

PHỤ LỤC 9

9.1 ÔNG NGHIỆM DÙNG TRONG CÁC PHÉP THỬ SO SÁNH

Ông Nessler

Khi các phép thử yêu cầu sử dụng ống Nessler thì các ống Nessler được sử dụng phải đạt các yêu cầu sau:

Ông Nessler phải đạt các yêu cầu về tiêu chuẩn của ống Nessler do nhà sản xuất đưa ra. Ông được làm từ thủy tinh trung tính trong suốt và có thể tích danh định 50 ml. Chiều cao của ống khoảng 15 cm, chiều cao đo bên ngoài ống từ đáy đến vạch 50 ml là 11,0 cm đến 12,4 cm, độ dày của thành ống từ 1,0 mm đến 1,5 mm, độ dày của đáy ống từ 1,0 mm đến 3,0 mm. Chiều cao đo bên ngoài ống từ đáy đến vạch 50 ml đối với các ống dùng trong một phép thử không được sai khác quá 1 mm.

Ông nghiệm dùng cho các phép thử so sánh

Nếu không có chỉ dẫn gì khác, các ống nghiệm dùng trong các phép thử so sánh là những ống thích hợp được làm bằng thủy tinh không màu, có đường kính trong đồng nhất. Đáy trong suốt và phẳng. Khi quan sát, nhìn cột chất lỏng theo trục thẳng đứng từ trên xuống trên nền trắng hoặc nền đen (nếu cần thiết) dưới ánh sáng khuếch tán ban ngày. Thường dùng những ống có đường kính trong 16 mm. Có thể dùng những ống đường kính lớn hơn nhưng thể tích chất lỏng đem thử phải tăng lên sao cho chiều cao của lớp chất lỏng không thấp hơn chiều cao của lớp chất lỏng khi thử bằng những ống có đường kính trong bằng 16 mm.

9.2 XÁC ĐỊNH ĐỘ TRONG CỦA DUNG DỊCH

Hiện tượng đục là hiệu ứng khi ánh sáng bị hấp thụ hay tán xạ bởi những tiểu phân siêu nhỏ có mặt trong dung dịch hay do mật độ quang không đồng nhất. Dung dịch trong khi không chứa các tiểu phân hay có sự đồng nhất về mật độ quang học.

Một chất lỏng được coi là trong khi có độ trong tương đương độ trong của nước cất hay dung môi sử dụng, hoặc độ đục của nó không đục hơn hỗn dịch đối chiếu I (xem Bảng 9.2.1) khi quan sát trong điều kiện mô tả trong phụ lục này.

Trong các chuyên luận riêng, yêu cầu về độ trong được thể hiện bằng cách so sánh với các hỗn dịch đối chiếu (xem Bảng 9.2.1) theo phương pháp so độ đục bằng mắt thường. Tuy nhiên, có thể dùng các phương pháp dụng cụ để xác định mức độ đạt yêu cầu của chuyên luận với các thiết bị được đánh giá phù hợp và được hiệu chuẩn bằng các hỗn dịch đối chiếu từ I đến IV và nước cất hoặc dung môi (sử dụng giá trị độ đục trong Bảng 9.2.2).

PHƯƠNG PHÁP SO ĐỘ ĐỤC BẰNG MẮT THƯỜNG

Việc so sánh được tiến hành trong các ống nghiệm giống nhau, bằng thủy tinh trung tính, trong suốt, không màu, đáy bằng, có đường kính trong từ 15 mm đến 25 mm, sử dụng hỗn dịch đối chiếu mới pha như mô tả. Chiều cao của lớp dung dịch thử và của hỗn dịch đối chiếu phải giống nhau (khoảng 40 mm). Hỗn dịch đối chiếu sau khi pha 5 min được so sánh với dung dịch cần thử bằng cách nhìn từ trên xuống chất lỏng trong các ống nghiệm trên nền đen dưới ánh sáng ban ngày khuếch tán.

Phương pháp phù hợp khi nguồn ánh sáng khuếch tán đảm bảo phân biệt dễ dàng hỗn dịch đối chiếu I với nước cất và với hỗn dịch đối chiếu II.

PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐỘ ĐỤC BẰNG THIẾT BỊ

Phương pháp đo độ đục bằng thiết bị (phương pháp dụng cụ) có tính chất phân biệt tốt hơn phương pháp so bằng mắt thường do không phụ thuộc vào thị lực của người quan sát. Kết quả đo biểu thị bằng số thuận lợi cho việc kiểm soát quy trình và theo dõi chất lượng, đặc biệt là theo dõi độ ổn định. Ví dụ, từ các dữ liệu về độ ổn định trước đó có thể ngoại suy để xác định liệu một lô chế phẩm có không đạt giới hạn cho phép khi thuốc còn trong hạn dùng không.

Phương pháp đo độ đục truyền qua và độ đục tán xạ

Khi quan sát một hỗn dịch ở góc phù hợp so với hướng của ánh sáng tới, thấy hiện tượng đục do các tiểu phân treo lơ lửng làm tán xạ ánh sáng (hiệu ứng Tyndall). Một phần chùm sáng chiếu vào chất lỏng đục sẽ được truyền qua, một phần được hấp thụ, phần còn lại bị các tiểu phân nằm lơ lửng làm tán xạ. Độ tán xạ ánh sáng được xác định gián tiếp bằng đo phần ánh sáng truyền qua (độ đục truyền qua) hoặc xác định trực tiếp bằng đo phần ánh sáng tán xạ (độ đục tán xạ). Độ đục truyền qua và độ đục tán xạ cho giá trị đáng tin cậy hơn ở vùng độ đục thấp, tại đây có quan hệ tuyến tính giữa độ đục và tín hiệu detector. Khi độ đục tăng lên, không phải tất cả tiểu phân đều tiếp xúc với ánh sáng tới và bức xạ tán xạ hoặc truyền qua của các tiểu phân khác bị cản trở trên đường tới detector.

Để phân tích định lượng cần xây dựng đường chuẩn. Đánh giá độ tuyến tính cần dựa trên tối thiểu 4 mức nồng độ. Các hỗn dịch đối chiếu cần có độ đục đủ ổn định và được chuẩn bị trong điều kiện xác định rõ.

Phương pháp đo tỷ đối

Các chất lỏng có màu cần phải áp dụng đo bằng thiết bị ở chế độ đo tỷ đối do màu gây ảnh hưởng âm, làm suy giảm cả ánh sáng tới và ánh sáng tán xạ, làm giảm giá trị độ đục. Hiệu ứng này rất lớn ngay cả với mẫu có màu nhạt, nên không thể dùng được thiết bị đo độ đục tán xạ thông thường.

Khi đo độ đục truyền qua hay độ đục tán xạ ở chế độ đo tỷ đối, tỷ số giữa độ đục truyền qua và độ đục tán xạ ở góc 90° được xác định. Quá trình này giúp bù trừ phần ánh sáng bị