

ĐẠI HỌC QUỐC GIA HÀ NỘI
TRƯỜNG ĐH KHOA HỌC TỰ NHIÊN

ĐỀ THI KẾT THÚC HỌC KÌ I
NĂM HỌC 2018-2019

MÔN THI: CƠ SỞ HÓA HỌC PHÂN TÍCH

Số tín chỉ: 3 Môn học: CHE 1082 ĐỀ SỐ 1
Dành cho các lớp sinh viên A, B, D và S- khoa Hóa học

Thời gian làm bài: 90 phút (không kể thời gian phát đề) Đề thi gồm 03 trang
(Sinh viên không sử dụng tài liệu khi làm bài)

Chú ý: - SV được phép sử dụng các công thức tính rút gọn nhưng cần ghi rõ giả thiết gần đúng để áp dụng (nếu cần).

- Các câu trả lời Có/ Không, Đúng/ Sai hoặc chỉ ghi đáp số sẽ không được chấm điểm.
- Coi nồng độ ban đầu của các chất phân tích trong mẫu phân tích là nồng độ xác định được theo qui trình phân tích. Các giá trị liên quan đến nồng độ/ hàm lượng của chất phân tích trong mẫu phân tích phải được viết đúng số có nghĩa.
- Giả thiết điểm kết thúc chuẩn độ của các thí nghiệm gần trùng điểm tương đương.

BẢNG TRA CỨU CÁC HẰNG SỐ VÀ THÔNG TIN THAM KHẢO

1. Khối lượng mol nguyên tử, phân tử:

Fe 55,845 g/mol; Cr 51,9961 g/mol; Cl 35,453 g/mol; N 14,0067 g/mol

2. Hằng số phân ly axit

EDTA (H₄Y) có pK_{a1} = 2,00; pK_{a2} = 2,69; pK_{a3} = 6,13; pK_{a4} = 10,37
α_{Y⁴⁻} tại pH = 1,8 là 4,61 * 10⁻¹⁵, tại pH = 10 là 3,5 * 10⁻¹

$$\text{với } \alpha_{Y^{4-}} = \frac{[Y^{4-}]}{C_{H_4Y}} = \frac{1}{1 + \frac{[H^+]}{K_{a1}} + \frac{[H^+]^2}{K_{a1}K_{a2}} + \frac{[H^+]^3}{K_{a1}K_{a2}K_{a3}} + \frac{[H^+]^4}{K_{a1}K_{a2}K_{a3}K_{a4}}}$$

H₃PO₄ có pK_{a1} = 2,16; pK_{a2} = 6,16; pK_{a3} = 12,31;

NH₄⁺ có pK_a = 9,25;

CH₃COOH có pK_a = 4,75

3. Hằng số bền của phức (K_f hoặc β)

K_f(FeY⁻ màu vàng) = 10^{25,1}, K_f(MgY²⁻ không màu) = 10^{8,79}

4. Tích số tan của kết tủa (K_{sp} hoặc T)

K_{sp, MgNH₄PO₄} = 10^{-12,6}

5. Thế oxi hóa- khử tiêu chuẩn

$$E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0 = 0,77 \text{ V}; E_{Cr_2O_7^{2-}/2Cr^{3+}}^0 = 1,3 \text{ V}; E_{Cl_2/2Cl^-}^0 = 1,36 \text{ V}.$$

6. Chất chỉ thị

- Dung dịch axit salyxic không màu, tạo phức màu đỏ tím với Fe³⁺.
- Chỉ thị ETOO ở pH = 10-12 có màu xanh đậm, tạo phức màu đỏ nho với Mg²⁺.

Một khách hàng gửi đến phòng thí nghiệm (PTN) một mẫu nước thải (đã được axit hóa đến pH= 1,8) có chứa lượng nhỏ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, Mg^{2+} , Fe^{3+} , Cl^- , lượng vết nitrat và một số chất khác. Em hãy đọc qui trình phân tích mà kỹ thuật viên đã tiến hành và trả lời các câu hỏi đi kèm.

I. Xác định hàm lượng Fe^{3+} bằng phương pháp chuẩn độ tạo phức:

Lấy 10,00 ml mẫu nước thải vào bình nón, thêm vài giọt chất chỉ thị axit sunfosalyxic, dung dịch có màu đỏ tím, đun nóng đến 70°C và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn EDTA có nồng độ 0,02210 M đến khi dung dịch chuyển màu vàng hết 10,52 ml.

a) Bằng tính toán hằng số bền điều kiện (được phép sử dụng hệ số các phức của cation kim loại tại pH= 1,8 để chứng tỏ rằng trong phép chuẩn độ trên chỉ có Fe^{3+} phản ứng với EDTA còn Mg^{2+} không ảnh hưởng đến phép xác định (1,0đ).

b) Tính nồng độ Fe^{3+} (mol/l) trong mẫu phân tích ban đầu (1,0đ)

c) Tại điểm kết thúc chuẩn độ, nồng độ ion Fe^{3+} (mol/l) trong dung dịch chưa tạo phức là bao nhiêu? (0,5đ)

II. Xác định hàm lượng Cr(VI) bằng phương pháp chuẩn độ oxi hóa khử:

Lấy 20,00 ml dung dịch mẫu cần phân tích, thêm 5ml H_2SO_4 nồng độ 4,5 M và 25,00 ml dung dịch chuẩn Fe^{2+} 0,02015 M được dung dịch A. Thêm vào dung dịch A 10 ml hỗn hợp bảo vệ (gồm H_2SO_4 , MnSO_4 , H_3PO_4) để tránh xảy ra phản ứng giữa Cl^- và MnO_4^- và chuẩn độ lượng Fe^{2+} dư bằng dung dịch chuẩn KMnO_4 0,00425M hết 10,25 ml thì dung dịch có màu hồng.

a) Viết phản ứng xảy ra dùng để định lượng crom trong mẫu (0,5đ).

b) Tính nồng độ của Cr (mg/l) trong mẫu nước ban đầu (1,0đ).

c) Tính giá trị thế oxi hóa khử của dung dịch A theo cặp $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ (coi các cặp oxi hóa khử khác có nồng độ nhỏ trong dung dịch ảnh hưởng không đáng kể đến thế oxi hóa khử của dung dịch) (0,5đ).

III. Xác định hàm lượng Cl^- theo phương pháp Mohr:

Hút 10,00 ml mẫu nước thải cần phân tích vào bình nón dung tích 250 ml, điều chỉnh pH dung dịch phân tích đến pH= 6-7, thêm 1-2 ml dung dịch K_2CrO_4 5 % và dùng dung dịch chuẩn AgNO_3 nồng độ 0,01013 M để chuẩn độ cho đến khi trong dung dịch xuất hiện kết tủa đỏ gạch, hết 11,40 ml.

a) Tại sao phép chuẩn độ không tiến hành ở môi trường axit của mẫu nước thải ban đầu (0,5đ)

b) Tính nồng độ mol/l của Cl^- trong mẫu ban đầu (0,5 đ)

c) Bằng cách tính thế oxi hóa khử tiêu chuẩn điều kiện của các cặp oxi hóa khử, hãy giải thích vì sao có thể xem trong mẫu phân tích ban đầu không xảy ra phản ứng giữa $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ và Cl^- tại pH= 1,8. (1,0đ)

IV. Xác định lượng vết NO_3^- bằng phương pháp phổ hấp thụ phân tử (UV-Vis)

Lấy 10,00 ml dung dịch mẫu phân tích vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng nước cất được dung dịch B. Chuẩn bị hai bình định mức dung tích 25ml. Thêm vào mỗi bình 5,00 ml dung dịch B; ở bình thứ hai thêm 2,5 ml dung dịch chuẩn NO_3^- $1,0 \cdot 10^{-4}$ M, thêm tiếp vào mỗi bình 0,5 ml hỗn hợp thuốc thử brucin/ axit sulfanilic và định mức đến thể tích 25 ml bằng nước cất, để yên 10 phút rồi đo độ hấp thụ quang của dung dịch màu vàng thu được ở 410 nm với cuvet có độ dày lớp hấp thụ là 1 cm. Độ hấp thụ quang A của hai dung dịch lần lượt là 0,254 và 0,472.

- Tính nồng độ N- NO_3^- (ppm) (nồng độ nitrat qui về ni tơ) trong mẫu **(1,0 đ)**.
- Tính hệ số hấp thụ phân tử (còn gọi là hệ số tắt phân tử hay độ hấp thụ mol của phức màu) **(0,5 đ)**.

V. Đề xuất qui trình phân tích Mg^{2+} trong mẫu.

- Trong một tài liệu tham khảo, nồng độ Mg^{2+} trong mẫu có thể xác định bằng phương pháp chuẩn độ complexon ở pH= 10 với chất chỉ thị ETOO, tuy nhiên phải tách loại Fe^{3+} trước khi phân tích.

Hãy cho biết làm thế nào để chuẩn bị 200 mL dung dịch đệm pH=10 (tổng nồng độ dạng axit và ba zơ là 1M) (từ hóa chất nào và bao nhiêu ml) trong số các dung dịch CH_3COOH 1 M; CH_3COONa 0,5 M, dung dịch NH_3 2 M và dung dịch NH_4Cl 1,5 M **(1,0 đ)**.

- Một KTV khác đề nghị qui trình phân tích magie theo phương pháp trọng lượng bằng cách kết tủa magie ở dạng MgNH_4PO_4 (ảnh hưởng của ion Fe^{3+} được che bằng EDTA) tại pH = 7,5.

Tính độ tan của kết tủa này (dưới dạng nồng độ Mg^{2+} (mol/l) còn lại trong dung dịch không kết tủa được), giả thiết chỉ có phản ứng phụ của PO_4^{3-} với H_3O^+ trong dung dịch. Cho biết, trong dung dịch MgNH_4PO_4 phân li theo phương trình:

