

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

Đơn vị độ nhớt động học là m^2/s , ước số là mm^2/s . Ngoài ra người ta còn dùng đơn vị độ nhớt động học là stocker (St) và ước số hay dùng là centistocker (cSt).

$$1 \text{ St} = 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$1 \text{ cSt} = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s} = 1 \text{ mm}^2/\text{s}$$

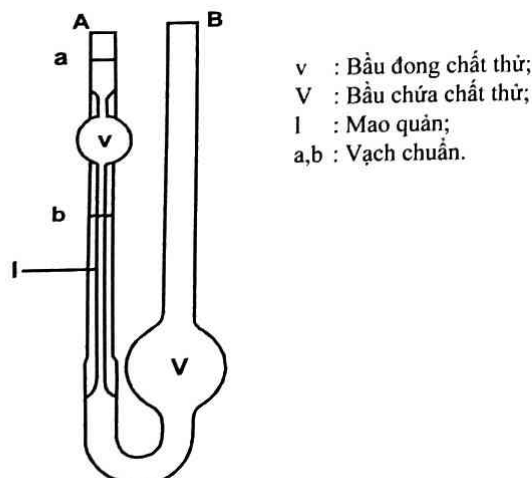
Độ nhớt động học của nước cất ở 20°C xấp xỉ bằng 1 cSt. Khi tính độ nhớt động học của một chất lỏng theo stocker hay centistocker, đi từ độ nhớt động lực tính theo poise hay centipoise thì khối lượng riêng của chất lỏng đó phải tính theo g/cm^3 .

Độ nhớt thay đổi rõ rệt khi nhiệt độ thay đổi. Nhiệt độ tăng thì độ nhớt giảm và ngược lại. Vì vậy, phải xác định độ nhớt của chất lỏng ở nhiệt độ ổn định, dao động không quá $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

Phương pháp xác định độ nhớt của chất lỏng

Phương pháp I: Phương pháp đo thời gian chảy của chất lỏng qua ống mao quản

Nhiều nhớt kế mao quản với những kích thước khác nhau, thích hợp cho việc xác định độ nhớt của các chất lỏng khác nhau. Mỗi loại có một hằng số dụng cụ (k) riêng. Trong số những nhớt kế mao quản, nhớt kế Ostwald thường hay được sử dụng nhất (Hình 6.3.1).



Hình 6.3.1 - Nhớt kế Ostwald.

Cách xác định độ nhớt bằng nhớt kế Ostwald

Dùng pipet dài để chuyển qua miệng ống B chất lỏng cần xác định độ nhớt đã được ổn định nhiệt độ ở $20^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$ (trừ khi có chỉ dẫn khác) vào bầu chứa V, sao cho không dính hoặc chỉ dính rất ít chất lỏng đem thử vào thành ống B ở phía trên bầu V. Đặt nhớt kế thẳng đứng và chìm hết bầu V trong môi trường điều nhiệt ở nhiệt độ $20^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$ (trừ khi có chỉ dẫn khác) trong 30 min. Sau đó dùng quả bóp cao su (phụ kiện của dụng cụ đo độ nhớt) thổi từ miệng ống B để chất lỏng dâng lên quá ngăn chuẩn a thì ngừng bơm, bỏ quả bóp cao su khỏi miệng ống B để chất lỏng đem thử chảy tự do về bầu V. Ghi thời gian cần thiết để vòng khum dưới của chất lỏng đem thử chuyển dịch từ ngăn a đến ngăn b. Làm như vậy 5 lần, lấy trung bình cộng của các kết quả đo được làm thời gian t cần xác định. Sai số các kết quả đo không vượt quá 0,5 %. Để đỡ

mắc sai số lớn, cần chọn nhớt kế thích hợp sao cho thời gian t không được dưới 200 s.

Tính độ nhớt động học η hoặc độ nhớt động học ν lần lượt theo công thức sau:

$$\eta = k \times \rho \times t \quad (1)$$

$$\nu = k \times t \quad (2)$$

Trong đó:

η là độ nhớt động lực ($\text{mPa}\cdot\text{s}$ hoặc cP);

ν là độ nhớt động học (mm^2/s hoặc cSt);

k là hằng số dụng cụ đo;

ρ là khối lượng riêng của chất lỏng đem thử (g/cm^3);

t là thời gian chảy (s).

Khi không có giá trị k, có thể tự xác định hằng số k bằng cách dùng một chất lỏng đã biết trước độ nhớt η hoặc ν và tính k theo công thức (1) hoặc (2). Nhớt kế đã bị sửa chữa thì khi sử dụng lại, phải được chuẩn lại. Nếu dùng nhớt kế mao quản với máy đo tự động thì vận hành máy theo quy trình hướng dẫn của hãng sản xuất máy. Thời gian cần thiết để chất lỏng đem thử chuyển dịch từ ngăn a đến ngăn b sẽ được tự động ghi lại.

Phương pháp II: Phương pháp đo thời gian rơi của trái cầu

Phương pháp này thích hợp cho các chất lỏng trong suốt và có độ nhớt cao (từ 8 poise đến 1000 poise).

Dụng cụ: (Hình 6.3.2) Gồm 1 ống thử a, dài 30 cm, đường kính trong là $2 \text{ cm} \pm 0,05 \text{ cm}$. Trên thành ống có khắc 5 ngăn vòng quanh, mỗi ngăn cách nhau 5 cm. Ống thử a được đặt trong bình điều nhiệt b có chứa nước, phía trên có nắp đậy. Trên nắp có các lỗ để đặt nhiệt kế chia độ đến $0,1^\circ\text{C}$, que khuấy c và phễu g. Trái cầu là những viên bi bằng thép có đường kính 0,15 cm. Viên bi sẽ được thả vào ống thử a qua một ống nhỏ d có đường kính trong là 0,3 cm. Ống d có một lỗ ngang cao hơn mực chất thử trong ống a, đầu dưới của ống d ở ngang ngăn trên cùng của ống a và thấp hơn mặt chất thử 3 cm.

Khi không có dụng cụ như trên có thể dùng các nhớt kế khác có tính năng tương tự, đảm bảo cung cấp giá trị độ nhớt với độ chính xác và độ đúng như những nhớt kế đã mô tả ở trên (ví dụ: Nhớt kế Hoppler).

Phương pháp đo: Đổ chất lỏng cần xác định độ nhớt vào ống thử a sao cho mực chất lỏng cao hơn đầu dưới của ống d 3 cm. Đặt các viên bi vào một ống thử nghiệm nhỏ lồng qua lỗ đặt phễu g. Giữ chất lỏng cần thử và các viên bi trong môi trường điều nhiệt có nhiệt độ ở $20^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$ trong 30 min (trừ khi có chỉ dẫn khác). Sau đó thả từng viên bi vào trong chất lỏng đem thử qua ống d. Ghi thời gian rơi của 5 viên bi từ ngăn thứ hai đến ngăn thứ năm (15 cm). Lấy trung bình cộng của 5 lần đo này làm thời gian t cần xác định.

Tính độ nhớt động lực η của chất lỏng đem thử theo công thức:

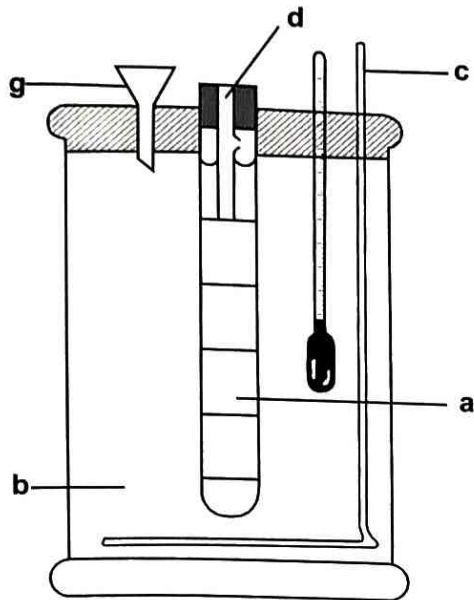
$$\eta = k \times t (\rho_k - \rho)$$

Trong đó:

η là độ nhớt động lực ($\text{mPa}\cdot\text{s}$ hoặc cP);

k là hằng số của viên bi;

ρ_k là khối lượng riêng của viên bi (g/cm^3);
 ρ là khối lượng riêng của chất lỏng đem thử (g/cm^3);
 t là thời gian rơi của viên bi (s).



Hình 6.3.2 - Dụng cụ đo độ nhớt bằng cách đo thời gian rơi của trái cầu

Phương pháp III

Thiết bị thường dùng là loại nhớt kế quay, dựa trên việc đo lực trượt trong môi trường lỏng được đặt giữa hai ống hình trụ đồng trục, một ống được quay nhờ motor, còn ống kia quay được do sự quay của ống thứ nhất tác động vào. Dưới những điều kiện như vậy, độ nhớt (hay độ nhớt biểu kiến) trở thành phép đo (M) độ lệch của góc đối với ống hình trụ thứ 2, tương ứng với momen lực, biểu thị bằng N-m. Đối với lớp chất lỏng rất mỏng, độ nhớt động lực η , biểu thị bằng Pa-s được tính theo công thức:

$$\eta = \frac{I}{\omega} \left(\frac{M}{4\pi h} \right) \left(\frac{1}{R_A^2} - \frac{1}{R_B^2} \right)$$

Trong đó:

h là độ cao tính bằng m của ống hình trụ thứ 2 được nhúng trong chất lỏng;

R_A và R_B là đường kính tính bằng m của hai ống hình trụ (R_A nhỏ hơn R_B);

ω là vận tốc góc tính bằng rad/s.

Hằng số k của máy được tính ở các tốc độ quay khác nhau bằng cách sử dụng các chất lỏng có độ nhớt chuẩn.

Các máy luôn được cung cấp một bảng có các hằng số liên quan đến diện tích bề mặt của các ống trụ được dùng và tốc độ quay của chúng. Độ nhớt được tính theo công thức:

$$\eta = k(M/\omega)$$

Cách đo: Đo độ nhớt theo sự chỉ dẫn cách vận hành nhớt kế quay. Nhiệt độ đo được chỉ dẫn trong chuyên luận. Nếu không thể đặt được tốc độ trượt chính xác như chỉ dẫn thì đặt tốc độ trượt cao hơn một chút và thấp hơn một chút sau đó dùng phương pháp nội suy để tính độ nhớt.

6.4 XÁC ĐỊNH GÓC QUAY CỰC VÀ GÓC QUAY CỰC RIÊNG

Góc quay cực của một chất là góc của mặt phẳng phân cực bị quay đi khi ánh sáng phân cực đi qua chất đó nếu là chất lỏng, hoặc qua dung dịch chất đó nếu là chất rắn.

Chất làm quay mặt phẳng phân cực theo cùng chiều kim đồng hồ được gọi là chất hữu tuyến, ký hiệu là (+). Chất làm quay mặt phẳng phân cực ngược chiều kim đồng hồ được gọi là chất tả tuyến, ký hiệu là (-).

Nếu không có hướng dẫn riêng, góc quay cực α được xác định ở nhiệt độ 20 °C và với chùm tia đơn sắc có bước sóng ứng với vạch D (589,3 nm) của đèn natri qua lớp chất lỏng hay dung dịch có bề dày 1 dm.

Góc quay cực riêng $[\alpha]_D^{20}$ của một chất lỏng là góc quay cực đo được khi chùm ánh sáng D truyền qua lớp chất lỏng đó có bề dày là 1 dm ở 20 °C chia cho tỷ trọng tương đối của chất ở cùng nhiệt độ.

Góc quay cực riêng $[\alpha]_D^{20}$ của một chất rắn là góc quay cực đo được khi chùm ánh sáng D truyền qua lớp dung dịch có bề dày là 1 dm và có nồng độ là 1 g/ml, ở 20 °C. Góc quay cực riêng của chất rắn luôn được biểu thị cùng với dung môi và nồng độ dung dịch đo.

Phân cực kế

Các phân cực kế thường dùng nguồn sáng là đèn hơi natri hay hơi thủy ngân. Trong một số trường hợp cần thiết phải sử dụng phân cực kế quang điện cho phép đo ở các bước sóng riêng biệt. Phân cực kế phải cho phép đọc chính xác tới gần 0,01°. Thang đo phải thường xuyên được kiểm định bằng các bản thạch anh chuẩn. Độ tuyến tính của thang đo phải được kiểm tra bằng các dung dịch sucrose.

Cách tiến hành

Xác định góc quay cực của chất thử ở nhiệt độ 19,5 °C đến 20,5 °C, nếu không có chỉ dẫn gì khác trong chuyên luận riêng dùng tia D của ánh sáng đèn natri phân cực. Có thể đo ở nhiệt độ khác nếu chuyên luận riêng chỉ ra cách hiệu chỉnh nhiệt độ cho góc quay cực đo được. Tiến hành đo ít nhất 5 lần và lấy giá trị trung bình. Xác định điểm "0" của phân cực kế với ống đo rỗng khi đo chất lỏng và với ống đo chứa đầy dung môi khi đo dung dịch chất rắn.

Tính góc quay cực riêng theo các biểu thức sau:

Cho chất lỏng:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \times d}$$

Cho chất rắn:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \times c} \times 1000$$

Trong đó:

α là góc quay cực đo được;

l là chiều dài ống đo của phân cực kế, tính bằng dm;

d là tỷ trọng tương đối của chất lỏng;

c là nồng độ của chất thử (rắn) trong dung dịch (g/l).