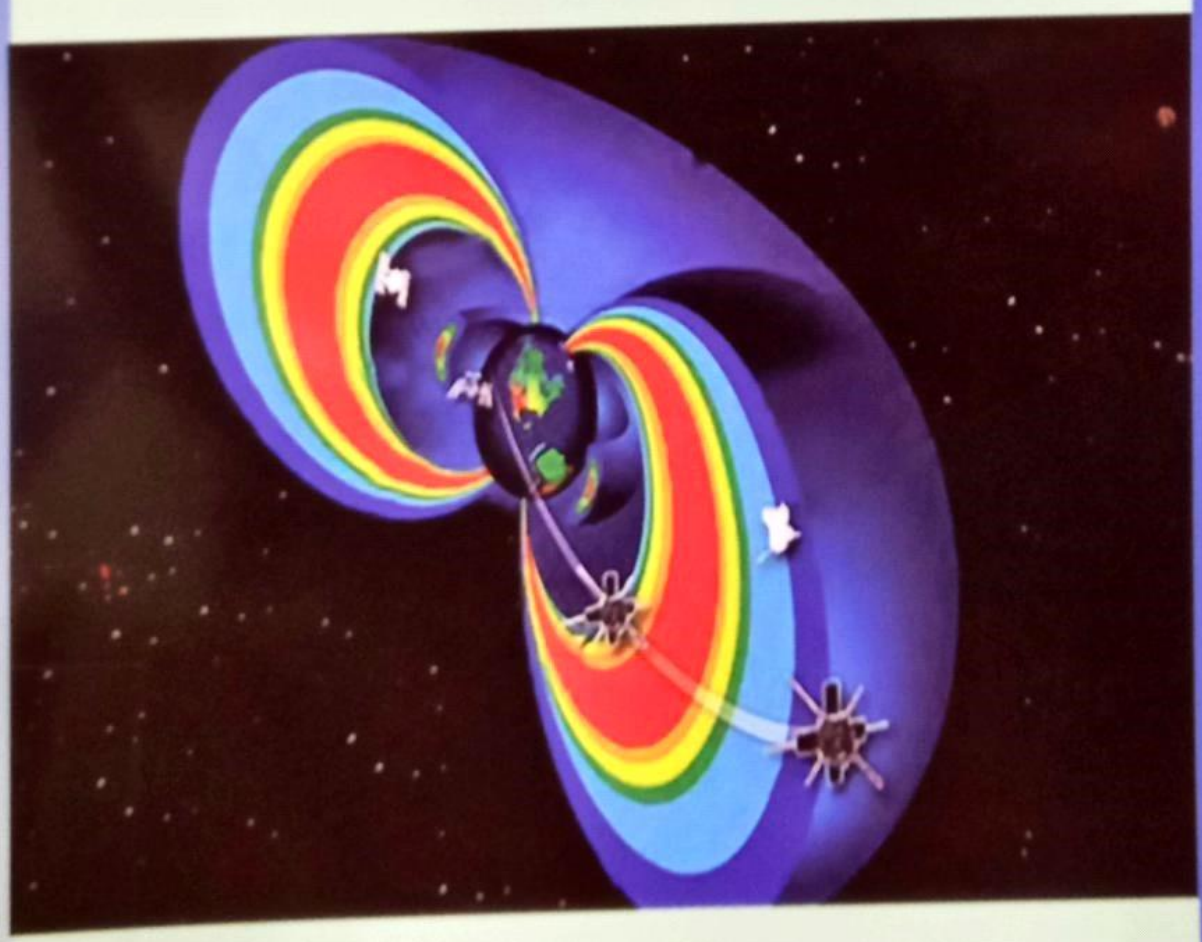
TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI

GIÁO TRÌNH

PHÂN TÍCH CÔNG CỤ



NHÀ XUẤT BẢN KHOA HỌC VÀ KỸ THUẬT

TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI

Trần Quang Hải - Phạm Thị Mai Hương
Nguyễn Thị Thoa - Nguyễn Thị Thu Phương

GIÁO TRÌNH
PHÂN TÍCH CÔNG CỤ

TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI
TRUNG TÂM THÔNG TIN THƯ VIỆN
03 10
00871

NHÀ XUẤT BẢN KHOA HỌC VÀ KỸ THUẬT

MỤC LỤC

Lời nói đầu 49

Phần 1: PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH QUANG HỌC 11

Chương 1: Đại cương về phương pháp phân tích quang học 11

1.1. Bức xạ điện từ 11

1.2. Sự tương tác của bức xạ điện từ với vật chất 11

1.3. Vùng phổ quang học 12

1.4. Các phương pháp phân tích quang học 13

1.4.1. Các phương pháp phân tích phổ phân tử 13

1.4.2. Các phương pháp phân tích phổ nguyên tử 13

Chương 2: Phương pháp phân tích phổ hấp thụ phân tử 15

2.1. Màu sắc của dung dịch màu 15

2.2. Định luật cơ bản về sự hấp thụ ánh sáng - độ hấp thụ quang của dung dịch 16

2.1.1. Định luật Lambert 16

2.1.2. Định luật Beer 17

2.1.3. Định luật Lambert - Beer 18

2.1.4. Định luật cộng tính 18

2.3. Các tính chất của mật độ quang và hệ số hấp thụ phân tử 19

2.3.1. Mật độ quang 19

2.3.2. Hệ số hấp thụ phân tử 20

2.4. Các nguyên nhân gây sai lệch khỏi định luật Lambert- Beer 20

2.4.1. Những dấu hiệu cho biết sự sai lệch 20

2.4.2. Nguyên nhân 21

2.5. Các phương pháp định lượng bằng trắc quang 28

2.5.1. Phương pháp dãy màu tiêu chuẩn 28

2.5.2. Phương pháp chuẩn độ 30

2.5.3. Phương pháp tỉ lệ so sánh 31

2.5.4. Phương pháp đường chuẩn 31

2.5.5. Phương pháp thêm chuẩn 32
2.5.6. Phương pháp vi sai 33
2.6. Sơ đồ khối của máy trắc quang 35
2.6.1. Sơ đồ 35
2.6.2. Nguồn sáng 35
2.6.3. Bộ phận tạo tia đơn sắc 35
2.6.4. Cuvet 36
2.6.5. Tế bào quang điện 36
2.6.6. Bộ ghi tín hiệu và ghi đo 36

Phần 2: PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH ĐIỆN HÓA 38

Chương 3: Phương pháp chuẩn độ điện thế 38
3.1. Một số khái niệm cơ bản 38
3.1.1. Phản ứng điện hoá và hệ điện hóa 38
3.1.2. Thế điện cực 39
3.2. Điện cực dùng trong chuẩn độ điện thế 44
3.2.1. Điện cực so sánh 45
3.2.2. Điện cực chỉ thị 49
3.3. Một số phương pháp chuẩn độ điện thế 56
3.3.1. Chuẩn độ kết tủa 56
3.3.2. Chuẩn độ oxi hoá khử 58
3.3.3. Chuẩn độ complexon 62
3.3.4. Phương pháp chuẩn độ axit – bazơ 65
3.3.5. Cách xác định điểm tương đương 66

Chương 4: Phương pháp điện phân 70
4.1. Sự điện phân 70
4.2. Một số khái niệm và định luật cơ bản 70
4.2.1. Một số khái niệm 70
4.2.2. Định luật Faraday 70
4.2.3. Thứ tự điện phân 72
4.3. Sự phân cực điện hoá 73
4.3.1. Sự phân cực của điện cực 73

4.3.2. Quá thế 73
4.4. Các điều kiện để kết tủa kim loại 75
4.4.1. Trường hợp đơn giản (*không kể đến quá thế*) 76
4.4.2. Trường hợp có kể đến quá thế 77
4.5. Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình điện phân 78
4.5.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ và tốc độ khuấy trộn 78
4.5.2. Ảnh hưởng của các phản ứng phụ 78
4.5.3. Ảnh hưởng của chất tạo phức 79
4.5.4. Điều kiện điện phân 80
4.6. Các phương pháp điện phân 81
4.6.1. Điện phân ở cường độ dòng không đổi 81
4.6.2. Điện phân ở thế không đổi 82
4.6.3. Điện phân trên catot thuỷ ngân 83
4.6.4 . Nội điện phân 83
4.7. Kỹ thuật điện phân 85
Chương 5: Phương pháp cực phổ 89
5.1. Cơ sở lý thuyết 89
5.1.1. Nguyên tắc chung 89
5.1.2. Sơ đồ, cấu tạo các bộ phận của máy cực phổ cổ điển 89
5.1.3. Điện cực giọt thủy ngân 90
5.2. Sóng cực phổ khuếch tán 91
5.3. Dòng cực phổ khuếch tán 94
5.3.1. Phương trình dòng cực phổ khuếch tán 94
5.3.2. Một số yếu tố ảnh hưởng đến dòng cực phổ khuyếch tán 95
5.4. Cách vẽ sóng cực phổ (đường cong cực phổ) 96
5.4.1. Thể hiện lên đồ thị sự phụ thuộc cường độ dòng vào thế (I=f(-E)) 96
5.4.2. Thể hiện lên đồ thị phụ thuộc $\frac{dI}{dE}$ vào -E (Cực phổ vi phân) 96
5.5. Phân tích định tính sử dụng thế bán sóng 97
5.6. Phân tích định lượng sử dụng dòng cực phổ khuếch tán 98
5.7. Các phương pháp cực phổ hiện đại 99

5.7.1. Cực phổ sóng vuông 100
5.7.2. Cực phổ xung 100
5.8. Phương pháp von – Ampe hoà tan (Stripping Vontammetry) 102
5.8.1. Nguyên tắc của phương pháp 102
5.8.2. Điện cực sử dụng trong phương pháp von – ampe hòa tan 104
5.8.3. Thiết bị đo dòng hòa tan (von - ampe hòa tan) 105

Phần 3: PHƯƠNG PHÁP CHIẾT VÀ PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ 107

Chương 6: Phương pháp chiết 107
6.1. Định nghĩa - Phân loại các hệ chiết 107
6.1.1. Định nghĩa 107
6.1.2. Phân loại các hệ chiết 107
6.2 Một số đại lượng dùng trong chiết 108
6.2.1 Hệ số phân bố 108
6.2.2. Phần trăm chiết 108
6.2.3. Hằng số phân bố 109
6.2.4. Hằng số chiết 109
6.3. Các phương pháp chiết 110
6.3.1. Chiết chu kỳ 110
6.3.2. Chiết liên tục 110
6.3.3. Chiết ngược dòng 110
6.4. Chiết các hợp chất nội phức 111
6.4.1. Khái niệm phức vòng càng 111
6.4.2. Các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất chiết các hợp chất nội phức 111
6.5. Chiết các phức là ion liên hợp 115
6.6. Chiết trao đổi 116
6.7. Giải chiết 117
6.8. Kỹ thuật chiết 118
6.9. Ứng dụng các phương pháp chiết 118
6.10. Các phương pháp chiết - trắc quang 119
6.10.1. Ưu điểm của phương pháp 119
6.10.2. Các hợp chất nội phức chiết được 119

6.10.3. Ảnh hưởng của thuốc thử 120
6.10.4. Độ bền màu của các dịch chiết 121
Chương 7: Phương pháp sắc ký 122
7.1. Định nghĩa và phân loại 122
7.1.1. Định nghĩa 122
7.1.2. Phân loại các phương pháp sắc ký 123
7.2. Một số đại lượng dùng trong sắc ký 128
7.2.1. Hệ số phân bố K_D và cách xác định 128
7.2.2. Thời gian lưu t_R, thời gian lưu hiệu chỉnh t_R' 129
7.2.3. Thể tích lưu V_R, thể tích lưu hiệu chỉnh V_R' 130
7.2.4. Hệ số tách α (còn gọi là hệ số lưu giữ tương đối) 130
7.2.5. Sắc đồ 131
7.2.6. Đĩa lý thuyết và xác định số đĩa lý thuyết bằng thực nghiệm 132
7.2.7. Độ phân giải, cách làm tăng độ phân giải. 134
7.3. Sắc ký trao đổi ion 136
7.3.1. Cơ chế sắc ký 136
7.3.2. Nhựa trao đổi ion (gọi là ionit) 132
7.3.3. Hấp dung của ionit 137
7.3.4. Sự hấp thụ của các ionit 137
7.3.5. Sự giải hấp 138
7.3.6. Chế hoá ionit và chuẩn bị cột sắc ký để phân tích 138
7.3.7. Quá trình tách trao đổi ion 139
7.4. Sắc ký phân bố (lỏng - lỏng) 140
7.4.1. Khái niệm 140
7.4.2. Cơ chế tách 140
7.5. Sắc ký giấy 140
7.5.1. Khái niệm 140
7.5.2. Sắc ký giấy đi lên 141
7.5.3. Sắc ký giấy hai chiều 142
7.5.4. Sắc ký giấy đi xuống 143

Lời nói đầu

Hóa học phân tích là một ngành học nghiên cứu tìm hiểu các phương pháp nhằm định tính và định lượng vật chất. Hóa học phân tích bao gồm nhóm *phương pháp phân tích hóa học* và nhóm *phân tích công cụ*. Phân tích công cụ là nhóm các phương pháp phân tích định tính định lượng vật chất dựa trên cơ sở các tính chất vật lí, hóa học của vật chất. Phương pháp này đánh giá hàm lượng các chất một cách rất khách quan. Hơn nữa, với các đối tượng phân tích có hàm lượng nhỏ bé cỡ hàm lượng vết, phân tích công cụ xác định được với sai số cho phép của phương pháp trong khi các phương pháp phân tích hóa học không xác định được.

Đối tượng của phương pháp phân tích bao gồm các mẫu trong quá trình sản xuất, mẫu dược phẩm, thực phẩm, mẫu y học, sinh học... Tuy nhiên các mẫu đều có một đặc điểm giống nhau là chất phân tích trong mẫu có hàm lượng nhỏ. Với các mẫu có hàm lượng lớn thì không cần thiết phải sử dụng phương này mà chỉ nên sử dụng phương pháp phân tích hóa học đơn giản.

Trong phạm vi của ***Giáo trình Phân tích công cụ***, chúng tôi trình bày nội dung căn bản của một số phương pháp phân tích công cụ, bao gồm:

Nhóm các phương pháp phân tích quang học.

Nhóm các phương pháp phân tích điện hóa.

Nhóm các phương pháp tách và làm giàu chất.

Trong từng phương pháp, chúng tôi trình bày để người đọc hiểu được cơ sở lí thuyết, bản chất mối liên hệ giữa các tính chất lí hóa của chất với chất và nồng độ của chúng. Mặt khác chúng tôi cũng trình bày các phương pháp cụ thể để xác định định tính và định lượng vật chất. Hơn nữa, phần các yếu tố

ảnh hưởng đến quá trình phân tích giúp bạn đọc hiểu sâu và có thể nghiên cứu phương pháp bằng các máy phân tích trong thực tế. Phân tích công cụ là dùng công cụ máy móc để phân tích nên một phần rất quan trọng được trình bày trong giáo trình này là sơ đồ nguyên lí máy và một số câu hỏi và bài tập có liên quan của phương pháp.

Giáo trình được sử dụng làm tài liệu học tập cho sinh viên hệ cao đẳng, đại học chuyên ngành hóa phân tích hoặc làm tài liệu tham khảo cho sinh viên các chuyên ngành có liên quan.

Tác giả