

Dung dịch xanh bromothymol (TT₁)

Dung dịch chỉ thị BRP

Hòa tan 0,1 g *xanh bromothymol (TT)*, 20 mg *đỏ methyl (TT)* và 0,2 g *phenolphthalein (TT)* trong *ethanol 96 % (TT)* vừa đủ 100 ml, lọc.

Dung dịch xanh bromothymol (TT₂)

Dung dịch 1 % *xanh bromothymol (TT)* trong *dimethylformamid (TT)*.

Dung dịch xanh bromothymol (TT₃)

Hòa tan 100 mg *xanh bromothymol (TT)* trong hỗn hợp đồng thể tích của *ethanol 96 % (TT)* và *nước*, pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi. Lọc nếu cần.

Xanh thymol

Thymolsulfonphthalein;

4,4''-(3H-2,1-Benzoxathiol-3-yliden) dithymol S,S-dioxyd
C₂₇H₃₀O₅S = 466,6

Dùng loại tinh khiết hóa học.

Bột kết tinh màu lam lục đến lục nâu. Khó tan trong nước, tan trong ethanol và các dung dịch kiềm loãng.

Vùng chuyển màu: pH 1,2 (đỏ) đến pH 2,8 (vàng); pH 8,0 (lục nâu) đến pH 9,6 (lam).

Dung dịch xanh thymol

Hòa tan 0,1 g *xanh thymol (TT)* trong hỗn hợp gồm 2,15 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (TT)* và 20 ml *ethanol 96 % (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 100 ml.

Độ nhạy: Lấy 100 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)*, thêm 0,1 ml *dung dịch xanh thymol (TT)* và 0,2 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,02 N (CĐ)*, dung dịch có màu xanh lam. Khi thêm không quá 0,1 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,02 N (CĐ)*, phải chuyển sang vàng.

Dung dịch xanh thymol trong dimethylformamid

Hòa tan 1 g *xanh thymol (TT)* trong *dimethylformamid (TT)* vừa đủ 100 ml.

Dung dịch xanh thymol trong methanol

Hòa tan 0,3 g *xanh thymol (TT)* trong *methanol (TT)* vừa đủ 100 ml. Lọc, nếu cần.

Xanthin

C₅H₄N₄O₂ = 152,1

Bột kết tinh trắng. Phân hủy khi đun nóng. Khó tan trong nước và ethanol 96 %, tan trong dung dịch natri hydroxyd, hơi tan trong dung dịch acid hydrochloric loãng.

Khi tiến hành phản ứng Murexid cho màu đỏ tía với amoniac nhưng màu không mất đi mà chuyển sang màu tím khi thêm dung dịch hydroxyd kiềm.

Mất khối lượng do làm khô (Phụ lục 9.6): Không quá 1 % (105 °C, 2 h).

Tro sulfat (Phụ lục 9.9, phương pháp 2): Không đáng kể (Dùng 100 mg).

Xanh brilliant

CI 42040; basic green 1; malachite green G

C₂₇H₃₄N₂O₄S = 482,6

Tinh thể màu vàng kim lấp lánh. Tan trong nước và trong ethanol 96 %. Cực đại hấp thụ ở 623 nm.

o-Xylen

1,2-Dimethylbenzen

C₈H₁₀ = 106,2

Chất lỏng trong, không màu, dễ bắt lửa. Thực tế không tan trong nước, tạo hỗn hợp đồng nhất khi trộn cùng ethanol 96 %.

Tỷ trọng ở 20 °C: Khoảng 0,881.

Chỉ số khúc xạ ở 20 °C: Khoảng 1,505.

Điểm sôi: Khoảng 144 °C.

Điểm cháy: Khoảng -25 °C.

Xylose

C₅H₁₀O₅ = 150,1

Sử dụng loại có chất lượng phù hợp.

Khoảng pH và màu chuyển của các chất chỉ thị

Chỉ thị	Khoảng pH	Màu chuyển
Đỏ cresol	0,2 đến 1,8	Đỏ - Vàng
	7,0 đến 8,8	Vàng - Đỏ
Xanh thymol	1,2 đến 2,8	Đỏ - Vàng
Tropeolin 00	1,3 đến 3,2	Đỏ - Vàng
Da cam methyl	3,0 đến 4,4	Đỏ - Vàng
Xanh bromophenol	2,8 đến 4,6	Vàng - Tím lam
Đỏ congo	3,0 đến 5,0	Lam - Hồng
Lục bromocresol	3,6 đến 5,2	Vàng - Lam
Đỏ methyl	4,4 đến 6,0	Đỏ - Vàng
Đỏ tía bromocresol	5,2 đến 6,8	Vàng - Tím lam
Xanh bromothymol	6,0 đến 7,6	Vàng - Lam
Đỏ trung tính	6,8 đến 8,0	Đỏ - Da cam
Đỏ phenol	6,8 đến 8,4	Vàng - Tím đỏ
Xanh thymol	8,0 đến 9,6	Lục nâu - Lam
Phenolphthalein	8,2 đến 10,0	Không màu - Đỏ
Thymolphthalein	9,3 đến 10,5	Không màu - Lam
Vàng alizarin	10,1 đến 12,1	Vàng - Tím hồng

2.2 CÁC DUNG DỊCH CHUẨN ĐỘ (CĐ)

Quy định chung

Dung dịch chuẩn độ là dung dịch có nồng độ chính xác, biết trước dùng trong phân tích định lượng thể tích.

Nồng độ của dung dịch chuẩn độ thường được biểu thị bằng:

Nồng độ đương lượng gam (N): Số đương lượng gam của chất tan trong 1000 ml dung dịch.

Nồng độ mol (M): Số mol của chất tan trong 1000 ml dung dịch.

Tỷ số giữa nồng độ thực và nồng độ lý thuyết là hệ số hiệu chỉnh K, không được nằm ngoài giới hạn 1,00 ± 0,10. Nên dùng các dung dịch chuẩn độ với K trong

khoảng từ 0,970 đến 1,030. Nồng độ dung dịch chuẩn độ được xác định với số lần chuẩn độ thích hợp và độ lệch chuẩn tương đối của các kết quả thu được không được quá 0,2 %.

Phương pháp chung để pha chế các dung dịch chuẩn độ
Đối với mỗi loại dung dịch chuẩn độ, phương pháp pha chế và chuẩn hóa những dung dịch ở các nồng độ hay được sử dụng nhất sẽ được mô tả dưới đây. Các dung dịch đậm đặc hơn được pha chế và chuẩn hóa bằng cách tăng lượng thuốc thử lên tương ứng. Các dung dịch nước có nồng độ loãng hơn được điều chế bằng cách pha loãng chính xác một dung dịch đậm đặc hơn với nước không có carbon dioxide (TT). Hệ số hiệu chỉnh của những dung dịch này chính là hệ số hiệu chỉnh của dung dịch đã dùng để pha loãng. Các dung dịch nước có nồng độ mol nhỏ hơn 0,1 M phải được pha chế với nước không có carbon dioxide (TT). Khi pha chế các dung dịch kém bền vững như kali permanganat, natri thiosulfat, phải dùng nước mới đun sôi để nguội. Đối với dung dịch chuẩn độ được dùng trong định lượng mà điểm tương đương được xác định bằng phương pháp điện hóa thì kỹ thuật xác định điểm tương đương này cũng phải được dùng trong chuẩn hóa dung dịch đó.

Tất cả các dung dịch chuẩn độ phải được pha chế, chuẩn hóa và sử dụng ở nhiệt độ 25 °C. Nếu nhiệt độ khi định lượng khác với nhiệt độ lúc chuẩn hóa thì thể tích dung dịch chuẩn độ sẽ được hiệu chỉnh lại.

Dưới đây là phương pháp pha chế và chuẩn hóa các dung dịch chuẩn độ được dùng:

Pha chế từ chất chuẩn gốc

Cân chính xác một lượng chất chuẩn gốc tương ứng với lượng chất lý thuyết tính theo nồng độ và thể tích dung dịch chuẩn độ cần pha, hòa tan trong dung môi chỉ dẫn vừa đủ thể tích.

Pha gần đúng rồi chuẩn hóa bằng chất chuẩn gốc hoặc bằng dung dịch chuẩn độ có hệ số K đã biết

Chất chuẩn gốc: Các hóa chất loại tinh khiết phân tích dưới đây, sau khi làm khô trong những điều kiện chỉ dẫn, được dùng làm chất chuẩn gốc để xác định K của dung dịch chuẩn độ:

Acid benzoic (C₇H₆O₂ = 122,1): Để 24 h trong bình hút ẩm chứa silica gel khan.

Acid sulfanilic (C₆H₇NO₃S = 173,2): Sấy ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi.

Arsen trioxyd (As₂O₃ = 197,8): Để 24 h trong bình hút ẩm chứa silica gel khan.

Kali bromat (KBrO₃ = 167,0): Sấy ở 180 °C đến khối lượng không đổi.

Kali dicromat (K₂Cr₂O₇): Sấy ở 150 °C đến khối lượng không đổi.

Kali hydrophthalat (C₈H₅O₄K = 204,2): Sấy ở 110 °C đến khối lượng không đổi.

Kali iodat (KIO₃): Sấy ở 130 °C đến khối lượng không đổi.
Kẽm hạt (Zn = 65,4): Sử dụng loại có hàm lượng Zn không ít hơn 99,9 %.

Natri carbonat khan (Na₂CO₃ = 106,0): Nung ở 270 °C đến 300 °C đến khối lượng không đổi.

Natri clorid (NaCl = 58,44): Thêm 2 thể tích acid hydrocloric (TT) vào 1 thể tích dung dịch natri clorid bão hòa (TT). Thu các tinh thể tạo thành, rửa bằng acid hydrocloric 25 % (TT). Loại acid bằng cách đun trên cách thủy và sau đó sấy tinh thể đến khối lượng không đổi ở 300 °C.

Sắt (II) ethylendiamoni sulfat [Fe(C₂H₁₀N₂)(SO₄)₂.4H₂O = 382,1]

Ethylendiamoni sắt(II) disulfat tetrahydrat;

Hàm lượng: Không nhỏ hơn 99,5 %.

Tromethamin (Trometamol) (C₄H₁₁NO₃ = 121,1)

2-Amino-2-(hydroxymethyl)propan-1,3-diol; tris(hydroxymethyl)aminomethan.

Hàm lượng: Không nhỏ hơn 99,5 %.

Trước khi dùng sấy theo chỉ dẫn trên nhãn hoặc sấy ở 105 °C trong 3 h.

Cách xác định K:

Chuẩn hóa bằng chất chuẩn gốc: Cân chính xác một lượng chất chuẩn gốc, hòa tan trong dung môi chỉ dẫn, chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ mới pha, tính K theo công thức:

$$K = \frac{a}{T \times V} \quad (1)$$

Trong đó:

a là lượng chất chuẩn gốc đã cân (g);

T là độ chuẩn lý thuyết của chất chuẩn gốc (g/ml);

V là số ml dung dịch chuẩn độ đã dùng.

Chuẩn hóa bằng dung dịch chuẩn độ có hệ số K₀ đã biết:

Trong trường hợp này, K được tính theo công thức:

$$K = \frac{V_0 \times K_0 \times C_0}{V \times C} \quad (2)$$

Trong đó:

C₀ là nồng độ lý thuyết của dung dịch chuẩn độ dùng để chuẩn hóa;

K₀ là hệ số hiệu chỉnh của dung dịch chuẩn độ dùng để chuẩn hóa;

V₀ là số ml dung dịch chuẩn độ dùng để chuẩn hóa đã dùng;

C là nồng độ lý thuyết của dung dịch chuẩn độ cần pha;

V là số ml dung dịch chuẩn độ cần xác định hệ số K đã dùng.

Ghi chú: Nếu K nằm ngoài giới hạn quy định, cần pha loãng hay làm đậm đặc dung dịch. Khi cần pha loãng, tích (K - 1) nhân với 1000 là số ml dung môi cần thêm vào 1000 ml dung dịch. Trong trường hợp cần làm đậm đặc, tích (1 - K) nhân với số g hóa chất cần lấy để pha 1000 ml dung dịch là số g hóa chất phải thêm vào 1000 ml dung dịch. Sau khi thêm dung môi hay hóa chất, xác định lại K của dung dịch thu được.

Pha loãng những dung dịch chuẩn độ có nồng độ cao

Pha loãng một cách chính xác dung dịch chuẩn độ có nồng độ cao thành dung dịch có nồng độ thấp hơn 2 lần, 5 lần, 10 lần, v.v... bằng dung môi tương ứng. Hệ số hiệu chỉnh của dung dịch chuẩn độ pha được chính là hệ số hiệu chỉnh của dung dịch đã dùng để pha loãng. Những dung dịch chuẩn độ có nồng độ nhỏ hơn 0,1 N chỉ được điều chế theo cách này ngay trước khi dùng.

Dùng ống chuẩn pha sẵn

Ống chuẩn pha sẵn (fixanal) chứa lượng hóa chất hay dung dịch hóa chất đủ để pha thành một thể tích dung dịch chuẩn độ quy định. Dùng dung môi pha chế theo chỉ dẫn ghi trên nhãn ống, thu được dung dịch chuẩn độ có K đã biết.

Cách pha chế một số dung dịch chuẩn độ

Dung dịch acid acetic 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,00601 g acid acetic ($C_2H_4O_2$).
Điều chế: Lấy 6,0 g acid acetic băng (TT) pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 25,0 ml dung dịch acid acetic đã điều chế, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ), dùng 0,5 ml dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị.

Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch acid hydrochloric 1 N

1 ml dung dịch chứa 0,03646 g acid hydrochloric (HCl).
Điều chế: Lấy 85 ml acid hydrochloric đậm đặc (TT) pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ bằng 1 trong 2 cách sau:

1. Cân chính xác khoảng 0,95 g chất chuẩn gốc tromethamin, hòa tan trong 50 ml nước. Chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 0,1 ml dung dịch da cam methyl (TT) làm chỉ thị, chuẩn độ đến khi chuyển màu hồng cam. 1 ml dung dịch acid hydrochloric 1 N (CĐ) tương đương với 121,1 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Cân chính xác khoảng 0,50 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan, hòa tan trong 50 ml nước, thêm 2 giọt dung dịch da cam methyl (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric đã điều chế cho đến khi chuyển sang màu hồng cam. Đun sôi 2 min, để nguội, chuẩn độ tiếp đến màu hồng cam. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,053$ g/ml.

Dung dịch acid hydrochloric 0,5 N

1 ml dung dịch chứa 0,01823 g acid hydrochloric (HCl).
Điều chế: Lấy 42 ml acid hydrochloric đậm đặc (TT) pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 1 N:

1. Dùng 0,475 g chất chuẩn gốc tromethamin. 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,5 N (CĐ) tương đương với 60,55 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,25 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,0265$ g/ml.

Dung dịch acid hydrochloric 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,003646 g acid hydrochloric (HCl).
Điều chế: Lấy 8,5 ml acid hydrochloric đậm đặc (TT) pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 1 N:

1. Dùng 0,20 g chất chuẩn gốc tromethamin. 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 12,11 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,10 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,0053$ g/ml.

Dung dịch acid hydrochloric 0,5 N trong methanol

1 ml dung dịch chứa 0,01823 g acid hydrochloric (HCl).

Điều chế: Trong bình định mức 1000 ml, thêm từ từ 40 ml nước vào 43 ml acid hydrochloric đậm đặc (TT), để nguội và thêm methanol (TT) đến vạch.

Chuẩn độ:

1. Cân chính xác khoảng 2,5 g chất chuẩn gốc tromethamin, hòa tan trong 50 ml nước, thêm 2 giọt lục bromocresol (TT) làm chỉ thị, chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric trong methanol 0,5 N đã điều chế đến khi xuất hiện màu vàng nhạt. 1 ml dung dịch acid hydrochloric trong methanol 0,5 N (CĐ) tương đương với 60,55 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,5 g chất chuẩn gốc natri carbonat, tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 1 N. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,0265$ g/ml.

Dung dịch acid perchloric 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,01005 g acid perchloric ($HClO_4$).

Điều chế: Lấy 900 ml acid acetic băng (TT), thêm 8,5 ml acid perchloric (TT), trộn đều và thêm 30 ml anhydrid acetic (TT). Thêm acid acetic băng (TT) vừa đủ 1000,0 ml.

Lắc đều, để yên 24 h. Xác định hàm lượng nước theo Phụ lục 10.3 mà không thêm methanol, và nếu cần thì điều chỉnh hàm lượng nước trong khoảng từ 0,1 % đến 0,2 % bằng anhydrid acetic hoặc nước. Sau đó, để yên 24 h.

Chuẩn độ: Cân chính xác khoảng 0,170 g chất chuẩn gốc kali hydrophthalat, hòa tan trong 50 ml acid acetic khan (TT) trong một bình nón có nút mài, đun nóng nhẹ nếu cần. Để nguội, tránh không khí xâm nhập. Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric đã điều chế, phát hiện điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 0,05 ml dung dịch tím tinh thể (TT) làm chỉ thị, chuẩn độ đến khi chuyển màu từ tím sang xanh lơ.

Song song tiến hành một mẫu trắng. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,02042$ g/ml.

Ghi nhiệt độ khi tiến hành chuẩn hóa. Nếu nhiệt độ khi định lượng khác với nhiệt độ lúc chuẩn hóa dung dịch, thể

tích dung dịch chuẩn độ acid perchloric dùng trong định lượng được hiệu chỉnh theo công thức sau:

$$V_C = V[1 + 0,0011(t_1 - t_2)]$$

Trong đó:

t_1 là nhiệt độ khi chuẩn hóa;

t_2 là nhiệt độ khi định lượng;

V là thể tích đã dùng khi định lượng;

V_C là thể tích hiệu chỉnh.

Các dung dịch acid perchloric nồng độ loãng hơn được điều chế bằng cách pha loãng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) với acid acetic khan (TT).

Dung dịch acid sulfuric 1 N

1 ml dung dịch chứa 0,04904 g acid sulfuric (H_2SO_4).

Điều chế: Rót cẩn thận 28 ml acid sulfuric (TT) vào 200 ml nước, lắc đều, làm nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml, trộn đều.

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 1 N.

1. Dùng 0,950 g chất chuẩn gốc tromethamin. 1 ml dung dịch acid sulfuric 1 N (CD) tương đương với 121,1 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,50 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,053$ g/ml.

Dung dịch acid sulfuric 0,5 N

1 ml dung dịch chứa 0,02452 g acid sulfuric (H_2SO_4).

Điều chế: Rót cẩn thận 14 ml acid sulfuric (TT) vào 200 ml nước, lắc đều, làm nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng với nước vừa đủ 1000,0 ml, trộn đều.

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 0,5 N.

1. Dùng 0,475 g chất chuẩn gốc tromethamin. 1 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 N (CD) tương đương với 60,55 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,25 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,0265$ g/ml.

Dung dịch acid sulfuric 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,004904 g acid sulfuric (H_2SO_4).

Điều chế: Pha loãng 100,0 ml dung dịch acid sulfuric 1 N (CD) với nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong Dung dịch acid hydrochloric 0,1 N.

1. Dùng 0,20 g chất chuẩn gốc tromethamin. 1 ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N (CD) tương đương với 12,11 mg $C_4H_{11}NO_3$.

2. Dùng 0,10 g chất chuẩn gốc natri carbonat khan. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,0053$ g/ml.

Dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,05482 g amoni ceri (IV) nitrat $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$.

Điều chế: Lắc dung dịch chứa 56 ml acid sulfuric (TT) và 54,82 g amoni ceri (IV) nitrat (TT) trong 2 min và thêm nước 5 lần, mỗi lần 100 ml, lắc cẩn thận mỗi lần thêm. Sau đó thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.

Sau 10 ngày, xác định nồng độ chính xác của dung dịch bằng 1 trong 2 cách sau:

1. Thêm 2 g kali iodid (TT) và 150 ml nước vào 25,0 ml dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M đã điều chế. Chuẩn độ ngay lập tức bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 M (CD), dùng 1 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. 1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 M (CD) tương đương với 54,82 mg $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$.

2. Cân chính xác khoảng 0,300 g chất chuẩn gốc sắt (II) ethylendiamoni sulfat, hòa tan trong 50 ml dung dịch acid sulfuric 1 N (CD). Chuẩn độ bằng dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 0,1 ml ferroin (TT) làm chỉ thị. 1 ml dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CD) tương đương với 38,21 mg $Fe(C_2H_{10}N_2)(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$.

Bảo quản tránh ánh sáng.

Dung dịch amoni ceri nitrat 0,01 M

1 ml dung dịch chứa 0,005482 g amoni ceri (IV) nitrat $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$.

Điều chế: Thêm 30 ml acid sulfuric (TT) vào 100,0 ml dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CD) trong khi đang làm lạnh và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.

Dung dịch amoni ceri sulfat 0,1 M (Dung dịch amoni và ceri sulfat 0,1 M)

1 ml dung dịch chứa 0,06326 g amoni ceri sulfat $[(2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2 \cdot 2H_2O)]$.

Điều chế: Hòa tan 65,0 g amoni ceri sulfat (TT) trong hỗn hợp 30 ml acid sulfuric (TT) và 500 ml nước, để nguội và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ bằng 1 trong 2 cách sau:

1. Lấy 25,0 ml dung dịch amoni ceri sulfat đã điều chế, thêm 2 g kali iodid (TT) và 150 ml nước. Chuẩn độ ngay lập tức bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD), dùng dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

2. Cân chính xác khoảng 0,300 g chất chuẩn gốc sắt (II) ethylendiamoni sulfat, hòa tan trong 50 ml dung dịch acid sulfuric 1 N (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch amoni ceri sulfat 0,1 M đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 0,1 ml ferroin (TT) làm chỉ thị. 1 ml dung dịch amoni ceri sulfat 0,1 M (CD) tương đương với 38,21 mg $Fe(C_2H_{10}N_2)(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$.

Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch amoni sulfocyanid 0,1 N (Dung dịch amoni thiocyanat 0,1 N)

1 ml dung dịch chứa 0,007612 g amoni sulfocyanid (NH_4SCN) .

Điều chế: Hòa tan 7,612 g *amoni sulfocyanid (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CD)*, thêm 25 ml nước, 2 ml *dung dịch acid nitric 2 M (TT)*, 2 ml *dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TT)* và chuẩn độ bằng dung dịch amoni sulfocyanid đã điều chế cho đến màu hồng cam. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch bạc nitrat 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,01699 g bạc nitrat (AgNO_3).
Điều chế: Hòa tan 17,0 g *bạc nitrat (TT)* trong nước và pha loãng vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Cân chính xác khoảng 100 mg chất chuẩn gốc natri clorid, hòa tan trong 50 ml nước, thêm vài giọt *dung dịch kali cromat 5 % (TT)*. Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat đã điều chế đến khi xuất hiện tủa màu đỏ nhạt hoặc xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,005844$ g/ml.

Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch bari clorid 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02443 g bari clorid ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
Điều chế: Hòa tan 24,4 g *bari clorid (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 10,0 ml dung dịch bari clorid đã điều chế, thêm 60 ml nước, 3 ml *amoniac 13,5 M (TT)* và 0,5 mg đến 1,0 mg *đỏ tia phtalein (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M (CD)*. Khi dung dịch bắt đầu nhạt màu, thêm 50 ml *ethanol 96 % (TT)* và chuẩn độ cho đến khi mất màu tím xanh. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch bismuth nitrat 0,01 M

1 ml dung dịch chứa 0,004851 g bismuth nitrat pentahydrat [$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$].

Điều chế: Hòa tan 4,86 g *bismuth nitrat pentahydrat (TT)* trong 60 ml *dung dịch acid nitric loãng (TT)* và pha loãng thành 1000,0 ml bằng nước.

Chuẩn độ: Lấy 25,0 ml dung dịch bismuth nitrat đã điều chế, thêm 50 ml nước và chuẩn độ bằng *dung dịch natri edetat 0,01 M (CD)*, dùng 0,05 ml *dung dịch da cam xylenol (TT)* làm chỉ thị.

Dung dịch brom 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,00799 g brom (Br_2).
Điều chế: Hòa tan 2,7835 g chất chuẩn gốc kali bromat và 13 g *kali bromid (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.
Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch ceri sulfat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,04043 g ceri sulfat [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$].
Điều chế: Hòa tan 40,4 g *ceri sulfat (TT)* trong hỗn hợp gồm 50 ml *acid sulfuric (TT)* và 500 ml nước, để nguội và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Bằng 1 trong 2 cách như mô tả trong *Dung dịch amoni ceri sulfat 0,1 M*.

Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch chì nitrat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,03312 g chì nitrat [$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$].

Điều chế: Hòa tan 33,0 g *chì nitrat (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml dung dịch chì nitrat đã điều chế, thêm 300 ml nước và chuẩn độ bằng phương pháp chuẩn độ complexon cho chì (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch chì nitrat 0,1 N (Dung dịch chì nitrat 0,05 M)

1 ml dung dịch chứa 0,01656 g chì nitrat [$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$].

Điều chế: Hòa tan 16,6 g *chì nitrat (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 50,0 ml dung dịch chì nitrat đã điều chế, thêm 300 ml nước và chuẩn độ bằng phương pháp chuẩn độ complexon cho chì (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch iod 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,01269 g iod (I_2).

Điều chế: Hòa tan 20 g *kali iodid (TT)* trong 50 ml nước, thêm 12,7 g *iod (TT)*, lắc cho tan và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 25,0 ml dung dịch iod đã điều chế, thêm 1 ml *dung dịch acid acetic 2 M (TT)* và 30 ml nước. Chuẩn độ ngay lập tức bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD)*, dùng *dung dịch hồ tinh bột (TT)* làm chỉ thị hoặc xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch kali bromat 0,1 N (Dung dịch kali bromat 0,0167 M)

1 ml dung dịch chứa 0,002784 g kali bromat (KBrO_3).

Điều chế: Hòa tan 2,7840 g chất chuẩn gốc kali bromat trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Dung dịch kali dicromat 0,1 N (Dung dịch kali dicromat 0,0167 M)

1 ml dung dịch chứa 0,004903 g kali dicromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Điều chế: Hòa tan 4,9033 g chất chuẩn gốc kali dicromat trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Có thể sử dụng dung dịch chuẩn độ được điều chế từ thuốc thử *kali dicromat (TT)*. Tiến hành điều chế theo quy trình sau: Hòa tan 4,9 g *kali dicromat (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml. Tiến hành chuẩn độ dung dịch thu được như sau: Lấy 20,0 ml dung dịch đã điều chế, thêm 1 g *kali iodid (TT)* và 7 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)*, 250 ml nước và tiến hành chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD)*, đến khi màu chuyển từ xanh lam sang xanh lục nhạt, dùng 3 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)* làm chỉ thị. 1 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD)* tương đương với 4,9 mg $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Dung dịch kali hydrophthalat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02042 g kali hydrophthalat ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$).

Điều chế: Hòa tan 20,42 g chất chuẩn gốc kali hydroptalat trong khoảng 800 ml *acid acetic khan* (TT), đun trên cách thủy cho tới khi tan hoàn toàn, tránh ẩm. Làm lạnh tới 20 °C, thêm *acid acetic khan* (TT) vừa đủ 1000,0 ml.

Dung dịch kali hydroxyd 1 N

1 ml dung dịch chứa 0,05611 g kali hydroxyd (KOH).
Điều chế: Hòa tan 60 g *kali hydroxyd* (TT) trong *nước không có carbon dioxyd* (TT) vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 1 N* (CD) và chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxyd đã điều chế, dùng 0,5 ml *dung dịch phenolphtalein* (TT) làm chỉ thị. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch kali hydroxyd 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,00561 g kali hydroxyd (KOH).
Điều chế: Hòa tan 6 g *kali hydroxyd* (TT) trong *nước không có carbon dioxyd* (TT) vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch kali hydroxyd 1 N*, dùng 20,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,1 N* (CD). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).

Dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol

1 ml dung dịch chứa 0,02805 g kali hydroxyd (KOH).
Điều chế: Hòa tan 30 g *kali hydroxyd* (TT) trong 50 ml *nước* và thêm *ethanol 96 % không có aldehyd* (TT) vừa đủ 1000,0 ml. Để yên 24 h và gạn nhanh phần dung dịch trong sang lọ thủy tinh màu.
Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch kali hydroxyd 1 N*, dùng 20,0 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,5 N* (CD). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).
Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch kali hydroxyd 0,1 N trong ethanol

1 ml dung dịch chứa 0,00561 g kali hydroxyd (KOH).
Điều chế: Hòa tan 6 g *kali hydroxyd* (TT) trong 50 ml *nước* và thêm *ethanol 96 % không có aldehyd* (TT) vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch kali hydroxyd 0,1 N*. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (2).
Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch kali iodat 0,05 M

1 ml dung dịch chứa 0,0107 g kali iodat (KIO₃).
Điều chế: Hòa tan 10,700 g chất chuẩn gốc kali iodat trong *nước* vừa đủ 1000,0 ml.
Có thể sử dụng dung dịch chuẩn độ được điều chế từ thuốc thử *kali iodat* (TT). Tiến hành điều chế theo quy trình sau: Hòa tan 10,70 g *kali iodat* (TT) trong *nước* vừa đủ 1000,0 ml. Tiến hành chuẩn độ dung dịch thu được như sau: Lấy 3,0 ml dung dịch đã điều chế, thêm 40,0 ml *nước*, 1 g *kali iodid* (TT) và 5 ml *dung dịch acid sulfuric loãng* (TT) và tiến hành chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N* (CD). Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 1 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) làm chỉ thị, thêm vào gần cuối quá trình chuẩn độ. 1 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N* (CD) tương đương với 3,567 mg KIO₃.

Dung dịch kali iodat 0,1 N (Dung dịch kali iodat 1/60 M)

1 ml dung dịch chứa 0,003567 g kali iodat (KIO₃).
Điều chế: Hòa tan 3,5670 g chất chuẩn gốc kali iodat trong *nước* vừa đủ 1000,0 ml.

Dung dịch kali permanganat 0,1 N (Dung dịch kali permanganat 0,02 M)

1 ml dung dịch chứa 0,00316 g kali permanganat (KMnO₄).
Điều chế: Hòa tan 3,20 g *kali permanganat* (TT) trong 1000,0 ml *nước*, đun nóng trên cách thủy 1 h, để nguội và lọc qua phễu thủy tinh xốp.

Chuẩn độ ngay trước khi dùng theo 1 trong 2 cách sau:
1. Lấy 20,0 ml dung dịch kali permanganat đã điều chế, thêm 2 g *kali iodid* (TT) và 10 ml *dung dịch acid sulfuric loãng* (TT). Chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N* (CD), dùng 1 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) làm chỉ thị. Song song tiến hành một mẫu trắng. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

2. Cân chính xác khoảng 0,300 g chất chuẩn gốc sắt (II) ethylendiamoni sulfat, hòa tan trong 50 ml *dung dịch acid sulfuric 1 N* (CD). Chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển thành màu hồng. 1 ml *dung dịch kali permanganat 0,1 N* (CD) tương đương với 38,21 mg Fe(C₂H₁₀N₂)(SO₄)₂·4H₂O.

Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch kẽm clorid 0,05 M

1 ml dung dịch chứa 0,006815 g kẽm clorid (ZnCl₂).
Điều chế: Hòa tan 6,82 g *kẽm clorid* (TT) trong *nước*. Nếu cần, thêm từng giọt *dung dịch acid hydrochloric 2 M* (TT) cho đến khi hết đục và thêm *nước* vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml dung dịch kẽm clorid đã điều chế, thêm 5 ml *dung dịch acid acetic 2 M* (TT) và chuẩn độ bằng phương pháp chuẩn độ complexon cho kẽm (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch kẽm sulfat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02875 g kẽm sulfat (ZnSO₄·7H₂O).
Điều chế: Hòa tan 29,0 g *kẽm sulfat* (TT) trong *nước* vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml dung dịch kẽm sulfat đã điều chế, thêm 5 ml *dung dịch acid acetic 2 M* (TT) và chuẩn độ bằng phương pháp chuẩn độ complexon cho kẽm (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch lithi methoxyd 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,003797 g lithi methoxyd (CH₃OLi).
Điều chế: Hòa tan từng lượng nhỏ 0,694 g *lithi* (TT) trong 150 ml *methanol khan* (TT), thêm *toluen* (TT) vừa đủ 1000,0 ml.
Xác định độ chuẩn ngay trước khi dùng theo cách sau: Lấy 10 ml *dimethylformamid* (TT), thêm 0,05 ml *dung dịch xanh thymol 0,3 % trong methanol* (TT) và chuẩn độ bằng dung dịch lithi methoxyd đã điều chế tới màu

xanh lam. Ngay lập tức thêm 0,2 g chất chuẩn gốc acid benzoic, lắc cho tan hoàn toàn và chuẩn độ bằng dung dịch lithi methoxyd đã điều chế cho tới khi màu xanh lam xuất hiện trở lại. Tránh carbon dioxyd từ môi trường xung quanh trong suốt quá trình chuẩn độ. Số ml dung dịch lithi methoxyd đã điều chế dùng cho lần chuẩn độ sau là thể tích dung dịch chuẩn độ đã dùng (V). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,01221 \text{ g/ml}$.
Nên bảo quản trong lọ có gắn buret tự động, trong điều kiện tránh carbon dioxyd và tránh ẩm.

Dung dịch magnesi clorid 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02033 g magnesi clorid ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
Điều chế: Hòa tan 20,33 g *magnesi clorid (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 25,0 ml dung dịch magnesi clorid đã điều chế và chuẩn độ bằng phương pháp chuẩn độ complexon cho magnesi (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch magnesi sulfat 0,05 M

1 ml dung dịch chứa 0,01233 g magnesi sulfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).
Điều chế: Hòa tan 12,5 g *magnesi sulfat (TT)* trong nước vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 25,0 ml dung dịch magnesi sulfat đã điều chế và chuẩn độ bằng phương pháp complexon cho magnesi (Phụ lục 10.5). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch natri arsenit 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,01299 g natri arsenit (NaAsO_2).
Điều chế: Hòa tan 4,946 g chất chuẩn gốc arsen trioxyd trong hỗn hợp gồm 20 ml *dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT)* và 20 ml nước, pha loãng với nước thành 400 ml và thêm *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)* cho đến khi trung tính với giấy quỳ. Hòa tan 2 g *natri hydrocarbonat (TT)* trong dung dịch thu được và thêm nước vừa đủ 500,0 ml.

Dung dịch natri hydroxyd 1 N

1 ml dung dịch chứa 0,0400 g natri hydroxyd (NaOH).
Điều chế: Hòa tan 45,0 g *natri hydroxyd (TT)* trong 50 ml nước. Đậy kín bình bằng nút cao su, để yên qua đêm, gạn phần dung dịch trong ở trên và pha loãng với nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ 1000,0 ml

Nếu có yêu cầu dùng natri hydroxyd không có carbonat thì điều chế dung dịch natri hydroxyd như sau: Hòa tan *natri hydroxyd (TT)* trong nước để thu được dung dịch có nồng độ từ 400 - 600 g/L và để yên. Gạn lấy phần dịch trong phía trên, cẩn thận để tránh sự xâm nhập của khí carbon dioxyd, pha loãng với nước không có carbon dioxyd (TT) để có được nồng độ mong muốn. Dung dịch natri hydroxyd thu được phải đáp ứng phép thử sau: Chuẩn độ 20,0 ml dung dịch acid hydrocloric có cùng nồng độ với dung dịch natri hydroxyd đã pha, sử dụng 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT)* làm chỉ thị. Tại điểm tương đương, thêm một lượng

acid vừa đủ để làm mất màu hồng và cô đặc dung dịch còn 20 ml bằng cách đun sôi. Trong quá trình đun sôi, thêm một lượng acid vừa đủ để làm mất màu hồng và màu hồng không được xuất hiện trở lại sau khi đun sôi kéo dài. Thể tích dung dịch acid sử dụng không được vượt quá 0,1 ml. Chuẩn độ theo 1 trong 2 cách sau:

1. Lấy 20,0 ml dung dịch natri hydroxyd đã điều chế, thêm loại chỉ thị sẽ dùng trong phép định lượng mà dung dịch natri hydroxyd 1 N được sử dụng làm dung dịch chuẩn độ và chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrocloric 1 N (CD)*. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

2. Cân chính xác khoảng 1,5 g chất chuẩn gốc kali hydrophthalat, hòa tan trong 50 ml nước. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc dùng 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT)* làm chỉ thị.

1 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CD)* tương đương với 204,2 mg $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

Dung dịch natri hydroxyd 0,5 N

1 ml dung dịch chứa 0,0200 g natri hydroxyd (NaOH).
Điều chế: Pha loãng 500 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CD)* thành 1000,0 ml bằng nước không có carbon dioxyd (TT).
Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch natri hydroxyd 1 N*:

1. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,5 N (CD)*. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

2. Dùng 0,75 g chất chuẩn gốc kali hydrophthalat. 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,5 N (CD)* tương đương với 102,1 mg $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

Dung dịch natri hydroxyd 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,0040 g natri hydroxyd (NaOH).
Điều chế: Pha loãng 100,0 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CD)* thành 1000,0 ml bằng nước không có carbon dioxyd (TT).

Chuẩn độ: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch natri hydroxyd 1 N*:

1. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,1 N (CD)*. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

2. Dùng 0,150 g chất chuẩn gốc kali hydrophthalat. 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD)* tương đương với 20,42 mg $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

Dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol

1 ml dung dịch chứa 0,0040 g natri hydroxyd (NaOH).
Điều chế: Thêm 3,3 g *dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT)* vào 250 ml *ethanol (TT)*.

Chuẩn độ: Hòa tan 0,2 g chất chuẩn gốc acid benzoic trong hỗn hợp gồm 10 ml *ethanol 96 % (TT)* và 2 ml nước. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd trong ethanol đã điều chế, dùng 0,2 ml *dung dịch thymolphthalein (TT)* làm chỉ thị hoặc xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,01221 \text{ g/ml}$.

Dung dịch natri methoxyd 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,005402 g natri methoxyd (CH_3ONa).
Điều chế: Lấy 175 ml *methanol khan* (TT), làm lạnh trong nước đá và thêm từng lượng nhỏ 2,5 g *natri* (TT) mới cắt. Khi natri tan hết, thêm *toluen* (TT) vừa đủ 1000,0 ml, lắc đều. Xác định độ chuẩn ngay trước khi dùng: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch lithi methoxyd 0,1 N*, chuẩn độ bằng dung dịch natri methoxyd đã điều chế. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,01221$ g/ml. Nên bảo quản trong lọ có gắn buret tự động, trong điều kiện tránh carbon dioxyd và tránh ẩm.

Dung dịch natri nitrit 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,0069 g natri nitrit (NaNO_2).
Điều chế: Hòa tan 7,30 g *natri nitrit* (TT) trong nước vừa đủ 1000,0 ml.
Xác định độ chuẩn ngay trước khi dùng theo cách sau: Hòa tan 0,3 g chất chuẩn gốc acid sulfanilic trong 50 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M* (TT), thêm 3 g *kali bromid* (TT), làm lạnh trong nước đá và chuẩn độ bằng dung dịch natri nitrit đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo ampe (Phụ lục 10.1). Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,01732$ g/ml.
Bảo quản trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng.

Dung dịch natri periodat 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02139 g natri periodat (NaIO_4).
Điều chế: Hòa tan 21,4 g *natri periodat* (TT) trong khoảng 500 ml nước và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ theo 1 trong 2 cách sau:
1. Lấy 20,0 ml dung dịch natri periodat đã điều chế cho vào bình nón nút mài, thêm 5 ml *acid perchloric* (TT), đậy nắp bình, lắc. Điều chỉnh tới pH 6,4 bằng dung dịch bão hòa *natri hydrocarbonat* (TT), thêm 10 ml *dung dịch kali iodid* (TT), đậy nắp bình, lắc và để yên 2 min. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri arsenit 0,1 M* (CD) cho đến màu vàng nhạt, thêm 2 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) và chuẩn độ chậm cho tới mất màu hoàn toàn. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).
2. Lấy 5,0 ml dung dịch natri periodat đã điều chế cho vào bình nón nút mài, thêm 100 ml nước. Thêm 10 ml *dung dịch kali iodid* (TT), và 5 ml *dung dịch acid hydrochloric 7 M* (TT) đậy nắp bình, lắc và để yên 2 min. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 M* (CD) cho đến màu vàng nhạt, thêm 2 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) và chuẩn độ chậm cho tới mất màu hoàn toàn hoặc xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo thế (Phụ lục 10.2). Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch natri thiosulfat 0,1 N

1 ml dung dịch chứa 0,02482 g natri thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
Điều chế: Hòa tan 25,0 g *natri thiosulfat* (TT) và 0,2 g *natri carbonat* (TT) trong nước không có carbon dioxyd (TT) vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ: Lấy 20,0 ml *dung dịch kali bromat 0,1 N* (CD), thêm 40 ml nước, 10 ml *dung dịch kali iodid* (TT) và 5 ml *dung dịch acid hydrochloric 7 M* (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat đã điều chế, dùng 1 ml *dung dịch hồ tinh bột* (TT) làm chỉ thị, thêm vào khi gần kết thúc chuẩn độ. Hệ số hiệu chỉnh tính theo công thức (2).

Dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M

1 ml dung dịch chứa 0,02595 g tetrabutylamoni hydroxyd ($\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}$).
Điều chế: Hòa tan 40,0 g *tetrabutylamoni iodid* (TT) trong 90 ml *methanol khan* (TT), thêm 20 g *bạc oxyd* (TT) đã được nghiền mịn và lắc mạnh trong 1 h. Ly tâm vài ml hỗn hợp và thử phản ứng iodid của dung dịch trong ở trên. Nếu phản ứng dương tính, thêm 2 g *bạc oxyd* (TT) và lắc 30 min. Lặp lại quy trình này cho đến khi hỗn hợp không còn iodid. Lọc hỗn hợp qua phễu lọc thủy tinh xốp, rửa bình và phễu lọc 3 lần, mỗi lần với 50 ml *toluen* (TT). Thêm dịch rửa vào dịch lọc và thêm *toluen* (TT) vừa đủ 1000,0 ml. Cho luồng khí nitrogen không có carbon dioxyd sục 5 min qua dung dịch.
Xác định độ chuẩn ngay trước khi dùng: Tiến hành như mô tả trong *Dung dịch lithi methoxyd 0,1 N*, chuẩn độ bằng dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd đã điều chế. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,01221$ g/ml.
Nên bảo quản trong lọ có gắn buret tự động, trong điều kiện tránh carbon dioxyd và tránh ẩm.

Dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M trong 2-propanol
Chuẩn bị như mô tả *dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M* dùng 2-propanol (TT) thay cho *toluen* (TT) và tiến hành chuẩn độ như mô tả.

Dung dịch thủy ngân (II) nitrat 0,02 M

1 ml dung dịch chứa 0,006852 g thủy ngân (II) nitrat [$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$].
Điều chế: Hòa tan 6,85 g *thủy ngân (II) nitrat* (TT) trong 20 ml *dung dịch acid nitric 1 M* (TT) và thêm nước vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ: Cân chính xác khoảng 0,15 g chất chuẩn gốc natri clorid vào bình định mức 100 ml, thêm 50 ml nước, lắc tan hoàn toàn và thêm nước vừa đủ 100,0 ml, lắc đều. Lấy 10,0 ml dung dịch thu được, thêm 40 ml nước. Chuẩn độ bằng dung dịch thủy ngân (II) nitrat đã điều chế, xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2), dùng điện cực chỉ thị platin hoặc thủy ngân và điện cực so sánh thủy ngân - thủy ngân (I) sulfat. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,002338$ g/ml.

Dung dịch Trilon B 0,05 M

Dung dịch dinatri edetat 0,05 M; *Dung dịch natri edetat 0,05 M*
1 ml dung dịch chứa 0,01861 g Trilon B ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
Điều chế: Hòa tan 18,8 g *Trilon B* (TT) trong nước vừa đủ 1000,0 ml.
Chuẩn độ bằng 1 trong 2 cách sau:

1. Cân chính xác khoảng 1,64 g chất chuẩn gốc kẽm hạt, hòa tan trong 20 ml *dung dịch acid sulfuric loãng (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 500,0 ml. Lấy 25,0 ml *dung dịch* thu được, thêm 5 ml *dung dịch đệm amoniac pH 10,0 (TT)*, khoảng 0,1 g *hỗn hợp đen eriocrom T (TT)* và 70 ml *nước*. Chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B* đã điều chế cho đến khi chuyển màu sang xanh lam. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1) trong đó $T = 0,003269$ g/ml.

2. Cân chính xác khoảng 0,100 g chất chuẩn gốc kẽm hạt, thêm 4 ml *dung dịch acid hydrochloric 7 M (TT)*, thêm 0,1 ml *nước brom (TT)*. Đun sôi để loại bỏ lượng brom dư, để nguội và pha loãng thành 100,0 ml bằng *nước*. Tiếp tục pha loãng 20,0 ml *dung dịch* thu được thành 200 ml bằng *nước*, thêm khoảng 50 mg *hỗn hợp da cam xylenol (TT)* và thêm *hexamin (TT)* cho đến khi *dung dịch* chuyển sang màu hồng tím, sau đó thêm tiếp 2 g *hexamin (TT)*. Tiến hành chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,05 M* đã điều chế cho đến khi màu hồng tím chuyển thành màu vàng. 1 ml *dung dịch Trilon B 0,05 M (CD)* tương đương với 3,269 mg Zn.

Dung dịch Trilon B 0,1 M

Dung dịch dinatri edetat 0,1 M; Dung dịch natri edetat 0,1 M 1 ml *dung dịch* chứa 0,03722 g Trilon B ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$). Điều chế: Hòa tan 37,5 g *Trilon B (TT)* trong *nước* vừa đủ 1000,0 ml.

Chuẩn độ bằng 1 trong 2 cách sau:

1. Chuẩn độ theo cách 1 của *Dung dịch Trilon B 0,05 M*. Hệ số hiệu chỉnh được tính theo công thức (1), trong đó $T = 0,00654$ g/ml.

2. Cân chính xác khoảng 0,120 g chất chuẩn gốc kẽm hạt, thêm 4 ml *dung dịch acid hydrochloric 7 M (TT)*. Thêm *dung dịch natri hydroxy loãng (TT)* cho đến khi *dung dịch* có tính acid yếu và tiến hành chuẩn độ bằng *dung dịch Trilon B 0,1 M* đã điều chế bằng phương pháp complexon cho kẽm (Phụ lục 10.5). 1 ml *dung dịch Trilon B 0,1 M (ĐC)* tương đương với 6,538 mg Zn.

2.3 CÁC DUNG DỊCH ĐỆM

Các *dung dịch đệm* được pha trong *nước không có carbon dioxide (TT)*.

Dung dịch đệm acetat pH 4,5

Hòa tan 77,1 g *amoni acetat (TT)* trong *nước*, thêm 70 ml *acid acetic băng (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 1000 ml.

Dung dịch đệm acetat pH 4,7

Hòa tan 136,1 g *natri acetat (TT)* trong 500 ml *nước*. Trộn 250 ml *dung dịch* thu được với 250 ml *dung dịch acid acetic 2 M (TT)*. Lắc 2 lần với *dung dịch dithizon 0,01 % trong cloroform (TT)* mới pha và lọc. Lắc với *carbon tetraclohid (TT)* đến khi dịch chiết trở nên không màu, lọc lớp *nước* để loại bỏ hết *carbon tetraclohid*.

Dung dịch đệm acetat pH 5,0

Thêm 100 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,1 M (TT)* và khoảng 250 ml *nước* vào 120 ml *dung dịch acid acetic*

0,6 % (TT). Trộn đều, chỉnh pH tới 5,0 bằng *dung dịch acid acetic 0,6 % (TT)* hoặc *dung dịch kali hydroxyd 0,1 M (TT)* và thêm *nước* vừa đủ 1000 ml.

Dung dịch đệm acetat - edetat pH 5,5

Hòa tan 250 g *amoni acetat (TT)* và 15 g *dinatri edetat (TT)* trong 400 ml *nước* và thêm 125 ml *acid acetic băng (TT)*.

Dung dịch đệm acetone

Hòa tan 8,15 g *natri acetat (TT)* và 42 g *natri clorid (TT)* trong *nước*, thêm 68 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT)* và 150 ml *acetone (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 500 ml.

Dung dịch đệm amoni carbonat 0,1 M pH 10,3

Hòa tan 7,91 g *amoni carbonat (TT)* trong 800 ml *nước*. Điều chỉnh pH bằng *dung dịch natri hydroxyd loãng (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 1000 ml.

Dung dịch đệm amoni clorid pH 9,5 (Đệm amoniac pH 9,5)

Hòa tan 33,5 g *amoni clorid (TT)* trong 150 ml *nước*, thêm 42 ml *amoniac (TT)*, thêm *nước* vừa đủ 250 ml. Bảo quản trong đồ đựng bằng polyethylen.

Dung dịch đệm amoni clorid pH 10,4

Hòa tan 70 g *amoni clorid (TT)* trong 200 ml *nước*, thêm 330 ml *amoniac (TT)* và thêm *nước* vừa đủ 1000 ml. Điều chỉnh pH nếu cần tới 10,4 bằng *amoniac (TT)*.

Dung dịch đệm amoni nitrat pH 9,5

Trộn đều 94 ml *amoniac (TT)*, 21,5 ml *acid nitric (TT)* và 884 ml *nước*, điều chỉnh đến pH 9,5 bằng *acid nitric (TT)* hoặc *amoniac (TT)*.

(Các) Dung dịch đệm borat kiềm

Dung dịch acid boric và kali clorid 0,2 N: Hòa tan 12,37 g *acid boric (TT)* và 14,91 g *kali clorid (TT)* trong *nước* vừa đủ 1000 ml.

Dung dịch natri hydroxyd 0,2 N: Pha như mô tả trong *dung dịch chuẩn độ* (Phụ lục 2.2).

Cách pha: Lấy 50 ml *dung dịch acid boric và kali clorid 0,2 N*, thêm lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,2 N* như ghi trong bảng và thêm *nước* vừa đủ 200 ml.

pH	Số ml <i>dung dịch natri hydroxyd 0,2 N</i>
8,0	3,9
8,2	6,0
8,4	8,6
8,6	11,8
8,8	15,8
9,0	20,8
9,2	26,4
9,4	32,1
9,6	36,9
9,8	40,6
10,0	43,7