

PHỤ LỤC 1

CÁC PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM DÙNG ĐỂ KIỂM TRA CÁC
CHỈ TIÊU YÊU CẦU ĐỐI VỚI NHỰA NHŨ TƯƠNG

(Tham khảo)

1.1. Một số nhũ tương axit thường dùng ở nước ta, có đặc trưng yêu cầu như bảng 7 dưới đây

Yêu cầu đối với một số loại nhũ tương gốc Axit

Bảng 7

Các chỉ tiêu	Nhũ tương phân tách nhanh			Nhũ tương phân tách vừa			Nhũ tương phân tách chậm		
	Hàm lượng nhựa %			Hàm lượng nhựa %			Hàm lượng nhựa %		
	60	65	69	60	65	69	60	65	69
1. Hàm lượng nước (%)	39 - 41	34 - 36	30 - 32	39 - 41	34 - 36	30 - 32	39 - 41	34 - 36	30 - 32
2. Độ nhớt qui ước Engler 25°C	2 - 15	> 6		> 2	> 6		< 15	2 - 15	> 6
3. Độ nhớt qui ước chuẩn ở 25°C (Đường kính lỗ chảy 4mm)			9	18		9			
4. Độ đồng nhất									
- Hạt lớn hơn 0.63mm (%)	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
- Hạt giữa 0.63 mm và 0.16 mm (%)	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25
5. Độ ổn định (%) (Bằng cách để lắng)	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
6. Độ dính bám (%)									
a. Nhũ tương tồn trữ ngắn hạn (15 ngày)									
- Thí nghiệm bước 1	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90			
- Thí nghiệm bước 2	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75			
b. Nhũ tương tồn trữ lâu (15 ngày đến 3 tháng)				≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 75
7. Chỉ số phân lịch	< 100	< 100	< 100	80 - 140	80 - 140	80 - 140	> 120	> 120	> 120

1.2. Thí nghiệm xác định hàm lượng nước

1.2.1. Nguyên lý

Nước trong mẫu nhũ tương được bốc hơi kéo theo do sự chưng cất hồi qui một dung môi không trộn lẫn được với nước. Sau khi hơi nước đọng lại, nước sẽ tách ra khỏi dung môi và được ngưng tụ vào một ống hứng có khấc độ và hình dạng thích hợp. Dung môi kéo theo nước quay lại về bình chưng cất.

1.2.2. Thiết bị thí nghiệm

- 1 bình trưng cất hình cầu
- 1 thiết bị đun nóng
- 1 ống làm lạnh.
- 1 ống hứng 25ml (Các kiểu ống hứng khác nhau như ở hình 2)

1.2.3. Môi chất để tạo nên dung môi kéo theo nước

Toluên nguyên chất (Toluène).

1.2.4. Mẫu thí nghiệm

2 lít nhũ tương đựng trong bình bằng nhựa Polyetylen rộng miệng, cổ nắp kiểu xạ vút đã được rửa sạch bằng chính nước và phụ gia nhũ hoá để chế tạo nhũ tương.

Nhũ tương phải lọc qua mắt sàng 0.5mm và được khuấy kỹ cho đồng nhất.

1.2.5. Trình tự thao tác

- Cân khoảng 10g nhũ tương và đổ vào trong một bình trưng cất hình cầu, độ chính xác 0.1g. Thêm vào 70 ± 80 ml toluen và một ít bột phèn rôm hoặc bột đá để làm đục trong hộp kín nước.

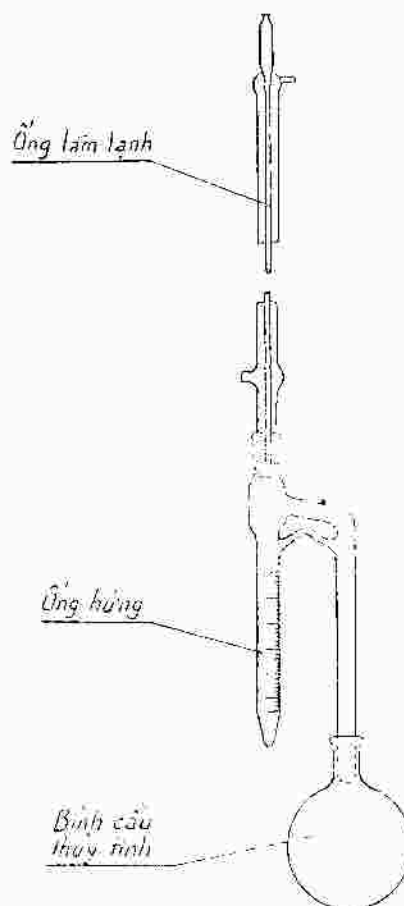
- Lắp ráp và lắp các dụng cụ thí nghiệm theo hình 1, trước đó kiểm tra bên trong ống hứng và ống làm lạnh bảo đảm sạch cho phải sạch về mặt hoá học.

- Cho nước lạnh lưu thông trong ống làm lạnh.

- Đun bình trưng cất hình cầu: điều chỉnh độ sôi sao cho khỏi bị trào ra miệng nối với ống làm lạnh.

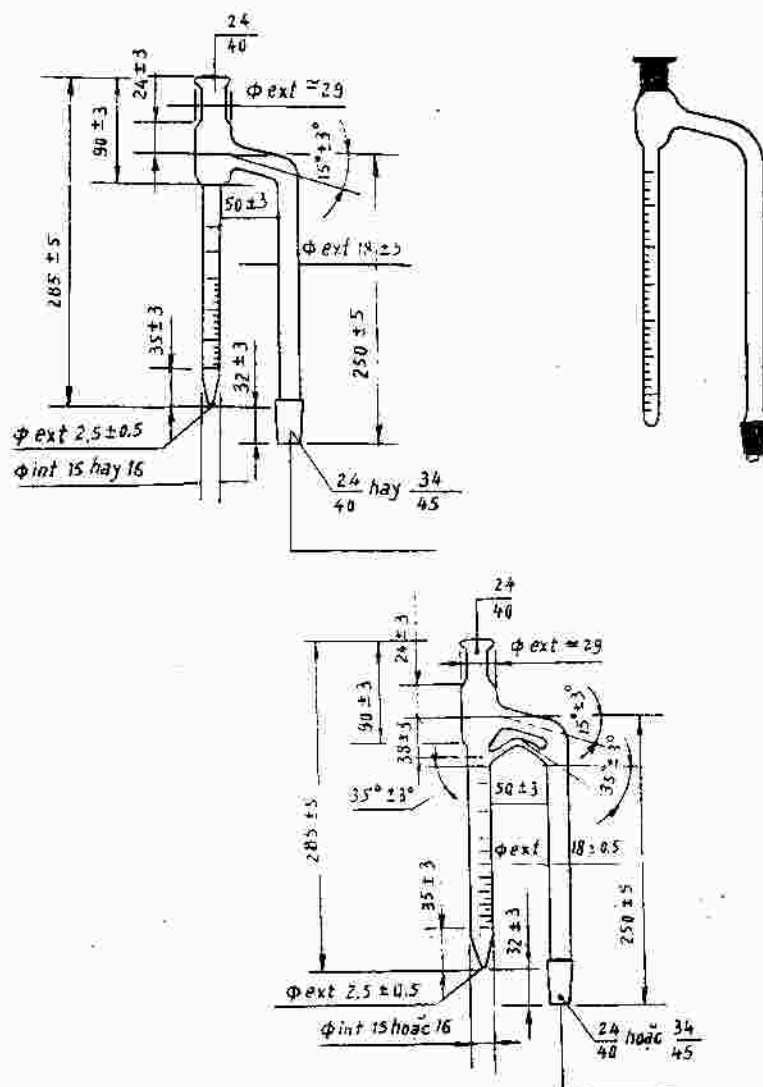
- Tiếp tục chưng cất cho tới khi thể tích nước trong ống hứng là ổn định và không trông thấy có nước nữa ở bất kỳ vị trí nào trong bình trưng cất. Nếu còn những giọt nước trong bộ phận làm lạnh thì tăng tốc độ chưng cất lên một chút.

- Tắt bếp, để cho ống hứng nguội. Đọc thể tích của nước đã thu được trong ống hứng ở vạch khắc tại mặt ngăn cách và chất dung môi. Có thể có những giọt nước nhỏ bám trên thành ống hứng hoặc nổi lửng lơ trong dung môi. Khi đó dùng một que khuấy Ø2mm khuấy cho nước và toluen tách biệt hẳn nhau.



Hình 1. Thiết bị xác định hàm lượng nước

- Bình cầu thủy tinh có ngăn rộng để dễ dàng lắp ống hứng.
- Hệ thống đun nóng: Đun ga hoặc đun điện.
- Ống làm lạnh bằng băng thủy tinh dài tối thiểu 100mm. Đường kính ngoài của ống trong 10-12mm.
- Ống hứng bằng thủy tinh: Dung tích 25 ml. Sai số phân khắc độ như sau:
 - + Từ 0-1ml: Khắc độ 0.1 ml. Sai số tối đa 0.05ml.
 - + Từ 1 ml trở lên: Khắc độ 0.2ml. Sai số tối đa 0.1 ml.



Hình 2. Các dạng ống hứng
(dung tích 25ml, khác độ 0.1ml, tiếp nối hình côn nhím)
Ghi chú: - Φ_{ext} : Φ ngoài; - Φ_{int} : Φ trong; - Kích thước: mm.

1.2.6. Tính toán

Hàm lượng nước trong nhũ tương % trọng lượng, tính theo công thức sau:

$$\frac{\text{Thể tích nước (ml) trong ống hứng}}{\text{Khối lượng của mẫu thí nghiệm (g)}} \times 100$$

1.3. Thí nghiệm xác định độ nhớt quy ước

Độ nhớt của nhũ tương trong thực tế thường được đo bằng các bình đo độ nhớt có lỗ chảy.

1.3.1. Nguyên lý

Tùy theo giới hạn của độ nhớt mà dùng loại bình đo độ nhớt quy ước Engler hoặc bình đo độ nhớt tiêu chuẩn (STV) (Nếu độ nhớt lớn hơn 15" Engler).

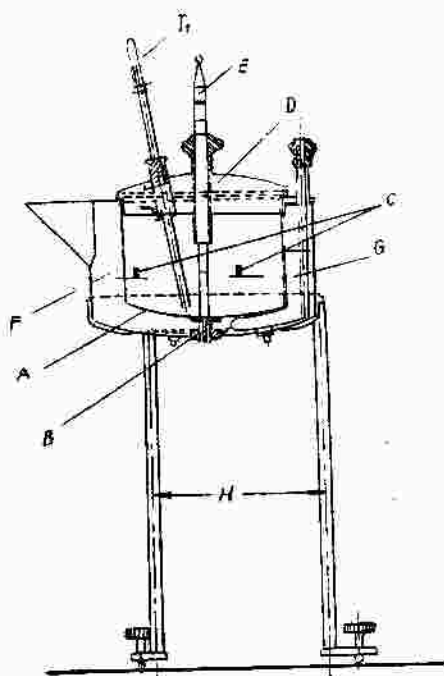
1.3.2. Trang thiết bị

1.3.2.1. Bình đo độ nhớt Engler (Hình 3 và hình 4)

Cấu tạo: Một thùng chứa A bằng đồng lá có thành hình trụ, có dây hình chom cầu vò ở giữa có một lỗ chảy hơi vát hình nón bằng kim loại không rỉ. Thùng chứa A chứa nhũ tương, mang trong mặt của nó 3 mũi nhọn kim loại C để xác định mức nhũ tương (Khoảng 250 ml). Thùng có nắp dẹt D, giữa nắp có một lỗ để xuyên, một thanh nút gỗ tròn E và một lỗ nữa để cắm nhiệt kế T_1 .

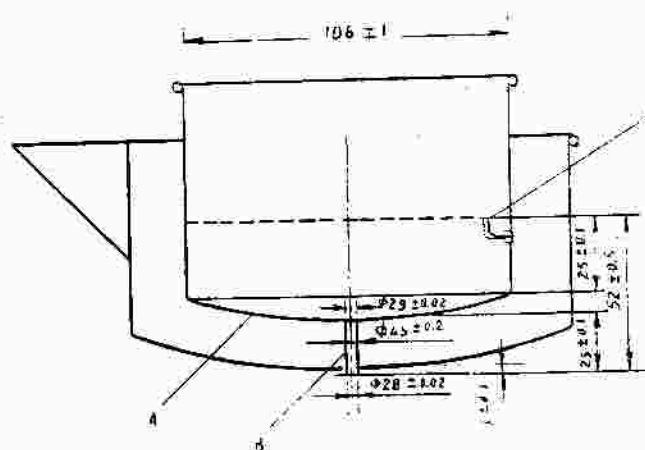
Toàn bộ thiết bị trên mặt trong một bình chứa đồng tấm F cũng bằng đồng lá. Bình này chứa nước để giữ nhiệt độ thí nghiệm không đổi. Bình đun cách thủy F được đun nóng bằng một dàn ga (Hơi đốt) di động hoặc bằng một bếp điện. Một thanh dẹt nh. G dùng khuấy đều nước trong bình F để có nhiệt độ đồng đều.

Toàn bộ bình đặt trên một giá 3 chân H có 3 vít điều chỉnh để làm thăng bằng ứng phang xác định bởi 3 mũi nhọn kim khí C trong thùng A.



Hình 3. Bình đo độ nhớt Engler

A- Bình đo; B- Vòi chảy; C- Mũi nhọn kim loại xác định mức nhũ tương; D- Nắp bình; E- Thanh nút gỗ tròn; F- Bình chứa nước bảo ôn; G- Thanh khuấy nước; H- Giá (chân đế); T₁- Nhiệt kế



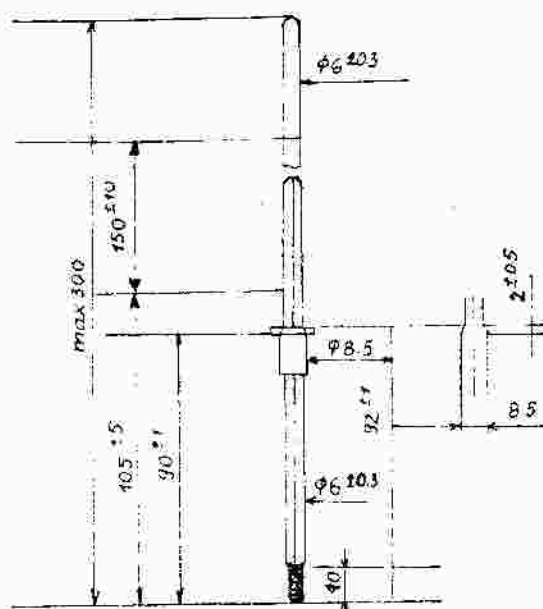
Hình 4. Bình đo độ nhớt Engler (cải tiến)

1.3.2.2. Nhiệt kế Engler (Hình 5)

Trong hình 3, nhiệt kế T_1 được lắp thêm một vạch tròn bằng đồng để tựa vào lỗ ở sẵn của nắp D.

Hình 5 chỉ những kích thước và những sai số cho phép về kích thước của nhiệt kế. Các đặc trưng khác của nhiệt kế:

- Thang khắc độ: Từ 0° đến 55°C
- Nấc khắc: Mỗi nấc là $0,2^{\circ}\text{C}$
- Độ chính xác: $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$
- Phần bị ngâm: 90mm
- Nhiệt kế thủy ngân.



Hình 5. Nhiệt kế Angler

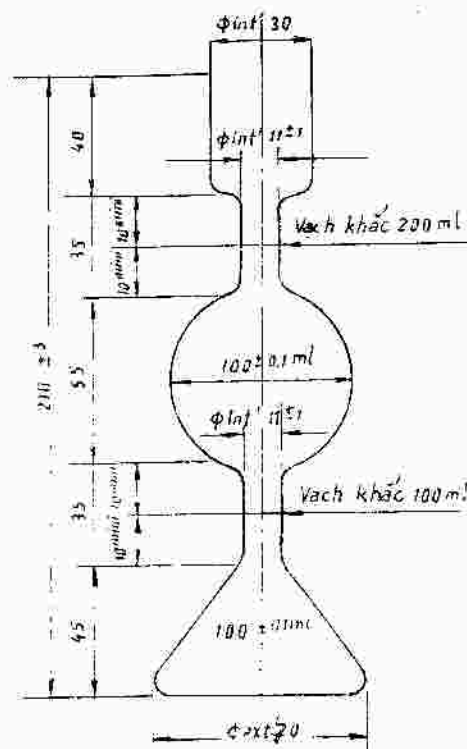
- Thang độ: $0 \pm 25^{\circ}\text{C}$; - Nấc khắc: $0 \pm 25^{\circ}\text{C}$;
- Độ chính xác: $0,2^{\circ}\text{C}$.

1.3.2.3. Các nút gỗ

Các nút này được tiện từ gỗ cứng, tổng chiều dài là 110 mm. 200 mm gồm phần tiện tròn ($\Phi 8\text{mm}$ dài 120 mm và một phần tiện hình chóp nón cụt Φ đầu t. 8mm, Φ đáy như $1,5 \pm 2\text{mm}$ dài $70 \pm 80\text{mm}$. Muốn đóng mở vòi chảy thì nhấc lên hạ xuống nút E một cách nhẹ nhàng. Có một dây đồng gắn vào thanh gỗ nút làm chức năng lò xo để giữ thanh ở vị trí nâng cao khi mở vòi.

Có một thanh gỗ nút dùng để điều chỉnh bình đo nhớt với nước cất và một thanh khác dùng để đóng mở vòi chảy như tương khi thí nghiệm. Phải làm sạch thật sạch thanh này sau mỗi lần thí nghiệm.

1.3.2.4. Bình thủy tinh cao cổ có vạch các mức dung tích: (Hình 6)



Hình 6. Bình thủy tinh cao cổ

Là một bình đo có vạch hai mức dung tích 10 ml và 200 ml. Dung để hứng lượng nhũ tương (hoặc nước chảy ở bình A xuống). Dung lượng bình có khả năng chứa hết lượng nhũ tương chảy ở bình A ra, tức là 250 ml.

1.3.2.5. Bình đo độ nhớt tiêu chuẩn:

Bình chứa nước để giữ nhiệt độ không đổi trong quá trình thí nghiệm 25°C được đun bằng điện và có thiết bị bảo ôn. Khi nhiệt độ bên ngoài cao hơn 25°C thì cần có thiết bị làm lạnh kèm theo.

Loại bình này dùng rất phổ biến nên không mô tả ở đây.

1.3.2.6. Các dụng cụ thí nghiệm thông thường khác:

- Đồng hồ bấm giây được 1/5 giây.
- Nhiệt kế từ -10°C tới $+60^{\circ}\text{C}$ khắc độ được 1/5 $^{\circ}\text{C}$. Đường kính ống nhiệt kế $\varnothing = 6\text{mm}$.
- Ống nghiệm thủy tinh 500 ml.

1.3.3. Chất xúc tác

Dung dịch Se - dung dịch lỏng của chất Clorua Alkylmetylammونیum pha với nước hoặc Bromua cetyltrimetylammونیum hoặc nếu không thì dùng chất Clohydramin béo với 1% chất có hoạt tính. Các dung dịch này phải trộn thêm 1% Axit clohydric (1 ml)

1.3.4. Chuẩn bị mẫu để thí nghiệm

Nhũ tương phải được lọc qua mắt sàng vuông 630 μm và khuấy đảo kỹ cho đồng nhất.

1.3.5. Trình tự thao tác đo độ nhớt Engler

1.3.5.1. Rửa sạch bên trong bình A và lỗ chảy B

- Để rửa sạch đáy trong của lỗ chảy phải dùng giấy lọc mềm cuộn lại và có thấm trichlorethylene; không quên lau mép ngoài của lỗ chảy, không được dùng dây kim loại, không dùng loại vật liệu nhám hoặc gây ăn mòn để lau bình và lỗ chảy.

- Rửa bằng nước cất, dùng giấy thấm lau khô hoặc dùng khí nén để làm khô và lau sạch bụi.

- Rửa và lau khô nhiệt kế, thanh gỗ nút và bình thủy tinh cao cổ theo cách nói trên.

- Đổ đầy nước vào bình chứa ngoài F và điều chỉnh giữ nhiệt ở $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$.

1.3.5.2. Hiệu chỉnh bình đo độ nhớt:

Đóng nhẹ nhàng lỗ chảy bằng thanh gỗ nút dành riêng cho việc hiệu chỉnh.

Mở nắp bình D và đổ nước cất ở 20°C vào bình chứa A đến đỉnh của 3 mũi nhọn kim loại C. Mặt phẳng của 3 mũi nhọn này phải được điều chỉnh thẳng bằng bằng 3 chân vít điều chỉnh. Mức nước phải được điều chỉnh chính xác bằng ống đếm giọt. Đậy nắp và cắm nhiệt kế vào vị trí của nó. Ngấy đảo nước trong bình chứa A bằng cách xoay đi, xoay lại nắp bình. Kiểm tra nhiệt độ nước cất cho đúng ở $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ và hiệu chỉnh nhiệt độ bằng cách đun nóng hoặc làm lạnh ở bình chứa ngoài F. Khi cần làm công việc này phải sau 3 phút ngấy đảo rồi mới đọc nhiệt kế T_1 .

- Nhấc lên hạ xuống nhiều lần thanh gỗ nút để làm cho ống vòi chảy đầy nước cất và có giọt nước treo lơ lửng ở miệng vòi.

1.4. Thí nghiệm xác định độ ổn định khi tồn trữ nhũ tương bằng bể lắng

1.4.1. Định nghĩa

Độ ổn định khi tồn trữ là bề dày lớp mặt của dung dịch nước được hình thành khi để nhũ tương yên tĩnh trong 24 giờ. Bề dày này được biểu thị bằng % so với đường kính nhỏ nhất của bình chứa nhũ tương.

1.4.2. Nguyên lý

Thử nghiệm thực hiện bằng cách đo bề dày của lớp bị lắng nhờ một điện cực thả ngập vào trong nhũ tương và được nối với cực dương hoặc cực âm của nguồn điện một chiều (trong khi cực kia được nối với bình kim loại chứa nhũ tương). Khi luồng điện chạy qua, sẽ có bitum dính bám vào điện cực vì hiện tượng điện di. Cứ ly từ chỗ nhựa bitum dính bám vào điện cực đến bề mặt của nhũ tương bằng bề dày lớp dung dịch nước bị lắng.

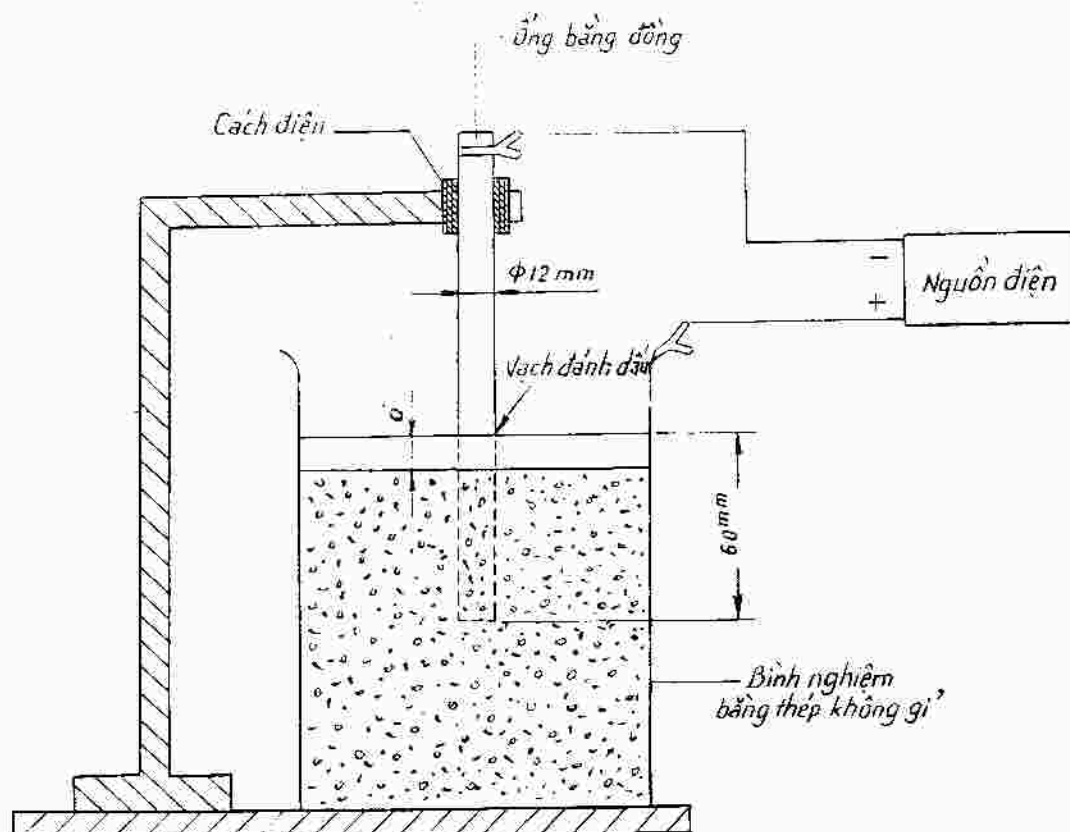
1.4.3. Trang thiết bị

- Điện cực hình trụ bằng đồng có đường kính khoảng 12mm đặt trên một giá đỡ cách điện (hình 7). Trên điện cực có vạch một vạch làm dấu cách đầu mút khoảng 60mm.

- Một bình nghiệm bằng nhôm hoặc kim loại không rỉ, dung tích 500ml - 1000 ml và có đường kính trong: $D = 80 \div 100$ ml.

- Một nguồn điện một chiều hoặc điện xoay thế đã qua máy chỉnh lưu có điện thế 6-12 V.

Một mặt kính làm nắp đáy có đường kính lớn hơn đường kính bình nghiệm.



Hình 7. Thiết bị xác định độ ổn định nhũ tương