng mg theo công thức:

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

Trong đó :

8,8 - lượng este etilaxetat, tương ứng với 1 ml dung dịch natri hidroxit 0,1 N, tính bằng mg;

10 - hệ số chuyển ra 1 lit etanola;

100 / C - hệ số chuyển hàm lượng etanola C ra hàm lượng etanola 100⁰;

C – hàm lượng etanola của mẫu thử.

V₁ - lượng natri hidroxit 0,1 N tiêu tốn khi xà phòng hoá 100 ml mẫu thử, tính bằng ml và tính theo công thức:

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

Trong đó :

V₂ - Lượng dung dịch natri hidroxit 0,05 N tiêu tốn trong quá trình chuẩn lượng axit dư, tính bằng ml;

10 -lượng natri hidroxit và axit sunfuric, tính bằng ml;

K - hệ số hiệu chỉnh đưa dung dịch natri hidroxit về 0,1 N;

Chấp nhận dung dịch axit sunfuric 0,1 N vừa chuẩn bị từ fixanan là dùng để thiết lập hệ số hiệu chỉnh, đưa dung dịch natri hidroxit về 0,1 N như sau: thêm vào dung dịch sau khi xác định este 10

ml axit sunfuric 0,1 N và 10 ml natri hidroxit 0,1 N. Dùng dung dịch natri hidroxit 0,05 N chuẩn lượng axit dư và tính hệ số hiệu chỉnh (K) theo công thức :

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

trong đó :

V_3 - lượng dung dịch natri hidroxit 0,05 N tiêu tốn khi chuẩn lượng axit dư, tính bằng ml;

10 - lượng dung dịch axit sunfuric và natri hidroxit 0,1 N, tính bằng ml;

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

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

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

Ví dụ tính toán

Xác định hàm lượng este trong mẫu thử đã tiêu tốn 0,9 ml dung dịch natri hidroxit 0,05 N. Khi xác định hệ số hiệu chỉnh đã tiêu tốn 0,2 ml dung dịch natri hidroxit 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) etilaxetat tính bằng mg / l etanola 100⁰, xác định theo công thức :

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

2.2.7 Xác định hàm lượng rượu bậc cao

2.2.7.1 Nội dung

Cho etanola thử 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 etanola thử;

2.2.7.2 Dụng cụ và thuốc thử

Ống nghiệm so màu đáy bằng, dung tích 50 ml

Pipet dung tích 5 ml, chia độ đến 0,1 ml

Bình cầu cổ dài, hẹp, có nút mài, dung tích 50 - 70 ml

Ống đong, dung tích 100 ml

Axit sunfuric , giữ mẫu Xaval

Isobutanola, có nhiệt độ sôi 108⁰C (khối lượng riêng 0,803 g / cm³)

Isopentanola , có nhiệt độ sôi 132⁰C (khối lượng riêng 0,812 g / cm³)

Etanola không có rượu bậc cao và andehit đã làm lạnh đến 20⁰C, có độ cồn 96⁰.

2.2.7.3 Chuẩn bị các dung dịch

2.2.7.3.1 Hỗn hợp rượu bậc cao

Cho vào bình nón có nút mài 10 ml isobutanola và 30 ml isopentanola, đậy nút lại, lắc đều. Nạp rượu hỗn hợp vào các ampun nhỏ.

2.2.7.3.2 Dung dịch chính 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 chính sau khi pha phải có : 0,96 mg .ml do đó lượng 460 mg (1,8200 – 1,3600) phải pha trong 479,16 ml etanola 96⁰ không chứa rượu bậc cao và andehit. Vì bản thân rượu bậc cao chiếm một thể tích nên lượng etanola 96⁰ chỉ cần:

$$479,1 \text{ ml} - \frac{0,460}{0,810} = 479 - 0,56 = 478,5 \text{ ml}$$

trong đó :

0,810 - khối lượng riêng của hỗn hợp rượu

Cho 478, 5ml etanola 96⁰ (20⁰C) không chứa rượu bậc cao và andehit 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.

2.2.7.3.3 Các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn

Lấy hai bình định mức dung tích 100 ml, cho etanola 96⁰ đến khoảng 1/2 dung tích bình. Dùng pipet chia độ đến 0,01 ml lấy dung dịch chính của rượu bậc cao, cho vào bình thứ nhất 3,12 ml và cho vào bình thứ hai 6,14 ml, lắc đều. Sau đó dùng một pipet khác, lấy dung dịch andehit axetic (chuẩn bị theo điều 2.2.4.3.2) cho thêm vào bình thứ nhất 0,8 ml cho vào bình thứ hai 2 ml. lắc đều. Thêm etanola 96⁰vào các bình đến vạch mức, lúc đều. Dung dịch chính và dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn phải đựng trong bình thủy tinh màu nâu có nút mài.

2.2.7.3.4 Dung dịch andehit salisilic (nhiệt độ sôi 196 -197⁰C) chuẩn bị như sau : cho 1 ml andehit salisilic vào bình định ỨC dung tích 100 ml, đã có sẵn 50 ml etanola 96⁰ không chứa rượu bậc cao và andehit. Sau đó thêm tiếp etanola 96⁰ trên đây đến vạch mức, lắc đều. Đựng dung dịch vừa pha trong bình thủy tinh màu nâu.

2.2.7.4 Tiến hành thử

Lần lượt cho vào 3 bình cầu dung tích 50 -70 ml: bình thứ nhất 5 ml mẫu thử, bình thứ hai và thứ ba mỗi bình 5 ml rượu bậc cao tiêu chuẩn có hàm lượng rượu bậc cao tương ứng với 30 ; 60 mg / 1 l etanola 100⁰ . Thêm từ từ vào mỗi bình 10 ml axit sunfuric đậm đặc (d= 1,84), lắc đều. Giữ các bình cầu trong 20 phút sau đó đem so màu của dung dịch thử với các dung dịch rượu bậc cao tiêu chuẩn (nếu khó so màu có thể ốt 3 dung dịch vào 3 ống nghiệm so màu).

Chú thích : Lúc rót axit sunfuric phải rót từ từ theo thành bình để khi chưa lắc axit không trộn với etanola ở đáy bình.

2.2.8 Xác định hàm lượng metanola

2.2.8.1 Nội dung

Cho mẫu thử tác dụng với thuốc thử fucin-sunfit sau khi đã oxi hoá metanola thành andehit foocmic. So màu của dung dịch thử với các dung dịch metanola tiêu chuẩn

2.2.8.2 Dụng cụ và thuốc thử

Bình định mức, dung tích 100 ml

Cân phân tích, chính xác đến 0,0002 g.

Ống đong, dung tích 10 ml

Ống nghiệm dung tích 25 ml , không màu, đáy bằng, có nút mài

Kali pemangnat, dung dịch 1%. Giữ dung dịch kali pemanganat trong bình màu nâu , để ở chỗ lạnh, sau khi pha 24 giờ mới đem dùng và dùng không qua 4 ngày đêm. Khi dùng dung dịch phải trong và có màu hồng.

Axit sunfuric đậm đặc(d= 1,84) và dung dịch 1 : 1

2.2.8.3 Chuẩn bị các dung dịch

2.2.8.3.1 Dung dịch metanola tiêu chuẩn

Rót etanola 96⁰, không chứa rượu bậc cao và andehit vào 2 bình định mức có nút mài, dung tích 100 ml, đến ¾ thể tích bình và giữ ở 20⁰C . Dùng microburra đựng metanola cho vào 2 bình định mức lần lượt 0,6 ml, 1,0 ml, lắc đều. Thêm etanola 96⁰ , không chứa rượu bậc cao và andehitdeen vạch mức, lắc đều.

2.2.8.3.2 Dung dịch fucsin – sunfit

Hoà tan 0,1 g fucsin bazơ hay parafucsin bazơ trong 70 ml nước cất 70 -80⁰ C. Rót dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, để nguội rồi pha thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều. Rót cả 100 ml fucsin vừa pha vào bình thuỷ tinh có nút mài, dung tích 150 – 200 ml, thêm 2,5 ml dung dịch natri hidrosunfit (d= 1,262) mới pha, lắc đều. Sau 3 – 4 giờ thêm vào dung dịch 0,48 ml axit sunfuric đậm đặc(d= 1,84)

Dung dịch pha xong phải giữ trong bình thuỷ tinh màu nâu và để ở chỗ lạnh; lúc đem dùng, dung dịch phải không màu, có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxit, khi trộn với một thể tích etanola 45⁰ không có rượu bậc cao và andehit phải không được hiện màu.

2.2.8.4 Tiến hành thử

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 metanola tiêu chuẩn có hàm lượng metanola tương ứng với 0,06; 0,1 %. Thêm vào mỗi ống 1 ml axit oxalic bão hoà, khi dung dịch ngả màu vàng nhạt, thêm vào mỗi ống nghiệm 1 ml axit sunfuric đậm đặc (d = 1,84). Để các dung dịch mất màu hoàn toàn, thêm vào mỗi ống nghiệm 5 ml thuốc thử fucsin sunfit, lắc đều, đậy chặt nút lại. Để yên các ống nghiệm 35 phút, sau đó đem so màu của dung dịch thử với màu của các dung dịch metanola tiêu chuẩn.

2.2.9 Xác định fufurola

Cho vào ống nghiệm so màu đáy bằng có nút mài dung tích 20 ml mười giọt anilin (không màu, nếu có màu phải tinh chất lại), 3 giọt axit clohidric(d= 1,188), sau đó cho 10 ml mẫu thử và lắc đều.

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

PHỤ LỤC CỦA TCVN 1051 -71

Bảng thể tích etanola và nước lấy để pha etanola 50 % (theo thể tích) ở 20⁰C

Độ rượu của etanola ban đầu tính bằng % thể tích	Lượng chất lấy (ml)		Độ rượu của etanola ban đầu tính bằng % thể tích	Lượng chất lấy (ml)		Độ rượu của etanola ban đầu tính bằng % thể tích	Lượng chất lấy (ml)	
	Etanola	nước		Etanola	nước		Etanola	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 etanola và nước cất (tính bằng ml) lấy ra để pha 1 lit etanola