

TRƯỜNG CAO ĐẲNG CÔNG NGHIỆP 4
KHOA HOÁ

GIÁO TRÌNH THỰC HÀNH

PHÂN TÍCH CÔNG NGHIỆP 2

HỆ CAO ĐẲNG VÀ TRUNG CẤP



Thành phố Hồ Chí Minh, 9 – 2004

MỤC LỤC

Noi dung	Trang
Mục lục	1
Lôbmôi trường	3
Noi quy phoøng thöc tập Hoá phân tích công nghiệp	4
Môa học: Thöc hành Hoá phân tích công nghiệp 2	5
CHÖ ÖNG 1: PHÂN TÍCH CAO SU	7
Baø1: Xác rình hàm lö öng chabây hôi	7
Baø2: Xác rình hàm lö öng Nitö	9
Baø3: Xác rình hàm lö öng tro trong cao su thiea nheä	11
Baø4: Xác rình toaøg hàm lö öng chabraé trong cao su latex	12
Baø5: Xác rình hàm lö öng Nöng baøg phi öng phap quang phoøng cao su latex	13
Baø6: Xác rình hàm lö öng Mangan phi öng phap hap thu quang phoøng Natri periodat trong cao su latex	16
CHÖ ÖNG 2: PHÂN TÍCH CHAÁ TÁX RÖ Ö	20
Baø1: Xác rình Na_2O vaø SiO_2 trong Natrisilicat nguyea lieu san xuaáchaátaø rö ö	20
Baø2: Xác rình Las nguyea lieu san xuaáchaátaø rö ö	22
Baø3: Xác rình NaOH nguyea lieu san xuaáchaátaø rö ö	23
Baø4: Xác rình $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ vaø Na_2SO_4 nguyea lieu san xuaáchaátaø rö ö	24
Baø5: Xác rình hàm lö öng Photphat trong boi giaø	26
Baø6: Xác rình pH - chabây hôi - chaákhoaøg tan trong boi giaø	27
Baø7: Phaá tích hàm lö öng Glycerin vaø Carbonat trong kem raih raøg	29
Baø8: Xác rình hàm lö öng Natri cacbonat	31
Baø9: Xác rình hàm lö öng chahoat röng beamaè	32
CHÖ ÖNG 3: PHÂN TÍCH GIÁY	35
Baø1: Xác rình pH nö öc chieácua giaø vaø boi giaø	35
Baø2: Xác rình tinh boi trong giaø	37
Baø3: Xác rình rötro trong giaø vaø boi giaø	41
CHÖ ÖNG 4: PHÂN TÍCH DẦU KHÍ	43
Baø1: Nöaa möa taøn Nöng ASTM D130 (copper strip corrosion)	43
Baø2: Xác rình rieh nöngioø của mööhöø ASTM D566 (dropping point of grease)	47
Baø3: Xác rình nhieä röächöip chay cóa kín ASTM D56 (flash point closed cup)	50
Baø4: Xác rình nhieä röächöip chay cóa hôi ASTM D92 (flash point open cup)	53
Baø5: Xác rình röaxueä kim của möø ASTM D217	56
Baø6: Xác rình chæ soamaø Saybolt (Saybolt corlor)	60
CHÖ ÖNG 5: VAI LIEU DEÁ - NHUÖM PHÖ ÖNG PHÁP XÁC NÖNH NÖBEA MAØ	63
Baø1: Xác rình röabea maø vöi giaøkhöa	63
Baø2: Xác rình röabea maø vöi ma sai	65
Baø3: Xác rình röabea maø vöi möi hoä	67
Baø4: Xác rình röabea maø vöi nö öc	70

LỜI MỞ ĐẦU

Nếu có tài liệu học tập cho sinh viên chuyên ngành Hóa phân tích và hóa chất chỉ ông trình giảng dạy của bộ môn hóa Phân tích của trường Cao đẳng công nghiệp IV, chúng tôi rất sẵn lòng soạn cuốn giáo trình Thực hành Phân tích công nghiệp II.

Cuốn giáo trình này được biên soạn theo các tiêu chí sau:

1. Nội dung thực tập gồm có 5 phần thuộc về các lĩnh vực công nghiệp như :
 - a. Cao su
 - b. Chất tẩy rửa
 - c. Dầu khí
 - d. Giấy
 - e. Dệt nhuộm
2. Nhà trường bố trí các em sinh viên có tay nghề và kiến thức thực chuyên môn về ngành phân tích, khi sử dụng cuốn giáo trình này sinh viên, học sinh sẽ việc làm trở nên tiếp cận mẫu thực vật với các phòng pháp phân tích môi trường hiện nay mà thực tế đang sử dụng ở các doanh nghiệp .
3. Giáo trình được biên soạn dựa trên các tiêu chuẩn ASTM, TCVN và tài liệu của một số công ty hiện nay đang thực hiện.

Nhóm biên soạn gồm có:

- Chủ ông cao su, chất tẩy rửa, giấy, dệt nhuộm: Nguyễn Văn Trọng;
- Chủ ông dầu khí: Nguyễn Hoàng Minh, Nguyễn Hữu Sơn, Trần Thọ Hồng

Cuốn giáo trình này mới biên soạn lần đầu tiên nên không thể tránh khỏi những sai sót. Chúng tôi mong nhận được ý kiến đóng góp về cuốn giáo trình này ngay càng hoan hỉ hơn.

Xin chân thành cảm ơn
Nhóm tài liệu biên soạn

NỘI QUY PHÒNG THỰC TẬP HÓA PHÂN TÍCH CÔNG NGHIỆP

1. Trước khi vào phòng thực tập sinh viên phải rửa tay sạch sẽ trong 15 phút không rửa tay vào phòng thực tập.
2. Sau khi kiểm tra bàn ghế thực tập, nếu sinh viên không thuộc bộ thì giao việc yêu cầu sinh viên ra khỏi phòng thực tập.
3. Sinh viên chịu trách nhiệm về các dụng cụ thủy tinh nhận được khi vào phòng thí nghiệm, nếu có hỏng hóc, phải báo ngay với giáo viên hướng dẫn.
4. Khi thực tập, phải giữ gìn sạch sẽ, không rửa tay trong phòng thí nghiệm.
5. Các ống nghiệm phải rửa sạch chai lọ không rửa tay qua chai khác làm hỏng thuốc thử hoặc bị nhiễm bẩn thí nghiệm.
6. Nhũ tương chai thuốc thử phải rửa sạch cho vào chai không rửa tay mang rửa ngoài.
7. Khi dùng máy ly tâm, phải luôn luôn dùng hai ống nghiệm có thể để cân bằng.
8. Không rửa tay trực tiếp vào chậu rửa tay.
9. Suy nghĩ kỹ về quy trình phân tích, tìm hiểu ý nghĩa của mỗi thao tác trước khi làm, không rửa tay cả tay vào thí nghiệm, nên có sổ tay ghi chép thí nghiệm.
10. Khi ra về phải rửa sạch sẽ các dụng cụ đồ dùng sạch sẽ, giao trả dụng cụ cho giáo viên hướng dẫn.

MÔN HỌC: THỰC HÀNH PHÂN TÍCH HÓA CÔNG NGHIỆP II

1. Mã học phần: 036HO231
2. Số môn và học trình: 3
3. Trình độ thuộc loại kiến thức: Khoa kỹ thuật chuyên ngành
4. Phần bố thời gian: Thực hành 100%
5. Nội dung kiến thức: Kiến thức về lý thuyết và thực hành phân tích cơ sở
6. Mục tiêu và nội dung môn học: Học phần này trang bị cho sinh viên kiến thức về phương pháp xử lý mẫu hồ sơ công việc quy trình kiểm tra môi trường chất lượng môi trường trong môi trường: cao su, mỹ phẩm, chất tẩy rửa...
 7. Nhiệm vụ của sinh viên: Tham gia thực hành luận văn và thi và kiểm tra giờ học kỹ thuật qui chế 4/1999/QĐ-BGD&ĐT
8. Tài liệu học tập: giáo trình thực hành phân tích công nghiệp, các tài liệu tham khảo
9. Tài liệu tham khảo:
 - [1]. Nguyễn Thọ Toàn - Các quá trình chế biến - NXB Nhà học quốc gia Hồ Chí Minh.
 - [2]. Vũ Tam Huệ và Nguyễn Phi Hùng - Hồ sơ mẫu số dùng nhiều mẫu môi trường - NXB Khoa học kỹ thuật.
 - [3]. Các TCVN về môi trường mỹ phẩm, dầu khí và cao su...
 - [4]. Các tiêu chuẩn của ASTM về môi trường dầu khí, chất tẩy rửa...
10. Tiêu chuẩn năng lực sinh viên:
 - Nhận biết các công việc của môn học
 - Có tính chủ động và khả năng nghiên cứu trong học tập
 - Kiểm tra giờ học môn học về kiến thức cơ bản
 - Thi với hình thức trắc nghiệm, viết và đọc tài liệu.
11. Thang điểm: 10/10
12. Mục tiêu của môn học: Giúp cho sinh viên hiểu và nhận biết về nguy cơ ô nhiễm môi trường và phân tích các chất ô nhiễm môi trường.
13. Nội dung chi tiết môn học:

Chương 1: PHÂN TÍCH CAO SU

Bài 1: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bay hơi

Bài 2: Xác định hàm lượng Nitơ

Bài 3: Xác định hàm lượng tro

Bài 4: Xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh

Bài 5: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bằng phương pháp quang phổ

Bài 6: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bằng phương pháp quang phổ

Chương 2: PHÂN TÍCH CHẤT TÁN RỎA

Bài 1: Xác định Na_2O và SiO_2 trong Na_2SiO_3

Bài 2: Xác định LAS

Bài 3: Xác định NaOH

Bài 4: Xác định $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ và Na_2SO_4

Bài 5: Xác định hàm lượng photphat

Bài 6: Xác định pH - chất bay hơi - chất không tan

Bài 7: Xác định hàm lượng Glycerin và Carbonat trong kem đánh răng

Bài 8: Xác định hàm lượng Natri cacbonat

Bài 9: Xác định hàm lượng chất hoạt động bề mặt

Chương 3: PHÂN TÍCH GIẤY

Bài 1: Xác định pH nước chiea

Bài 2: Xác định hoạt tính bột

Chương 4: PHÂN TÍCH DẦU KHÍ

Bài 1: Xác định nồng độ các chất trong

Bài 2: Xác định nhiệt độ sôi của hỗn hợp

Bài 3: Xác định nhiệt độ sôi của các chất lỏng

Bài 4: Xác định nhiệt độ sôi của các chất lỏng

Bài 5: Xác định độ oxy hóa kim cương

Bài 6: Xác định chất số máy saybolt

Chương 5: PHÂN TÍCH DẦU – NHUỘM

Bài 1: Xác định độ bền màu với gia nhiệt

Bài 2: Xác định độ bền màu với ánh sáng

CHƯƠNG 1: PHÂN TÍCH CAO SU

BÀI 1: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÔNG CHẤT BAY HÔI

I. NGUYÊN TẮC:

Sấy mẫu ở $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ để khối lượng khô chất bay hơi là khối lượng mất đi trong quá trình sấy mẫu ở

Chất bay hơi là những chất bay hơi khác ở 100°C có trong cao su thiên nhiên hoặc xen nhập từ bên ngoài vào trong quá trình bảo quản và sản xuất

Kiểm tra chất tiếp này giúp người sản xuất có thể kiểm soát được quá trình bảo quản mủ cao su.

II. DỤNG CỤ - MHOẢ CHẤT:

- Máy cân phòng thí nghiệm hai trục
- Tủ sấy có khoảng khí tuần hoàn, nhiệt độ ổn định ở $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$
- Cân phân tích chính xác đến 0,1mg
- Bình hút ẩm
- khay nhôm dày có rãnh lõm kích thước khoảng 1,5mm đến 2mm
- Bao polyetylen, kích thước 200mm×100mm×0,06mm
- Hộp đựng để hộp miệng bao polyetylen

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Chuẩn bị mẫu theo TCVN 6086:1995. Cân khoảng 10g chính xác đến 0,1mg. Cân lại mẫu ở qua máy cân hai lần. Tổng mẫu cao su sau khi cân xong phải có trọng lượng khoảng 2mm. Nếu có những phần rò rỉ ra từ mẫu trong khi cân thì phải nhặt lại cho vào mẫu.

2. Sấy mẫu thời

Đặt mẫu lên khay và xếp vào tủ sấy. Sấy trong 4 giờ ở $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$. Sấy xong cho ngay mẫu vào bao polyetylen. Gấp miệng bao lại và kẹp kín lại tránh hơi ẩm trong không khí xen nhập vào mẫu. Thao tác này phải làm nhanh gọn; trong vòng 90 giây phải làm xong 5 mẫu.

Đặt mẫu trong bình hút ẩm trong 30 phút. Sau đó lấy mẫu thử ra và cân lại ngay.

IV. KẾT QUẢ

Hàm lượng chất bay hơi (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

Trong đó:

m_1 : khối lượng mẫu thử trước khi sấy, tính bằng gam.

m_2 : khối lượng mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

BÀI 2: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÔNG NITƠ

I. NGUYÊN TẮC:

Muối cao su nitrô pha huy bằng cách đun nóng với acid Sulfuric và chất xúc tác, chuyển Nitơ thành Amonisulfat. Dung môi nitrô nóng loãng Amoniac và hấp thụ trong dung dịch acid Boric bão hòa sau đó chuyển thành acid Sulfuric chua.

II. HOÀ CHẤT - DỤNG CỤ:

1. Hoà chất:

Tất cả các thuốc thí nghiệm tinh khiết phải tích, nitrô các theo TCVN 2117-77 hoặc nitrô coi sắt tinh khiết đồng rỗng.

- Hỗn hợp chất xúc tác dạng bột mịn, gồm:
 - 30 phần theo khối lượng kali sulfat khan (K_2SO_4).
 - 4 phần theo khối lượng đồng sulfat ngậm 5 nitrô ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).
 - 1 phần theo khối lượng bor salen, hay 2 phần theo khối lượng Natri Selenat ngậm 10 nitrô ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$).
- Axít H_2SO_4 đậm đặc
- Axít H_2SO_4 chua 0,01N
- NaOH 0,1N chua; NaOH 40%
- H_3BO_3 0,17N: hòa tan 40g H_3BO_3 vào 1 lít nitrô cất
- Chất thò hỗn hợp Tashiro: hòa tan 0,1g methyl rỏ + 0,05g metylen xanh trong 100ml cồn 96°

2. Dụng cụ:

- Bộ chỉ ng cất Keldan
- Cất phải tích coi rỏ nháy 0,1mg
- Cất pipet và buret thoả thí nghiệm

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Vô cô hoà mẫu:

Cất chính xác khoảng 0,1g mẫu cho vào bình Keldan + 0,65g hỗn hợp chất xúc tác và 3ml H_2SO_4 đậm đặc. Nhảy miệng bình bằng một miếng rỏ để tránh bị rơi rỏ. Nghiêng bình góc 30° trong tủ hủi cho rỏ khí phải rỏ ra hoặc toả (khoảng 1 giờ). Lúc rỏ dung dịch có màu xanh hoặc không màu. Lấy người và pha loãng với 10ml nitrô cất.

2. Chởng cất:

Chuyển toả bỏ dung dịch trong bình phải giải Keldan và bình chỉ ng cất của bộ chỉ ng cất rỏ chua bỗan, tráng sạch bình phải giải 2 rỏ 3 lần bằng nitrô cất. Rửa rỏ nitrô tráng vào bình chỉ ng cất. Cho 10ml acid Boric vào bình nỏn, thêm 2-3 giọt chất thò hỗn hợp, lấp ống ng vào bình nỏn sao cho rỏ ống ng nhúng vào dung dịch.

Thêm 15ml NaOH 40% vào bình cho ng cả trảng miếng phễu 5ml nđi cả rđng miếng lã, rđnđi ôi cả rđy phễu (rđttrê miếng bình). Cho hđi nđi ôi soã rđi qua trong 5 phút. Sau rđi hãithãp bình nđi rđã rđi óg ngđi ngđi phía trê mđdung dđch vãđiã tũc chđ ng cả theđi vãđiã nđi ã. Sau rđi rđi ã sãch rđi óg bãđg nđi ôi cả vãđiã rđi ngđi rđi ã vãđiã chung vđi dđng dđch.

Chuaã rđi dđng dđch trong bình nđi vđi acid Sulfuric tieã chuaã bãđg buret cũchĩa rđi rđiã 0,02ml.

Chuyđi Thđi vđi mãu trãđg: Tieã hãđh thđi ã mãu trãđg cũđg theo trđnh tđi ãnhđi trê thay mãu thđi ã bãđg 1g Saccharoza.

IV. KẾT QUẢ

Hãđi lđi đđng Nitđi (X_3) trong mãu tđnh bãđg phãđn trãđn theo cũđg thđi ã:

$$X_3 = \frac{0,028 \cdot (V_1 - V_2)}{m}$$

Trong rđi V_1 : Thđi đđch acid H_2SO_4 tieã chuaã dđđg xãđi rđnh mãu thđi ã ml.

V_2 : Thđi đđch acid H_2SO_4 tieã chuaã dđđg xãđi rđnh mãu trãđg, ml.

m : Khoãlđi đđng cũã mãu thđi ã g.

Kết quả thđi ã rđi ã tđnh chđnh xãđi rđã 0,01%.

BÀI 3: XÁC ĐỊNH HÀM LÖÔNG TRO TRONG CAO SU THIÊN NHIÊN

I. NGUYÊN TẮC:

Gói kín cao su trong giấy lọc khôg tro. Cho vào chén vaønung ở nhiệt độ 550°C cho đến khi tro hoàn toàn. Sau đó làm nguội rồi cân.

II. DỤNG CỤ – THIẾT BỊ:

- Lò nung có bộ phận từ trong để chênh nhiệt độ có thể đạt tới 1000°C
- Chén nung bằng thạch anh hoặc sứ ở dung tích 50 cm³
- Giấy lọc khôg tro, đường kính 10 cm ÷ 15 cm
- Cân phân tích chính xác đến 0,1mg
- Bình hút ẩm

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị thời

Trước khi sử dụng, chén nung phải được rửa sạch, nung khoảng 30 phút ở nhiệt độ 550°C ± 25°C. Làm nguội chén nung trong bình hút ẩm để nguội ở phòng và cân chính xác đến 0,1mg.

Cắt 1 miếng cao su khoảng 5g từ mẫu lấy theo TCVN 6086:1995, cân chính xác đến 0,1mg. Gói kín mẫu trong giấy lọc khôg tro và cho vào chén nung

2. Tiến hành thời

Xếp chén vào lò nung và chênh nhiệt độ 550°C ± 25°C. Nung ngay cả ở lò nung trong khoảng 4 giờ. Trong giờ đầu tiên, khôg nhiệt độ môi trường để tránh bốc cháy các khí dễ cháy. Sau 1 giờ môi trường để lò để thoát khí và oxy hoặc Cacbon trong cao su. Tiếp tục để nguội khi Cacbon bốc hơi hoàn toàn và để nguội trong.

Lấy chén nung ra và cho ngay vào bình hút ẩm, để nguội rồi cân. Sau đó đem cân với chính xác đến 0,1mg.

IV. KẾT QUẢ

Hàm lượng tro (X₂) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100$$

Trong đó

m₀: khối lượng mẫu thí nghiệm ban đầu.

m₁: khối lượng chén nung, tính bằng gam.

m₂: khối lượng chén nung và tro, tính bằng gam

BÀI 4: XÁC ĐỊNH TỔNG HẠM LÖÔNG CHẤT RẮN TRONG CAO SU LATEX

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định tổng hàm lượng chất rắn của latex cao su thiên nhiên có sẵn, các loại latex cao su tổng hợp.

Phương pháp này không thích hợp cho các loại latex công suất cao thiên nhiên khác với Hevea brasiliensis hoặc latex nhân tạo, latex nhân tạo hoặc cao su kỹ thuật nhân tạo.

II. NGUYÊN TẮC:

Mẫu thử được sấy ở nhiệt độ khoảng 70 trong môi trường khô để các điều kiện thử qui định được sự ổn định, tổng hàm lượng chất rắn, rồi xác định bằng cách cân trọng lượng sau khi sấy.

III. DỤNG CỤ – THIẾT BỊ:

- Cân sấy phẳng, thanh thép, rổ sàng kính khoảng 60mm, cốc nhôm sấy
- Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở 70 ± 2°C hoặc 105 ± 5°C

IV. CÁCH TIẾN HÀNH:

Cân chính xác cốc nhôm sấy chính xác 1mg. Rồi vào 2.0 ± 0.5g latex, sấy lại và cân chính xác 1mg, làm nguội rồi đặt vào bình hút ẩm. Nếu cần thì rót vào khoảng 1ml nước cất hoặc nước cất tinh khiết vào bình hút ẩm rồi đóng van rồi sấy ở nhiệt độ khoảng 105 ± 5°C trong hai giờ cho tới khi mẫu mất màu trắng trong bình hút ẩm, sấy lại và cân. Lặp lại quá trình sấy trên khoảng 30 phút hay 15 phút, cho đến khi khối lượng ổn định mất ít nhất hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 1mg.

Nếu cần thì mẫu sấy ở nhiệt độ 105 ± 5°C trong hai giờ cho tới khi mất màu trắng trong bình hút ẩm, sấy lại và cân. Lặp lại quá trình sấy trên khoảng 30 phút hay 15 phút, cho đến khi khối lượng ổn định mất ít nhất hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 1mg.

Sau khi sấy ở 105 ± 5°C nếu cần cao su mẫu thử ở nhiệt độ cân định và quá trình oxy hóa xảy ra, lặp lại cách thử ở nhiệt độ 70 ± 2°C.

V. KẾT QUẢ

Tổng hàm lượng chất rắn (TSC) được tính bằng phần trăm trên khối lượng theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

Trong đó m_0 : là khối lượng của mẫu thử tính bằng gam.

m_1 : là khối lượng mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

Sai lệch giữa hai lần thử lặp lại không lớn hơn 0.2%.

BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NỒNG BÀNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ TRONG CAO SU LATEX

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ để xác định nồng độ của đồng trong cao su thiên nhiên và cao su tổng hợp, cho các cao su thiên nhiên và cao su tổng hợp.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các mẫu cao su chứa silic, với điều kiện là có sự có mặt của axit HF trong quá trình thử.

Phương pháp này có độ nhạy nhỏ hơn 1mg Cu/kg.

II. NGUYÊN TẮC:

Mẫu cao su được hòa tan hay phá hủy trong hỗn hợp axit HNO_3 và H_2SO_4 rồi lọc. Sau đó lọc lấy đồng Canxi thì (nếu có) và đưa vào bình với bình chuẩn Selen và sử dụng máy đo Amoni citrat. Sau đó kiểm tra, dung dịch tách ra được trộn với một dung dịch Dietyldithiocarbamat + 1.1.1Tricloroetan để tạo thành và tách ra phần phổ hấp thụ của đồng. Dung dịch này được đưa vào bình quang phổ để đo so sánh với các mẫu chuẩn dung dịch chuẩn thích hợp trước, từ đó xác định hàm lượng của đồng.

III. HÓA CHẤT - DỤNG CỤ:

1. Hóa chất:

- Natri Sunfat khan
- HNO_3 , H_2SO_4 , HF tinh khiết
- Hỗn hợp axit HCl và HNO_3 được điều chế theo tỉ lệ HCl: HNO_3 : H_2O = 2:1:3
- Hydro peroxit 30%
- NH_3 tinh khiết
- HCl 5M
- Axit Citric: hòa tan 50g axit citric trong 100g nước
- Dung dịch kết dietyldithiocarbamat

Cách pha:

- Dung dịch Kết dietyldithiocarbamat: hòa tan 1g Kết dietyldithiocarbamat rắn trong 1 lít 1.1.1Tricloroetan. Nếu dung dịch này không có sẵn thì ta có thể điều chế bằng cách hòa tan 1g Natri dietyldithiocarbamat trong nước + 2g Kết Sulfat heptahydrat, phần chiết ra của Kết dietyldithiocarbamat được trộn lẫn với 100ml 1.1.1Tricloroetan trong một bình tách. Tách lớp 1.1.1Tricloroetan và pha loãng với 1000ml 1.1.1Tricloroetan. Dung dịch này cần khoảng 6 tháng khi được bảo quản trong chai thủy tinh không bô nhiễm quang.
- Dung dịch đồng chuẩn chỉ 0,01g/l: cân 0,393g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ cho vào 1 becher nhỏ hòa tan trong nước. Thêm 3ml H_2SO_4 tinh khiết chuyển dung dịch qua bình

- ngươi chứa hỗn hợp bột trong ra. Phải khuấy hoặc xoay các vật hồ ở đó, rồi người dung dịch và thêm 0,5ml H_2O_2 30% vào giọt HNO_3 rồi lắc. Sau rồi dung dịch cho bốc hơi, lặp lại việc thêm vào và đun cho đến khi mất của dung dịch không còn giảm nữa. Làm người dung dịch, pha loãng 10ml nữa ở đó và làm bay hơi. Cuối cùng làm người dung dịch và thêm vào 5ml nữa ở đó.
- Nếu dung dịch thì dùng giấy lọc rồi lấy khoảng 10ml cho vào bình tam giác, chuyển axit phốt pho tới một bình tam giác và ở đó bình kengan với 3 lần mỗi lần 5ml nữa ở đó, xoay bình ở đó cho vào bình tam giác. Tuy nhiên nếu dung dịch thì dùng giấy lọc rồi lấy khoảng 10ml cho vào bình tam giác, lọc sao cho giữ lại chất không tan trong bình kengan càng nhiều càng tốt. Thêm vào 5ml HCl rồi lắc và vào bình kengan, đun dung dịch đến sôi và để nguội. Lọc qua giấy lọc vào bình tam giác. Rửa bình kengan với 3 lần mỗi lần 5ml nữa ở đó, cuối cùng rửa ở đó gom vào bình.
 - Thêm 5ml dung dịch axit Citric 50% vào bình tam giác và xoay, khi làm người dung dịch vào trong, trung hòa bằng cách thêm vào từng giọt dung dịch NH_3 rồi lắc thì dùng giấy lọc pH. Nếu Canxi Sunfat kết tinh bên trong dung dịch khi làm người, thì làm lạnh bình và hỗn hợp tới $10^{\circ}C$, lọc vào trong bình tam giác thì để, rửa và để 3 lần, mỗi lần 2ml nữa ở đó lạnh trở lại khi trung hòa bằng NH_3 , làm người dung dịch ở đó vào ở đó, chuyển vào một phễu tách, thêm 2ml dung dịch NH_3 nữa ở đó và sau rồi thêm nữa ở đó rồi pha loãng khoảng 40ml. Dùng pipet hút 25ml dung dịch Keon dietylthiocarbamat cho vào dung dịch và để 2 phút. Ngay sau khi tách lớp, chiết lớp 1.1.1 Tricloroetan vào trong bình có nút rồi cho 0,1g Na_2SO_4 khan. Nếu dung dịch có nước sau khi để 30 phút thì thêm chút ít Na_2SO_4 khan nữa ở đó cho đến khi dung dịch trở nên trong.
 - Lọc dung dịch 1.1.1 tricloetan qua lớp bông thủy tinh hay giấy lọc bông xanh, dung dịch qua lọc rồi rửa quang ở đó ở đó sóng 435nm, dung dịch so sánh là dung dịch 1.1.1 tricloetan.
3. Chuẩn bị nồng độ chuẩn:
- Chuẩn bị một loạt dung dịch chuẩn, mỗi dung dịch chỉ 5ml H_2SO_4 rồi lắc + 10ml nữa ở đó.
 - Thêm vào mỗi dung dịch này một lượng dung dịch trong chuẩn thay đổi từ 0 - 10ml, sau rồi thêm 5ml axit Citric 50%. Thêm từng giọt dung dịch NH_3 rồi lắc sao cho dung dịch có tính kiềm nhẹ (thử bằng giấy quỳ).
 - Làm người dung dịch và chuyển vào 1 phễu riêng biệt và thêm vào mỗi dung dịch 2ml dung dịch NH_3 nữa ở đó. Hút 25ml dung dịch Keon dietylthiocarbamat vào trong 2 phút. Ngay sau khi tách lớp, chiết lớp 1.1.1 Tricloroetan vào 1 bình có nút rồi cho khoảng 0,1g Na_2SO_4 khan. Từng giọt dung dịch 1.1.1 Tricloroetan này lọc qua giấy lọc vào ở đó ở đó sóng 435nm.

V. KẾT QUẢ

1. Bằng đồ thị hoặc bằng cách khác, xác định nồng độ của đồng trong với trọng lượng chính và độ chính xác toàn ra hàm lượng của đồng có trong mẫu.
2. Kết quả của đồng ở đó tính bằng mgCu/kg?

BÀI 6: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÔNG MANGAN BANG PHÖÔNG PHAP HAP THU QUANG PHÖÖCUA NATRI PERIODAT TRONG CAO SU LATEX

I. PHAM VI ÖÔNG DUNG:

Tieå chuaå nay qui rñnh các phö ông phap hap thu quang phöөөc các rñnh Mangan sau qua trñnh oxi hoai vöi Natri periodat trong các loai cao su va datex cao su.

Pham moi qui rñnh phö ông phap cho cao su phöөөc lieäu hay cao su lö u hoai ma khoäng chö ñ Clo, phö ông phap khoäng bö anh hi öng böi các chaå rñnh trö coi khoää lö öng naög chang han nhö Silicat tö inhieä va döäng höp, các dang Canxi cacbonat khac nhau, hoae coi mae các chaå phöөөc lieäu tao thanh Photphat khoäng hoatän trong các rñnh kien thö ñ nghiem.

Pham hai qui rñnh cho phö ông phap dung cho cao su thoäl latex va cao su phöөөc lieäu khoäng chö ñ các chaå rñnh naög (löin hôn khoäng 10%) của chaå rñnh trö Silicat hay baåkyö chaå naö chang han nhö Titan dioxit trong các rñnh kien thö ñ nghiem seö tao thanh Photphat khoäng tan. Phö ông phap coi theä rñ öc áp dung cho cao su thieä nhieä va döäng höp khoäng chö ñ Clo.

II. NGUYEN TAIC:

Tro hoai cao su trong moi chein platin sau rñnh naä chay tro vöi Natri fluoroborat. Sau khi sö ñly baög các axi Nitric va axit Sunfurit pha loaög, chuyeä các chaå löng khoäng tan va öxi hoai của Mangan thanh permanganat baög cach rñn soä baög dung döch Natri periodat. Nö ma rñnh quang phöөөc khoäng 525 nm của dung döch nay cho bieä sö ihap thu tö öng öng vöi naög rñnh của Mangan.

III. HOA CHAIT - DUNG CU:I

1. Hoa chat:

- Natri fluoroborat: Neä loai tinh khieä phaä tích khoäng coi sain, thuaä thö ñ nay seö rñ öc chuaå bönhö sau: Hoatän 110g Natri fluoroborat loai kyä thuaä trong 100 ml nö öc an öi 30°C. Sau khi löc qua moi tö öng löc lam nguoi dung döch rñnh nhieä rñnh phong va theän 100 ml etanol 96% trong khi khuay. Löc lay các tinh theä keä tua treä tö öng löc trong moi cai pheu Buchener va döai nö öc hoat toat trong chaå khoäng yeä, sau rñnh chuyeä qua moi cai chein sö rñnh nöng hay rñnh thuyä tinh va sä öi khoäng 50°C trong chaå khoäng.
- Natri periodat.
- Axit sunfuric, $\rho = 1.84 \text{ g/ml}$.
- Axit nitric, $\rho = 1.42 \text{ g/ml}$.
- Nö öc oä rñnh: Lay khoäng 1 dm³ nö öc, theän va dö khoäng 0.1 g Kali permanganat cung vöi moi va öng löc axit Sunfuric. Chö ng caä nö öc, loai böi 50 cm³ rñnh va dö öc của nö öc caä Pham coi lai cho va dö bình thuyä tinh coi nö rñnh.

- Dung dịch Kali permanganat, khoảng 0.30 g/l.
 - Mangan, dung dịch tiêu chuẩn có 10 mg Mangan/dm³.
- Các dung dịch Mangan sau đây có thể dùng trực tiếp:
- Ca 0.720g Kali permanganat (KMnO₄) trong mỗi cái có thể vào dung dịch trong mỗi cái có thể là 2 ml axit sunfuric loãng. Sau khi thêm mỗi cái vào dung dịch trong 15 phút, làm nguội, chuyển qua bình định mức 500 ml và pha loãng với mỗi cái tới vạch định mức.
 - Ca 0.770 g Mangan sunfat (MnSO₄.H₂O) trong mỗi cái có thể vào dung dịch trong mỗi cái có thể là 2 cm³ axit Sunfuric loãng. Chuyển dung dịch vào vào mỗi bình định mức 500 ml và pha loãng tới vạch định mức. Dung dịch này phải trực tiếp ở định mức ít nhất là một tháng. Thêm 10 ml của dung dịch b cho vào mỗi bình định mức 500 ml thì hai và pha loãng với mỗi cái là một lần nữa tới vạch định mức, 1 ml của các dung dịch tiêu chuẩn này cũng chỉ là 0.01 mg Mangan. Chuẩn bị dung dịch trực tiếp khi dùng.

2. Dụng cụ:

- Máy so màu
- Chén platin 30 ml
- Tấm cách nhiệt, dày khoảng 6 mm và rộng cạnh 100mm có một lỗ ở chính giữa để đặt chén sao cho hai phần ba của chén hướng về phía dưới tấm cách nhiệt.
- Lò dung
- Lò thủy tinh, loại xoáy P40

IV. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu thử

- Cao su thiên nhiên:

Chuẩn bị mẫu thử từ một mẫu hoặc nhiều mẫu hoặc bằng cách cắt cao su thành từng mảnh nhỏ mỗi mảnh có trọng lượng khoảng 0.1g. Ca 10g mẫu thử ở chính xác về 10mg.
- Cao su Latex:

Lấy một phần mẫu latex trực tiếp từ cốc trong cốc có thể là khoảng 10g tổng hợp là ống chứa về về khi khối lượng không rõ ràng về về thành từng mảnh nhỏ
- Cao su nhân tạo u hoai

Tạo thành hai trong mỗi máy cần, hoặc chia nhỏ bằng tay một mẫu thử 10 g. Chuyển ô tô các các giai đoạn chuẩn bị mẫu, làm các thao trình sơ nghiệm ban đầu.

2. Tro hoá mẫu thử

- Chọn khối lượng mẫu thử sao cho nội dung là khoảng 1g Titan dioxit. Chuyển phần mẫu thử vào vào mỗi chén platin và cân trực tiếp về về chén để tấm cách nhiệt.
- Bề mặt chuẩn bị mỗi dung dịch tra ở cùng một lúc bằng cách dùng một cốc ở ống thổi khô không có mẫu thử và tiếp tục xử lý phần mẫu thử vào vào mẫu tra ở trong cùng một ống thổi pha trộn nhau. Nếu chén mẫu bằng một ống thổi là ga nhỏ cho

- Đưa khí còn lại phản than khoáng chueyển qua lổnung rồi ởc duy trì ởnhiệt độ 550°C ± 25°C vànung cho đưa khí tađacacbon bôoxi hoá
- Sau đólàon ngoài chein trong bình hút ẩm, cađ chein đưaac rônkh khoáng lổng tro vào dung pipet sách theân vào một lổ ởng axit Sufuric râm rãe nheo tởng giởng xung quanh thỏnh mieing chein đđam ản rêu tro. Nún đưa khí cho hếkhỏi vànung lại ở 550°C trong vàophuít. Lặp lại cách làon ản tro bậg axit Sunfuric bậg cách theân axit nhữ trỏ ởc tởng một pipet vàrún nheicho đưa khí hếkhỏi vànung lại ở 550°C trong vàophuít. Sau khi làon ngoài ởnhiệt độphỏng, theân vào chein 8 phỏn khoáng lổng củn Natri fluoroborat ởmở ỏc toả rả lỏg, tởng một phỏn khoáng lổng tro. Nún nheichein trong một lổcỏng phỏcho đưa khí hoản hỏp rỏ ởc chỏy hoỏ toỏ, rỏ giởng yẻa cho đưa khí vài lieủ bởnỏ chỏy trỏineỏ trong suỏ hay cho đưa khí khoỏng cỏ phỏn ởng xỏy ra nỏ vỏbỏ kỏchỏ rỏe khoỏng tan nỏ rỏ ởc phỏn tỏn trong chỏlổng nỏ chỏy.

3. Sỏi hoỏn:

Lỏn ngoài chein ởnhiệt phỏng, vàotheân vào 12ml nỏ ởc oỏ rônkh vào 4 ml axit Sunfuric râm rãe. Sau khi rún nheirẻđỏđỏn cỏ chỏ bỏ rỏỏg kẻ rỏ toỏ bỏmỏn trong một bình nỏn 100ml vào ỏ ỏlycỏ chỏ chỏ ỏ trong chein bậg 10ml nỏ ởc oỏ rônkh vào theân vào 2ml axit Sunfuric râm rãe củng seở ởc cho vào bình nỏn.

Cho theân vào 5 ml axit Sunfuric râm rãe vào bình vàosau rỏ rỏrỏ dung dỏch qua lổ ởi lỏc bỏg thỏy tinh sách, rỏ rỏ lổ ởi lỏc một làon bậg 5ml nỏ ởc oỏ rônkh nỏng, chueyển chỏlổng qua một bình hỡnh nỏn khỏc, rỏ rỏ vỏi nỏ ởc oỏ rônkh, vàotheân nỏ ởc vào rẻcỏitheỏ tích toỏg cỏng lỏ 10ml, theân vào 0.3g Natri periodat vàrún soỏ dung dỏch. Tỏp tỏc rún soỏnheitrong 10 phỏt rẻrỏm bỏ lỏ rỏng mỏ. Sau khi làon ngoài, bỏ kỏchỏ mỏ ởc nỏ nhỏ Kali periodat bỏkẻtỏ cỏitheỏđỏn trong suỏ bậg cách ly tẻn hay lỏc qua lổ ởi lỏc P40.

Chueyển dung dỏch vào một bình rônkh mỏ ởc 50ml vàpha lỏỏg tỏi vỏch rônkh mỏ ởc bậg nỏ ởc oỏ rônkh ở 20°C. Sau khi pha, mỏ sỏe phỏi oỏ rônkh trong vàogỏở Bỏ kỏ đỏnh huỏg phỏi mỏ nỏ lỏỏ chỏ hỏ ỏ cỏ vàoClorit chỏ a khỏ iẻhẻ Neỏ rẻeủ nỏy xỏy ra, lỏp lại vẻc xỏc rônkh nhỏ ng dỏng theân axit Sunfuric rẻở ỏlytheo phỏn a.

4. Chueyển bỏ nỏ ởng chueyển:

- Chueyển bỏ cỏc dung dỏch pha mỏ chueyển:

Chueyển bỏ một lỏt dung dỏch pha mỏ chueyển một dung dỏch chỏ ở 25 ml nỏ ởc oỏ rônkh, 6 ml axit Sunfuric râm rãe và 5 ml axit Nitric râm rãe. Tỏ cỏc dung dỏch nỏy, theân phỏn dung dỏch Mangan chueyển thay rỏ ở tởng rẻỏ 10ml củng vỏi một trỏ ởng hỏp 0.3g Natri periodat. Nún cỏc dung dỏch trong 10 phỏt rẻrỏm bỏ lỏ rỏng mỏ, củng củng làon ngoài vàpha lỏỏg vỏi nỏ ởc oỏ rônkh tỏi 50ml trong bình rônkh mỏ ởc.

- Nỏ quang phỏ

Rỏ rỏ ởg sỏ mỏ củn mỏy rỏ quang rẻeủ hay quang phỏkẻtrỏ ởc tẻn bậg dung dỏch Kali permanganat sau rỏivỏi nỏ ởc oỏ rônkh vàosau củng lỏỏng dỏch sỏ mỏ chueyển thỏch hỏp. Lỏy rẻỏy dung dỏch sỏ mỏ chueyển vàrỏ sỏ iẻhỏ thỏi ở bỏ ởc sỏng hỏp thỏi ở rỏ (khoỏng 525 nm).

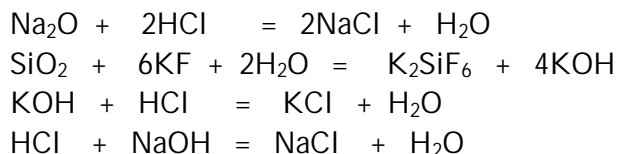
Hẻủ chueyển sỏ ởc bậg cách trỏ ởi phỏn hỏp thỏi củn dung dỏch bởtheân vào

CHƯƠNG 2: PHÂN TÍCH CHẤT TẠM RỎA

BÀI 1: XÁC ĐỊNH Na_2O VÀ SiO_2 TRONG NATRISILICAT NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT CHẤT TẠM RỎA

I. NGUYÊN TẮC:

Trong Natrisilicat có hàm lượng Na_2O , ta thực hiện phản ứng chuẩn độ bằng HCl với chất chỉ thị bromothymol xanh tại điểm tương đương dung dịch sẽ chuyển từ màu xanh sang màu vàng, sau đó ta thêm KF và HCl vào dung dịch có màu vàng và tiếp tục chuẩn độ dung dịch bằng NaOH, tại điểm tương đương dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu xanh.



II. HOÀ CHẤT – DỤNG CỤ:

- Cốc nhôm
- Pipet 25ml
- Bình rửa mỗi lít 100ml
- NaOH 0.5N
- HCl 0.5N
- KF tinh thể
- Bình rửa mỗi lít 100ml
- NaOH 0.5N
- HCl 0.5N
- Chất chỉ thị bromothymol xanh
- Chất chỉ thị phenolphthalein
- KCl tinh thể

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Xác định Na_2O có trong Natrisilicat:

Chia khoảng 2 gam mẫu (rửa chính xác 0.0001g), sau đó cho thêm một ít nước cất nóng và khuấy cho tới tan rồi rửa bình mỗi lít 100ml.

Hút 25ml cho vào bình nhôm + 3 giọt Bromothymol xanh, chuẩn độ bằng HCl 0.5N cho tới khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu vàng, dung dịch giữ lại để xác định SiO_2 .

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{(NV)_{\text{HCl}} \times 12,4}{m}$$

Trong đó

N, V : lượng và thể tích của HCl
 m : khối lượng mẫu

2. Xác định SiO_2 :

BÀI 2: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÖNG LAS - NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT CHẤT TẠM RÖÖA

I. NGUYÊN TẮC:

Xác định chất hoạt tính anion trong mẫu thử ở dạng chỉ thị hai pha nhờ vào Chlorofom bằng cách chuẩn độ với một lượng thích dụng dịch chuẩn chất hoạt tính dạng Cation (benzeton clorua) có mặt thuốc thử là hỗn hợp thuốc nhuộm Cation (dimitibromua) và thuốc nhuộm Anion (disunfin xanh)

II. HOẠT CHẤT - DỤNG CỤ:

- | | |
|--|---------------------------|
| - Dung môi Chlorofom | - NaOH 0.5N |
| - Hyamine (C ₂₇ H ₄₂ ClNO ₂) :0.004N | - Bộ máy chuẩn độ hai pha |
| - Chất màu acid | - Bình định mức 500 ml |
| - Chất màu phenolphthalein 0.1% | - Pipet 2ml |

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

Cân khoảng 2g Las vào cốc thủy tinh 100ml, hòa tan bằng nước nóng sau rồi rót vào bình định mức 500ml bằng nước cất và cho cất để khuấy thật đều trong 10 phút.

Dùng pipet hút 2ml dung dịch Las trên cho vào máy chuẩn độ hai pha, thêm 2-3 giọt chất màu PP sau rồi dùng NaOH 0.5N chuẩn cho tới khi dung dịch có màu hồng

Dùng ống rộng lấy khoảng 20ml nước cất + 10ml hỗn hợp chất màu acid + 5ml CHCl₃ bắt máy khuấy, khuấy đều. Chuẩn độ bằng Hyamine 0.004N cho tới khi màu hồng của lớp CHCl₃ và mẫu thử và xuất hiện màu tím khoai môn thì dừng chuẩn độ

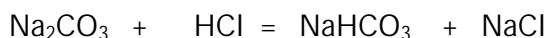
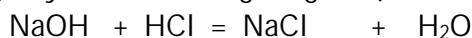
$$\% AD = \frac{(NV)_{\text{hyamin}} \cdot M_{\text{Las}} \cdot V_{\text{m}} \cdot 100}{1000 \cdot V_{\text{xm}}}$$

Trong đó
 m: khối lượng mẫu
 V: thể tích hyamine chuẩn
 M: phân tử lượng của Las (322)

BÀI 3: XÁC ĐỊNH NaOH NGUYÊN LIỆU SẢN XUẤT CHẤT TẠM RỬA

I. NGUYÊN TẮC:

Vì NaOH luôn hấp thụ một lượng lớn CO_2 nên trong dung dịch NaOH luôn có Na_2CO_3 . Khi chuẩn độ NaOH bằng dd HCl, NaOH chỉ định trung hòa Na_2CO_3 cuối cùng chỉ định trung hòa Na_2CO_3 thành NaHCO_3 (chuyển từ màu hồng sang không màu) sau đó NaHCO_3 tiếp tục trung hòa với số iốt của chất MO (chuyển từ màu vàng sang cam).



II. HOÀ CHẤT:

- Dung dịch chuẩn HCl 0.5N
- Chất chỉ thị phenolphthalein
- Chất chỉ thị MO

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

Cân khoảng 0.4g mẫu cho vào erlen 250ml (phải thao tác nhanh để tránh ảnh hưởng của CO_2) thêm một ít nước cất sau đó cho thêm 3 giọt chất chỉ thị PP, và dung dịch HCl 0.5N để chuẩn, đến điểm màu hồng nhạt chỉ định khi dung dịch chuyển từ màu hồng sang không màu, ghi thể tích V_1 . Tiếp tục vào hai giọt MO, tiếp tục chuẩn bằng HCl 0.5N đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang cam, ghi thể tích V_2 .

$$\text{Công thức:} \quad \% \text{ NaOH} = \frac{N(V_1 - V_2) \cdot 4}{m}$$

Trong đó V_1 : thể tích HCl dùng để chuẩn độ với PP
 V_2 : thể tích HCl dùng để chuẩn độ với MO
 N: nồng độ HCl
 m: khối lượng mẫu cân

BAI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOTPHAT TRONG BƠI GIAI

I. NGUYÊN TẮC:

Các muối Photphat trong bơ giai rồi sẽ chuyển sang dạng Octophotphat và chứa ba nguyên tố Natrihidroxit theo chất Phenolphtalein.

II. HOẠT CHẤT - DỤNG CỤ:

- | | |
|--|---|
| - HCl (d = 1.19) | - Chén sứ hoặc đĩa sứ 50ml |
| - NaOH 0.1N | - Lọ đựng có nút cao su chịu nhiệt 100ml |
| - NaOH 30% không có cacbonat | - Cốc 250ml |
| - Metyl da cam dung dịch 0.1% trong nước | - Bình rửa mỗi 250ml |
| | - Phenolphtalein, dung dịch 0.1% trong rượu ethylic |

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

Cho 5g bơ giai vào bình định xác 0.001g cho vào chén sứ và đặt trên bếp điện cho đến khi phần lớn chất chảy rồi sẽ chuyển chén sứ sang lọ đựng, nung ở 550°C trong khoảng 10-15 phút, chất còn lại có màu xám. Nếu người thêm chất 10ml HCl, chuyển sang cốc 250ml, tráng chén sứ bằng nước cất, gộp vào cốc, thêm nước rửa khoảng 100ml. Lấy mẫu kính rửa sạch và rửa sạch trong 30 phút. Nếu người chuyển vào bình rửa mỗi 250ml, rửa mỗi rửa sạch, lấy kỹ lọc qua phễu không gia nhiệt lọc khô vào cốc khô. Tráng bơ phần nước lọc rửa. Lấy 50ml dung dịch lọc cho vào cốc 250ml, thêm 0.5ml Metyl da cam, trung hòa dung dịch rửa bằng Natrihidroxit 30% gần hết rồi sẽ chuyển mẫu, thêm 10 giọt Natrihidroxit 0.1N rửa khi mẫu dung dịch chuyển từ đỏ sang màu trắng. Thêm 0.5ml Phenolphtalein, chuẩn rửa với Natrihidroxit 0.1N rửa khi mẫu dung dịch chuyển sang hồng.

IV. KẾT QUẢ

Hàm lượng Photphat quy ra P_2O_5 tính bằng % theo công thức:

$$X = V \cdot 0.003549 \cdot 100 / m$$

Trong đó

V: Thể tích dung dịch natrihidroxit 0.1N rửa chuẩn rửa ml

0.003549: Hàm lượng P_2O_5 trong 1ml dung dịch natrihidroxit 0.1N

m: Hàm lượng mẫu thử rửa chuẩn rửa g

BÀI 6: XÁC ĐỊNH pH – CHẤT BAY HÔI – CHẤT KHÔNG TAN TRONG BƠI GIÀT

I. HOÀN CHẤT - DỤNG CỤ:

- | | |
|--|-------------------------------|
| - Maêkính rông hoà | - Coá dung tích 250ml |
| - Bình hui aân | - Chên lọc xốp G ₄ |
| - Tuisay riêu chnh nhiêt riô 100-105°C | - Caê phaê tích |
| - Caê phaê tích, riôchính xác 0.001g | - Máy riô pH |
| - Thuoá thô i phenolphtalein | |

II. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Xác định độ pH:

Caê 5g mẫu thô i chính xác riê 0.001g cho vào bình rông mô i 500ml, hoatn mẫu baêg 100ml nê i caê theân nê i riê vaêh rông mô i. Nê pH baêg giay chê thovân naêg hoê baêg máy riô pH duog riên cê i chê thô la riên cê i thuy tinh vaêo sinh laê Calomen.

2. Xác định hàm lượng nước và chất bay hơi:

a. Tiến hành xác định:

Caê 2g mẫu thô i riôchính xác riê 0.001g vào maêkính rông hoà (riô riô iê say khoê riê khoê lô òng khoêg riô vaê caê chính xác riê 0.001g), cho vào tuisay vaê say ôi nhiêt riô 100- 105°C sau ba giô đay ra riênguoê trong bình hui aân riê nhiêt riô phoog , riê caê, sau riô cho vào tuisay riêp. Cê i sau 1 giô đay riem ra riênguoê vaê caê lai nhê treê. Khoê lô òng khoêg riô riê riô iê khi chêh leêh khoê lô òng giô ê hai lai caê keê riêp khoêg vê ôi qua 0.0056g.

b. Tính kết quả

Hàm lượng nước và chất bay hơi (X) tính bằng % theo công thức :

$$X = (m - m_1) \cdot 100 / m$$

c. Trong đó

m - Khoê lô òng mẫu riô iê khi say, g

m₁ - Khoê lô òng mẫu sau khi say, g

3. Xác định hàm lượng chất không tan trong nước:

a. Tiến hành xác định:

Caê 2g mẫu bơ giê (kem giê) riô riôchính xác 0.001g vào coá 250ml, theân 100ml nê i caê noing 80-90°C. Hoatn mẫu riê laêg, lô i qua chên lọc xốp G₄ (riô say riê khoê lô òng khoêg riô vaê caê chính xác riê 0.001g) hoê giay lô i thô òng (riô riô iê say khoê vaê caê riô iê). Riê caê baêg nê i caê noing nhiêu lai cho riê khi nê i riô riê

khoảng có tính kiềm với thuốc thử phenolphthalein. Sấy khô chén lọc (giấy lọc) ở 100-105°C cho ráo khi khối lượng không đổi. Nặng người và cao.

b. Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước (X), tính bằng % theo công thức sau:

$$X = (m_2 - m_1) \cdot 100 / m$$

Trong đó

m_2 - Khối lượng chén lọc (giấy lọc) chỉ số cao sau khi sấy, g

m_1 - Khối lượng chén lọc (giấy lọc), g

m - Khối lượng mẫu thử, g

BÀI 7: PHÂN TÍCH HẠM LÖÖNG GLYCERIN VÀ CACBONAT TRONG KEM NÀNH RĂNG

I. NGUYÊN TẮC:

Nếu như lượng hàm lượng Glycerin ngó óta ðó ã vaoø phan ðing oxy hoã khò úcua Glycerin vooi Kali periodat trong moã trö ðog axit Clorhydric, Kali periodat ðó taic dung vooi Kali Iodua giai phong lö öng Iod tö öng öng. Nömh lö öng Iod sinh ra baög dung dach Natrithiosulfat tö öitính ra ham lö öng Glycerin coitrong mau.

Nếu như lượng hàm lượng Cacbonat ngó óta ðó ã treã cô söitao thaoøh phò úc beã cuã Canxi vaø Magie vooi EDTA öüpH = 10 vooi chã thòETOO.

II. HÖA CHAT - DUNG CÜ:

- | | |
|--|--------------------------|
| - Bep cãch thuy | - Dung dach NaOH 10% |
| - Dung dach $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N | - Dung dach rëã pH = 10. |
| - Dung dach KIO_4 0,1N | - Dung dach EDTA 0.01M |
| - Dung dach KI 10% | - Hoãtinh boã |
| - Chã thòETOO | - Dung dach HCl 1:1 |

III. CÁCH TIÊN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Cã chính xac khoãng 1g mau kem rãnh raög vaø beacher 250ml. Theã 5ml HCl 1:1 duög rüã thuy tinh dam mau vaønh treã bep cãch thuy cho rëã tan hoã toã. Nã nguoi chuyã mau vaø bình rñh mö úc mö úc 250ml. Duög nö öc cã trãng rüã cóã nhieu lam, ðom taã cãnö öc trãng vaø bình rñh mö úc mö úc, rñh mö úc töi vaich, laé rëã ta thu rü öc dung dach A.

2. Xác định Glycerin:

Duög pipet huã chính xac 10ml dung dach mau A cho vaø bình noin nuã nhãm 250ml. Theã chính xac 25ml dung dach KIO_4 0,1N, laé rëã mau vaø rëã yeã 15 phut. Laé mau ra cho 20ml dung dach HCl 1:1 + 20ml dung dach KI 10%. Laé troø, rãy nuã vaø rëã yeã trong bong toã 5 phut. Sau rü duög nö öc cã trãng tö öc bình xuög. Chuaã baög dung dach $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N cho töi mau vaøg röm theã 5 gioã chã thòhoãtinh boã, tiep tuã chuaã cho töi khi dung dach chuyã tö ömã xanh sang khoãng mau. Ghi theãích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tieã toã.

Tieã haøh möi mau traög song song.

3. Xác định Cacbonat:

Duög pipet huã chính xac 10ml dung dach A cho vaø erlen 250ml. Theã vaø 10ml dung dach rëã pH = 10 + möi ít chã thòETOO. Chuaã baög dung dach EDTA

0.01M cho rửa khi dung dịch chuyển từ màu đỏ qua xanh lam. Ghi thể tích EDTA tiêu tốn.

Tiến hành mỗi mẫu trắng song song.

IV. KẾT QUẢ

1. Tính hàm lượng Glycerin:

Hàm lượng glycerin (X) tính bằng % theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 5,755}{10 \times m}$$

Trong đó

- V_1 : thể tích của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng (ml)
- V_2 : thể tích của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử (ml)
- m : khối lượng mẫu

2. Tính hàm lượng Cacbonat:

Hàm lượng cacbonat (%) tính theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 2,5}{m}$$

Trong đó

- V_1 : thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng (ml)
- V_2 : thể tích của dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử (ml)
- m : khối lượng mẫu

BÀI 8: XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG NATRI cacbonat

I. NGUYÊN TẮC:

Hàm lượng natri cacbonat trong mẫu rắn được xác định bằng dung dịch axit Sulfuric với chất chỉ thị Metyl da cam.

II. HOÀ CHẤT - DỤNG CỤ:

- Dung dịch H_2SO_4 0,1N
- Chất chỉ thị Metyl da cam 0,1%
- Buret 25ml
- Pipet các loại
- Erlen 250ml

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

Cân chính xác khoảng 2g mẫu, hoà tan bằng 50ml nước cất + 4 giọt chất chỉ thị MO. Cho vào dung dịch H_2SO_4 0,1N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng cam sang màu hồng nhạt. Ghi thể tích H_2SO_4 tiêu tốn.

IV. KẾT QUẢ

Hàm lượng Cacbonat Canxi được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 0,0053}{m} \times 100$$

Trong đó

V: thể tích dung dịch H_2SO_4 0,1N tiêu tốn

m: khối lượng của mẫu thử

BÀI 9: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÔNG CHẤT HOẠT NÖNG BEAMAET

I. NGUYÊN TẮC:

Chất hoạt nông beamaet bị ôc tách ra khỏi bột giặt (kem giặt) bằng rô òu etylic 96° (bột giặt) hoặc tuyeit rôã (kem giặt) vào ôc tính sau khi trö ònh òg thào h phàn khai cuõg tan trong rô òu etylic.

II. HOA CHẤT VÀ DỤNG CỤ:

1. Hoa chất:

- Rô òu etylic tuyeit rôã hoặc 96°
- Dung dõch H₂SO₄ 0.1N
- Chæ thò Metyl dacam 1%
- Dung dõch AgNO₃ 0.1N
- Dung dõch MgSO₄ 20%
- Kalicromat dung dõch 5%: hoãtan 5g kalicromat trong nô òc caõ theãn dung dõch baic nitrat 0.1N cho rĩa khi xuaõ hiẽn maõ rõi nhaõ. Lõc pha loãg rĩa 100ml.

2. Dụng cụ:

- Hai bình nòn coãn hãm, dung tích 100ml
- Bình huii aãn
- Mõi coá dung tích 250ml
- Caõ phaõ tích rôã chính xac 0.001g
- Mõi óãg nõ ng hõ thõng
- Pheũ lõc, giãg lõc thõ òg.
- Mõi óãg nõ ng hõ ngang
- Bình nòn 250ml
- Bep cõch thuy
- Bình rõnh mõi c 250ml
- Tuisãg
- Buret 25ml

III. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Xác ñnh chất tan trong rô òu:

a. Cách làm:

Caõ khoãng 2g maũ thõ ùchính xac rĩa 0.001g vào coá 250ml, theãn 50ml rô òu etylic 95° (neã la bột giặt) hoặc rô òu tuyeit rôã (neã la kem giặt). Nãy coá baõg maẽ kình rõng hoã rùn nõng treã bep cõch thuy, khuãg cho maũ phaõ tan hoã toã.

Nẽa laõg vào lõc vào trong bình nòn 100ml rĩa sãg khoã òu 100 -105°C rĩa khoã lõ òng khoãg rôã vào caõ chính xac rĩa 0.001g. Khi lõc gãn coã giõ õcaẽ trong coá caõg nhiẽn caõg toã

Tiep tục lap lai qua trõnh treã hai lam, mõi lam vôi 200ml rô òu etylic. Sau rõi caõ thu hoã rô òu của dung dõch lõc trong bình nòn treã bep cõch thuy cho rĩa khi chæ coã lai caõ. Sãg bình chỉ ñ caõ òu 100-105°C rĩa khoã lõ òng khoãg rôã

Nẽa nguõ trong bình huii aãn, caõ chính xac rĩa 0.001g.

b. Tính kết quả

Hãm lõ òng chaõtan trong rô òu (X₁) tính baõg % theo coãg thõ c:

$$X_1 = (m_2 - m_1) * 100 / m$$

Trong đó:

m_2 - Khối lượng bình không nước, g

m_1 - Khối lượng bình không, g

2. Xác định hàm lượng Na_2CO_3 tan trong rượu:

a. Nguyên tắc:

Hàm lượng Natri cacbonat tan trong rượu xác định bằng cách chuẩn độ với acid theo chất chỉ thị Metyl da cam.

b. Tiến hành xác định :

Hoạt chất tan trong rượu trong nôi ở cả thể rắn và lỏng chỉ thị Metyl da cam và chuẩn độ bằng acid sunphuric nếu khi dung dịch chuyển từ màu da cam, sang rồi dung dịch sau khi chuẩn độ lại đổi về màu Clo.

c. Tính kết quả

Hàm lượng Natri cacbonat (X_2) tính bằng % theo công thức:

$$X_2 = V * 0.0053 * 100 / m$$

Trong đó

– V : Thể tích dung dịch acid sulphuric 0.1N đã dùng, ml

– 0.0053 : Lượng Natri cacbonat tương ứng với 1ml acid sulphuric 0.1N

– m : Khối lượng mẫu thử, g

3. Xác định hàm lượng muối Clorua tan trong rượu:

a. Nguyên tắc:

Hàm lượng muối clorua quy ra NaCl rồi chuẩn độ với AgNO_3 theo chất chỉ thị Kalicromat.

b. Tiến hành xác định:

Dung dịch sau khi xác định Natri cacbonat, thêm chanh nếu khoảng pH = 6-8 thêm 10ml Magie nitrat, đun nóng trên bếp cách thủy nếu khi xuất hiện kết tủa.

Thêm nước, chuyển vào bình định mức 250ml, thêm nôi ở thể rắn và lỏng, để yên qua giá lọc khớp đều khoảng 10 phút, dung dịch lọc vào bình không khô ráo bổ sung nôi ở thể lỏng nếu cần.

Lấy 100ml vào trong bình không thêm 1ml dung dịch Kalicromat, chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 nếu khi màu của dung dịch có màu hồng nhạt. Nên thổi tắt đèn hàn mỗi mẫu trắng.

c. Tính toán kết quả

Hàm lượng muối clorua quy ra NaCl tan trong rượu (X_3) tính bằng % theo công thức:

$$X_3 = (V_1 - V_2) * 0.00585 * 100 / m$$

Trong đó:

- V_1 : Thể tích dung dịch AgNO_3 0.1N đã chuẩn bị mẫu thử V ml.
- V_2 : Thể tích dung dịch AgNO_3 0.1N chuẩn bị mẫu tra
- 0.00585 : Lượng NaCl tương ứng với 1ml dung dịch AgNO_3 0.1N.
- m : Khối lượng mẫu đã chuẩn bị

Hàm lượng chất hoạt (X) tính bằng % theo công thức:

$$X = X_1 - (X_2 + X_3)$$

Trong đó:

- X_1 - Hàm lượng chất tan trong rõ, %
- X_2 - Hàm lượng Natri cacbonat tan trong rõ, %
- X_3 - Hàm lượng Natri clorua tan trong rõ

CHƯƠNG 3: PHÂN TÍCH GIẤY

BÀI 1: XÁC ĐỊNH pH NƯỚC CHIẾT CỦA GIẤY VÀ BỐT GIẤY

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiea chuaa nay quy rinh pho ong phap xac rinh pH nuoc chieat cua giay va bot giay. Giaitroph khoang phai la soa toa lo ong acid hoae kien cotrong vai lieu nuoc chieat

Pho ong phap nay nuoc ap dung cho ta cac loai giay va bot giay voi nuoc chieat co r daan lon hon 0.2 ms/m khi xac rinh theo ISO 6587, tro cac loai giay so idung lam giay cach rinh.

II. NGUYÊN TẮC:

Chieat 2g mau thi utrong moa to baeg 100ml nuoc ca lanh hoae noing. No pH cua nuoc chieat o nhiet do 20°C ree 25°C.

III. HÓA CHẤT - DỤNG CỤ:

1. Hóa chất:

Nuoc ca hoae nuoc loai ion: Trong phep ca chae so idung nuoc ca hoae nuoc loai ion. No daan cua nuoc khoang rinh lon hon 0.1ms/m sau khi rinh run soa hoae lam lanh.

Chui thich: Thoag thi ong nuoc so idung cai hai qua trinh ca va do ai ion. Nea khoag ca than khi ca nuoc, voi vai lieu lam phan ngu ng tu va cac be ma e ma sau rinh hoi nuoc ngu ng tu tiep xuc, nuoc ca co the khoag rinh ree moa r daan rinh hoi. Nea chae loai ion maø khoag ca coi the coi tai rinh rinh do so i coi maø cua cac acid ho u co, tro khi qua trinh loai ion coi so idung cha coi so itrao rinh ion manh. Khi khoag coi nuoc coi rinh sach nhu quy rinh, coi the so idung nuoc coi rinh daan cao, nhu ng rinh daan cua nuoc so idung phai rinh ghi vaø baø cai thi nghiem.

Dung dach rinh tiea chuaa : Dung dach rinh tiea chuaa coi giaitroph la 4,0; 6,9 vaø 9,2. Dung dach rinh coi sai o idaag thi ong phaøn hoae rinh rinh chea nhu sau:

- Dung dach pH = 4,0: Kali hydroptalat (dung dach 0.05mol/l): Hoø tan 10.21g Kalihydroptalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) trong nuoc ca trong binh rinh moa 1 lit vaø pha loaog toi vaich, pH cua dung dach tai nhiet do 20°C la 4,00 vaø tai 25°C la 4,01.
- Dung dach pH = 6,9: Kalidihydro orthophosphate vaø Dinatrihydro orthophosphate: Hoø tan 3,39g Kalidihydro orthophosphate (KH_2PO_4) vaø 3.54g Dinatrihydro orthophosphate (Na_2HPO_4) trong nuoc ca trong binh rinh moa 1 lit vaø pha loaog toi vaich, pH cua dung dach tai nhiet do 20°C la 6.87 vaø tai nhiet do 25°C la 6.86.
- Dung dach pH = 9,2: Dinatri tetraborat (dung dach noing rinh 0.01 mol/l): Hoø tan 3.80g Dinatri tetraborat decahydrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) baeg nuoc ca trong binh

Trong mỗi 1 lit và độ xung nồng độ tối đa, pH của dung dịch tại 20°C là 0.23 và tại 25°C là 0.18.

2. Dụng cụ:

- Bình thủy tinh có nắp nút mài có vỏ bọc sinh hàn, tất cả các dụng cụ thủy tinh phải rửa sạch và cân bằng nồng độ của nước pha sẵn trước khi sử dụng.
- Bếp điện
- Máy đo pH
- Nhiệt kế

IV. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Sử dụng găng tay cao su khi chuẩn bị mẫu. Các hoá chất mẫu thuộc các mảnh nhỏ có kích thước nhỏ nhất xấp xỉ 5mm x 5mm. Trong mỗi các mảnh mẫu, rửa mẫu trong bình sạch có nắp.

2. Cách tiến hành:

a. Chuẩn bị nồng độ chiết:

- Cân mẫu:

Cân 2g mẫu chính xác tới 0.1g (kể cả ống đựng mẫu), vào bình có kích cỡ phù hợp và để nguội theo quy định trong phạm vi chuẩn bị mẫu.

- Chiết nóng:

Dùng pipet lấy 100ml nước cho vào bình từ ống từ kích cỡ bình có chứa mẫu. Lắp ống sinh hàn vào bình và đun tới sôi. Bỏ ống sinh hàn ra và đổ mẫu vào bình trong bình và bình có chứa mẫu, lắp ống sinh hàn vào trong 1 giờ.

Làm nguội nhanh về nhiệt độ 20°C - 25°C (vẫn để ống sinh hàn). Nếu số liệu và chất lượng chiết có thể có những sai lệch nhỏ.

- Chiết lạnh:

Dùng pipet lấy 100ml nước cho vào bình có chứa mẫu. Dùng bình bằng nút thủy tinh và để nguội tới nhiệt độ 20°C về 25°C. Trong thời gian rửa mẫu ít nhất 1 lần. Chất lượng chiết có thể có những sai lệch nhỏ.

b. Xác định pH:

Đưa mẫu máy đo pH bằng hai dung dịch riêng biệt chuẩn bị trước sao cho pH của nước chiết nằm trong khoảng pH của hai dung dịch riêng. Sau khi đưa mẫu rửa sạch riêng biệt mỗi vài lần bằng nước cất và rửa cuống mỗi lần một lần nước chiết. Kiểm tra nhiệt độ của nước chiết trong khoảng 20°C về 25°C. Nhưng riêng biệt và nước chiết và rửa lại trước khi đo pH.

Lặp lại phép đo với mẫu nước chiết thứ hai.

V. KẾT QUẢ

Tính giá trị trung bình của hai lần đo giá trị pH lấy chính xác tới 0.1 đơn vị và các kết quả sai khác nhau quá 0.2. Nếu khác rất, lặp lại phép đo trên hai mẫu nước chiết. Báo cáo giá trị trung bình và sai số của tất cả các lần đo.

BÀI 2: XÁC ĐỊNH TINH BỘT TRONG GIẤY

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tính và hàm lượng tinh bột trong bột giấy, tinh bột biến tính bằng kỹ thuật oxy hoá thông thường hoặc sử dụng enzym, và dùng cho các thí nghiệm bột giấy hoặc phản ứng keo bám.

Phương pháp này xác định tổng hàm lượng tinh bột có trong giấy, không phân biệt tinh bột ở trong hoặc trên bề mặt giấy.

Một số loại tinh bột: cationic, và các loại khác có thể kết dính với keo không tiêu hao theo phương pháp này, bởi vì các loại tinh bột này có các yếu tố kỹ thuật khác biệt. Phương pháp này chỉ áp dụng cho tinh bột có thể kết dính với keo không tiêu hao.

II. HOÀ CHẤT - DỤNG CỤ:

1. Hoà chất:

- HCl đậm đặc
- Các dung dịch chứa I₂ và KI: 1, 1:9 và 1:19
- Thuộc thi I₂ - I₂: Hoà tan 7.5g KI và 5g I₂ trong 10ml nước cất khuấy cho tan hết I₂ sau rồi thêm nước thành 1 lit.
- Xô bông vụn
- Dung dịch natri thiosunphat: hoà tan 2g và 3g natri thiosunphat (Na₂S₂O₃. 5H₂O) trong 100ml nước cất
- Dung dịch I₂: Hoà tan 0.01 N I₂ pha dung dịch gốc nồng độ 0.01N bằng cách hoà tan 0.13g I₂ và 2.6 g KI trong 5ml nước sau rồi pha loãng tới 100ml. Pha loãng một phần dung dịch gốc trong chín phần nước tới mức loãng nhất rồi dùng dung dịch thí nghiệm, pha loãng dung dịch gốc tới mức loãng thí nghiệm.

2. Dụng cụ:

- Máy rửa trôi: rửa trôi các mảnh mẫu trong nước. Máy có thể rửa trôi cao tốc thích hợp nhất cho các thí nghiệm sử dụng các dụng cụ khác nhau các hạt thủy tinh lơ lửng trong bình cùng với mẫu.
- Máy ly tâm thích hợp nhất để dùng để làm khô hơn 50ml.
- Máy đo màu quang phổ để đo độ hấp thụ tại bước sóng 580nm.
- Có lọc thủy tinh hoặc phễu lọc: có thể lọc hoặc tích khoảng 50ml hoặc lớn hơn. Hoặc phễu lọc Buchner và giấy lọc Whatman số 40, giấy lọc acid thông thường, giấy lọc sợi thủy tinh Whatman 934 - AH.
- Dụng cụ thủy tinh và các dụng cụ khác: có 50ml, 150ml; ống rộng 100ml; phễu lọc nhỏ giấy lọc.
- Bình lọc: dung tích 500ml hoặc lớn hơn.

Chuyển dung dịch tinh bột vào bình rửa mỗi 500ml, làm nguội rồi nhiệt độ phòng và đo xung nó ở cả hai vạch. Lấy một dung dịch, nếu dung dịch bột do chất rắn hoặc do chất dính xuất thì dùng máy ly tâm trong 10 phút. Nếu khi thêm dung dịch loãng qua trên cốc thì kết quả thì ông rồi ông tuy nhiên, sẽ ít thay đổi kết quả ra khi rửa hoàn toàn.

Chú thích: nếu cần thiết phải chia xuất làm hai. Hoàn hợp tất cả các dung dịch vào bình rửa mỗi 1000ml, làm nguội rồi nhiệt độ phòng và đo xung nó ở cả hai vạch.

Dùng pipet lấy 25ml dung dịch trong cho vào bình rửa mỗi 50ml. Dùng pipet cho 2.5ml dung dịch KI - I₂ vào trong bình, sau rồi bổ sung nó ở cả hai vạch và để yên. Chưa bơm mẫu thí nghiệm tra bằng cách hoàn hợp 25ml HCl (1:9) với 2.5ml dung dịch KI - I₂ trong bình rửa mỗi 50ml và đo xung nó ở cả hai vạch, lấy một dung dịch, rồi hòa nhập thủ của mẫu thí nghiệm tra và mẫu thí nghiệm trong tế bào quang điện 1cm tại 580nm. Nếu chùm tia quy chiếu nó ở cả hai vạch thì dùng trong thiết bị thì dùng nó ở cả hai vạch trong chùm tia quy chiếu, mẫu tra bằng cách tra mỗi mẫu thí nghiệm nó ở cả hai vạch chưa bơm bằng cách cho một giọt Natri thiosunphat vào tế bào quang điện cho mẫu thí nghiệm. Lấy và rửa lại hòa nhập thủ.

c. Lập nồng độ chuẩn:

Nếu kết quả sử dụng của mỗi loại tinh bột nó ở cả hai vạch cho vào trong giá lập nồng độ chuẩn. Nếu không thể thì sử dụng hoàn hợp của ba rồi bổ sung tinh bột theo nồng độ của 0.1g tinh bột (nếu nó ở cả hai vạch và nó ở cả hai) cho vào trong cốc 250ml, bổ sung 100ml nó ở cả hai vạch sau 15 phút sau khi nhiệt độ trong cốc là 92°C. Bổ sung 1.0g bột vào trong cốc 15 phút hoặc lâu hơn. Lấy một cốc qua cốc lọc tinh thể dùng nó ở cả hai vạch nó ở cả hai vạch rồi nó ở cả hai vạch qua tất cả rồi nhiệt độ trong bình rửa nó ở cả hai vạch.

Sử dụng HCl và chia xuất theo từng nhỏ tiếp hành với mẫu thí nghiệm. Pha loãng dung dịch lọc nó ở cả hai vạch 500ml trong bình rửa mỗi 500ml. Lấy một phần dung dịch cho vào máy ly tâm trong 10 phút và lấy dung dịch rửa sạch bột rồi nó ở cả hai vạch. Nó hòa nhập thủ nó ở cả hai vạch với mẫu thí nghiệm tại tất cả các nồng độ rồi nó ở cả hai vạch pha loãng nó ở cả hai vạch ra trong bảng sau:

Nồng độ tinh bột (g/l)	Tổng thể tích (ml)	Dd tinh bột (0.2g/l, ml)	Nồng độ cả (ml)	Dung dịch KI (ml)
0.010	100	5	0	5
0.020	100	10	5	5
0.030	100	15	10	5
0.040	100	20	15	5
0.050	100	25	20	5

Dùng HCl 1:19 pha loãng nó ở cả hai vạch trong bình rửa mỗi 500ml, dùng ống rửa để lấy nó ở cả hai vạch, dùng pipet hoặc buret để lấy dung dịch.

Tính nồng độ khối lượng của tinh bột trong dung dịch chua. Lập phương trình hệ số hấp thụ khối lượng theo nồng độ tinh bột khối lượng, rồi dùng phương trình để tính nồng độ qua giá trị đo. Xác định khả năng hấp thụ của tinh bột của tinh bột.

$$A = a \cdot b \cdot c$$

Trong đó:

A: là hệ số hấp thụ khối lượng của tinh bột

a: là khả năng hấp thụ của tinh bột

b: là độ dày của tế bào quang điện

c: là nồng độ tinh bột khối lượng tính bằng g/l

a, b: là hằng số của tinh bột

Tính giá trị trung bình của kết quả hoặc lập phương trình để giải thích giá trị đo. Tính giá trị trung bình của hai lần xác định chính xác tới 0.1%.

IV. KẾT QUẢ

Hàm lượng tinh bột được tính bằng phần trăm theo công thức sau :

$$x = \frac{A}{ab} \times V_0 \times \frac{V_f}{V_A} \times \frac{1}{10S}$$

Trong đó:

- A : là hệ số hấp thụ khối lượng = $A_{\text{mẫu thí nghiệm}} - A_{\text{mẫu thí nghiệm trắng}} - A_{\text{mẫu trắng}}$
- a : là khả năng hấp thụ của tinh bột xác định từ nồng độ tinh bột (lit/g-cm)
- b : là độ dày của tế bào quang điện tính bằng (cm)
- V_0 : là thể tích của dung dịch tinh bột sau khi chiết xuất tính bằng (ml)
- V_f : là thể tích của dung dịch tinh bột rồi lấy rẽ mẫu, tính bằng (ml)
- V_A : là thể tích của dung dịch lấy từ ống thí nghiệm là 25ml, tính bằng (ml)
- S : là khối lượng mẫu khô được lấy tính bằng (g).

BAI 3: XÁC ĐỊNH NITRO TRONG GIẤY VA BỐN GIẤY

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiết chuẩn này quy định phương pháp xác định nitro của tất cả các loại giấy và bố giấy. Giới hạn dưới của phép xác định là khoảng 0.2%.

II. NGUYÊN TẮC:

Mẫu thử được cho vào cốc nung và nung tại nhiệt độ $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ trong lò nung. Khối lượng tro được xác định bằng cách cân cốc và mẫu thử sau khi nung.

III. DỤNG CỤ- THIẾT BỊ:

- Cốc nung: Nhiệt độ làm bằng platin, sử dụng thạch anh, có thể tích từ 1 đến 2 lít và nhiệt độ 10g mẫu thử (thể tích cốc nung có thể tích 50ml là phù hợp) cốc nung khoảng nhiệt độ giữa hoặc tăng khối lượng khi nung và không có phần ứng hoặc với mẫu thử là hoá phẩm của lá của mẫu thử sau khi nung.
- Lò nung: Có khả năng duy trì nhiệt độ $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ lò nung nên là loại có thể điều chỉnh nhiệt độ.
- Cân phân tích: Có độ chính xác tới 0.1mg.

IV. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Mẫu thử được xử lý các mảnh nhỏ có kích thước khoảng lớn hơn 1cm^2 và nhiệt độ của bình trong túi nilon hoặc bình có nắp.

Nếu mẫu thử có phần phải là khoảng 10g có thể trong phòng thí nghiệm.

2. Cách tiến hành:

Tiết hành xác định hai mẫu song song, tất cả các lần cân chính xác tới 0.1mg.

Cân mẫu thử và xác định khối lượng và nitro của mẫu thử.

Cân khối lượng mẫu thử và cho vào cốc nung khoảng 10g có thể sau khi nung khoảng 10g có thể của lá 10mg.

Với mẫu thử có nitro thấp (thí dụ như giấy khoảng 10g), cân mẫu thử và các phần của lá sau khi nung 10mg.

Cốc nung nhiệt độ sạch, cân số lượng trong lò nhiệt độ $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ và thời gian từ 30 phút đến 60 phút. Lấy mẫu tới nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (thể tích thời gian trong bình hút ẩm rồi với cốc nung làm bằng platin là 5 phút và rồi với cốc nung làm bằng thạch anh là 15 phút) và để hành cân cốc nung.

Chuyển mẫu thử vào cốc nung rồi để để mẫu thử không chảy thành giọt là. Khoảng nhiệt độ của mẫu do bày.

Với mẫu thì độ ẩm thấp, vì khối lượng mẫu thì lớn nên có thể sấy liên tiếp từ độ ẩm mẫu thì cho tới hết.

Chú thích 1: Bỏ ống rửa mẫu thì ở phần cuối và dùng số dùng. Mỗi số dùng nung có dạng cũ khi mô tả thao tác mỗi bước nên ngang ống thì cũ. Bước rửa hoá mỗi bộ phận thì ống thì có thể sử dụng khi rửa chất hữu cơ trong mẫu thì. Khi mẫu thì rửa chảy hết hoá giải hết có thể hoá các chất rắn còn lại nhìn thấy rất ít, thì rửa có nung và nhiệt độ $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ trong lò nung với thời gian là 1 giờ.

Chú thích 2: Khoảng kiểm tra thời gian nung và nung tới khối lượng không đổi. Mỗi số thao tác phân tích có thể bỏ mất khi thời gian nung quá dài. Lấy có nung ra khỏi lò nung, cho vào bình hút ẩm để nguội tới nhiệt độ phòng và để nguội cả.

V. KẾT QUẢ

Độ ẩm (X) thì độ tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$X = \frac{a}{m} \times 100$$

Trong đó:

- X: là độ ẩm, tính bằng phần trăm
- a: là phần tro còn lại sau khi nung hết khối lượng, tính bằng gam
- m: là khối lượng mẫu thì sau khi nung hết khối lượng, tính bằng gam

Chú thích: giá trị độ ẩm của hai mẫu xác định song song khoảng thì độ khác giá trị trung bình quá 5%. Tính giá trị độ ẩm của hai mẫu xác định song song và tính giá trị trung bình, lấy chính xác tới 0.1%.

CHƯƠNG 4: PHÂN TÍCH DẦU KHÍ

BÀI 1: NỖI AN MƠN TẤM NỒNG ASTM D 130 (COPPER STRIP CORROSION)

I. PHẠM VI ỜNG DÙNG:

Áp dụng cho xăng ô tô, xăng máy bay, nhiên liệu phản lực, diesel, dầu hỏa, dầu nhớt, các pha trộn công nghiệp các vacacit sản phẩm dầu mỏ khác có áp suất hơi bão hòa không quá 18 psi.

Lưu ý Xăng có nhiều có thể có áp suất hơi cao hơn, do đó bơm thử ở nhiệt độ xăng có nhiều không quá 100°C. Các mẫu có áp suất Reid cao hơn 18 psi (124 kPa) có thể có áp suất hơi cao hơn 100°C. Với các mẫu có áp suất hơi trên 18psi, sử dụng phôi ống thép thử D1838.

II. MỨC NÍCH VÀ YẾNGHÓA:

Xác định tính chất của mẫu của miếng đồng thử nghiệm kiểm thử cho thử nghiệm phân giải mô tả của kim loại của sản phẩm dầu.

III. TỒM TẮT PHƯƠNG PHÁP:

Tấn đồng thử nghiệm phân giải bằng cách rửa sạch theo tiêu chuẩn, ngâm trong mẫu cần thử nghiệm trong thời gian xác định cho mẫu thử. Sau đó lấy ra lau sạch và so sánh với bảng mẫu chuẩn theo ASTM.

IV. THIẾT BỊ – HỒI CHẤT:

- | | |
|----------------|-------------|
| - Bảo vệ nhiệt | - Glyxêin |
| - Ống thử | - Giấy nhám |
| - Nhiệt kế | - Tấn đồng |
| - Ống quan sát | |

Bảo vệ nhiệt: có thể là nước ấm hoặc duy trì ở khoảng thời gian thử nghiệm, sai lệch $40 \pm 1^\circ\text{C}$, $50 \pm 1^\circ\text{C}$ và $100 \pm 1^\circ\text{C}$. Có thể sử dụng các ống thử hay bơm thử ở vị trí thẳng đứng và chiều dài khoảng 100mm. Bảo vệ nhiệt, dầu hay khoáng chất đều phù hợp.

Ống thử $25 \times 150\text{mm}$.

Bơm thử ống thử làm bằng thép không gỉ có khả năng chịu được 100 psi.

Nhiệt kế loại nhúng chìm hoặc toa, có thang chia nhỏ nhất là $0,1^\circ\text{C}$.

Giấy phân giải bằng tấn đồng.

Ống quan sát, ống thử thủy tinh phẳng, rửa sạch và ngâm thử đồng thử nghiệm khi kiểm tra và báo quan.

Dung dịch rửa: sử dụng một loại Hydrocacbon không có lưu huỳnh dễ bay hơi, khoảng 60-70°C. Iso - octan loại thô hoặc iso-octan loại tinh khiết và phải sử dụng trong tủ ô nhiễm tranh chấp.

Giaó hoá và nhám rãnh bóng có kích thước hạt 65 micromet (240-grit). Có sử dụng hạt nhám silicon carbide 105 μm (150-mesh).

Tán rỗng: Sử dụng tán rỗng rỗng 12,5 mm, đường kính 1,5 ÷ 3.0 mm, đường kính 75mm, có rãnh tinh khiết 99,9%. Tán rỗng có thể mua ở bất kỳ cửa hàng bán loại bột

Chuaá bô bea maé taán rỗng: Dùng giaó nhám có kích thước thích hợp để loại bỏ các vết bẩn khỏi 6 mặt tán rỗng. Kết thúc bằng giaó nhám 65 μm để loại bỏ các vết xỉ ô nhiễm của giaó nhám loại sử dụng trước đó. Dùng tán rỗng và dung môi rửa để loại bỏ các chất lạ ngay trên rãnh bóng làm sạch hay bỏ qua cho sử dụng lần sau.

Chuaá bô laàn cuoá (rãnh bóng): Lấy tán rỗng ra khỏi dung môi rửa. Giữ tán rỗng trên ngón tay với giaó lọc không tro. Nếu cần rãnh bóng gõ sau rửa các cánh với hạt nhám silicon carbide 105 μm lấy từ một tán thủy tinh sạch bằng cách dùng một lau bằng một miếng bông hút nước mới và sau rửa sạch kết tán rỗng bằng kết thép không gỉ, không dùng tay. Kết tán rỗng và giaó hoá rãnh bóng các mặt chính bằng hạt nhám silicon carbide trên bông hút nước, không rãnh bóng theo vòng tròn, mà chắt theo trục của tán rỗng từ trên xuống. Lau sạch các bụi kim loại bằng bông. Khi tán rỗng rửa sạch, dùng ngay và mẫu rửa chuaá bô

(Sử dụng rãnh bóng cuối cùng với kích thước lớn hơn để rửa sạch các khe hở tra trên bề mặt của tán rỗng và ở trên bề mặt phân tích để kiểm tra).

V. BẢNG AN MÓN CHUẨN:

Bảng an môn chuẩn là một tài liệu liệt kê các tán thử để kiểm tra và để kiểm tra các mẫu thử. Bảng chuẩn này phải được bảo vệ khỏi ánh sáng để tránh phai màu. Kiểm tra độ phai màu bằng cách so sánh với bảng chuẩn được bảo vệ kỹ (mới). Quan sát dưới ánh sáng ban ngày, ban đêm chiếu sáng và sau rửa sạch bằng nước 45°C. Nếu nhận thấy có phai màu hoặc ánh sáng ban ngày của bảng, cần phải loại bỏ

Nếu bề mặt của lớp vỏ plastic bị ô nhiễm, cần thay thế bảng chuẩn.

VI. LẤY MẪU:

Mẫu cần rửa sạch trong chai thủy tinh sạch, toả màu, chai plastic, hay các bình rửa phù hợp khác mà không ảnh hưởng đến tính chất của mẫu. Tránh sử dụng các bình có phụ gia.

Nạp bình bằng rửa bằng toả màu ngay sau khi lấy mẫu. Khi lấy mẫu tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp hay ngay ánh sáng khuếch tán ban ngày. Sau khi nhận mẫu tiến hành thử nghiệm nhanh bằng toả màu ngay sau khi môi bình.

Nếu mẫu có ô nhiễm hoặc nhuộm ô nhiễm phải lọc mẫu qua fliter lọc nhanh trước khi cho vào ống thử. Thử nghiệm thao tác này trong phòng toả

VII. CÁCH TIẾN HÀNH:

IX. KẾT QUẢ

Bảng các theo mã mã số ôc phân giải ghi nhiệt độ thời gian thí

X. NỘI CHỨNG XÁC: Không qui định.

Bảng 1: Phân loại sản phẩm

Loại	Tea	Mô tả
1	Xanh nhẹ	a. Da cam sáng, gần với sản phẩm môi trường b. Da cam đậm
2	Xanh trung bình	a. Nhiều màu b. Màu tím ôi c. Nhiều màu: xanh dờng, tím ôi hay bạc hay cả hai trên nền tím ôi d. Màu bạc e. Màu trắng thau hay vàng
3	Xanh sẫm	a. Màu tím trên nền trắng thau b. Nhiều màu: tím xanh lá cây (loãng công). nhò ng không sáng
4	Ánh mờ	a. Nền tím sẫm đậm hay nâu với màu xanh lá loãng công. b. Màu chì hay rên xanh. c. Nền bóng hay rên hã huyên.

BÀI 2: XÁC ĐỊNH NHIỆM NHOIGIOT CỦA MÔNHÔN ASTM D 566

I. PHẠM VI ẠP DỤNG:

Phổ ứng dụng này dùng để xác định nhiệt độ nóng chảy của mẫu. Phổ ứng dụng không dùng cho nhiệt độ > 288 °C. Với nhiệt độ cao hơn sử dụng phổ ứng dụng D2265.

II. MỤC ĐÍCH VÀ YÊU CẦU:

Thông số nhiệt độ, nhiệt độ nóng chảy là những thông số quan trọng để đánh giá chất lượng của sản phẩm. Việc xác định nhiệt độ nóng chảy của mẫu là một trong những yêu cầu cần thiết để kiểm tra chất lượng của sản phẩm. Mục đích của bài thực hành này là để xác định nhiệt độ nóng chảy của mẫu bằng phương pháp nhiệt phân. Phương pháp này có ưu điểm là giúp cho việc phân tích mẫu dễ dàng và chính xác. Việc xác định nhiệt độ nóng chảy của mẫu là một trong những yêu cầu cần thiết để kiểm tra chất lượng của sản phẩm. Kết quả của bài thực hành này sẽ giúp cho việc đánh giá chất lượng của sản phẩm một cách chính xác và đáng tin cậy.

III. TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP:

Mẫu mẫu được đặt trong cốc nhôm trong ống thí nghiệm gia nhiệt trong bể dầu với tốc độ gia nhiệt từ từ. Nhiệt độ nóng chảy của mẫu được đo bằng cách sử dụng cốc thí nghiệm trung bình với nhiệt độ của bể dầu và nhiệt độ ghi nhận là nhiệt độ nóng chảy của mẫu.

IV. THIẾT BỊ – HÓA CHẤT:

- Nhiệt kế 5 ÷ 300 °C chia 1°/ vạch - Mẫu
- Ống nghiệm
- Chén đựng mẫu bằng nhôm maiCroân
- Chất tải nhiệt
- Que khuấy
- Ống nghiệm chịu nhiệt đường kính 180 ÷ 200 mm
- Cốc thủy tinh 500 ml
- Mảnh giấy lọc
- Bếp điện

Cốc mẫu- Cốc bằng nhôm maiCroân.

Ống thí nghiệm- Bể dầu thủy tinh chịu nhiệt, có miệng, chiều dài 100 - 103mm, đường kính trong 11,1 - 12,7 mm, có 3 chốt đỡ và chốt theo chu vi cách đáy 19mm để đỡ cốc.

Nhiệt kế- Khoảng nhiệt độ 5 °C đến 300 °C (2 °C).

Dùng củi phôi- Bể dầu có khuấy gồm có cốc 400 ml, giá đỡ và ống đỡ của bể dầu, kẹp nhiệt kế 2 nút lư, dây kim loại chịu nhiệt đường kính 1,2 - 1,6mm, dài 152mm, cái nhôm có nút có van để nhôm có thể xả nhiệt kế

khối lượng. Khi giới mô ở ngoài, ghi nhiệt độ của 2 nhiệt kế và lấy giá trị trung bình chính xác đến 1°C làm nhiệt độ môi trường.

Hai xác định có thể được tiến hành đồng thời trong cùng một bề mặt lạnh hai mẫu có xấp xỉ cùng nhiệt độ môi trường.

VII. KẾT QUẢ

Bảng các nhiệt độ môi trường chính xác đến 1°C

VIII. NỘI CHỨNG CHÍNH XÁC:

- Nhiệt độ lạnh 7°C
- Nhiệt độ lạnh 13°C

BÀI 3: XÁC ĐỊNH NHIỆT NỔ CHỖ CHAI CÓ KÍN ASTM D 56

I. PHẠM VI ẠP DỤNG:

Phổ ứng dụng xác định nhiệt nổ chai có kín của sản phẩm dầu mỏ bằng thiết bị có kín Pensky-Martens, áp dụng cho khoảng nhiệt độ 40 - 360°C.

Quy trình A áp dụng cho nhiều loại công cụ (diesel, dầu hoả, dầu gia nhiệt, nhiều loại turbin), dầu nhớt môi và các chất lỏng dầu mỏ trong nhà.

Quy trình B áp dụng cho nhiều loại công cụ, dầu nhớt, dầu công nghiệp, hỗn hợp dầu lỏng và các chất lỏng công nghiệp hỗ trợ tạo màng bề mặt hoặc trong nhà ô nhiễm kiến trúc như ô nhiễm quy trình A.

Phổ ứng dụng này dùng để phát hiện các chất dễ bay hơi và dễ cháy trong các chất lỏng hoặc rắn không bay hơi và không cháy.

II. MỨC ĐỘ CHÍNH XÁC VÀ YÊU CẦU:

Tiêu chuẩn này quy định phổ ứng dụng xác định nhiệt nổ chai có kín của sản phẩm dầu mỏ để áp dụng vào các thiết bị, vận chuyển, bảo quản an toàn.

III. TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP:

Mẫu trong có thể được gia nhiệt và khuấy đều ở tốc độ quy định. Khi nó nóng lên, tiêu chuẩn trực tiếp vào bề mặt các mẫu ở các khoảng thời gian đều nhau và trong thời gian khuấy. Nhiệt độ bốc cháy là nhiệt độ thấp nhất tại nhiệt độ sôi của mẫu trên bề mặt có thể bốc cháy khi có một lượng tiêu chuẩn nhỏ ở trên và.

IV. THIẾT BỊ – HÓA CHẤT:



- Bếp gia nhiệt
- Coá mẫu
- Bộ phận khuấy
- Nguồn lửa
- Dầu D.O
- Kerosel
- aceton

V. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Canh ít nhất 75 ml mẫu cho mỗi lần thí nghiệm. Khi lấy mẫu dầu cao, bình chôn phải chôn ít nhất 85-95% mẫu. Nên với các loại mẫu khác 50-85% mẫu.

Mẫu thí nghiệm theo phải lấy từ trung mỗi bình chôn mẫu, mẫu thí nghiệm phải lấy từ bình chôn khoảng ít hơn 50% mẫu. Khoảng môi bình chôn mẫu khi khoảng cần thiết để tránh mất phần nhiệt hay hấp thụ nhiệt môi. Bảo quản mẫu ở nhiệt độ khoảng dưới 35°C. Bình chôn mẫu phải có nắp trong. Với mẫu lỏng làm lạnh mẫu vào rồi mẫu ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ chớp cháy để kiểm tra 18°C.

Khoảng chôn mẫu trong bình thanh thoát khí.

Mẫu qua nhiệt độ gia nhiệt trong bình chôn mẫu rồi để chảy lỏng, trong 30 phút ở nhiệt độ thấp nhất khoảng vài độ dưới 28°C để dễ dàng chớp cháy để kiểm tra. Nếu mẫu vẫn còn chảy lỏng có thể gia nhiệt thêm 30 phút nữa. Sau rồi để nguội rồi xoay bình theo phương ngang, trở lại khi chuyển vào coá thí nghiệm.

Mẫu chôn mẫu nổ để hoả hoạn hay từ đó cần rồi để tách nổ để bằng CaCl_2 hay bằng cách lọc qua giấy lọc.

2. Chuẩn bị thiết bị:

Nên thiết bị để bảo vệ ống chập tránh nổ nổ nổ, khoảng số đứng trong tủ hút riêng biệt.

Làm sạch và kiểm tra thí nghiệm các bộ phận phụ trợ ở nhiệt độ thí nghiệm.

3. Cách tiến hành:

Cần thanh làm sạch coá loại bỏ hết các vết bẩn của lần thí nghiệm trước, sấy khô coá, rồi mẫu cần thí nghiệm vào vào cốc, rồi nạp vào coá vào mẫu.

Khuấy trộn nhiệt độ nhỏ để khuấy. Khuấy rồi mẫu vào toá rồi 90-120 vòng/phút.

Taêng nhiệt độ của coá thí nghiệm

Với loại sản phẩm dầu môi có nhiệt độ chớp cháy để kiểm tra từ 50 - 150°C thì toá rồi gia nhiệt taêng khoảng 5-8°C/phút.

Với loại sản phẩm dầu môi có nhiệt độ chớp cháy để kiểm tra lớn hơn 150°C thì toá rồi gia nhiệt taêng khoảng 10-12°C/phút.

Khi cách nhiệt chớp cháy để kiểm tra khoảng 30°C thì giảm toá rồi taêng nhiệt độ khoảng 2°C/phút. Khi cách nhiệt chớp cháy khoảng 10°C thì bắt đầu thí nghiệm chớp cháy. Chuẩn bị mẫu vào vào bình ngưng lỏng mẫu thích hợp (có nhiệt độ kính 3.2 - 4.8 mm). Ngưng tụ khuấy vào vào bình ngưng lỏng mẫu vào vào bình có cấu trúc nắp, kiểm tra tất cả các sao cho nguồn lỏng mẫu vào vào bình có thí nghiệm trong vòng 0.5s, lỏng mẫu ở nhiệt độ thấp trong 1s và nhanh chóng trở về nhiệt độ cũ. Nếu nhiệt độ bắt đầu chảy của mẫu thí nghiệm hơn 150°C thì có thể taêng 1°C thí nghiệm.

Nếu nhiệt độ của mẫu thấp hơn 150°C thì cần tăng 2°C thì mới làm.

Thử cho một ít khí hơi của mẫu baethyl nhôm vào cốc, khi xuất hiện ngọn lửa màu xanh thì tắt ngay, nhiệt độ của cốc nên chấp nhận và ghi lại nhiệt độ này.

(Một lượng nhỏ chất rắn ra ngoài màu xanh và ngọn lửa trong cốc nên chấp nhận thì tốt, cần bôi qua).

Tiếp tục nâng nhiệt độ lên $1 - 2^{\circ}\text{C}$ nữa và để thử tiếp tục, nếu không thấy xuất hiện ngọn lửa thì thí nghiệm xem nhỏ sai, phải làm lại từ đầu.

Nếu với mẫu chỉ biết nên chấp nhận thì phải làm thí nghiệm thêm do cách nâng nhiệt độ $4^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ và sau 4°C lại thử một lần. Sau khi xác định thêm do đó nên chấp nhận thì tiến hành thí nghiệm nhỏ tiếp.

VI. KẾT QUẢ

Nếu nên chấp nhận lần hơn 104°C , sai lệch khoảng dưới $5,5^{\circ}\text{C}$. Nếu nên chấp nhận hơn 104°C , sai lệch khoảng dưới 2°C .

Làm trong số này $0,5^{\circ}\text{C}$, theo công thức hiệu chỉnh sau :

$$T = C + 0,25 (101,3 - K)$$

- T: Là nhiệt độ của mẫu sau khi đã hiệu chỉnh
- C: Là nhiệt độ của mẫu quan sát từ cốc
- K: Là áp suất của môi trường thí nghiệm

BÀI 4: XÁC ĐỊNH NHIỆT ĐIỂM CHẬP CHÁY CÓ HỒI ASTM D 92

I. PHẠM VI ÁP DỤNG:

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định nhiệt chớp ló và nhiệt bắt cháy có hồi của các sản phẩm dầu mỏ có nhiệt chớp cháy cao hơn 79°C và thấp hơn 400°C (trừ FO), bằng thiết bị manual hoặc thiết bị tự động.

II. NỘI DUNG NGHĨA:

Nhiệt bắt cháy (fire point) của sản phẩm dầu mỏ là nhiệt độ thấp nhất mà ở đó hiệu chỉnh ô áp suất 101,3 KPa (760mmHg) tại röhôi của mẫu thử chớp ló và khi có mẫu ló là do ô điều kiện thí nghiệm.

Nhiệt chớp ló của sản phẩm dầu mỏ là nhiệt độ thấp nhất mà ở đó hiệu chỉnh ô áp suất 101,3 kPa tại röhôi của mẫu thử chớp ló và khi có mẫu ló là do ô điều kiện thí nghiệm

III. TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP:

Rồi khoảng 70ml mẫu vào có thí nghiệm để vạch mức, gia nhiệt với tốc độ nhanh ban đầu và chậm hơn khi sắp tới nhiệt chớp cháy. Có một khoảng nhiệt độ nhất định, rồi ngưng lại qua bề mặt của mẫu. Nhiệt độ chớp ló là nhiệt độ thấp nhất tại röhôi của mẫu trên bề mặt có thí nghiệm. Nếu các nhiệt độ bắt cháy, tiếp tục phép thử cho đến khi mẫu bắt cháy và duy trì cháy ít nhất là 5 giây khi có mẫu ló là tiêu chuẩn rồi ngưng lại.

IV. THIẾT BỊ - HÓA CHẤT:

- Bếp gia nhiệt
- Nhiệt kế
- Có mẫu
- Que chập ló
- Giá đỡ
- Gas
- acetone

Thiết bị nhiệt độ bắt cháy có hồi Cleveland bao gồm: Bếp gia nhiệt, có mẫu, que chập ló và giá đỡ

Nhiệt kế Chọn nhiệt kế cho phù hợp có khoảng từ 6 đến 400°C .

Mẫu ló là tiêu chuẩn rồi ở các bag gas (Metan hoặc Butan, Propan), áp suất gas cung cấp cho thiết bị phải không vượt quá 3KPa.

Dung môi rửa: Các dung môi kỵ nước có khả năng rửa sạch mẫu và loại bỏ các chất như Toluene và Acetone.

V. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Chuẩn bị mẫu:

Bảo quản mẫu trong chai kín, làm bằng vật liệu không thấm thoát khí (khoảng 10 ngày trong chai nhỏ), để ở nhiệt độ thấp tránh làm bay hơi các phần nhẹ của mẫu ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ sôi của chất 56°C, khoảng một nửa khi khoảng cần thiết để tránh mất phần nhẹ của mẫu và hơi nước. Khi cần phải xác định nên cho mẫu chảy trở lại để tránh biến đổi mẫu ở nhiệt độ thấp.

Mẫu rất dễ nóng thì hạn chế mẫu để ở nhiệt độ sôi để tránh lỏng, nhưng khoảng bao giờ gia nhiệt để tránh nhiệt độ mẫu thấp hơn nhiệt độ sôi của chất 56°C trở lại khi cho vào cốc. Nếu mẫu ở nhiệt độ gia nhiệt để tránh, cần làm nguội để 56°C để ở nhiệt độ chảy để tránh trở lại khi thu.

Nếu mẫu chỉ ở nhiệt độ sôi cần làm khô bằng Canxiclorua hoặc lọc qua giấy lọc tinh, nếu mẫu quá nóng, cần làm nguội (thấp hơn nhiệt độ sôi của chất 56°C).

Chú ý: Nếu mẫu chỉ ở nhiệt độ phần nhẹ không nên cũng không lọc.

2. Chuẩn bị thiết bị:

Thiết bị thí nghiệm ở nhiệt độ cần kín gioi. Khoảng cần thiết trong thí nghiệm rằng làm việc.

Cả thân làm sạch có loại bôi trơn các vật dụng bằng dầu bôi trơn tốt, nếu có các Cacbon loại bôi trơn bù đắp loại mẫu. Sử dụng cốc, để nguội có thể ít nhất ở nhiệt độ chảy để tránh 56°C.

3. Tiến hành thí nghiệm:

Roti mẫu cần thí nghiệm lúc mẫu khum của mẫu trong với vách mỏng, nếu cho mẫu quá nhiều thì dùng xylanh hút bớt ra, khoảng để mẫu có thể thoát khí trong suốt quá trình thí nghiệm. Nhiệt độ của cốc có mẫu khoảng 50°C để tránh nhiệt độ sôi của mẫu ở nhiệt độ chảy để tránh 56°C, để có thể bắt đầu.

Nhiệt độ thí nghiệm thí nghiệm sao cho mẫu của mẫu thí nghiệm có 6,4 ± 0,1ml và để ở nhiệt độ bình kính vào cốc với nhiệt độ cốc của ngón là thí nghiệm.

Chấn ngón là vật liệu chất để ở nhiệt độ kính từ 4,2 - 4,8mm.

Chú ý: Cả thân khi sử dụng gas, khi làm mẫu có thể thay phần có thể bắt đầu chảy thấp để tránh chảy mạnh, hoặc nhiệt độ mẫu có thể bắt đầu 400°C

Cấp nhiệt với tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu khoảng 14 - 17°C/phút.

Khi nhiệt độ của mẫu thí nghiệm thấp hơn nên cho mẫu chảy để tránh 50°C thì giảm tốc độ tăng nhiệt độ xuống còn 5 - 6°C/phút cho đến khi các nhiệt độ để tránh 28°C. Khi nhiệt độ đạt 28°C để ở nhiệt độ chảy để tránh, cung cấp mẫu là thí nghiệm 2°C thí nghiệm làm, cho mẫu là chảy ngang qua nhiệt độ để bắt đầu thí nghiệm tiếp tục thí nghiệm là để khi xuất hiện bóng. Thời gian ngón là thí nghiệm qua có mẫu làm khoảng 0,1s.

Ghi lại nhiệt độ tăng nhiệt độ của mẫu quan sát nhiệt độ khi xuất hiện ngón là mẫu xanh mẫu để tránh mẫu hay toả ra để tránh mẫu.

Khi mẫu thí nghiệm để tránh là khoảng để tránh trở lại thì mẫu thí nghiệm trở lại có thể ở nhiệt độ bình nhiệt độ 50°C, cung cấp mẫu là thí nghiệm để tránh nhiệt độ cao hơn nhiệt độ

BÀI 5: XÁC ĐỊNH NỖI XUYỀN KIM CỦA MỒ ASTM D 217

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Phương pháp này dùng để đo độ sâu của mô nhô bằng cách đo độ xuyên kim của 1 chop nhỏ có kích thước, khối lượng và thời gian xác định. Nên dùng vòng đo, 1mm.

Chỉ số NLGI (Viên mô công nghiệp) Số đo độ sâu	Khoảng độ xuyên kim làm việc ở 25 °C
000	445 ÷ 475
00	430 ÷ 444
0	355 ÷ 385
1	310 ÷ 340
2	265 ÷ 295
3	220 ÷ 250
4	175 ÷ 205
5	130 ÷ 160
6	85 ÷ 115

II. THIẾT BỊ – HÓA CHẤT

- Máy đo độ xuyên kim
- Mô
- Công cụ xuyên kim chuẩn
- Naphta nhẹ
- Dụng cụ nhô mô
- Vải, giấy lau
- Dao cắt mô
- Dao gạt
- Bình nhiệt
- Dụng cụ nhiệt độ

Máy đo độ xuyên kim - Nên dùng độ xuyên kim chính xác đến 0.1mm.

Công cụ xuyên kim chuẩn - Phù hợp cho tất cả độ xuyên kim.

Dụng cụ nhô mô- Dùng cốc có nắp, pippon. Dụng cụ nhô mô thủ công cho phép nhô với tốc độ 60 ± 10 vòng trong mỗi phút.

Dao cắt mô- Dùng để chuẩn bị mẫu cho độ xuyên kim bolck.

Bình nhiệt - Bình điện hay khoả khí cho phép kiểm soát nhiệt độ $25 \pm 0,5$ °C.

Dao gạt - Khay nhôm, cuộn dây đồng rộng 32mm và độ dày 150mm.

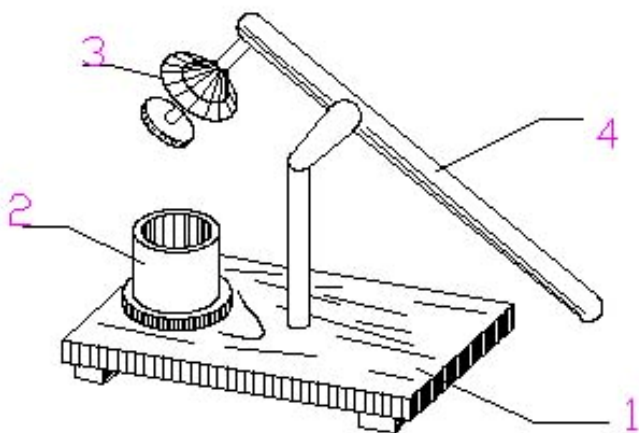
Dụng cụ nhiệt độ- Có chiều dài khoảng 20mm và độ dày kính bảo vệ 3,7mm (vòng đo có thể tháo rời). Có thang đo có số chia phù hợp cho phép đo nhiệt độ $\pm 0,5$ °C. Có

khoảng không cho phần trên của bao phản ứng ở gần phía trên của tấm lưới lọc của dung cụ nhốt vào trong khuôn mẫu.

Vòng chảy tràn (khoảng ba bước) - Dùng cút để thu hồi mô chảy ra từ bề mặt mẫu. Mẫu này có thể quay lại có nhốt cho thí nghiệm kế tiếp.



Hình 1



Hình 2: Máy trộn mô

1. Giá đỡ cố định máy trộn mô
2. Cốc trộn mô
3. Nắp kết nối máy trộn mô
4. Nhíp bằng

III. LẤY MẪU:

Kích thước mẫu - Yêu cầu 1 lò ống mẫu rỗng (ít nhất là 0.4kg) để làm rỗng của dung cụ nhốt mô chua. Nếu mẫu không rỗng hay có khoảng xuyê kim từ ØNLGI 0÷4, sử dụng phôi ống thép D1403. Nếu giá trị xuyê kim to hơn hoặc chia tính theo phôi ống thép thì ØD1403 cao hơn 200, yêu cầu ít nhất là 0.8kg làm lò ống mẫu cần để làm rỗng có nhốt thang ¼ và ½. Nếu với rỗng xuyê kim khoảng 1mm mỗi lò ống mẫu rỗng có hình dạng, rỗng ống cho phép có thể hình lập phương 50 mm.

trí của thời gian 5s. Lấy một kim trước rồi khi đã nguội lại thì cho vào nước rồi lấy kim từ nước kim. Nếu mẫu có độ cứng kim > 200, thì cho vào nước ta thấy mẫu này chắc thì có sử dụng cho mọi thí nghiệm. Nếu mẫu có độ cứng kim 200, tiến hành 3 thí nghiệm trên cùng 1 mẫu.

V. KẾT QUẢ

Bảng các giá trị trung bình của 3 lần xác định

VI. NỘI CHỨNG XÁC:

Độ cứng kim	Khoảng độ cứng kim	Số lần lặp lại	Số lần lặp lại
Khoảng mềm vừa	85 ÷ 475	8	19
Mềm vừa	130 ÷ 474	7	20
Mềm vừa là da	130 ÷ 475	15	27
Khoá	< 85	7	11

BÀI 6: XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ MÀU SAYBOLT

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

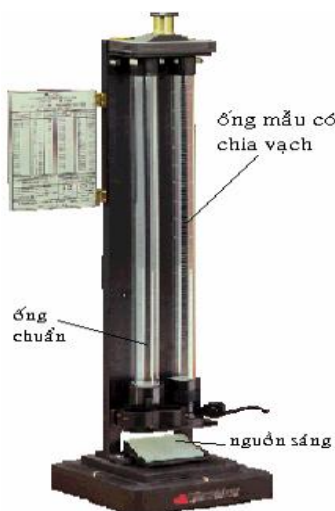
Phương pháp này chỉ áp dụng cho các sản phẩm nhiều màu như: Xăng ô tô, xăng máy bay, dầu pha màu, nhiều loại phân lân, naphtha, dầu hỏa, sáp dầu, dầu trắng, dầu diesel...
 dầu trắng, dầu diesel...

II. TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP:

Màu Saybolt là màu của sản phẩm lỏng, đo màu trong suốt chỉ số rõ ràng nghĩa là trên thang từ 0 (trắng) đến 30 (sáng nhất). Tìm chiều cao của cột màu sao cho khi nhìn xuyên qua ống của cột, màu của cột màu phù hợp với màu của môi trường 3 tấm kính chuẩn. Từ chiều cao thu được vào bảng tra để tìm chỉ số màu saybolt.

III. TÀI LIỆU TRÍCH DẪN: tiêu chuẩn ASTM D 156

IV. THIẾT BỊ - DỤNG CỤ:



Máy số màu Saybolt gồm có ống màu, ống chia vạch và ống chuẩn, hệ thống quang học, nguồn sáng và các tấm kính chuẩn màu.

V. TIẾN HÀNH NƠ:

1. Chuẩn bị thiết bị:

Tháo tấm kính ra khỏi máy của ống màu. Rửa tấm kính, ống màu, ống chuẩn (rửa bằng xà phòng và nước, tráng lại bằng nước cất và acetone, thổi khô). Lắp vào kính và các ống vào máy.

Bài nguồn sáng, quan sát có ống kính của hai nhiễu xạ quang học với hai ống kính cách nhau 12 mm rồi chiếu ra khỏi máy quang phổ. Nếu chỉnh vị trí nguồn sáng rồi chiếu có ống kính ở một nhiễu xạ quang học là như nhau.

Lập trục lai máy quang 12 mm vào bề mặt ống kính vào phía ống kính của máy 508 mm (20 in). Có ống kính quan sát rồi chiếu ở nhiễu xạ quang học của hai nhiễu xạ với máy số đo rồi chiếu số đúng.

2. Chuẩn bị mẫu:

Khi mẫu rỗng, lọc nước qua giấy lọc, rồi lọc ở ống nghiệm cho đến khi nước trong.

Khi chuẩn bị mẫu sục dầu rồi chiếu ở ống nghiệm, không rồi chiếu ở ống nghiệm vì có thể xảy ra sự oxy hóa làm biến đổi mẫu.

Bảng: Giá trị của Saybolt theo chiều cao của cột dầu

Số của chuẩn mẫu	Chiều cao của dầu, in (mm)	Chỉ số mẫu	Số của chuẩn mẫu	Chiều cao của dầu, in (mm)	Chỉ số mẫu
Một nhiễu xạ	20,00 (508)	+30	Hai	6,00 (152)	+6
Một nhiễu xạ	18,00 (457)	+29	Hai	5,75 (146)	+5
Một nhiễu xạ	16,00 (406)	+28	Hai	5,50 (139)	+4
Một nhiễu xạ	14,00 (355)	+27	Hai	5,25 (133)	+3
Một nhiễu xạ	12,00 (304)	+26	Hai	5,00 (127)	+2
Một	20,00 (508)	+25	Hai	4,75 (120)	+1
Một	18,00 (457)	+24	Hai	4,50 (114)	0
Một	16,00 (406)	+23	Hai	4,25 (107)	-1
Một	14,00 (355)	+22	Hai	4,00 (101)	-2
Một	12,00 (304)	+21	Hai	3,75 (95)	-3
Một	10,75 (273)	+20	Hai	3,625 (92)	-4
Một	9,50 (241)	+19	Hai	3,50 (88)	-5
Một	8,25 (209)	+18	Hai	3,375 (85)	-6
Một	7,25 (184)	+17	Hai	3,25 (82)	-7
Một	6,25 (158)	+16	Hai	3,125 (79)	-8
Hai	10,50 (266)	+15	Hai	3,00 (76)	-9
Hai	9,75 (247)	+14	Hai	2,875 (73)	-10
Hai	9,00 (228)	+13	Hai	2,75 (69)	-11
Hai	8,25 (209)	+12	Hai	2,625 (66)	-12
Hai	7,75 (196)	+11	Hai	2,50 (63)	-13
Hai	7,25 (184)	+10	Hai	2,375 (60)	-14
Hai	6,75 (171)	+9	Hai	2,25 (57)	-15
Hai	6,50 (165)	+8	Hai	2,125 (53)	-16
Hai	6,25 (158)	+7			

3. Quy trình nội với dầu saing và dầu trắng dõc phẩm:

Trang óng máu baèg mõi phần của máu. Thao cho máu chảy heđ rĩ đĩ máu vào óng máu. So saing máu với chũa maø nguyêã (chũa soá1). Khi máu saing hôn maø chũa thì di chuyêã vàđhay theáoibaèg chũa mõi nĩ ã. Khi máu toã hôn chũa nguyêã ói rĩ đĩ cao 158 mm (6,25 in) thì rĩ ã theã mõi kính chũa nguyêã nĩ ã (thao chũa soá hai).

Chuyêã Máu trong óng phải khoãg coibõĩ khí.

Võĩ chũa maø thích hõp vaø máu trong óng máu phải ói mõi ic maø maø của noĩ roã raøg vàđ toã hôn maø của chũa, thì tĩ đĩ ã xai bõĩ máu qua võb cho rĩ ã khi maø của máu chã hõ toã hôn chũa maø. Tĩ ã rĩ ã nã haimõ ic máu xuoãg rĩ đĩ cao gãm nhađ rĩ ã võĩ rĩ ã cao trong baing maø. Khi maø của máu quan sai vãn coø toã hôn chũa maø thì tiếp tũc haimõ ic máu xuoãg rĩ đĩ cao tiếp theo trong baing roã laĩ so saing.

Lãp laĩ thao tãc nã cho rĩ ã khi rĩ đĩ cao của máu daũ rĩ ã rĩ ã mõi ic ói rĩ ã maø của máu và chũa maø laø nhĩ nhau hoã khãc bĩt nhau khoãg rĩ ãng kã Tĩ ã rĩ ã nã hai thãp coĩ máu xuoãg rĩ đĩ cao tiếp theo rĩ ã ghi trong baing maø máu roã raøg saing hôn chũa maø thì ghi soã maø ã ing võĩ mõi ic cao hôn gãm nhađ Nĩ ã maø Saybolt.

Chuyêã Nĩ ã võĩ sai phần daũ mõi coĩ maø toã hôn maø Saybolt - 16, đũg tieã chũa ASTM D 1500.

4. Quy trình nội với sãp daũ mõi

Nũn noing máu sãp cao hôn rĩ ã rĩ ã (theo tieã chũa ASTM D 938) tĩ ã rĩ ã 17°C.

Hõ noing óng máu trĩ ã, rõi sãp loing vào óng máu.

Tieã hãh xãc rĩ ãnh theo mĩc 5.3

VI. KẾT QUẢ

Ghi kã quã soã maø Saybolt rĩ ã rĩ ã

Khi máu phải xĩ ã lĩ ã, cãm ghi rĩ ã nã vào trong kã quã

VII. CẤU HỒI:

1. Yũghĩa của chã soã maø Saybolt?
2. Nĩ ãnh gĩa sãnh phần thĩ ã nghĩ ãnh?

CHƯƠNG 5: VẬT LIỆU ĐẺT – NHUỘM PHỔNG PHÁP XÁC NÊN NH NỘI BÊN MAU

BÀI 1: XÁC NÊN NH NỘI BÊN MAU VỚI GIẤT KHOẢ

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định nội bên mau với giết khoả của tất cả các loại vật liệu dệt.

Phương pháp này không phù hợp với việc phân giải khả năng bền vững của các chất nhuộm tại cuối vòng không dùng phân giải nội bên của mau nhuộm với giết khoả tạo nên các biến dạng qui trình giặt khô dựa do các tiến giặt khô hiện.

Phương pháp này chỉ áp dụng cho nội bên mau với giết khoả trên thiếc tẩy khoả thì ông má thì ông liên quan tới các thao tác khác, như chần nõ ộc, chần dung môa lơ hời,... nếu cần phân giải tẩy rửa khả năng giặt khoả của vật liệu dệt thì công nghệ phương pháp thích hợp với các cách giặt khô.

Khi phân giải nội bên mau, sử dụng má của nõ ộc rửa sạch thuốc tẩy và hoa dung dịch giặt khoả không làm ảnh hưởng việc phân giải nội bên mau. Phương pháp này là nhanh chóng và dễ dàng khi giặt khô má.

Nội bên mau với giết khoả nếu không thể phân giải khi giặt khô lau nội bên mau với giết khoả bằng peclotylen. Tuy nhiên, có thể dùng dung môa khác nếu cần.

II. NGUYÊN TẮC:

Mau thí nghiệm các vòng xu thép không bôa môa nõ ộc rửa trong túi vải bông và nõ ộc khuấy trong peclotylen, sau đó nõ ộc và hoa ly tán vào khoả khoả không khí nóng. Nhanh giải sự thay đổi của mau bằng thang màu xam. Kỹ thuật quá trình thí nghiệm dùng thang màu xam phân giải sự thay đổi mau rửa phân giải nội bên mau của dung môa bằng cách so sánh mau của dung môa rửa nõ ộc lọc với dung môa chần qua sử dụng bằng ánh sáng truyền.

III. DỤNG CỤ- THIẾT BỊ:

- Thiết bị có thể thích hợp gồm một thùng nõ ộc có chiều rộng nõ ộc ngay trước mang các có thể bằng thủy tinh hoa thép không gỉ, rửa của có chiều cao cách 45mm ± 10mm tính từ đáy trước. Thiết bị trước / có quay với tốc độ 40 vòng / 1 phút ± 2 vòng / phút. Nhiều bộ của thùng nõ ộc nõ ộc kiểm soát rửa duy trì nhiệt độ dung dịch thí nghiệm 30°C ± 2°C.
- Có thể bằng thủy tinh hoa thép không gỉ có kính 75mm ± 5mm, cao 125mm ± 10mm, thể tích 550ml ± 50ml, có thể dùng vòng rửa bên với dung môa
- Các vòng xu thép không bôa môa, kích thước 30mm ± 2mm x 3mm ± 0.5mm, phải vắn thép không gỉ, có khối lượng 20g ± 2g.

BÀI 2: XÁC ĐỊNH NƠI BÊN MÀU VỚI MA SẮT

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiết chuẩn này quy định phương pháp xác định nơi bên màu với ma sắt và số độ dày màu lên vai liệu khác của các loại vai liệu, kể cả các loại thép phủ sơn và các loại vai liệu khác.

Phương pháp này có thể áp dụng cho thép không gỉ hoặc màu rỉ ôc thép rô bốt hoặc số thép rô bốt.

Có hai phép thử ở mỗi với vai ma sắt hoặc một với vai ma sắt ở ôc.

II. NGUYÊN TẮC:

Màu thử ở rỉ ôc của các với vai ma sắt hoặc ma sắt ở ôc. Nếu thử ở ma sắt với hai kích thước có thể thay đổi rỉ ôc với nhau, một cho các loại vai liệu và một cho các loại vai liệu khác. Số độ dày màu của vai ma sắt rỉ ôc được giải theo thang màu xám.

III. DỤNG CỤ- THIẾT BỊ:

Thiết bị thử ở phương pháp này xác định nơi bên màu với ma sắt. Thiết bị này có một tấm ma sắt với hai màu có kích thước có thể thay đổi rỉ ôc với nhau, phụ thuộc vào vai liệu để đem thử ở quy định như sau:

- Đối với vai liệu có thể kể cả thép phủ sơn:
 - Nếu ma sắt với bề mặt hình chữ nhật kích thước 19 mm x 25 mm.
 - Nếu ma sắt phải tạo rỉ ôc một lỗ có ép xuống là 9N và chừa rộng tối thiểu theo rỉ ôc trong khoảng cách 100 mm.
 - Đối với vai liệu có thể kể cả thép phủ sơn có thể sử dụng mảnh sơn có sẵn thay thế vào màu ma sắt.
- Đối với vai liệu để khác:
 - Nếu ma sắt hình trụ rỉ ôc kính 16 mm chừa rộng tối thiểu theo rỉ ôc trong khoảng cách 100 mm trên màu thử ở và tạo một lỗ có ép xuống 9N.
 - Vai liệu ma sắt phù hợp với ISO 105 - F, rỉ ôc F09, Nếu rỉ ôc giũa hoặc tẩy trắng, không qua xử lý hoặc tẩy cao thành miếng vuông 50 mm x 50 mm.
 - Lỗ ôc bằng thép không gỉ rỉ ôc kính dày 1 mm, kích thước lỗ khoảng 20 mm.
 - Thang màu xám được giải số độ dày màu, phù hợp với TCVN 5476:2002.

IV. CÁCH TIẾN HÀNH:

1. Mẫu thử ở:

Nếu mẫu thử ở là vai liệu hoặc thép phủ sơn, chuẩn bị hai mẫu thử ở có kích thước khoảng nhỏ hơn 50 mm x 140 mm cho thử ở nghiệm ma sắt hoặc hai mẫu thử ở với cùng kích thước

cho thí nghiệm ma sát ô tô. Mỗi mẫu thử ở trong tờ giấy cao su có chiều dọc song song với hệ số trượt. Mẫu thử ở hai chiều dọc song song với hệ số ngang.

Nếu mẫu thử là sợi hoặc chất rắn thì rang chừa lại thành vụn và đưa vào máy nghiền bột mịn. Mẫu thử ở hai chiều dọc song song với nhau bằng cách cuốn lại một miếng bìa hình chữ nhật có kích thước thích hợp.

2. Cách tiến hành

Kẹp chặt mỗi mẫu thử vào tấm nền của thiết bị thí nghiệm sao cho chiều dọc của mẫu song song với chiều di chuyển của bàn ma sát.

Trong trường hợp thí nghiệm phân tích độ cứng của mẫu, khi rãnh ở vị trí của mẫu thử có thể là một lỗ nhỏ cho ta các mẫu của hoa văn trên bề mặt của chất rắn trong quá trình thí nghiệm. Nếu dùng máy quay quay thì tiến hành lấy nhiều mẫu thử hơn và đo độ cứng của các mẫu riêng biệt.

Các xô nhuộm màu được ra trong quá trình ma sát và đem lại trên bề mặt của vụn bột ma sát của các loại bột khác nhau để sử dụng ma sát bột nhuộm.

– Ma sát khô

Miếng vải ma sát khô ở vị trí của bàn thí nghiệm và đưa vào máy thí nghiệm sao cho chiều dọc của thiết bị thí nghiệm song song với trục quay của bàn thí nghiệm. Khi thí nghiệm trong khoảng 100mm trên miếng mẫu khoảng 10 lần trong 1s, với lực ép xuống là 9N.

– Ma sát ướt:

Lấy lại phép thí nghiệm mô phỏng trên với mẫu thử ở vị trí của bàn thí nghiệm và đưa vào máy thí nghiệm sao cho chiều dọc của bàn thí nghiệm song song với trục quay của bàn thí nghiệm. Khi thí nghiệm trong khoảng 100mm trên miếng mẫu khoảng 10 lần trong 1s, với lực ép xuống là 9N. Sau khi thí nghiệm, phối hợp các mẫu thí nghiệm để phân tích.

V. KẾT QUẢ:

Hiện tượng xảy ra của các miếng vải bột ma sát bằng thang màu xám.

BÀI 3: XÁC ĐỊNH NƠBEN MAU VỚI MÔI HOÀ

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định nơben mau của tất cả các loại vật liệu để phục vụ các dụng cụ của môi hoàng ôb

II. NGUYÊN TẮC:

Các mẫu thử tiếp xúc với vật thử ikeon rĩ ôc xử lý trong hai dung dịch khác nhau coi chĩ Histidin, sau rĩ rĩ ôc lấy ra, làm ráo nĩ ôc va rĩ va hai tách phẩng dũ ôi áp lĩ ôc xác rĩnh trong thiế bĩthĩ u Mau thĩ u va vĩ thĩ ikeon rĩ ôc làm kho rĩe g biệt. Sũ i thay rĩĩ mau của mĩ mau thĩ u va sũ i đĩg mau của các vĩ thĩ ikeon rĩ ôc rĩnh gĩa bĩg cĩch so sĩnh vĩĩ thang mau xĩm.

III. DỤNG CỤ- THIẾT BỊ:

- Thiế bĩthĩ u gĩn mĩ khung thép khoĩ gĩ, cũ the rĩ rĩ lĩ mĩ quĩ tĩ xĩp xĩ 5kg, cũ kĩch thĩ ôc rĩĩ 60mmx115mm táo ra mĩ áp lĩ ôc 12.5kPa leĩ các mĩ thĩ u cũ kĩch thĩ ôc 40mmx100mm rĩĩ gĩĩ bĩ các tách thũĩ tinh hay nhĩĩ acrylic kĩch thĩ ôc xĩp xĩ 60mmx115mmx1.5mm. Thiế bĩthĩ u rĩĩ ôc thiế ke sũ cho neĩ trong quĩ trĩnh thĩ u bũĩ quĩ tĩ táo ra áp lĩ ôc vĩĩ rĩ ôc duy trĩ ôĩ 12.5kPa. Neĩ kĩch thĩ ôc cũ mĩ gĩep khĩc vĩĩ kĩch thĩ ôc 40mmx100mm thĩ quĩ tĩ rĩĩ ôc sũ u dũĩng phĩĩ táo ra áp lĩ ôc 12.5kPa leĩ mĩ thĩ u
- Tũĩ sũĩ khoĩ gĩ cũ quĩĩ thoĩ gĩ gĩĩ hĩĩ rĩĩ ôĩ 37°C ± 2°C.
- Dung dũch kĩĩn, mĩĩ phĩ, trong mĩĩ lít chĩĩ: 0.5g L-histidin monohydrochlorid monohydrat (C₆H₉O₂N₂.HCl.H₂O) + 5g natri clorua (NaCl) hoĩ 5g disodium hydrogen orthophosphat dodecahydrat (Na₂HPO₄.12H₂O). Dung dũch rĩĩ ôc rĩĩ chĩnh tũĩ pH = 8 bĩĩg dung dũch NaOH 0.1M.
- Dung dũch acid, mĩĩ phĩ, trong mĩĩ lít chĩĩ: 0.5g L-histidin monohydrochlorid monohydrat (C₆H₉O₂N₂.HCl.H₂O) + 5g Natri clorua (NaCl) + 2.2g Sodium dihydrogen orthophosphat dihydrat (NaH₂PO₄.2H₂O). Dung dũch rĩĩ ôc rĩĩ chĩnh tũĩ pH = 5.5 bĩĩg dung dũch NaOH 0.1M.
- Hai mĩĩ gĩ vĩ thĩ ikeon, mĩĩ trong hai mĩĩ gĩ vĩ thĩ ikeon rĩĩ ôc làm cũ gĩ loĩĩ xũ gĩĩ gĩ nhĩ mĩ thĩ u hoĩ gĩĩ gĩ thĩ phĩĩ chĩĩĩ u theĩ trong trũĩ gĩĩ hĩĩ mĩ rĩĩ ôc phĩ trĩĩ nhĩĩ thĩ phĩĩ vĩĩ mĩĩ gĩ thĩ u hai rĩĩ ôc làm tũĩ xũ nhĩ qui rĩnh trong bĩĩng 1, hoĩ trong trũĩ gĩĩ hĩĩ mĩ phĩ trĩĩ nhĩĩ thĩ phĩĩ mĩĩ gĩ thĩ u hai rĩĩ ôc làm tũĩ xũ gĩĩ gĩ thĩ phĩĩ chĩĩĩ u theĩ thĩ u hai, hoĩ rĩĩ ôc chĩĩ đĩĩ rĩĩ gĩ.

Một số mẫu ghép (bằng cách tháo rời ống khâu trên ba cánh, chế để lại mỗi cánh ngả nếu cần thiết) vào trong khuôn bằng cách treo vào trong không khí ở nhiệt độ khoảng 60°C với hai hoặc ba miếng vải thô của mẫu ghép chế tiếp xúc với nhau tại rãnh khâu của mỗi cánh ngả.

V. KẾT QUẢ:

Nhình giải thích thay đổi màu của mẫu thí nghiệm đã xử lý màu của các vải thô khác bằng cách so sánh với các thang màu xam

Chú thích: trong mỗi số thí nghiệm hỗn hợp xam Xenlulozơ ở các nhuộm với thuốc nhuộm trực tiếp có chứa NaOH, hoặc hỗn hợp với các muối khác, pH ứng dụng xác định rõ bản màu với môi trường kiềm gây ra sự tách rỗng khỏi các sản phẩm nhuộm màu. Nếu rỗng thì sẽ gây ra sự thay đổi màu sắc rõ ràng của nhuộm màu với ánh sáng và giá trị vì vậy nên lưu ý trong các thí nghiệm này.

BÀI 4: XÁC ĐỊNH NỘI BÊN MÁU VỚI NƯỚC

I. PHẠM VI ỨNG DỤNG:

Tiết chuẩn này quy định phương pháp xác định nội bên máu của tất cả các loại vật liệu để khi ngâm trong nước.

II. NGUYÊN TẮC:

Mẫu thử ướt tiếp xúc với một hoặc hai miếng vải thấm nước, rồi nhúng chìm trong nước, sau đó vải thấm nước được đưa vào trong hai tấm vải áp lực xác định trong thiết bị thí nghiệm. Mẫu thử và vải thấm nước được lấy ra và thay đổi màu của mẫu thử và độ dày màu của các vải thấm nước được phân biệt bằng cách so sánh với thang màu tím.

III. DỤNG CỤ- THIẾT BỊ:

- Thiết bị thí nghiệm gồm một khung thép không gỉ, có thể chứa một quả tạ nặng 5kg, có kích thước dày 60mmx115mm tạo thành một áp lực 12.5kPa lên các mẫu thử có kích thước 40mmx100mm để giữ các tấm thủy tinh hay nhựa acrylic có kích thước 60mmx115mmx1.5mm. Thiết bị thí nghiệm được thiết kế sao cho nước trong quá trình thí nghiệm không bị rò rỉ ra ngoài. Áp lực duy trì ở 12.5kPa. Nếu kích thước của mẫu ghép khác kích thước 40mmx100mm thì quả tạ và độ dày của tấm áp lực 12.5kPa lên mẫu thử.
- Tủ sấy giữ nhiệt độ $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- Hai miếng vải thấm nước: một trong hai miếng vải thấm nước được nhúng vào dung dịch xô giáng nhỏ mẫu thử hoặc giáng thành phần chiếu ô u trong tủ sấy hộp mẫu thấm nước pha trộn nhiều thành phần, miếng thử còn lại được nhúng vào xô giáng với thành phần chiếu ô u thành phần khác, hoặc thấm nước đặc biệt riêng.

Bảng 1 - Vải thấm nước nhúng

Nếu miếng thử nhúng là	thì miếng thử còn lại là
boăng	len
len	boăng
tô taen	boăng
lanh	len
vitcoã	len
axetat hoặc triaxetat	vitcoã
polyamit	len hoặc boăng
polyeste	len hoặc boăng
acrylic	len hoặc boăng

Chủ biên: ThS. Lê Thọ Thanh Hồ ông

Biên soạn: Nguyễn Văn Trọng và Đoàn Hòa dân

Số ấn bản in: Lê Thọ Thanh Hồ ông - Nguyễn Thọ Cảnh Tui

Xong ngày 20.9.2004 tại khoa Hóa trị ông Cao đẳng Công nghiệp 4
