

PHỤ LỤC 6

6.1 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ KHÚC XẠ

Chỉ số khúc xạ (n) của một chất so với không khí là tỷ lệ giữa sin của góc tới và sin của góc khúc xạ của chùm tia sáng truyền từ không khí vào chất đó.

Chỉ số khúc xạ thay đổi theo bước sóng ánh sáng được dùng để đo và nhiệt độ. Chỉ số khúc xạ có giá trị để định tính và đánh giá sơ bộ mức độ tinh khiết của mẫu đo.

Nếu không có chỉ dẫn gì khác, chỉ số khúc xạ được đo ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ với tia sáng có bước sóng tương ứng với vạch D của natri (589,3 nm), ký hiệu n_D^{20} .

Máy

Khúc xạ kế dùng để xác định góc tới hạn của môi trường. Phần chủ yếu của khúc xạ kế là một lăng kính có chỉ số khúc xạ biết trước đặt tiếp xúc với môi trường được khảo sát.

Hầu hết khúc xạ kế được thiết kế để sử dụng nguồn sáng trắng, khi sử dụng nguồn sáng trắng, khúc xạ kế được trang bị hệ thống bổ chính và được hiệu chuẩn lại để cho kết quả đọc tương ứng với vạch D của đèn natri.

Thang đo chỉ số khúc xạ phải đọc được các giá trị với ít nhất 3 số lẻ thập phân.

Nhiệt kế chia độ tới $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc nhỏ hơn.

Để đạt được độ chính xác, cần thiết phải hiệu chuẩn lại máy với các chất chuẩn do nhà sản xuất cung cấp hay bằng cách xác định chỉ số khúc xạ của nước cất tại $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ là 1,3325 và tại $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ là 1,3330.

6.2 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ pH

pH là một số biểu thị quy ước nồng độ ion hydrogen của dung dịch nước. Trong thực hành, định nghĩa trên là một định nghĩa thực nghiệm. pH của một dung dịch liên quan với pH của một dung dịch đối chiếu theo biểu thức sau:

$$\text{pH} = \text{pH}_s - \left[\frac{E - E_s}{k} \right]$$

Trong đó:

E là điện thế, tính bằng von, của pin chứa dung dịch được khảo sát;

E_s là điện thế, tính bằng von, của pin chứa dung dịch đã biết pH (dung dịch đối chiếu);

pH_s là pH của dung dịch đối chiếu;

k là hệ số có giá trị thay đổi theo nhiệt độ ghi ở Bảng 6.2.1.

Bảng 6.2.1 - Giá trị của k ở các nhiệt độ khác nhau

Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	k (V)
15	0,0572
20	0,0582
25	0,0592
30	0,0601
35	0,0611

Máy

Trị số pH của một dung dịch được xác định bằng cách đo thế hiệu giữa điện cực chỉ thị nhạy cảm với ion hydrogen (thường là điện cực thủy tinh) và một điện cực so sánh (ví dụ điện cực calomel bão hòa).

Máy đo là một điện thế kế có trở kháng đầu vào gấp ít nhất 100 lần trở kháng của các điện cực sử dụng. Máy thường được phân độ theo đơn vị pH và có độ nhạy đủ để phát hiện được những thay đổi cỡ 0,05 đơn vị pH hoặc ít nhất 0,003 V. Các điện cực thủy tinh phù hợp và các kiểu máy đo pH kể cả máy đo pH hiện số đều phải đáp ứng yêu cầu trên.

Vận hành máy đo pH và hệ thống điện cực theo sự chỉ dẫn của nhà sản xuất.

Các điều kiện hiệu chuẩn và đo

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, tất cả các phép đo pH được thực hiện ở cùng nhiệt độ với nhiệt độ hiệu chuẩn ($\pm 2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$), thông thường từ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bảng 6.2.2 cho thấy pH của các dung dịch đệm chuẩn dùng để hiệu chuẩn thay đổi theo nhiệt độ. Hiệu chỉnh nhiệt độ đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Thiết bị phải được hiệu chuẩn bằng ít nhất hai dung dịch đệm, được chọn sao cho giá trị pH dự kiến của dung dịch cần đo nằm giữa các giá trị pH của hai dung dịch đệm này. Khoảng hiệu chuẩn phải ít nhất là 2 đơn vị pH. Các nhà sản xuất khác nhau có thể đưa ra quy trình hiệu chuẩn máy khác nhau. Có thể áp dụng quy trình hiệu chuẩn máy sau đây.

Dùng dung dịch đệm chuẩn D ghi trong Bảng 6.2.2 là chuẩn thứ nhất, đo và chỉnh máy để đọc được trị số pH của chuẩn ghi ở bảng tương ứng với nhiệt độ của dung dịch.

Dùng một dung dịch đệm chuẩn thứ hai (chọn một trong các dung dịch quy định ghi ở Bảng 6.2.2) để chỉnh thang đo. Trị số pH đo được của dung dịch đệm chuẩn thứ ba, dung dịch có trị số pH nằm giữa trị số pH của đệm chuẩn thứ nhất và thứ hai, phải không được sai khác nhiều hơn 0,05 đơn vị pH so với trị số pH tương ứng ghi trong Bảng 6.2.2.

Việc hiệu chuẩn phải được thực hiện thường xuyên, định kỳ, thông thường hiệu chuẩn máy hàng ngày hoặc trước khi thực hiện một loạt phép đo liên tiếp.

Phương pháp đo

Nhúng các điện cực vào trong dung dịch cần khảo sát và đo trị số pH ở cùng nhiệt độ đo của các dung dịch đệm chuẩn khi hiệu chuẩn máy.

Khi máy được dùng thường xuyên, việc kiểm tra thang đo pH phải được thực hiện định kỳ. Nếu máy không thường xuyên dùng, việc kiểm tra cần thực hiện trước mỗi phép đo. Tất cả các dung dịch và dịch treo của chế phẩm khảo sát và các dung dịch đệm chuẩn phải được pha chế với nước không có carbon dioxyd (TT). Khi đo các dung dịch có pH trên 10,0 phải đảm bảo rằng điện cực thủy tinh đang dùng là phù hợp, chịu được các điều kiện kiềm và cần áp dụng hệ số điều chỉnh trong phép đo. Sau cùng đo lại trị số pH của dung dịch đệm chuẩn dùng để hiệu chuẩn máy và điện cực. Nếu sự khác nhau giữa lần đọc này và trị số gốc của dung dịch đệm chuẩn ấy lớn hơn 0,05 thì các phép đo phải làm lại.

Các dung dịch đệm chuẩn

Trên thị trường có sẵn các dung dịch đệm chuẩn được chứng nhận. Tuy nhiên có thể pha các dung dịch đệm chuẩn như chỉ dẫn dưới đây.
Dung dịch đệm A: Hòa tan 12,61 g kali tetraoxalat (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,05 M).
Dung dịch đệm B: Lắc kỹ một lượng thừa kali hydro (+)-tartrat (TT) với nước không có carbon dioxyd (TT) ở 25 °C. Lọc hoặc để lắng gạn. Pha ngay trước khi dùng.
Dung dịch đệm C: Hòa tan 11,41 g kali dihydrocitrat (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,05 M). Pha ngay trước khi dùng.

Dung dịch đệm D: Hòa tan 10,13 g kali hydrophthalat (TT) (đã sấy khô trước ở 110 °C ± 2 °C trong 1 h) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,05 M).
Dung dịch đệm E: Hòa tan 3,39 g kali dihydrophosphat (TT) và 3,53 g dinatri hydrophosphat khan (TT) (cả hai đã được sấy khô trước ở 120 °C ± 2 °C trong 2 h) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,025 M cho mỗi muối).
Dung dịch đệm F: Hòa tan 1,18 g kali dihydrophosphat (TT) và 4,30 g dinatri hydrophosphat khan (TT) (cả hai đã được sấy khô trước ở 120 °C ± 2 °C trong 2 h) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,0087 M và 0,0303 M cho mỗi muối theo thứ tự kể trên).
Dung dịch đệm G: Hòa tan 3,80 g natri tetraborat (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,01 M). Bảo quản tránh carbon dioxyd của không khí.
Dung dịch đệm H: Hòa tan 2,64 g natri carbonat khan (TT) và 2,09 g natri hydrocarbonat (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ để có 1000 ml dung dịch (0,025 M cho mỗi muối).
Dung dịch đệm I: Lắc kỹ một lượng dư calci hydroxyd (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) và để yên ở 25 °C, gạn lấy phần dịch trong. Bảo quản tránh carbon dioxyd.

Bảng 6.2.2 - pH của dung dịch đệm chuẩn ở nhiệt độ khác nhau

Nhiệt độ		Dung dịch đệm							
t°	A	B	C	D	E	F	G	H	I
15°	1,67	-	3,80	4,00	6,90	7,45	9,28	10,12	12,81
20°	1,68	-	3,79	4,00	6,88	7,43	9,23	10,06	12,63
25°	1,68	3,56	3,78	4,01	6,87	7,41	9,18	10,01	12,45
30°	1,68	3,55	3,77	4,02	6,85	7,40	9,14	9,97	12,29
35°	1,69	3,55	3,76	4,02	6,84	7,39	9,10	9,93	12,13
ΔpH/Δt	+0,001	-0,0014	-0,0022	+0,0012	-0,0028	-0,0028	-0,0082	-0,0096	0,034

ΔpH/Δt là độ lệch pH trên 1 °C.

6.3 XÁC ĐỊNH ĐỘ NHỚT CỦA CHẤT LỎNG

Độ nhớt của chất lỏng là một đặc tính của chất lỏng liên quan chặt chẽ đến lực ma sát nội tại cản lại sự di động tương đối của các lớp phân tử trong lòng chất lỏng đó. Độ nhớt động lực hay độ nhớt tuyệt đối, ký hiệu là η, là lực tiếp tuyến trên một đơn vị diện tích bề mặt, được biết như một ứng suất trượt τ (biểu thị bằng pascal), cần thiết để di chuyển một lớp chất lỏng 1 m² song song với mặt phẳng trượt ở tốc độ (v) là 1 m/s so với lớp chất lỏng song song ở một khoảng cách (x) là 1 m. Tỷ lệ dv/dx là gradient vận tốc cho tốc độ trượt D, biểu thị là nghịch đảo của giây (s⁻¹) và η = τ/D. Đơn vị của độ nhớt động lực là pascal giây (Pa·s) hoặc

newton giây trên mét vuông (N·s/m²) và ước số hay dùng là milipascal giây (mPa·s). Ngoài ra người ta còn dùng đơn vị độ nhớt cơ bản là poise (P) và ước số hay dùng là centipoise (cP).
1 Pa·s = 1000 mPa·s = 1 N·s/m²
1 P = 0,1 Pa·s = 100 cP = 100 mPa·s
Độ nhớt động lực của nước cất ở 20 °C xấp xỉ bằng 1 centipoise.
Độ nhớt động học (ν) là tỷ số giữa độ nhớt động lực và khối lượng riêng (ρ) của chất lỏng (biểu thị bằng kg/m³), cả hai đều được xác định ở cùng nhiệt độ t.

ν = η / ρ