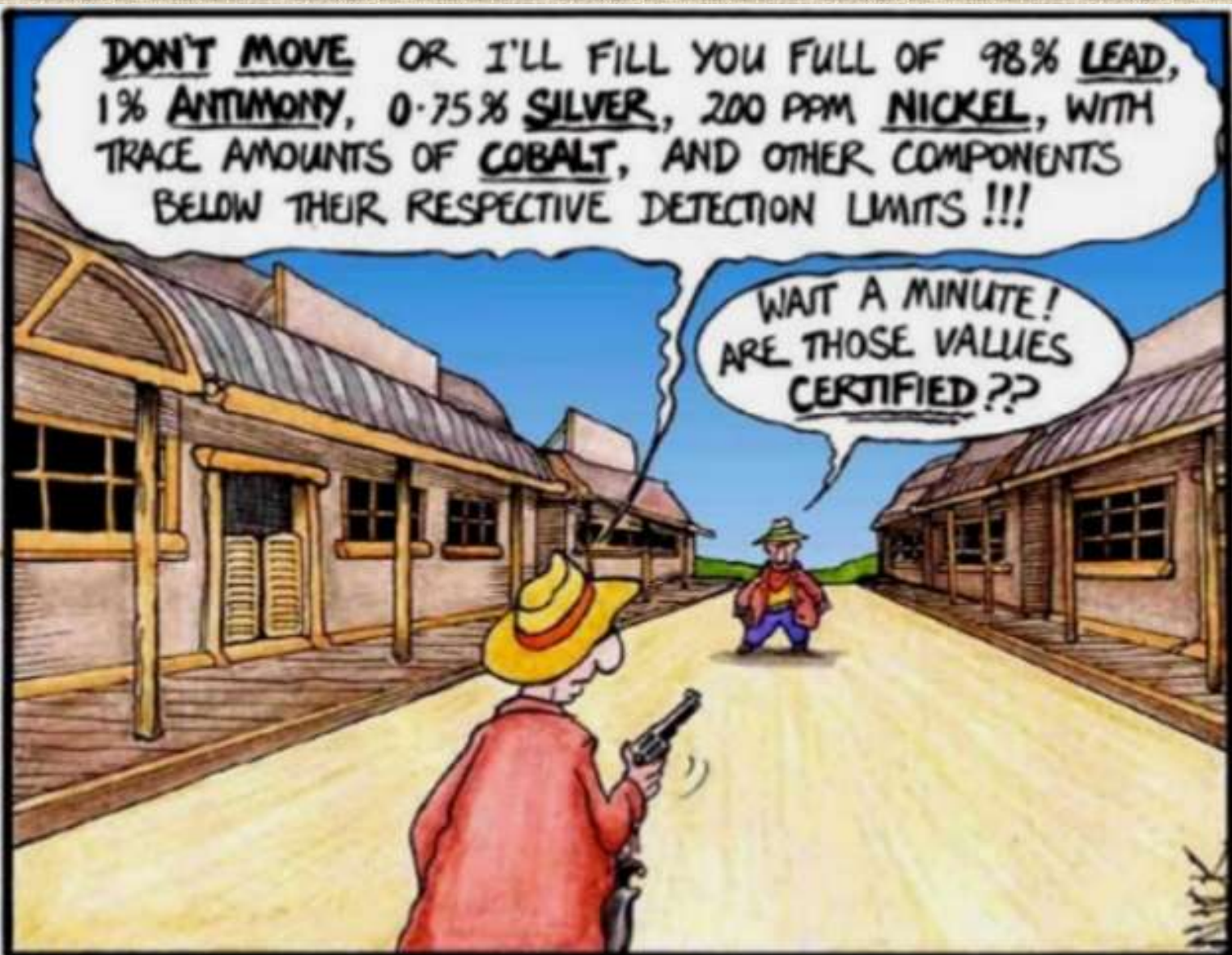


DON'T MOVE OR I'LL FILL YOU FULL OF 98% LEAD, 1% ANTIMONY, 0.75% SILVER, 200 PPM NICKEL, WITH TRACE AMOUNTS OF COBALT, AND OTHER COMPONENTS BELOW THEIR RESPECTIVE DETECTION LIMITS !!!

WAIT A MINUTE!
ARE THOSE VALUES
CERTIFIED??



ANALYTICAL CHEMISTS IN THE WILD WEST

Cơ sở Hóa học phân tích

Mã học phần: CH3330 và CH3331

Khối lượng: 3 (3-1-0-6)

Lý thuyết: 45 tiết

Bài tập: 15 tiết

Cơ sở Hóa học phân tích

PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG

CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC

Phần I: Nhóm các phương pháp phân tích thể tích (PTTT)

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

Chương 2: Phương pháp chuẩn độ axit – bazơ

Chương 3: PP chuẩn độ oxy hóa – khử

Chương 4: Phương pháp chuẩn độ kết tủa

Chương 5: Phương pháp chuẩn độ phức chất

Phần II: Phương pháp phân tích khối lượng

Chương 6: Phương pháp phân tích khối lượng

Cơ sở Hóa học phân tích

Tài liệu tham khảo

Tiếng Việt:

1. Bài giảng
2. Trần Bính (1997), *Bài giảng chuẩn hóa học phân tích*. NXB ĐHBKHN
3. Hoàng Minh Châu, Từ Văn Mặc, Từ Vọng Nghi (2002), *Cơ sở hóa học phân tích*. NXB KHKT
4. Trần Tứ Hiếu (2002), *Hóa học phân tích*, NXB ĐHQGHN
5. Nguyễn Tinh Dung (2007), *Hóa học phân tích – Phần III*, NXB GD

Cơ sở Hóa học phân tích

Tài liệu tham khảo

Tiếng Anh:

1. Douglas A. Skoog, Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch (2004), *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 8th edition, Thomson, USA.
2. Daniel C. Harris (2006), *Quantitative analytical chemistry*, 7th edition. W. H. Freeman, New York

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

Yêu cầu chung: nắm được

- Bản chất các phản ứng (cân bằng) xảy ra trong dung dịch
- Sự thay đổi nồng độ của ion chất cần nghiên cứu trong dung dịch một cách trực tiếp hay gián tiếp

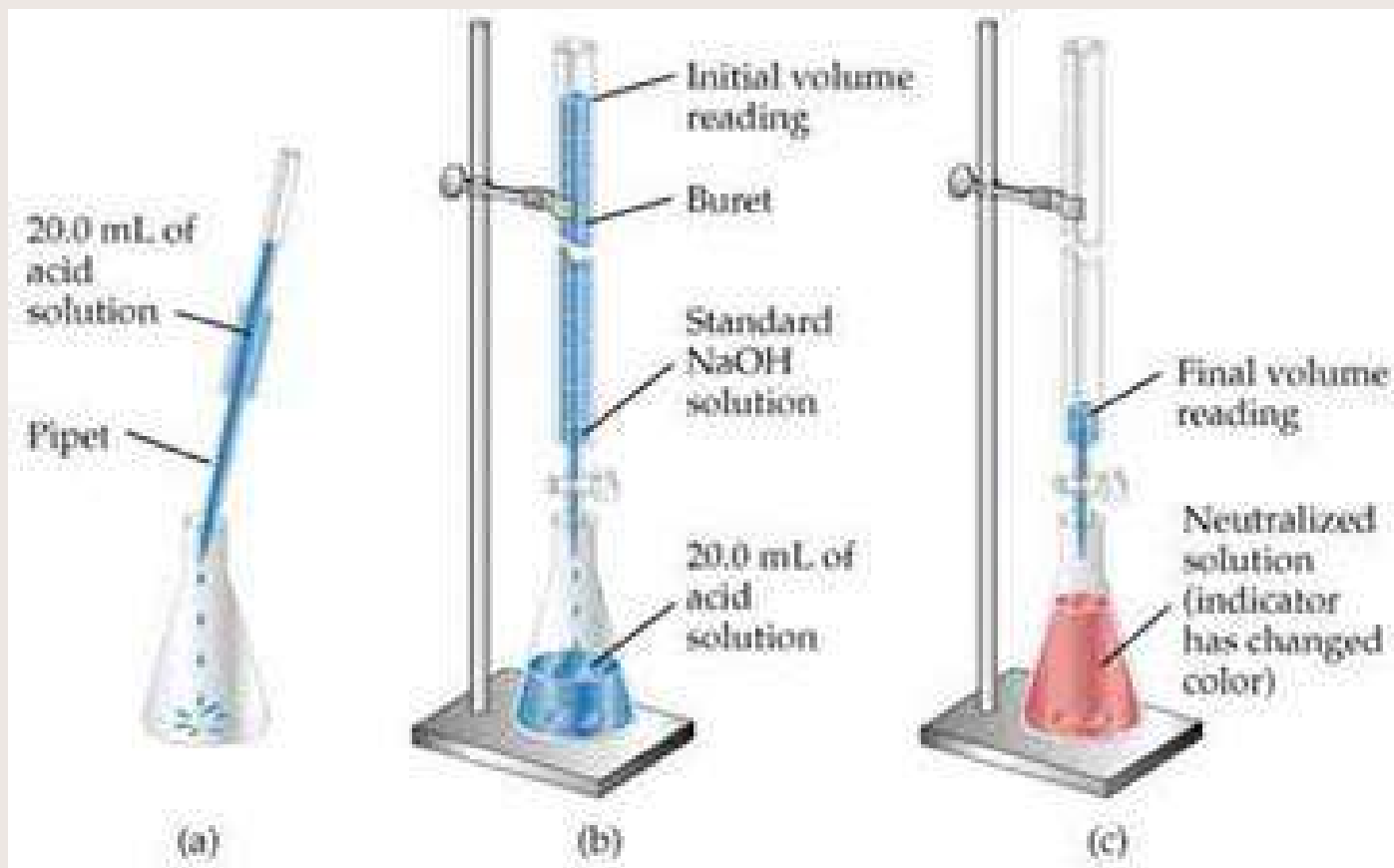
Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

I.1. Định nghĩa và nguyên tắc của phương pháp PTTT

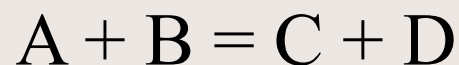
- **Định nghĩa:** Phương pháp PTTT là phương pháp định lượng hóa học dựa vào việc đo thể tích của dung dịch thuốc thử đã biết chính xác nồng độ (gọi là dung dịch chuẩn) cần dùng để phản ứng hết với chất cần xác định (gọi là chất định phân) có trong dung dịch phân tích.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

- Nguyên tắc:



I.1. Định nghĩa và nguyên tắc của phương pháp PTTT



- Phản ứng giữa A và B gọi là phản ứng chuẩn độ hay phản ứng định phân.
- Quá trình cho A tác dụng với B gọi là quá trình chuẩn độ hay quá trình định phân.
- Thời điểm 2 chất A và B tác dụng vừa hết với nhau gọi là điểm tương đương (ĐTĐ).
- Thực tế, người ta không tìm được chính xác ĐTĐ mà chỉ có thể xác định được thời điểm cần kết thúc quá trình định phân (điểm cuối của quá trình định phân).

I.1. Định nghĩa và nguyên tắc của phương pháp PTTT

- Điểm cuối của quá trình định phân càng gần (lân cận) với điểm tương đương thì kết quả của phép phân tích càng chính xác.
- Điểm kết thúc định phân có thể xác định nhờ những dấu hiệu đặc trưng quan sát bằng mắt thường như: sự thay đổi màu sắc của 1 loại chất gọi là chất chỉ thị (CCT), sự xuất hiện kết tủa, ...

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

I.2. Các phản ứng dùng trong PTTT

- Yêu cầu
 - Phản ứng xảy ra nhanh (tốc độ phản ứng lớn) và hoàn toàn (hằng số cân bằng lớn)
 - Phản ứng xảy ra theo đúng hệ số tỉ lượng (hợp thức), sản phẩm phản ứng không thay đổi
 - Phản ứng chọn lọc
 - Phản ứng định lượng (có chất chỉ thị thích hợp để xd ĐTĐ)

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

I.2. Các phản ứng dùng trong PTTT

- Phân loại các phương pháp PTTT: dựa vào bản chất của phản ứng dùng trong PTTT có thể phân loại (đặt tên) các pp PTTT theo đó.
 - ✓ Phương pháp chuẩn độ axit-bazơ
 - ✓ Phương pháp chuẩn độ oxi hóa-khử
 - ✓ Phương pháp chuẩn độ kết tủa
 - ✓ Phương pháp chuẩn độ phức chất

I.3. Nhắc lại một số khái niệm, phép tính trong PTTT

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng

- Khối lượng mol - M : g/mol
- Khối lượng mol đương lượng (đương lượng gam – đlg) – D :

Đlg của một chất là số gam của chất đó về mặt hóa học tương đương với 1 mol hydro hay 1 mol hydroxyl trong phản ứng mà ta xét.

Đlg của một chất không phải là hằng số, nó phụ thuộc vào phản ứng hóa học mà chất tham gia

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng

$$Đ = M/n \text{ (g/mol)}$$

n: là số điện tích hay electron hoặc số ion H^+ 1 phân tử 1 chất tham gia trong phản ứng đã cho

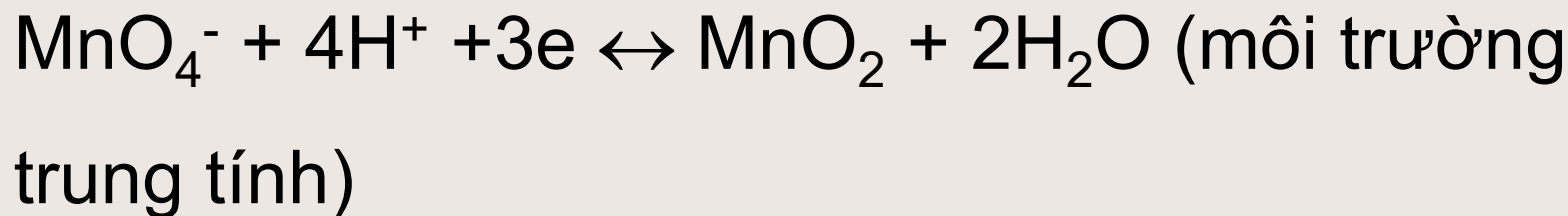
- Phản ứng axit – bazơ

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng

- Phản ứng oxi hóa – khử



$$D_{\text{KMnO}_4} = M/5$$



$$D_{\text{KMnO}_4} = M/3$$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng

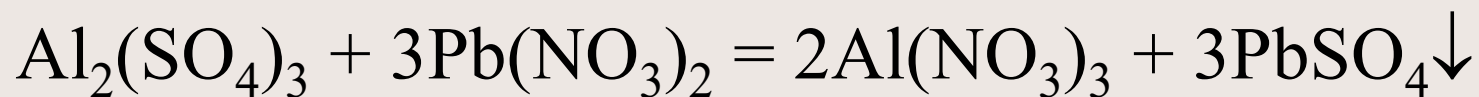
- Phản ứng tạo phức hoặc tạo kết tủa

Cation: n là điện tích của cation

Anion: n là số điện tích của ion kim loại tương ứng phản ứng với 1 anion

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng



$$\text{đlgAl}_2(\text{SO}_4)_3 = M/6$$

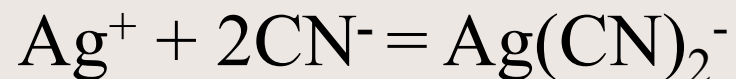
$$\text{đlgAl} = M/3$$

$$\text{đlgPb}(\text{NO}_3)_2 = M/2$$

$$\text{đlgPb} = M/2$$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.1. Khối lượng mol và mol đương lượng



$$\text{đlgAg}^+ = M/1$$

$$\text{đlgCN}^- = M/(1/2) = 2M_{\text{CN}}$$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.2. Một số cách biểu diễn nồng độ

- Nồng độ phần trăm khối lượng – C%
- Nồng độ mol – C_M

$$C_M = 10 \times d \times C\% / M$$

- Nồng độ thể tích (v/v): nồng độ thể tích của một chất lỏng là tỉ số thể tích của chất lỏng đó và thể tích của dung môi (thường là nước).

VD: dung dịch HCl 1:1 (v/v)

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.2. Một số cách biểu diễn nồng độ

- Nồng độ đương lượng - C_N : Số mol đương lượng (số đlg) chất tan có trong 1 lit dung dịch.

$$C_N = a/\bar{D}.V$$

a tính theo gam

V tính theo lit

$C_N.V =$ số mol đương lượng (số đlg)

$$C_N = n.C_M$$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.2. Một số cách biểu diễn nồng độ

- Độ chuẩn – T: số gam (hoặc mg) chất tan trong 1 ml dung dịch.

$$T = a/V$$

a tính theo g (hoặc mg)

V tính theo ml

$$T_A = D_A \cdot N_A \cdot V_A$$

V_A tính theo ml

VD1: Nếu hòa tan 7.64 g NaOH thành 500 mL dung dịch thì độ chuẩn của dung dịch NaOH bằng bao nhiêu?

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.2. Một số cách biểu diễn nồng độ

- Độ chuẩn theo chất cần xác định (độ chuẩn theo chất định phân) – $T_{A/B}$: số gam chất cần xác định B (ion, phân tử hoặc nguyên tử) phản ứng vừa đủ với 1 ml dung dịch chuẩn A.

$$T_{A/B} = D_B \cdot N_A \cdot V_A$$

V_A tính theo ml

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.2. Một số cách biểu diễn nồng độ

- Nồng độ (hoặc hàm lượng) phần triệu và phần tỉ
Đối với các dung dịch rất loãng hoặc các hàm lượng rất nhỏ người ta dùng các khái niệm này.

ppm (parts per million): phần triệu

ppb (parts per billion): phần tỉ

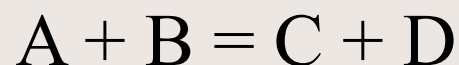
$C_{ppm} = \text{kl chất tan/kl dung dịch} \times 10^6 \text{ ppm}$

$C_{ppb} = \text{kl chất tan/kl dung dịch} \times 10^9 \text{ ppb}$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.3. Định luật tác dụng theo đương lượng

Trong một phản ứng chuẩn độ, các chất phản ứng với nhau vừa đủ theo số đlg bằng nhau.



$$\text{số đlg } A = \text{số đlg } B$$

$$\text{hay } N_A \cdot V_A = N_B \cdot V_B$$

$$\text{hay } a/D_A = N_B \cdot V_B$$

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- **Chuẩn độ trực tiếp**
- **Chuẩn độ ngược**
- **Chuẩn độ thay thế**
- **Chuẩn độ gián tiếp**
- **Chuẩn độ phân đoạn**

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- Chuẩn độ trực tiếp:

Thêm từ từ dung dịch chuẩn từ buret vào dung dịch định phân đựng trong bình nón. Dựa vào thể tích dung dịch chuẩn tiêu tốn, tính được nồng độ chất phân tích.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- Chuẩn độ ngược:

Thêm một thể tích chính xác và dư dung dịch chuẩn R vào dung dịch chất định phân X. Sau đó chuẩn độ lượng thuốc thử dư bằng một dung dịch thuốc thử R' khác thích hợp. Dựa vào thể tích và nồng độ của các dung dịch chuẩn R, R' tính nồng độ chất cần định phân X.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- **Chuẩn độ gián tiếp:** cách chuẩn độ này dùng để định lượng chất X không tiến hành chuẩn độ trực tiếp bằng thuốc thử nào đó.

Chuyển chất cần định phân X vào (thành) một hợp chất thích hợp chứa ít nhất một nguyên tố có thể xác định trực tiếp bằng một thuốc thử thích hợp.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- Chuẩn độ thay thế:

Cho chất định phân X tác dụng với một hợp chất khác MY để tạo thành hợp chất MX và giải phóng ra Y. Sau đó chuẩn độ Y bằng dung dịch thuốc thử thích hợp và dựa vào thể tích và nồng độ của nó để tính lượng chất X.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.4. Các phương pháp chuẩn độ

- Chuẩn phân đoạn:

Trong một số trường hợp có thể chuẩn độ lần lượt các chất X, Y, Z, ... trong cùng một dung dịch bằng 1 hoặc 2 dung dịch chuẩn.

Chương 1: Đại cương về các PP PTTT

1.3.5. Cách tính kết quả trong PTTT

Việc tính kết quả phụ thuộc vào cách biểu diễn nồng độ và cách phân tích.

a. Trường hợp chuẩn độ trực tiếp

- **Tính theo nồng độ mol**

VD1: Tính nồng độ mol của một dd NaOH biết rằng khi chuẩn độ 20,0 ml dung dịch đó thì phải dung vừa hết 22,75 ml dung dịch HCl 0,1060 M.

VD2: Khi chuẩn độ 0,2275 g Na_2CO_3 tinh khiết đến CO_2 phải dung vừa hết 22,35 ml dd HCl. Tính nồng độ mol của dd HCl đó.

1.3.5. Cách tính kết quả trong PTTT

a. Trường hợp chuẩn độ trực tiếp

- **Tính theo nồng độ đương lượng**

VD1: Tính nồng độ đương lượng của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$? Biết rằng khi thêm dư dung dịch KI tinh khiết vào 20,0 ml dd $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N chứa H_2SO_4 làm môi trường, thì lượng I_2 thoát ra được chuẩn độ vừa hết với 19,8 ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ đó.

ĐS: 0,0506 N

1.3.5. Cách tính kết quả trong PTTT

a. Trường hợp chuẩn độ trực tiếp

- **Tính theo độ chuẩn chất định phân**

VD1: Tính hàm lượng % sắt trong quặng, biết rằng sau khi hòa tan 0,5170 g quặng, khử hoàn toàn Fe(III) thành Fe(II), rồi chuẩn độ Fe(II) bằng dung dịch chuẩn KMnO_4 có độ chuẩn theo Fe là 5,620 mg/ml thì dung vừa hết 57,2 ml dung dịch chuẩn đó.

ĐS: 62,18 %

1.3.5. Cách tính kết quả trong PTTT

b. Trường hợp chuẩn độ ngược

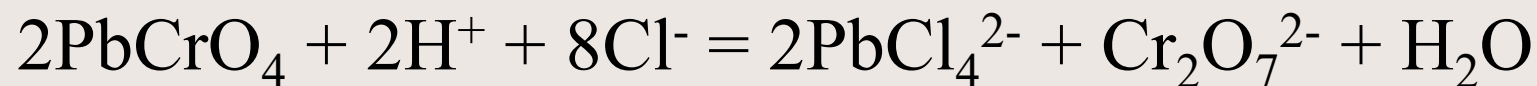
VD1: Để định lượng Cr trong thép, người ta phân hủy 1,0750 g mẫu thép thành dung dịch rồi oxy hóa hoàn toàn Cr^{3+} thành CrO_4^{2-} . Sau đó thêm vào 25,0 ml dung dịch chuẩn FeSO_4 0,0410 M và lượng đủ H_2SO_4 loãng làm môi trường. Lượng Fe(II) dư được chuẩn độ bằng 3,70 ml dung dịch KMnO_4 0,0400 M. Hãy tính hàm lượng Cr trong thép.

ĐS: 0,46 %

1.3.5. Cách tính kết quả trong PTTT

c. Trường hợp chuẩn độ gián tiếp

VD1: Để định lượng Pb trong quặng người ta phân hủy 1,1050 g mẫu quặng thành dung dịch. Từ dung dịch đó thực hiện quy trình để kết tủa định lượng chì trong mẫu thành PbCrO_4 . Sau đó hòa tan hoàn toàn PbCrO_4 bằng dung dịch hỗn hợp $\text{HCl} + \text{NaCl}$ dư. Thêm vào dung dịch một lượng KI dư và cuối cùng chuẩn độ lượng I_2 thoát ra bằng 24,20 ml dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0962 N. Tính hàm lượng chì trong quặng.



ĐS: 14,55 %

1.3.6. Cách pha chế dung dịch chuẩn

a. Chất gốc

Những chất thỏa mãn các điều kiện dưới đây và dung để pha chế dung dịch chuẩn gọi là chất gốc.

- Chất phải thuộc loại tinh khiết phân tích hoặc tinh khiết hóa học. Lượng tạp chất trong nó nhỏ hơn 0,1 %.
- Thành phần hóa học phải ứng đúng với công thức kê cả nước kết tinh.
- Chất gốc và dung dịch của nó phải bền.
- Khối lượng mol phân tử của chất càng lớn càng tốt để giảm sai số khi pha chế dung dịch chuẩn.

1.3.6. Cách pha chế dung dịch chuẩn

b. Pha chế các dung dịch chuẩn

- Nếu có chất gốc thì cân 1 lượng xác định chất đó trên cân phân tích có độ chính xác 0,1 mg, hòa tan định lượng lượng cân trong bình định mức có dung tích thích hợp rồi pha loãng bằng dung môi (nước, ...) tới vạch mức.
- Nếu không có chất gốc thì trước hết pha chế dung dịch có nồng độ gần đúng, sau đó dung chất gốc hoặc dung dịch chuẩn thích hợp để xác định lại nồng độ.

1.3.6. Cách pha chế dung dịch chuẩn

c. Pha chế dung dịch từ dung dịch có nồng độ khác

- Pha loãng dung dịch chuẩn có nồng độ lớn thành các dung dịch mong muốn theo công thức,

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Trong đó C_1 , C_2 và V_1 , V_2 là nồng độ và thể tích của dung dịch trước và sau khi pha loãng.