

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN VÀ XÃ HỘI

S.Đ.Đ.Đ.

NGUYỄN THỊ PHƯƠNG THUY

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG TRONG
NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG
NHỜ SỰ TẠO PHỨC VỚI
DIETYLDITHIOCACBAMINAT VÀ PHƯƠNG
PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

LUẬN VĂN TỐT NGHIỆP ĐẠI HỌC

NGÀNH HÓA
Lớp CN Hóa K2

THÁI NGUYÊN - 2008

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN VÀ XÃ HỘI

NGUYỄN THỊ PHƯƠNG THUY

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG TRONG NƯỚC
BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG NHỜ SỰ TẠO
PHỨC VỚI DIETYLĐITHIOCACBAMINAT VÀ
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

LUẬN VĂN TỐT NGHIỆP ĐẠI HỌC

NGÀNH HÓA

Chuyên ngành: Hoá phân tích

Giáo viên hướng dẫn: T.S Nguyễn Đăng Đức



THÁI NGUYÊN – 2008

Lời cảm ơn

Khoá luận này được hoàn thành dưới sự hướng dẫn của thầy giáo – TS. Nguyễn Đăng Đức - Trưởng bộ môn Hoá- Khoa KHTN&KH- ĐHTN.

Em xin bày tỏ lòng cảm ơn sâu sắc về sự hướng dẫn tận tình của thầy giáo Nguyễn Đăng Đức trong quá trình làm khoá luận.

Em xin chân thành cảm ơn sự giúp đỡ, tạo điều kiện của khoa KHTN&KH, các thầy giáo, cô giáo trong bộ môn Hoá, các thầy cô phụ trách phòng thí nghiệm của bộ môn Hoá KHTN&KH, các anh chị, các cô chú ở trung tâm y tế dự phòng tỉnh Thái Nguyên đặc biệt là KS. Nguyễn Thị Hạnh, các bạn lớp Hoá K₂ đã giúp đỡ em để em hoàn thành khoá luận này.

Sinh viên

Nguyễn Thị Phương Thuỳ

MỤC LỤC

Mở Đầu	1
Phần I: Tổng Quan Lý Thuyết	2
Chương 1: Vài nét về nguyên tố Đồng	2
1.1 Vị trí - Cấu tạo	2
1.2 Trạng thái tự nhiên	2
1.3 Tính chất vật lý	2
1.4. Tính chất hoá học	2
1.4.1. Tác dụng với đơn chất.....	3
1.4.2. Tác dụng với hợp chất.....	3
1.5. Một số hợp chất quan trọng của đồng	3
1.5.1. Hợp chất Cu(I).....	3
1.5.2. Hợp chất của Cu(II).....	4
1.6. Khả năng tạo phức của Cu	6
1.7. Tác dụng sinh lí của Cu	6
Chương 2: Chiết phức kim loại - vài nét về thuốc thử	
Đietylđithiocacbaminat	8
2.1. Chiết phức kim loại.....	8
2.2. Muối Đietylđithiocacbaminat.....	8
2.2.1. Natri đietylđithiocacbaminat.....	8
2.2.2. Chì đietylđithiocacbaminat: Pb(DDC) ₂	9
Chương 3: Các phương pháp xác định đồng	10
3.1. Phân tích định tính	10
3.2. Phân tích định lượng	10
3.2.1. Phương pháp phân tích trọng lượng	10
3.2.2. Phương pháp chuẩn độ phức chất	11
3.2.3. Phương pháp cực phổ cổ điển	11
3.2.4. Phương pháp điện thế sử dụng điện cực chọn lọc ion	11
3.2.5. Phương pháp von - ampe hoà tan	11
3.2.6. Phương pháp trắc quang.....	12
3.2.7. Phương pháp sắc kí lỏng cao áp và phương pháp dòng chảy (FIA) sử dụng Detector điện hoá	12
3.2.8. Phương pháp phổ phát xạ nguyên tử	13
3.2.9. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử	13
Chương 4: Đối tượng và phương pháp nghiên cứu.	14
4.1. Đối tượng và mục tiêu nghiên cứu.....	14

4.2. Giới thiệu các phương pháp nghiên cứu	15
4.2.1. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử.....	15
4.2.2. Phương pháp trắc quang	16
Phần II: Thực nghiệm.....	19
Chương 1: dụng cụ, hoá chất-kĩ thuật chiết đo quang	19
1.1. Dụng cụ máy móc.....	19
1.2. Hoá chất.....	19
1.3. Kĩ thuật chiết	20
Chương 2: Các điều kiện thực nghiệm đo đồng bằng phương pháp trắc quang	21
2.1. Sự tạo phức của Cu^{2+} với thuốc thử $Pb(DDC)_2$	21
2.1.1. Phổ hấp thụ của phức giữa Cu^{2+} với thuốc thử $Pb(DDC)_2$	21
2.1.2. Các điều kiện tối ưu.....	22
2.1.2.1. ảnh hưởng của pH đến sự tạo phức	22
2.1.2.2. ảnh hưởng của lượng dư thuốc thử.....	23
2.1.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến sự tạo phức.....	25
2.1.2.4. Khảo sát sự tuân theo định luật Bie của Cu với dietylđithiocacbaminat.....	26
2.1.3. khảo sát sự ảnh hưởng của ion kim loại đến sự tạo phức màu $Cu(DDC)_2$	26
2.1.4. ảnh hưởng của ion Cl^- đến sự tạo phức $Cu(DDC)_2$	32
2.1.5. Khảo sát ảnh hưởng của Bi^{3+} khi có mặt HCl 6N.....	33
2.1.6. Xây dựng đường chuẩn xác định Cu bằng phương pháp trắc quang	34
2.2. Khảo sát việc xác định Cu^{2+} bằng chì dietyl dithiocacbaminat trong hỗn hợp mẫu giả.....	36
2.2.1. Xác định hàm lượng Cu^{2+} trong mẫu giả bằng phương pháp đường chuẩn....	36
2.3. ứng dụng phân tích mẫu thực tế.....	40
2.3.1. Lấy mẫu và bảo quản mẫu.....	40
2.3.2. Thực hiện chiết, đo độ hấp thụ và tính kết quả.....	41
Chương 3: Xác định hàm lượng đồng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.....	44
3.1. Các điều kiện đo phổ hấp thụ nguyên tử.....	44
3.2. Xây dựng đường chuẩn	45
3.3. Kết quả phân tích mẫu nước bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử...	46
Phần III: Kết luận	48
Tài liệu tham khảo	
Phụ lục	

Tóm tắt kết quả nghiên cứu

Sau quá trình nghiên cứu đề tài “ *Xác định hàm lượng đồng trong nước bằng phương pháp trắc quang nhờ tạo phức với dietyldithiocacbaminat và phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử*” chúng tôi đã thu được một số kết quả như sau:

1. Xác định được bước sóng tối ưu cho quá trình tạo phức của Cu^{2+} với dietyldithiocacbaminat.
2. Khảo sát các điều kiện tối ưu cho quá trình tạo phức $\text{Cu}(\text{DDC})_2$ như: pH, thời gian tạo phức, lượng dư thuốc thử,...
3. Khảo sát sự ảnh hưởng của các cation kim loại và loại trừ Bi^{3+} ảnh hưởng đến sự tạo phức.
4. Xây dựng đường chuẩn xác định đồng bằng phương pháp trắc quang nhờ tạo phức với dietyldithiocacbaminat.
5. Xây dựng đường chuẩn xác định đồng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.
6. Xác định hàm lượng đồng trong một số mẫu nước ở thành phố Thái Nguyên bằng phương pháp trắc quang và phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử.
7. Từ kết quả so sánh hai phương pháp: phương pháp trắc quang và phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử.

MỞ ĐẦU

Đồng là một nguyên tố vi lượng rất cần cho sự sống và sự phát triển của động thực vật. Nó làm tăng hoạt tính của các men, tạo điều kiện tổng hợp đường, tinh bột, protein, axitnucleic, vitamin và làm tăng khả năng chống hạn hán, lạnh giá và chống lại được một số bệnh tật cho cây trồng. Không những thế, đồng còn là nguyên tố cần thiết cho hoạt động sống của động vật và con người. Nhưng nếu nồng độ cao hơn nồng độ cho phép thì đồng gây độc cho cả động thực vật và con người. Vì vậy việc xác định hàm lượng đồng có một ý nghĩa rất quan trọng.

Ngày nay, do định hướng công nghiệp hoá hiện đại hoá đất nước, nền công nghiệp đang trên đà phát triển kèm theo sự gia tăng của nước thải đổ vào các lưu vực rất dễ gây nên sự ô nhiễm kim loại nặng trong nguồn nước, ảnh hưởng rất lớn đến môi trường và sức khoẻ con người.

Việc xác định hàm lượng ion kim loại nặng nói chung và xác định hàm lượng Cu^{2+} nói riêng là một nhu cầu thiết yếu. Hàm lượng Cu^{2+} trong nước là rất nhỏ nó chỉ vào khoảng $0,001mg \div 1mg$ trong 1 lít nước. Vì vậy chúng ta phải sử dụng những phương pháp thích hợp để xác định. Vì vậy trong khoá luận này chúng tôi đã chọn đề tài: ***“Xác định hàm lượng đồng trong nước bằng phương pháp trắc quang nhờ sự tạo phức với dietyldithiocacbaminat và phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử”***

Với nội dung:

- Nghiên cứu và tìm ra các điều kiện tối ưu cho quy trình xác định Cu^{2+} trong nước bằng phương pháp trắc quang.
- Xác định hàm lượng Cu^{2+} bằng phương pháp trắc quang và phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử. Từ đó đánh giá hai phương pháp xác định.

PHẦN I: TỔNG QUAN LÝ THUYẾT

CHƯƠNG 1: VÀI NÉT VỀ NGUYÊN TỐ ĐỒNG

1.1 Vị trí - Cấu tạo [14]

Nguyên tố đồng có kí hiệu hoá học là Cu.

Khối lượng nguyên tử 63,546, nằm ở ô 29 thuộc phân nhóm phụ nhóm I, chu kỳ 4 trong bảng hệ thống tuần hoàn.

Cấu hình electron của Cu là $[Ar]3d^{10}4s^1$.

Bán kính nguyên tử 1,28 Å⁰; thế điện cực +0,337(v).

Năng lượng ion hoá $I_1=7,72$ ev ; $I_2=20,29$ ev ; $I_3 =36,9$ ev.

1.2 Trạng thái tự nhiên [14]

Đồng tồn tại ở dạng tự do là rất ít mà chủ yếu ở dạng hợp chất Sunfua.

Một số khoáng sản quan trọng là đồng Sunfua Cu₂S; Pirit đồng CuFS₂ và bocnit Cu₃FeS₃.

Những hợp chất ít gặp hơn là những hợp chất chứa oxi như cacbonat bazơ CuCO₃.Cu(OH)₂; Azurit 2 CuCO₃.Cu(OH)₂ và Apatit Cu₂O.

1.3 Tính chất vật lý [14]

Đồng là kim loại nặng, có màu đỏ, trong thiên nhiên có 2 đồng vị bền là ⁶³Cu(70,13%); ⁶⁵Cu(29,87%); Tỷ khối 8,94 nhiệt độ nóng chảy 1083°C, sôi ở 2543°C, dẫn điện, dẫn nhiệt tốt, dễ dát mỏng, dễ kéo sợi.

Đồng dễ tạo hợp kim với các kim loại khác.

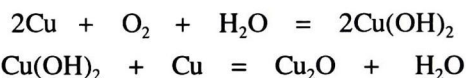
1.4. Tính chất hoá học [6,11,14]

Về mặt hoá học, Cu là kim loại kém hoạt động. Thế điện cực $E_{Cu^{2+}/Cu}^0=0,337V$.

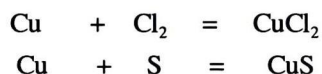
Mặc dù là kim loại kém hoạt động hoá học nhưng Cu vẫn hoá hợp trực tiếp với các Halogen; oxi; lưu huỳnh... và nhiều hợp chất.

1.4.1. Tác dụng với đơn chất

Ở nhiệt độ thường Cu không kết hợp với oxi của không khí. Nếu trong không khí ẩm (có hơi nước) đồng bị bao phủ bởi một lớp màng nâu đỏ gồm Cu kim loại và Cu (I) oxit tạo thành từ phản ứng:



Ở nhiệt độ thường, Cu tác dụng với Halogen, Lưu huỳnh...

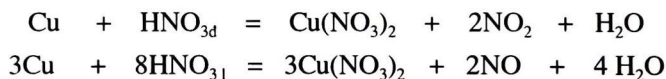


1.4.2. Tác dụng với hợp chất

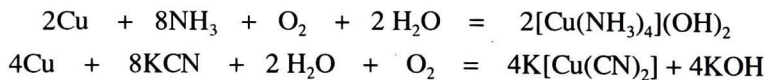
Thế điện cực của Cu dương nên Cu không khử được ion H^+ của dung dịch axit thành H_2 , nhưng Cu có khả năng tác dụng với dung dịch HCN đậm đặc giải phóng H_2 nhờ tạo thành anion phức bền:



Trong các axit là chất oxi hoá như HNO_3 , H_2SO_4 d.n Cu rất dễ tan. Sản phẩm tạo ra phụ thuộc vào nồng độ chất oxi hoá.



Khi có mặt oxi không khí, Cu có thể tan trong dung dịch HCl, HNO_3 , Xyanua kim loại kiềm:



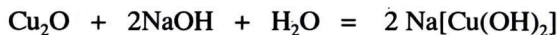
1.5. Một số hợp chất quan trọng của đồng [6, 11,14]

1.5.1. Hợp chất Cu(I)

Các hợp chất của Cu(I) thường không bền dễ chuyển thành hợp chất Cu(II) trong nhiều trường hợp. Trong các hợp chất Cu(I) đáng chú ý là:

1.5.1.1. Đồng(I)oxit : Cu_2O

Cu_2O không tan trong nước, tan được trong các axit HCl , H_2SO_4 tạo thành muối đồng(I) và tan dễ dàng trong dung dịch amoniac, tan trong dung dịch kiềm:



Trong dung dịch NH_3 đậm đặc, Cu_2O tạo phức amoniacat:



Trong dung dịch HCl đặc Cu tạo thành phức $\text{H}[\text{CuCl}_2]$.

1.5.1.2. Hidroxit $\text{Cu}(\text{I})$: CuOH

CuOH không bền.

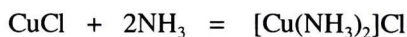
Khi cho muối $\text{Cu}(\text{II})$ trong môi trường kiềm với chất khử mới đầu tạo thành kết tủa vàng đỏ là CuOH , Khi đun nóng phân huỷ thành oxit.

1.5.1.3. Muối halogen của $\text{Cu}(\text{I})$: CuX

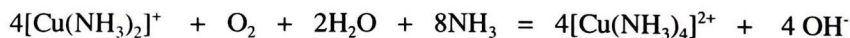
Các muối $\text{Cu}(\text{I})$ không bền, trong nước nó tự phân huỷ:



Các muối $\text{Cu}(\text{I})$ clorua, bromua, iodua đều là chất ở trạng thái tinh thể màu trắng, ít tan trong nước nhưng dễ tan trong dung dịch đậm đặc NH_3 , HCl , NH_4Cl và clorua kim loại kiềm nhờ tạo thành phức chất:



Dung dịch của những phức này dễ chuyển thành màu xanh lục vì bị oxi không khí oxi hoá:



1.5.2. Hợp chất của $\text{Cu}(\text{II})$

Trạng thái oxi hoá +2 là rất đặc trưng đối với Cu . Một số hợp chất của $\text{Cu}(\text{II})$: