

PHỤ LỤC 10

10.1 PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ ĐO AMPE

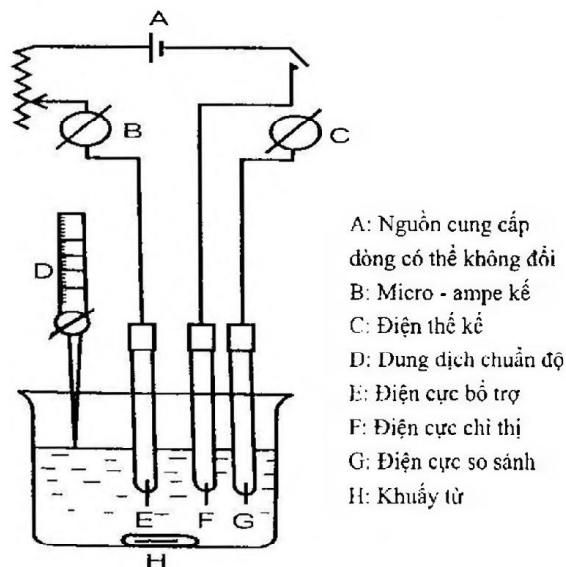
Trong chuẩn độ đo ampe, điểm kết thúc được xác định bằng cách quan sát sự biến đổi của cường độ dòng điện đo giữa hai điện cực (một điện cực chỉ thị và một điện cực so sánh hoặc hai điện cực chỉ thị) nhưng trong dung dịch khảo sát và duy trì một hiệu điện thế không đổi. Cường độ dòng điện này là một hàm số mà biến số là lượng dung dịch chuẩn độ thêm vào.

Thế của điện cực đo cần phải đủ để đảm bảo dòng khuếch tán đối với chất điện hoạt.

Máy

Máy gồm có một nguồn cung cấp điện thế điều chỉnh được và một đồng hồ đo microampe nhạy. Hệ thống để phát hiện nói chung gồm một điện cực chỉ thị (ví dụ: điện cực platin, điện cực giọt thủy ngân, điện cực có đĩa quay hoặc điện cực than) ghép đôi với một điện cực so sánh như điện cực calomel hoặc điện cực bạc - bạc clorid.

Có thể dùng máy có 3 điện cực, máy này ngoài điện cực chỉ thị và điện cực so sánh còn có điện cực hỗ trợ phân cực.



- A: Nguồn cung cấp dòng có thể không đổi
- B: Micro - ampe kế
- C: Điện thế kế
- D: Dung dịch chuẩn độ
- E: Điện cực hỗ trợ
- F: Điện cực chỉ thị
- G: Điện cực so sánh
- H: Khuấy từ

Hình 10.1 - Sơ đồ chuẩn độ đo Ampe

Cách tiến hành

Chỉnh thế của điện cực chỉ thị theo các chỉ dẫn trong chuyên luận riêng. Lập đồ thị biểu diễn cường độ dòng ban đầu và các giá trị cường độ dòng khác thu được trong khi chuẩn độ, dưới dạng một hàm số với biến số là lượng dung dịch chuẩn độ thêm vào. Khi tổng lượng dung dịch chuẩn độ thêm vào đạt xấp xỉ 80 % thể tích lý thuyết dung dịch chuẩn độ cần dùng để đạt điểm tương đương, thêm

dung dịch chuẩn độ không ít hơn 3 lần liên tiếp để tiến dần tới điểm tương đương. Các giá trị thu được này cần phải ở trên một đường thẳng. Tiếp tục thêm dung dịch chuẩn độ đến quá điểm tương đương và lại thêm không ít hơn ba lần liên tiếp dung dịch chuẩn độ nữa, các giá trị thu được lần này phải ở trên một đường thẳng khác. Điểm kết thúc của phép chuẩn độ là giao điểm của hai đường thẳng nói trên.

Trong trường hợp chuẩn độ đo ampe bằng hai điện cực chỉ thị nên ghi lại toàn bộ đường cong chuẩn độ và dùng đồ thị này để xác định điểm tương đương.

10.2 PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ ĐO ĐIỆN THẾ

Trong chuẩn độ đo điện thế, điểm kết thúc của chuẩn độ được xác định bằng cách quan sát sự biến đổi hiệu số điện thế đo được giữa hai điện cực (một điện cực chỉ thị và một điện cực so sánh hoặc hai điện cực chỉ thị) nhưng trong dung dịch khảo sát. Sự biến đổi này như là một hàm số mà biến số là lượng dung dịch chuẩn độ thêm vào. Điện thế thường được đo ở cường độ dòng điện bằng không hoặc thực tế bằng không.

Máy

Máy được sử dụng (máy đo thế đơn hoặc máy có tổ hợp mạch điện tử) gồm có một von kế cho phép đọc được tới 1 mV.

Tùy theo bản chất của hợp chất cần định lượng mà chọn điện cực chỉ thị, có thể là điện cực thủy tinh hoặc điện cực kim loại (như platin, vàng, bạc, thủy ngân...). Điện cực so sánh thường là điện cực calomel hoặc điện cực bạc - bạc clorid.

Trong chuẩn độ acid kiềm, trừ trường hợp có những chỉ dẫn khác của chuyên luận riêng, người ta thường dùng điện cực kép thủy tinh - calomel hoặc thủy tinh - bạc - bạc clorid.

Cách tiến hành

Lập đồ thị biểu diễn những biến đổi về điện thế tương ứng với lượng dung dịch chuẩn độ thêm vào cho đến và vượt điểm tương đương giả định. Điểm kết thúc của chuẩn độ tương ứng với điểm mà ở đó có sự thay đổi đột biến về điện thế.

10.3 ĐỊNH LƯỢNG NƯỚC

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, áp dụng Phương pháp 1 và định lượng trực tiếp.

Phương pháp 1 (Định lượng nước bằng thuốc thử Karl Fischer)

Nguyên tắc

Phương pháp định lượng nước này dựa trên phản ứng toàn lượng của nước với lưu huỳnh dioxyd và iod trong dung môi khan chứa một chất base hữu cơ thích hợp.

Dung môi hữu cơ thông dụng là methanol khan nước, cũng có khi được thay bằng dung môi hữu cơ khác thích hợp để