

TRƯỜNG TRUNG CẤP QUỐC TẾ MEKONG



GIÁO TRÌNH
MÔN HỌC: THỰC HÀNH HÓA PHÂN TÍCH
NGÀNH: Y SĨ, DƯỢC SĨ
TRÌNH ĐỘ TRUNG CẤP

*Ban hành kèm theo Quyết định số 16/2024/QĐ-TCQTMK ngày 25 tháng 01 năm 2024
của Hiệu trưởng Trường Trung cấp Quốc tế Mekong*

Thành phố Cần Thơ, tháng 01 năm 2024
Lưu hành nội bộ

LỜI GIỚI THIỆU

Giáo trình **Thực hành Hóa phân tích** được biên soạn theo chương trình đào tạo được sĩ trung cấp do Bộ Lao động Thương Binh và Xã hội ban hành, dùng làm tài liệu giảng dạy cho giáo viên và học tập cho học sinh được sĩ trung cấp.

Giáo trình được biên soạn dựa trên mục tiêu, yêu cầu, nội dung và thời gian quy định trong chương trình giáo dục môn học **Thực hành Hóa phân tích**. Nội dung bám sát được yêu cầu kiến thức cơ bản, chính xác khoa học, cập nhật vào thực tiễn Việt Nam.

Trong quá trình biên soạn giáo trình này, tổ biên soạn đã cố gắng bám sát khung chương trình đào tạo, cập nhật các kiến thức từ nhiều nguồn tài liệu, nhằm thể hiện được kiến thức cơ bản, hiện đại và thực tiễn. Trường rất mong nhận được những ý kiến đóng góp của các chuyên gia, các đồng nghiệp, các độc giả để giáo trình hoàn thiện hơn trong lần ban hành sau.

Xin cảm ơn các cơ quan liên quan, các đơn vị và cá nhân đã tham gia.

Cần Thơ, ngày 25 tháng 01 năm 2024

Hiệu trưởng

(đã ký)

DSCKII. Nguyễn Văn Ảnh

LỜI NÓI ĐẦU

Trong chương trình đào tạo dược sĩ trung cấp tại Trường trung cấp Quốc Tế Mekong, **Thực hành Hoá phân tích** là môn học bắt buộc thuộc nhóm kiến thức cơ bản nhằm cung cấp kiến thức về các phương pháp xác định các loại ion dương, ion âm; nguyên tắc, các bước thực hiện để đánh giá các hóa chất dựa trên bản chất phản ứng.

Giáo trình thực hành hoá phân tích gồm 7 bài:

Bài 1. Hướng dẫn sử dụng dụng cụ thủy tinh

Bài 2. Tìm cation nhóm IV, V

Bài 3. Tìm anion nhóm I

Bài 4. Pha và định lượng dd NaOH

Bài 5. Pha và định lượng dd KMnO_4 .

Bài 6. Pha và định lượng dd nước oxy già 3%

Bài 7. Pha và định lượng nacl bằng pp Mohr

Giáo trình gồm các nội dung: bài giảng, câu hỏi lượng giá và đáp án.

Giáo trình **Thực hành Hoá phân tích** được dùng làm tài liệu giảng dạy và học tập cho học sinh dược học và cũng có thể dùng làm tài liệu tham khảo cho cán bộ y tế.

Mặc dù đã hết sức cố gắng, chắc chắn không thể nào không có sai sót, chúng tôi rất mong nhận được những ý kiến đóng góp quý báu của quý thầy cô, các bạn đồng nghiệp, độc giả và học sinh để có thể làm tốt hơn trong lần biên soạn tới.

Xin trân trọng cảm ơn.

TM. Tổ biên soạn
(đã ký)

Ths.Ngô Thị Tường Vy

MỤC LỤC

BÀI 1. HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG DỤNG CỤ THỦY TINH	3
1. Một số dụng cụ, thiết bị và kỹ thuật thực nghiệm cơ bản trong phân tích hóa học.....	3
1.1. Dụng cụ dùng trong phân tích trọng lượng.....	3
1.2. Dụng cụ đo thể tích và cách sử dụng.....	8
2. Cách tiến hành chuẩn độ.....	10
BÀI 2. TÌM CATION NHÓM IV, V.....	13
1. Mục tiêu.....	13
2. Chuẩn bị thuốc thử.....	13
3. Chuẩn bị dụng cụ.....	13
4. Thực hiện các phản ứng sau.....	13
4.1. Thử cation nhóm IV với thuốc thử nhóm:.....	13
4.2. Thực hiện các phản ứng giữa Cation với thuốc thử đặc trưng.....	14
4.3. Thử cation nhóm V với thuốc thử nhóm.....	14
4.4. Thực hiện các phản ứng giữa Cation với thuốc thử đặc trưng.....	15
BÀI 3. TÌM ANION NHÓM I	17
1. Mục tiêu.....	17
2. Chuẩn bị thuốc thử.....	17
3. Chuẩn bị dụng cụ.....	17
4. Thực hiện các phản ứng sau.....	17
4.1. Thử anion nhóm I và TT sơ bộ.....	17
4.2. Thử ion Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ với các TT riêng.....	18
BÀI 4. PHA VÀ ĐỊNH LƯỢNG DD NaOH	20
1. Dụng cụ, hóa chất.....	20
2. Pha dung dịch NaOH 0,1N.....	21
3. Định lượng NaOH.....	21
3.1. Cách tiến hành.....	21
3.2. Tính kết quả.....	21
BÀI 5. PHA VÀ ĐỊNH LƯỢNG DD KMnO₄.....	23
1. Dụng cụ - hóa chất.....	23
2. Pha dung dịch KMnO ₄	23
2. Xác định nồng độ KMnO ₄	24
2.1. Cơ sở của phương pháp Permanganat	24
2.2. Cách xác định nồng độ dung dịch KMnO ₄	24
BÀI 6. PHA VÀ ĐỊNH LƯỢNG DD NƯỚC OXY GIÀ 3%	19
1. Nguyên tắc.....	27
2. Tiến hành.....	27
2.1 Chuẩn bị dụng cụ.....	27
2.2. Chuẩn bị hóa chất.....	27
2.3. Tiến hành.....	27
2.4. Tính kết quả.....	28
BÀI 7. PHA VÀ ĐỊNH LƯỢNG NaCl BẰNG PP MOHR	0
1. Nguyên tắc.....	30
2. Dụng cụ - hóa chất.....	30
3. Tiến hành.....	30
4. Tính toán kết quả.....	31

GIÁO TRÌNH MÔN HỌC

Tên môn học: THỰC HÀNH HÓA PHÂN TÍCH

Mã môn học: MH07

Thời gian thực hiện: 60 giờ (Thực hành: 58 giờ; Kiểm tra: 02 giờ)

Vị trí, tính chất môn học

- Vị trí: Môn học cơ sở.
- Tính chất: Là môn học bắt buộc.

Mục tiêu

– Về kiến thức: Trình bày được các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng của cation và anion tác dụng với thuốc thử; Trình bày được các nguyên tắc, cách tiến hành, cách tính kết quả trong các phương pháp phân tích định lượng đã học; Trình bày được các nguyên lý, nguyên tắc của các dụng cụ và các bước tiến hành của các phương pháp phân tích dụng cụ cơ bản.

– Về kỹ năng: Tiến hành xác định được các cation và các anion trong dung dịch muối vô cơ đúng quy trình.

Về năng lực tự chủ và trách nhiệm: Rèn luyện được tác phong thận trọng chính xác, trung thực trong hoạt động nghề nghiệp.

Nội dung môn học

Nội dung tổng quát và phân bố thời gian

Số TT	Tên chương, mục	Thời gian (giờ)			
		Tổng số	Lý thuyết	Thực hành	Kiểm tra
1	Bài 1: Hướng dẫn sử dụng dụng cụ thủy tinh	2		2	
2	Bài 2: Tìm Cation nhóm IV, V	8		8	
3	Bài 3: Tìm Anion nhóm I	10		10	
4	Bài 4: Pha và định lượng dd NaOH	10		10	
5	Bài 5: Pha và định lượng dd KMnO ₄	10		10	
6	Bài 6: Pha và định lượng dd nước Oxy già 3%	10		10	
7	Bài 7: Pha và định lượng NaCl bằng pp Mohr	10		8	2
	Cộng	60		58	2

BÀI 1. HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG DỤNG CỤ THỦY TINH

MỤC TIÊU HỌC TẬP

1. Nhận biết các kí hiệu nguy hiểm trong PTN
2. Biết mục đích sử dụng của từng thiết bị, dụng cụ trong PTN
3. Sử dụng thành thạo các thiết bị, dụng cụ thường có trong PTN

NỘI DUNG

1. Một số dụng cụ, thiết bị và kỹ thuật thực nghiệm cơ bản trong phân tích hóa học

1.1. Dụng cụ dùng trong phân tích trọng lượng

1.1.1. Cân

Các loại cân trong phòng thí nghiệm Hoá phân tích

Cân kỹ thuật: Cân dùng cho các phép cân kém chính xác, có thể là cân sơ bộ vật cân trước khi cân phân tích; cân các hoá chất có hơi ẩm không cần sấy để sau đó xác định lại nồng độ dung dịch bằng các chất chuẩn; cân pha các dung dịch không cần chính xác nồng độ.v.v. Khả năng đọc kết quả của cân loại này là 0,01gam hoặc 0,1g.

Cân phân tích: Cân phân tích thường cân các vật cân có khối lượng lên tới 200 gam, có độ chính xác tới 10^{-4} - 10^{-5} gam, gồm hai loại chính là cân cơ học và điện tử.

Ngày nay, cân điện tử ra đời sử dụng kỹ thuật số và hiển thị bằng màn hình tinh thể lỏng, đã giảm được rất nhiều thao tác cho người phân tích.



Hình 1: Cân kỹ thuật và cân phân tích điện tử hiện số

* Quy tắc sử dụng cân phân tích

1. Trước khi cân phải kiểm tra độ thẳng bằng của cân thông qua bọt nước của bộ phận điều chỉnh thẳng bằng (bọt nước ở giữa vòng tròn giới hạn).
2. Khi cân, người ngồi trên ghế đối diện với cân, mọi thao tác phải nhẹ nhàng tránh va đập.
3. Nối đúng nguồn điện cho cân, bật công tắc nguồn, các đèn báo hiệu và màn hiển thị sáng, đợi cho đến khi ổn định, màn hiển thị chỉ “0,0000g” đối với cân điện tử và thang đo chỉ điểm “0” đối với cân cơ học.

Nhất thiết không xếp vật cân lên cân quá giới hạn tải trọng của nó, sự quá tải có thể gây nên những biến dạng hoặc gãy đòn cân; đối với cân hiện số, hiện tượng trên làm cháy cuộn dây điện tử do không thể bù trừ được vật cân.

4. Đặt vật cân ở giữa đĩa cân để tránh dao động (đối với quang cân) (do khi đó xuất hiện lực ly tâm sẽ ảnh hưởng đến kết quả của phép cân).
5. Đóng kín tủ cân trước khi mở cân/ bật cân, chờ các con số hiển thị ổn định mới bắt đầu đọc giá trị trọng lượng.

- Mỗi lần tiến hành phân tích hay các qua một số giai đoạn phân tích có liên quan với nhau chỉ nên tiến hành trên một cân và cân cùng những quả cân đã dùng.

- Trong bất kỳ trường hợp nào, không đặt trực tiếp hoá chất cần cân lên đĩa cân.

6. Khi cân xong, phải khoá/ tắt cân (đưa cân về trạng thái không dao động), vệ sinh cân và khu vực cân sạch sẽ, đóng cửa tủ cân.

Chú ý: Phải bảo vệ cân phân tích tránh bị ăn mòn, vệ sinh sạch sẽ cân và vị trí xung quan cân sau khi cân xong.

- Khi cân chất lỏng không ăn mòn, không bay hơi có thể cân trực tiếp bằng cách sử dụng lọ cân có nút đậy vừa khít.

- Khi cân các chất lỏng bay hơi và có tính ăn mòn cao thì nó phải được đựng trong ống thủy tinh kín. Ống thủy tinh được làm nóng lên và đầu ống được nhúng vào mẫu, khi nguội, chất lỏng ngưng tụ trên ống. Ống thủy tinh sau đó được quay ngược trở lại và đầu ống được bịt kín bằng ngọn lửa nhỏ. Ống thủy tinh và chất lỏng chứa trong đó, cùng với phần thủy tinh bị tách ra nếu có trong quá trình bịt kín được làm nguội đến nhiệt độ phòng và cân. Ống thủy tinh sau đó được chuyển đến bình chứa yêu cầu và được làm vỡ để chất lỏng đi ra. Một thể tích hiệu chỉnh cho ống thủy tinh có thể là cần thiết nếu ống thủy tinh này có chia vạch đo thể tích.

1.1.2. Tủ sấy

Tủ sấy là thiết bị được sử dụng rất rộng rãi trong các phòng thí nghiệm. Tủ sấy thường có nhiệt độ nhỏ hơn 200°C, có tác dụng sau:

- Dùng để làm khô các dụng cụ thủy tinh,
- Loại nước hydrat hoá hoặc nước hút ẩm của một số muối hoặc chất hút ẩm
- Làm khô mẫu trước khi nung, làm khô một số loại mẫu phân tích.

Tuyệt đối cấm sấy các chất dễ cháy, nổ trong tủ sấy.

1.1.3. Giấy lọc và kỹ thuật lọc kết tủa

Giấy lọc là loại giấy đặc biệt có kích thước mao quản nhất định để chất lỏng có thể đi qua và có độ mịn thích hợp. Trong phân tích trọng lượng, người ta lọc kết tủa bằng giấy lọc không tàn/ tro. Giấy lọc không tàn là loại giấy khi đốt cháy, khối lượng còn lại từ 0,00003-0,00008g tro tùy theo từng loại. Thực tế trọng lượng này không ảnh hưởng tới kết quả phân tích (độ chính xác của cân là 0,0001g)

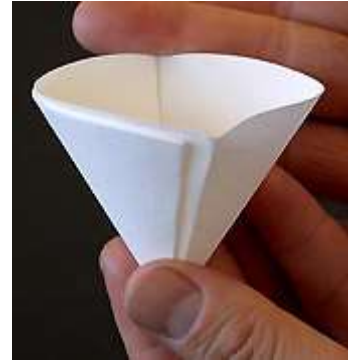
Có nhiều loại giấy lọc không tro (như giấy lọc băng xanh, băng trắng, băng vàng, băng đỏ) được sử dụng cho mục đích lọc các loại kết tủa có kích thước khác nhau. Nhà sản xuất thường đánh dấu các loại giấy lọc theo màu sắc của vỏ hộp đựng giấy lọc hoặc băng băng dán trên hộp.

Nhược điểm của giấy lọc là không có kích thước lỗ rõ ràng nên ngày nay nhiều phòng thí nghiệm đã sử dụng màng lọc polime có kích thước lỗ chính xác hơn.

Ngoài ra, tùy mục đích lọc lấy kết tủa hay lọc bỏ kết tủa lấy nước lọc mà cần gấp giấy lọc theo các kiểu khác nhau. Chúng ta có thể gấp giấy lọc theo hai cách hoặc gấp giấy lọc dạng rãnh (hình 4a) hoặc dạng côn (hình 4b). Dạng rãnh sẽ cho phép chất lỏng đi qua giấy lọc nhanh chóng do có diện tích bề mặt lớn hơn khi gấp giấy lọc dạng hình côn. Tuy nhiên, giấy lọc gấp dạng hình côn lại cho phép tách chất rắn dễ dàng hơn.

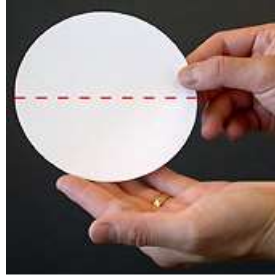


(a) Gấp giấy lọc để lấy nước lọc

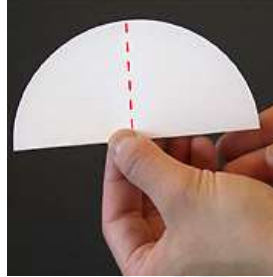


(b) gấp giấy lọc để lấy kết tủa

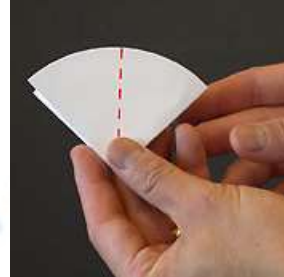
Hình 4. Giấy lọc được gấp dạng rãnh (a) và dạng côn (b)



(a)



(b)



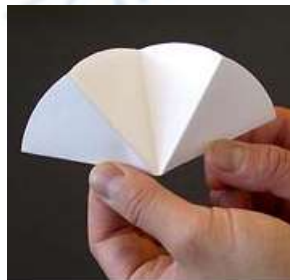
(c)



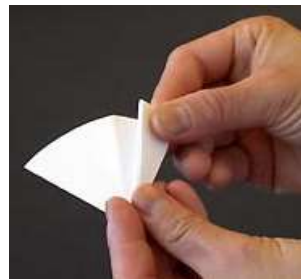
(d)



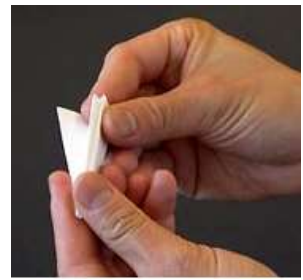
(e)



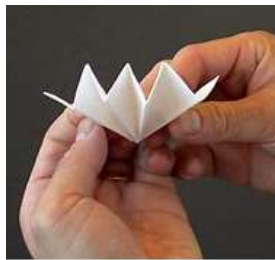
(f)



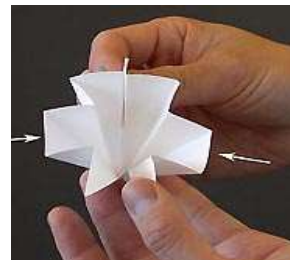
(g)



(h)



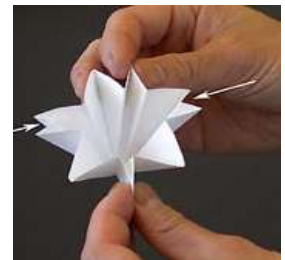
(i)



(k)



(l)



(m)

Hình 5. Cách gấp giấy lọc dạng rãnh

Cách gấp giấy lọc:

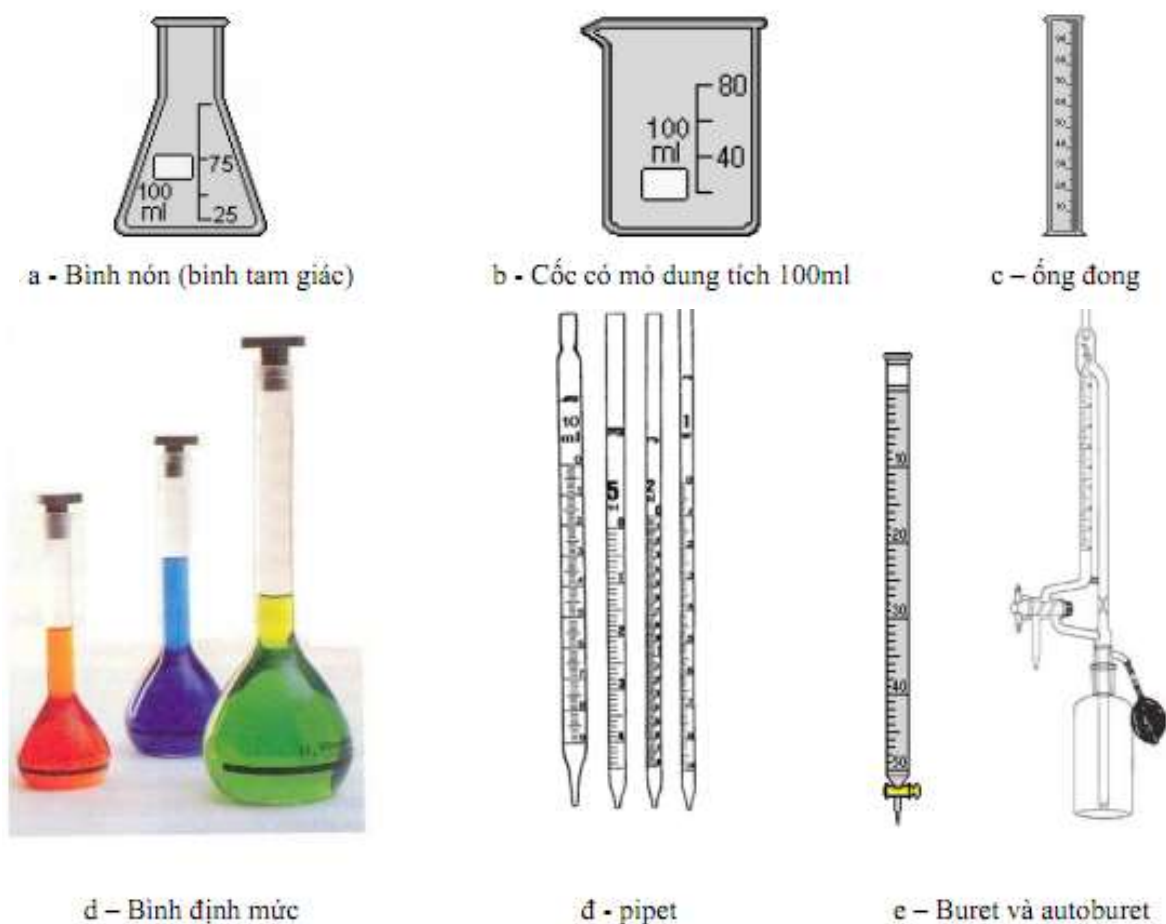
Hình 5 chỉ ra các bước gấp giấy lọc dạng rãnh. Đầu tiên ta gấp hình tròn thành một nửa (a), rồi một phần tư (b, c). Cần thận với các nếp gấp, không miết quá mạnh vào các rãnh bởi sẽ làm giấy lọc có thể bị rách sau đó. Tiếp tục các nếp gấp để tăng số rãnh của giấy lọc (d-h). Chúng ta thấy giấy lọc được gấp như hình cái quạt giấy (i). Cuối cùng ta mở chiếc quạt giấy ra và sẽ có giấy lọc dạng rãnh (m).

Đối với cách gấp giấy lọc dạng côn, đầu tiên ta cũng gấp thành một nửa, rồi thành một phần tư như với giấy lọc dạng rãnh. Bây giờ giấy lọc của chúng ta đã được gấp lại thành bốn lớp, mở nó thành dạng hình côn (giống như chiếc nón vậ) và điều chỉnh sau cho thật vừa khít khi đặt vào phễu.

1.2. Dụng cụ đo thể tích và cách sử dụng

1.2.1. Các loại dụng cụ đựng, đong, đo thể tích dung dịch

Có rất nhiều loại dụng cụ thủy tinh dùng trong phòng thí nghiệm phân tích phục vụ các mục đích khác nhau. Có loại chỉ dùng để đựng và bảo quản như chai, lọ, bình...; có loại dùng để đun nóng như cốc có mỏ, bình nón (hay bình tam giác) chịu nhiệt hoặc dùng để lấy thể tích không cần chính xác như cốc, ống đong, bình nón... Còn các dụng cụ thủy tinh dùng để đo thể tích là các dụng cụ dùng để lấy thể tích chính xác dung dịch như gồm bình định mức, pipet vạch hoặc pipet bầu, buret.... Tùy theo mục đích sử dụng mà dùng các loại dụng cụ đo thể tích khác nhau. Thí dụ, để lấy chính xác thể tích dung dịch chuẩn gốc, nhất thiết phải dùng pipet bầu, hoặc micropipet, nếu không cần thật chính xác có thể dùng pipet chia vạch. Dụng cụ để chuẩn độ là buret, nếu có nhiều phép chuẩn độ, sử dụng buret tự động sẽ thuận lợi hơn. Bình định mức là dụng cụ để pha dung dịch gốc có nồng độ chính xác, nó còn được sử dụng để pha các dung dịch mẫu phân tích v.v. Để lấy các dung dịch đậm, pha chế các dung dịch có nồng không cần chính xác sử dụng ống đong thuận lợi hơn.



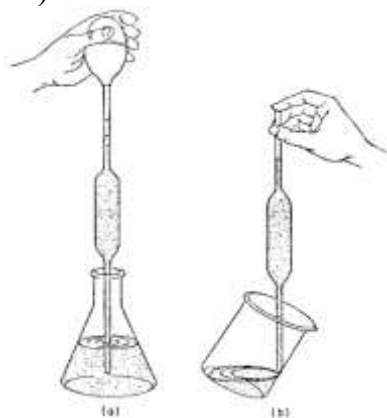
Hình 6: Các dụng cụ đo thể tích trong phân tích thể tích

1.2.2. Cách sử dụng một số dụng cụ cơ bản trong chuẩn độ

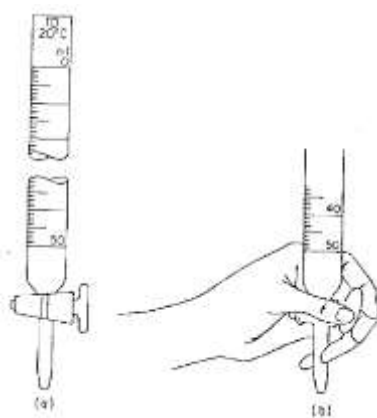
* **Bình định mức:** được dùng để pha chế các dung dịch có nồng độ xác định bằng cách thêm nước cất đến vạch mức. Khi định mức, tránh tiếp xúc bằng tay vào bầu bình vì nhiệt sẽ truyền từ tay vào thành bình làm thay đổi dung tích bình. Khi làm đầy bình định mức cần đặt bình ở vị trí bằng phẳng và được chiếu sáng rõ sao cho mặt cong phía dưới của dung dịch chạm vào vạch chia.

* **Pipet:** dùng để lấy chính xác thể tích dung dịch. Khi lấy dung dịch bằng pipet, tay cầm đầu trên của pipet bằng ngón cái và ngón giữa của tay thuận rồi nhúng đầu dưới của pipet vào dung dịch (gần đáy bình). Tay kia cầm quả bóp cao su, bóp lại rồi đưa vào đầu

trên của pipet để hút dung dịch vào pipet đến khi dung dịch trong pipet cao hơn vạch mức 2-3 cm. Dùng ngón tay trở bịt nhanh đầu trên của pipet lại để chất lỏng không chảy khỏi pipet. Dùng tay không thuận nâng bình đựng dung dịch lên, điều chỉnh nhẹ ngón tay trở để chất lỏng chảy từ từ ra khỏi pipet cho đến khi mặt cong phía dưới của chất lỏng trùng với vạch của pipet thì dùng ngón tay trở bịt chặt đầu trên của pipet là và chuyển pipet có chứa một thể tích chính xác chất lỏng sang bình chuẩn độ. Khi lấy dung dịch và khi cho chất lỏng chảy khỏi pipet cần giữ cho pipet ở vị trí thẳng đứng. Khi chất lỏng chảy xong cần chạm nhẹ pipet vào phần bình không có dung dịch (hình 8) nhưng tuyệt đối không thổi giọt dung dịch còn lại trong pipet (nếu thành pipet có chú thích là loại TD).



a- Hút dung dịch lên
b- điều chỉnh mức chất lỏng trong pipet



a- buret
b- thao tác khi chuẩn độ

Hình 8: Cách sử dụng pipet

Hình 9: Cách sử dụng buret

***Buret:** Khi làm việc với buret cần kiểm tra cầu khóa buret có đảm bảo kín và trơn. Kẹp buret vào giá buret ở vị trí thẳng đứng. Trước mỗi lần chuẩn độ cần tráng buret bằng chính dung dịch sẽ đựng trong buret và phải đổ dung dịch vào buret tới vạch “0” phía trên và chú ý làm đầy cả phần cuối và cả khóa buret. Khi đọc thể tích buret, mắt phải để ở vị trí ngang mặt cong phía dưới dung dịch trong suốt hoặc phần trên mặt lồi với dung dịch không màu. Khi tiến hành chuẩn độ phải để cho dung dịch chảy khỏi buret từ từ để tất cả chất lỏng chảy ra hết khỏi buret và sau 30s kể từ khi khóa dung dịch mới đọc kết quả. Cuối quá trình chuẩn độ phải nhỏ từng giọt dung dịch và làm vài lần để lấy giá trị trung bình. Phép chuẩn độ được coi là kết thúc khi hiệu thể tích giữa các lần chuẩn độ song song không quá $\pm 0,1$ ml.



(a) nạp dung dịch vào buret



(b) Kiểm tra xem có còn bọt khí ở khóa van không



(c) rửa đầu buret bằng nước cất



(d) làm sạch và khô buret trước khi chuẩn độ

Hình 10. Các thao tác với buret trước khi chuẩn độ

*** Bình nón và cách lấy dung dịch để chuẩn độ:** (chỉ dùng nước cất để tráng, không được dùng dung dịch cần lấy để tráng bình nón).