

TRƯỜNG ĐẠI HỌC ĐÀ LẠT



Hướng dẫn thực hành

PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG BẰNG CÁC PHƯƠNG PHÁP HÓA HỌC

NGUYỄN THỊ NHƯ MAI - ĐẶNG THỊ VĨNH HÒA

2002

LỜI NÓI ĐẦU

Giáo trình hướng dẫn thực hành PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG bằng các phương pháp hóa học được soạn ra nhằm mục đích giúp các bạn sinh viên hiểu và nắm chắc các kiến thức lý thuyết và kỹ năng thực hành của môn hóa phân tích 2.

Hóa học vốn được xem là khoa học thực nghiệm; muốn nắm vững và phát triển các kiến thức hóa học cần phải tiến hành thí nghiệm; muốn hoàn thành tốt các thí nghiệm hóa học cần nắm vững các kỹ năng thực hành, những kỹ năng này được rèn luyện từng bước và nơi rèn luyện các kỹ năng đó chủ yếu là phòng thí nghiệm. Do đó giáo trình này được biên soạn với 8 bài thực hành và các cơ sở lý thuyết cơ bản về các phương pháp hóa học của phân tích định lượng, giúp sinh viên củng cố phần lý thuyết cơ bản của mỗi bài thực tập kết hợp với việc vận dụng quy tắc đương lượng trong tính toán kết quả. Các bài thí nghiệm đã được lựa chọn và sắp xếp nhằm giúp sinh viên rèn luyện các thao tác và kỹ năng thí nghiệm với mức độ phức tạp tăng dần, nhờ vậy sinh viên sẽ có điều kiện đạt được yêu cầu môn học thực hành này.

Xin cảm ơn các đồng nghiệp và bạn đọc đã khuyến khích động viên chúng tôi biên soạn giáo trình. Chân thành mong bạn đọc góp ý kiến xây dựng cho giáo trình hoàn thiện hơn.

Các tác giả

NỘI QUY PHÒNG THÍ NGHIỆM

Để đảm bảo an toàn và kết quả làm việc trong phòng thí nghiệm mỗi sinh viên cần phải thực hiện nghiêm túc nội quy phòng thí nghiệm.

1. Sinh viên có nhiệm vụ làm đầy đủ các bài thí nghiệm theo chương trình của bộ môn. Trước khi vào làm thí nghiệm phải chuẩn bị đầy đủ đề cương bài thí nghiệm theo yêu cầu của giáo viên.
2. Phải đến phòng thí nghiệm đúng giờ quy định. Trong giờ làm thí nghiệm, sinh viên muốn ra ngoài phòng thí nghiệm phải xin phép giáo viên. Đứng đúng chỗ thí nghiệm quy định. Kiểm tra ngay các dụng cụ, nếu thiếu hoặc hỏng thì báo ngay cho giáo viên.
3. Trong khi làm thí nghiệm phải giữ yên lặng, trật tự.
4. Phải giữ sạch sẽ trong phòng thí nghiệm. Bàn làm việc, dụng cụ, hóa chất dùng cho thí nghiệm phải sạch sẽ và sắp xếp một cách hợp lý cho công việc.
5. Nghe và thực hiện đúng các chỉ dẫn cụ thể của giáo viên về bài thực hành
6. Cần tiết kiệm hoá chất thí nghiệm, lưu ý tránh gây đổ vỡ dụng cụ hoá chất. Khi đổ vỡ dụng cụ, phải báo ngay cho giáo viên hướng dẫn.
7. Không được di chuyển hoá chất dùng chung từ chỗ này sang chỗ khác. Không được mang hóa chất dụng cụ ra khỏi phòng thí nghiệm. Không làm các thí nghiệm ngoài bài thí nghiệm.
8. Phải cẩn thận khi làm thí nghiệm. Trung thực và khách quan khi theo dõi kết quả và khi làm báo cáo thí nghiệm.
9. Chú ý rèn luyện kỹ năng thực hành phân tích định lượng: đo chính xác khối lượng và thể tích, cách nhận biết đúng điểm cuối chuẩn độ, cách bảo quản dung dịch chuẩn, kỹ thuật lọc rửa, sấy nung kết tủa..., rèn luyện kỹ năng tính toán trong phân tích định lượng.
10. Sau mỗi buổi thí nghiệm phải rửa sạch dụng cụ, lau bàn, dọn dẹp ngăn nắp chỗ làm việc và bàn giao đầy đủ lại cho nhân viên phụ trách phòng thí nghiệm.

Phần thứ 1. GIỚI THIỆU VỀ PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG

Phân tích định lượng tức là xác định hàm lượng của các chất cần phân tích. Để làm được việc đó có thể có nhiều phương pháp khác nhau, tùy theo yêu cầu cần phân tích (độ nhạy, độ chính xác...) và trang thiết bị hiện có mà người làm phân tích có thể lựa chọn các phương pháp khác nhau để tiến hành phân tích. Ngày nay kết quả thu được chỉ có giá trị khi đã được xử lý bằng phương pháp thống kê. Vì thế sau khi thu được kết quả phân tích, người phân tích cần phải biết xử lý các số liệu thu được để đưa ra kết quả phân tích chính xác.

I. PHÂN LOẠI CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG:

Để phân tích định lượng có nhiều phương pháp thường được sử dụng, đó là:

1. Phương pháp hóa học:

Là dùng 1 phản ứng hóa học (tức là sử dụng 1 thuốc thử R nào đó cho phản ứng với chất cần xác định X) để chuyển cấu tử cần xác định thành 1 hợp chất mới, rồi dựa vào thể tích và nồng độ của thuốc thử R, hoặc khối lượng của hợp chất mới tạo thành ta tính được hàm lượng của chất X.

a. Phương pháp phân tích khối lượng:

Làm kết tủa chất cần xác định dưới dạng 1 hợp chất xác định, làm sạch kết tủa và đem nung đến khối lượng không đổi rồi cân. Dựa vào lượng cân để tính hàm lượng chất cần xác định.

b. Phương pháp thể tích:

Dựa vào thể tích và nồng độ của dung dịch thuốc thử R đã phản ứng với 1 thể tích xác định chất cần xác định để tính hàm lượng chất cần xác định.

Thuộc về phương pháp thể tích có 4 phương pháp chuẩn độ chính:

- Phương pháp trung hòa
- Phương pháp chuẩn độ phức chất
- Phương pháp oxi hóa – khử
- Phương pháp tạo tủa.

Phương pháp hóa học chỉ áp dụng để phân tích những mẫu có nồng độ lớn (10^{-3} - 10^{-1} M). Phương pháp này không đòi hỏi những máy móc hiện đại nên dễ áp dụng.

2. Phương pháp vật lý:

Dùng cách khảo sát tính chất lý học đặc trưng nào đó để xác định hàm lượng của chất cần xác định. Ví dụ: đo khối lượng riêng, chiết suất hoặc dựa vào sự tương tác của vật chất với bức xạ điện từ...

3. Phương pháp hóa lý:

Dựa vào tính chất vật lý (màu sắc, độ dẫn điện...) của hợp chất hay dung dịch tạo ra sau khi có phản ứng hóa học giữa chất cần xác định X và thuốc thử R để xác định hàm lượng của chất cần xác định.

Trong phạm vi tài liệu hướng dẫn thực hành này, chỉ giới thiệu các phương pháp phân tích hóa học.

II. CÁCH TÍNH KẾT QUẢ TRONG PHÂN TÍCH THỂ TÍCH:

Việc tính kết quả phụ thuộc vào cách biểu diễn nồng độ và cách phân tích. Cách tính đơn giản nhất là dựa vào định nghĩa nồng độ và qui luật đương lượng để lập công thức tính.

Qui luật đương lượng: trong một phản ứng hóa học số đương lượng hoặc số mili đương lượng của các chất tham gia phản ứng phải bằng nhau.

Số đương lượng = $C_N \cdot V(\text{lít})$ = số gam/Đ

Số mili đương lượng = $C_N \cdot V(\text{ml})$ = số mg/Đ

1. Trường hợp chuẩn độ trực tiếp:

Giả sử để chuẩn V_0 ml dung dịch chất X phải dùng hết V_R ml dung dịch thuốc thử R có nồng độ đương lượng $C_{N,R}$. Thì nồng độ đương lượng của chất X được tính dựa vào quy luật đương lượng: $V_0 C_{N,X} = V_R C_{N,R}$

Từ đây suy ra:

$$C_{N,X} = \frac{V_R C_{N,R}}{V_0}$$

Còn số gam của chất X trong V_0 ml dung dịch sẽ là:

$$m_X = \frac{V_R \cdot C_{N,R} \cdot Đ_X}{1000}$$

Trong đó $Đ_X$ là đương lượng gam của chất X

Nếu lấy a gam mẫu chất X hòa tan thành Vml dung dịch, sau đó lấy V_0 ml dung dịch này đem chuẩn độ chất X thì hết V_R ml dung dịch thuốc thử R có nồng độ đương lượng $C_{N,R}$. Thì số gam của chất X trong Vml dung dịch cũng chính là số gam của chất X trong a gam mẫu là:

$$m_X = \frac{V_R \cdot C_{N,R} \cdot Đ_X}{1000} \cdot \frac{V}{V_0}$$

Vậy hàm lượng phần trăm của chất X trong mẫu: