TCVN TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7277 : 2003
GS 1/2/3 – 1 : 1994

XÁC ĐỊNH ĐỘ POL CỦA ĐƯỜNG THÔ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐỘ PHÂN CỰC – PHƯƠNG PHÁP CHÍNH THỨC

The determination of the polarisation of raw sugar by polarimetry – Official

HÀ NỘI – 2003

Lời nói đầu

TCVN 7277 : 2003 hoàn toàn tương đương với GS1/2/3 – 1 : 1994:

TCVN 7277 : 2003 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/SC 3 *Đường* biên soạn. Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị. Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Xác định độ pol của đường thô bằng phương pháp đo độ phân cực – Phương pháp chính thức

The determination of the polarisation of raw sugar by polarimetry – Official

1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng được cho tất cả các loại đường thô, đường trắng, đường đặc biệt có yêu cầu làm sạch.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này đo độ quay cực của dung dịch chuẩn của đường thô, có thể được sử dụng làm cơ sở các hợp đồng mua bán đường. Độ pol được biểu thị bằng ^{0}Z theo thang đường quốc tế.

3 Định nghĩa

3.1 Dung dịch đường chuẩn (The normal sugar solution): là 26,0160 g đường sacaroza tinh khiết được cân trong chân không và hoà tan trong nước tinh khiết ở 20,00 ^{0}C đến thể tích cuối cùng là 100,000 ml. Dung dịch này tương ứng với 26,000 g được cân trong không khí và hoà tan trong nước tinh khiết ở 20,00 ^{0}C đến thể tích cuối cùng là 100,00 ml.

3.2 Cơ sở của điểm 100 ^{0}Z theo thang đường quốc tế (The basis of the 100 ^{0}Z point of the international sugar scale): là sự quay cực của dung dịch chuẩn của đường sacaroza tinh khiết ở bước sóng xanh lá cây của đồng vị thuỷ ngân ^{198}Hg (bước sóng 546,2271 nm trong chân không). ở 20,00 ^{0}C trong ống phân cực 200,000 mm. Góc quay cực khi đo ở bước sóng này bằng 40,777 ^{0} ± 0,001 ^{0}, khi đo ở ánh sáng natri màu vàng đã lọc (bước sóng 589,4400 nm trong chân không), 100 ^{0}Z tương ứng với góc 34,626 ^{0} ± 0,001 ^{0}. Đối với lăng kính thạch anh hoạt động hiệu quả ở bước sóng 587,0000 nm, thì 100 ^{0}Z tương ứng với góc quay 34,934 ^{0} ± 0,001 ^{0}.

4 Nguyên tắc

Sự quay cực là tổng đại số các hiệu ứng chủ yếu của hàm lượng đường sacaroza có trong mẫu, bị chuyển đổi do có mặt các chất hoạt động quang học khác và do qui trình làm sạch.

Đây là một phép phân tích vật lý bao gồm ba bước cơ bản sau:

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn của đường thô trong nước, kể cả việc làm trong bằng cách bổ sung dung dịch chì axetat kiềm tính;
- Làm sạch dung dịch bằng phương pháp lọc; và
- Xác định độ pol bằng cách đo độ quay cực của dung dịch đã được làm sạch.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO VÀ YÊU CẦU VỀ AN TOÀN

Người sử dụng phương pháp này nên tham khảo các văn bản pháp qui về đảm bảo sức khoẻ và an toàn của quốc gia trước khi sử dụng chì axetat kiềm tính và danh mục các thuốc thử nêu trong phụ lục B.

5.1 **Chì axetat kiềm tính,** phù hợp với qui định của ICUMSA trong phụ lục A và được nghiền nhỏ để lot qua sàng cỡ lỗ 0,42 mm.

5.2 **Dung dịch chì axetat kiềm tính:** Hoà tan 560 gam chì axetat kiềm tính trong khoảng 1 lít nước cất. Đun sôi trong khoảng 30 phút và để lắng. Gạn dịch lỏng nổi phía trên và pha loãng đến tỷ trọng 1,24 g/ml hoặc hàm lượng chì tổng số 24,4 g PbO/100 ml với nước cất vừa mới đun sôi. Kiểm tra hàm lượng chì tổng số bằng cách đo tỷ trọng chính xác hoặc xác định chì tổng số bằng phương pháp chuẩn độ như mô tả trong phụ lục B. Chì tổng số yêu cầu có tỷ trọng, ρ_{20}, 1,24 g/ml ± 0,01 hoặc hàm lượng chì tổng số là 24,4 g PbO/100 ml ± 1,0. Hàm lượng chì kiềm tính phải nằm trong khoảng từ 9,5 g PbO/100 ml đến 10,5 g PbO/100 ml. Nếu lượng chì kiềm tính vượt qua ngoài phạm vi này thì điều chỉnh thuốc thử bằng cách cho thêm axit axetic băng. Sau khi điều chỉnh, xác định lại cả hàm lượng chì tổng số và hàm lượng chì kiềm tính.

Giữ dung dịch trong bình có nút đậy kín để tránh tiếp xúc với cacbon dioxit trong không khí. Cho khí nitơ vào đầy bình trước khi đóng lại.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 **Cân phân tích,** có thể đọc được đến 1 mg.

6.2 Bình chuyên dụng 100 ml, phù hợp với qui định của ICUMSA. Bình có dung tích danh nghĩa là 100 ml với dung sai ± 0,02 ml.

Khi không có sẵn bình loại này, thì sử dụng bình theo ICUMSA và thực hiện "việc hiệu chỉnh bình". "Thể tích thực của bình - 100,00 ml" được hiểu là "thể tích hiệu chỉnh bình", cần được khắc rõ ràng trên bầu của bình hoặc được ghi riêng theo mã số của bình. Khi sử dụng các bình đã "hiệu chỉnh", cần hiệu chỉnh số đọc độ pol bằng cách bổ sung hệ số "hiệu chỉnh bình". Giá trị của hệ số "hiệu chỉnh bình" có thể là âm hay dương, vì vậy phải sử dụng chính xác dấu.

6.3 Thiết bị phân phối tự động chì axetat: Để tránh tiếp xúc với CO_2 trong không khí, lắp một ống có chứa hỗn hợp canxi hydroxit và natri hydroxit, hoặc chất tương đương vào đường dẫn không khí của thiết bị pha chế.

6.4 Thiết bị lọc: Dùng phễu không cuống làm bằng vật liệu chống ăn mòn để lọc các dung dịch được chuẩn bị để xác định độ pol. Lắp phễu vào bình thuỷ tinh chứa nước lọc hoặc các cốc có mỏ sao cho chỉ không bị bắn ra ngoài và đậy phễu bằng miếng giấy nhỏ để giảm thiểu sự bay hơi. Sử dụng loại giấy lọc phù hợp với việc đo độ pol của đường thô, ví dụ dùng giấy lọc Whatman số 91 đường kính 15 cm với độ ẩm trong khoảng từ 6 % đến 8 %, được xác định bằng cách sấy trong 3 giờ ở 100 ^{0}C.

6.5 Máy đo độ phân cực, được hiệu chuẩn theo độ đường (^{0}Z) ở 20,00 ^{0} C.

6.6 Ống phân cực và kính đậy, phù hợp với qui định của ICUMSA. Dung sai của chiều dài ống phù hợp với loại A hoặc loại B, chiều dài thực của ống được hiệu chỉnh theo qui định cho loại A thì phải được khắc rõ ràng vào ống. Việc hiệu chỉnh chiều dài của ống bằng chiều dài danh nghĩa được chia cho độ dài thực và sau đó được áp dụng như hệ số nhân đối với tất cả các số đọc độ pol.

6.7 Lăng kính thạch anh, đã được chứng nhận bởi cơ quan có thẩm quyền công nhận như Physikalisch-Technische Budesanstalt (Braunschweig, Đức), hoặc lăng kính đã được hiệu chuẩn theo lăng kính đã được chứng nhận.

6.8 Nồi cách thuỷ, duy trì được nhiệt độ 20 ^{0}C ± 0,5 ^{0}C.

6.9 Nhiệt kế, có thể đọc được đến 0,1 ^{0}C trong dải nhiệt từ 0 ^{0}C đến 50 ^{0}C.

7 Lấy mẫu

Khi mẫu được đưa đến phòng thử nghiệm, trước khi mở cần kiểm tra mẫu xem:

- Đường có bị ảnh hưởng bởi sự thay đổi nhiệt độ giữa thời gian bao gói và thời gian đưa đến phòng thử nghiệm không;

- Túi mẫu có bị hỏng hoặc bị rách không.

Nếu kết quả kiểm tra phát hiện thấy đường nhận được từ phòng thử nghiệm có thể khác với đường khi bao gói, thì phải thông báo cho người hoặc tổ chức đề nghị phân tích cho dù mẫu có được tiến hành phân tích hay không phân tích.

Nếu có thể thực hiện được thì nên giữ độ ẩm tương đối trong phòng thử nghiệm khi mở bao gói mẫu ở khoảng 65 % đến 70 %.

Tránh trộn lại mẫu, nếu có thể. Nếu cần phải trộn lại, thì việc xác định lượng hao hụt khi sấy cần được ghi lại cùng với độ pol.

Nếu đường đã được trộn lâu và có lý do để nghi ngờ rằng vật chứa mẫu không kín, thì loại bỏ ngay 1 cm đến 2 cm mẫu phía trên vật chứa trước khi cân.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị và làm trong dung dịch mẫu: Cân chính xác 26,000 g ± 0,002 g đường càng nhanh càng tốt. Chuyển đường vào bình định mức 100 ml cùng với nước cất đến thể tích không quá 70 ml và hoà tan hết bằng cách khuấy bằng tay hoặc dùng máy khuấy. Thêm nước cất đến thể tích từ 60 ml đến 70 ml, nếu cần. Thêm dung dịch chì axetat kiềm tính theo độ pol dự kiến của đường thô: dưới 99,3 °Z thì thêm 1,00 ml ± 0,05 ml, và trên 99,3 °Z thì thêm 0,50 ml ± 0,05 ml. Thêm dung dịch chì bằng thiết bị pha chế tự động.

Trộn đều dung dịch bằng cách khuấy nhẹ, ở cùng tốc độ và thêm nước cất cho đầy bầu của bình. Để yên trong vòng ít nhất là 10 phút ở nhiệt độ phòng, tốt nhất là để ở nhiệt độ được khống chế ở 20 °C ± 1 °C.

Cho thêm nước cất thấp hơn vạch khoảng 2 mm, đảm bảo tráng sạch cổ bình. Chú ý không để cho bọt khí lọt vào bình, nếu cần, khử bọt trên mặt cong của chất lỏng bằng cồn hoặc ete bay hơi. Dùng cuộn giấy lọc sạch để lau khô mặt trong cổ bình trong khu vực cách vạch mức khoảng vài mm. Khi nhìn rõ mặt cong, giữ bình thẳng bằng cách cầm ở phần trên cổ bình, để vạch ở ngang tầm mắt và quay ra phía ánh sáng. Thêm từng giọt nước cất, tốt nhất là dùng xilanh, cho đến khi đáy của mặt cong vừa trùng với vạch hiệu chuẩn. Nếu có lẫn bã hoặc các hạt nhỏ thì gõ nhẹ ở cạnh cổ bình sao cho có thể nhìn thấy đúng vị trí của mặt cong chất lỏng.

Lau khô phía trong cổ bình, đậy kín bình bằng nắp khô, sạch và lắc kỹ. Cho nhiệt kế sạch, khô vào bình và ghi nhiệt độ, t_m , chính xác đến 0,1 °C. Giữ phần trên cổ bình trong suốt quá trình đo.

8.2 Lọc dung dịch: Để dung dịch đứng yên ít nhất 5 phút cho cặn lắng xuống. Sau đó lọc dung dịch qua giấy lọc đơn bằng thiết bị mô tả trong 6.4. Loại bỏ 10 ml dịch lọc đầu tiên và thu lấy thể tích vừa đủ

để đo độ pol, thông thường từ 50 ml đến 60 ml. Đậy phễu lọc trong suốt quá trình lọc bằng miếng giấy nhỏ để giảm thiểu sự bay hơi cũng như giữ cho bộ lọc không bị ảnh hưởng của gió và ánh nắng trực tiếp. Không được bổ sung thêm dung dịch vào phễu lọc và cũng không đổ nước lọc trở lại phễu lọc.

8.3 Xác định độ pol. Tráng kỹ ống pol ít nhất 2 lần bằng dung dịch được sử dụng và đổ đầy dung dịch vào ống sao cho không có bọt khí bên trong. Vặn nắp kín để tránh bị hở. Vặn quá chặt có thể làm căng vật liệu là thuỷ tinh của nắp và làm méo mặt phẳng ánh sáng phân cực. Cầm ống càng ít càng tốt để tránh làm nóng ống.

Đặt ống vào máy đo độ phân cực. Đối với máy đo độ phân cực quan sát được, đọc bốn lần chính xác đến 0.05 ^{0}Z hoặc chính xác hơn. Quay ống khoảng 45^{0} (quanh trục đối xứng của ống) giữa mỗi lần đọc. Đối với một vài kiểu ống, tất nhiên có thể không xoay được theo phương của ống. Phải đảm bảo rằng nắp thiết bị được đậy kín khi cân và đọc. Các số đọc được lấy trung bình chính xác đến 0,01 ^{0}Z.

Đo nhiệt độ của dung dịch trong ống, t_r, càng sớm càng tốt sau khi đọc máy đo độ phân cực và ghi lại chính xác đến 0.1 ^{0}C.

8.4 Chuẩn hoá máy đo độ phân cực và hiệu chỉnh nhiệt độ. Chuẩn hoá việc đọc máy đo độ phân cực bằng lăng kính thạch anh đã được chứng nhận với giá trị danh nghĩa khoảng 95 ^{0}Z đến 101 ^{0}Z. Theo phương pháp chuẩn hoá và việc áp dụng hệ số hiệu chỉnh nhiệt độ đối với các số đọc không khí, các số đọc nước và lăng kính thạch anh được sử dụng cùng với nhiệt độ của lăng kính thạch anh và máy đo độ phân cực. Các số đọc này được thực hiện giống như đối với ống máy đo độ phân cực với độ chính xác 0,01 ^{0}Z.

Có hai phương pháp được khuyến cáo cho việc tiến hành chuẩn hoá máy đo độ phân cực và tính độ pol của dung dịch thử được hiệu chỉnh về 20 ^{0}C. Phương pháp 1 yêu cầu đối với mỗi loạt dung dịch thử, thực hiện đồng thời việc chuẩn hoá lăng kính thạch anh. Qui trình này giả định rằng máy đo độ phân cực vận hành ở một nhiệt độ không đổi nhưng không đo nhiệt độ của thiết bị. Phương pháp 2 yêu cầu tiến hành đọc lăng kính thạch anh định kỳ nhưng không cần thiết phải tiến hành cùng thời gian với dung dịch thử. Chuẩn hoá máy đo độ phân cực được thực hiện bằng cách áp dụng việc hiệu chỉnh thang đo theo qui trình này. Vì phương pháp 1 có thể áp dụng rộng rãi hơn nên được trình bày ngay dưới đây, còn phương pháp 2 nêu trong phụ lục C.

Phương pháp 1

Ghi lại các số đọc sau:

1 Máy đo độ phân cực ở giá trị zero, có nghĩa là số đọc của không khí là P_a.

2 Số đọc của lăng kính thạch anh, Q_{tq} ở nhiệt độ t_q , trong đó t_q là nhiệt độ của lăng kính thạch anh ở thời điểm đọc.

3 Số đọc của ống đo độ phân cực chứa đầy nước, P_w.

4 Số đọc của dung dịch thử, P_{tr} ở nhiệt độ t_r.

5 Nhiệt độ khi định mức đến vạch, đã được ghi lại trước đó.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán: Lấy các kết quả từ 8.3 và 8.4, tính độ pol được hiệu chỉnh về 20 ^{0}C, P_{20}, bằng cách áp dụng việc hiệu chỉnh sau đây đối với độ pol quan sát được P_{tr}:

- Sử dụng nước hiệu chỉnh giá trị zero

  Trừ P_w

- Hiệu chỉnh nhiệt độ khi đọc, t_r, cộng c x P_{tr} x (t_r -20) - 0,004 x R x (t_r - 20)

  trong đó

  c là hệ số ở bảng 1;

  R là đường khử trong mẫu, tính bằng %.

- Hiệu chỉnh nhiệt độ khi định mức đến vạch, t_m, trừ f x P_{tr} x (t_m - 20)

  trong đó: f là hệ số ở bảng 1.

Bảng 1 - Bảng hệ số dùng cho việc hiệu chỉnh nhiệt độ độ pol - Phương pháp 1 và 2

Vật liệu chế tạo		Hệ số	
Ống	Bình	C	f
BS	BS	0,000467	0,000270
N	BS	0,000462	0,000270
St	BS	0,000455	0,000270
BS	N	0,000467	0,000255
N	N	0,000462	0,000255
St	N	0,000455	0,000255

BS = Thuỷ tinh borosilicat, ví dụ Duran, Pyrex

N = Thuỷ tinh thường, ví dụ: cửa kính

St = thép, ví dụ thép không gỉ, V2A

- Kết hợp hiệu chỉnh thang đo và hiệu chỉnh nhiệt độ thiết bị

Trừ $Q_{tq} - Q_{20} - P_a - 0{,}000144 \times Q_{20} \times (t_q - 20)$

trong đó: Q_{20} là giá trị của lăng kính thạch đã được chứng nhận ở 20 ^{0}C.

Vì vậy

$$P_{20} = P_{tr} - P_w + \text{hiệu chỉnh } t_r - \text{hiệu chỉnh } t_m - \text{hiệu chỉnh thang đo và thiết bị } t.$$

Biểu thị các kết quả đến hai chữ số thập phân theo thang đo ^{0}Z. Chỉ ra trong kết quả các giá trị hiệu chỉnh đã được áp dụng cho kết quả quan sát được không hiệu chỉnh (ví dụ: đã hiệu chỉnh cho thiết bị chuẩn hoá tới nhiệt độ 20 ^{0}C).

9.2 Độ chụm: Chênh lệch tuyệt đối giữa 2 kết quả thu được trong các điều kiện lặp lại không được lớn hơn 0.10 ^{0}Z.

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được trong các điều kiện tái lập không được lớn hơn 0,25 ^{0}Z.

Chu thích – Cho dù độ chênh lệch tuyệt đối cho phép là 0,25 ^{0}Z. cũng cần lưu ý rằng các hợp đồng giữa người mua và người ban đường thô có thể đưa ra giới hạn chênh lệch đến 0.15 ^{0}Z. Chênh lệch này thu được từ nghiên cứu cộng tác giữa 6 chuyên gia thử nghiệm do M R Player tổ chức.

Phụ lục A

(Qui định)

Yêu cầu kỹ thuật đối với chì axetat kiềm tính

Chì kiềm tính (PbO)	Không nhỏ hơn 33 %
Hao hụt khi sấy ở 105 ^{0}C	không lớn hơn 1.5 %
Chất không tan trong axit axetic loãng	không lớn hơn 0,02 %
Chất không tan trong nước	không lớn hơn 1.0 %
Clorua (Cl)	không lớn hơn 0,003 %
Nitrat và nitrit (tính theo NO_3)	không lớn hơn 0,003 %
Đồng (Cu)	không lớn hơn 0,002 %
Các chất không bị kết tủa bởi H_2S (tính theo SO_4)	không lớn hơn 0,30 %
Sắt (Fe)	không lớn hơn 0,002 %

Phụ lục B

(Qui định)

Xác định chì trong dung dịch chì axetat kiềm tính

B.1 Xác định chì tổng số

B.1.1 Nguyên tắc

Chì được chuẩn độ định lượng bằng EDTA với sự có mặt của hexametylen tetramin được bổ sung làm chất đệm để giữ pH trên 5,6. Điểm kết thúc được nhận thấy bằng sự thay đổi rõ màu của chất chỉ thị kim loại từ mầu da cam xylen sang xanh metylen.

B.1.2 Thuốc thử

Nước cất có thể được thay bằng nước đã khử ion. Thuốc thử nên được pha chế từ nước cất đun sôi, sau đó được làm lạnh để loại bỏ cacbon dioxit. Sử dụng thuốc thử loại phân tích trừ khi có qui định khác hoặc không có sẵn, ví dụ chất chỉ thị.

B.1.2.1 Dung dịch chì tiêu chuẩn 0,05 mol/l. Cân 3,312 g chì nitrat đã được sấy khô trước trong 2 giờ ở nhiệt độ 103 ^{0}C đến 105 ^{0}C và chuyển sang bình định mức 200 ml cùng với nước cất. Hoà tan và thêm nước cất đến vạch.

B.1.2.2 Dung dịch EDTA, khoảng 0,05 mol/l. Cân 18,6 g EDTA (muối dinatri) và chuyển sang bình định mức 1 lít cùng với nước cất. Hoà tan và thêm nước cất đến vạch.

B.1.2.3 Dung dịch hexametylen - tetramin (HMTA) khoảng 1 mol/l. Cân 140 g HMTA và chuyển sang bình định mức 1 lít cùng với nước cất. Hòa tan và thêm nước cất đến vạch.

B.1.2.4 Chỉ thị kim loại da cam xylen rắn, 1 % m/m. Cân 0,10 g da cam xylenol và 9,90 g kali nitrat. Nghiền cả hai chất bằng cối và chày. Giữ trong lọ có nút đậy kín.

B.1.2.5 Dung dịch chỉ thị xanh metylen, 0,2 g/l. Cân 40 mg xanh metylen, hoà tan trong nước cất và thêm nước đến 200 ml.

B.1.2.6 Dung dịch axit, khoảng 1 mol/l. Sử dụng axit axetic hoặc axit nitric và nước cất.

B.1.3 Cách tiến hành

B.1.3.1 Chuẩn bị mẫu: Lọc dung dịch chì axetat kiềm tính (5.2) đã được lọc qua giấy lọc chậm. Dùng pipet lấy 10 ml cho vào bình định mức 200 ml chứa vừa đủ dung dịch axit 1 mol/l để đảm bảo dung dịch cuối cùng được trong. Cho thêm nước cất và nếu cần, thêm axit nhiều hơn để làm trong dung dịch, sau đó thêm nước cất đến vạch. Ghi lại tổng thể tích axit đã dùng, V_a.

B.1.3.2 Chuẩn độ: Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch chì ướt loãng đã được chuẩn bị ở 3.1 cho vào bình nón 250 ml. Dùng ống đong thêm 20 ml dung dịch HMTA sau đó thêm khoảng 100 mg chất chỉ thị da cam xylenol rắn và 4 giọt dung dịch xanh metylen.

Chuẩn độ hỗn hợp trên bằng dung dịch EDTA 0,05 mol/l cho đến khi màu đỏ tía của chất chỉ thị chuyển sang màu xám nhạt và sau đó chuyển hẳn sang màu xanh lá cây. Trong quá trình chuẩn độ, xuất hiện chất kết tủa màu trắng nhưng bị hoà tan hoàn toàn trước khi đạt đến điểm kết thúc. Điểm kết thúc tương ứng với khi bắt đầu xuất hiện màu xanh lá cây. Thể tích của dung dịch EDTA là V_1.

B.1.3.3 Chuẩn hoá dung dịch EDTA 0,05 mol/l: Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch chì tiêu chuẩn 0,05 mol/l cho vào bình nón và chuẩn độ như trong 3.2. Thể tích dung dịch EDTA đã sử dụng là V_2.

B.1.4 Tính kết quả

$$\text{Chì tổng số (g PbO/100 ml)} = 22{,}32\,\frac{V_1}{V_2}$$

B.2 Xác định chì kiềm tính

B.2.1 Nguyên tắc

Chì tổng số xác định phức tạp hơn do đã thêm vào một lượng EDTA trước đó đã được xác định bằng chuẩn độ chì tổng số. Axit được giải phóng sau khi được chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit với sự có mặt chất chỉ thị pH.

B.2.2 Thuốc thử

Như đã nêu ở điều 2 của phương pháp trên, việc sử dụng nước cất là cần thiết. Sử dụng các thuốc thử loại phân tích trừ khi có chỉ định khác hoặc không sẵn có, ví dụ như các chất chỉ thị. Ngoài những thuốc thử theo như yêu cầu để xác định chì tổng số (xem 2.1 - 2.6 ở phương pháp nêu trên, yêu cầu có thêm các thuốc thử sau:

B.2.2.1 Dung dịch natri hydroxit, khoảng 0,1 mol/l

B.2.2.2 Dung dịch chất chỉ thị hỗn hợp, pH= 7,4: Hoà tan 100 mg muối natri của xanh bromothymol trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml và gọi là dung dịch A. Hoà tan 100 g muối natri của đỏ phenol trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml và gọi là dung dịch B. Trộn dung dịch A và dung dịch B với thể tích bằng nhau.

B.2.3 Cách tiến hành

B.2.3.1 Chuẩn bị mẫu. Chuẩn bị dung dịch mẫu như ở phép xác định chì tổng số (xem 3.1), ghi thể tích axit 1 mol/l cho thêm vào, V_a.

B.2.3.2 Chuẩn độ: Trước tiên xác định chì tổng số bằng cách chuẩn độ 20 ml dung dịch đã chuẩn bị bằng EDTA 0,05 mol/l như trong 3.2 của phương pháp 1. Thể tích của dung dịch EDTA sử dụng là V_1.

Tiếp tục chuẩn độ bằng cách dùng pipet lấy 20 ml dung dịch đã chuẩn bị cho vào bình nón 250 ml và cho thêm một lượng dung dịch EDTA 0,05 mol/l bằng thể tích dung dịch yêu cầu dùng để chuẩn độ lần trước (V_1), sau đó thêm vài giọt dung dịch chỉ thị hỗn hợp, và chuẩn độ hỗn hợp bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l.

Điểm kết thúc khi dung dịch chuyển từ màu xanh lá cây sang màu xám nhạt đến màu đỏ tía nhạt (pH = 7,4) và sau cuối cùng sang màu đỏ thẫm (pH = 7,6). Điểm cuối khi dung dịch bắt đầu có màu đỏ tía nhạt. Thể tích dung dịch natri hydroxit sử dụng là V_3.

B.2.3.3 Chuẩn hoá dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l: Chuẩn độ 20 ml dung dịch chì nitrat 0,05 mol/l theo qui trình trong 3.2 sau khi thêm V_2 ml dung dịch EDTA 0,05 mol/l. Thể tích của dung dịch natri hydroxit sử dụng là V_4.

B.2.3.4 Chuẩn hoá dung dịch axit 1 mol/l: Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch axit 1 mol/l sử dụng trong 3.1 cho vào bình định mức 200 ml và thêm nước cất đến vạch. Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch pha loãng này cho vào bình nón 250 ml và thêm vài giọt dung dịch chất chỉ thị hỗn hợp. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l. Thể tích của dung dịch natri hydroxit sử dụng là V_5.

B.2.4 Tính kết quả

Hàm lượng chì kiềm tính (g PbO/100 ml) = $22{,}32 \times (\frac{V_1}{V_2} - \frac{V_3}{V_4} + \frac{V_a}{V_4} \times \frac{V_5}{20})$

Phụ lục C

(Qui định)

Phương pháp 2 để chuẩn hoá máy đo độ phân cực đường và áp dụng hiệu chỉnh nhiệt độ

Phương pháp này yêu cầu tiến hành đọc lăng kính thạch anh theo chu kỳ nhưng không cần thiết đọc cùng thời gian với dung dịch thử. Chuẩn hoá máy đo độ phân cực đạt được bằng việc áp dụng hiệu chỉnh thang đo theo qui trình này.

Lấy các số đọc sau và ghi lại:

- Các số đọc của lăng kính thạch anh đo khi đo ở thời điểm định kỳ

  1 Máy đo độ phân cực ở giá trị zero, có nghĩa là số đọc của không khí, P_a.

  2 Số đọc của lăng kính thạch anh, Q_{tq} , ở nhiệt độ t_q của lăng kính thạch anh ở thời điểm đọc.

  3 Nhiệt độ của máy đo độ phân cực, t_p, nếu là loại qui định hệ số nhiệt độ, thí dụ như lăng kính thạch anh.

- Các số đo ghi tại thời điểm đọc các dung dịch thử.

  4 Số đọc của ống phân cực chứa đầy nước P_w.

  5 Số đọc của dung dịch thử, P_{tr} ở nhiệt độ t_r.

  6 Nhiệt độ của máy đo độ phân cực, t_p , nếu là loại qui định hệ số nhiệt độ.

Ghi lại nhiệt độ khi định mức đến vạch, t_m.

Trước khi độ pol được hiệu chỉnh về nhiệt độ 20 ^{0}C có thể tính được, xác định sai số thang đo từ số liệu chuẩn hoá của lăng kính thạch anh. Sai số thang đo xác định được thường được ghi lại trong sổ tay dành riêng cho mục đích này và việc hiệu chỉnh thang đo có thể dùng giá trị trung bình trong một khoảng thời gian nhất định.

Xác định sai số thang đo, Δ_{SC}, bằng cách hiệu chỉnh giá trị quan sát được của lăng kính thạch anh về 20 ^{0}C và so sánh nó với giá trị đã được chứng nhận. Trong thực tế, tính bằng cách cộng hoặc trừ giá trị lăng kính quan sát được, Q_{tq} , các lượng như sau:

- Máy đo độ phân cực ở giá trị zero

Trừ P_a.

- Hiệu chỉnh nhiệt độ của lăng kính thạch anh

Trừ 0,000144 x Q_{20} x (t_q - 20).

- Hiệu chỉnh nhiệt độ của máy đo độ phân cực

Lăng kính thạch anh: cộng 0,000144 x Q_{20} x (t_q - 20).

Vòng tròn: không cần hiệu chỉnh trừ khi được chỉ dẫn bằng thông số kỹ thuật của nhà sản xuất.

- Giá trị lăng kính thạch anh đã được chứng nhận ở 20 ^{0}C

Trừ Q_{20}

Tính độ pol được hiệu chỉnh về 20 ^{0}C, P_{20} , bằng cách áp dụng việc hiệu chỉnh độ pol quan sát được, P_r, sau đây

- Hiệu chỉnh nước và ống máy đo độ phân cực

Trừ P_w .

- Hiệu chỉnh nhiệt độ của số đọc, t_r : cộng c x P_{tr} x (t_r - 20) - 0,004 x R x (t_r - 20)

trong đó

c là hệ số cho trong bảng 1.

và R là đường khử, % trong mẫu

- Hiệu chỉnh nhiệt độ khi định mức đến vạch, t_m

Trừ f x P_{tr} x (t_m - 20)

trong đó

f là hệ số trong bảng 1.

- Hiệu chỉnh nhiệt độ máy đo độ phân cực, t_{pr}

Lăng kính thạch anh : cộng 0,000144 x P_{tr} x (t_p - 20)

Vòng tròn: không cần hiệu chỉnh trừ khi được chỉ dẫn bằng thông số kỹ thuật của nhà sản xuất.

- Hiệu chỉnh thang đo

Trừ Δ_{SC}, là giá trị sai số thang đo tính được ở trên

Vì vậy

$P_{20} = P_{tr} - P_w$ + hiệu chỉnh nhiệt độ t_r - hiệu chỉnh nhiệt độ t_m + hiệu chỉnh nhiệt độ $t_{pr} - \Delta_{SC}$.

Biểu thị các kết quả như trong 9.1 đến 2 chữ số thập phân theo ^{0}Z. Chỉ ra trong kết quả những giá trị hiệu chỉnh đã thực hiện đối với giá trị quan sát (ví dụ đã hiệu chỉnh cho chuẩn hoá thiết bị và về nhiệt độ 20 ^{0}C).

Thư mục tài liệu tham khảo

1. Proc. 14th Session ICUMSA, 1996, 65
2. Proc. 20th Session ICUMSA, 1990, 49; 59
3. Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 66
4. Player M R (1988): Zuckerind, 113, 512 - 514
5. Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 72
6. Proc. 17th Session ICUMSA, 1978, 12
7. Proc. 16th Session ICUMSA, 1974, 12 - 13
8. Proc. 18th Session ICUMSA, 1982, 177 - 180
9. Proc. 18th Session ICUMSA, 1982, 189
10. Proc. 19th Session ICUMSA, 1986, 197
11. Player M R (1987): Int. Sugar J., 89, 123 –126
12. Proc. 13th Session ICUMSA, 1962, 35
13. Proc. 18th Session ICUMSA, 1982, 41
14. Rens G (1977): La Sucrerie Belge, 96, 3 - 7, 51 - 57