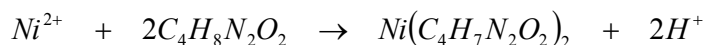


BÀI 1: ĐỊNH LƯỢNG NIKEN

(Phương pháp phân tích khối lượng)

I. NGUYÊN TẮC :

Nếu cho dung dịch Ni^{2+} trung tính loãng tác dụng với dung dịch dimethylglyoxime trong etanol ta thu được kết tủa dimethylglyoxime Niken màu đỏ.



Phản ứng thực hiện ở $70^{\circ}C - 80^{\circ}C$ và trong môi trường trung tính. Lọc kết tủa, sấy khô và đem cân.

II. THỰC HÀNH :

- Cho vào bercher 250ml : 10ml dung dịch Ni^{2+} và 100ml nước nóng. Đun cách thủy và thêm vào 20ml dung dịch dimethylglyoxime, lắc đều.

- Thêm từng giọt dung dịch NH_3 và lắc đều cho đến khi có mùi rõ rệt. Để yên 1 giờ.

- Lọc qua giấy lọc và kiểm tra sự kết tủa hoàn toàn bằng cách thêm vào nước lọc vài giọt dimethylglyoxime (phải không còn kết tủa đỏ). Dùng nước cất đun nóng để rửa kết tủa đến khi loại hết ion Cl^- (dùng dung dịch $AgNO_3$ để kiểm tra, ion Cl^- chỉ được loại hết khi thêm 1 giọt dung dịch $AgNO_3$ vào nước rửa qua lọc không cho kết tủa).

- Sấy khô kết tủa trong tủ sấy ở $100 - 120^{\circ}C$ trong 20 – 40 phút. Để nguội trong bình hút ẩm đến khi trọng lượng không đổi và đem cân kết tủa.

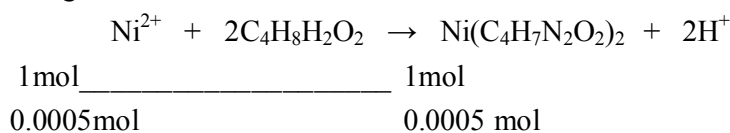
III. KẾT QUẢ :

Tính hàm lượng dung dịch Ni^{2+} (g/l)

Khối lượng kết tủa = **0,15** gam

$$\text{Số mol kết tủa} : n = \frac{m}{M} = \frac{0,15}{289} = 5 \times 10^{-4} \text{ (mol)}$$

Phương trình phản ứng :



Từ phương trình phản ứng : $n_{Ni^{2+}} = n_{\downarrow} = \mathbf{0.0005}$ mol

Khối lượng Ni^{2+} : $m_{Ni^{2+}} = 0.0295$ gam

Hàm lượng dung dịch Ni^{2+} là : $\frac{0.0295}{10} \times 1000 = 2.95$ (g/l)

☞ **Vậy hàm lượng dung dịch Ni^{2+} là : 2.95 (g/l)**

BÀI 2: CHUẨN ĐỘ AXIT – BAZƠ

CHUẨN ĐỘ DUNG DỊCH NaOH BẰNG DUNG DỊCH HCl

(Phương pháp phân tích thể tích)

I. NGUYÊN TẮC :

Chuẩn độ dung dịch NaOH bằng dung dịch HCl 0,1N là sự trung hòa base mạnh (NaOH) bằng acid mạnh (HCl).



Phản ứng trung hòa kết thúc khi số đương lượng H^+ và OH^- bằng nhau.

Để pha dung dịch chuẩn HCl 0,1 N ta không thể pha trực tiếp từ HCl đậm đặc, mà phải pha một dung dịch HCl có nồng độ hơi lớn hơn 0,1 N. Xác định nồng độ dung dịch trên bằng một dung dịch bazơ chuẩn. Sau đó cho lượng nước thích ứng để có dung dịch HCl 0,1 N đúng.

Chất chỉ thị dùng trong phép chuẩn độ là heliantin và phenolphthalein

II. THỰC HÀNH :

1. Điều chế dung dịch base 0,1N :

Cân chính xác 1,91 g Borax trong 1 bercher 100ml, thêm nước cất đến nửa bercher và khuấy cho tan rồi cho vào bình định mức. Sau đó thêm nước cất đến vạch 100ml, đậy nút, lắc đều.

$$\text{Nồng độ Borax đã pha: } C_N = \frac{m\gamma}{MV} = \frac{1,91 \times 2}{382 \times 0,1} = 0,1 N$$

2. Điều chế dung dịch HCl 0,1N

Lấy 2,5ml dung dịch HCl đậm đặc (bằng ống đong) cho vào bình định mức 250ml. Thêm nước cất cho đến vạch, đậy nút và lắc đều.

Dung dịch HCl vừa pha được xác định lại nồng độ bằng cách chuẩn độ với dung dịch Borax chuẩn. Chất chỉ thị là bromocresol xanh.

Chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ vàng nhạt sang màu xanh

Thể tích dung dịch borax đã dùng

Lần chuẩn độ	V_{Borax} đã dùng	V_{tb}
1	11,0	10,9
2	10,8	
3	10,8	

Gọi C_1 , V_1 là nồng độ và thể tích của dung dịch HCl.

Gọi C_2 , V_2 là nồng độ và thể tích của dung dịch borax ($C_2 = 0,1N$).

$$\text{Ta có: } C_1 = \frac{C_2 V_2}{V_1} = \frac{0,1 \times 10,9}{10} = 0,12 \text{ (N)}$$

$$\text{Do } C_1 = 0,12N \text{ ta có: } 0,12 \times V = 0,1 \times 100 \Rightarrow V = \frac{0,1 \times 100}{0,12} \approx 83ml$$

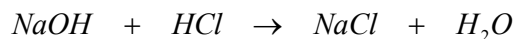
Lấy 83ml dung dịch HCl đã pha cho vào bình định mức 100ml và thêm nước cất đến vạch.

Nồng độ HCl sau pha loãng: **0,097N** (kiểm tra nồng độ HCl 0,1N sau khi pha bằng dung dịch borax 0,1N).

3. Chuẩn độ dung dịch NaOH :

a. Nguyên tắc :

Thực hiện phản ứng trung hòa NaOH bằng HCl



Chất chỉ thị là heliantin.

b. Thực hành :

Lấy 10ml dung dịch NaOH cho vào erlen, thêm 3 giọt heliantin (metyl orange - $C_{14}H_{15}N_3O_3S$), dung dịch có màu vàng. Dung dịch HCl 0,1N trong buret. Mở khóa cho dung dịch HCl 0,1N chảy vào erlen và lắc đều cho đến khi một giọt thừa của HCl làm cho dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu da cam thì dừng quá trình chuẩn độ. Ghi thể tích HCl đã dùng. Lặp lại thí nghiệm 3 lần và lấy giá trị trung bình.

III. KẾT QUẢ :

Thể tích HCl cần dùng để chuẩn độ dung dịch NaOH :

Lần chuẩn độ	V _{HCl} đã dùng	V _{tb}
1	10,8	10,8
2	10,7	
3	10,9	

Từ hệ thức : $C_A \cdot V_A = C_B \cdot V_B$

Nồng độ đương lượng dung dịch NaOH là :

$$C_B = \frac{C_A \cdot V_A}{V_B} = \frac{0,097 \times 10,8}{10} = 0,1N$$

Nồng độ khối của dung dịch NaOH là :

$$P = \frac{M}{\nu} C_B = \frac{40}{1} \times 0,1 = 4 (g/l)$$

☞ **Vậy nồng độ khối dung dịch NaOH là : 4 (g/l)**

BÀI 3 : CHUẨN ĐỘ OXI HÓA – KHỬ

PHƯƠNG PHÁP PERMANGANAT

(Phương pháp phân tích thể tích)

I. PHA CÁC DUNG DỊCH :

A. Pha dung dịch axit oxalic chuẩn 0,1N

- Khối lượng axit oxalic ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, $M = 126$; $\gamma = 2$) cần để pha được 100ml dung dịch axit oxalic chuẩn 0,1N: $m = \frac{C_N \cdot V \cdot M}{\gamma} = \frac{0,1 \times 0,1 \times 126}{2} = 0,63$ (g)

B. Pha dung dịch $KMnO_4$ 0,1N

- Khối lượng của $KMnO_4$ ($\gamma = 5$) cần phải cân để pha được 250ml dung dịch $KMnO_4$ 0,1N là: $m = \frac{C_N \cdot V \cdot M}{\gamma} = 0,79$ (g)

C. Pha dung dịch axit sunfuric 1:3 ($V_{ddH_2SO_4} : V_{H_2O} = 1 : 3$)

- Lấy 90ml nước cất cho vào cốc thủy tinh 150ml, đặt cốc trong tủ hút, lấy 30ml axit sunfuric đậm đặc, cẩn thận nhỏ từ từ từng phần nhỏ axit sunfuric đặc vào cốc thủy tinh trên cho đến hết 30ml axit sunfuric đặc.

D. Pha dung dịch muối sắt

Khối lượng cây đinh sắt = 0,12 (g)

- Đinh sắt được hòa tan bằng 20ml dung dịch axit sulfuric 1:3 vừa pha + 1ml dung dịch $CuSO_4$ 0,1M, có thể đun nóng nhẹ (đun trong tủ hút) để quá trình tan nhanh hơn.

- Sau khi đinh sắt tan hết, dùng phễu lọc dung dịch vào bình định mức 50ml, tráng với nước cất nhiều lần, cho hết vào bình định mức, thêm nước cất cho đến vạch, đậy nắp, lắc đều.

II. TIẾN HÀNH & KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM

A. Kiểm tra nồng độ dung dịch kali permanganate :

- Dùng $KMnO_4$ để chuẩn độ dung dịch acid oxalic trong môi trường H_2SO_4 . Tiến hành chuẩn độ cho đến khi dung dịch không màu chuyển sang màu tím nhạt bền.

- Thể tích dung dịch kali permanganate đã dùng.

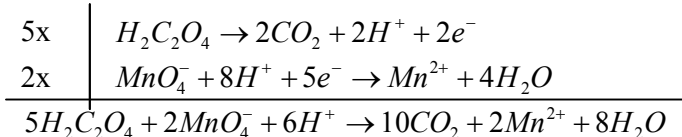
	V_{KMnO_4} (ml)	V_{tb} (ml)
Lần 1	10,0	10,07
Lần 2	10,0	
Lần 3	10,2	

Nồng độ $KMnO_4$ là:

$$C \cdot V = C' \cdot V'$$

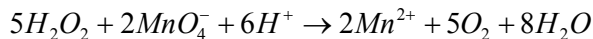
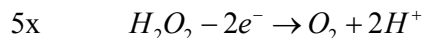
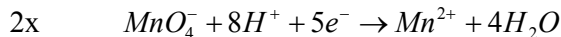
$$\Rightarrow C' = \frac{C \cdot V}{V'} = \frac{10 \times 0,1}{10,07} = 0,099(N)$$

Phương trình phản ứng dạng ion rút gọn:



B. Xác định nồng độ H₂O₂ trên thị trường:

- Dùng KMnO₄ để chuẩn độ dung dịch H₂O₂ trên thị trường trong môi trường H₂SO₄. Tiến hành chuẩn độ cho đến khi dung dịch không màu chuyển sang màu tím nhạt bền.



Thể tích dung dịch KMnO₄ đã dùng:

	$V_{KMnO_4} (ml)$	$V_{tb} (ml)$
Lần 1	17,2	17,27
Lần 2	17,3	
Lần 3	17,3	

$$C.V = C'.V'$$

$$\Rightarrow C' = \frac{C.V}{V'} = \frac{17,27 \times 0,099}{1} = 1,71(N)$$

Nồng độ mol/l của H₂O₂ trên thị trường: $C_M = \frac{1,71}{2} = 0,855 (mol/l)$

Nồng độ của H₂O₂ theo (g/ml) là: $\frac{0,855 \times 34}{1000} = \mathbf{0,029 (g/ml)}$

C. Xác định hàm lượng sắt trong mẫu thép:

- Rót dung dịch kali permanganate vào buret rồi chỉnh về vạch 0.
- Dùng pipet hút 10ml dung dịch muối sắt cho vào erlen, thêm 5ml dung dịch axit sunfuric 1:3, tiến hành chuẩn độ cho đến khi dung dịch có màu tím nhạt bền.

Thể tích dung dịch kali permanganate đã dùng :

	$V_{KMnO_4} (ml)$	$V_{tb} (ml)$
Lần 1	4,0	4,03
Lần 2	4,1	
Lần 3	4,0	

Từ hệ thức $C.V = C'.V' \Rightarrow C' = \frac{C.V}{V'} = \frac{4,03 \times 0,099}{10} = 0,04(N)$

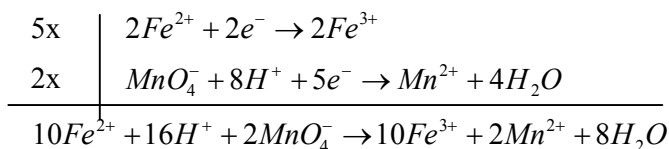
Số mol Fe trong 10ml :

$$n_{Fe} = \frac{C_N}{\gamma} . V$$

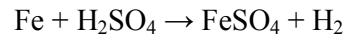
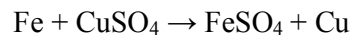
$$\Rightarrow n_{Fe} = \frac{0,04}{1} \times 0,01 = 4 \times 10^{-4} (mol)$$

Khối lượng Fe trong 50ml là: $m = 4 \times 10^{-4} \times 5 \times 56 = 0,11 \text{ g}$

Phần trăm khối lượng sắt trong mẫu thép : $\%Fe = \frac{0,11}{0,12} \times 100\% = \mathbf{91,67\%}$



○ Hòa tan đinh sắt :



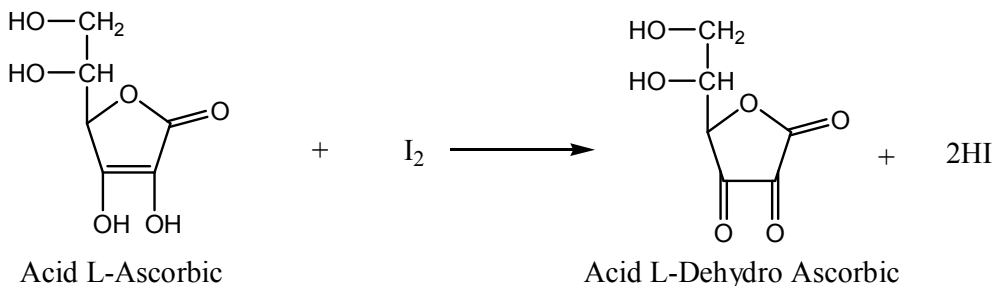
BÀI 4 : CHUẨN ĐỘ OXI HÓA - KHỬ PHƯƠNG PHÁP IOD

(Phương pháp phân tích thể tích)

I. Định lượng Vitamin C

1. Nguyên tắc

Do vitamin C dễ dàng bị oxi hóa nên người ta dùng quá trình oxi hóa của nó làm cơ sở cho phương pháp phân tích. Một trong những phương pháp phổ biến là phương pháp định lượng bằng iod. Phương trình như sau:



Khi tất cả Acid Ascorbic bị oxi hóa hết, một giọt iod dư sẽ cho màu xanh với hồ tinh bột.

2. Tiến hành

- Cân 1 viên vitamin C, nghiền nhỏ, cho vào cốc thủy tinh + 5ml dung dịch HCl 5%, cho vào bình định mức 100ml rồi thêm dung dịch HCl 5% vào cho đến vạch, lắc đều dung dịch.

====> **Khối lượng viên Vitamin C 250mg là: 0,55 gam**

- Tráng buret bằng dung dịch I₂ 0,01N sau đó cho dung dịch I₂ 0,01N vào buret, rồi chỉnh về vạch số 0.

- Dùng pipet 10ml hút 10ml dung dịch Acid Ascorbic vào erlen 250ml. Thêm 3 giọt hồ tinh bột, lắc đều được dung dịch không màu.

- Tiến hành chuẩn độ cho đến khi dung dịch trong erlen từ không màu chuyển sang màu xanh bền trong 30 giây.

====> **Thể tích dung dịch I₂ đã dùng :**

	$V_{I_2} (ml)$	$V_{tb} (ml)$
Lần 1	26,5	26,37
Lần 2	26,3	
Lần 3	26,3	

$$C_a \cdot V_a = C_{I_2} \cdot V_{I_2}$$

- Nồng độ dung dịch Acid Ascorbic : $\Rightarrow C_a = \frac{C_{I_2} \cdot V_{I_2}}{V_a} = \frac{0,01 \times 26,37}{10} = 0,026N$

- Số mol Acid Ascorbic (trong 100ml) :

$$n_a = \frac{C_N \cdot V}{\gamma} = \frac{0,026 \times 0,1}{2} = 1,3 \times 10^{-3} (\text{mol})$$

- Khối lượng Vitamin C : $m = n \cdot M = 1,3 \times 10^{-3} \times 176 = 0,2288 \text{ g} = 228,8 \text{ mg}$

- Hàm lượng Vitamin C trong viên thuốc = $\frac{0,2288}{0,55} \times 100\% = \mathbf{41,6\%}$

II. Xác định nồng độ glucose trong dung dịch glucose đẳng trương:

1. Nguyên tắc :

- Trong phân tử có nhóm chức aldehyde nên glucose có tính khử, do vậy có thể dùng dung dịch iod để định lượng dung dịch glucose bằng phương pháp chuẩn độ ngược.

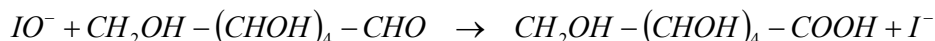
- Phương pháp thừa trừ để định lượng dung dịch glucose như sau: cho một thể tích chính xác dung dịch glucose cần định lượng tác dụng với một thể tích chính xác và dư dung dịch iod. Sau đó dùng dung dịch chuẩn độ natri thiosulfat để định lượng iod thừa.

2. Tiến hành :

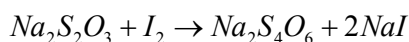
Đầu tiên Iod sẽ phản ứng với NaOH theo phản ứng sau :



Tiếp đó glucose mới bị oxy hóa theo phản ứng :



Acid hóa bằng dung dịch H₂SO₄ để lượng Iod dư dưới dạng IO⁻ sẽ chuyển về I₂. Chuẩn độ lượng dư I₂ này bằng dung dịch Na₂S₂O₃. Ta xác được thể tích Iod dư và cùng với thể tích Iod ban đầu đã biết là 10ml sẽ xác định được thể tích dung dịch Iod đã phản ứng với dung dịch Glucose.



- Thể tích dung dịch Na₂S₂O₃ đã dùng:

	$V_{Na_2S_2O_3} (ml)$	$V_{ib} (ml)$
Lần 1	3,4	3,43
Lần 2	3,5	
Lần 3	3,4	

Ta có thể tích Iod dư đã tham gia phản ứng với Na₂S₂O₃ :

$$CV = C'V' \Rightarrow V_{du} = \frac{C'V'}{C} = \frac{0,1 \times 3,43}{0,1} = 3,43 (ml)$$

Thể tích của iod đã tham gia phản ứng với glucose là : $V_{I_2} = V_0 - V_{du} = 10 - 3,43 = 6,57ml$

Nồng độ đương lượng glucose :

$$V_{glucose} \times C_{glucose} = C_{I_2} \times V_{I_2} \Rightarrow C_{glucose} = \frac{C_{I_2} \times V_{I_2}}{V_{glucose}} = \frac{0,1 \times 6,57}{5} = 0,13 N$$

Nồng độ của glucose trong 10ml dung dịch tiêm glucose: $C_{glucose}^0 = 0,13 \times \frac{50}{10} = 0,65 N$

Nồng độ glucose trong dung dịch đẳng trương: $P = \frac{M_{glucose}}{v} C_{glucose}^0 = \frac{180}{2} \times 0,65 = 58,5 \text{ g/l}$

BÀI 5 : CHUẨN ĐỘ PHỨC CHẤT

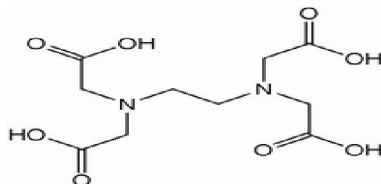
(Phương pháp phân tích thể tích)

I. PHA CÁC DUNG DỊCH :

A. Pha dung dịch EDTA chuẩn 0,01M

Khối lượng EDTA cần phải cân để pha 250ml dung dịch EDTA 0,01M: **0,9306 g**

Hòa tan lượng cân bằng nước cất, cho vào bình định mức 250mL, tráng cốc nhiều lần, cho hết vào bình định mức, chỉnh đến vạch 250mL, đậy nắp, lắc đều.



EDTA (Ethylenediaminetetraacetic acid)

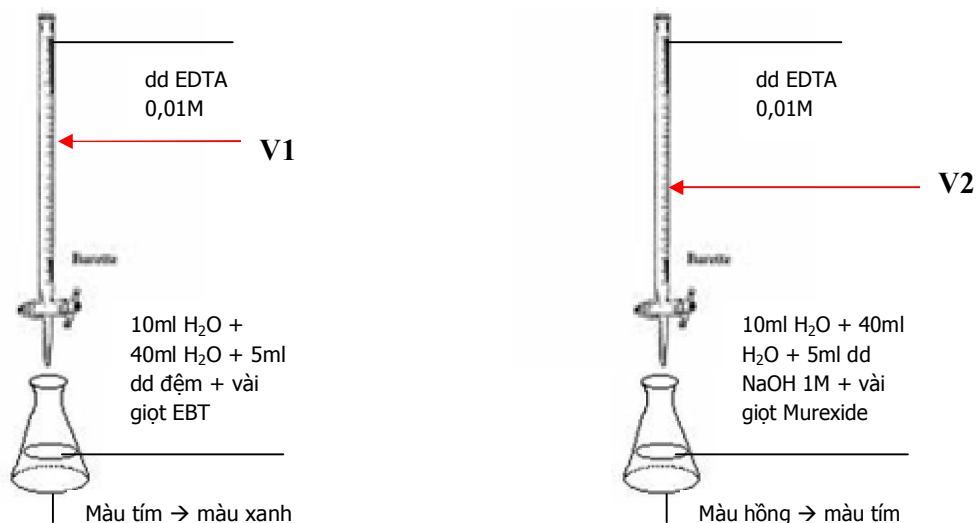
B. Pha dung dịch Ca^{2+} và Mg^{2+} cần phân tích :

Cân 0,2 g đá vôi, cho vào 2ml dung dịch HCl 4M, hòa tan cho đến khi không còn sủi bọt khí, thêm 20ml nước cất, lọc pha phễu vào bình định mức 100mL, tráng nhiều lần bằng nước cất đến vạch 100mL, đậy nắp, lắc đều.

II. TIẾN HÀNH CHUẨN ĐỘ :

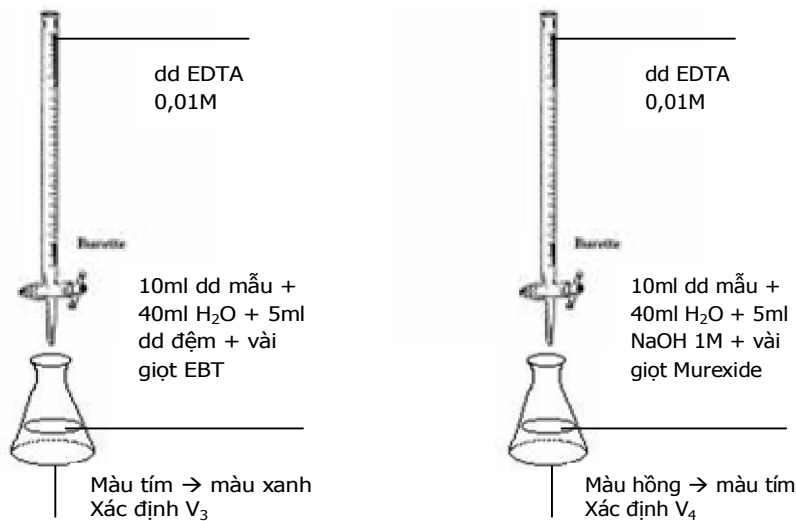
1. Chuẩn độ mẫu trắng :

Cách tiến hành được minh họa bằng hình vẽ



V _{dung dịch EDTA} (ml)	Lần 1	Lần 2	Lần 3	V _{trung bình}
V ₁	2,7	2,6	2,6	2,6
V ₂	1,8	1,7	1,7	1,7

2. Chuẩn độ dung dịch mẫu đá vôi :



V dung dịch EDTA (ml)	Lần 1	Lần 2	Lần 3	V trung bình
V ₃	20,6	20,5	20,5	20,5
V ₄	18,8	18,7	18,8	18,8

III. KẾT QUẢ

Thể tích EDTA cần để tác dụng với Ca²⁺ và Mg²⁺ là :

$$V_3 - V_1 = 20,6 - 2,6 = 17,9 \text{ (ml)}$$

Thể tích EDTA cần để tác dụng với Ca²⁺ là :

$$V_4 - V_2 = 18,8 - 1,7 = 17,1 \text{ (ml)}$$

Ta có: $C_{\text{NMCO}_3} \cdot V_{\text{MCO}_3} = C_{\text{NEDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}}$

$$\Rightarrow C_{\text{NMCO}_3} = C_{\text{NEDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} / V_{\text{MCO}_3} = 0,01 \times 2 \times 0,0179 / 0,01 = 0,0358 \text{ (N)}$$

$$\Rightarrow C_{\text{MCO}_3} = 0,0338 / 2 = 0,0179 \text{ (M)}$$

$$\Rightarrow n_{\text{MCO}_3} = 0,0179 \times 0,1 = 0,00179 \text{ (mol)}$$

Tương tự như trên: $C_{\text{NCaCO}_3} \cdot V_{\text{CaCO}_3} = C_{\text{NEDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}}$

$$\Rightarrow C_{\text{NCaCO}_3} = C_{\text{NEDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} / V_{\text{CaCO}_3} = 0,01 \times 2 \times 0,0171 / 0,01 = 0,0342 \text{ (N)}$$

$$\Rightarrow C_{\text{CaCO}_3} = 0,0342 / 2 = 0,0171 \text{ (M)}$$

$$\Rightarrow n_{\text{CaCO}_3} = 0,0171 \cdot 0,1 = 0,00171 \text{ (mol)}$$

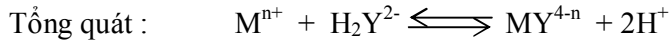
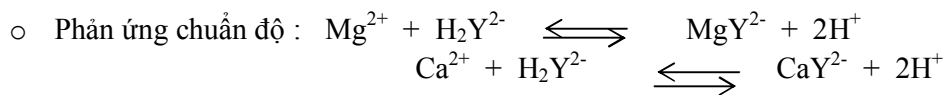
$$\Rightarrow n_{\text{MgCO}_3} = 0,00179 - 0,00171 = 8 \times 10^{-5} \text{ (mol)}$$

Phần trăm khối lượng CaCO₃ trong đá vôi:

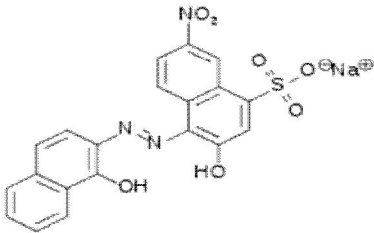
$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{1,71 \times 10^{-3} \times 100}{0,2} \times 100\% = 85,5\%$$

Phần trăm khối lượng MgCO₃ trong đá vôi:

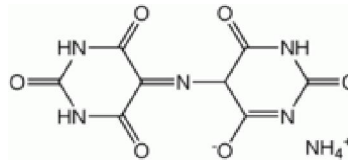
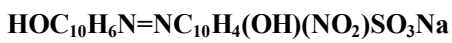
$$\% \text{MgCO}_3 = \frac{8 \times 10^{-5} \times 84}{0,2} \times 100\% = 3,36\%$$



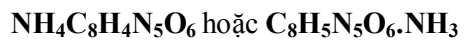
Một số công thức phân tử và CTCT của một số hợp chất rong bài thí nghiệm :



Eriochrome Black T



Murexide



BÀI 6 : CHUẨN ĐỘ KẾT TỬA

(Phương pháp phân tích thể tích)

I. XÁC ĐỊNH Cl^- THEO PHƯƠNG PHÁP MOHR :

1. Nguyên tắc :

Chuẩn độ Cl^- bằng dung dịch $AgNO_3$ 0,05M trong môi trường $NaHCO_3$ với chất chỉ thị là K_2CrO_4

Phản ứng chuẩn độ: $Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl$ (trắng)

Phản ứng chỉ thị : $CrO_4^{2-} + 2Ag^+ \rightarrow Ag_2CrO_4$ (đỏ gạch)

2. Thực hành và kết quả:

– Dùng pipet 10ml hút 10 ml dung dịch Cl^- (dung dịch 1) cần xác định cho vào erlen 250ml. Thêm vào 2ml dung dịch $NaHCO_3$ 5% và 3 giọt K_2CrO_4 5%. Dung dịch màu vàng nhạt.

– Chuẩn độ bằng dung dịch $AgNO_3$ 0.05M, ta thấy dung dịch bị đục. Càng đến gần điểm tương đương dung dịch càng trong ra, kết tủa $AgCl$ bị vón cục lại, thêm từng giọt $AgNO_3$ 0,05M đến khi kết tủa chuyển sang đỏ gạch.

Thể tích $AgNO_3$ 0,05M đã dùng (mL)		
Lần 1	6.5	$V_{tb} = 6.47$ mL
Lần 2	6.4	
Lần 3	6.5	

Tính nồng độ của Cl^- theo đơn vị mg/ml:

Vì $\gamma = 1$ nên :

$$C_{N(Cl^-)} = C_{M(Cl^-)} \Rightarrow C_{Cl^-} = \frac{C_{(AgNO_3)} V_{AgNO_3}}{V_{Cl^-}} = \frac{0,05 \times 6,47}{10} = 0,0324 (N)$$

Nồng độ của Cl^- trong dịch (1) theo đơn vị mg/ml :

$$P_{Cl^-} = \frac{M_{Cl^-}}{\gamma} C_{Cl^-} = \frac{35,5}{1} 0,0324 = 1,15 (mg / ml)$$

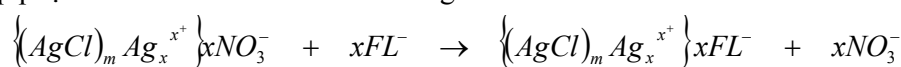
II. XÁC ĐỊNH Cl^- THEO PHƯƠNG PHÁP FAJANS :

1. Nguyên tắc :

– Chuẩn độ Cl^- bằng dung dịch $AgNO_3$ 0,05M trong môi trường đệm $NaHCO_3$ với chất chỉ thị là Fluorescein (HFL).

– Phản ứng chuẩn độ: $Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl$ (trắng)

– Phản ứng chỉ thị : Khi cho dư 1 giọt $AgNO_3$ kết tủa $AgCl$ thành hạt keo tích điện dương. Hạt keo này sẽ hấp phụ Fluorescein trở thành màu hồng.



màu hồng

2. Thực hành và kết quả:

– Dùng pipet 10ml hút 10 ml dung dịch Cl^- (2) cần xác định cho vào erlen 250ml. Thêm vào 2ml dung dịch $NaHCO_3$ 5% và 3 giọt dung dịch chỉ thị Fluorescein 0,5%. Dung dịch có màu vàng nhạt.

Phúc trình thực tập Hóa phân tích CNHH – Học kì I 2011 - 2012

Chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 0,05M. Gần điểm tương đương dung dịch càng trong ra, kết tủa AgCl bị vón cục lại, thêm từng giọt AgNO_3 0,05M đến khi kết tủa màu hồng.

Thể tích AgNO_3 0,05M đã dùng (mL)		
Lần 1	7,1	$V_{tb} = 7,07 \text{ mL}$
Lần 2	7,1	
Lần 3	7,0	

Vì $\gamma = 1$ nên: $C_{N(\text{Cl}^-)} = C_{M(\text{Cl}^-)} \Rightarrow C_{\text{Cl}^-} = \frac{C_{(\text{AgNO}_3)} V_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{Cl}^-}} = \frac{0,05 \times 7,07}{10} = 0,035 \text{ (N)}$

Nồng độ của Cl^- trong dịch (1) theo đơn vị mg/ml :

$$P_{\text{Cl}^-} = \frac{M_{\text{Cl}^-}}{\gamma} C_{\text{Cl}^-} = \frac{35,5}{1} \times 0,035 = 1,24 \text{ (mg/ml)}$$

BÀI 7: PHÂN TÍCH HỖN HỢP HAI CẤU TỬ Co^{2+} VÀ Ni^{2+} BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG

I. NGUYÊN TẮC:

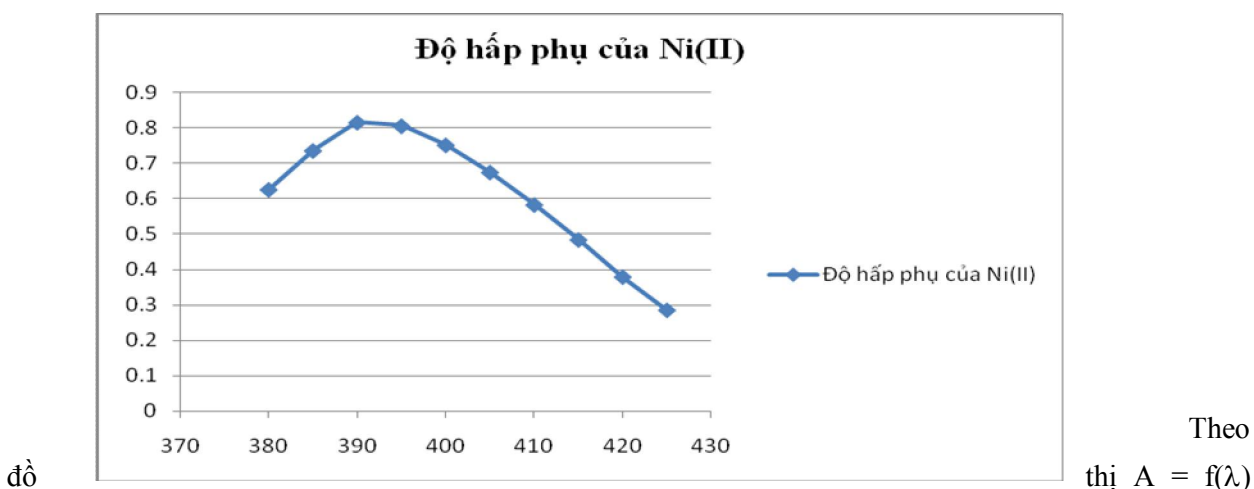
Dung dịch Ni^{2+} có màu lục ứng với bước sóng hấp thụ cực đại trong khoảng 380 – 410 nm. Dung dịch Co^{2+} có màu hồng ứng với bước sóng hấp thụ cực đại trong khoảng 500 – 530 nm. Do 2 cấu tử có λ_{CD} khác biệt đáng kể nên có thể áp dụng tính chất cộng tính của độ hấp thụ để xác định nồng độ từng cấu tử trong hỗn hợp mà không cần thực hiện phép tách hoặc che. Tuy nhiên hạn chế của phương pháp này là nồng độ sử dụng phải khá lớn $C > 0.05M$.

II. KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM:

1. Khảo sát phổ hấp thụ và tìm λ_{max} của Ni^{2+} :

Độ hấp thụ của dung dịch $NiCl_2$ chuẩn 0,15M đo ở các bước sóng như sau:

λ (nm)	380	385	390	395	400	405	410	415	420	425
A	0,625	0,735	0,815	0,805	0,751	0,674	0,582	0,483	0,378	0,284

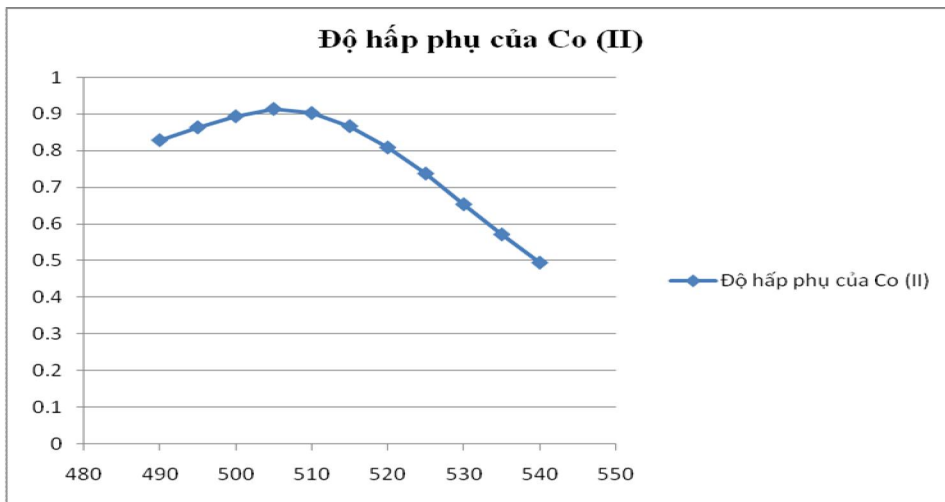


ta xác định được bước sóng hấp thụ cực đại của Ni^{2+} là $\lambda_{max} = 390nm$.

2. Khảo sát phổ hấp thụ và tìm λ_{max} của Co^{2+} :

Độ hấp thụ của dung dịch $CoCl_2$ chuẩn 0,15M đo ở các bước sóng như sau:

λ (nm)	490	495	500	505	510	515	520	525	530	535	540
A	0,828	0,863	0,893	0,913	0,902	0,866	0,808	0,743	0,653	0,571	0,494



Theo đồ

thị $A = f(\lambda)$ được vẽ bên trên ta xác định được bước sóng hấp thụ cực đại của Co^{2+} là $\lambda_{\max} = 505\text{nm}$.

3. Dùng dung dịch CoCl_2 0,15M chuẩn đo độ hấp thụ tại λ_1 và λ_2

Tại $\lambda_1 = 390 \Rightarrow A_1 = 0,108$

Mặt khác $A_1 = \epsilon_{\lambda_1}^{\text{Co}} \cdot l \cdot C \Rightarrow \epsilon_{\lambda_1}^{\text{Co}} = A_1/lC = 0,108 / 1 \times 0,15 = 0,72$

Tại $\lambda_2 = 505\text{nm} \Rightarrow A_2 = 0,913 \Rightarrow \epsilon_{\lambda_2}^{\text{Co}} = A_2/lC = 0,913 / 1 \times 0,15 = 6,09$

4. Dùng dung dịch NiCl_2 0,15M chuẩn đo độ hấp thụ tại λ_1 và λ_2

Tại $\lambda_1 = 505\text{nm} \Rightarrow A_1 = 0,110$

Mặt khác $A_1 = \epsilon_{\lambda_1}^{\text{Ni}} \cdot l \cdot C \Rightarrow \epsilon_{\lambda_1}^{\text{Ni}} = A_1/lC = 0,11/1 \times 0,15 = 0,73$

Tại $\lambda_2 = 390\text{nm} \Rightarrow A_2 = 0,815 \Rightarrow \epsilon_{\lambda_2}^{\text{Ni}} = A_2/lC = 0,815 / 1 \times 0,15 = 5,43$

Tóm lại giá trị hệ số hấp thụ mol của Co^{2+} và Ni^{2+} là:

λ (nm)	390 nm	505nm
Co^{2+}	0,72	6,09
Ni^{2+}	5,43	0,73

5. Đo mật độ quang của dung dịch hỗn hợp Co^{2+} & Ni^{2+} :

Bước sóng λ (nm)	A
390nm	0,332
505nm	0,463

Lập hệ phương trình:

$$5,43C_1 + 0,72C_2 = 0,332 \quad (1)$$

$$0,73C_1 + 6,09 C_2 = 0,463 \quad (2)$$

a) Giải hệ phương trình trên ta được: $C_1 = 0,05 \text{ M}$ và $C_2 = 0,07 \text{ M}$.

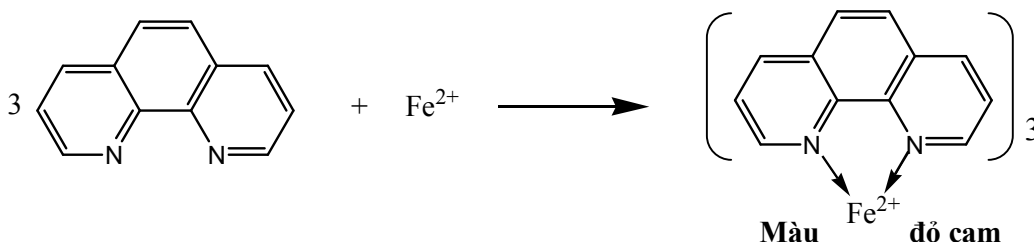
Vậy nồng độ các ion Ni^{2+} và Co^{2+} trong hỗn hợp nghiên cứu là:

$$[\text{Ni}^{2+}] = 0,05 \text{ M} \quad \text{và} \quad [\text{Co}^{2+}] = 0,07\text{M}$$

BÀI 8 : ĐỊNH LƯỢNG Fe BẰNG PHƯƠNG PHÁP o - PHENANTHROLINE

I. NGUYÊN TẮC :

Ở pH từ 3 đến 9 Fe^{2+} sẽ tạo được phức màu đỏ cam với o-phenanthroline và được xác định bằng cách đo độ hấp thụ A ở bước sóng λ_{max} trên máy quang phổ.



II. THỰC HÀNH :

1. Scan chuẩn để tìm bước sóng hấp thụ cực đại :

Trên quang phổ hấp thụ, ghi nhận bước sóng hấp thụ cực đại λ_{max}

2. Xây dựng đường chuẩn :

Cho vào các bình định mức 50ml các dung dịch lần lượt theo bảng sau :

Số thứ tự	0	1	2	3	4	5
Dung dịch Fe chuẩn cần lấy (ml)	0	1	2	4	8	16
Dung dịch đệm acetate (ml)	5	5	5	5	5	5
Dung dịch phenanthroline (ml)	2	2	2	2	2	2
Hàm lượng Fe (mg/l)						
Mật độ quang A						

Định mức đến vạch 50ml, lắc đều. Sau 10 - 15 phút, đo mật độ quang của dung dịch màu ở λ_{max} .

Xây dựng đồ thị độ hấp thụ A theo nồng độ của dung dịch chuẩn : là một đường thẳng qua gốc tọa độ.

3. Xác định nồng độ Fe trong dung dịch mẫu nước giếng :

Lấy 25ml mẫu nước giếng cho vào cốc đốt + 1ml HCl đặc + 1ml $NH_2OH.HCl$. Cho vào 1 ít đá bọt, đun sôi đến khi còn thể tích khoảng 10 - 15ml (Nếu lỡ đun cạn thì khi hòa tan lại bằng nước cất). Để nguội đến nhiệt độ phòng, cho lượng mẫu này vào bình định mức 50ml, tráng cốc bằng một ít nước cất, nhập nước rửa vào bình định mức. Sau đó thêm 5ml dung dịch đệm acetate + 2ml dung dịch phenanthroline. Định mức đến vạch. Đậy nút lắc đều. Sau 10 - 15 phút, đo mật độ quang so với dung dịch so sánh (bình số 0).

Đo độ hấp thụ A của dung dịch mẫu ở bước sóng λ_{max}

Kết hợp với đường chuẩn tính nồng độ Fe trong mẫu nước giếng theo đơn vị mg/ml.

III. BÁO CÁO KẾT QUẢ :

1. Bước sóng hấp thụ cực đại :

Trên quang phổ hấp thụ, ghi nhận được bước sóng hấp thụ cực đại là :

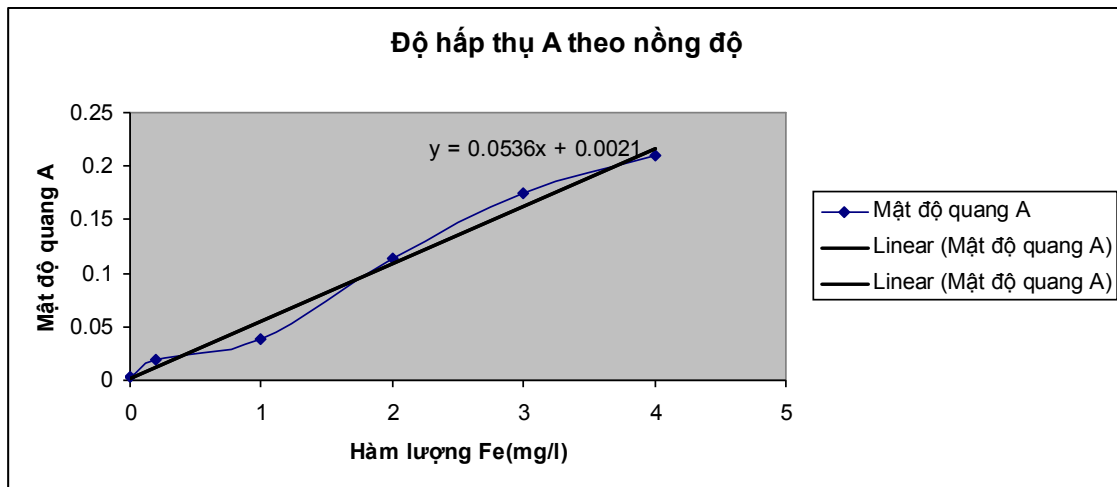
$$\lambda_{\max} = 510 \text{ (nm)}$$

2. Bảng giá trị và vẽ đường chuẩn A=f(C).

Bảng giá trị :

Số thứ tự	0	1	2	3	4	5
Dung dịch Fe chuẩn cần lấy (ml)	0	1	5	10	15	20
Dung dịch đệm acetate (ml)	5	5	5	5	5	5
Dung dịch phenanthroline (ml)	2	2	2	2	2	2
Hàm lượng Fe (mg/l)	0	0.2	1	2	3	4
Mật độ quang A	0,004	0,019	0,039	0,113	0,174	0,21

Đồ thị thể hiện độ hấp thụ A theo nồng độ :



Từ đồ thị ta có phương trình đường thẳng A = f(C) là $y = 0,0536x + 0,0021$

3. Nồng độ Fe trong mẫu nước giếng theo đơn vị mg/ml.

Ở bước sóng $\lambda_{\max} = 510 \text{ (nm)}$ thì độ hấp thụ A của dung dịch mẫu đo được là :

$$A = 0,187$$

Từ đồ thị giữa nồng độ và mật độ quang A ta có nồng độ Fe trong mẫu nước giếng là: $y = 0,0536x + 0,0021 \Leftrightarrow 0,187 = 0,0536x + 0,0021$

$$\Leftrightarrow x = 3,45 \text{ mg/l} = 0,00345 \text{ mg/ml}$$

BÀI 9: TÁCH VÀ ĐỊNH TÍNH CÁC SULFONAMIDE BẰNG SẮC KÝ LỚP MỎNG

I. NGUYÊN TẮC :

Sắc ký lớp mỏng là một phương pháp sắc ký dùng chất hấp phụ làm pha tĩnh trải thành một lớp mỏng trên tấm kính, nhựa hay kim loại.

Quá trình tách các hợp chất xảy ra khi cho pha động là dung môi di chuyển qua pha tĩnh. Như vậy, việc tách những sản phẩm được thực hiện dựa vào sự khác biệt về tốc độ rửa giải của một dung môi thích hợp (chất rửa giải, hệ dung môi, pha động) trên một giá mang chất hấp phụ rắn (pha tĩnh) đối với các thành phần của một hỗn hợp. Do đó sắc ký lớp mỏng là một phương pháp phân tích cho phép tách và định tính những lượng nhỏ các hợp chất hữu cơ.

II. TIẾN HÀNH THÍ NGHIỆM :

1. Chuẩn bị vật liệu :

Lấy 2 miếng bản mỏng kích thước 13cm × 5cm. Kẻ đường giới hạn dung môi. Cách mỗi cạnh bên 0.5cm, chia đều và chấm 5 điểm.

Chuẩn bị bình khai triển : cho dung môi (24ml cloroform và 8ml eter ethyl) vào bình khai triển. Chiều cao lớp dung môi khoảng 2cm. Để bão hòa dung môi trong 30 phút.

2. Chiết Sufonamid :

Nghiền kỹ 3 viên sulfamid trong cối, chiết bằng cồn 2 lần, mỗi lần với 10ml. Lọc cho vào becher, làm bay hơi trên bếp cách thủy đến khi còn khoảng 2ml. Dung dịch này được dùng để chấm lên bản mỏng.

3. Triển khai sắc ký :

Chuẩn bị bản mỏng và các ống mao quản.

Chấm các vết : dùng ống mao quản chấm 3 vết mẫu sulfonamid chuẩn đã biết tên và 3 vết hỗn hợp mẫu, mỗi loại lấy bằng một ống mao quản khác nhau.

Đặt bản vào bình khai triển, những vết này phải được nằm trên mức dung môi khoảng 1cm. Đậy bình lại và khai triển đến mức khoảng 10cm trên vết chấm, lấy bản ra khỏi bình và vạch tức khắc chính xác một đường dung môi.

4. Phát hiện :

Để khô bản đã khai triển ngoài không khí, sau đó phun thuốc thử PDAB (Para dimetylaminobenzaldehyde) thấy có vết màu vàng.

Tính R_f của mỗi chất.

III. TRÌNH BÀY KẾT QUẢ :

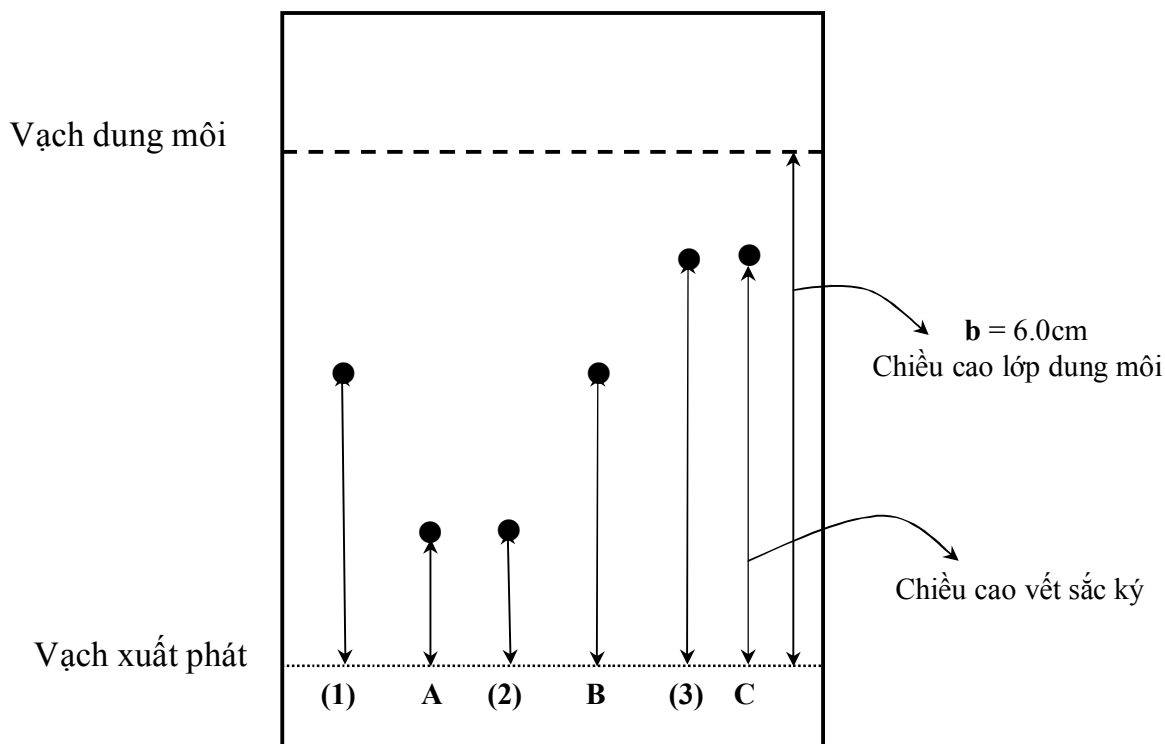
1. Vẽ sắc ký đồ :

Sulfanilamide: kí hiệu (1)

Sulfaguanidine : kí hiệu (2)

Sulfamehtoxazole : kí hiệu (3)

A, B, C là 3 chất Sulfamid cần nhận biết :



2. Trình bày R_f của từng chất :

Tính giá trị R_f của từng chất tách ra :

Áp dụng công thức : $R_f = a/b$

b : Khoảng cách từ đường xuất phát đến mức dung môi lên cao nhất.

a : Khoảng cách từ đường xuất phát đến tâm của vết sắc ký.

Ta có : b = 6.0 (cm)

	Mẫu hỗn hợp			Mẫu chuẩn		
	A	B	C	(1)	(2)	(3)
a (cm)	1,7	3,1	5,2	3,2	1,7	5,2
$R_f = a/b$	0,28	0,52	0,87	0,53	0,28	0,87

Từ giá trị R_f ta suy ra :

A : là Sulfaguanidine

B : là Sulfanilamide

C : là Sulfamethoxazole

BÀI 10: SẮC KÝ CỘT

I. NGUYÊN TẮC :

Trong sắc ký cột, thường ứng dụng phương pháp sắc ký trao đổi ion là kỹ thuật sắc ký trong đó sự phân tích các chất tan là do lực tương tác tĩnh điện giữa các phân tử chất tan mang điện tích trái dấu với các nhóm cation $[RN(CH_3)_3]^+$ hay anion $(RSO_3)^-$ liên kết cộng hóa trị với các tiểu phân pha tĩnh (thường được gọi là nhựa trao đổi ion).

Sắc ký trao đổi là một phương pháp hiệu quả và hiện đại để tách các ion dựa vào nhựa trao đổi (pha tĩnh). Nhựa trao đổi (ionit) là những hợp chất cao phân tử, thể rắn, không tan trong nước và có chứa nhóm chức có khả năng trao đổi.

Trong sắc ký cột còn có nhiều kiểu tách bằng các cơ chế khác nhau như hấp phụ, phân bố, rây phân tử ... Ví dụ bằng cơ chế hấp phụ người ta có thể dùng sắc ký cột để tách các hỗn hợp các hóa chất khác nhau với các chất hấp phụ như Al_2O_3 , Silicagel, Florisil ...

Trong bài này chúng ta thực hiện tách hỗn hợp chất màu bằng các chất hấp phụ là Al_2O_3 , đồng thời cũng sử dụng nhựa trao đổi cation để thực hiện việc tách Ca^{2+} trong nước cứng trên cột sắc ký.

II. TIẾN HÀNH - KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM :

A) Định lượng ion Ca^{2+} trong mẫu nước cứng trước và sau khi qua cột trao đổi Cation:

1. Định tính ion Ca^{2+} :

Cho vào ống nghiệm khoảng 20 giọt nước cứng ban đầu, thêm vào 20 giọt dung dịch nước xà phòng, lắc đều có kết tủa trắng \Rightarrow có Ca^{2+} .

2. Định lượng ion Ca^{2+} :

a) Chuẩn độ mẫu trắng :

Dùng pipet hút 10ml nước cất cho vào erlen 250ml + 5ml dung dịch NaOH 1M, thêm 1 ít chất chỉ thị murexide. Tiến hành chuẩn độ với dung dịch EDTA đến khi dung dịch từ màu đỏ chuyển sang màu tím sen .

Thể tích EDTA đã dùng: **0,3 ml**

b) Chuẩn độ nước cứng :

Dùng pipet hút 10ml nước cứng cho vào erlen 250ml + 5ml dung dịch NaOH 1M, thêm 1 ít chất chỉ thị murexide. Tiến hành chuẩn độ với dung dịch EDTA đến khi dung dịch từ màu đỏ chuyển sang màu tím sen.

Thể tích EDTA đã dùng: **12,5 ml**

Nồng độ Canxi trong mẫu nước cứng :

$$C_{Ca} = \frac{V_{EDTA} \cdot C_{EDTA}}{V_{Ca}} = \frac{(12,5 - 0,3) \times 0,01}{10} = 0,0122 \text{ (mole/l)}$$

Hàm lượng ion Ca^{2+} : $0,0122 \text{ (mol/l)} \times 40 \text{ (g/mol)} \times 1000 = \mathbf{488 \text{ (mg/l)}}$

3. Tiến hành trao đổi ion :

a) Chuẩn bị cột trao đổi ion :

Cân khoảng 2g nhựa trao đổi cation, ngâm nước 10 phút. Cho vào cột(đã lót bông ở đáy cột), tạo cột nhựa cao khoảng 15cm.

b) Trao đổi Cation :

Dùng pipet hút 10 ml mẫu nước cứng cho vào cột trao đổi cation. Để yên khoảng 5 phút. Hứng lấy dung dịch qua cột vào erlen 250ml.

Chuẩn độ lại Ca^{2+} bằng dung dịch EDTA : thêm vào erlen 5ml dung dịch NaOH 1M + một ít chất chỉ thị murexit. Tiến hành chuẩn độ với dung dịch EDTA đến khi dung dịch từ màu đỏ chuyển sang màu tím sen .

Thể tích EDTA đã dùng: **0,8 ml**

Hàm lượng ion Ca^{2+} trong mẫu nước cứng sau khi qua cột trao đổi ion :

$$C_{Ca} = \frac{V_{EDTA} \cdot C_{EDTA}}{V_{Ca}} = \frac{(0,8 - 0,3) \times 0,01}{10} = 0,0005 (M)$$

Hàm lượng ion Ca^{2+} : $0,0005 \text{ (mol/l)} \times 40 \text{ (g/mol)} \times 1000 = \mathbf{20 \text{ (mg/l)}}$

Dung lượng trao đổi ion = $\frac{\text{Mili đlg ion Ca}^{2+}}{\text{Số gam nhựa Cationid}} \text{ (mđlgCa}^{2+}/\text{g)}$
--

$$\Delta V_{EDTA} = 12,5 - 0,8 =$$

Ta có mili đương lượng gam Ca^{2+} được trao đổi :

$$\frac{\Delta V \cdot C_N}{2} \times 40 \times 10^3 = \frac{11,7 \times 10^{-3} \times 0,01}{2} \times 40 \times 10^3 = 2,34 \text{ (mđlg)}$$

Dung lượng trao đổi ion = **1,17 (mđlgCa²⁺/g)**

B) Phân tách hỗn hợp màu methyl orange và methyl blue bằng phương pháp sắc ký cột:

1. Chuẩn bị cột sắc ký :

Lắp cột sắc ký, gắn cột vào giá đỡ.

Cân 5g Al_2O_3 vào bercher 100ml, cho tiếp 10ml ethanol vào để tạo thành dạng huyền phù trong ethanol rồi đổ từ từ đến hết vào cột sắc ký đã lót sẵn bông thủy tinh ở đáy. Mở khóa cho từ từ dung môi chảy hết và chờ cho cột ổn định.

2. Quá trình tách hỗn hợp bằng sắc ký :

Rót 2ml dung dịch chứa hỗn hợp 2 thuốc thử (dung dịch II) vào cột. Theo dõi quá trình hình thành các vùng có màu vàng và màu xanh trong quá trình dung dịch chất màu chảy qua cột sắc ký.

3. Rửa giải từng phần trên cột :

Phần methylen xanh được rửa bằng 5ml ethanol và thu vào bình hứng.

Thay bình hứng và rửa bằng nước để thu hồi methyl da cam.

Cô đuổi dung môi để thu lấy từng chất màu riêng biệt.

4. Kết quả phân tách :

Theo dõi thấy quá trình hình thành các vùng có màu vàng và xanh trong cột sắc ký.

Đầu tiên dùng dung ethanol có độ phân cực kém hơn (độ phân cực = 5.2) để rửa giải thu được methylen blue màu xanh dương.

Cuối cùng ta dùng nước (độ phân cực = 9) để rửa giải thì thu được methyl da cam.