

TRƯỜNG CAO ĐẲNG CÔNG NGHIỆP 4
KHOA HOÁ

GIÁO TRÌNH THỰC HÀNH
PHÂN TÍCH CÔNG CỤ

HỆ CAO ĐẲNG VÀ TRUNG CẤP



Thành phố Hồ Chí Minh, 9 – 2004

MỤC LỤC

MỤC LỤC	2
CÁC QUI TRÌNH PHÒNG THÍ NGHIỆM PHÂN TÍCH CÔNG CỤ	3
BẢNG PHÂN PHỐI CÁC THÍ NGHIỆM	6
PHẦN I: PHŨ ÔNG PHÁP QUANG	7
Bài 1: Xác định hàm lượng sắt bằng 1,10 - phenantrolin	7
Bài 2: Xác định Ti^{4+} bằng phương pháp tạo phức với H_2O_2 trong môi trường axit	9
Bài 3: Xác định hàm lượng Mn^{2+} và Cr^{3+} trong dung dịch bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử	11
Bài 4: Xác định Pb^{2+} bằng phương pháp chiếu tia X	13
Bài 5: Xác định Bi^{3+} và Cu^{2+} trong hỗn hợp bằng phương pháp chiếu tia X	16
PHẦN II: PHŨ ÔNG PHÁP SẮC KÝ	18
Bài 6: Xác định Zn^{2+} trong hỗn hợp ion Zn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} trên cationit bazơ mạnh	18
Bài 7: Xác định hàm lượng Cu^{2+} trong hỗn hợp Cu^{2+} và Fe^{3+} trên cationit acid mạnh	20
Bài 8: Tách và xác định các halogen bằng sắc ký ion sử dụng detector radiođảm	22
PHẦN III: CÁC PHŨ ÔNG PHÁP PHÂN TÍCH NHIỆM	24
Bài 9: Chuẩn bị mẫu Ag^+ bằng phương pháp chuẩn bị radiođảm	24
Bài 10: Xác định nồng độ axit H_3PO_4 bằng phương pháp chuẩn bị radiođảm	26
Bài 11: Xác định hàm lượng axit bằng chuẩn bị radiođảm theo phản ứng trung hòa	28
Bài 12: Xác định nồng độ Cl^- , I^- bằng chuẩn bị radiođảm theo phản ứng kết tủa	30
Bài 13: Xác định hàm lượng Fe^{2+} bằng chuẩn bị radiođảm theo phản ứng oxy hóa khử	32
Bài 14: Xác định hàm lượng Pb^{2+} bằng phương pháp phổ cộng hưởng vi mô	34

CÁC QUI TRÌNH PHÒNG THÍ NGHIỆM PHÂN TÍCH CÔNG CỤ

1. Chấp hành nội quy phòng thí nghiệm.
2. Thiết lập trong phòng thí nghiệm rất tinh vi do rủi ro khi sử dụng các loại chất dễ cháy nổ.
3. Ngay lập tức báo cáo cho sinh viên học tập thao tác trên máy nếu gặp vấn đề chưa rõ hoặc phát hiện vấn đề bất thường.
4. Mẫu chất cần phân tích phải được phân tích theo hướng dẫn của giảng viên: pha loãng chất cần phân tích khi cần thiết để tránh quá tải cho thiết bị phân tích.
5. Sinh viên tiến hành phân tích mẫu và báo cáo kết quả thí nghiệm.
6. Vì là mô hình học tập nên sinh viên phải được phân tích mẫu và báo cáo kết quả phân tích và thao tác thực hiện.
7. Khi thực hiện thí nghiệm mà gặp vấn đề bất thường thì sinh viên phải yêu cầu giảng viên giải quyết kịp thời để tránh xảy ra tai nạn.
8. Về sinh viên báo quan thiết bị phòng thí nghiệm nếu có hỏng hóc khi ra về.

BỘ MÔN PHÂN TÍCH

MON HỌC: THỰC HÀNH PHÂN TÍCH DỤNG CỤ

1. Mã học phần: 049HO221
2. Số môn và học trình: 2
3. Thuộc khối kiến thức: chuyên ngành
4. Phần bố thời gian: 100% thời thực hành
5. Nội dung kiến thức: nghiên cứu lý thuyết và thực hành phân tích công cụ
6. Tóm tắt nội dung: Môn học Thực hành các phương pháp phân tích công cụ giúp sinh viên nắm bắt kỹ thuật của các phương pháp phân tích công cụ như: chuẩn bị mẫu, chuẩn bị thiết bị và các kỹ thuật phân tích...
 7. Nhiệm vụ của sinh viên: Tham gia học và thảo luận về nội dung Thi và kiểm tra giữa học kỳ theo qui chế 04/1999/QĐ-BGD&ĐT
8. Tài liệu học tập: giáo trình thực hành phân tích công cụ các tài liệu tham khảo
9. Tài liệu tham khảo:
 - [1]. Nguyễn Thọ Xuân Mai - Thực hành chiếu tia quang - Nhà học Khoa học và Công nghệ
 - [2]. Hoàng Việt Quy - Phân tích lý hóa - NXB Giáo dục
 - [3]. Nguyễn Văn Vinh - Các phương pháp phân tích quang - NXB Khoa học và Kỹ thuật.
 - [4]. Andrea Weston - HPLC and CE, Principles and practices - Dionex, California.
 - [5]. John A. Dean - Analytical chemistry handbook
 - [6]. James D. Ingle, JR and Stanley R. Crouch - Spectrochemical analysis.
10. Thời gian: 10/10
11. Tiêu chuẩn đánh giá
 - Nắm vững các nội dung môn học
 - Có tính chủ động và khả năng nghiên cứu trong học tập
 - Kiểm tra giữa học kỳ và thi
 - Thi với hình thức trả lời, viết và thảo luận.
12. Mục tiêu của môn học: Giúp cho sinh viên hiểu và nắm vững về nguyên tắc và thao tác các phương pháp phân tích công cụ.
13. Nội dung chi tiết môn học:

Phần 1: CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH QUANG PHỔ

- § 1.1. Nghiên cứu hàm lượng của các ion trong nước bằng thuốc thử 1,10 - phenantrolin theo phương pháp quang.
- § 1.2. Nghiên cứu hàm lượng của ion theo phương pháp phân tích quang bằng kỹ thuật chuẩn.

§ 1.3. Nhận biết ion đồng trong nhóm Cr^{3+} và Mn^{2+} theo phương pháp phản ứng trao đổi ion.

§ 1.4. Xác định ion Pb^{2+} bằng phương pháp chiếu tia phản xạ.

§ 1.5. Nhận biết ion hỗn hợp Cu^{2+} và Bi^{3+} bằng phương pháp chuẩn độ phản ứng trao đổi ion.

Phần 2: PHÂN TÍCH SẮC KỶ

§ 2.1. Xác định hàm lượng ion Zn^{2+} từ hỗn hợp bằng ion Zn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} trên cationit bazơ mạnh.

§ 2.2. Xác định hàm lượng ion Cu^{2+} từ hỗn hợp Cu^{2+} , Fe^{3+} trên cationit acid mạnh.

§ 2.3. Tách và xác định các Halogen bằng sắc ký ion sử dụng detector radiođi.

Phần 3: PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH NHIỆM

§ 2.1. Chuẩn độ Ag^+ bằng phương pháp chuẩn độ radiođi.

§ 2.2. Xác định nồng độ của H_3PO_4 bằng phương pháp chuẩn độ pH.

§ 2.3. Xác định hỗn hợp acid bằng phương pháp chuẩn độ điểm thế - phản ứng trung hòa.

§ 2.4. Xác định nồng độ Cl^- và I^- bằng phương pháp chuẩn độ điểm thế - phản ứng kết tủa.

§ 2.5. Xác định hàm lượng ion Fe^{2+} bằng phương pháp chuẩn độ điểm thế - phản ứng oxy hóa khử.

§ 2.6. Xác định Pb^{2+} bằng phương pháp cực phổ quang vi phân.

BẢNG PHÂN PHỐI BÀI THÍ NGHIỆM

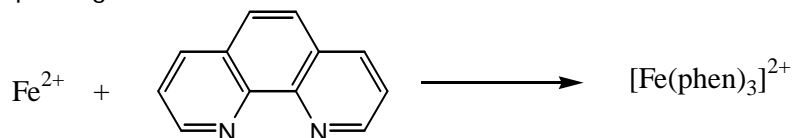
Buổi thực hành	Bài thí nghiệm
1.	1
2.	2
3.	3
4.	4
5.	5
6.	6 và 7
7.	8
8.	9
9.	10 và 11
10.	12
11.	13
12.	14

PHẦN I PHƯƠNG PHÁP QUANG

BÀI 1: XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG SẮT BẰNG 1,10 – PHENANTROLINE

I. NGUYÊN TẮC:

Ion Fe^{2+} tạo phức bền với 1,10-Phenantrolin trong khoảng pH rộng từ 2 ÷ 9 theo phương trình:



Phức $[\text{Fe}(\text{Phen})_3]^{2+}$ bền có λ_{max} ở 508 nm và ϵ tại $1,1 \cdot 10^4 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Khoảng tuyến theo định luật Lambert-Beer là $0,13 \div 5 \mu\text{g/mL}$.

Muối xác định tổng hàm lượng Fe, ta dùng hydroxylamin phản ứng với Fe^{3+} về Fe^{2+} . Trong bất kỳ tạp chất nào, ta xác định nồng độ Fe^{2+} và tổng hàm lượng Fe, từ đó tính lượng Fe^{3+} .

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Beaker 100ml	1 cái	- Bình rửa mẫu 50ml	1 cái
- Pipet ba 25ml	1 cái	- Bình tia	1 cái
- Pipet 5ml	2 cái	- Bóp cao su	1 cái
- Pipet 2ml	1 cái	- Cuvert nhô	1 cái
		- Spectrometer	1 cái

III. HOA CHẤT:

- Pha loãng dung dịch mẫu 100 lần về nồng độ 10ppm (0,01mg/mL).
- Dung dịch 1,10-phenantrolin 0,5% pha trong nước cất
- Dung dịch NH_2OH 10% pha trong nước cất.
- Nấm acetat pH = 5.

IV. THỰC HÀNH:

1. Chuẩn bị dung dịch xác định:

Lấy chính xác 20 mL mẫu thử vào 2 bình rửa mẫu 50mL rửa sạch soá, b, thêm 5mL nấm acetat pH = 5, cho vào mỗi bình 1mL hydroxylamin rồi thêm tiếp

1 mL dung dịch 1,10-phenantrolin vào cái 2 bình, rồi nhỏ ít ba ống nhỏ giọt của reá vaich nhỏ ít, laé reá. Dung dịch so sánh rồi óc chuaá bô tồ óng tồ ình òng thay màu baèg nhỏ óc caá

2. Lập ñoàthò chuẩn:

Lấy dung dịch tieá chuaá Fe^{2+} 0,05 mg/mL vào 7 bình nhỏ ít 50mL theo cái cái theá tích chính xác 0; 0,5; 1; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 mL. Thêm taá cái cái thuóá thò ìkhac nhỏ phaàn chuaá bô dung dịch xác ñinh, theá nhỏ óc caá reá vaich nhỏ ít, laé reá.

Taá cái cái dung dịch treá reá rồi óc reá yeá 15 phút rồi khi rồi màu rồi óng.

VI. TÍNH TOÁN:

Sinh vieá veó ñoàthò rồi óng chuaá $A = f(C_{Fe^{2+}})$ và ñinh toán hàm lượng Fe^{2+} , Fe^{3+} trong mẫu, biểu diễn kết quả theo ñơn vị ppm.

Câu hỏi chuẩn bị:

1. Trình bày nguyên tắc xác ñinh hàm lượng Fe^{2+} , Fe^{3+} . Ký hiệu trong báo cáo? Có thể thay baèg ký hiệu vì sai rồi óc không?
2. Trình bày vai trò ñoà hóa chất trong báo thí óc tập này, có thể thay hydroxylamin baèg $SnCl_2$ 10% rồi óc không? Giải thích?
3. Cái dùng cuicái thiéá nếu thay bình ñinh nhỏ ít 50mL baèg bình 25mL thì theá tích ñaý chuaá phải laé bao nhiêu ñaý chuaá tuaá theo ñinh luật Lambert - Beer?
4. Trình bày vai trò xác ñinh, cách tính toán ñoàthò? Ngoài ñó ñoà pháp rồi óng chuaá rồi óc tiếp thì có thể ñi ñúng ñoà pháp so sánh rồi óc không?
5. Bô óc sóng 508 nm có phải là ñaý rồi óc hấp thu rồi óc rồi óc không? Làm theá nào ñaý xác ñinh bô óc sóng rồi óc rồi óc trong ñinh kiện của ñoà thí nghiệm?

BÀI 2 : XÁC ĐỊNH Ti^{4+} HẠM LƯỢNG NHỎ BẰNG H_2O_2 KỸ THUẬT THÊM CHUẨN

I. NGUYÊN TẮC:

Khi hàm lượng Titan xác định nhỏ kỹ thuật thêm chuẩn rất dễ sử dụng. Nếu coi ma trận Fe^{3+} phải dùng H_3PO_4 để che.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Bình rửa mỗi 50ml	4 cái	- Bình tia	1 cái
- Bình rửa mỗi 100ml	1 cái	- Bóp cao su	1 cái
- Beaker 100ml	1 cái	- Cuvert	1 cái
- Pipet 10ml	1 cái	- Spectrometer	1 cái
- Pipet 25ml	1 cái		

III. HOÀN CHÁM:

- Ti^{4+} 0.05mg/mL
- H_2O_2 3% pha trong nước cất
- H_2SO_4 1%.

Dung dịch Ti^{4+} tiêu chuẩn Ti^{4+} 0.05 mg/ml: cân 0.4167 g TiO_2 cho vào cốc chịu nhiệt. Thêm 2,5 ml $(NH_4)_2SO_4$ + 27,5ml H_2SO_4 (d=1,12), đun cho tan hết. Nếu người chuyển vào bình rửa mỗi 250ml. Thêm nước cất để vạch mỗi ta rất dễ dung dịch Ti^{4+} 1mg/ml. Pha loãng 20 lần dung dịch Ti^{4+} 1mg/ml để có dung dịch Ti^{4+} 0.05 mg/ml.

VI. TIẾN HÀNH:

1. Phương pháp dung công thức tính:

Chuyển mẫu xác định sang bình mỗi 100mL, tráng sạch có nhiều lần bằng H_2SO_4 1%, rồi rửa mỗi để rửa vạch cuối bằng H_2SO_4 1%.

Dung dịch so sánh: Lấy 25mL dung dịch mẫu vào bình mỗi 50mL, thêm 1mL H_3PO_4 rồi rửa, rửa mỗi bằng H_2SO_4 1%.

Dung dịch xác định: Lấy 25mL dung dịch mẫu vào 2 bình mỗi 50mL, thêm 2mL dung dịch chuẩn Titan 0,05 mg/mL vào mỗi trong hai bình, dung dịch này gọi là dung dịch mẫu. Thêm tiếp 3 mL H_2O_2 3%, 1mL H_3PO_4 rồi rửa và cho hai bình rửa mỗi bằng H_2SO_4 1%. Trộn đều dung dịch, để yên 15 phút rồi đo hấp thụ của các dung dịch mẫu ở $\lambda = 410nm$.

2. Phương pháp nội chuẩn:

Chuyển mẫu vào bình mỗi 100mL, tráng dung cụ rồi dùng dung dịch và tráng bằng dung dịch H_2SO_4 1%. Lấy các dung dịch mẫu rồi cho vào bình rửa mỗi bằng H_2SO_4 1% để rửa vạch mỗi.

Trong r̄eu dung d̄och, v̄ao 3 bình m̄oi t̄c 50mL r̄i ̄oc r̄inh soá1; 2; 3 m̄oi bình 25mL dung d̄och c̄an x̄ac r̄inh. Thēn v̄ao c̄ac bình trēa c̄ac thētich dung d̄och chuā 0,05mg Ti/mL lān l̄i ̄ōt lāō.0; 3.0; 5.0 mL thēn tiēp 1mL H₃PO₄ r̄am r̄āe v̄ao 5mL H₂O₂ 3% rōi r̄inh m̄oi t̄c r̄ēa v̄āch bāng dung d̄och H₂SO₄ 1%. Trong r̄eu dung d̄och, r̄ēāyēa 15 phut v̄āo m̄oi r̄ōāng cūa dung d̄och.

V. TÍNH TOÁN:

1. Phương pháp dung công thức tính

Tính toán bằng công thức:

$$C_x = C_a \frac{A_x}{A_{(X+a)} - A_x}$$

Trong r̄oi

- $A_{(X+a)}$: N̄ōh̄ap̄ thu cūa c̄ac dung d̄och thēn.
- A_x : N̄ōh̄ap̄ thu cūa c̄ac dung d̄och x̄ac r̄inh.
- C_a : Lī ̄ōng dung d̄och chuā thēn v̄ao bình m̄oi t̄c 50mL, tính bāng mg/mL.
- C_x : Lī ̄ōng Titan trong 25mL, m̄au x̄ac r̄inh, tính bāng mg/mL.

2. Phương pháp r̄ōāth̄ō

- Vēō r̄ōāth̄ō $A = f(C_a)$ rōi t̄ō r̄ōīt̄inh hām lī ̄ōng Titan cūa m̄au.
- Sō sānh gīō ã ph̄i ̄ōng ph̄ap̄ tính v̄ā ph̄i ̄ōng ph̄ap̄ r̄ōāth̄ō

C̄au h̄oi ch̄uan b̄i:

1. Ȳūgh̄a cūa viēc thēn H₂SO₄?
2. Viēc ph̄ān īng tāo ph̄i ̄c x̄ay ra, ch̄ō īng minh c̄ōng th̄ōc̄ tính tōan?
3. Ngōā b̄ānh h̄i ̄ōng cūa Fe³⁺ th̄i ph̄ēp x̄ac r̄inh trēa c̄ō c̄ōi b̄ōānh h̄i ̄ōng b̄ō̄yēa tōān̄ō kh̄ac? Taī sao?

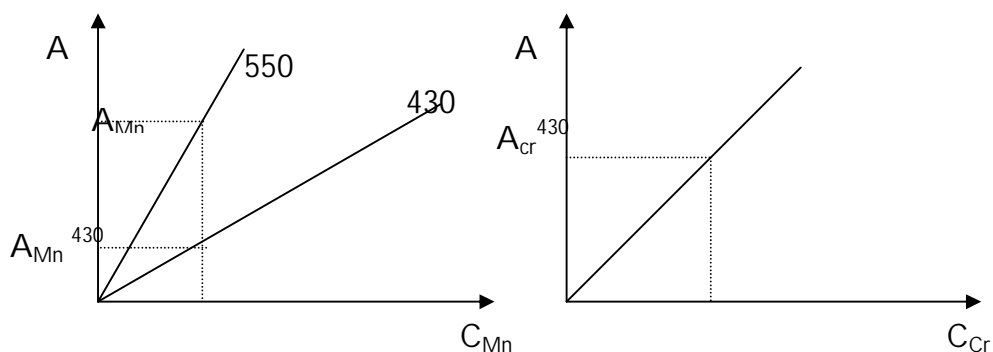
BÀI 3: XÁC ĐỊNH HỖN HỢP Mn^{2+} VÀ Cr^{3+} TRONG CUNG MỘT HẾT TRƯỚC TOÁN NỔ NỔNG CHUẨN

I. NGUYÊN TẮC:

Oxy hóa ion Cr^{3+} và Mn^{2+} thành $Cr_2O_7^{2-}$ và MnO_4^- bằng $(NH_4)_2S_2O_8$ (có $AgNO_3$ làm xúc tác) hoặc KIO_4 trong môi trường acid Sulfuric.

Tại $\lambda = 430nm$, các ion $Cr_2O_7^{2-}$ và MnO_4^- đều hấp thụ ánh sáng, nhưng tại $\lambda = 550nm$ chỉ có ion MnO_4^- hấp thụ. Như vậy hỗn hợp Cr và Mn có thể phân tích xác định bằng cách đo hấp thụ quang của hỗn hợp mà ở hai bước sóng trên.

Nếu tiêu độ đo ở bước sóng chuẩn $A_{550}^{Mn} = f(C_{Mn})$ và đo hấp thụ của hỗn hợp ở λ_{550} để xác định hàm lượng Mn trong hỗn hợp. Sau đó đo độ đo ở bước sóng chuẩn $A_{430}^{Mn} = f(C_{Mn})$ từ hàm lượng Mn trong hỗn hợp suy ra độ đo A_{430}^{Mn} . Ở bước hấp thụ của hỗn hợp tại λ_{430} , ta có $A_{430}^{Cr} = A_{430}^{hh} - A_{430}^{Mn}$. Độ đo ở bước sóng chuẩn $A_{430}^{Cr} = f(Cr)$, suy ra độ đo nồng độ Cr có trong hỗn hợp.



II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | | |
|----------------------|-------|----------------------|-------|
| - Bình rửa mỗi 100ml | 7 cái | - Pipet 10ml | 1 cái |
| - Beaker 100ml | 7 cái | - Bình tia | 1 cái |
| - Pipet ba 10ml | 1 cái | - Bóp cao su | 1 cái |
| - Pipet 2ml | 1 cái | - Cuvert nhỏ | 1 cái |
| - Cuvert | 1 cái | - Bếp điện | 1 cái |
| | | - Spectrophotometer. | 1 cái |

III. HOÀ CHẤT:

- Dung dịch chuẩn Cr^{3+} 0,5mg/mL: cân chính xác 9,803g $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ loại TKPT hòa tan trong 100mL nước cất rồi thêm 3- 5mL H_2SO_4 (d =1,84) vào bình rửa để bằng nước cất để 1L dung dịch Cr^{3+} 1mg/mL. Khi dùng pha loãng 2 lần.

BAI 4: XÁC ĐỊNH Pb^{2+} PHƯƠNG PHÁP CHIẾT TRẮC QUANG

I. NGUYÊN TẮC:

Ditizon (triphénylthiocarbazon) ký hiệu là H_2Dz là một thuốc thử hữu cơ có khả năng tạo phức chelat với nhiều kim loại, trong đó có chì. Phức của chì với H_2Dz không tan trong nước nhưng tan trong môi trường môi trường hữu cơ như $CHCl_3$, CCl_4 . Để biết, phức của chì với H_2Dz là có màu nên người ta dùng dung dịch khai thác này để chiết chì từ các mẫu H_2Dz là pha hữu cơ ở pH 8,5 - 9,5. Phức $Pb(HDz)_2$ có màu đỏ hấp thụ có $\lambda_{max} = 510nm$.

Khoảng nồng độ phức của Pb^{2+} tuân theo định luật Lambert-Beer là 0,08 - 3,2 $\mu g/mL$ trong CCl_4 hoặc $CHCl_3$. Dùng phương pháp so sánh, người ta xác định nồng độ mẫu là bằng cách so sánh.

Số ion trong mẫu số các kim loại như Bi^{3+} , Ti^{4+} , Sn^{2+} tại pH trên có thể ảnh hưởng tới quá trình hình thành phức amonicitrat, cyanur. Sn^{2+} với hàm lượng nhỏ có thể loại bỏ bằng cách oxyd hoá Sn^{2+} thành Sn^{4+} bằng hydroxylamin, hoặc cho phản ứng với ditizon.

Khi mẫu nước chỉ là lượng rất nhỏ các chất hữu cơ, cần phải vô cơ hoá bằng HNO_3 và $HClO_4$.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ :

- Bình rửa mẫu	1 cái	- Phễu chiết	125ml	3 cái	
- Pipet mẫu	10ml	1 cái	- Ống phễu	3 cái	
- Pipet	2ml	2 cái	- Giấy lọc	1 cái	
- Pipet	10ml	1 cái	- Bình tia	1 cái	
- Pipet	5ml	1 cái	- Bọt cao su	1 cái	
- Beaker	100ml	1 cái	- Bình rửa mẫu	25ml	3 cái
- Cuvert	thủy tinh	1 cái	- Ống đong	1 cái	

III. HOÀ CHẤT:

- Dung dịch chuẩn 100 $\mu g Pb^{2+}/mL$: hoà tan 0,1599g $Pb(NO_3)_2$ loại TKPT trong 200mL nước cất 2 lần + 10mL HNO_3 rửa rửa. Nồng độ mẫu bằng nước cất rửa 1000mL.
- Dung dịch Pb^{2+} loại 10 $\mu g/mL$: pha loãng 10 lần dung dịch vô cơ pha ở trên.
- Dung dịch ditizon trong $CHCl_3$: Hoà tan 100mL H_2Dz (0,1g) trong 50mL $CHCl_3$ rồi ngâm trong becher 150mL, lọc qua giấy lọc bằng vải, thu dung dịch lọc vào phễu chiết 250mL, rửa becher 2 lần, mỗi lần với 5mL $CHCl_3$. Thêm 100mL NH_4OH (1:99), lắc trong 1 phút, chờ pha loãng. Chuyển lọ hữu cơ qua phễu chiết, đổ nước trong phễu rửa, rửa lọ hữu cơ mỗi lần nước bằng 50mL dung dịch NH_4OH (1:99), rồi lọ hữu cơ, gọt pha nước, cho HCl (1:1) mỗi lần 4mL, trộn rửa, chờ rửa khí dung dịch khô màu đỏ cam nước. Sau đó dùng $CHCl_3$ chiết ditizon lại, chiết 4 lần, mỗi lần 25mL $CHCl_3$. Gọt

các lần chiech $\text{CHCl}_3 + \text{H}_2\text{Dz}$ vào bình rinh m \acute{u} c 1000mL, thêm CHCl_3 r \acute{e} a v \acute{a} ch m \acute{u} c, ta coidung d \acute{a} ch ditizon coih \acute{a} m l \acute{o} \acute{o} ng 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$. T \acute{o} \acute{a} dung d \acute{a} ch nay pha dung d \acute{a} ch ditizon 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ r \acute{e} a \acute{a} o \acute{u} dung.

- Dung m \acute{o} CHCl_3 lo \acute{a} i tinh khi \acute{e} a
- Dung d \acute{a} ch kh \acute{o} i Citrate - Cyanide: Ho \acute{a} tan 200g $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ (amonicitrate) + 10g Na_2SO_3 + 5g $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ + 20g KCN + n \acute{o} \acute{o} c ca \acute{e} r \acute{e} a 500mL. Dung d \acute{a} ch tre \acute{a} tro \acute{n} v \acute{o} i 1l \acute{i} t NH_4OH 25% (r \acute{a} m r \acute{e} a \acute{e}).
- Dung d \acute{a} ch HNO_3 1:4; dung d \acute{a} ch NH_4OH (1:99).

IV. TI $\acute{E$ N H \acute{A} NH:

1. V \acute{o} i m \acute{a} u n \acute{a} ivo \acute{a} c \acute{o} ho \acute{a} :

Chuye \acute{a} m \acute{a} u r \acute{a} o \acute{v} o \acute{a} c \acute{o} ho \acute{a} v \acute{a} o phe \acute{u} chiech 125mL. Tra $\acute{n$ g co \acute{a} 3 lần, m \acute{o} i lần khoảng 5 - 10 mL n \acute{o} \acute{o} c ca \acute{e} 2 lần. The \acute{n} 50mL dung d \acute{a} ch kh \acute{o} i citrate - cyanide. The \acute{n} 10mL dung d \acute{a} ch Ditizon, la \acute{e} 30 gi \acute{a} y, r \acute{e} a \acute{y} e \acute{a} cho t \acute{a} ch l \acute{o} p. T \acute{a} ch l \acute{o} p h \acute{o} \acute{u} c \acute{o} v \acute{a} o phe \acute{u} chiech kh \acute{a} c r \acute{a} cl \acute{a} m kho \acute{a} v \acute{a} s \acute{a} ch, tiep tu \acute{c} chiech cho r \acute{e} a khi coim \acute{a} o xanh lu \acute{c} cu \acute{a} Ditizon kho \acute{a} g thay r \acute{o} \acute{a} go \acute{p} ca \acute{c} pha \acute{n} dung m \acute{o} h \acute{o} \acute{u} c \acute{o} la \acute{i} , r \acute{o} \acute{a} pha \acute{n} h \acute{o} \acute{u} c \acute{o} ba \acute{e} g dung d \acute{a} ch NH_3 (1:99) hai lần, m \acute{o} i lần 15mL, sau r \acute{o} i ba \acute{e} g n \acute{o} \acute{o} c ca \acute{e} 2 lần. Chuye \acute{a} to \acute{a} bo \acute{a} l \acute{o} p dung m \acute{o} v \acute{a} o b \acute{i} n \acute{h} m \acute{u} c 25mL r \acute{a} cl \acute{a} m kho \acute{a} v \acute{a} s \acute{a} ch. Du \acute{a} g CHCl_3 r \acute{i} n \acute{h} m \acute{u} c, tro \acute{n} r \acute{e} u ro \acute{a} r \acute{o} \acute{o} l = 510nm, dung d \acute{a} ch so sa $\acute{n$ h la \acute{e} dung d \acute{a} ch CHCl_3 tinh khi \acute{e} a

2. V \acute{o} i m \acute{a} u kho \acute{a} g v \acute{o} ic \acute{o} ho \acute{a} :

Th \acute{o} \acute{a} g ga \acute{p} v \acute{o} i ca \acute{c} m \acute{a} u n \acute{o} \acute{o} c trong, kho \acute{a} g ca \acute{n} thie \acute{a} phai v \acute{o} ic \acute{o} ho \acute{a}

La \acute{y} 50mL m \acute{a} u n \acute{o} \acute{o} c cho v \acute{a} o phe \acute{u} chiech 125mL + 10mL HNO_3 1:4 + 25mL citrate-cyanide + 10mL Ditizon, sau r \acute{o} i tie \acute{a} ha $\acute{n$ h t \acute{o} \acute{o} ng t \acute{o} inh \acute{o} tre \acute{a} .

3. M \acute{a} u chua \acute{n} :

Chua \acute{a} b \acute{o} 2 m \acute{a} u chua \acute{a} sao cho m \acute{o} i m \acute{a} u coino \acute{a} g r \acute{o} al \acute{o} n h \acute{o} n v \acute{a} om \acute{a} u kia coi no \acute{a} g r \acute{o} anh \acute{o} i h \acute{o} n m \acute{a} u xa \acute{c} r \acute{i} n \acute{h} (SV t \acute{o} i \acute{t} nh to \acute{a} n). Tie \acute{a} ha $\acute{n$ h t \acute{o} \acute{o} ng t \acute{o} i \acute{v} av \acute{o} 2 dung d \acute{a} ch m \acute{a} u chua \acute{a} \acute{o} l = 510nm.

V. T \acute{I} NH TO \acute{A} N :

$$C_x = C_1 + \frac{(C_2 - C_1)}{A_2 - A_1} * (A_x - A_1)$$

T \acute{o} C_x v \acute{a} the \acute{a} ch m \acute{a} u la \acute{y} , t $\acute{i$ n \acute{h} ra ha $\acute{n$ l \acute{o} \acute{o} ng ch \acute{i} coitrong m \acute{a} u:

$$\text{mgPb/ml} = \frac{C_x * V}{1000}$$

C \acute{a} u ho \acute{i} chua \acute{n} b \acute{o} :

1. Quy trình xa \acute{c} r \acute{i} n \acute{h} , co \acute{a} g th \acute{i} c t $\acute{i$ n \acute{h} , v \acute{i} sao phai s \acute{o} \acute{u} dung ky \acute{o} thua \acute{a} so sa $\acute{n$ h 2 chua \acute{a} . T $\acute{i$ n \acute{h} ha $\acute{n$ l \acute{o} \acute{o} ng cu \acute{a} Pb^{2+} trong chua \acute{a} 1 v \acute{a} o?
2. Ch \acute{i} \acute{i} ng minh co \acute{a} g th \acute{i} c t $\acute{i$ n \acute{h} to \acute{a} n?

3. Nếu khác biệt giữa xác định Pb^{2+} và tổng hàm lượng các kim loại nặng trong mẫu nơ ôc. Giả sử dùng dịch mẫu chỉ chứa Cu^{2+} , nếu muối tính riêng Cu^{2+} thì hệ số chuyển đổi là bao nhiêu?

BÀI 5: XÁC ĐỊNH Bi^{3+} VÀ Cu^{2+} TRONG HỖN HỢP BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN NỐI TRƯỚC QUANG

I. NGUYÊN TẮC :

Chức năng của quang phổ hấp thụ của các ion trong dung dịch của mỗi quy trình chuẩn bị bằng cách theo dõi sự biến thiên của độ hấp thụ quang học của dung dịch trong khi chuẩn bị các ion trong dung dịch các ion khác thay đổi với nồng độ của độ hấp thụ mà của dung dịch. Với hỗn hợp Bi^{3+} và Cu^{2+} , ở pH = 2, phức của Bi^{3+} và Cu^{2+} với EDTA có các hệ số hấp thụ ở bước sóng 256 nm và 745 nm. Phức của Bi^{3+} với EDTA bền hơn phức của Cu^{2+} với EDTA nên trong quá trình chuẩn bị Bi^{3+} sẽ ưu tiên chuẩn bị. Nếu độ hấp thụ quang của dung dịch ở $\lambda = 745 \text{ nm}$. Khi Bi^{3+} tạo phức với EDTA thì mới độ hấp thụ quang của dung dịch không thay đổi nếu khi Cu^{2+} bắt đầu tạo phức với EDTA thì A tăng rõ rệt. Nếu khi Cu^{2+} thì A không tăng nữa.

Để xác định độ hấp thụ $A = f(V_{\text{EDTA}})$, ta xác định các điểm chuẩn trong với hàm lượng Bi^{3+} và Cu^{2+} .

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ :

- | | | | |
|----------------------------|-------|--------------|-------|
| - Bình rửa mỗi 100ml | 1 cái | - Buret 25ml | 1 cái |
| - Pipet bán 10ml | 1 cái | - Giấy lọc | 1 cái |
| - Pipet 10ml | 1 cái | - Bình tia | 1 cái |
| - Beaker 100ml | 1 cái | - Bóp cao su | 1 cái |
| - Cuvert nhỏ | 1 cái | - Muối | 1 cái |
| - Máy khuấy từ và cảm biến | | - pH kế | |
| - Spectrophotometer | | | |

III. HOÀ CHẤM :

- Dung dịch Bi^{3+} 0,05M: cân 19,745g $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ hòa tan trong 100mL nước cất rồi cho thêm 40mL HNO_3 đậm đặc. Sau đó thêm nước để đạt thể tích và đổ vào bình rửa mỗi 1L, tráng nhiều lần bằng nước cất 2 lần, rửa mỗi lần sạch.
- Dung dịch Cu^{2+} 0,05M: cân 2,48g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + nước cất rửa 1L.
- Dung dịch EDTA 0,1M: cân 37,224g EDTA dạng muối $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hòa vào 100mL nước, đun nhẹ cho tan. Nếu người, chuyển vào bình rửa mỗi 1L và rửa mỗi lần sạch.
- Acide chloroacetic dạng rắn.
- Dung dịch NaOH 5N.

IV. TIẾN HÀNH:

Huỷ 5mL dung dịch Bi^{3+} 0,05M và 5mL Cu^{2+} 0,05M cho vào cốc 250mL. Thêm nước cất để thể tích khoảng 100mL cho thêm 2g acid cloroacetic rắn. Thêm từ từ dung dịch NaOH 5N để chỉnh về $1,2 < \text{pH} < 2,5$ bằng pH kế (nếu $\text{pH} < 4$ phản ứng chưa ổn định do phản ứng kết tủa các phosphate, nếu $\text{pH} > 2,5$ ion Bi^{3+} bị thủy phân). Chuẩn dung dịch trên bằng EDTA 0,1M. Cứ 10 sau mỗi mL EDTA thêm vào, dung dịch rồi để khuấy mạnh bằng khuấy từ vào cho vào Cuvet để đo độ hấp thụ ở $\lambda = 745 \text{ nm}$. Dung dịch sau mỗi khi đo quang rồi để trở lại vào becher. Về độ chính xác của phép đo độ quang A theo V_{EDTA} thêm vào.

V. TÍNH TOÁN:

Từ độ chính xác của V_{EDTA} để ông rồi ông cũng với 2 ion, từ đó tính nồng độ mol và hàm lượng của chúng có trong dung dịch, lưu ý số pha loãng:

$$A = A_{\text{no}} * \frac{V + 100}{100}$$

Câu hỏi chuẩn bị:

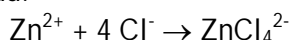
1. Vì sao phải hiệu chỉnh mẫu độ quang sau mỗi lần đo, nếu không cần chỉnh mà vẫn giảm sai số thì dùng cách nào? Phải thực hiện ra sao?
2. Trình bày vai trò của ion Ca^{2+} và Mg^{2+} trong bảo thủ của tập. Tại sao chọn acid cloroacetic làm thành phần acid trong dung dịch đệm?
3. Nếu hỗn hợp có chứa Fe^{3+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} thì có thể xác định riêng hàm lượng từng ion theo phương pháp trên không? Bằng cách nào?

PHẦN II PHƯƠNG PHÁP SẮC KỶ

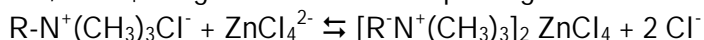
BÀI 6: XÁC ĐỊNH Zn^{2+} TRONG HỖN HỢP CÁC ION Zn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} TRÊN CATIONIT BAZÔ MẠNH

I. NGUYÊN TẮC:

Các ion trên tạo phức bền với Cl^- , phức bền của phức tùy thuộc vào nồng độ của ion Cl^- trong dung dịch. Zn^{2+} tạo phức bền với Cl^- ở nồng độ Cl^- khoảng 0,5 - 2 N, theo phản ứng sau:



Các ion khác không tạo phức với Cl^- ở khoảng nồng độ Cl^- như trên. Anionit có dạng $R-N^+(CH_3)_3Cl^-$ và Cl^- có khả năng trao đổi với các anion khác. Khi rửa hỗn hợp mẫu lên cột, $ZnCl_4^{2-}$ bị giải hấp trên cột theo phản ứng:



Giải hấp Zn^{2+} trên cột bằng nước cất và rửa Zn^{2+} bằng EDTA với chất thò NET ở pH = 10

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Buret 25ml	2 cái	- Beaker 100ml	1 cái
- Pipet 10ml	1 cái	- Erlen 250ml	1 cái
- Pipet 5ml	1 cái	- Giấy lọc	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Ống rộng 100ml	1 cái
- Bóp cao su	1 cái	- Muối	1 cái
- Kẹp cao su	1 cái	- Nước thủy tinh	1 cái

III. HOÀ CHẤT:

- | | |
|---------------|-----------------------------|
| - HCl 2N | - Nấm NH_3 pH = 10 |
| - EDTA 0,01 N | - Chất thò Ecrichrom ren T. |

IV. THỰC HÀNH:

1. Chuẩn bị cột:

- Cho anionit vào cột, rửa cột và rửa sạch cột bằng nước cất
- Cho 30 mL HCl 2N vào cột để tạo ra cột dạng R-Cl, chỉnh toả rửa chảy của buret từ 40 ÷ 60 giọt/ phút.

2. Chuẩn bị mẫu:

- Mẫu rửa ở cột cho vào dung dịch HCl 2N (10mL mẫu + 10 mL HCl 2N).

- Cho mẫu qua còi trong khi rỗng van giữ đoá rỗng của buret nhỏ cuộ khi mẫu chảy rã gài vách nhỏ ả, cho vào còi 20mL HCl 2N, rã khi khôg có Fe^{3+} (Thử bằng $K_4Fe(CN)_6$).
- 3. Giai hấp Zn^{2+} vào xác nòn:
- Giai hấp Zn^{2+} trên còi bằng nòn cá Thu dung dòn vào erlen cho tòi khi hã Zn^{2+} .
- Chూ rã dung dòn Zn^{2+} thu rã nòn bằng EDTA 0,01 N tại pH = 10, chã thò Erichrom rên T (rõnho → xanh chảm).

V. TÍNH TOÁN:

Sinh viã tòi rã ra công thò tính toán, hãm lòn óng Zn^{2+} trong mẫu qui về ròn vòmol/lít.

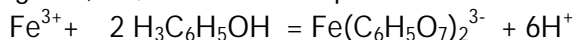
Câu hỏi chuẩn bị:

1. Trình bày nguyên tã xác ròn Zn^{2+} tòi đơn hỏp bằng kỹ thuật sã ký trao rã ion.
2. Quy trình xác ròn Zn^{2+} tòi đơn hỏp bằng kỹ thuật sã ký trao rã ion. Lãm sao rã biã Zn^{2+} rã rã nòn giai hấp hã?
3. Vai trò lòn óng của tòi óng chã rã nòn sã dùng trong bả thí nghiệm. Cũ thể thay chã thò Erichrom T bằng chã thò khác rã nòn khôg? Khi rã pH chూ rã bao nhiêu, kỹ thuật chూ rã theo phò óng pháp gì? Cũ chĩn xác nòn ả khôg?
4. Neã khi giai hấp Zn^{2+} bằng nòn cá cũ lãn nhiều ion Ca^{2+} và Mg^{2+} , cũ thể khã phức bằng cách nào khi bã buóc sã dùng nòn cá này mà vẫn hãn chã sai số?

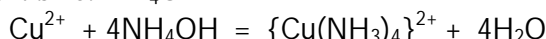
BAI 7: XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG Cu^{2+} TRONG HỖP Cu^{2+} VÀ Fe^{3+} TRÊN CATIONIT ACID MẠNH NH_4^+

I. NGUYÊN TẮC:

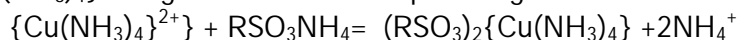
Trong môi trường dung NH_4OH , acid citric tạo phức với Fe^{3+} theo phản ứng:



Ion Cu^{2+} tạo phức với NH_4OH :

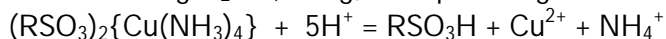


Cột cationit có dạng RSO_3NH_4 và có khả năng trao đổi ion NH_4^+ với các cation khác. Nhờ vậy khi rửa hỗn hợp $\{\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\}^{2+}$ và $\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2^{3-}$ hấp thu qua cột sẽ có $\{\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\}^{2+}$ bõgió đi trên cột theo phản ứng:



Còn lại ion phức $\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2^{3-}$ rơi ra khỏi cột.

Giải hấp Cu^{2+} trên cột bằng H_2SO_4 loãng, ta có phản ứng:



Chứa Cu^{2+} thu được ở bước phân hủy - thiosulfat.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Buret 25ml	2 cái	- Beaker 100ml	1 cái
- Pipet 10ml	1 cái	- Erlen 250ml	1 cái
- Pipet 5ml	1 cái	- Giấy rỗ	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Ống rộng 100ml	1 cái
- Bóp cao su	1 cái	- Muỗng	1 cái
- Kepp cao su	1 cái	- Nồi thủy tinh	1 cái

III. HOÀ CHẤT :

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01M.
- H_2SO_4 4N
- Acid citric 10%.
- Nhựa cationit acid mạnh
- KI 10%.
- Chất thiosulfosalisilic 0,1%.
- Dung dịch $\text{K}_4\{\text{Fe}(\text{CN})_6\}$.

IV. THỰC HÀNH :

1. Chuẩn bị cột:

- Cho nhựa cationit acid mạnh vào cột, rửa sạch cột bằng nước cất
- Cho 30mL dung dịch NH_4OH (1:1) vào cột để tạo ra cột dạng RSO_3NH_4 , chỉnh toả rửa buret lần 0 giới / phút.

2. Chuẩn bị mẫu và xác định:

- Cho vào becher 10mL dung dịch acid citric 10% và 10mL dung dịch NH_4OH (1:1) và một thể tích chính xác của dung dịch mẫu ($V_{\text{mẫu}} = 10\text{mL}$)
- Nối a mẫu lên cốc trong khi vẫn chỉnh buret nhỏ trên, khi mẫu chảy hết vài vạch nhỏ thì tiếp tục cho vào dung dịch hỗn hợp NH_4OH (1:1) và acid citric 10%, rồi đổ cốc vào bình dung dịch này rồi khi dung dịch chảy ra khỏi cốc không có Fe^{3+} (thử bằng acid sulfosalisilic 1%)

3. Cách thổi

- Cho vào becher 2 giọt dung dịch acid sulfosalisilic 0,1% + 2 giọt H_2SO_4 4N, thổi 1,2 giọt dung dịch chảy ra từ buret, nếu thấy dung dịch trong becher có màu hồng tím thì khi thổi vào có Fe^{3+} , nếu không màu chỉ có Fe^{3+} .
- Giải hấp Cu^{2+} và các ion khác bằng cách đun sôi trong bình theo phương pháp - thiosulfat.
- Thêm H_2SO_4 từ từ vào cốc, thổi dung dịch chảy ra từ buret vào một erlen sạch và tiếp tục thổi vào bình dung dịch acid trên rồi khi dung dịch qua cốc thấy Cu^{2+} (thử bằng $\text{K}_4\{\text{Fe}(\text{CN})_6\}$, nếu có Cu^{2+} , dung dịch xuất hiện màu nâu đỏ).
- Thêm 5 ml KI 10% vào dung dịch Cu^{2+} ở erlen và thu rồi ở cốc, rửa vào trong toàn bộ phễu, sau rồi rửa bình dung dịch này bằng $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01N..

V. TÍNH TOÁN:

Sinh viên tự trình bày ra công thức tính toán, kết quả xác định Cu (II) qui về nồng độ $\mu\text{mol/L}$.

Câu hỏi chuẩn bị:

1. Trình bày nguyên tắc xác định. Việc này phù hợp với định luật bảo toàn khối lượng của Cu^{2+} bằng phương pháp iod?
2. Trình bày quy trình xác định Cu^{2+} . Công thức tính qui về nồng độ $\mu\text{mol/L}$, g/l. Nếu không sử dụng axit citric thì điều gì xảy ra? Vai trò của NH_4OH ?
3. Vai trò của định hòa tan của các ion. Vì sao dung dịch thu rồi ở cốc sau khi giải hấp Cu^{2+} bằng H_2SO_4 4N cần phải điều chỉnh pH và pH cần điều chỉnh là bao nhiêu? Vì sao cần phải thêm KSCN vào trong quá trình chuẩn bị?

BÀI 8: TÁCH VÀ XÁC ĐỊNH CÁC HALOGEN BẰNG SẮC KỶ ION SỎI DUNG DETECTOR NÓI DÀN

I. NGUYÊN TẮC:

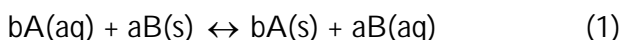
1. Cơ chế tách anionit:

Các cột tách ion có chứa pha tĩnh là các hạt trao đổi cation (cationit) hoặc anion (anionit), gọi chung là các hạt ionit. Hầu hết các ionit đều chế tạo bằng cách dung phân ứng hòa hoặc gắn các gốc trao đổi ion lên các vòng benzen của polyme trong hợp polystyren-divinylbenzen hoặc của oxit silic có ghép các gốc hiđrô. Đối với các cationit, gốc trao đổi ion là nhóm axit sulfonic (SO_3^-H^+), trong khi đối với các anionit, gốc trao đổi ion là nhóm amoniun terti ($\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-$). Các ionit làm từ oxit silic thường được dùng trong sắc ký lỏng cao áp vì nó có thể chế tạo được áp suất lớn hơn các ionit làm từ polystyren-divinylbenzen.

Hiện năng của cột sắc ký lỏng lớn khi các hạt ionit có hình cầu, nhỏ trong nhà van ở độ nhỏ đều trong cột. Dung tích của pha tĩnh rất ít các cột chỉ bằng mili lít dung tích (mequiv) của ion có thể trao đổi trên khối lượng của pha tĩnh tính bằng gam.

2. Cơ chế

Các ion cần phân tích đều đi trong cột với các tốc độ khác nhau do đó sẽ tạo ra các ion như sau:



Trong quá trình tách, ký hiệu aq là pha lỏng (dung dịch), r là pha tĩnh (hạt ionit). Hằng số cân bằng K_B^A hay còn gọi là hằng số chọn lọc của cân bằng tách được biểu diễn như sau:

$$K_B^A = \frac{[\text{A}_s]^b [\text{B}_{aq}]^a}{[\text{A}_{aq}]^b [\text{B}_s]^a} \quad (2)$$

Biểu thức (2) cho thấy hằng số K_B^A càng lớn thì ion A sẽ đi nhanh hơn pha tĩnh càng nhiều. Một cách tổng quát, ái lực của mỗi ion với ionit sẽ càng lớn khi liên kết của ion càng lớn.

3. Cơ chế phân tích:

Sử dụng phương pháp sắc ký lỏng cao áp để phân tích.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

Máy sắc ký ion, detector nói dàn có hệ thống suppressor trao đổi bằng H_2SO_4 .

III. HÓA CHẤT:

- Pha lỏng: heptan NaHCO_3 2mM và Na_2CO_3 1.3mM pha trong nước cất lần.

- Chứa KCl, KBr, KI 10ppm (tích cho halogen), pha trong nước cất 2 lít.
- H₂SO₄ 20mM - dùng trong trao đổi suppressor.

IV. THỰC HÀNH :

- Khởi động máy sắc ký kiểm tra pha lỏng và các dung dịch trao đổi kiểm tra hoạt động của bơm.
- Trong việc kiểm bình thông thì dung dịch sẽ đi ra ống dẫn.
- Chọn hệ làm việc là suppressor anion. Kết nối hệ thống làm việc, khi rồi tiến hành hình thành thông việc kiểm làm việc của cột.
- Khuyết các các thông số như sau:
 - Áp suất cột khoảng vài MPa
 - Nhiệt độ trong khoảng 5 - 15 microS
- Chạy thông nên rửa khi tín hiệu ổn định (nhiệt độ khoảng 15microS), thì tiến hành fill loop và sau rồi 'inject' chuẩn và mẫu.
- Sau khi chạy, ghi nhận kết quả tín hiệu và xác định thông chuẩn từ ống dẫn là ống anion cần xác định.

Câu hỏi chuẩn bị:

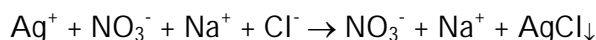
1. Các yếu tố ảnh hưởng đến việc xác định các halogen bằng phương pháp này?
2. Vai trò của hệ thống suppressor trong máy sắc ký?

PHẦN III CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH NIÊN

BÀI 9: CHUẨN NỐI Ag^+ BẢNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN NỐI NỐI ĐẠM

I. NGUYÊN TẮC:

Nếu thêm dung dịch NaCl vào dung dịch AgNO_3 cần xác định, ta sẽ có phản ứng sau:



Trong đó ion NO_3^- không thay đổi. Trừ đi thể tích riêng của ion Ag^+ ($\chi = 60$) sẽ bỏ thay thế bởi ion Na^+ ($\chi = 50$) nên chuẩn chung của dung dịch hồi bộ giảm xuống. Sau khi trừ đi thể tích riêng của ion Na^+ và ion Cl^- ($\chi = 76$). Về mặt thể tích $\chi = f(V)$ ta sẽ có thể tích mỗi thể tích của ion riêng của ion Ag^+ , từ đó xác định nồng độ chính xác của AgNO_3 .

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Pipet ba 10ml	1 cái	- Giá đỡ	1 cái
- Beaker 250ml	1 cái	- Ống rộng 100ml	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Máy khuấy từ	1 cái
- Bóp cao su	1 cái	- Cối	1 cái
- Buret	1 cái	- Máy rửa chuẩn cầm tay	1 cái
- Kẹp cao su	1 cái		

III. HOÀ CHẤM :

- Dung dịch NaCl 0,01N: cân chính xác 0,5844g NaCl TKPT sấy ở 180°C , hòa tan trong nước, định mức thể tích mỗi lít bằng nước cất hai lần.
- Dung dịch AgNO_3 0,01N: cân chính xác 1,6988g AgNO_3 TKPT hòa tan trong 100 mL HNO_3 2%, dung dịch định mức thể tích mỗi lít. Dung dịch bảo quản trong chai màu nâu.

IV. THỰC NGHIỆM :

1. Phương pháp chuẩn:

Chuẩn AgNO_3 bằng phương pháp Volhard hay phương pháp Mohr.

2. Phương pháp chuẩn:

Lấy 10 mL dung dịch AgNO_3 cần xác định vào becher 250 mL, thêm nước cất khoảng 100 mL, khuấy đều bằng máy khuấy từ. Thêm máy khuấy từ để yên.

dung dịch 30 giọt, rồi giải trừ iodat. Titrêmet cho xuống tới ng dung dịch NaCl, cho máy khuấy 60 giây, tắt máy khuấy 60 giây, rồi giải trừ iodat sau mỗi lần thêm vào.

Ngồi ng lại khi tổng thể tích $V_{\text{NaCl}} = 20 \text{ mL}$. Về đồ thị $\chi = f(V_{\text{NaCl}})$, từ đó xác định nồng độ của AgNO_3 .

V. TÍNH TOÁN:

Tính toán và so sánh kết quả tính với kết quả hai phương pháp trên, rút ra ý kiến về ưu nhược điểm của mỗi phương pháp.

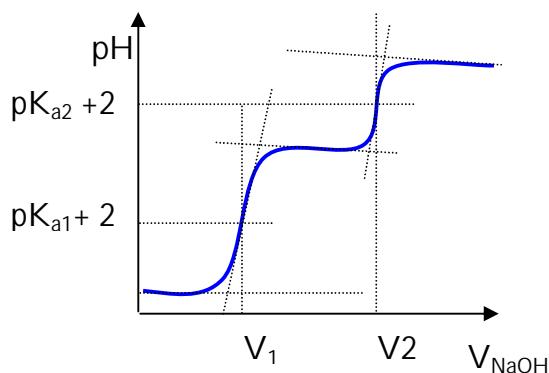
Câu hỏi chuẩn bị:

1. Định nghĩa quá trình chuẩn iodat Cl^- và giải thích. Viết công thức tính qui về mol/L và $\mu\text{g/L}$.
2. Nếu nồng độ Cl^- cao và độ ồn chưa ổn định thì ảnh hưởng đến kết quả như thế nào? Cách khắc phục? Có thể áp dụng phương pháp này để xác định hỗn hợp Cl^- , Br^- , I^- với nồng độ không?
3. Nếu thay đồ thị từ iodat thành đồ thị có dạng như thế nào? Trong phương pháp Mohr hiện nay có thể hiện rõ rệt không?

ta lấy, rồi dung dịch ở trong khoảng 30 giây, ghi giá trị pH. Bật máy khuấy từ ở trên khoảng 1mL dung dịch titrết xuống, khuấy trong khoảng 30 giây và để máy khuấy từ ở giá trị pH từ 0 đến 10. Lặp lại quá trình cho đến khi cách riêng từ 0 đến 10 thì nhả khoảng 2mL thì mỗi lần thêm khoảng 0,2mL, khi cách V_{tr1} khoảng 1mL, thì mỗi lần thêm 0,1mL. Sau khi qua riêng từ 0 đến 10 khoảng 1mL thì tăng thể tích mỗi lần thêm là 0,2mL, sau rồi tăng thể tích NaOH là 1mL cho đến khi cách riêng từ 0 đến 10 thì lại thực hiện như đã làm với nước 1.

Từ số liệu thu được vẽ đồ thị công $pH = f(V)$, từ đó tính $V_{tr1}, V_{tr2}, pK_{a1}, pK_{a2}$ và nồng độ của H_3PO_4 trong mẫu.

Biểu đồ có dạng sau:



V. TÍNH TOÁN

Lập công thức tính toán xác định pK_a và nồng độ của H_3PO_4 .

Câu hỏi chuẩn bị:

1. Vì sao không xác định được pK_{a3} ? Biểu đồ cách xác định $V_{tr1}, V_{tr2}, pK_{a1}, pK_{a2}$ từ đồ thị. Nếu biết hàm chuẩn rõ ràng, ta cần phải làm gì?
2. Theo lý thuyết ta có $V_2 = 2V_1$, nhưng trong thực tế thì $V_2 > 2V_1$, giải thích.
3. Vì sao phải chuẩn độ ở riêng của phốt pho trên so với phốt pho chuẩn độ khác? Giải thích sự biến đổi pH trên máy trong quá trình chuẩn độ?

BAI 11: XÁC ĐỊNH HỒN HỘP AXIT BẢNG CHUẨN NỘI TIÊN THEÁ- PHÂN ỜNG TRUNG HỒÁ

I. NGUYEN TẮC:

Khi trung hồá hồn hộp axit bằng một baz mạnh, pH tăng dần trong quá trình chuẩn độ và $pH = f(V)$ với V là thể tích chất chuẩn thêm vào, và đồ thị có dạng khác nhau tùy acid là axit yếu hay mạnh. Khi tới điểm tương đương, pH thay đổi rất nhanh theo thể tích axit thêm vào. Nếu chuẩn độ hồn hộp axit, nếu pK của các acid cách nhau hơn 4 đơn vị thì có thể chuẩn độ từng acid, để vẽ và pH ban đầu và pH cuối của axit yếu so với acid tương ứng. Để chuẩn độ NaOH tương ứng ta tính điểm tương đương của acid trong dung dịch.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Beaker 250ml 1 cái - Bóp cao su 1 cái
- Pipet 5ml 2 cái - Máy chuẩn độ nội tiến 1 cái
- Bình tia 1 cái

III. HỒÁ CHẤT:

- Hồn hộp acid gồm HCl, CH₃COOH - Dung dịch NaOH 0,1N
- Dung dịch H₂C₂O₄ 0,1N - Chất chỉ thị phenolphthalein

IV. THỰC HÀNH:

1. Chuẩn độ hồn hộp axit:

Chức năng	Yêu cầu	
MET pH	1 - 9	MET: monotonic Equivalence point titration: chuẩn độ liên tục các điểm tương đương. Chức năng pH chuẩn độ
Parameter		Các thông số dung dịch và các thông số máy
>titration parameter		>Các thông số chuẩn độ
V Step	0,2mL	Thiết lập dung dịch chuẩn độ thêm vào
Titr. Rate	Max mL/min	Vận tốc chuẩn độ là mL/ phút
Signal. Drift	10mV/min	Chỉ số cho giá trị trôi đi
Equilibr.time	52 s	Thời gian chờ đợi cân bằng
Start V	OFF	Thiết lập cho vận tốc khi tiếp nhận chuẩn độ sử dụng trong hồn hộp cần kiểm tra thời gian

Chọn chế độ máy	Yêu cầu	
Pause	0 s	Thời gian nghỉ sau khi cho vào mỗi thể tích rồi chọn lúc nào, thời gian này nhằm để khuấy trộn dung dịch.
Meas.input	1	Nếu vào của riêng có ở đó luôn luôn số
Temperature	25°C	Nhiệt độ chọn nhiệt độ phòng
> Stop condition		> Nhiều kiện ngừng
Stop V	Abs	Ngừng theo thể tích: ngừng chính xác
Stop V	12 mL	Qua thể tích này máy sẽ tự động ngừng chưa rồi
Stop pH	OFF	
Stop EP	9	Ngừng trên từ động rồi: chọn 9 trên từ động rồi.
Filling rate	Max.mL/min	Toá theo dung dịch chưa
>evaluation		> Nhanh giai
EPC	0,50	End point criterion: tiêu chuẩn cho trên chuẩn rồi
EP recognition	All	Nhiên từ động rồi rồi rồi thì ở nhận: tất cả Ghi nhận lại tất cả giai từ trên từ động rồi.
Fix EP pH	OFF	Nhà chính xác của trên cuối chuẩn rồi 1 theo pH

Sau rồi hút 5mL mẫu cho vào becher 250 mL, thêm vào 50mL nước cất cho cái để khuấy bằng cái để khớp Start và theo đó để khuấy chuẩn rồi

2. Chuẩn bị lại nồng độ NaOH bằng H₂C₂O₄ 0,1N:

Cho 5 mL dung dịch H₂C₂O₄ 0,1N vào becher, lặp lại quá trình chuẩn rồi từ động từ in hồ trên, không cần thay đổi chế độ máy. Nhập số để vào ra để quá

V. TÍNH TOÁN:

Ghi lại từ động cấp giai từ thể tích V_{NaOH} - pH để xác định rồi ở công chuẩn rồi về rồi ở công chuẩn rồi để xác định trên trên từ động rồi ở, so sánh để quá từ rồi ở trên máy.

Câu hỏi chuẩn bị:

1. Dùng để hò giai thích dùng của rồi hò
2. Tính toán giai từ pH từ động rồi ở theo lý thuyết rồi vào với mỗi naó.
3. Khi chuẩn rồi H₂C₂O₄ bằng NaOH thì máy ghi nhận rồi ở bao nhiêu trên từ động rồi ở?

BÀI 12: XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ Cl^- , I^- BẰNG CHUẨN NHIÊN THỂ – PHẢN ỨNG KẾT TỤA

I. NGUYÊN TẮC :

- Cl^- , I^- được chuẩn bị bằng dung dịch $AgNO_3$, dùng số ít thay vào thể tích của điện cực Ag nhưng vào dung dịch ta xác định nồng độ điện tử. Tại điện tử dùng số ít thay vào ngoài thể tích.
- Phản ứng chính trong phòng pháp là phản ứng chuẩn bị kết tủa sau:

$$Cl^- + Ag^+ = AgCl \downarrow$$
- Điện cực sử dụng ở đây là điện cực Ag , ta có phản ứng điện cực:

$$Ag^+ + 1e^- = Ag$$

$$E_{Ag} = E_{Ag}^0 + 0.059 \lg [Ag^+] = E_{Ag}^0 + 0.059 \lg T_{AgCl} - 0.059 \lg [Cl^-]$$
- Khi nồng độ của Cl^- giảm làm cho thế của điện cực Ag tăng. Thử chiếu xạ của điện tử để giải trừ U của hai điện cực, nồng độ điện cực so sánh có thể đo được nồng độ ta quan tâm về điện cực chuẩn.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ :

- | | | | |
|--------------------|-------|-------------------------|-------|
| - Beaker 250ml Anh | 1 cái | - Bóp cao su TQ | 1 cái |
| - Pipet ba 5ml TQ | 2 cái | - Máy chuẩn bị điện thế | 1 cái |
| - Bình tia Anh | 1 cái | - Điện cực kết hợp Ag | 1 cái |

III. HOA CHẤT:

- Hỗn hợp halogen gồm:
 - + $KCl \approx 0,01M$ ($pT_{AgCl} = 9,77$)
 - + $KI \approx 0,01M$ ($pT = 16,1$).
- $AgNO_3$ 0,01M

IV. THỰC HÀNH:

- Chọn chế độ máy (yên tĩnh để đo giá trị ổn định).
- METU 3 - 1
- Parameters
- >titration parameters
- V step 0,1 mL
- Titr.rate max mL/min
- Signal drift 10 mV/min
- Equibr.time 52 s
- Start V OFF
- Pause 0 s
- Meas.input 1
- Temperature 25,0
- >stop conditions
- Stop V abs

- Stop V 12 mL
- Stop EP 9
- Filling rate max mL/min
- >evaluation
- EPC 30 mV
- EP recognition all
- Fix EP 1U OFF mV

Sau rồi hút 5mL mẫu hỗn hợp halogenua cho vào becher 100mL, thêm vào 5 mL HNO₃ 2N, khoảng 50mL nước cất. Cho cài đặt vào và khuấy đều dung dịch. Nhưng hãy cẩn thận với cốc vào, nhấn start và theo dõi kết quả của nó.

V. TÍNH TOÁN:

Ghi lại tổng cộng giá trị $E - V_{Ag+}$ phản ứng dùng rồi tổng cộng của nó về tổng cộng của nó phản ứng rồi nhân với tổng rồi tổng, so sánh với kết quả thu được trên máy.

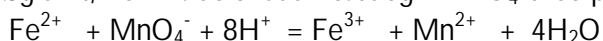
Câu hỏi chuẩn bị:

1. Giữa hai ion trên thì ion nào là ion của nó? Giải thích.
2. Ngoài phản ứng phản của nó phản ứng, có thể sử dụng các phản ứng phản của nó khác phản ứng rồi hỗn hợp I⁻, Cl⁻ là ion của nó? Ở u và nó là của nó phản ứng phản.
3. Trong của nó phản ứng phản ứng phân ứng kết quả, tại phản ứng rồi tổng ta thì tổng gặp trong cái nào? Nếu phản ứng phản.

BÀI 13: XÁC ĐỊNH HẠM LÖÔNG Fe²⁺ BẰNG CHUẨN NỐI TIẾP THEO PHẢN ỨNG OXY HÓA KHỬ

I. NGUYÊN TẮC:

Trong môi trường axit, Fe²⁺ bị oxi hóa bằng KMnO₄ theo phản ứng:



Sử dụng phương pháp điện thế để nghiên cứu phản ứng oxi hóa khử của điện cực chuẩn và điện cực chuẩn khác trong dung dịch.

Điện cực chuẩn là điện cực Pt.

Theo biểu thức Nernst, điện thế của điện cực chuẩn có thể viết như sau:

$$E = E^0 + 0.059/n \cdot \lg [Ox]/[Kh]$$

Trong trường hợp này, dung dịch chuẩn là hệ Fe³⁺/Fe²⁺ nên điện thế của điện cực chuẩn tính theo:

$$E = E^0_{Fe} + 0.059 \cdot \lg [Fe^{3+}]/[Fe^{2+}]$$

Sau phản ứng, dung dịch chuẩn là hệ MnO₄⁻/Mn²⁺, ta có:

$$E = E^0_{MnO_4^-/Mn^{2+}} + 0.059/5 \cdot \lg [MnO_4^-]/[Mn^{2+}]$$

Từ đây ta thấy khi qua phản ứng, điện thế của hệ chuẩn thay đổi rất nhanh của điện thế của điện cực chuẩn trong dung dịch.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | | |
|--------------------|-------|---------------------------|-------|
| - Beaker 250ml Anh | 1 cái | - Bóp cao su TQ | 1 cái |
| - Pipet 5ml TQ | 2 cái | - Máy chuẩn độ điện thế | 1 cái |
| - Bình tia Anh | 1 cái | - Điện cực kết hợp kép Pt | 1 cái |

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch Fe²⁺ 0,02N: hòa tan 7,8426 g muối Mohr (P_A) vào nước cất cho thêm 1mL H₂SO₄ rồi rót vào bình 1 lít, pha loãng dung dịch này làm 10 lần để có dung dịch Fe²⁺ 0,02N.
- Dung dịch H₂SO₄ 0,5N
- Dung dịch KMnO₄ 0,02N

IV. THỰC HÀNH:

1. Chuẩn mẫu:

Chọn chế độ máy:

- | | |
|--------------------------|-------|
| MET U | 5 - 5 |
| - Parameter | |
| - >titration parameter | |
| - V step 0.1 mL | |
| - Titr.rate max mL/min | |
| - Signal drift 10 mV/min | |

- Equibr.time 52 s
- Start V OFF
- Pause 0 s
- Meas.input 1
- Temperature 25.0 C
- >Stop conditions
- stop V abs
- Stop V 7 mL
- Stop U OFF
- Stop EP 9
- Filling rate max mL/min
- >evaluation
- EPC 30 mV
- EP recognition all
- Fix EP1 U OFF mV.

Sau khi hút 5 mL mẫu cho vào becher 250ml, thêm vào 10 ml H_2SO_4 0,5N, thêm 50mL nước cất cho cái to vào và khuấy đều dung dịch. Nhưng khi tiến công vào máy start, theo dõi kết quả chuẩn rồi

2. Chuẩn lại nồng độ của $KMnO_4$:

Dùng $H_2C_2O_4$ để chuẩn lại nồng độ của $KMnO_4$, mẫu trừ ở nồng độ axit Sulfuric. Sinh viên không cần thay đổi chế độ máy.

V. TÍNH TOÁN:

Sinh viên ghi lại từ độ cực đại từ V - E của dòng điện công chuẩn rồi xác định điện thế của dòng điện của Fe^{2+} .

Câu hỏi chuẩn bị:

1. Nếu trong mẫu có chứa Cl^- thì phép xác định có bị ảnh hưởng không? Biện pháp khắc phục?
2. Phản ứng trên có vai trò ra như thế nào ở điện thế ban đầu nếu sẽ gây sai số ảnh hưởng nếu biện pháp xử lý?

BÀI 14: NÒNH LỒNG Pb^{2+} BẰNG PHƯƠNG PHÁP CỰC PHOẪNG VI PHÂN

I. NGUYÊN TẮC :

Trong cực phoảoảđiện dòng điện từ từ có bao gồm 2 thành phần: dòng khuếch tán từ cực tạo thành từ số i tham gia phản ứng điện cực của chất khử ở cực; thành phần thứ hai là dòng từ điện xuất hiện giữa bề mặt điện cực thủy ngân và dung dịch khảo sát, dòng này thay đổi nhanh và phụ thuộc vào bề mặt điện cực thủy ngân, dòng này gây nhiễu trên cực phoảoảđiện ảnh hưởng đến kết quả xác định. Nếu giới hạn dòng này, ngoài thể tích tính áp vào hai điện cực, người đo ta áp thêm một thể tích xung hoá để dòng song vuông rồi bắt đầu rồi dòng Faraday tại mỗi cực xung và tại mỗi cực điện cực thủy ngân bằng thiết bị chuyểa dùng. Cực phoảoảđiện từ từ có dạng peak, độ cao và chiều cao hoá điện tích peak để để xác định là độ cao và độ cao giải trở $E_{1/2}$ để xác định tính.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Máy cực phoảoảđiện VA Computrace.
- Hệ điện cực điện cực thủy ngân rồi vào điện cực so sánh calomen bão hoà.
- Tủ bảo ghi cực phoảoảđiện

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch Pb (II) tiêu chuẩn: hoà tan 1.599 g $Pb(NO_3)_2$ trong 200mL nước cất thêm 2mL dung dịch HNO_3 rồi thêm một ít bằng nước cất để 1 lít. Khi sử dụng pha loãng để điện dung dịch 20ppm.
- Dung dịch đệm acetat pH =5.

IV. THỰC HÀNH:

1. Lập dãy chuẩn:

Làm 5 ống nghiệm lấy 2; 4; 6; 8; 10 mL dung dịch Pb(II) 20ppm cho vào bình điện 100mL, thêm 5 mL đệm pH =5 và thêm một ít vào bình điện để nước cất. Nồng độ khí trong vòng 10 phút vào cực phoảoảđiện

2. Mẫu xác định:

Huỷ 5 ml mẫu cho vào bình điện 100mL, thêm 10ml đệm pH =5 và thao tác từ ống nghiệm rồi vào bình chuẩn.

- Khởi động máy.
- Nhấp chuột vào Start measurements.
- Nhấp chuột vào File/ load method
- Nhấp chuột vào Application notes.
- Chọn phương pháp
- Nhận chuột vào biểu đồ ứng working method specification

Chủ biên : ThS. Lê Hồ Thanh Hồng

Biên soạn : Bộ môn Phân tích

Hiệu chỉnh : Nguyễn Thu Giang

Số ấn bản in : Lê Hồ Thanh Hồng - Nguyễn Thò Cẩm Tú

Xong ngày 1.9.2004 tại khoa Hóa trí tuệ Cao đẳng Công nghiệp 4
