

10.4 PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ BẰNG NITRIT

Chuẩn độ bằng nitrit là phương pháp định lượng thể tích, trong đó dung dịch chuẩn độ là dung dịch natri nitrit.

Phương pháp này được dùng chủ yếu để định lượng các chế phẩm có chứa nhóm amin thơm bậc nhất hoặc những chế phẩm khác mà qua biến đổi hóa học chuyển được thành hợp chất có nhóm amin thơm bậc nhất.

Cách tiến hành

Cân chính xác một lượng chế phẩm tương ứng với khoảng 0,002 phân tử gam hoạt chất (hoặc theo chỉ dẫn trong chuyên luận riêng) hòa tan trong 20 ml *acid hydrochloric* (TT), và 50 ml *nước*. Cho thêm 2 g *kali bromid* (TT), làm lạnh trong nước đá rồi chuẩn độ bằng *dung dịch natri nitrit 0,1 M* (CD) (phải để đầu nhỏ dung dịch chuẩn độ của buret ngập dưới mặt dung dịch cần chuẩn độ). Trong quá trình chuẩn độ phải lắc bình liên tục, nhẹ nhàng sao cho không tạo ra dòng xoáy không khí trong dung dịch (tốt nhất là dùng máy khuấy từ). Nhỏ dung dịch chuẩn độ với tốc độ lúc đầu chừng 2 ml trong 1 min, đến trước điểm tương đương khoảng 1 ml thì nhỏ từng 0,1 ml một và để yên ít nhất 1 min sau mỗi lần thêm dung dịch.

Điểm kết thúc được xác định bằng phương pháp đo điện (theo hướng dẫn trong các Phụ lục 10.1, Phương pháp chuẩn độ đo ampe hoặc Phụ lục 10.2, Phương pháp chuẩn độ đo điện thế) hoặc bằng chỉ thị màu thích hợp.

10.5 PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ COMPLEXON

Nhôm (Al)

Lấy một lượng dung dịch như chỉ dẫn trong chuyên luận riêng cho vào một bình nón 500 ml. Thêm 25 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) và 10 ml hỗn hợp đồng thể tích của *dung dịch amoni acetat 2 M* và *acid acetic loãng* (TT). Đun sôi dung dịch 2 min, để nguội, thêm 50 ml *ethanol* (TT) và 3 ml *dung dịch dithizon 0,025 % (kl/tt)* mới pha trong *ethanol* (TT) rồi chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* thừa bằng *dung dịch kẽm sulfat 0,1 M* (CD) đến khi màu của dung dịch chuyển từ xanh sang tím đỏ.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 2,698 mg Al.

Bismuth (Bi)

Nếu không có chỉ dẫn gì khác, pha loãng chế phẩm với *nước* thành 250 ml. Vừa lắc vừa thêm từng giọt *amoniac 13,5 M* (TT) cho đến khi tủa bắt đầu xuất hiện. Thêm 0,5 ml *acid nitric* (TT) và đun nóng đến 70 °C, duy trì nhiệt độ này cho đến khi dung dịch trong suốt. Thêm khoảng 50 mg *hỗn hợp da cam xylenol* (TT) rồi chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) đến khi màu của dung dịch chuyển từ tím hồng sang vàng.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 20,90 mg Bi.

Calci (Ca)

Lấy một lượng dung dịch chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một bình nón 500 ml rồi pha loãng với *nước* thành 300 ml. Thêm 6 ml *dung dịch natri hydroxyd 10 M* (TT) và khoảng 200 mg *hỗn hợp calcon* (TT) rồi chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) đến khi màu của dung dịch chuyển từ tím sang xanh hoàn toàn.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 4,008 mg Ca.

Chì (Pb)

Lấy một lượng dung dịch chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một bình 500 ml rồi pha loãng với *nước* thành 200 ml. Thêm khoảng 50 mg *hỗn hợp da cam xylenol* (TT) và một lượng *hexamin* (TT) vừa đủ để thu được dung dịch có màu hồng tím rồi chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 20,72 mg Pb.

Magnesi (Mg)

Cho vào một bình nón 500 ml một lượng dung dịch chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận và pha loãng với *nước* thành 300 ml hoặc hòa tan một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận trong 5 ml đến 10 ml *nước* hoặc trong một lượng nhỏ *dung dịch acid hydrochloric 2 M* (TT) rồi pha loãng với *nước* thành 50 ml. Thêm 10 ml *dung dịch đệm amoniac pH 10,0* (TT) và khoảng 50 mg *hỗn hợp đen eriocrom T* (TT) vào dung dịch cuối cùng. Đun nóng dung dịch đến 40 °C và chuẩn độ ở nhiệt độ đó bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) đến khi màu của dung dịch chuyển từ tím sang xanh lam hoàn toàn.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 2,431 mg Mg.

Kẽm (Zn)

Cho vào một bình nón 500 ml một lượng dung dịch như đã chỉ dẫn trong chuyên luận rồi pha loãng với *nước* thành 200 ml. Thêm khoảng 50 mg *hỗn hợp da cam xylenol* (TT) và một lượng *hexamin* (TT) vừa đủ để làm dung dịch chuyển sang màu hồng tím. Thêm 2 g *hexamin* (TT) nữa rồi chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) đến khi màu của dung dịch chuyển sang vàng.

1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M* (CD) tương đương với 6,54 mg Zn.

10.6 PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ TRONG MÔI TRƯỜNG KHAN

Chuẩn độ trong môi trường khan là phương pháp chuẩn độ acid và base yếu hoặc những muối của chúng trong môi trường không phải là nước.

Phương pháp 1

(Áp dụng cho base và muối của chúng)