TRƯỜNG TRUNG CẤP QUỐC TẾ MEKONG

GIÁO TRÌNH

MÔN HỌC: LÝ THUYẾT HÓA PHÂN TÍCH

NGÀNH: Y SĨ, DƯỢC SĨ

TRÌNH ĐỘ TRUNG CẤP

Ban hành kèm theo Quyết định số…… /2022/QĐ-TCQTMK ngày … tháng … năm 2022 của Hiệu trưởng Trường Trung cấp Quốc tế Mekong

Thành phố Cần Thơ, năm 2022

TUYÊN BỐ BẢN QUYỀN

Tài liệu này thuộc loại sách giáo trình nên các nguồn thông tin có thể được phép dùng nguyên bản hoặc trích dùng cho các mục đích về đào tạo và tham khảo.

Mọi mục đích khác mang tính lệch lạc hoặc sử dụng với mục đích kinh doanh thiếu lành mạnh sẽ bị nghiêm cấm.

LỜI GIỚI THIỆU

Giáo trình **Lý thuyết Hóa phân tích** được biên soạn theo chương trình đào tạo dược sỹ trung cấp do Bộ Lao động Thương Binh và Xã hội ban hành, dùng làm tài liệu giảng dạy cho giáo viên và học tập cho học sinh dược trung cấp.

Giáo trình được biên soạn dựa trên mục tiêu, yêu cầu, nội dung và thời gian quy định trong chương trình giáo dục môn học **Hóa phân tích**. Nội dung bám sát được yêu cầu kiến thức cơ bản, chính xác khoa học, cập nhật vào thực tiễn Việt Nam.

Trong quá trình biên soạn, chúng tôi có thể mắc một số sai sót, rất mong nhận được ý kiến đóng góp của các bạn đồng nghiệp và học sinh để hoàn thiện giáo trình **Hóa phân tích**.

Cần Thơ, ngày 22 tháng 05 năm 2022

Tham gia biên soạn:

1. ThS. Nguyễn Ngọc Trâm
2. CN. Ngô Thị Tường Vy

MỤC LỤC

BÀI 1: ĐẠI CƯƠNG HÓA PHÂN TÍCH 1
BÀI 2: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM I, II 9
BÀI 3: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM II 13
BÀI 4: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM III 16
BÀI 5: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM IV 19
BÀI 6: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM V 23
BÀI 7: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM VI 26
BÀI 8: PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH THỂ TÍCH 29
BÀI 9 : ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP ACID – BASE 39
BÀI 10: ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP KẾT TỦA 43
BÀI 11: ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP OXY HÓA – KHỬ 47
TÀI LIỆU THAM KHẢO 55

GIÁO TRÌNH MÔN HỌC

Tên môn học: HÓA PHÂN TÍCH
Mã môn học: MH07
Thời gian thực hiện: 90 giờ (Lý thuyết: 28 giờ; Thực hành: 58 giờ; Kiểm tra: 04 giờ)

I.Vị trí, tính chất môn học

- Vị trí: Môn học cơ sở.
- Tính chất: Là môn học bắt buộc.

II. Mục tiêu

- Về kiến thức: Trình bày được các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng của cation và anion tác dụng với thuốc thử; Trình bày được các nguyên tắc, cách tiến hành, cách tính kết quả trong các phương pháp phân tích định lượng đã học; Trình bày được các nguyên lý, nguyên tắc của các dụng cụ và các bước tiến hành của các phương pháp phân tích dụng cụ cơ bản.
- Về kỹ năng: Tiến hành xác định được các cation và các anion trong dung dịch muối vô cơ đúng quy trình.

Về năng lực tự chủ và trách nhiệm: Rèn luyện được tác phong thận trọng chính xác, trung thực trong hoạt động nghề nghiệp.

III. Nội dung môn học

Nội dung tổng quát và phân bố thời gian

Số TT	Tên chương, mục	Thời gian (giờ)			
		Tổng số	Lý thuyết	Thực hành	Kiểm tra
1	Bài 1: Đại cương về hoá học phân tích	2	2		
2	Bài 2: Xác định Cation nhóm I, II	3	3		
3	Bài 3: Xác định Cation nhóm III, IV	5	5		
4	Bài 4: Xác định Cation nhóm V và Anion nhóm I	5	4		1
5	Bài 5: Phương pháp phân tích thể tích	5	5		
6	Bài 6: Định lượng bằng PP acid - base	5	5		
7	Bài 7: Định lượng bằng PP tạo tủa	5	4		1
8	Bài 1: Hướng dẫn sử dụng dụng cụ thủy tinh	2		2	
9	Bài 2: Tìm Cation nhóm IV, V	8		8	
10	Bài 3: Tìm Anion nhóm I	10		10	
11	Bài 4: Pha và định lượng dd NaOH	10		10	
12	Bài 5: Pha và định lượng dd KMnO4	10		10	
13	Bài 6: Pha và định lượng dd nước Oxy già 3%	10		10	

Số TT	Tên chương, mục	Thời gian (giờ)			
		Tổng số	Lý thuyết	Thực hành	Kiểm tra
14	Bài 7: Pha và định lượng NaCl bằng pp Mohr	10		8	2
	Cộng	**90**	**28**	**58**	**4**

IV. Điều kiện thực hiện môn học

– Phòng học chuyên môn hóa/nhà xưởng: Phòng lý thuyết, thực hành.
– Trang thiết bị máy móc: máy cassette, máy chiếu.
– Học liệu, dụng cụ, nguyên vật liệu: giáo trình, CD, phấn, bảng, viết.
– Các điều kiện khác: Mạng Internet.

V. Nội dung và phương pháp, đánh giá

1. Nội dung

– Về kiến thức: Trình bày được các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng của cation và anion tác dụng với thuốc thử; Trình bày được các nguyên tắc, cách tiến hành, cách tính kết quả trong các phương pháp phân tích định lượng đã học; Trình bày được các nguyên lý, nguyên tắc của các dụng cụ và các bước tiến hành của các phương pháp phân tích dụng cụ cơ bản.

– Về kỹ năng: Tiến hành xác định được các cation và các anion trong dung dịch muối vô cơ đúng quy trình.

– Về năng lực tự chủ và trách nhiệm: Có thái độ tự giác trong học tập, chủ động tham gia hoạt động nhóm, lớp, tuân thủ quy định về thời gian của giảng viên.

2. Phương pháp

– Kiểm tra thường xuyên: 1 điểm kiểm tra hệ số 1.
– Kiểm tra định kỳ: 1 điểm kiểm tra hệ số 2.
– Thi kết thúc môn học: Bài thi viết, sử dụng câu hỏi thi truyền thống kết hợp câu hỏi trắc nghiệm.

VI. Hướng dẫn thực hiện môn học

1. Phạm vi áp dụng môn học

Chương trình môn học được sử dụng để giảng dạy cho trình độ Trung cấp.

2. Hướng dẫn về phương pháp giảng dạy, học tập môn học

– Đối với giáo viên, giảng viên:
  + Sử dụng các trang thiết bị và hình ảnh để minh họa trực quan trong giờ học.
  + Môn học đi sâu vào kỹ năng thực hành, tuy nhiên sau mỗi bài học học sinh cần có bài tập về nhà để vận dụng kiến thức vào thực tiễn.
– Đối với người học: Người học cần chủ động nghiên cứu tài liệu, hoàn thành bài tập được giao và luyện tập ngoài giờ.

3. Những trọng tâm chương trình cần chú ý

Người dạy cần bám sát nội dung của chương trình chi tiết và thực tế tình hình diễn ra trong suốt quá trình giảng dạy để xác định những nội dung chính.

4. Tài liệu tham khảo

– Giáo trình của bộ môn Hóa Phân tích – kiểm nghiệm của Trường.
– Giáo trình Phân tích – kiểm nghiệm – Khoa Dược– ĐHYD tp HCM năm 2007.
– Dược Điển Việt Nam III-BYT, NXBYH, 2002.

BÀI 1: ĐẠI CƯƠNG HÓA PHÂN TÍCH

MỤC TIÊU

Sau khi học xong bài này Học Sinh phải:

- Trình bày được đối tượng, chức năng và phân loại của hóa học phân tích.
- Nêu được nội dung của hóa học phân tích.
- Giải thích được các bước thực hiện của quy trình phân tích.

NỘI DUNG

1.1 MỞ ĐẦU

Hóa phân tích là khoa học về các phương pháp xác định thành phần hóa học của chất và cấu trúc của các hợp phần có trong chất phân tích.Các phương pháp của Hóa phân tích cho phép xác định định tính một chất, nghĩa là có thể xác định xem chất phân tích được cấu tạo bởi những nguyên tố nào, nhóm chức nào, và phân tích xem các nguyên tố và các nhóm chức đó được sắp xếp và liên kết với nhau như thế nào (phân tích cấu trúc).

Hóa phân tích nghiên cứu các phương pháp phân tích định lượng, dùng các phương pháp đó để xác định thành phần định lượng của các nguyên tố, các hợp chất hóa học trong chất phân tích.

Nói về Hóa phân tích, người ta cho rằng đây là khoa học về các phương pháp và phương tiện của phân tích hóa học và trong mức độ nhất định xác định cấu trúc hóa học.Về phương tiện có thể hiểu đó là: dụng cụ, thuốc thử, chất chuẩn,…phương pháp và phương tiện của phân tích thay đổi thường đưa ra những hướng mới, sử dụng những nguyên tắc mới, cả những hiện tượng từ những lĩnh vực có từ xa xưa. Thí dụ, trong thực nghiệm phân tích hóa học hiện nay phương pháp vật lý giữ vai trò quan trọng đó là :phương pháp quang phổ và vật lý hạt nhân.

Cần phân biệt khái niệm “hóa học phân tích” và “phân tích hóa học”. Hóa phân tích là khoa học về các phương pháp phân tích, còn phân tích hóa học là những phương pháp được dùng trong thực tế để xác định thành phần hóa học của chất phân tích.

Người ta còn phân biệt khái niệm “kỹ thuật phân tích” và “phương pháp phân tích”.Kỹ thuật phân tích là dựa trên các hiện tượng khoa học để thu nhập thông tin về thành phần hóa học của chất phân tích. Thí dụ như kỹ thuật sắc ký lỏng hiệu năng cao, kỹ thuật cực phổ.Phương pháp phân tích là ứng dụng cụ thể của một kỹ thuật phân tích để giải quyết vấn đề phân tích. Phương pháp của phân tích đó là phương cách (cách) xác định, luận

chứng rõ ràng, đánh giá toàn diện có căn cứ để xác định thành phần của đối tượng phân tích.

1.2 CHỨC NĂNG CỦA HÓA PHÂN TÍCH HIỆN ĐẠI

Có thể chia ra làm 3 chức năng (lĩnh vực khoa học):

1.2.1 Giải quyết các vấn đề chung của phân tích

Ví dụ: phát triển và hoàn thiện những luận thuyết về các phương pháp phân tích.

1.2.2 Nghiên cứu các phương pháp phân tích

1.2.3 Giải quyết các nhiệm vụ cụ thể của phân tích

Ví dụ: sự thành lập chuyên ngành Hóa phân tích về thuốc phòng chống dịch bệnh.

Cấu trúc sâu của môn học này có thể chia ra phân tích định tính và phân tích định lượng. Phân tích định tính giải quyết vấn đề là các hợp phần nào có trong đối tượng phân tích, phân tích định lượng cho biết về hàm lượng của tất cả hay của từng hợp phần.

1.3 PHÂN LOẠI

1.3.1 Phân loại theo đường lối phân tích

- Tổng thể - Cục bộ
- Trực tiếp - Gián tiếp
- Phân hủy - Không Phân hủy
- Gián đoạn – Liên tục

1.3.2 Phân loại dựa theo thể tích và khối lượng chất phân tích

- *Phân tích thô*: lượng mẫu thử chất rắn 0,1 – 1 g, lượng mẫu thử dung dịch từ 1 – 100 ml.
- *Phân tích bán vi lượng*: lượng mẫu thử từ 0,01 - 0,1 g, dung dịch từ 0,1 - 0,3 ml.
- *Phân tích vi lượng*: lượng mẫu thử từ 10^{-3} – 10^{-2} g, dung dịch từ 10^{-2} – 10^{-1} ml.
- *Phân tích siêu vi lượng*: lượng mẫu thử từ 10^{-6} – 10^{-12}g, dung dịch từ 10^{-3} – 10^{-6} ml.

1.3.3 Phân loại dựa trên bản chất của các hợp chất của chất cần xác định

- **Phân tích đồng vị:**Chuyên ngành trong phân tích ít sử dụng, nhưng phân tích này thường dùng trong vật lý, mỏ, sinh học. Thí dụ như: xác định nước deuterium trong nước thường, cũng như của oxy "nặng" (đồng vị oxy 18) trong hỗn hợp với sự đồng vị phổ biến oxy 16. Phân tích đồng vị cần thiết khi nghiên cứu các nguyên tố nhân tạo.

- **Phân tích nguyên tố (nguyên tử - ion):**Phân tích những nguyên tố nào có trong

đối tượng nghiên cứu, hàm lượng là bao nhiêu.

- Phân tích phân tử: Đây là sự phát hiện và xác định hợp chất hóa học được đặc trưng bằng khối lượng phân tử xác định. Thí dụ: phân tích hỗn hợp khí, xác định trong không khí những thành phần chính (N_2, O_2, CO_2, O_3, khí trơ). Một trong những phương pháp phân tích phân tử người ta sử dụng phương pháp sắc ký.

- Phân tích nhóm chức: Đối với phân tích hóa hữu cơ còn có một dạng phân tích ở giữa phân tích nguyên tố và phân tử - đó là phân tích nhóm chức. Phân tích này trước hết xác định nhóm chức, nghĩa là xác định từng nhóm hữu cơ riêng biệt như nhóm carboxyl, hydroxyl, amin,…

- Phân tích chất: trong phân tích chất người ta xác định trong dạng nào có mặt hợp phần ta quan tâm trong đối tượng phân tích này và hàm lượng của những dạng này. Thí dụ: trong mức độ nào của sự oxy hóa có mặt nguyên tố As(III) hay As(V), trong trạng thái hóa học nào có mặt nguyên tố (thí dụ đồng trong khoáng chất có thể ở dạng oxyd hay sulfit hay hỗn hợp những hợp chất này). Phân tích chất có nhiều cái chung với phân tích phân tử hay tướng.

- Phân tích tướng (pha): Đó là phân tích đối tượng trong hệ dị thể. Thí dụ: sulfit và oxyd kẽm phân bố trong khoáng chất không đồng thể mà tạo những tướng khác nhau. Người ta dùng các phương pháp khác nhau để tách và xác định các hệ dị thể tham gia trong thành phần cấu trúc (các tướng) riêng biệt, khác nhau về tính chất, về cấu trúc vật lý và phân tách nhau bởi giới hạn bề mặt.

1.3.4 Phân loại theo bản chất của phương pháp

Xác định theo đặc tính của tính chất đo hay theo khả năng ghi nhận tín hiệu tương ứng.

Có thể chia ra:

- Phương pháp hóa học: Là phương pháp dựa trên những phản ứng hóa học. Thí dụ: phản ứng acid – base, oxy hóa – khử, kết tủa – hòa tan, tạo phức.

- Phương pháp hóa lý, vật lý: Phương pháp vật lý dựa trên những hiện tượng và quá trình vật lý như phương pháp quang phổ, phương pháp so màu, vật lý hạt nhân,…

- Phương pháp sinh học: Dựa trên những hiện tượng của cuộc sống (trao đổi chất, tăng trưởng, ức chế của vi sinh vật…), thí dụ như phương pháp phân tích vi sinh vật là dựa vào quá trình trao đổi chất của vi sinh vật. Bằng phương pháp vi sinh vật người ta

định lượng các thuốc kháng sinh, kháng nấm, vitamin,…

1.4 PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH VÀ PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG

1.4.1 Phân tích định tính

Phân tích định tính là xác định các nguyên tố, các ion, các phân tử có trong thành phần chất phân tích.

Để tiến hành phương pháp định tính người ta dùng nhiều phương pháp có bản chất khác nhau, các kỹ thuật, các đường lối khác nhau: Phương pháp hóa học, vật lý và hóa lý.

1.4.1.1 Phương pháp hóa học

Phương pháp hóa học là những phương pháp định tính dựa trên các phản ứng hóa học. Những phương pháp trong phân tích được sử dụng rộng rãi trong thực tế, phương pháp này không đòi hỏi trang bị phức tạp nhưng còn có một số nhược điểm là: trong trường hợp cần phải tách chất ra khỏi các tạp chất và phải tách ở dạng tinh khiết thường rất khó khăn, đôi khi không thực hiện được, không phát hiện được những lượng chất rất nhỏ.

1.4.1.2 Phương pháp vật lý và hóa lý

Phương pháp vật lý và hóa lý là những phương pháp dựa trên các tính chất vật lý của các chất cần phân tích.

Thí dụ: Sự nhuộm màu ngọn lửa đèn khí không màu thành màu đặc trưng do các hợp chất bay hơi của một số nguyên tố hóa học Na^+, K^+,…

Phương pháp so màu ngọn lửa: Ngọn lửa Na^+ có màu vàng, K^+ có màu tím, Ba^{2+} có màu xanh lục nhạt.

Phương pháp phân tích quang phổ hồng ngoại, phương pháp đo quang (quang phổ hấp thụ), phương pháp cực phổ, phương pháp sắc ký v.v…

Dùng phương pháp vật lý và hóa lý có thể tách được các nguyên tố mà chúng khó bị tách bởi các phương pháp hóa học, phương pháp vật lý và hóa lý có độ nhạy và độ chính xác cao nhưng phải có trang bị phức tạp, máy móc đắt tiền không phải tất cả các cơ sở đều trang bị được nên phương pháp hóa học vẫn đóng vai trò quan trọng trong công tác phân tích.

1.4.2 Phân tích định lượng

Phân tích định lượng cho phép xác định thành phần về lượng các hợp chất của hợp chất đã cho hoặc của hỗn hợp các chất. Khác với phân tích định tính, phân tích định lượng

cho khả năng xác định hàm lượng của các hợp phần riêng rẽ của chất phân tích hoặc hàm lượng chung của chất cần xác định trong chất nghiên cứu.

Các phương pháp dùng trong phân tích định lượng:

1.4.2.1 Phương pháp phân tích hóa học

- Phân tích trọng lượng (phân tích khối lượng):

Phương pháp này dựa vào phản ứng kết tủa các chất cần định lượng với thuốc thử. Kết tủa được tách ra khỏi dung dịch, rửa thật sạch rồi nung hoặc làm khô sau đó đem cân. Từ khối lượng của kết tủa ta xác định được khối lượng của chất cần định lượng

Phương pháp này mất nhiều thời gian nhưng khá chính xác.

- Phân tích thể tích (chuẩn độ):

Phương pháp này dựa trên sự đo thể tích dung dịch thuốc thử đã biết chính xác nồng độ cần dùng cho phản ứng với chất cần định lượng. Phương pháp này rất phổ biến, dựa trên các phản ứng trung hòa, tạo phức, tạo kết tủa, oxy hóa – khử,…

1.4.2.2 Phương pháp phân tích vật lý và hóa lý (phương pháp phân tích dụng cụ)

- Phương pháp phân tích vật lý

Các phương pháp phân tích định lượng cho phép xác định thành phần của chất cần phân tích không dùng đến các phản ứng hóa học. Để xác định thành phần chất cần phân tích có thể đo các chỉ số về các tính chất vật lý như: Hệ số khúc xạ, độ dẫn điện, nhiệt,…

- Phương pháp hóa lý

Các phương pháp phân tích dựa trên sự thay đổi tính chất vật lý của một hệ cần phân tích, sự thay đổi đó xảy ra do các phản ứng hóa học xác định. Các phương pháp vật lý, hóa lý thường dùng: các phương pháp sắc ký, các phương pháp đo quang, phương pháp điện hóa, cực phổ, điện di,…

1.5 CÁC BƯỚC THỰC HIỆN MỘT QUY TRÌNH PHÂN TÍCH

1.5.1 Mẫu thử - xác định đối tượng

Đầu tiên phải xác định rõ mục tiêu (cần những thông tin gì) và yêu cầu phân tích (định tính hay định lượng). Thu nhập thông tin về mẫu thử: bản chất, nguồn gốc, cách lấy mẫu, tình trạng mẫu và bảo quản mẫu.

1.5.2 Lựa chọn phương pháp

Lựa chọn phương pháp phân tích dựa trên những thông tin có trước như: cỡ mẫu phân tích, phương tiện phân tích, yêu cầu phân tích,… để đạt kết quả phân tích tốt phụ thuộc nhiều vào sự lựa chọn phương pháp.

1.5.3 Lấy mẫu thử

Đây là bước quan trọng nhất trong cả quy trình phân tích. Chọn mẫu đại diện có thành phần phản ánh đúng thành phần mẫu cần phân tích. Từ mẫu đại điện chọn và chuẩn bị mẫu làm thí nghiệm và phân tích theo yêu cầu.

1.5.4 Xử lý mẫu thử

Để phân tích, mẫu thử phải được xử lý là tách các chất cản trở ra khỏi hỗn hợp trước khi đo. Đây là giai đoạn quan trọng trong phân tích.

1.5.5 Tiến hành đo các chất phân tích

Sử dụng những dụng cụ, máy móc thích hợp để đo chất cần phân tích.

1.5.6 Tính toán - xử lý kết quả phân tích

Các dữ liệu thu được xử lý theo toán thống kê để đánh giá độ tin cậy của kết quả đo được. Các bước trên liên quan mật thiết với nhau và ảnh hưởng lẫn nhau. Trong thực tế, tùy theo từng trường hợp cụ thể, các bước tiến hành trên được đơn giản hóa hoặc bỏ qua một số bước, hoặc thực hiện đúng các bước trên.

1.6 MỐI QUAN HỆ GIỮA HÓA PHÂN TÍCH VỚI CÁC NGÀNH KHOA HỌC KHÁC.

Hóa phân tích không thể và không chỉ là một phần của ngành hóa học mà nó liên quan mật thiết với các ngành khác như : Vật lý và Kỹ thuật. Phân tích hóa học phần lớn dựa trên các thành tựu của quang phổ (quang học, phóng xạ…), vật lý hạt nhân và nhiều phần khác của vật lý.

Các phương pháp phân tích hóa học được sử dụng trên nền tảng các thành tựu của các ngành hóa khác như: lý thuyết về cân bằng hóa học, điện hóa, động hóa học, hóa vô cơ, hóa hữu cơ, hóa keo. Ngoài ra Hóa phân tích còn liên quan tới toán học và sinh học.

Như vậy có thể nói rằng Hóa phân tích là đặc trưng của khoa học gồm nhiều ngành, khoa học liên quan.

1.7 HÓA PHÂN TÍCH VỚI NGÀNH DƯỢC

Trong ngành Dược, Hóa học phân tích giữ vai trò quan trọng. Nó có mặt trong suốt quá trình sản xuất (kiểm nghiệm nguyên liệu, bán thành phẩm, và sản phẩm cuối cùng),

bảo quản, lưu thông và sử dụng thuốc. Các phương pháp phân tích sử dụng rất phong phú và đa dạng thuộc các lĩnh vực: vật lý, hóa học và sinh học. Hiện nay người ta còn quan tâm nhiều tới các phương pháp kiểm nghiệm dùng trong đối tượng sinh học, (thí dụ như phân tích máu, nước bọt, dịch não tủy, góp phần vào các nghiên cứu sinh dược học và dược động học).

1.8 ỨNG DỤNG VÀ HƯỚNG PHÁT TRIỂN CỦA HÓA PHÂN TÍCH

1.8.1 Ứng dụng

Hóa phân tích đóng vai trò quan trọng trong sự phát triển khoa học kỹ thuật và nhiều môn khoa học tự nhiên: Hóa học, địa chất, địa lý, khoáng vật học, vật lý, sinh học, sinh hóa, nông hóa, y dược học. Trong những lĩnh vực này để thực hiện các công trình nghiên cứu khoa học đều đòi hỏi phải áp dụng các phương pháp phân tích. Dựa vào các thông tin của phân tích hóa học mà các nhà địa chất tìm kiềm khoáng chất. Dựa vào kết quả phân tích máu các thầy thuốc chẩn đoán được tình trạng sức khỏe của con người. Sự định lượng các ion K^+, Ca^{2+}, Na^+ trong dịch tế bào động vật cho phép các nhà sinh lý học nghiên cứu vai trò của các ion này trong sự dẫn truyền luồng thần kinh cũng như trong cơ chế co và duỗi của các cơ. Các nhà hóa học giải thích các cơ chế phản ứng hóa học nhờ vào việc nghiên cứu vận tốc phản ứng, nhờ có các phương pháp phân tích hiện đại mà người ta tổng hợp được các chất hóa học mới,…

1.8.2 Hướng phát triển

Ngày nay với sự phát triển của khoa học kỹ thuật tiên tiến đòi hỏi chuyên ngành Hóa phân tích ngày một hoàn thiện, để đáp ứng nhu cầu trên Hóa phân tích tiến tới phải giải quyết được 5 vấn đề sau:

1.8.2.1 Xác định và giải quyết những khó khăn trong Hóa phân tích

Cần phải xác định các thông tin cụ thể (định tính, định lượng, tính chất, chức năng).

Xác định tình huống cụ thể.

1.8.2.2 Thiết kế một quy trình phân tích

Thiết lập tiêu chuẩn cho một quy trình phân tích (độ chính xác, độ đúng, độ nhạy, chi phí, quy mô thực hiện, tiến độ thực hiện…)

Xác định các yếu tố cản trở.

Lựa chọn phương pháp.

Thiết lập các tiêu chuẩn thẩm định.

Cách lấy mẫu.

1.8.2.3 Thực hiện và thu nhập dữ liệu

Kiểm định dụng cụ và trang thiết bị.

Chuẩn hóa thuốc thử.

Thu nhập dữ liệu

1.8.2.4 Xử lý dữ liệu

- Giảm hoặc biến đổi dữ liệu.
- Phân tích thống kê.
- Đánh giá kết quả.
- Biểu thị kết quả.

1.8.2.5 Thực hiện đánh giá của cơ sở bên ngoài

Kiểm tra đánh giá lại kết quả ở phòng thí nghiệm của cơ sở bên ngoài.

Tùy điều kiện thực tế, tình hình cụ thể của cơ sở có thể không giải quyết được ngay hết các vấn đề mà từng bước giải quyết tiến tới hoàn chỉnh như các yêu cầu đặt ra.

Hiện nay ở nước ta ngành Dược đang phát triển, các xí nghiệp Dược cổ phần trong nước và liên doanh đã ra đời, bên cạnh đó các phòng bào chế ở các khoa Dược các bệnh viện cũng phát triển không ngừng, ngoài ra các nguồn thuốc nhập khẩu cũng rất phong phú từ các nước phát triển và đang phát triển. Để đảm bảo chất lượng thuốc sản xuất và thuốc xuất nhập khẩu đến tay người tiêu dùng, công tác kiểm nghiệm thuốc ngày càng được quan tâm, vì vậy người Dược sĩ cần trang bị những kiến thức vững vàng về Hóa học phân tích. Ngoài công tác kiểm nghiệm thuốc, các công tác khác trong các phòng thí nghiệm hóa dược, dược lý, dược liệu, dược lâm sàng, sinh hóa, độc chất,…cũng đòi hỏi những kiến thức về Hóa học phân tích.

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1.Cho biết đối tượng của hóa học phân tích. Sự liên quan của hóa phân tích với ngành Dược và các môn khoa học khác.

2. Thế nào là phân tích định tính? Nêu các phương pháp phân tích trong phân tích định tính.

3.Nêu các phương pháp dùng để phân tích định lượng.

4.Trình bày các bước thực hiện của một quy trình phân tích.

BÀI 2: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM I, II

(Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+})

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Trình bày được tên, công thức hoá học của TT nhóm, TT của từng cation trong nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm I, II tác dụng với các thuốc thử đó và viết phương trình ion để minh hoạ ?
2. Thao tác đúng kỹ thuật thử và xác định cation nhóm I ?

NỘI DUNG CHÍNH

1. THUỐC THỬ NHÓM I.

1.1. Thuốc thử nhóm.

+ Thuốc thử nhóm của các cation nhóm I là dung dịch acid HCl 2N.

Các cation nhóm I tác dụng với HCl 2N tạo thành kết tủa trắng, các kết tủa này có tính chất khác nhau trong dung dịch amoni hydroxyd 10,0 % (NH_4OH 10,0%).

1.2. Phương trình phản ứng:

$Ag^+ + HCl = AgCl\downarrow + H^+$

AgCl tan trong dd NH_4OH 10,0%

$AgCl + NH_4OH = Ag(NH_3)_2Cl + 2H_2O$

$Pb^{++} + 2HCl = PbCl_2\downarrow + 2H^+$

$PbCl_2$ không tan trong dd NH_4OH 10,0%

$Hg_2^{++} + 2HCl = Hg_2Cl_2\downarrow + 2H^+$

Hg_2Cl_2 hoá đen trong dd NH_4OH 10,0%

Vì Hg_2Cl_2 tác dụng dung d ịch NH_4OH 10,0% tạo kết tủa đen, do:

$$Hg_2Cl_2 + 2NH_4OH = (NH_2Hg_2)Cl + NH_4Cl + 2H_2O$$

$$(NH_2Hg_2)Cl = (NH_2Hg)Cl\downarrow + Hg^0\downarrow$$

màu trắng màu đen

2. THUỐC THỬ CATION I

2.1. Thuốc thử của ion Ag^+ :

2.1.1. Kali cromat (K_2CrO_4)

Khi cation Ag^+ tác dụng với thuốc thử K_2CrO_4 tạo ra kết tủa đỏ thẫm.

- Phương trình phản ứng:

$$2Ag^+ + K_2CrO_4 = Ag_2CrO_4\downarrow + 2K^+$$

2.1.2. Kali iodid (KI)

Khi cation Ag^+ tác dụng với thuốc thử KI tạo ra kết tủa vàng nhạt.

- Phương trình phản ứng:

$$Ag^+ + KI = AgI\downarrow + K^+$$

2.1.3. Natri carbonat (Na_2CO_3): ion Ag^+ tác dụng với thuốc thử Na_2CO_3 tạo ra kết tủa trắng, để lâu hoá xám (do phân huỷ thành bạc oxyd).

- Phương trình phản ứng:

$$Ag^+ + CO_3^{--} = Ag_2CO_3\downarrow \text{ Màu trắng}$$

Để lâu trong không khí $Ag_2CO_3 \longrightarrow Ag_2O\downarrow + CO_2\uparrow$

Màu xám

2.2. Thuốc thử của ion Pb^{2+}

2.2.1 Amoni sulfur [$(NH_4)_2S$] hay hydrosufur (H_2S) : ion Pb^{++} tác dụng với TT Amoni sunfur (hoặc H_2S) tạo ra kết tủa đen.

- Phương trình phản ứng:

$$Pb^{++} + [(NH_4)_2)S] = PbS\downarrow + 2NH_4^+$$

$$Pb^{++} + H_2S = PbS\downarrow + 2H^+$$

2.2.2 Kali cromat : ion Pb^{2+} tác dụng với TT Kali cromat tạo ra kết tủa màu vàng , kết tủa này tan trong DD acid nitric, DD natri hydroxyd, không tan trong acid acetic.

- Phương trình phản ứng:

$$Pb^{++} + K_2CrO_4 = PbCrO_4\downarrow + 2K^+$$

2.2.3 Kali iodid: ion Pb^{2+} tác dụng với DD Kali iodid tạo ra kết tủa vàng tươi, tủa hoà tan trong nước nóng, khi để nguội lại kết tủa tinh thể màu vàng óng ánh.

- Phương trình phản ứng: (phản ứng mưa vàng)

$$Pb^{2+} + 2KI = PbI_2\downarrow + 2K^+$$

2.2.4 Acid sunfuric loãng (H_2SO_4 2N) : ion Pb^{2+} tác dụng với DD sulfuric 2N tạo ra kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$Pb^{2+} + H_2SO_4 = PbSO_4\downarrow + 2H^+$$

2.2.5 Natri carbonat : ion Pb^{++} tác dụng với TT Natri carbonat tạo ra kết tủa màu trắng.

2.3. Thuốc thử của ion Hg_2^{2+}

2.3.1. Amoni hydroxyd: ion Hg_2^{++} tác dụng với TT Amoni hydroxyd tạo ra kết tủa xám đen (Hg^o nguyên tố).

2.3.2. Kali cromat : ion Hg^{2+} tác dụng với TT kali cromat tạo ra kết tủa màu đỏ gạch.

- Phương trình phản ứng:

$$Hg_2^{++} + K_2CrO_4 = Hg_2CrO_4\downarrow + 2K^+$$

2.3.3.Kali iodid: ion Hg^{2+} tác dụng với TT kali iodid tạo ra kết tủa màu xanh lục, nếu dư TT KI thì chuyển sang màu đen (Hg^o nguyên tố).

- Phương trình phản ứng:

$$Hg_2^{2+} + 2KI = Hg_2I_2\downarrow + 2K^+$$

xanh lục

$$Hg_2I_2\downarrow + 2KI = Hg^o\downarrow + K_2[HgI_4]$$

Đen

2.3.4.Natri carbonat: ion Hg_2^{2+} tác dụng với TT Natri carbonat tạo ra kết tủa màu xám đen (Hg^o nguyên tố).

- Phương trình phản ứng:

$$Hg_2^{2+} + CO_3^{2-} = Hg_2CO_3$$

$$Hg_2CO_3 = HgO\downarrow + Hg\downarrow + CO_2\uparrow$$

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1.Trình bày tên, công thức hoá học của thuốc thử nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm I tác dụng với thuốc thử nhóm và viết phương trình ion minh họa ?

2.Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của các thuốc thử xác định ion Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+} và viết phương trình ion minh hoạ ?

3.Kể tên các thuốc thử giống nhau của ion Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+} và hiện tượng khác nhau khi các thuốc thử đó tác dụng với các ion Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+} ?

\

BÀI 3: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM II

(Ba^{2+} , Ca^{2+})

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Trình bày được tên, công thức hoá học của TT nhóm, TT cation, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm II tác dụng với các TT đó và viết phương trình ion để minh hoạ.
2. Kể được tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định cation Ba^{2+} , Ca^{2+} và viết phương trình ion để minh hoạ.
3. Thao tác đúng kỹ thuật thử cation nhóm II với các TT của chúng và xác định đúng cation nhóm II.

NỘI DUNG CHÍNH

1. THUỐC THỬ NHÓM

1.1. Thuốc thử nhóm

Thuốc thử nhóm của các cation nhóm II là dung dịch acid sulfuric 2N(H_2SO_4 2N). Các cation nhóm II tác dụng với dung dịch H_2SO_4 2N tạo thành kết tủa trắng. Trong các phản ứng này thì ion Ba^{2+} không cần điều kiện nào, còn ion Ca^{2+} cần môi trường aceton hoặc ethanol 70° làm xúc tác cho quá trình phản ứng xảy ra nhanh và rõ hơn.

1.2. Phương trình phản ứng:

$$Ba^{2+} + H_2SO_4 = BaSO_4\downarrow + 2H^+$$

Aceton hoặc Ethanol 70°.

$$Ca^{2+} + H_2SO_4 = CaSO_4\downarrow + 2H^+$$

THUỐC THỬ CATION

1.3. Thuốc thử của ion Ba^{2+} :

1.3.1. Kali cromat (K_2CrO_4): ion Ba^{2+} tác dụng với thuốc thử K_2CrO_4 tạo ra kết tủa màu vàng tươi, tủa này không tan trong dung dịch NaOH 2N và dung dịch acid acetic loãng (CH_3COOH loãng).

- Phương trình phản ứng:

$$Ba^{2+} + K_2CrO_4 = BaCrO_4\downarrow + 2K^+$$

1.3.2. Phản ứng voler: kết tủa ion Ba^{2+} dưới dạng muối bari sulfat bằng acid sulfuric trong môi trường thuốc tím ($KMnO_4$), tủa bari sulfat hấp phụ thuốc tím nên có

màu hồng. Sau đó dùng nước oxy già (H_2O_2) trong môi trường acid sulfuric để khử màu hồng tím của dung dịch, riêng tủa bari sulfat vẫn có màu hồng.

- Phương trình phản ứng:

$$Ba^{2+} + H_2SO_4 = BaSO_4\downarrow + 2H^+$$

$$5H_2O_2 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5O_2 + 8H_2O$$

$$2 \mid Mn^{+7} + 5e = Mn^{2+}$$

$$5 \quad O_2^- - 2e = O_2\uparrow$$

1.3.3. Natri carbonat (Na_2CO_3): ion Ba^{2+} tác dụng với thuốc thử Na_2CO_3 tạo ra kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$Ba^{2+} + Na_2CO_3 = BaCO_3\downarrow + 2Na^+$$

1.4. Thuốc thử của ion Ca^{2+}

1.4.1. Amoni oxalat $(NH_4)_2C_2O_4$: ion Ca^{2+} tác dụng với TT Amoni oxalat tạo ra kết tủa trắng, kết tủa này không tan trong CH_3COOH loãng, tan trong HNO_3, HCl, H_2SO_4 tùy theo nồng độ của từng acid mà mức độ tan của tủa này sẽ khác nhau.

- Phương trình phản ứng:

$$Ca^{2+} + (NH_4)_2C_2O_4 = CaC_2O_4\downarrow + 2NH_4^+$$

<u>Lưu ý :</u> Ion Ba^{2+} cũng tác dụng với dung dịch Amoni oxalat tạo kết tủa trắng, kết tủa này tan trong CH_3COOH loãng, HNO_3, HCl, H_2SO_4 tùy theo nồng độ của từng acid mà mức độ tan của tủa này sẽ khác nhau, do đó để tránh nhầm lẫn cần xác định ion Ba^{2+} trước

1.4.2. Natri carbonat : ion Ca^{2+} tác dụng với TT natri carbonat tạo ra kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$Ca^{2+} + Na_2CO_3 = CaCO_3\downarrow + 2Na^+$$

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1. Trình bày tên, công thức hoá học của TT nhóm, hiện tượng đặc trưng khication nhóm II tác dụng với TT nhóm và viết phương trình ion để minh họa ?
2. Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định Ba^{2+}, ion Ca^{2+} và viết phương trình ion để minh hoạ ?
3. So sánh sự giống nhau và khác nhau giữa ion Ca^{2+} và ion Ba^{2+} khi tác dụng với TT amoni oxalat, từ đó rút ra kết luận ?
4. Bạn điền các công thức hoá học hoặc từ, câu đúng vào các dòng tương ứng với các ion trong bảng sau:

Các ion / TT	Ba^{2+}	Ca^{2+}
H_2SO_4 2N...	.....	.....
K_2CrO_4...	.....	.....
F/ư Voler...	.....	.....
$(NH_4)_2C_2O_4$...	.....	.....
Na_2CO_3...	.....	.....

BÀI 4: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM III

(Zn^{2+} , Al^{3+})

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Trình bày được tên, công thức hoá học của TT nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm III tác dụng với các TT đó và viết phương trình ion để minh hoạ.
2. Kể được tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định cation Zn^{2+} , Al^{3+} và viết phương trình ion để minh hoạ.
3. Thao tác đúng kỹ thuật thử cation nhóm II với các TT của chúng và xác định đúng cation nhóm III.

NỘI DUNG CHÍNH

1. THUỐC THỬ NHÓM

1.1. Đặc tính chung:

Thuốc thử nhóm của các cation nhóm III là dung dịch natri hydroxyd 2N cho dư (NaOH 2N). Các cation nhóm III tác dụng với TT natri hydroxyd tạo thành kết tủa trắng, các kết tủa này là các hydroxyd lưỡng tính. Khi cho NaOH dư thì các kết tủa đó tan ra vì chúng thể hiên tính acid, tan trong dung dịch kiềm.

1.2. Phương trình phản ứng:

$$Zn^{2+} + 2NaOH = Zn(OH)_2\downarrow + 2Na^+$$

$$Al^{3+} + 3NaOH = Al(OH)_3\downarrow + 3Na^+$$

Khi cho đủ dư dung dịch Natri hydroxyd 2N (NaOH 2N) thì các kết tủa này sẽ tan ra và tạo ra các muối tương ứng.

- Phương trình phản ứng:

$$Zn(OH)_2 + 2Na^+ + 2OH^- = 2Na^+ + ZnO_2^{2-} + 2H_2O$$

zincate

$$2Al(OH)_3 + Na^+ + 2OH^- = Na^+ + 2AlO_2^- + 4H_2O$$

Aluminate

2. THUỐC THỬ CATION

2.1. Thuốc thử của ion Zn^{2+} :

2.1.1. Montequi: Trong môi trường acid acetic, ion Zn^{2+} tác dụng với thuốc thử montequi A và montequi B tạo ra kết tủa màu tím sim.

2.1.2. Amoni sulfur hay hydro sulfur: ion Zn^{2+} tác dụng với TT amoni sulfur hoặc H_2S tạo ra kết tủa trắng ($ZnS\downarrow$), kết tủa này tan trong dung dịch acid hydrocloric, không tan trong CH_3COOH.

- Phương trình phản ứng:

$$Zn^{2+} + H_2S = ZnS\downarrow + 2H^+$$

$$Zn^{2+} + (NH_4)_2S = ZnS\downarrow + 2NH_4^+$$

2.1.3. Natri carbonat (Na_2CO_3): ion Zn^{2+} tác dụng với thuốc thử Na_2CO_3 tạo ra kết tủa trắng.Tùy theo nồng độ của dung dịch mà kẽm sẽ tạo thành các muối phức tủa khác nhau.

- Phương trình phản ứng:

$$2Zn^{2+} + 2Na_2CO_3 + H_2O = Zn_2(OH)_2CO_3\downarrow + 4Na^+ + CO_2$$

$$3Zn^{2+} + 3Na_2CO_3 + H_2O = Zn_3(OH)_2(CO_3)_2\downarrow + 6Na^+ + CO_2$$

2.2. Thuốc thử của ion Al^{3+}

2.2.1. Aluminon (acid aurin tricarboxylic): ion Al^{3+} tác dụng với TT aluminon tạo ra kết tủa màu hồng.

Phản ứng này rất nhạy, nhưng ion Zn^{2+} cũng cho kết quả tương tự , để tránh nhầm lẫn cần phải tiến hành xác định ion Zn^{2+} trước rồi mới xác định ion Al^{3+}.

2.2.2. Hỗn hợp amoni hydroxyd + amoni clorid: ion Al^{3+} tác dụng với hỗn hợp amonihydroxyd + amoni clorid tạo ra kết tủa keo trắng, tủa này tan trong dung dịch NaOH và HCl tùy theo nồng độ mà độ tan khác nhau, không tan trong dung dịch NH_4Cl (TT).

- Phương trình phản ứng:

$$Al^{3+} + 3NH_4OH = Al(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

keo trắng

2.2.3. Natri carbonat: ion Al^{3+} tác dụng với Na_2CO_3 cho kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$2Al^{3+} + 3CO_3^{2-} + 3H_2O = 2Al(OH)_3\downarrow + 3CO_2\uparrow$$

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

Trình bày tên, công thức hoá học của TT nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm III tác dụng với TT nhóm và viết phương trình ion để minh hoạ?

1. Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định Z^{2+}, ion Al^{3+} và viết phương trình ion để minh hoạ?
2. Bạn điền các công thức hoá học, kèm theo hệ số thích hợp vào chổ trống trong các phương trình sau :

   Al^{3+} + …… = $Al(OH)_3\downarrow$ + $3Na^+$

   $Al(OH)_3\downarrow$ + NaOH = ... + $2H_2O$

   Zn^{++} + H_2S = …..... + ...

   $Zn(OH)_2\downarrow$ + NaOH = ... + $2H_2O$
3. Khoanh tròn vào số các câu hay phương trình phản ứng viết đúng sau:

3.1. Dung dịch NaOH 2N + Zn^{2+} không cho tủa.

3.2. Ion Al^{3+} + NaOH 2N dư cho tủa rồi tan.

3.3. $NH_4)_2S$ + Zn = $ZnS\downarrow$ + $2NH_4$

3.4. Ion Zn^{2+} + Na_2CO_3 cho tủa trắng.

3.5. Ion Al^{3+} + Na_2CO_3 cho tủa đỏ.

4. Bạn sử dụng bảng kiểm "có – không" để tự kiểm tra ký thuật thử các cation nhóm III với các TT của chúng và xác định cation nhóm I, II,III trong DD gốc ?

BÀI 5: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM IV

(Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+})

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Trình bày được tính chất chung của cation nhóm IV và viết phuơng trình ion để minh hoạ.
2. Kể được tên, công thức hoá học của TT nhóm và hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm IV tác dụng với TT nhóm.
3. Kể được tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định cation Fe^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+} và viết phương trình ion minh hoạ.
4. Thao tác đúng kỹ thuật thử cation nhóm IV với các TT của chúng và xác định đúng cation nhóm I, II, III, IV.

NỘI DUNG CHÍNH

1. THUỐC THỬ NHÓM

1.1. Tính chất chung của cation nhóm IV.

- Khi các cation nhóm IV tác dụng với dung dịch amoni hydroxyd 10,0% (NH_4OH 10,0%) có tính chất chung sau:

1.1.1. Ion Fe^{2+} cho kết tủa trắng xanh, kết tủa này tan trong DD muối amoni (NH_4^+).

- Phương trình phản ứng:

$$Fe^{2+} + 2NH_4OH \rightleftarrows Fe(OH)_2\downarrow + 2NH_4^+$$

Lưu ý: Kết tủa $Fe(OH)_2$ rất dễ bị oxy hóa bởi các tác nhân như O_2 không khí hay hydroperoxyd để tạo thành kết tủa nâu đỏ.

$$4\,Fe(OH)_2 + O_2 + 2H_2O = 4Fe(OH)_3\downarrow$$

Nâu đỏ

1.1.2. Ion Fe^{3+} cho kết tủa nâu đỏ, tủa này không tan trong DD muối amoni.

- Phương trình phản ứng:

$$Fe^{3+} + 3NH_4OH = Fe(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

1.1.3. Ion Bi^{3+} cho kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$Bi^{3+} + 3NH_4OH = Bi(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

1.1.4. Nếu cho thêm nước oxy già (H_2O_2) thì các kết tủa tạo ra có màu đặc trưng và bền vững trong DD amoni. Được thể hiện qua các phương trình phản ứng sau:

$$2\,Fe^{2+} + H_2O_2 + 4NH_4OH = 2Fe(OH)_3\downarrow + 4NH_4^+$$

(nâu đỏ)

$$Bi^{3+} + H_2O_2 + 3NH_4OH = HBiO_3 + 2H_2O + 3NH_4^+$$

(vàng ngà)

1.2. Kết Luận:

- Thuốc thử nhóm của các cation nhóm IV là dung dịch amoni hydroxyd 10,0% (NH_4OH 10,0%) cho dư với sự có mặt của nước oxy già và amoni clorid.

- Các cation nhóm IV tác dụng với hỗn hợp NH_4OH cho dư $+H_2O_2 + NH_4Cl$ tạo kết tủa có màu đặc trưng và bền vững trong DD có ion NH_4.

Vai trò của nước oxy già là oxy hoá $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ [Ở dạng $Fe(OH)_3$]↓và ion $Bi^{3+} \rightarrow Bi^{+5}$ (ở dạng $HBiO_3$)

Còn vai trò của NH_4Cl là tạo ra môi trường NH_4^+ có tác dụng chủ yếu với cation nhóm V.

2. THUỐC THỬ CATION

2.1. Thuốc thử của ion Fe^{2+} :

2.1.1. Kali fericyanid {$K_3[Fe(CN)_6]$}:

- Ion Fe^{2+} tác dụng với TT kali fericyanid tạo ra kết tủa keo màu xanh thẫm, tủa này không tan trong HCl 2N, nhưng bị kiềm phá huỷ thành $Fe(OH)_2$.

- Phương trình phản ứng:

$$3Fe^{2+} + 2K_3[Fe(CN)_6] = Fe_3[Fe(CN)_6]_2\downarrow + 6K^+$$

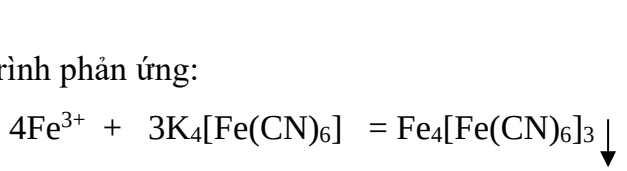
xanh thẫm

2.1.2. Natri carbonat: ion Fe^{2+} tác dụng với Na_2CO_3 tạo ra kết tủa xanh nâu.

2.2. Thuốc thử của ion Fe^{3+}

2.2.1. Kali ferocyanid {$K_4[Fe(CN)_6]$}: ion Fe^{3+} tác dụng với TT kali ferocyanid tạo ra kết tủa keo màu xanh đậm, tủa này không tan trong dung dịch acid hydroclorid 2N (HCl 2N), nhưng bị kiềm phá cho tủa nâu đỏ.

- Phương trình phản ứng:



$$4Fe^{3+} + 3K_4[Fe(CN)_6] = Fe_4[Fe(CN)_6]_3\downarrow + 12K^+$$

xanh đậm

2.2.2. Kali sulfocyanat (KSCN): ion Fe^{3+} tác dụng với TT kali sulfocyanat (KSCN) cho kết tủa màu đỏ máu. Nếu cho dư (KSCN) tạo phức chất $K_3\{Fe(SCN)_6\}$ tan ra màu đỏ máu.

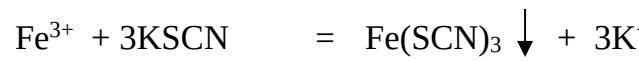
- Phương trình phản ứng:

$$Fe^{3+} + 3KSCN = Fe(SCN)_3\downarrow + 3K^+$$

(đỏ máu)

2.2.3. Amoni hydroxyd : ion Fe^{3+} tác dụng TT amoni hydroxyd tạo ra kết tủa màu nâu đỏ.

- Phương trình phản ứng:



$$Fe^{3+} + 3NH_4OH = Fe(OH)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

2.2.4. Natri carbonat: ion Fe^{3+} tác dụng với Na_2CO_3 cho kết tủa nâu đỏ.

- Phương trình phản ứng:

$$2Fe^{3+} + 3CO_3^{2-} + 3H_2O = 2Fe(OH)_3\downarrow + 3CO_2\uparrow$$

2.3. Thuốc thử của ion Bi^{3+}

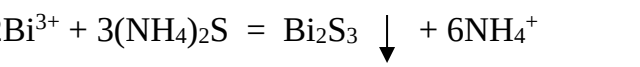
2.3.1. Amoni Sulfur hoặc hydrosulfur: ion Bi^{3+} tác dụng với $(NH_4)_2S$ hoặc H_2S tạo ra kết tủa màu đen.

- Phương trình phản ứng:

$$2Bi^{3+} + 3(NH_4)_2S = Bi_2S_3\downarrow + 6NH_4^+$$

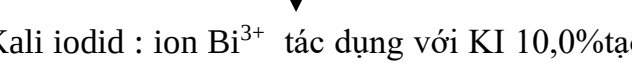
$$2Bi^{3+} + 3H_2S = Bi_2S_3\downarrow + 6H^+$$

2.3.2. Kali iodid : ion Bi^{3+} tác dụng với KI 10,0%tạo ra kết tủa đen, tủa này tan khi cho dư dung dịch KI 10,0%, tạo ra dung dịch có màu vàng da cam. Các hiện tượng xảy ra được thể hiện theo các phương trình phản ứng sau :



$$Bi^{3+} + 3KI = BiI_3\downarrow + 3K^+$$

(đen)



$$BiI_3 + KI = K[BiI_4]\downarrow$$

(vàng da cam)

2.3.3. Natri carbonat: DD ion Bi^{2+} tác dụng với Na_2CO_3 tạo ra kết tủa trắng, kèm theo giải phóng khí carbonic (CO_2).

- Phương trình phản ứng:

$$2Bi^{3+} + 3Na_2CO_3 + H_2O = 2BiOHCO_3\downarrow + CO_2\uparrow + 6Na^+$$

Màu trắng

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

Trình bày tính chất chung của các cation nhóm IV và viết phương trình ion để minh hoạ?

1. Kể tên, công thức hoá học của TT nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm IV tác dụng với TT nhóm
2. Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của các TT xác định ion Fe^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+} và viết phương trình ion để minh hoạ?
3. Nêu đặc điểm giống nhau của ction nhóm IV với các cation nhóm I, II, III khi tác dụng với Na_2CO_3
4. Thuốc thử của các ion sau đúng hay sai?

4.1. Kali iodid là TT của các ion Bi^{3+} , Hg_2^+, Pb^{2+}, Al^{3+}.....Đ S

4.2. Hydrosulfur là TT của các ion Zn^{2+} , Bi^{3+} , Pb^{2+}, Ca^{2+}.....Đ S

4.3. Kali iodid là TT của các ion Bi^{2+} , Hg_2^+, Pb^{2+}, Ag^+.....Đ S

4.4. Natri carbonat là TT của các ion Bi^{3+} , Fe^{3+}, Fe^{2+}, Al^{3+}....Đ S

5. Bạn sử dụng bảng kiểm "có – không" để tự kiểm tra ký thuật thử các cation nhóm IV với các TT của chúng và xác định cation nhóm I, II,III,IV trong DD gốc ?

BÀI 6: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM V

(Mg^{2+} , Cu^{2+} ,Hg^{2+})

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Kể được tên, công thức hoá học của TT nhóm và hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm V tác dụng với TT nhóm và viết phương trình phản ứng của Mg để minh hoạ.
2. Kể được tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định cation Mg^{2+}, Cu^{2+}, Hg^{2+} và viết phương trình ion minh hoạ.
3. Thao tác đúng kỹ thuật thử cation nhóm IV với các TT của chúng và xác định đúng cation nhóm I, II, III, IV,V.

NỘI DUNG CHÍNH

1-THUỐC THỬ NHÓM

- Thuốc thử nhóm của cation nhóm V cũng như TT nhóm cation nhóm IV là amoni hydroxyd cho dư, với sự có mặt của nước oxy già (H_2O_2) và amoni clorid (NH_4Cl) Các cation nhóm V tác dụng với hỗn hợp $NH_4OH + H_2O_2 + NH_4Cl$ không tạo ra tủa vì:

$$Mg^{2+} + 2NH_4OH \rightleftarrows Mg(OH)_2\downarrow + 2NH_4^+$$

Tủa $Mg(OH)_2$ hoà tan trong môi trường NH_4^+ để các cation nhóm V không tạo ra kết tủa, phân biệt được với cation nhóm IV, nước oxy già (H_2O_2) có vai trò đối với nhóm IV.

2-THUỐC THỬ CATION

2.1. Thuốc thử của ion Cu^{2+}

2.1.1.Amoni hydroxyd : Ion Cu^{2+} tác dụng với NH_4OH tao ra kết tủa xanh lơ, tủa tan khi cho dư dung dịch amoni hydroxyd (NH_4OH), tạo ra phức chất màu xanh lam đậm.

$$Cu^{2+} + 2NH_4OH = Cu(OH)_2\downarrow \text{ xanh lơ } + 2NH_4^+$$

Khi cho dư NH_4OH tạo ra phức chất có màu xanh lam đậm

$$Cu^{2+} + 4\,NH_4OH = [Cu(NH_3)_4]^{2+} + 4H_2O$$

2.1.2.Kali feroxyanid $K_4[Fe(CN)_6]$: : ion Cu^{2+} tác dụng với kali feroxyanid tạo kết tủa đỏ thẫm.

- Phương trình phản ứng :

$$K_4[Fe(CN)_6] + Cu^{2+} \longrightarrow Cu_2[Fe(CN)_6]\downarrow + 4K^+$$

(đỏ thẫm)

2.1.3.Amoni sulfua hay hydrosulfur: ion Cu^{2+} tác dụng với H_2S hoặc $(NH_4)_2S$ tạo ra kết tủa đen.

- Phương trình phản ứng:

$$Cu^{2+} + H_2S = CuS\downarrow + 2H^+$$

$$Cu^{2+} + (NH_4)_2S = CuS\downarrow + 2NH_4^+$$

2.2. Thuốc thử của ion Hg^{2+}

2.2.1.Kali iodid: ion Hg^{2+} tác dụng với KI tạo kết tủa đỏ, tủa này tan khi cho dư dung dịch KI 10,0%, tạo ra dung dịch không màu.

- Phương trình phản ứng:

$$Hg^{2+} + 2KI = HgI_2\downarrow + 2K^+$$

Màu đỏ

$$HgI_2 + 2KI = K_2[HgI_4]$$

dung dịch không màu

2.2.2.Natri hydroxyd : ion Hg^{2+} tác dụng với NaOH 2N cho kết tủa vàng.

- Phương trình phản ứng:

$$Hg^{2+} + 2NaOH = HgO\downarrow + 2Na^+ + H_2O$$

2.2.3.Natri carbonat: Ion Hg^{2+} tác dụng với TT natri carbonat cho kết tủa đỏ nâu hay vàng nâu.

2.3. Thuốc thử của ion Mg^{2+} :

2.3.1. Phản ứng tạo muối kép:

- Ion Mg^{2+} tác dụng với $NH_4OH + Na_2HPO_4 + NH_4Cl$ cho kết tủa trắng (muối kép magnesi amoni phosphat).

- Phương trình phản ứng:

$$Mg^{2+} + NH_4OH + Na_2HPO_4 = MgNH_4PO_4\downarrow + 2Na^+ + H_2O$$

2.3.2.Natri hydroxyd: ion Mg^{2+} tác dụng với NaOH 2N cho kết tủa trắng, tủa này không tan trong dung dịch NaOH 2N dư.

- Phương trình phản ứng:

$$Mg^{2+} + 2NaOH = Mg(OH)_2\downarrow + 2Na^+$$

2.3.3.Natri carbonat: ion Mg^{2+} tác dụng với Na_2CO_3 tạo ra kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$$Mg^{2+} + Na_2CO_3 = MgCO_3\downarrow + 2Na^+$$

Màu trắng

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1. Trình bày tên, công thức hoá học của TT nhóm, hiện tượng đặc trưng khi cation nhóm V tác dụng với TT nhóm và viết phương trình của ion Mg^{++}?
2. Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định ion Cu^{++}, Mg^{++}, Hg^{++} và viết phương trình ion để minh họa?
3. Các hương trình ion sau viết đúng hay sai đúng hay sai?

   $Mg^{2+} + NH_4OH = Mg(OH)_3\downarrow + NH_4^+$.....Đ S

   $Hg^{2+} + KI = HgI\downarrow + 2K^+$.....Đ S

   $Mg^{2+} + NH_4OH + Na_2HPO_4 = MgNH_4PO_4\downarrow + H_2O + 2Na^+$ ...Đ S
4. Bạn sử dụng bảng kiểm "có – không" để tự kiểm tra ký thuật thử các cation nhóm V với các TT của chúng và xác định cation nhóm I, II,III,IV,V trong DD gốc?

BÀI 7: XÁC ĐỊNH CÁC CATION NHÓM VI

(NH_4^+ , K^+, Na^+)

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Trình bày các tính chất đặc biệt của cation nhóm VI, tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định ion NH_4^+, K^+, Na^+ và viết phương trình ion minh hoạ.
2. Nêu được sự khác nhau cơ bản của cation nhóm VI với các cation 5 nhóm đầu khi tác dụng với natri carbonat
3. Thao tác đúng kỹ thuật thử cation nhóm VI với các TT của chúng và xác định đúng cation từ nhóm I đến nhóm VI.

NỘI DUNG CHÍNH

1-TÍNH CHẤT ĐẶC BIỆT CỦA CATION NHÓM VI

1.1. Tính chất đặc biệt.

Ion Na^+, K^+ là các ion kim loại kiềm, ion NH_4^+ do phân tử NH_3 và ion H^+ tạo nên NH_4^+ không bền vững trong dung dịch kiềm và ở nhiệt độ cao.

- Phương trình phản ứng:

$$NH_3 + H^+ = NH_4^+$$

$$NH_4^+ + OH^- = NH_3\uparrow + H_2O$$

- Các hợp chất hydroxyd (NaOH, KOH, NH_4OH) ; các muối (clorid, sulfat, carbonat) đều dễ tan trong nước. Do đó khi dùng acid hoặc kiềm làm TT thì các cation 5 nhóm đầu kết tủa, còn cation nhóm VI không kết tủa. Vì vậy Cation nhóm VI không có TT nhóm, người ta tiến hành xác định thẳng các cation mà không cần phân nhóm.

1.2.Phải xác định theo thứ tự.

Các ion NH_4^+, K^+, Na^+ có tính chất giống nhau khi tác dụng với một số thuốc thử (TT).

Ví dụ: ion NH_4^+, K^+ cùng tác dụng với acid tartric cho kết tủa trắng.

+ Để tránh nhầm lẫn khi xác định cation nhóm VI phải tiến hành theo thứ tự NH_4^+, K^+, Na^+.

2. THUỐC THỬ CATION

2.1. Thuốc thử của ion NH_4^+

2.1.1.Natri hydroxyd : Ion NH_4^+ tác dụng với NaOH 5N gia nhiệt sẽ có khí amoniac (NH_3) sinh ra có mùi đặc trưng , khí này bay ra có thể nhận biết bằng giấy tẩm TT phenolphtalein giấy sẽ có màu hồng hoặc dùng giấy quỳ đỏ tẩm ướt chuyển thành màu xanh.

- Phương trình phản ứng:

$NH_4^+ + NaOH = NH_3\uparrow + Na^+ + H_2O$

NH_3 + giấy tẩm phenolphalein → hồng.

Hoặc

NH_3 + giấy quỳ đỏ tẩm ướt → màu xanh

2.1.2. TT Nessler: ion NH_4^+ tác dụng với TT nessler cho tủa màu đỏ nâu .

2.2. Thuốc thử của ion K^+

2.2.1. Acid percloric ($HClO_4$) : ion K^+ tác dụng với acid percloric tạo ra kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$K^+ + HClO_4 = KClO_4\downarrow + H^+$

2.2.2. Acid tartric ($H_2C_4H_4O_6$): trong DD đệm, ion K^+ tác dụng với acid tartric cho kết tủa trắng.

- Phương trình phản ứng:

$K^+ + H_2C_4H_4O_6 = KHC_4H_4O_6\downarrow + H^+$

Ion NH_4^+ cũng có cho kết tủa tương tự, do đó phải xác định ion NH_4^+ trước để tránh sai lầm

2.2.3. Acid piric: ion K^+ tác dụng với TT acid piric cho kết tủa màu vàng.

- Phương trình phản ứng:

$K^+ + C_6H_2(NO_2)_3OH = C_6H_2(NO_2)_3OK\downarrow + H^+$

Màu vàng

$NH_4^+ + C_6H_2(NO_2)_3OH = C_6H_2(NO_2)_3ONH_4\downarrow + H^+$

Màu vàng

Lưu ý: Cần phải loại NH_4^+ trước khi tìm K^+

2.2.4. Đốt các muối kali trên ngọn lửa không màu thì ngọn lửa sẽ có màu tím đặc trưng.

2.3. Thuốc thử của ion Na^+

2.3.1. Thuốc thử streng (Kẽm uranyl acetat) : trong môi trường acid acetid, ion Na^+ tác dụng với TT streng cho tủa màu vàng lá mạ (xanh lục)

- Phương trình phản ứng:

$$Na^+ + Zn(UO_2)(CH_3COO)_8 + CH_3COO^- = NaZn(UO_2)(CH_3COO)_9 \downarrow$$

2.3.2. Đốt các muối natri trên ngọn lửa không màu thì ngọn lửa sẽ có màu vàng đặc trưng.

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1. Trình bày tính chất đặc biệt của cation nhóm VI
2. Giải thích nguyên nhân phải xác định cation nhóm VI theo thứ tự NH_4^+, K^+, Na^+?
3. Kể tên, công thức hoá học, hiện tượng đặc trưng của TT xác định ion NH^+_4, K^+, Na^+ và viết phươnh trình ion để minh hoạ?
4. Bạn cho biết sự khác nhau cơ bản giữa cation nhóm VI và các cation 5 nhóm đầu khi tác dụng với TT natri carbonat?
5. Bạn điền các cation vào chỗ trống cho hợp lý:

   Na_2CO_3 +....cho tủa đen

   Na_2CO_3 +....cho tủa đỏ nâu

   Na_2CO_3 +....cho tủaẩutắng và có khí bay ra

   Na_2CO_3 +....không cho tủa

   Na_2CO_3 +....cho tủa trắng
6. Bạn sử dụng bảng kiểm "có – không" để tự kiểm tra kỹ thuật thử cation nhóm VI và xác định cation VI nhóm.?

BÀI 8: PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH THỂ TÍCH

MỤC TIÊU

1. Trình bày được nội dung, điểm tương đương, điểm kết thúc, phân loại và yêu cầu đối với phản ứng dùng trong PTTT.

2. Nêu được ý nghĩa và áp dụng công thức tính nồng độ các dung dịch dùng trong PTTT

NỘI DUNG

1. NGUYÊN TẮC CHUNG CỦA PHƯƠNG PHÁP PTTT

Phương PTTT là một phương pháp định lượng hóa học dựa vào thể tích thuốc thử (đã biết chính xác nồng độ) dùng để phản ứng vừa đủ với một thể tích chính xác dung dịch cần xác định. Từ thể tích, nồng độ của dung dịch thuốc thử và thể tích của dung dịch chất cần định lượng tính được nồng độ của dung dịch cần định lượng.

Giả sử để xác định nồng độ của dung dịch X, người ta dùng thuốc thử là dung dịch R có nồng độ đã biết. Phản ứng giữa X và R xảy ra hoàn toàn:

R + X = P + Q

Tiến hành bằng cách nhỏ từ từ từng giọt dung dịch R xuống một thể tích chính xác dung dịch X đến khi lượng thuốc thử R nhỏ xuống tương đương hóa học với lượng X thì dừng lại, đọc thể tích dung dịch R đã phản ứng trên burret. Dựa vào thể tích dung dịch R, nồng độ của R và thể tích dung dịch X đã lấy, tính được nồng độ của X. Quá trình tiến hành như vậy gọi là sự chuẩn độ hay sự định phân bằng phương pháp thể tích. Dung dịch thuốc thử đã biết nồng độ (dung dịch R) gọi là dung dịch chuẩn độ.

So với phương pháp PTKL thì phương pháp PTTT có độ chính xác không cao, nhưng vẫn đạt được mức yêu cầu cần thiết, mặc khác phương pháp PTTT đơn giản và nhanh hơn nên được sử dụng rộng rãi.

2. ĐIỂM TƯƠNG ĐƯƠNG VÀ ĐIỂM KẾT THÚC

2.1. Điểm tương đương

Điểm tương đương là thời điểm mà lượng thuốc thử đã phản ứng tương đương hóa học với lượng chất cần xác định, nói cách khác điểm tương đương là thời điểm mà số đương lượng gram thuốc thử đã phản ứng bằng số đương lượng gram của chất cần xác định.

Điểm tương đương còn được gọi là điểm kết thúc của chuẩn độ lý thuyết hay điểm kết thúc của sự định phân lý thuyết.

Ví dụ: Khi chuẩn độ dung dịch HCl bằng dung dịch chuẩn độ NaOH:

$HCl + NaOH = NaCl + H_2O$

Khi số đương lượng gram HCl bằng số đương lượng gram NaOH thì trong dung dịch chỉ có NaCl và H_2O, pH của dung dịch là 7, điểm tương đương ứng với pH =7.

2.2. Cách xác định điểm tương đương

Có nhiều cách xác định điểm tương đương, nhưng đơn giản và thường dùng nhất là dùng chất chỉ thị. Chất chỉ thị là những chất có khả năng biến đổi màu hoặc tạo kết tủa hoặc phát huỳnh quang hoặc gây ra một dấu hiệu nào đó ở lân cận điểm tương đương, nhờ vậy điểm tương đương được xác định.

Ví dụ: Định lượng acid oxalic bằng dung dịch NaOH có thể chọn chỉ thị là phenolphtalein vì:

$H_2C_2O_4 + 2NaOH = Na_2C_2O_4 + 2H_2O$

Trước điểm tương đương trong dung dịch còn acid, nên phenolphtalein không màu. Sau điểm tương đương dung dịch dư kiềm, phenolphtalein có màu hồng. Do đó ở thời điểm tương đương dung dịch từ không màu chuyển sang màu hồng (tại thời điểm này ta kết thúc sự chuẩn độ).

2.3. Điểm kết thúc

Điểm kết thúc là thời điểm mà ở đó chất chỉ thị có những biến đổi giúp ta kết thúc sự chuẩn độ. Trong trường hợp lý tưởng, điểm kết thúc chuẩn độ trùng với điểm tương đương, trong thực tế điểm kết thúc chuẩn độ thường sai lệch với điểm tương đương.

Ví dụ: Trong trường hợp chuẩn độ HCl bằng dung dịch chuẩn độNaOH dùng chỉ thị phenolphtalein, điểm tương đương ứng với pH = 7, nhưng chỉ thị phenolphtalein lại chuyển màu ở pH = 9, nên thường kết thúc chuẩn độ sau điểm tương đương.

Sự sai lệch giữa điểm tương đương và điểm kết thúc gây ra sai số cho phép định lượng, nên cần chọn chỉ thị sao cho sai số nhỏ nhất (trong phạm vi cho phép).

3. YÊU CẦU ĐỐI VỚI PHẢN ỨNG DÙNG TRONG PTTT

Các phản ứng dùng trong PTTT phải thỏa mãn các yêu cầu sau:

- Phải xảy ra hoàn toàn.
- Phải xảy ra đủ nhanh.

- Phản ứng phải có tính chọn lọc, nghĩa là chỉ xảy ra giữa thuốc thử với chất cần xác định, không có phản ứng phụ.

- Phải xác định chính xác được điểm tương đương.

4. PHÂN LOẠI PHƯƠNG PHÁP PTTT

Dựa vào bản chất phản ứng hóa học xảy ra khi chuẩn độ người ta phân loại phương pháp PTTT như sau:

4.1. Phương pháp acid – base: là phương pháp dựa vào phản ứng trung hòa giữa acid và base.

Acid + base = muối + nước

4.2. Phương pháp oxy hóa – khử: là phương pháp dựa vào phản ứng oxy hóa – khử.

$OX_1 + KH_2 = KH_1 + OX_2$

4.3. Phương pháp kết tủa: là phương pháp dựa vào phản ứng tạo tủa.

X + R = P↓ + Q

5. CÁC CÁCH CHUẨN ĐỘ

5.1 Chuẩn độ thẳng (trực tiếp)

Chuẩn độ bằng cách nhỏ trực tiếp dung dịch chuẩn độ vào một thể tích chính xác dung dịch cần định lượng.

5.2 Chuẩn độ thừa trừ (chuẩn độ ngược)

Cho một thể tích chính xác và quá dư dung dịch chuẩn độ tác dụng với một thể tích chính xác dung dịch cần định lượng. Sau đó chuẩn độ thuốc thử dư bằng một dung dịch chuẩn độ khác.

Ví dụ: Định lượng Clorid, trước hết cho dung dịch AgNO3 dư để tủa hoàn toàn AgCl:

$AgNO_3$ dư + NaCl = AgCl tủa + $NaNO_3$

Sau đó chuẩn độ $AgNO_3$ còn thừa bằng KSCN

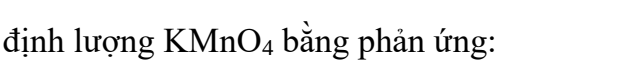
$AgNO_3$ còn lại + KSCN = AgSCN + KNO_3

Biết được lượng $AgNO_3$ thừa, tính được lượng $AgNO_3$ đã tác dụng với NaCl tức đã biết được lượng NaCl.

5.3 Chuẩn độ thế

Cho một thể tích chính xác dung dịch cần định lượng tác dụng với một lượng dư thuốc thử nào đó, phản ứng sinh ra một lượng chất mới tương đương hóa học với lượng chất cần xác định. Dùng dung dịch chuẩn độ để định lượng chất mới sinh ra.

Ví dụ: định lượng $KMnO_4$ bằng phản ứng:



$$2KMnO_4 + 10KI + 8H_2SO_4 = MnSO_4 + 5K_2SO_4 + 5I_2 + 8H_2O \quad (1)$$

I_2 tạo thành từ phản ứng (1) được chuẩn độ bằng dung dịch $Na_2S_2O_3$.

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$$

Biết được lượng $Na_2S_2O_3$, ta tính được lượng I_2 từ đó định lượng được $KMnO_4$

6. CÁC DUNG DỊCH DÙNG TRONG PTTT

Trong PTTT thường dùng các dung dịch sau:

6.1. Phần trăm khối lượng-thể tích

Phần trăm khối lượng-thể tích, biểu thị khối lượng chất trong một hỗn hợp theo phần trăm thể tích của toàn bộ hỗn hợp. Phần trăm khối lượng-thể tích thường được dùng cho các dung dịch pha từ thuốc thử rắn.

Ví dụ: Dung dịch nước muối NaCl 9% (kl/tt) có nghĩa là trong 100ml nước muối có 9g NaCl.

6.2. Phần trăm thể tích thể tích

Phần trăm thể tích thể tích hay % biểu thị thể tích của chất tan theo mL trong 100 mL dung dịch kết quả. Nó thường dùng nhất khi pha 2 dung dịch lỏng.

Ví dụ: cồn 96% nghĩa là mỗi 100ml cồn chứa 96ml ethanol.

6.3. Phần trăm khối lượng

Biểu thị bằng số gram chất tan có trong 100 gram dung dịch (ký hiệu là C%).

Ví dụ: dung dịch HCl 10% nghĩa là trong 100g dung dịch này có chứa 10g HCl nguyên chất.

$$C = \frac{mct}{mdd} x100$$

C là nồng độ % của dung dịch

m_{ct} là khối lượng chất tan (g)

m_{dd} là khối lượng dung dịch (g)

Công thức (1) có dạng:

$$C = \frac{mct}{d.Vdd} x100$$

d là khối lượng riêng của dung dịch (g/ml): $d = m_{dd} / V_{dd}$

V_{dd} là thể tích của dung dịch (ml)

Ví dụ 1: Tính thể tích dung dịch HCl 37,23% kl/kl (d = 1,19) cần lấy để pha 100g dung dịch HCl 10% kl/kl?

Cách tính như sau:

- Khối lượng HCl nguyên chất có trong 100g dung dịch HCl 10%:

$$C = \frac{mct}{mdd} x100 \Rightarrow mct = \frac{\text{C x mdd}}{100} \Rightarrow mct = 10x\frac{100}{100} = 10gam$$

- Thể tích dung dịch HCl 37,23% (d = 1,19) cần lấy để pha:

$$C = \frac{mct}{d.Vdd} x100 \Rightarrow Vdd = \frac{mct}{d.C} x100 \Rightarrow Vdd = \frac{10}{1{,}19x37{,}23} x100 = 22{,}5ml$$

Ví dụ 2: Tính lượng natri clorid nguyên chất để pha được 3000ml dung dịch natri clorid 10% kl/tt?

ĐS: 300g

7. DUNG DỊCH ĐƯƠNG LƯỢNG

7.1. Đương lượng gam

Đương lượng gam của một chất là khối lượng tính bằng gam của chất đó phản ứng vừa đủ với một đương lượng gam hydro hay với đương lượng gam của một chất bất kỳ nào khác, ký hiệu là E.

7.2. Cách tính đương lượng gam

Công thức tính:

$$E = \frac{M}{n}$$

E là đương lượng của chất cần xác định (g)

M là khối lượng mol phân tử của chất cần xác định(g)

n là một số, tùy theo loại hợp chất mà có giá trị khác nhau:

a. Đối với base thì n là số nhóm OH tham gia phản ứng của một phân tử base.

b. Đối với acid thì n là số nguyên tử hydroacid tham gia phản ứng của một phân tử acid.

c. Đối với muối thì n là tổng hóa trị của các nguyên tử kim loại tham gia phản ứng của một phân tử muối.

d. Đối với chất oxy hóa và chất khử thì n là số electron (e) thu hay mất của một phân tử chất oxy hóa hay một phân tử chất khử kha tham gia phản ứng.

Ví dụ 1:

$$2NaOH + H_2SO_4 = Na_2SO_4 + 2H_2O$$

$$E_{NaOH} = \frac{M}{n} = \frac{40}{1} = 40g$$

$$E_{H_2SO_4} \frac{M}{n} = \frac{98}{2} = 49$$

Ví dụ 2:

$$Bi(OH)_3 + 2HCl = Bi(OH)Cl_2 + 2H_2O$$

$$E_{Bi(OH)_3} = \frac{M}{n} = \frac{260}{2} = 130g$$

$$E_{HCl} = \frac{M}{n} = \frac{36,5}{1} = 36,5g$$

Ví dụ 3:

$$Na_2CO_3 + HCl = NaHCO_3 + NaCl$$

$$E_{Na_2co_3} = \frac{M}{n} = \frac{106}{1} = 106g$$

$$Na_2CO_3 + 2HCl = 2NaCl + CO_2 + H_2O$$

$$E_{Na_2co_3} = \frac{M}{n} = \frac{106}{2} = 53g$$

Ví dụ 4:

$$2KMnO_4 + 5H_2O + 3H_2SO_4 = K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5O_2 + 8H_2O$$

$$2 \mid Mn^{7+} + 5e = Mn^{2+}$$

$$5 \mid 2O_2^{-} - 2e = O_2$$

$$E_{KMnO_4} = \frac{M}{n} = \frac{158}{5} = 31,6g$$

$$E_{H_2O_2} = \frac{M}{n} = \frac{34}{2} = 17g$$

8. NỒNG ĐỘ ĐƯƠNG LƯỢNG

Nồng độ đương lượng là dung dịch có nồng độ biểu thị bằng số đương lượng gam chất tan có trong 1000ml dung dịch (ký hiệu là C_N).

Ví dụ: dung dịch NaOH 0,1N là trong 1000ml dung dịch này có chứa 0,1E NaOH hay chứa 0,1 ×40 = 4g NaOH (vì E_{NaOH} = 40g).

- Công thức tính:

$$C_N = \frac{mct}{E.Vdd} x100$$

C_N là nồng độ đương lượng của dung dịch (N)

m_{ct} là khối lượng chất tan của dung dịch (g)

E là đương lượng gam chất tan (g)

$V_{dung\ dịch}$ là thể tích dung dịch (ml)

- Áp dụng công thức:

Ví dụ 1: tính lượng NaOH nguyên chất cần lấy để pha 100ml dung dịch NaOH 0,1N?

Cách tính như sau:

+ Áp dụng công thức:

$$C_N = \frac{mct}{E.Vdd} x1000 \Rightarrow m_{ct} = \frac{C_N.E.Vdd}{1000}$$

+ Thay số vào công thức trên:

$$m_{ct} = \frac{0,1x40x100}{1000} = 0,4g$$

Ví dụ 2: Tính nồng độ của dung dịch acid sulfuric 14,35% (d = 1,1)?

ĐS: 3,22N

9. TÁC DỤNG GIỮA CÁC DUNG DỊCH CÓ NỒNG ĐỘ ĐƯƠNG LƯỢNG

Theo định luật tác dụng đương lượng có thể rút ra kết luận: trong phản ứng hóa học cứ bao nhiêu đương lượng gam của chất này thì phản ứng vừa đủ với bấy nhiêu đương lượng gam của chất kia hay hai chất có số đương lượng gam bằng nhau thì tác dụng vừa đủ với nhau.

Giả sử dung dịch A có nồng độ là N_1 và thể tích là V_1. dung dịch B có nồng độ là N_2 và thể tích là V_2. Nếu dung dịch A tác dụng vừa đủ với dung dịch B thì:

$$\frac{N_1}{N_2} = \frac{V_1}{V_2} \Rightarrow N_1.V_1 = N_2.V_2$$

Ví dụ: xác định nồng độ đương lượng của dung dịch acid axetic, biết rằng 10ml dung dịch này tác dụng vừa đủ với 20ml dung dịch NaOH 0,1N?

Cách tính như sau:

+ Áp dụng công thức:

$$N_1.V_1 = N_2.V_2 \Rightarrow N_1 = \frac{N_2.V_2}{V_1}$$

+ Thay số đã cho vào công thức trên:

$$N_1 = \frac{0,1x20}{10} = 0,2N$$

10. ĐỘ CHUẨN

10.1. Độ chuẩn của dung dịch

Được biểu thị bằng số gam chất tan có trong 1ml dung dịch (ký hiệu là T).

Ví dụ: T_{H2SO4} = 0,0098 g/ml là 1ml dung dịch acid sulfuric này có chứa 0,0098g H_2SO_4 nguyên chất.

Công thức tính T:

$$T = \frac{m_{ct}}{V_{dd}}$$

T là độ chuẩn của dung dịch (g/ml)

m_{ct} là khối lượng chất tan (g)

$V_{dung\ dịch}$ là thể tích của dung dịch (ml)

10.2. Độ chuẩn theo chất cần xác định

- Độ chuẩn của dung dịchA theo chất cần xác định B là số gam chất B là số gam chất B tác dụng vừa đủ với 1ml dung dịch chất A (ký hiệu T_{AB}).

Ví dụ: $T_{HCl/\ Na2CO3}$ = 0,0053 g/ml là 1ml dung dịch HCl tác dụng vừa đủ với 0,0053g Na_2CO_3 nguyên chất (hay 1ml HCl tương đương 0,0053g Na_2CO_3).

- Công thức tính:

$$T_{A/B} = \frac{N_A.E_B}{1000}$$

$T_{A/B}$ là độ chuẩn của dung dịchA đối với chất cần xác định B.

N_A là nồng độ đương lượng của dung dịchA.

E_B là đương lượng gam của chất cần xác định B.

Ví dụ: Tính độ chuẩn của dung dịch HCl đối với NaCl, biết rằng khi định lượng dung dịch NaOH dùng dung dịch chuẩn độ là HCl 0,1N?

Cách tính như sau:

+ Áp dụng công thức:

$$T_{A/B} = \frac{N_A.E_B}{1000} hay T_{HCl/NaOH} = \frac{N_{HCl}.E_{NaOH}}{1000}$$

+ Thay số đã cho vào công thức trên:

$$T_{HCl/NaOH} = \frac{0,1X\,40}{1000} = 0,004g/ml$$

11. TÍNH KẾT QUẢ TRONG PTTT

11.1. Tính kết quả trong phương pháp định lượng trực tiếp hoặc phương pháp thế

Bài toán: Hút chính xác Vml chế phẩm A (hoặc cân chính xác a gam chế phẩm A) pha thành V_{dm} ml dung dịch trong bình định mức. Lấy V_1 ml dung dịch này đem chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ B có nồng độ N_2 hết V_2 ml. Xác định nồng độ % của chế phẩm (hoặc hàm lượng % của chế phẩm)?

Cách tính như sau:

- Cách 1: Tính theo nồng độ đương lượng

+ Tính nồng độ của dung dịch A trong bình định mức:

$$N_1.V_1 = N_2.V_2 \Rightarrow N_1 = \frac{N_2.V_2}{V_1}$$

+ Tính khối lượng chất tan A có trong 1 lít dung dịch (đã pha trong bình định mức), ký hiệu là P (g/l):

$$P(g/l) = N_1.E_A$$

+ Tính khối lượng chất tan A có trong Vml chế phẩm (hoặc trong V_{dm} dung dịch):

$$m_{ct} = \frac{P(g/l)}{1000} x V_{đm}$$

+ Tính nồng độ % (hoặc hàm lượng %) của chế phẩm

$$C = \frac{m_{ct}}{V} x100(hayC = \frac{m}{a} x100)$$

- Cách 2: Tính theo độ chuẩn

+ Tính độ chuẩn:

$$T_{A/B} = \frac{N_A.E_B}{1000} \text{ (g/ml)}$$

+ Tính lượng chất tan A có trong V_1 ml dung dịch:

$$m = V_2.T_{B/A} \text{ (g)}$$

+ Tính lượng chất tan có trong V_{dm} ml dung dịch (hay có trong Vml mẫu):

$$m = \frac{m_1}{V_1}.V_{đm} \text{ (g)}$$

+ Tính nồng độ %(hoặc hàm lượng %) của chế phẩm

$$C = \frac{m}{V_1} x100$$

$$(hayC = \frac{m}{a} x100)$$

11.2. Tính kết quả trong phương pháp thừa trừ

Bài toán: Hút chính xác Vml chế phẩm A (hoặc cân chính xác a gam mẫu A) pha thành V_{dm} ml dung dịch trong bình định mức. Lấy V_1 ml dung dịch này rồi cho tác dụng với V_2 ml dung dịch B có nồng độ N_2 (lượng B dư so với A). Để chuẩn độ lượng B dư phải dùng hết V_3 ml dung dịch có nồng độ N_3. Xác định nồng độ % của chế phẩm A?

Cách tính như sau:

+ Áp dụng công thức:

$$N_1.V_1 + N_3.V_3 = N_2.V_2 \Rightarrow N_1 = \frac{N_2.V_2 - N_3.V_3}{V_1}$$

BÀI 9 : ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP ACID – BASE

MỤC TIÊU

1. Trình bày được nguyên tắc chung của phép định lượng bằng phương pháp acid – base.
2. Nêu được nguyên tắc các phép định lượng bằng phương pháp acid – base.
3. Định lượng được nồng độ, hàm lượng dung dịch acid acetic, natri carbonat, novocain hydroclorid, aspirin đúng kỹ thuật và quy trình thực hành.

NỘI DUNG

1. NGUYÊN TẮC CHUNG

1.1 Nguyên tắc:

Phương pháp này dựa vào phản ứng trung hòa giữa acid và base để định lượng một acid bằng một base hoặc định lượng một base bằng một acid theo phương trình phản ứng:

Acid + Base → muối + nước

$$HA + MOH \rightarrow MA + H_2O$$

1.2 Điểm tương đương

Quá trình định lượng bằng phương pháp acid – base là quá trình biến đổi nồng độ H^+ và OH^-:

$H^+ + OH^- = H_2O$

Do đó pH của dung dịch thay đổi liên tục và điểm tương đương sẽ ứng với một giá trị pH xác định, gọi là pH điểm tương đương. Trị số pH này phụ thuộc vào bản chất của acid, base và nồng độ của chúng.

Khi nhỏ dung dịch chuẩn độ là acid hay base xuống một thể tích chính xác dung dịch base hay acid cần định lượng, thì ở gần điểm tương đương pH của dung dịch thay đổi đột ngột tạo thành bước nhảy pH của phép chuẩn độ, pH điểm tương đương nằm chính giữa bước nhảy đó, tức là ứng với **điểm uốn** của đường cong chuẩn độ.

1.3 Cách xác định điểm tương đương

Để xác định điểm tương đương cho phép định lượng bằng phương pháp acid – base, thường dùng chỉ thị màu pH như đỏ methyl, methyl da cam, phenolphtalein..., đó là những chất có khả năng đổi màu khi pH thay đổi. Mỗi chất chỉ thị đổi màu trong một khoảng pH xác định (khoảng pH đổi màu), khoảng pH đổi màu của một số chỉ thị như sau:

Phenolphtalein:	8	≤	pH	≤	10
	Không màu		đỏ		không màu
Đỏ methyl :	4,2	≤	pH	≤	6,2
	Vàng		đỏ		vàng
Methyl da cam:	3,1	≤	pH	≤	4,4
	Vàng		đỏ		vàng

Chọn chỉ thị cho một phép định lượng bằng phương pháp acid – base cụ thể nào đó, sao cho khoảng pH đổi màu của chỉ thị nằm trong bước nhảy pH của phép chuẩn độ.

Ví dụ: Định lượng HCl bằng dung dịch chuẩn độ NaOH (định lượng acid mạnh bằng base mạnh), bước nhảy pH của phép chuẩn độ này là pH = 4 – 10, nên có thể chọn 1 trong 3 chỉ thị: phenolphtalein (8 < pH < 10), đỏ methyl (4,2 < pH < 6,2), methyl da cam (3,1 < pH < 4,4) vì các chỉ thị này có khoảng pH đổi màu nằm trong bước nhảy pH của phép chuẩn độ.

2. CÁC PHÉP ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP ACID – BASE:

2.1 Phép định lượng bằng base

2.1.1 Nguyên tắc chung:

Dựa vào phản ứng trung hòa giữa acid và base:

Acid + Base → muối + nước

Người ta dùng dung dịch chuẩn độ là base mạnh để định lượng những dung dịch có tính acid.

Phép định lượng bằng base thường được sử dụng để định lượng các dung dịch có tính acid như:

- Các dung dịch acid mạnh: HCl, H_2SO_4, HNO_3
- Các dung dịch acid yếu: CH_3COOH, H_3PO_4…
- Các dung dịch muối của acid mạnh và base yếu như: NH_4Cl, novocain hydroclorid, atropin sulfat,…

2.1.2 Cách xác định điểm tương đương

Để xác định điểm tương đương của phép định lượng bằng base, dùng chỉ thị màu pH.

- Nếu định lượng dung dịch acid mạnh bằng base mạnh, chọn chỉ thị là phenolphtalein hoặc đỏ methyl hay methyl da cam.

- Nếu định lượng acid yếu hoặc dung dịch muối có tính acid, chọn chỉ thị phenolphtalein, vì ở thời điểm tương đương, dung dịch chỉ có muối và nước, muối này bị thủy phân cho môi trường base, bước nhảy pH của phép chuẩn độ nằm trong vùng có pH > 7.

Khoảng pH đổi màu của phenolphtalein là 8 – 10, nằm trong bước nhảy pH của phép chuẩn độ này, do vậy chỉ thị màu phenolphtalein là hợp lý.

2.2 Phép định lượng bằng acid

2.2.1 Nguyên tắc chung

Phép định lượng bằng acid dựa vào phản ứng trung hòa giữa acid với base.

Acid + Base → muối + nước

Dùng dung dịch chuẩn độ là acid mạnh để định lượng những dung dịch có tính base.

Phép định lượng bằng acid được dùng để định lượng các dung dịch có tính base như:

- Các base mạnh: NaOH, KOH.
- Các base yếu: NH_4OH, CH_3NH_2.
- Các dung dịch muối được tạo thành từ base mạnh và acid yếu: Na_2CO_3, $Na_2B_4O_7$.

2.2.2 Cách xác định điểm tượng đương

Xác định điểm tương đương của phép định lượng bằng acid, dùng chỉ thị màu pH

- Nếu định lượng base mạnh bằng acid mạnh chọn 1 trong 3 chỉ thị màu: đỏ methyl, methyl da cam, phenolphtalein.
- Nếu định lượng base yếu hay muối có tính base dùng chỉ thị màu pH là đỏ methyl hay methyl da cam. Vì trong phép chuẩn độ này, tại thời điểm tương đương, dung dịch chỉ có muối và nước, muối bị thủy phân trong môi trường acid, do vậy bước nhảy pH của phép chuẩn độ nằm trong vùng acid (pH < 7). Khoảng pH đổi màu của methyl đỏ và methyl da cam nằm trong vùng pH acid, nên chọn 1 trong 2 chỉ thị trên là hợp lý.

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1. Trình bày quá trình định lượng phương pháp acid – base và thông số pH tại điểm tương đương, giá trị này có phụ thuộc vào yếu tố nào ?

2.Trị số pH tại điểm tương đương trong phép định lượng bằng phương pháp acid – base phụ thuộc các yếu tố nào ?

3.Trình bày các nguyên tắc chung của phương pháp định lượng bằng acid – base.

4. Nêu các chỉ thị pH để xác định điểm tương đương khi định lượng bằng phượng pháp acid – base

5. Giải thích nguyên nhân chọn chỉ thị cụ thể khi định lượng base yếu hay muối có tính base để xác định điểm tương đương ?

Câu 6. Định lượng HCl bằng dung dịch chuẩn độ NaOH (định lượng acid mạnh bằng base mạnh), bước nhảy pH của phép chuẩn độ này là pH = 4 – 10, nên có thể chọn chỉ thị nào để xác định điểm tương đương?

BÀI 10: ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP KẾT TỦA

MỤC TIÊU

1. Trình bày được nguyên tắc chung, điều kiện phản ứng và phân loại phương pháp kết tủa.

2. Nêu được nguyên tắc các phép định lượng bằng bạc.

3. Định lượng được hàm lượng NaCl dược dụng theo phương pháp Mohr, nồng độ dung dịch NaCl theo phương pháp Fonhard và pha được dung dịch bạc nitrat 0,1N, dung dịch amoni sulfocyanid 0,1N đúng kỹ thuật và quy trình thực hành.

NỘI DUNG

1. NGUYÊN TẮC CHUNG

Phương pháp kết tủa dựa vào sự tạo thành chất kết tủa ít tan trong các phản ứng trao đổi.

Những phản ứng tạo thành kết tủa được dùng trong phương pháp kết tủa phải thỏa mãn các điều kiện sau:

- Kết tủa phải rất ít tan.
- Sự kết tủa phải xảy ra nhanh.
- Kết tủa tạo thành trong quá trình định lượng không bị phân hủy với một mức đáng kể.
- Phải có khả năng xác định được điểm tương đương.

Phương pháp kết tủa thường được dùng để xác định nồng độ các anion Cl^-, Br^-, I^-, SCN^-, CN^-,… và các cation Ag^+, Hg_2^{2+}…

2. PHÂN LOẠI

Phương pháp kết tủa được phân loại như sau:

Phép định lượng bằng bạc nitrat là dựa vào phản ứng hóa học tạo các muối bạc ít tan (clorid, bromid, iodid, cyanid, sulfocyanid).

Phép định lượng bằng thủy ngân (I) là dựa vào phản ứng hóa học tạo muối thủy ngân (I) ít tan (clorid, bromid, iodid,…)

Phổ biến nhất là phép định lượng bằng bạc nitrat.

3. PHÉP ĐỊNH LƯỢNG BẰNG BẠC NITRAT

Tùy theo cách tiến hành, phép định lượng bằng bạc nitrat được phân thành 2 phương pháp: phương pháp định lượng trực tiếp (phương pháp Mohr) và phương pháp định lượng thừa trừ (phương pháp Fonhard)

3.1 Phương pháp Mohr:

3.1.1 Nguyên tắc: phương pháp Mohr dựa vào phản ứng hóa học tạo kết tủa ít tan giữa bạc nitrat với các muối halogenid (ký hiệu chung X^-):

$Ag^+ + X^- = AgX\downarrow$

3.1.2 Cách tiến hành:

DĐVN quy định sử dụng dung dịch chuẩn độ bạc nitrat 0,1N để định lượng dung dịch các muối halogenid bằng cách: nhỏ trực tiếp dung dịch bạc nitrat 0,1N xuống một thể tích chính xác dung dịch muối halogenid cần định lượng. Từ nồng độ, thể tích dung dịch bạc nitrat, thể tích dung dịch halogenid cần xác định sẽ tính được nồng độ halogenid.

3.1.3 Xác định điểm tương đương

Để xác định điểm tương đương dùng chỉ thị là kali cromat. Tại thời điểm tương đương, khi dư một giọt dung dịch bạc nitrat, từ tủa màu trắng xuất hiện màu hồng nhạt.

$2Ag^+ + CrO_4^{2-} = Ag_2CrO_4\downarrow$ (hồng)

3.1.4 Điều kiện tiến hành:

Môi trường định lượng phải trung tính hay kiềm nhẹ ($7 \leq pH \leq 10$), không tiến hành trong môi trường acid ($pH < 7$) vì trong môi trường acid chỉ thị mất tác dụng.

$H^+ + CrO_4^{2-} \leftrightarrow HCrO_4^-$

Mặc khác cũng không tiến hành trong môi trường base mạnh ($pH > 10$), vì trong môi trường base mạnh, tủa Ag_2O tạo thành trước tủa Ag_2CrO_4, ion bạc sẽ phản ứng ion hydroxyd tạo thành AgOH, cromat chuyển thành dicromat.

Phương pháp Mohr chỉ chính xác khi nồng độ chất cần xác định xấp xỉ bằng nồng độ dung dịch bạc nitrat và phương pháp này chỉ dùng để định lượng Cl^- và Br^-.

3.2 Phương pháp Fonhard:

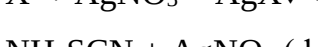
3.2.1 Nguyên tắc:

Dùng một thể tích chính xác và dư dung dịch chuẩn độ bạc nitrat tác dụng với một thể tích chính xác dung dịch muối halogenid cần định lượng, sau đó định lượng bạc nitrat

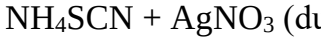
thừa trừ bằng dung dịch chuẩn độ amoni sulfocyanid (hoặc kali sulfocyanid) có cùng nồng độ với dung dịch bạc nitrat.

Từ thể tích amoni sulfocyanid đã dùng suy ra thể tích bạc nitrat thừa và thể tích dung dịch bạc nitrat tác dụng với dung dịch halogenid cần định lượng.

Phương trình phản ứng:



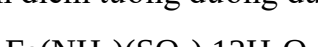
$X^- + AgNO_3 = AgX\downarrow + NO_3^-$



$NH_4SCN + AgNO_3$ (dư) $= AgSCN\downarrow + NH_4NO_3$.

3.2.2 Xác định điểm tương đương

Để xác định điểm tương đương dùng chỉ thị là phèn sắt amoni:

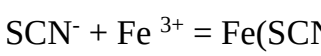


$Fe(NH_4)(SO_4).12H_2O$

Trong dung dịch phèn sắt amoni điện ly:

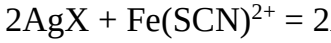
$Fe(NH_4)(SO_4).12H_2O = Fe^{3+} + NH_4^+ + 2SO_4^{2-} + 12H_2O$

Tại điểm tương đương một giọt dung dịch amoni sulfocyanid thừa làm cho dung dịch có màu hồng nhạt.



$SCN^- + Fe^{3+} = Fe(SCN)^{2+}$ (hồng nhạt)

Màu hồng nhạt của dung dịch sẽ mất dần do phản ứng:



$2AgX + Fe(SCN)^{2+} = 2AgSCN\downarrow + FeX_2$

Để tránh sai số do nguyên nhân trên cần đọc ngay thể tích dung dịch amoni sulfocyanid đã dùng.

3.2.3 Điều kiện tiến hành:

Phương pháp Fonhard tiến hành trong môi trường acid nitric thì kết quả định lượng sẽ chính xác hơn (acid nitric ngăn cản sự hình thành $Fe(OH)_2$, sự hấp thụ của tủa AgX đối với X^- và sự phân hủy của bạc nitrat thành bạc oxyd).

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1. Nêu các điều kiện của những phản ứng tạo thành kết tủa được dùng trong phương pháp kết tủa .
2. Định lượng bằng phương pháp kết tủa được chia làm mấy loại ?Nêu cụ thể từng loại ?
3. Trình bày các nguyên tắc chuẩn độ bạc nitrat bằng *phương pháp Morh*
4. Phương pháp Mohr trong định lượng tạo tủa, thường dùng chỉ thị nào để xác định điểm tương đương ?

5. Trình bày cách xác định điểm tương đương trong chuẩn độ bạc nitrat bằng phương pháp Mohr.

6. Nêu các điều kiện tiến hành trong chuẩn độ bạc nitrat bằng *phương pháp Mohr*

7. Trình bày phương pháp *Fonhard* trong định lượng tạo tủa, tại điểm tương đương một giọt dung dịch amoni sulfocyanid thừa làm cho dung dịch

a) Có tủa trắng

b) Có màu hồng nhạt

c) Mất màu

d) Tất cả đều sai

BÀI 11: ĐỊNH LƯỢNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP OXY HÓA – KHỬ

MỤC TIÊU

1. Trình bày được nguyên tắc chung định lượng bằng phương pháp oxy hóa – khử.
2. Kể đúng 3 điều kiện của 1 phản ứng oxy hóa – khử dùng trong PTĐL và các phép định lượng oxy hóa – khử được dùng phổ biến hiện nay.
3. Giải thích được nguyên tắc chung của phép định lượng bằng kali permanganat và iod.
4. Định lượng được nước oxy già loãng (3%), nước oxy già đặc (30%), acid oxalic, natri thiosulfat, dung dịch glucose, kali permanganat đúng kỹ thuật và quy trình.
5. Pha được dung dịch chuẩn độ kali permanganat 0,1N, dung dịch iod 0,1N đạt tiêu chuẩn kỹ thuật.

NỘI DUNG

1. NGUYÊN TẮC CHUNG

1.1 Nguyên tắc:

Phương pháp oxy hóa - khử là phương pháp định lượng thể tích dựa vào phản ứng oxy hóa – khử:

$aKh_1 + bOx_2 = aOx_1 + bKh_2$

Phương pháp oxy hóa - khử được sử dụng để định lượng các chất có tính oxy hóa hoặc có tính khử.

Để định lượng các chất khử như: Fe^{2+}, Mn^{2+}, I^-, SO_3^{2-}, H_2O_2, $H_2C_2O_4$,...người ta dùng dung dịch chuẩn độ là chất oxy hóa.

1.2 Điều kiện phản ứng:

Những phản ứng oxy hóa - khử được dùng trong định lượng phải thỏa mãn các điều kiện sau:

a. Phản ứng phải xảy ra hoàn toàn.

b. Phản ứng phải xảy ra tương đối nhanh.

c. Phản ứng xảy ra theo chiều cần thiết.

Trong phương pháp định lượng oxy hóa - khử có một số phương pháp định lượng được dùng phổ biến là:

a. Định lượng bằng kali permanganat

b. Định lượng bằng iod

c. Định lượng bằng đồng sulfat

d. Định lượng bằng bromat và bromid.

2. NGUYÊN TẮC ĐỊNH LƯỢNG BẰNG KALI PERMANGANAT (PHÉP ĐO PERMANGANAT)

2.1 Nguyên tắc

Nguyên tắc định lượng bằng kali permanganat (hay còn gọi là ***phép đo permanganat)*** dựa vào khả năng oxy hóa mạnh của kali permanganat. Người ta dùng dung dịch chuẩn độ kali permanganat (DĐVN quy định kali permanganat 0,1N hay 0,05N) để định lượng một số chất có tính khử.

2.2 Điều kiện tiến hành

a. Phương pháp định lượng bằng kali permanganat tiến hành trong môi trường acid sulfuric, trong môi trường này kali permanganat thể hiện tính oxy hóa cao nhất, phản ứng xãy ra nhanh, sản phẩm của phản ứng không màu, việc xác định điểm tương đương dễ dàng và ion sulfat không cản trở phép định lượng.

$MnO_4^- + 5e + 8H^+ \rightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$

(tím) (không màu)

b. Không tiến hành định lượng trong môi trường trung tính hoặc acid yếu, hoặc môi trường base vì trong các môi trường này kali permanganat thể hiện tính oxy hóa yếu hơn, phản ứng xảy ra chậm và cho sản phẩm có màu, khó xác định điểm tương đương, kết quả định lượng thiếu chính xác:

$MnO_4^- + 3e + 2H_2O \rightarrow MnO_2\downarrow + 2OH^-$

(tím) (xám đen)

$MnO_4^- + 1e + OH^- \rightarrow MnO_4^{2-}$

(tím) (xanh lục)

c. Khi dùng acid sulfuric làm môi trường phải duy trì nồng độ acid cao nhất trong suốt quá trình định lượng, nếu không sẽ xảy ra phản ứng phụ:

$2MnO_4^- + 2Mn^{2+} + 2H_2O = 5MnO_2\downarrow + 4H^+$

d. Không được tiến hành định lượng trong môi trường HCl và HNO_3 vì Cl^- sẽ khử $KMnO_4$, còn HNO_3 sẽ oxy hóa chất khử cần định lượng, gây sai số cho phép định lượng.

2.3. Xác định điểm tương đương

Tại thời điểm tương đương, khi số đương lượng gam của dung dịch chuẩn độ kali permanganat bằng số đương lượng gam của chất khử cần định lượng thì 1 giọt kali permanganat dư làm cho dung dịch sẽ nhuộm màu hồng nhạt (phép định lượng tự chỉ thị).

2.4. Một số ví dụ định lượng bằng kali permanganat

2.4.1 Định lượng acid oxalic ($H_2C_2O_4$)

Acid oxalic là một acid hữu cơ, anion $C_2O_4^{2-}$ có tính khử, nên dùng dung dịch chuẩn độ kali permanganat 0,1N để định lượng.

Phản ứng định lượng tiến hành trong môi trường acid sulfuric:

$5H_2C_2O_4 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = 2MnSO_4 + 10CO_2 + K_2SO_4 + H_2O$

$$\begin{array}{r|l} 2 & Mn^{7+} + 5e = Mn^{2+} \\ 5 & C_2O_4^{2-} - 2e = 2CO_2 \end{array}$$

Tại điểm tương đương, 1 giọt dung dịch kali permanganat thừa sẽ cho dung dịch có màu hồng nhạt, nên không cần chỉ thị màu.

$$E_{H_2C_2O_4} = \frac{M_{H_2C_2O_4}}{n} = \frac{90}{2} = 45g$$

$$T_{KMnO_4/H_2C_2O_4} = \frac{N_{KMnO_4}.E_{H_2C_2O_4}}{1000} = \frac{0,1.45}{1000} = 0,0045g$$

(1ml dung dịch kali permanganat 0,1N tương ứng với 0,0045g $H_2C_2O_4$).

2.4.2 Định lượng hydroperoxyd (H_2O_2)

Hydroperoxyd (nước oxy già) vừa có tính oxy hóa vừa có tính khử.

Khi tác dụng với chất khử mạnh hơn thì thể hiện tính oxy hóa:

$O_2^{2-} + 2e + 4H^+ = 2H_2O$

Khi tác dụng với chất oxy hóa mạnh hơn thì thể hiện tính khử:

$O_2^{2-} - 2e = O_2$

Do có tính khử nên dùng kali permanganat 0,1N để định lượng nước oxy già, môi trường tiến hành định lượng là dung dịch acid sulfuric theo phương trình phản ứng:

$2KMnO_4 + 5H_2O_2 + 3H_2SO_4 = K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5O_2 + 8H_2O$

$$\begin{array}{r|l} 2 & Mn^{7+} + 5e = Mn^{2+} \\ 5 & O_2^{-} - 2e = O_2^{o} \end{array}$$

Tại điểm tương đương, khi cho dư 1 giọt dung dịch kali permanganat thì dung dịch có màu hồng nhạt.

Để tính được các loại nồng độ của dung dịch hydroperoxyd phải tính được đương lượng gam, đương lượng thể tích của hydroperoxyd.

Đương lượng gam: $E_{H_2O_2} = \frac{M_{H_2O_2}}{n} = \frac{34}{2} = 17g$

Đương lượng thể tích của hydroperoxyd là số lít oxy giải phóng ra do 1 đương lượng gam hydroperoxyd bị phân hủy hoàn toàn: 5,6 lít (ở điều kiện tiêu chuẩn)

$H_2O_2 = H_2O + 1/2\ O_2$

1mol ½ mol

E = 17g ¼ mol

1 đương lượng gam của H_2O_2 sẽ giải phóng: 22,2 x (1/4) = 5,6 lít khí oxy ĐKTC

Vậy đương lượng gam thể tích của hydroperoxyd là 5,6 lít (ở điều kiện tiêu chuẩn).

Từ đó tính được số lít oxy giải phóng ra do 1 lít dung dịch nước oxy già có nồng độ N bị phân hủy hoàn toàn.

$V_{O2} = 5,6 .N$

V_{O2}: thể tích oxy giải phóng ra do 1 lít dung dịch nước oxy già có nồng độ N bị phân hủy hoàn toàn.

N: nồng độ đương lượng của dung dịch hydroperoxyd.

Chú ý: phép định lượng chỉ có kết quả chính xác khi nồng độ dung dịch hydroperoxyd đem chuẩn độ xấp xỉ 1 thể tích.

3. PHƯƠNG PHÁP ĐỊNH LƯỢNG BẰNG IOD (PHÉP ĐO IOD)

3.1 Nguyên tắc:

Iod là một halogen có tính oxy hóa mạnh, khi tác dụng với chất khử, nguyên tử iod thu 1 electron:

$I_2 + 2e = 2I^-$

Ngược lại, ion I^- có tính khử, dễ nhường 1 electron khi tác dụng với chất oxy hóa:

$2I^- - 2e = I_2$

Cho nên có thể dùng dung dịch I_2 để định lượng chất khử và dùng dung dịch iodid để định lượng chất oxy hóa:

$I_2 \xleftrightarrow{+2e} 2I^-$

DĐVN quy định tùy theo đối tượng phân tích (xác định chất khử hay chất oxy hóa) mà sử dụng 1 trong 3 phương pháp định lượng sau:

- Phương pháp định lượng trực tiếp dùng định lượng một số chất khử như:$S_2O_3^{2-}$, SO_3^{2-}, AsO_3^{3-},... bằng cách nhỏ từ từ từng giọt dung dịch chuẩn độ iod (0,1N) xuống một thể tích chính xác dung dịch chất khử cần định lượng, từ thể tích dung dịch iod đã dùng, nồng độ dung dịch iod và thể tích dung dịch chất khử, tính nồng độ dung dịch cần định lượng theo phương trình phản ứng:

$I_2 + 2e = 2I^-$

- Phương pháp định lượng thế dùng định lượng các chất có tính oxy hóa như: $KMnO_4$, K_2CrO_4, HNO_2, H_2O_2, Fe^{3+}, Cu^{2+},...bằng cách cho một thể tích chính xác chất oxy hóa cần định lượng tác dụng với dung dịch iodid dư (thường dùng dung dịch kali iodid) sẽ sinh ra một lượng iod tự do tương đương hóa học với lượng chất oxy hóa cần định lượng. Sau đó dùng dung dịch chuẩn độ natri thiosulfat (0,1N) để định lượng lượng iod sinh ra. Từ thể tích dung dịch natri thiosulfat đã dùng, nồng độ dung dịch natri thiosulfat và thể tích dung dịch chất oxy hóa, sẽ tính được nồng độ chất oxy hóa cần định lượng theo phương trình phản ứng:

$2I^- - 2e = I_2$

$I_2 + Na_2S_2O_3 = 2I^- + S_4O_6^{2-} + 4Na^+$

Chú ý: định lượng chất oxy hóa không dùng phép chuẩn độ trực tiếp vì không có chỉ thị để xác định điểm tương đương của phản ứng giữa iod với chất oxy hóa.

- Phương pháp định lượng thừa trừ dùng định lượng các chất có tính khử như: glucose, aldehyd acetic, aldehyd formic,...bằng cách cho một thể tích chính xác và dư dung dịch chuẩn độ iod, sau đó dùng dung dịch natri thiosulfat (có cùng nồng độ với dung dịch iod) để định lượng iod dư. Từ thể tích dung dịch natri thiosulfat đã dùng suy ra thể tích dung dịch iod dư, thể tích dung dịch iod đã tác dụng với chất khử và tính được nồng độ chất khử, theo phản ứng:

$$I_2 + 2e = 2I^-$$

$$I_{2(dư)} + 2S_2O_3^{2-} = 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

3.2 Chỉ thị màu và cách xác định điểm tương đương trong phương pháp định lượng bằng iod

Để xác định điểm tương đương trong phương pháp định lượng bằng iod, chọn chỉ thị là hồ tinh bột.

Tinh bột có những tính chất sau:

a. Tinh bột hấp phụ iod cho sản phẩm màu xanh, khi đun nóng mất màu xanh, để nguội màu xanh tái hiện.

b. Tinh bột không cho màu với dung dịch iodid.

c. Tinh bột có tính khử yếu, có khả năng tác dụng với một số chất oxy hóa mạnh.

d. Tinh bột hấp phụ iod và giải phóng iod chậm.

Trong phương pháp định lượng trực tiếp, khi nhỏ dung dịch chuẩn độ iod vào dung dịch chất khử cần định lượng, tại điểm tương đương dung dịch từ không màu chuyển sang màu xanh.

Trong phương pháp định lượng thế và thừa trừ, tại điểm tương đương dung dịch từ màu xanh chuyển sang không màu.

Điều kiện tiến hành:

Phương pháp định lượng bằng iod tiến hành trong các điều kiện sau:

a. Khi định lượng trực tiếp, tiến hành trong môt trường acid hoặc trung tính (pH = 5- 8) không tiến hành trong môi trường kiềm (pH>9), vì lúc đó xảy ra phản ứng phụ:

$$I_2 + 2OH^- = IO^- + I^- + H_2O$$

Ion IO^- có tính oxy hóa mạnh hơn iod, nó chuyển được ion $S_2O_3^{2-}$ thành SO_4^{2-}, dẫn đến sai số kết quả định lượng.

b. Tiến hành ở nhiệt độ thường (trong phòng thí nghiệm) vì ở nhiệt độ cao iod bị thăng hoa và độ nhạy của chỉ thị giảm, dẫn đến sai số kết quả định lượng.

c. Khi định lượng bằng phương pháp thế và thừa trừ cho chỉ thị hồ tinh bột vào lúc dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt (thời điểm gần tương đương), nếu cho chỉ thị sớm thì tinh bột sẽ hấp phụ một phần iod và giải phóng iod chậm, do đó kết quả định lượng sẽ bị sai số.

d. Khi định lượng bằng phương pháp thế, phản ứng giữa kali iodid với chất oxy hóa cần định lượng tiến hành 10 đến 15 phút để phản ứng xảy ra hoàn toàn, đồng thời để kali iodid không bị phân hủy thành iod, cần tránh ánh sáng do phản ứng:

$$4I^- + O_2 + 4H^+ \leftrightarrow I_2 + 2H_2O$$

3.4 Một số ví dụ định lượng bằng phương pháp iod:

3.4.1 Định lượng natri thiosulfat

Natri thiosulfat (natri hyposulfit) có tính khử mạnh, có thể dùng dung dịch chuẩn độ iod 0,1N để định lượng theo phương pháp định lượng trực tiếp:

$$2Na_2S_2O_3 + I_2 = 2NaI + Na_2S_4O_6$$

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 = 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

Để xác định điểm tương đương, chọn chỉ thị là hồ tinh bột. Tại điểm tương đương khi 1 giọt dung dịch iod dư làm cho dung dịch có màu xanh.

Môi trường định lượng phải trung tính hay base yếu, không tiến hành trong môi trường acid vì ion $S_2O_3^{2-}$ bị phân hủy thành lưu huỳnh nguyên tố:

$$2H^+ + S_2O_3^{2-} = S\downarrow + SO_2 + H_2O$$

$$E_{I_2} = \frac{M_{I_2}}{n} = \frac{253}{2} = 126{,}5g$$

$$E_{Na_2S_2O_3} = \frac{M}{n} = \frac{158}{1} = 158g$$

3.4.2 Định lượng dung dịch glucose:

Glucose có công thức cấu tạo: $CH_2OH\text{-}(CHOH)_4\text{-}CHO$

Trong phân tử có nhóm chức aldehyd nên glucose có tính khử, do vậy có thể dùng dung dịch chuẩn độ iod để định lượng dung dịch glucose bằng phương pháp thừa trừ.

DĐVN quy định sử dụng phương pháp thừa trừ để định lượng dung dịch glucose như sau: cho một thể tích chính xác dung dịch glucose cần định lượng tác dụng với một thể tích chính xác và quá dư dung dịch iod. Sau đó dùng dung dịch chuẩn độ natri thiosulfat (có cùng nồng độ với dung dịch iod) để định lượng lượng iod thừa.

Các phản ứng chính xảy ra khi định lượng:

$CH_2OH\text{-}(CHOH)_4\text{-}CHO + I_2 + H_2O \xrightarrow{OH^-} CH_2OH\text{-}(CHOH)_4\text{-}COOH + 2HI$ (1)

I_2(thừa) + $Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$ (2)

Để xác định điểm tương đương, chọn chỉ thị là hồ tinh bột, dung dịch chuyển từ màu xanh sang không màu (cho chỉ thị khi dung dịch có màu vàng nhạt).

Định lượng glucose bằng dung dịch chuẩn độ iod theo phương pháp thừa trừ cần lưu ý điều kiện môi trường:

- Khi dung dịch iod tác dụng với dung dịch glucose (1) cần tiến hành trong môi trường kiềm (để oxy hóa triệt để glucose):

$CH_2OH\text{-}(CHOH)_4\text{-}CHO + I_2 + 3NaOH \rightarrow CH_2OH\text{-}(CHOH)_4\text{-}COONa + 2NaI + H_2O$

Ngoài ra còn phản ứng phụ:

$2NaOH + I_2 = 2NaOI + NaI + H_2O$

Khi định lượng dung dịch iod thừa bằng dung dịch chuẩn độ natri thiosulfat (2) phải tiến hành trong môi trường acid yếu (5<pH<8). Do đó phải acid hóa dung dịch bằng dung dịch acid sulfuric để trung hòa kiềm và giải phóng iod thừa từ IO^-:

$$H^+ + OH^- = H_2O$$

$$NaOI + NaI + 2H^+ = I_2 + 2Na^+ + H_2O$$

$$E_{C_6H_{12}O_6} = \frac{M}{n} = \frac{180}{2} = 90g$$

3.4.3 Định lượng kali permanganat trong thuốc tím

Định lượng kali permanganat trong thuốc tím dược dụng bằng phương pháp thế:

Trong môi trường acid, kali permanganat oxy hóa iodid thành iod tự do (I_2). Xác định lượng iod tạo thành bằng dung dịch chuẩn độ natri thiosulfat, từ đó tính ra lượng kali permanganat trong thuốc tím. Phương trình phản ứng:

$$2KMnO_4 + 10KI + 8H_2SO_4 = MnSO_4 + 5K_2SO_4 + 5I_2 + 8H_2O$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$$

Để xác định điểm tương đương dùng chỉ thi màu là hồ tinh bột (cho vào khi dung dịch có màu vàng nhạt) dung dịch chuyển từ màu xanh sang không màu.

$$E_{KMnO_4} = \frac{M_{KMnO_4}}{n} = \frac{158,03}{5} = 31,607g$$

Chú ý: phản ứng giữa thuốc tím và kali iodid thực hiện ít nhất 10 phút và phải thực hiện trong điều kiện tránh ánh sáng.

Phản ứng giữa kali permanganat và kali iodid xảy ra trong môi trường acid sulfaric, nhưng khi định lượng iod tạo thành bằng dung dịch natri thiosulfat phải tiến hành trong môi trường base nhẹ hay trung tính, tuy nhiên lượng acid sulfuric cho vào vừa đủ nên không cần trung hòa bằng kiềm (hoặc natri hydrocarbonat).

CÂU HỎI LƯỢNG GIÁ

1.Nêu các điều kiện của các phản ứng Oxy hóa – khử phải thỏa mãn điều kiện trong phương pháp định lượng oxy hóa - khử ?

2.Liệt kê một số phương pháp định lượng được dùng phổ biến của phương pháp định lượng oxy hóa - khử ?

3. Trình bày tính chất của tinh bột ?

4.Trình bày nguyên tắc chung định lượng bằng phương pháp oxy hóa – khử ?

5. Trình bày các điều kiện của phương pháp định lượng bằng iod ?

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Dược điển Việt Nam V- Bộ Y Tế.
2. Giáo trình thực hành hóa phân tích – Bộ Y Tế.
3. Giáo trình thực hành hóa phân tích – Đại học Y Dược Cần Thơ.
4. Giáo trình thực hành hóa phân tích Đại học Cần Thơ.