

TRƯỜNG CAO ĐẲNG LƯƠNG THỰC THỰC PHẨM
KHOA CÔNG NGHỆ LƯƠNG THỰC THỰC PHẨM
BỘ MÔN KỸ THUẬT CƠ SỞ

BÀI THỰC HÀNH

HÓA HỌC PHÂN TÍCH

Ngành:

CÔNG NGHỆ THỰC PHẨM
CÔNG NGHỆ SINH HỌC
QUẢN LÝ CHẤT LƯỢNG THỰC PHẨM
CÔNG NGHỆ SAU THU HOẠCH
CÔNG NGHỆ CHẾ BIẾN THỦY SẢN
CÔNG NGHỆ KỸ THUẬT MÔI TRƯỜNG

Trình độ: *Cao đẳng*

Số giờ thực hành: *30 giờ*

Năm 2015

BÀI 1. PHA CHẾ HOÁ CHẤT - CÁCH SỬ DỤNG DỤNG CỤ, MÁY THÔNG THƯỜNG TRONG PHÂN TÍCH

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành pha chế hóa chất và các dụng cụ, máy móc thông thường;
- Pha chế được một số hóa chất thông thường tại PTN, đồng thời sử dụng đúng các dụng cụ, máy móc thông dụng;
- Tuân thủ nội quy của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ thiết bị.

Thời gian thực hành : 1,7 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Để tiến hành các thí nghiệm phân tích thông thường thì điều đầu tiên người học phải biết cách sử dụng các dụng cụ, máy móc thông thường tại PTN và pha chế được một số loại hóa chất thường hay sử dụng.

Việc sử dụng đúng cách các dụng cụ, máy móc và hóa chất thì sẽ cho người phân tích một kết quả chính xác cao.

Do đó bài thực hành này giáo viên sẽ hướng dẫn cho sinh viên biết cách sử dụng các dụng cụ, máy móc thông thường tại PTN, đồng thời biết cách pha chế một số loại hóa chất hay sử dụng tại PTN.

2. Cách sử dụng một số dụng cụ thủy tinh thông dụng trong phân tích

2.1. Cách sử dụng pipet

Pipet là dụng cụ được dùng để lấy một thể tích xác định và chính xác của dung dịch. Xét về hình dạng, có các loại: pipet chia độ (pipet thẳng), pipet có bầu. Xét về lượng dung dịch có thể lấy được bằng pipet, có 2 loại: micropipet và pipet

Pipet thẳng: trên thành có khắc các vạch chia ứng với các mức dung tích nhất định.

Pipet có bầu có 2 loại: 1 vạch và 2 vạch. Dung tích của pipet được ghi trên bầu pipet

Pipet có bầu 1 vạch: toàn bộ dung dịch trong pipet từ vạch trở xuống là thể tích ghi trên bầu pipet.

Pipet có bầu 2 vạch: thể tích dung dịch trong pipet giữa 2 vạch là thể tích ghi trên bầu pipet.

Khi sử dụng pipet để hút dung dịch: phải rửa sạch pipet bằng nước thường, sau đó tráng lại bằng nước cất, cuối cùng tráng bằng dung dịch cần hút. Khi hút dung dịch phải nhúng đầu ống vào sâu khoảng 2cm trong dung dịch và hút từ từ lên quá thể tích cần thiết 1 ít rồi nhanh chóng dùng ngón tay trở bịt miệng pipet lại. Để ống thẳng đứng rồi khẽ mở ngón tay trở cho dung dịch tụt

dẫn xuống. Nếu là pipet 2 vạch thì chỉ cho dung dịch chạy ngang vạch dưới. Nếu là pipet 2 vạch thì chỉ cho mức dung dịch chảy xuống ngang vạch dưới. Nếu pipet 1 vạch thì cho dung dịch chảy tự do đến hết (ở đầu ống thường còn lại một thể tích nhỏ dung dịch không tính đến và cũng không thổi cho chảy xuống).

Đọc thể tích ở vạch ngang mặt thoáng mực chất lỏng còn lại.

2.2. Cách sử dụng buret

Buret là một ống thủy tinh hình trụ, dài, phần cuối ống có vòi khóa bằng thủy tinh nhám, trên thành ống có khắc các vạch chia thành ml và 0,1ml hoặc 0,05ml. Buret được dùng để đo thể tích dung dịch thay đổi trong quá trình chuẩn độ.

Xét về màu sắc của buret, có buret không màu và buret màu (dùng để chứa các dung dịch có thể bị phân hủy bởi ánh sáng). Xét về lượng dung dịch được chứa trong buret, có 2 loại: buret thường, có dung tích 25, 50, 100ml và microburet, có dung tích 2, 5, 10ml.

Khi sử dụng buret phải tráng bằng nước thường, sau đó tráng bằng nước cất và cuối cùng tráng bằng dung dịch cần chứa. Khi đổ dung dịch vào buret phải đổ từ từ, tránh tạo bọt khí. Trước khi chuẩn độ, phải điều khiển khóa cho dung dịch chảy xuống đầy đầu ống, không để có bọt khí ở khóa, sau đó chỉnh mức dung dịch về vạch 0.

Khi đọc thể tích dung dịch trên buret: tầm mắt phải để ngang vạch dung dịch trong buret.

Nếu buret chứa dung dịch trong suốt: đọc thể tích ở vạch ngang bề mặt lõm của dung dịch.

Nếu buret chứa dung dịch có màu đậm (không trong suốt): đọc thể tích ở bề mặt lồi của dung dịch.

Vệ sinh và bảo quản buret: Khóa buret phải được bôi vaselin để không bị trít, mòn và phải giữ bằng dây cho khỏi tuột. Khi vệ sinh buret phải tháo khóa ra rửa sạch, để khô và mắc ngược trên giá.

2.3. Cách sử dụng bình định mức

Bình định mức là bình thủy tinh mỏng, cổ dài nhỏ, thường dùng để pha chế các dung dịch có một thể tích xác định với độ chính xác cao. Có các loại bình định mức có thể tích khác nhau: 5, 10, 15, 25, 50, 100, 250, 500ml; 1, 2, 5l... Trên cổ bình có một vạch. Thể tích ghi ở trên bình định mức là thể tích dung dịch đựng trong bình cho tới vạch khắc trên cổ bình ở một nhiệt độ xác định (thường ở 20°C).

Khi sử dụng bình định mức, phải rửa sạch bằng nước thường, sau đó tráng bằng nước cất. Không chứa lâu trong bình các dung dịch có khả năng ăn mòn thủy tinh (như NaOH, HF...). Khi muốn lấy dung dịch trong bình định mức không được cầm ngang cổ bình mà phải một tay cầm bình, một tay giữ nút rồi dốc ngược bình vài lần.

3. Cách sử dụng một số máy thường dùng trong phân tích

3.1. Cách sử dụng cân phân tích

Cân phân tích được dùng để cân khối lượng với độ chính xác cao (thường là 0,0001g), vật cân chỉ có khối lượng nhỏ (thường cân được vật nặng tối đa

200g). Có nhiều loại cân phân tích khác nhau, ở đây chỉ giới thiệu cách sử dụng cân phân tích điện tử hiện có tại phòng thí nghiệm hóa phân tích.

Quy trình sử dụng cân:

Bước 1: Mở cân (bằng cách nhấn vào nút YES)

Bước 2: Cho cốc cân vào sau khi máy đã ổn định (màn hình xuất hiện dấu hoa thị)

Bước 3: Đưa màn hình về 0.0000 (trừ bì) (bằng cách nhấn vào nút O/T)

Bước 4: Cho chất cần cân vào đến khối lượng yêu cầu

Bước 5: Lấy cốc cân ra. Tắt cân (bằng cách nhấn và giữ nút YES đến khi màn hình xuất hiện chữ OFF)

*Các lưu ý khi sử dụng cân phân tích:

- Không đặt lên cân những vật nóng quá hay lạnh quá.
- Không để trực tiếp chất cần cân lên đĩa cân.
- Không để hóa chất rơi vãi trên đĩa cân.

3.2. Cách sử dụng máy đo pH (SG2)

Bước 1: mở máy bằng cách nhấn vào nút trên máy

Bước 2: hiệu chuẩn máy bằng các dung dịch pH chuẩn (nếu cần)(tuân theo qui trình hiệu chuẩn)

Bước 3: tiến hành đo pH của mẫu bằng cách đặt điện cực sau khi đã được rửa sạch bằng nước cất vào dung dịch đo sao cho ngập đầu điện cực. Nhấn vào nút **Read**, chờ cho giá trị đọc ổn định. Ghi nhận giá trị máy đọc được trên màn hình. Để chuyển đổi giữa các chế độ (pH hoặc mV) ta nhấn vào nút **Mode**

*Lưu ý:

- phải rửa điện cực sạch bằng nước cất sau mỗi lần đo, lau khô bằng khăn hay giấy mềm

- điện cực máy đo pH sau khi sử dụng phải được bảo quản trong dung dịch KCl 3M

3.3. Cách sử dụng máy quang phổ UV-200RS

Bước 1: khởi động máy

Nối thiết bị với điện nguồn, chờ máy chạy ổn định cỡ 20 phút. Cài đặt bước sóng cần đo bằng cách nhấn vào phím mũi tên lên xuống

Bước 2: Chỉnh máy

- Đặt thiết bị ở chế độ đo truyền quang (T%)
- Cho nước cất vào cuvet sạch, lau khô bên ngoài bằng vải mềm rồi đặt vào buồng đo. Dùng nút chỉnh T về 100 hiển thị trên màn hình
- Dùng nút điều chỉnh để A về 0 bằng cách nhấn vào phím mũi tên lên xuống

Bước 3: Tiến hành đo mẫu

- Dùng dung dịch mẫu cần đo tráng cuvet, sau đó cho dung dịch mẫu vào cuvet cho đến vạch. Lau khô bên ngoài cuvet rồi cho cuvet vào buồng đo. Đậy nắp lại, đợi đến khi màn hình hiện con số ổn định. Ta được giá trị A lần 1.

- Chỉnh máy trở lại bằng cuvet chứa nước cất ở chế độ đo A. Sau đó đo dung dịch mẫu trở lại. Tiến hành đo 2 -3 lần để lấy giá trị A trung bình của dung dịch.

4. Pha chế hóa chất

4.1. Dụng cụ, hóa chất

- Dụng cụ: + Cân phân tích
 - + Bình định mức 100ml
 - + Đũa thủy tinh
 - + Cốc thủy tinh 50, 250ml
 - + Pipet 10ml
- Hóa chất: + NaOH tinh thể
 - + Nước cất

4.2. Các bước tiến hành

Quy trình chung pha chế hóa chất

Chuẩn bị dụng cụ → chuẩn bị hóa chất → tính toán lượng cân (thể tích) hóa chất → Hòa tan (pha loãng) vào dung môi → chuyển vào bình định mức có dung tích yêu cầu → định mức đến vạch, lắc đều → kiểm tra nồng độ dung dịch pha chế → hiệu chuẩn dung dịch pha chế

4.2.1. Tính lượng cân (thể tích) hóa chất cần pha

Tùy thuộc vào loại nồng độ của dung dịch cần pha mà lượng cân hóa chất cần dùng được tính toán khác nhau.

Nồng độ dung dịch là C_N , lượng cân $a = \frac{C_N \times D \times V}{1000}$ (g)

Nồng độ dung dịch là C_M , lượng cân $a = \frac{C_M \times M \times V}{1000}$ (g)

Nếu dung dịch được pha từ một dung dịch có nồng độ đậm đặc hơn, thể tích dung dịch cần dùng được tính theo hệ quả định luật đương lượng

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

4.2.2. Thực hiện pha chế

- Pha 100ml dung dịch NaOH 1N từ NaOH tinh thể
- Pha 100ml dung dịch $H_2C_2O_4$ 0,02N từ $H_2C_2O_4$ 0,1N

4.2.3. Kiểm tra nồng độ dung dịch pha chế

- Kiểm tra nồng độ dung dịch NaOH vừa pha bằng $H_2C_2O_4$ 0,1N

4.2.4. Hiệu chuẩn nồng độ dung dịch pha chế

BÀI 2: XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG H_2SO_4 , H_3PO_4 CÓ TRONG HỖN HỢP BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRUNG HÒA

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định khối lượng H_2SO_4 , H_3PO_4 có trong hỗn hợp bằng phương pháp trung hòa;
- Xác định được khối lượng H_2SO_4 , H_3PO_4 có trong hỗn hợp bằng phương pháp trung hòa;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 3,3 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

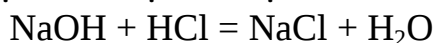
Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Acid là một trong những hàm lượng không kém phần quan trọng khi phân tích trong một mẫu thực phẩm, nước....

Có rất nhiều phương pháp để xác định hàm lượng acid có trong dung dịch cần phân tích: Phương pháp sắc ký, phương pháp chuẩn độ điện thế, phương pháp chuẩn độ bằng phương pháp trung hòa giữa acid và bazơ bằng cách dựa vào sự thay đổi màu của chỉ thị.

Trong bài thực hành này chúng ta sử dụng phương pháp trung hòa để xác định hàm lượng H_2SO_4 , H_3PO_4 có trong hỗn hợp: Dựa vào phản ứng trung hòa giữa một acid mạnh và một bazơ mạnh để tạo thành chất điện ly yếu:



Phép định phân kết thúc khi giọt dư của NaOH chuyển sang môi trường kiềm làm đổi màu chỉ thị.

2. Dụng cụ, máy móc:

Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp cồng cua, buret, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.

3. Hóa chất:

- Hỗn hợp hai acid H_2SO_4 và H_3PO_4
- Dung dịch NaOH 0,1N
- Chỉ thị phenolphthalein 0,1%/rượu 65°
- Chỉ thị Mo 0,1%/nước cất.

4. Các bước tiến hành:

- **Chuẩn bị hóa chất trên buret** : Trên buret chứa dd NaOH 0,1N, đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0

- **Cho hóa chất vào bình nón** : 10ml hỗn hợp hai acid H_2SO_4 và H_3PO_4 , vài giọt chỉ thị Mo 0,1%.

- **Chuẩn độ**: chuẩn độ dd trong bình nón bằng NaOH 0,1N đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu vàng, đọc thể tích NaOH 0,1N tiêu tốn trên

buret (V_1 ml). Cho thêm vào bình nón vài giọt chỉ thị PP 0,1%, tiếp tục chuẩn độ bằng NaOH 0,1N cho đến khi dung dịch chuyển sang màu da cam thì kết thúc, đọc thể tích NaOH 0,1N tiêu tốn trên buret (V_2 ml).

Làm thí nghiệm 2 -3 lần để tính thể tích V_1 , V_2 của dd NaOH 0,1N tiêu tốn trung bình.

5. Tính kết quả: Tính lượng gam của acid H_2SO_4 , H_3PO_4 có trong một lít hỗn hợp

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

BÀI 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Fe^{2+} CÓ TRONG MUỐI MOHR BẰNG PHƯƠNG PHÁP PEMANGANAT

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định hàm lượng Fe^{2+} có trong muối Mohr bằng phương pháp Pemanganat;
- Xác định được hàm lượng Fe^{2+} có trong muối Mohr bằng phương pháp Pemanganat;
- Tuân thủ nội quy của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ thiết bị.

Thời gian thực hành : 1,7 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Sắt là một trong những hàm lượng không kém phần quan trọng khi phân tích trong một mẫu thực phẩm, nước....

Có rất nhiều phương pháp để xác định hàm lượng Fe^{2+} có trong dung dịch cần phân tích: Phương pháp đo quang, phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, phương pháp chuẩn độ dựa trên phản ứng oxi hóa khử hay được gọi là phương pháp Pemanganat.

Trong bài thực hành này chúng ta sử dụng phương pháp Pemanganat để xác định hàm lượng Fe^{2+} . Dựa trên phản ứng oxi hóa khử giữa KMnO_4 và sắt(II) trong môi trường acid.



Biết thể tích KMnO_4 tiêu tốn và thể tích dung dịch Fe^{2+} đem chuẩn độ ta tính được lượng sắt(II) chứa trong dung dịch muối Mohr.

2. Dụng cụ, máy móc:

- Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp cồng cua, buret màu, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.
- Bình định mức 50ml.
- Cân phân tích.

3. Hóa chất:

- Dung dịch KMnO_4
- Dung dịch $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1N
- Dung dịch H_2SO_4 2N
- Muối Mohr (dd $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

4. Các bước tiến hành:

- Cân 0,4g muối Mo cho vào bình định mức 50ml, thêm nước cất đến vạch.
- **Chuẩn bị hóa chất trên buret** : Trên buret chứa dd KMnO_4 , đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0.
- **Cho hóa chất vào bình nón** : 10ml dung dịch muối Mo đã pha chế, 5ml dung dịch H_2SO_4 2N.

- **Chuẩn độ:** chuẩn độ dung dịch trong bình nón bằng KMnO_4 đến khi xuất hiện màu hồng bền sau 30s. Đọc thể tích KMnO_4 tiêu tốn trên buret.

- Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích KMnO_4 tiêu tốn trung bình.

- **Xác định nồng độ dung dịch KMnO_4 bằng phương pháp Permanganat:**

+ Cho vào bình nón: 10ml dung dịch $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,02N, 5ml dung dịch H_2SO_4 2N.

Đun nóng hỗn hợp trong bình nón đến $70-80^\circ\text{C}$.

+ Trên buret chứa dd KMnO_4 , đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0.

+ Tiến hành chuẩn độ đến khi dung dịch trong bình nón xuất hiện màu hồng bền sau 30s, đọc thể tích tiêu tốn trên buret là Vml.

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích KMnO_4 tiêu tốn trung bình.

+ Tính nồng độ của dung dịch KMnO_4 đã sử dụng

5. Tính kết quả:

- Tính hàm lượng Fe có trong muối Mohr

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Cu^{2+} CÓ TRONG DUNG DỊCH PHÂN TÍCH BẰNG PHƯƠNG PHÁP IOD

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định hàm lượng Cu^{2+} có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Iod;
- Xác định được hàm lượng Cu^{2+} có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Iod;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 2,5 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

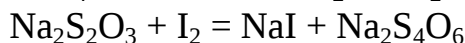
Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Đồng là một trong những hàm lượng kim loại không kém phần quan trọng khi phân tích trong một mẫu thực phẩm, nước....

Có rất nhiều phương pháp để xác định hàm lượng Cu^{2+} có trong dung dịch cần phân tích: Phương pháp đo quang, phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, phương pháp chuẩn độ dựa trên phản ứng oxi hóa khử hay được gọi là phương pháp Iod.

Trong bài thực hành này chúng ta sử dụng phương pháp Iod để xác định hàm lượng Cu^{2+} . Dựa trên phản ứng oxi hóa khử giữa CuSO_4 và KI sinh ra I_2 sau đó cho I_2 sinh ra tác dụng với $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Biết nồng độ và thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn và thể tích dung dịch Cu^{2+} đem chuẩn độ ta tính được lượng Cu(II) chứa trong dung dịch phân tích.

2. Dụng cụ, máy móc:

- Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp càng cua, buret, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.
- Mặt kính đồng hồ.

3. Hóa chất:

- Dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Dung dịch KI 20%
- Dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,02N
- Dung dịch H_2SO_4 2N
- Dung dịch Cu^{2+} cần phân tích.

4. Các bước tiến hành:

- **Chuẩn bị hóa chất trên buret** : Trên buret chứa dd $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0

- **Cho hóa chất vào bình nón :** 10ml dung dịch phân tích, 5ml dung dịch KI 20%. Đậy kín miệng bằng mặt kính đồng hồ, để chỗ tối 5 phút. Sau đó lấy ra tráng mặt kính bằng nước cất, cho nước tráng vào bình nón.

- **Chuẩn độ:** chuẩn độ dung dịch trong bình nón bằng $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ đến khi dung dịch có màu vàng rơm thì thêm vài giọt chỉ thị hồ tinh bột, dung dịch có màu xanh. Tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu xanh thì kết thúc chuẩn độ, đọc thể tích tiêu tốn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ trên buret.

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn trung bình.

- **Xác định nồng độ dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bằng phương pháp Iod:**

+ Trên buret chứa dd $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0

+ Cho vào bình nón: 10ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,02N, 5ml dung dịch H_2SO_4 2N, 5ml dung dịch KI 20%. Đậy kín miệng bằng mặt kính đồng hồ, để chỗ tối 5 phút. Sau đó lấy ra tráng mặt kính bằng nước cất, cho nước tráng vào bình nón.

+ Tiến hành chuẩn độ đến khi dung dịch ở trong bình nón có màu vàng rơm thì thêm vào đó vài giọt chỉ thị hồ tinh bột, dung dịch có màu xanh. Tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu xanh thì kết thúc chuẩn độ, đọc thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn trung bình.

+ Tính nồng độ đương lượng gam của dd $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ đã sử dụng

5. Tính kết quả: Tính độ chuẩn của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ theo Cu. Từ đó tính hàm lượng Cu có trong mẫu phân tích.

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

BÀI 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Cl^- TRONG DUNG DỊCH PHÂN TÍCH BẰNG PHƯƠNG PHÁP MOHR

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định hàm lượng Cl^- có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Mohr;
- Xác định được hàm lượng Cl^- có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Mohr;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 1,7 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

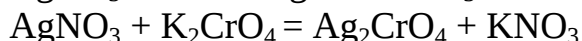
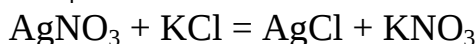
Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Cl^- là một trong những anion kim loại không kém phần quan trọng khi phân tích trong một mẫu thực phẩm, nước....

Có rất nhiều phương pháp để xác định hàm lượng Cl^- có trong dung dịch cần phân tích: Phương pháp đo quang, phương pháp đo độ đục, phương pháp chuẩn độ dựa trên phản ứng kết tủa hay được gọi là phương pháp Mohr.

Trong bài thực hành này chúng ta sử dụng phương pháp Mohr để xác định hàm lượng Cl^- . Dựa trên phản ứng oxi hóa khử giữa AgNO_3 và dung dịch muối halogenua với chỉ thị K_2CrO_4 .



Quá trình định phân kết thúc khi xuất hiện kết tủa màu đỏ gạch do 1 giọt dung dịch AgNO_3 phản ứng với K_2CrO_4 tạo ra kết tủa Ag_2CrO_4 đỏ gạch.

2. Dụng cụ, máy móc:

- Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp cồng cua, buret màu, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.
- pipet 50 ml.

3. Hóa chất:

- Dung dịch KCl 0,01N
- Dung dịch AgNO_3
- Chỉ thị K_2CrO_4 5%
- Dung dịch NaHCO_3 , giấy đo pH
- Dung dịch phân tích.

4. Các bước tiến hành:

- **Chuẩn bị hóa chất trên buret:** Trên buret chứa dd AgNO_3 , đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0

- **Cho hóa chất vào bình nón** : 10ml dung dịch phân tích, kiểm tra pH bằng giấy đo pH (nếu cần, dùng dung dịch NaHCO_3 để điều chỉnh đến pH thích hợp), thêm 5 giọt chỉ thị K_2CrO_4 5%.

- **Chuẩn độ**: chuẩn độ dung dịch trong bình nón đến khi xuất hiện kết tủa màu đỏ gạch. Đọc thể tích dung dịch AgNO_3 tiêu tốn trên buret.

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích dung dịch AgNO_3 tiêu tốn trung bình.

- **Xác định nồng độ dung dịch AgNO_3 bằng phương pháp Mohr**

+ Trên buret chứa dd AgNO_3 , đuổi hết bọt khí và điều chỉnh đến vạch 0

+ Cho vào bình nón: 10ml dung dịch KCl 0,01N, 5 giọt chỉ thị K_2CrO_4 5%

+ Tiến hành chuẩn độ đến khi dung dịch ở trong bình nón xuất hiện kết tủa màu đỏ gạch, đọc thể tích dung dịch AgNO_3 tiêu tốn trên buret.

Làm thí nghiệm vài lần để tính thể tích dung dịch AgNO_3 tiêu tốn trung bình.

+ Tính nồng độ đương lượng gam của dd AgNO_3 đã sử dụng

5. Tính kết quả: Tính hàm lượng Cl^- có trong dung dịch.

6. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

BÀI 6. XÁC ĐỊNH ĐỘ CỨNG CỦA NƯỚC

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định độ cứng của nước có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Complexon;
- Xác định được độ cứng toàn phần có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp Complexon;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 1,7 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

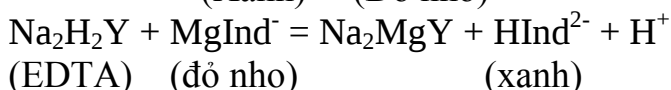
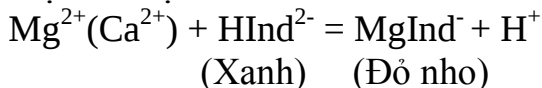
Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Độ cứng là một trong những chỉ tiêu quan trọng của nước, đó là tổng hàm lượng Ca^{2+} và Mg^{2+} có chứa trong nước, nước chứa nhiều Mg^{2+} có vị đắng. Độ cứng của nước gây ra bởi sự có mặt của các muối Ca và Mg trong nước. Độ cứng của nước được gọi là tạm thời khi có mặt muối cacbonat hoặc bicacbonat Ca, Mg. Loại nước này khi đun sôi sẽ tạo ra các kết tủa CaCO_3 hoặc MgCO_3 . Độ cứng vĩnh cửu của nước do các loại muối sunfat hoặc clorua Ca, Mg tạo ra. Độ cứng vĩnh cửu của nước thường rất khó xử lý và ảnh hưởng nhiều đến chất lượng cuộc sống. Độ cứng toàn phần bao gồm cả hai độ cứng nói trên.

Độ cứng của nước được xác định bằng phương pháp chuẩn độ hoặc tính toán theo hàm lượng Ca, Mg trong nước:

Trong bài thực hành này chúng ta sử dụng phương pháp Complexon dựa trên phản ứng tạo phức giữa Mg^{2+} , Ca^{2+} kết hợp với chỉ thị EBT(HInd^{2-}) tạo thành phức chất kém bền có màu đỏ nho MgInd^- . Dùng dung dịch EDTA để phá vỡ phức MgInd^- để tạo ra phức mới bền hơn đó là phức Na_2MgY và hoàn nguyên lại chỉ thị Hind^{2-}



Quá trình định phân kết thúc khi dung dịch chuyển từ màu đỏ nho sang màu xanh, phản ứng xảy ra trong môi trường $\text{pH}=10$.

1. Xác định độ cứng toàn phần

1.1. Dụng cụ, máy móc

Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp càng cua, buret, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.

1.2. Hóa chất

- Chất chuẩn EDTA 0,01N
- Chỉ thị ETOO (EBT)
- Dung dịch đệm $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$

- Nước cất

1.3. Các bước tiến hành

- **Cho hóa chất vào bình nón**: 50ml nước cần phân tích + 5ml dung dịch đệm + vài giọt chỉ thị ETOO

- **Chuẩn bị hóa chất trên buret**: Trên buret chứa EDTA 0,01N, đuổi bọt khí, chỉnh về vạch 0.

- **Chuẩn độ**: Chuẩn độ dung dịch trong bình nón bằng EDTA 0,01N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ nho xang màu xanh biếc. Đọc thể tích EDTA 0,01N tiêu tốn trên buret.

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích EDTA 0,01N tiêu tốn trung bình.

1.4. Tính kết quả

1.5. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

2. Xác định độ cứng Calci

2.1. Dụng cụ, máy móc

Bộ chuẩn độ gồm: chân giá sắt, kẹp cồng cua, buret, cốc thủy tinh 250ml, phễu thủy tinh, bình tam giác 100ml.

2.2. Hóa chất

- Chất chuẩn EDTA 0,01N
- Chỉ thị muretxit 1% trong NaCl
- Dung dịch đệm NaOH 2N
- Nước cất

2.3. Các bước tiến hành

- **Cho hóa chất vào bình nón**: 50ml nước cần phân tích + 5ml dung dịch đệm + một ít chỉ thị muretxit tinh thể

- **Chuẩn bị hóa chất trên buret**: Trên buret chứa EDTA 0,01N đuổi bọt khí, chỉnh về vạch 0.

- **Chuẩn độ**: Chuẩn độ dung dịch trong bình nón bằng EDTA 0,01N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ hồng chuyển sang màu tím. Đọc thể tích EDTA 0,01N tiêu tốn trên buret.

Làm thí nghiệm 2-3 lần để tính thể tích EDTA 0,01N tiêu tốn trung bình.

2.4. Tính kết quả

2.5. Nguyên nhân gây sai số và cách khắc phục

BÀI 7: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG GLUCOSE BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định hàm lượng đường glucose trong dung dịch phân tích bằng phương pháp so màu;
- Xác định được hàm lượng đường glucose có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp so màu;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 3,3 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Đường có trong các mặt hàng thực phẩm dưới các dạng khác nhau và với các hàm lượng cũng khác nhau. Khi phân tích hàm lượng đường trong thực phẩm người ta phân thành các loại đường sau: Đường khử và đường không khử. Đường khử là đường có chứa nhóm $-CHO$, $-C=O$ hay OH (Glucose, fructose, mantose, lactose....)

Có nhiều phương pháp để xác định hàm lượng đường khử: Phương pháp Bertrand, phương pháp xanh metylen, phương pháp so màu...

Trong bài thực hành này ta sẽ sử dụng phương pháp so màu để xác định hàm lượng đường glucose.

2. Dụng cụ, máy móc:

- Cân phân tích
- Máy so màu, 02 cuvet
- Bếp điện
- Bình định mức 50ml
- Cốc thủy tinh 100 ml
- Pipet 1ml, 2ml, 5ml
- Giấy mềm

3. Hóa chất

- Dung dịch glucose tiêu chuẩn 0,2mg/ml
- Dung dịch Kaliferryxianna $K_3Fe(CN)_6$ 10g/l
- Dung dịch KOH 1,25N
- Nước cất

4. Các bước tiến hành:

Bước 1/ Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn : Chuẩn bị 5 cốc thủy tinh 100ml, cho vào các cốc lần lượt các hóa chất như sau:

Hóa chất	$K_3Fe(CN)_6$ 10g/l (ml)	KOH 1,25N (ml)	glucose tiêu chuẩn 0,2mg/ml (ml)
Cốc 100ml			
1	1	2	2
2	1	2	2,5
3	1	2	3,0
4	1	2	3,5
5	1	2	4

Thêm nước cất vào mỗi bình để có đều thể tích là 20 ml

Đặt tất cả các bình lên bếp điện, đun đến sôi, cho sôi đúng 1 phút, làm nguội rồi cho vào bình định mức 50ml, thêm nước cất đến vạch.

Bước 2/ Đo độ hấp thụ của dãy chuẩn : đo độ hấp thụ ánh sáng của dãy dung dịch chuẩn ở bước sóng 420nm.

- Dựng đường chuẩn: Vẽ đường chuẩn biểu diễn sự phụ thuộc của độ hấp thụ A theo nồng độ dung dịch glucose của dãy chuẩn

Bước 3/ Tương tự như bước 1, thay dung dịch glucose bằng dung dịch mẫu đã được chế hoá (Thay dung dịch glucoza bằng 5ml dung dịch mẫu phân tích)

- Đo độ hấp thụ của mẫu

5. Tính kết quả

Xác định hàm lượng glucose trong mẫu dựa vào đường chuẩn

6. Nguyên nhân sai số và cách khắc phục

BÀI 8. XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ DUNG DỊCH ACID BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ ĐIỆN THẾ

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định hàm lượng acid trong dung dịch phân tích bằng phương pháp chuẩn độ điện thế;
- Xác định được hàm lượng acid có trong dung dịch phân tích bằng phương pháp chuẩn độ điện thế;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 2,5 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Chuẩn độ điện thế là một trong những phương pháp chuẩn độ dựa vào bước nhảy điện thế để tìm điểm tương đương, phương pháp này không cần dựa vào sự thay đổi màu của chất chỉ thị và có ưu điểm rất lớn trong việc ứng dụng phân tích xác định hàm lượng acid đối với những mẫu phân tích có màu.

2. Dụng cụ, máy móc:

- Máy đo pH, cốc chứa
- Bộ chuẩn độ
- Cốc thủy tinh 250ml
- Phễu thủy tinh
- Pipet
- Giấy mềm

3. Hóa chất

- Dung dịch HCl cần xác định nồng độ
- Dung dịch chuẩn NaOH 0,1N
- Nước cất

4. Các bước tiến hành:

- **Cho hóa chất vào cốc chứa** : 10 ml dung dịch HCl + một ít nước cất (đảm bảo dung dịch ngập điện cực)
- **Chuẩn bị máy đo pH:** theo đúng hướng dẫn sử dụng
- **Đo pH (E) trong quá trình chuẩn độ:** Cho vào cốc chứa 1ml dung dịch chuẩn NaOH 0,1N; lắc đều, nhúng điện cực vào cốc chứa, đo pH (E) của dung dịch. Tiếp tục cho 1ml NaOH 0,1N, lắc đều và đo pH sau mỗi lần thêm NaOH (khoảng 15 lần).
- **Vẽ đường định phân:** biểu diễn sự thay đổi pH (E) của dung dịch theo thể tích NaOH 0,1N tiêu tốn.

5. Tính kết quả

- Dựa vào đồ thị xác định pH (E) bước nhảy, điểm tương đương và thể tích NOH tiêu tốn

- Tính C_N của dung dịch HCl

6. Nguyên nhân sai số và cách khắc phục

BÀI 9: HẤP PHỤ ĐẲNG NHIỆT

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành xác định sự hấp phụ axit axetic bởi than hoạt tính trong dung dịch nước;
- Xác định được lượng phụ axit axetic bởi than hoạt tính trong dung dịch nước;
- Tuân thủ nội qui của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 3,3 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Để đo sự hấp phụ, người ta cho một lượng cân chính xác chất hấp phụ vào các thể tích như nhau của dung dịch chất bị hấp phụ. Lượng chất hấp phụ được tính như là hiệu số nồng độ đầu và nồng độ cân bằng của nó trong dung dịch. Trong các dung dịch loãng, thông thường người ta không tính sự hấp phụ của dung môi.

Sự hấp phụ được mô tả qua phương trình thực nghiệm của Frenlich và thuyết hấp phụ đơn phân tử của Langmuir

2. Dụng cụ, máy móc:

- Bình tam giác 250ml
- Phễu lọc
- Bình định mức 50ml, 100ml
- Buret 25ml
- Pipet 2ml, 5ml, 10ml

3. Hóa chất

- Nước cất
- Dung dịch CH_3COOH 1N
- Than hoạt tính
- Dung dịch NaOH 0.1N
- Phenolphthalein
- Giấy lọc

4. Các bước tiến hành:

Cho vào 3 bình tam giác theo tỉ lệ:

Bình	1	2	3
CH ₃ COOH (ml)	40	30	10
Nước cất	10	20	40

Ở mỗi bình tam giác, hút 5ml dung dịch CH₃COOH đã pha dùng dung dịch NaOH 0.1N chuẩn độ để xác định nồng độ dung dịch ban đầu, cho thêm 2-3 giọt phenolphthalein. Chuẩn độ mỗi bình 2 lần lấy kết quả trung bình.

Cho 1g than hoạt tính vào mỗi bình, lắc mạnh dung dịch còn lại trong bình (V= 40ml) khoảng 20-25 phút, sau đó để yên 10 phút cho cân bằng rồi lọc dung dịch vào bình tam giác khác. Chuẩn độ mỗi bình sau khi hấp phụ. Mỗi lần chuẩn lấy 5ml dung dịch và cho thêm 2-3 giọt phenolphthalein, chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0.1N đến khi xuất hiện màu hồng.

5. Tính kết quả

a. Trước khi hấp phụ

Bình	1	2	3
V _{NaOH} lần 1			
V _{NaOH} lần 2			
Trung bình			

b. Sau khi hấp phụ

Bình	1	2	3
V _{NaOH} lần 1			
V _{NaOH} lần 2			
V _{NaOH} trung bình			

Khối lượng axit bị hấp phụ được tính theo công thức sau:

$$A = \frac{C_1 - C_2}{m \cdot 1000} \cdot V (\text{mol} / \text{g})$$

Trong đó:

C_1 :: là nồng độ axit trước khi hấp phụ (mol/l)

C_2 : là nồng độ axit sau khi hấp phụ (mol/l)

V: thể tích dung dịch lấy ra để hấp phụ (ml)

m: khối lượng vật hấp phụ (than 1g)

6. Nguyên nhân sai số và cách khắc phục

BÀI 10: CHUNG CẤT TINH DẦU BƯỞI BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG CẤT DƯỚI ÁP SUẤT THẤP

Mục tiêu:

Sau khi thực hành xong bài này, sinh viên có khả năng:

- Nêu được nguyên tắc và các bước tiến hành chung cất tinh dầu trong dung dịch nước;
- Vận hành được thiết bị chung cất;
- Xác định được lượng tinh dầu trong dung dịch nước;
- Tuân thủ nội quy của phòng thí nghiệm và có ý thức bảo vệ dụng cụ, thiết bị.

Thời gian thực hành : 3,3 giờ

Nhóm thực hành : 15-20 học sinh/sinh viên

Địa điểm thực hành : Phòng Hóa cơ bản

Nội dung bài thực hành:

1. Sơ lược về lý thuyết

Để tiến hành chung cất tinh dầu bưởi, ta tiến hành chọn nguyên liệu tối ưu cho quá trình chung cất, sau đó xử lý nguyên liệu và tiến hành chung cất nguyên liệu trong thời gian 2h thì sẽ thu được hỗn hợp tinh dầu bưởi và nước. Loại nước còn lẫn trong tinh dầu bằng Na_2SO_4 khan

2. Dụng cụ, máy móc:

Dao thái lan nhỏ, cốc thủy tinh 250ml, máy cô quay chân không.

3. Hóa chất, nguyên liệu

- Vỏ quả bưởi, Na_2SO_4 khan, nước cất

4. Các bước tiến hành:

- Tiến hành gọt vỏ quả bưởi
- Cân 100g vỏ bưởi đã gọt cho vào bình cầu
- Cho nước vào không quá 2/3 bình cầu
- Tiến hành lắp ráp hệ thống, đảm bảo hệ thống phải kín
- Chọn dung môi cài đặt tương ứng từ ngân hàng dữ liệu của thiết bị
- Kiểm tra nước vào và nước ra ở hệ thống sinh hàn
- Bật máy bơm chân không và tiến hành chung cất

5. Tính kết quả

- Nêu được nguyên tắc và cách tiến hành chung cất
- Xác định lượng tinh dầu chung cất được

6. Nguyên nhân sai số và cách khắc phục