TIÊU CHUẨN VIỆT NAM **Nhóm 1**

HỢP CHẤT HỮU CƠ **Phương pháp xác định chỉ số khúc xạ** **Organic compouds.** **Methods for the determination of refaetionind-ex**	**TCVN 4335-86** **Có hiệu lực 1-1-1988**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số khúc xạ cho các hợp chất hữu cơ nói chung còn đối với một số sản phẩm cụ thể, việc xác định chỉ số khúc xạ có thể được quy định trong những tiêu chuẩn riêng biệt.

1. DỤNG CỤ VÀ HOÁ CHẤT

Khúc xạ kế Abbe (UPF-22 hoặc UPF- 23 hoặc tương đương.

Máy đIều nhiệt

Nhiệt kế chuẩn xác (loại 4 E .2)

Rượu etanola tinh khiết hoặc các dung môI tinh khiết khác.

2. CHUẨN BỊ XÁC ĐỊNH

2.1 Trước khi xác định, phải rửa bề mặt lăng kính của khúc xạ kế bằng vàI giọt rượu hay dung môi khác, lau sạch và thấm khô bằng giấy lọc hoặc vảI lụa sạch, mềm và không bị xơ bông.

2.2 Nối máy điều nhiệt với vỏ lăng kính của khúc xạ kế và cho nước có nhiệt độ 20^0 6 $0{,}1^0$ C đI qua vỏ trong 15 phút đến 20 phút.

2.3 Trước khi bắt đầu thí nghiệm, phải kiểm tra lại độ chính xác của thiết bị theo nước cất hai lần, độ khúc xạ của nước cất này ở 20^0 C bằng 1,3330, hoặc theo chất lỏng mẫu kèm theo khúcxạ kế. Việc tiến hành kiểm tra dựa theo bản hướng dẫn kèm theo máy.

2.4 Nếu khúc xạ kế không theo đúng chỉ số khúc xạ của nước hoặc mẫu nói trên, phải dùng núm hiệu chỉnh số 0 để hiệu chỉnh về độ chia cần thiết.

3. TIẾN HÀNH XÁC ĐỊNH

3.1 Dùng pipét nhỏ một đến hai giọt chất lỏng nghiên cứu lên bề mặt của lăng kính (bề mặt này đã được rửa sạch và làm khô từ trước), nhưng không được chạm pipet vào lăng kính, sau đó nhanh chóng kết hợp hai lăng kính vào vặn noa ép chúng lại. Với những chất lỏng dễ bay hơi phải nhỏ qua lỗ vào khe giữa hai lăng kính. Nhẹ nhàng đặt ống nhìn ở vị trí nằm nghiêng . Điều chỉnh gương tương ứng với nguồn sáng tự nhiên hoặc nhân tạo sao cho có được sự chiếu ánh sáng mạnh nhất trường quan sát về xuất hiện ranh giới sáng tối (đen trắng) . Nếu ranh giới sáng tối có chút mầu, thì phải quay lăng kính bù trừ để triệt tiêu mầu. Nếu hai vùng sáng tối không thật rõ rệt thì cần rửa cẩn thận lăng kính ở chỗ tia sáng đi vào.

Sau đó từ từ quay núm quay gắn với thang chia độ hình cung cho đến khi ranh giới sáng tối cắt giao điểm hai vạch đen một cách chính xác và cân đối. Việc tính toán chỉ số khúc xạ được tiến hành nhờ một kính lúp ở thang chia độ hình cung theo vạch chia tương ứng với đường ngầm của thang. Ghi lại kết quả thu được và lặp lại năm lần (lần lượt từ trên xuống và từ dưới lên) sau đó lấy gía trị trung bình của năm lần đo, coi đó là kết quả xác định).

Sau khi kết thúc, phải rửa cẩn thận bề mặt lăng kính bằng rượu hoặc bằng các dung môi tinh khiết khác (phụ thuộc vào độ hoà tan của chất nghiên cứu) và làm khô lăng kính như trước khi bắt đàu xác định.

Lấy giá trị trung bình số học của hai lần xác định song song làm kết quả thí nghiệm , đồng thời chênh lệch giữa kết quả hai lần đo không được vượt quá quá 0,0003.

3.2 Để xác định chỉ số khúc xạ ở các nhiệt độ cao hơn 20^0 C cũng phảI làm tương tự nghĩa là cho nước có nhiệt độ cần thiết qua vỏ lăng kính của khúc xạ kế.

3.3 Trong trường hợp nhiệt độ phòng cao hơn nhiệt độ cần xác định chỉ số khúc xạ thì phảI làm theo một trong các phương pháp sau đây:

- tiến hành xác định trong các phòng có máy đIều hoà nhiệt độ.

- đặt một chậu nước có làm lạnh bằng đá xuống dưới 20^0C ngay cạnh máy đIều nhiệt. Nước hồi lưu cho chảy qua một ống xoắn bằng kim loại đặt trong chậu rồi mới chảy về máy đIeeuf nhiệt. PhảI chờ cho nhiệt độ vỏ lăng kính xuống 20^0 C (hoặc nhiệt độ cần thiết khác) rồi mới tiến hành xác định.

- nếu chất lỏng xác định có chỉ số khúc xạ tỷ lệ tuyến tính với nhiệt độ thì có thể xác định chỉ soó khúc xạ ở hai nhiệt độ khác nhau rồi ngoại suy về nhiệt độ cần thiết.

3.4 Trong trường hợp độ ẩm không khí lớn hơn nước thường đọng ở lăng kính khúc xạ kế làm mờ đI, ảnh hưởng đến độ chính xác của phép đo. PhảI dùng giấy lọc hay vảI sạch thấm khô lăng kính ở phần đI vào và đI ra của ánh sáng.

3.5 Với những chất có nhiệt độ sôI quá thấp bay hơi rất nhanh, không nên mở lăng kính mà phảI nhỏ chất lỏng nghiên cứu qua khe hở giữa hai lăng kính của khúc xạ kế