

TIÊU CHUẨN CƠ SỞ CÒN Y TẾ
ETHANOL TINH LUYỆN 70% (v/v)

Số: ES.F.MF13

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1.1. Công thức: Cho 1000 ml

Ethanol tinh luyện 96% 730 ml

Nước sạch..... vừa đủ 1000 ml

1.2. Chỉ tiêu chất lượng:

- Tính chất: Chất lỏng trong suốt, không màu, mùi đặc trưng, dễ cháy. Hòa lẫn với nước, ether và glycerin.
- Độ trong: Dung dịch 5% chế phẩm trong nước phải trong.
- Định tính: Thể hiện các phép thử định tính của Ethanol.
- Giới hạn acid - kiềm: Đạt yêu cầu quy định.
- Hàm lượng Ethanol: 68% - 72% tính theo thể tích.
- Hàm lượng tạp chất Methanol: Không quá 200 ppm (tt/tt).



2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Tính chất: Phương pháp phân tích: Cảm quan và thực nghiệm.

2.2. Độ trong:

Tiến hành thử theo ĐĐVN V, phụ lục 9.2 - "Xác định độ trong của dung dịch".

Pha loãng 5,0 ml chế phẩm thành 100 ml bằng nước cất, để yên 5 phút dung dịch thu được phải trong khi so sánh với nước cất.

2.3. Định tính:

- A. Đun nóng 1 ml chế phẩm với 1 ml *acid acetic băng (TT)* và thêm vài giọt dung dịch *acid sulfuric 10% (TT)*, sẽ có mùi ethyl acetat.
- B. Thêm 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)* vào 5 ml dung dịch chế phẩm 10% (tt/tt) trong nước, sau đó thêm từ từ 2 ml dung dịch trong nước có chứa 2% *iod (TT)* và 4% *kali iodid (TT)*. Sẽ có mùi iodoform bay lên và có tủa màu vàng xuất hiện.

2.4. Giới hạn acid – kiềm:

Đạt yêu cầu theo phương pháp thử: Thêm 20 ml nước không có carbon dioxyd và 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (CT) vào 20 ml chế phẩm. Dung dịch phải không màu. Thêm 1,0 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01-N (CĐ); dung dịch phải có màu hồng.

2.5. Hàm lượng Ethanol:

- Phương pháp phân tích: Quy đổi hàm lượng từ tỷ trọng biểu kiến.
- Qui trình phân tích: phương pháp dùng Picnomet.
 - + Xác định tỷ trọng tương đối: Cân chính xác picnomet rỗng, khô và sạch. Đổ vào picnomet mẫu thử đã điều chỉnh nhiệt độ thấp hơn 20°C , chú ý không để có bọt khí. Giữ picnomet ở nhiệt độ 20°C trong 30 phút. Dùng một băng giấy lọc để thấm hết chất lỏng thừa trên vạch mức, làm khô mặt ngoài của picnomet, cân rồi tính khối lượng chất lỏng chứa trong picnomet. Tiếp đó đổ mẫu thử đi, rửa sạch picnomet, làm khô bằng cách tráng ethanol rồi tráng aceton, thổi không khí nén hoặc không khí nóng đuổi hết hơi aceton, sau đó xác định khối lượng nước cất chứa trong picnomet ở nhiệt độ 20°C như làm với mẫu thử. Tỷ số giữa khối lượng mẫu thử và khối lượng nước cất thu được là tỷ trọng tương đối của mẫu thử.
 - + Tỷ trọng biểu kiến (khối lượng riêng) của chế phẩm được tính theo công thức:

$$\text{Tỷ trọng biểu kiến} = 997,2 \times \text{tỷ trọng tương đối.}$$

- Xác định hàm lượng ethanol (% , tt/tt) bằng cách tra bảng độ cồn theo DDVN V, phụ lục 19
 - “Bảng liên hệ giữa phần trăm ethanol theo thể tích, phần trăm ethanol theo khối lượng, khối lượng riêng của hỗn hợp ethanol và nước”.

Hàm lượng 68 – 72 % (tt/tt) tương ứng tỷ trọng biểu kiến trong khoảng $880,54 \text{ kg/m}^3$ – $890,48 \text{ kg/m}^3$.

2.6. Hàm lượng tạp chất Methanol: Phương pháp sắc ký khí.

➤ Điều kiện sắc ký:

- Cột sắc ký: Cột mao quản silica gel nung chảy phủ poly[(cyanopropyl) (phenyl)] [dimethyl] siloxane, dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, lớp film dày $1,8 \mu\text{m}$.
- Khí mang: Hydro, tốc độ dòng 1,5 ml/phút.
- Tỷ lệ chia dòng: 1 : 20
- Detector ion hoá ngọn lửa.
- Thể tích tiêm mẫu: 1 μl .
- Chương trình nhiệt độ sắc ký:

	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Tốc độ gia nhiệt (°C/phút)	Ghi chú
Cột sắc ký	0 – 12	40		đẳng nhiệt
	12 – 32	40 → 240	10	tăng tuyến tính
	32 – 42	240		đẳng nhiệt
Bộ tiêm mẫu		200		
Detector		280		

➤ **Các dung dịch:**

- Dung dịch thử: Chế phẩm cần thử.
- Dung dịch đối chiếu: Pha loãng 100 µl methanol khan (TT) thành 50,0 ml bằng chế phẩm. Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng chế phẩm.

➤ **Tiến hành:** Tiến hành sắc ký theo điều kiện sắc ký đã mô tả ở trên.

➤ **Tính hàm lượng tạp Methanol:**

Diện tích của pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử: không được quá 0,5 lần diện tích pic tương ứng trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (200 ppm, tt/tt).

Tính hàm lượng methanol (ppm) theo công thức sau:

$$\frac{200 \times M_E}{M_T - M_E}$$

Trong đó:

M_E là diện tích pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử;

M_T là diện tích pic methanol trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

Bình Dương, ngày 25 tháng 05 năm 2022



DS. Trịnh Xuân Vương