

PHỤ LỤC 6

6.1 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ KHÚC XẠ

Chỉ số khúc xạ (n) của một chất so với không khí là tỷ lệ giữa sin của góc tới và sin của góc khúc xạ của chùm tia sáng truyền từ không khí vào chất đó.

Chỉ số khúc xạ thay đổi theo bước sóng ánh sáng được dùng để đo và nhiệt độ. Chỉ số khúc xạ có giá trị để định tính và đánh giá sơ bộ mức độ tinh khiết của mẫu đo.

Nếu không có chỉ dẫn gì khác, chỉ số khúc xạ được đo ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ với tia sáng có bước sóng tương ứng với vạch D của natri (589,3 nm), ký hiệu n_D^{20} .

Máy

Khúc xạ kế dùng để xác định góc tới hạn của môi trường. Phần chủ yếu của khúc xạ kế là một lăng kính có chỉ số khúc xạ biết trước đặt tiếp xúc với môi trường được khảo sát.

Hầu hết khúc xạ kế được thiết kế để sử dụng nguồn sáng trắng, khi sử dụng nguồn sáng trắng, khúc xạ kế được trang bị hệ thống bổ chính và được hiệu chuẩn lại để cho kết quả đọc tương ứng với vạch D của đèn natri.

Thang đo chỉ số khúc xạ phải đọc được các giá trị với ít nhất 3 số lẻ thập phân.

Nhiệt kế chia độ tới $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc nhỏ hơn.

Để đạt được độ chính xác, cần thiết phải hiệu chuẩn lại máy với các chất chuẩn do nhà sản xuất cung cấp hay bằng cách xác định chỉ số khúc xạ của nước cất tại $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ là 1,3325 và tại $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ là 1,3330.

6.2 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ pH

pH là một số biểu thị quy ước nồng độ ion hydrogen của dung dịch nước. Trong thực hành, định nghĩa trên là một định nghĩa thực nghiệm. pH của một dung dịch liên quan với pH của một dung dịch đối chiếu theo biểu thức sau:

$$\text{pH} = \text{pH}_s - \left[\frac{E - E_s}{k} \right]$$

Trong đó:

E là điện thế, tính bằng von, của pin chứa dung dịch được khảo sát;

E_s là điện thế, tính bằng von, của pin chứa dung dịch đã biết pH (dung dịch đối chiếu);

pH_s là pH của dung dịch đối chiếu;

k là hệ số có giá trị thay đổi theo nhiệt độ ghi ở Bảng 6.2.1.

Bảng 6.2.1 - Giá trị của k ở các nhiệt độ khác nhau

Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	k (V)
15	0,0572
20	0,0582
25	0,0592
30	0,0601
35	0,0611

Máy

Trị số pH của một dung dịch được xác định bằng cách đo thế hiệu giữa điện cực chỉ thị nhạy cảm với ion hydrogen (thường là điện cực thủy tinh) và một điện cực so sánh (ví dụ điện cực calomel bão hòa).

Máy đo là một điện thế kế có trở kháng đầu vào gấp ít nhất 100 lần trở kháng của các điện cực sử dụng. Máy thường được phân độ theo đơn vị pH và có độ nhạy đủ để phát hiện được những thay đổi cỡ 0,05 đơn vị pH hoặc ít nhất 0,003 V. Các điện cực thủy tinh phù hợp và các kiểu máy đo pH kể cả máy đo pH hiện số đều phải đáp ứng yêu cầu trên.

Vận hành máy đo pH và hệ thống điện cực theo sự chỉ dẫn của nhà sản xuất.

Các điều kiện hiệu chuẩn và đo

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, tất cả các phép đo pH được thực hiện ở cùng nhiệt độ với nhiệt độ hiệu chuẩn ($\pm 2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$), thông thường từ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bảng 6.2.2 cho thấy pH của các dung dịch đệm chuẩn dùng để hiệu chuẩn thay đổi theo nhiệt độ. Hiệu chỉnh nhiệt độ đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Thiết bị phải được hiệu chuẩn bằng ít nhất hai dung dịch đệm, được chọn sao cho giá trị pH dự kiến của dung dịch cần đo nằm giữa các giá trị pH của hai dung dịch đệm này. Khoảng hiệu chuẩn phải ít nhất là 2 đơn vị pH. Các nhà sản xuất khác nhau có thể đưa ra quy trình hiệu chuẩn máy khác nhau. Có thể áp dụng quy trình hiệu chuẩn máy sau đây.

Dùng dung dịch đệm chuẩn D ghi trong Bảng 6.2.2 là chuẩn thứ nhất, đo và chỉnh máy để đọc được trị số pH của chuẩn ghi ở bảng tương ứng với nhiệt độ của dung dịch.

Dùng một dung dịch đệm chuẩn thứ hai (chọn một trong các dung dịch quy định ghi ở Bảng 6.2.2) để chỉnh thang đo. Trị số pH đo được của dung dịch đệm chuẩn thứ ba, dung dịch có trị số pH nằm giữa trị số pH của đệm chuẩn thứ nhất và thứ hai, phải không được sai khác nhiều hơn 0,05 đơn vị pH so với trị số pH tương ứng ghi trong Bảng 6.2.2.

Việc hiệu chuẩn phải được thực hiện thường xuyên, định kỳ, thông thường hiệu chuẩn máy hàng ngày hoặc trước khi thực hiện một loạt phép đo liên tiếp.

Phương pháp đo

Nhúng các điện cực vào trong dung dịch cần khảo sát và đo trị số pH ở cùng nhiệt độ đo của các dung dịch đệm chuẩn khi hiệu chuẩn máy.