

NỘI QUY

PHÒNG THÍ NGHIỆM HÓA PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

1. Học sinh chỉ làm thí nghiệm sau khi đã chuẩn bị bài, nắm được mục tiêu và cách tiến hành các thí nghiệm.
2. Mỗi học sinh có một chỗ làm việc riêng trong phòng thí nghiệm suốt các bài thực hành của môn học. Học sinh chỉ làm việc trong khu vực qui định cho mình, tránh đi lại lộn xộn.
3. Chỉ được mang vào phòng thí nghiệm tài liệu và dụng cụ học tập. Các tư trang khác để ở chỗ qui định.
4. Chỉ sử dụng bộ hóa chất, dụng cụ đã được giáo viên hướng dẫn. Bộ dụng cụ, hóa chất dùng chung cho cả tổ không được mang về chỗ của cá nhân.
5. Học sinh phải tự mình làm lấy thí nghiệm. Trong quá trình làm phải theo dõi, quan sát hiện tượng và ghi lấy các dữ kiện thực nghiệm vào vở.
6. Làm xong thực tập, mỗi học sinh phải sắp xếp lại dụng cụ, hóa chất, rửa sạch ống nghiệm, dụng cụ, làm vệ sinh bàn thí nghiệm. Mỗi tổ cứ trực nhật làm sạch phòng thí nghiệm.
7. Sau mỗi bài thực hành, học sinh phải làm báo cáo kết quả cho giáo viên hướng dẫn. Báo cáo thí nghiệm phải mô tả đầy đủ các thao tác tiến hành thí nghiệm, giải thích các hiện tượng xảy ra, viết và cân bằng đầy đủ các phương trình phản ứng xảy ra trong quá trình làm thí nghiệm.
8. Kết quả hoàn thành môn thực hành được đánh giá theo qui chế chung các môn thi.

QUY TẮC AN TOÀN PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Các phản ứng có chất độc bay hơi phải làm trong tủ hút hoặc ngoài trời.
2. Các chất dễ cháy, nổ phải đặt xa ngọn lửa.
3. Khi đun nóng các dung dịch phải nghiêng ống nghiệm và hướng miệng ống nghiệm về phía không có người.
4. Không cúi mặt vào các dung dịch đang sôi hoặc các chất đang nóng chảy để tránh hóa chất bắn nổ vào mắt.

Đối với các chất dễ nổ, dễ bắn tách, nếu muốn quan sát phải đeo kính bảo hiểm.

5. Khi pha loãng acid sulfuric đặc phải rót từ từ acid vào nước mà không làm ngược lại; không được cầm trên tay dung dịch đang pha vì có tỏa nhiệt mạnh.

Không được tự động di chuyển các bình lớn chứa acid và pha loãng acid từ bình lớn.

6. Nếu làm rơi vãi thủy ngân thì phải hút lại bằng máy hút bụi hoặc pipet có quả bóp cao su, đồng thời rắc vào chỗ thủy ngân rơi một ít lưu huỳnh bột hoặc tưới vào dung dịch FeCl₃ 20% và báo cáo cho cán bộ hướng dẫn biết để xử lý.

7. Muốn thử mùi các chất không được ngửi trực tiếp mà phải dùng tay vẫy hơi chất đó đến mũi từng lượng nhỏ.

8. Sau khi làm việc với các chất độc như Hg, As, các muối cyanid... và các dung dịch kim loại quý, cần phải thu vào bình chứa nhất định.

9. Khi có hỏa hoạn:

- Nếu đám cháy nhỏ thì dùng bao tải ướt để dập tắt.
- Nếu có đám cháy lớn và lan rộng thì báo cứu hỏa (*gọi điện thoại số 114*); dùng cát và bình cứu hỏa sinh CO₂ để làm tắt hoặc hạn chế đám cháy. Trong khi đó phải cách ly ngay các chất dễ cháy và dễ nổ (như ether, các loại cồn, các bình acid đặc...).

10. Nếu bị acid đặc hoặc kiềm đặc rơi trên da phải rửa ngay bằng vòi nước chảy vài phút. Sau đó báo ngay cho cán bộ quản lý xử lý vết bỏng, chống nhiễm khuẩn. Nếu acid đặc, kiềm đặc bắn vào mắt cũng phải rửa ngay bằng nước nhiều lần và báo cho đi cấp cứu tại bệnh viện (*gọi điện thoại số 115*).

11. Nếu bị bỏng do các vật nóng với vết bỏng không lớn thì cũng để dưới vòi nước lạnh 5-10 phút, sau đó thấm khô và bôi các thuốc mỡ dược dụng, dầu cá...

12. Nếu vết thương có chảy máu thì đầu tiên phải sát khuẩn bằng cồn iod, cồn 70 - 90°, dung dịch KMnO_4 5%, sau đó cầm máu bằng dung dịch FeCl_3 5% và bông gạc, băng dính y tế.

13. Nếu cảm thấy khó thở do trong phòng thí nghiệm có nhiều hơi độc thì phải nhanh chóng thoát ra ngoài hành lang.

VÀI QUY ĐỊNH VỀ SỬ DỤNG HÓA CHẤT

1. Trước khi sử dụng các hóa chất đều phải đọc kỹ nhãn, hóa chất được phân ra nhiều loại có độ tinh khiết khác nhau:

- Loại tinh khiết
- Loại tinh khiết phân tích
- Loại tinh khiết hóa học

Dựa vào yêu cầu về độ chính xác của từng thí nghiệm mà lựa chọn hóa chất thích hợp vì hóa chất càng tinh khiết thì giá thành càng cao.

2. Nếu do yêu cầu chính xác của thí nghiệm thì lấy lượng hóa chất đúng hướng dẫn của bài.

3. Nếu thí nghiệm chỉ yêu cầu về mặt định tính thì chỉ lấy lượng hóa chất tối thiểu đủ quan sát được phản ứng (chất rắn chỉ lấy đủ một lớp mỏng dưới đáy ống nghiệm; chất lỏng không lấy quá 1/5 thể tích ống nghiệm).

4. Khi xúc, đong hóa chất phải dùng các dụng cụ chuyên dụng như thìa thủy tinh, thìa sứ, thìa nhựa, không được dùng tay để bốc.

Thìa xúc hóa chất này không được dùng để xúc hóa chất khác. Nếu thiếu phải dùng chung thìa, trước khi lấy sang hóa chất khác phải rửa sạch thìa.

5. Chỉ sử dụng các lọ hóa chất có nhãn ghi rõ ràng và có nút, nắp đậy kín. Khi lấy hóa chất, nếu cần để nút lên bàn thì phải để ngược, tránh để phần có dính hóa chất tiếp xúc với mặt bàn thí nghiệm. Sau khi lấy xong hóa chất phải đậy ngay nút, nắp đúng cho lọ hóa chất ấy.

6. Khi rót các chất lỏng phải quay nhãn vào trong lòng bàn tay để hóa chất không dây ra nhãn. Nếu rót thừa thì không đổ trở lại lọ mà tập trung vào cốc đang đựng hóa chất bản.

7. Tuyệt đối không dùng pipet (ống thủy tinh nhỏ có đầu nhọn) để hút bằng mồm các dung dịch kiềm đặc, acid đặc, các chất độc dễ bay hơi, thủy ngân, các dung dịch đang đun nóng, chất đang nóng chảy ở nhiệt độ cao, các hỗn hợp rửa.

Bài 1:

NHỮNG KỸ THUẬT CƠ BẢN TRONG THỰC HÀNH HÓA PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

5.1. Rửa dụng cụ

Khi tiến hành thí nghiệm, dụng cụ thí nghiệm phải hoàn toàn sạch. Để kiểm tra xem dụng cụ đã sạch hay chưa, ta có thể tráng bằng một ít nước cất. Nếu trên thành thủy tinh chỉ để lại một lớp nước mỏng và đều thì coi như dụng cụ đã sạch. Nếu nước dính trên thành dụng cụ thành từng giọt thì dụng cụ chưa sạch cần phải rửa lại. Có nhiều phương pháp rửa dụng cụ: rửa bằng phương pháp cơ học và rửa bằng phương pháp hóa học.

Thông thường rửa bằng cách dùng chổi lông cọ sát vào thành dụng cụ đã ngâm nước hoặc dung môi thích hợp, sau đó tráng rửa nhiều lần. Đối với các dụng cụ thủy tinh chỉ nên xoay chổi lông nhẹ nhàng vào thành dụng cụ, không chọc mạnh sẽ làm vỡ hoặc thủng đáy dụng cụ. Đối với các dụng cụ không rửa sạch được bằng chổi lông và nước thì phải dùng các dung dịch rửa có tác dụng với chất bẩn. Việc chọn dung dịch rửa dựa vào các đặc điểm sau:

- Bản chất dụng cụ cần rửa (là thủy tinh, gỗ, sắt, nhựa ...)
- Dụng cụ bị bẩn bởi chất gì, tính chất của nó như thế nào (có thể tan trong dung môi gì, có tính acid hay base, tính oxy hóa hay khử ...)

Với các chất bẩn là muối vô cơ hoặc hữu cơ dễ tan trong nước thì rửa bằng nước xà phòng. Với các chất bẩn là dầu mỡ, nhựa hoặc các chất hữu cơ không tan trong nước thì có thể dùng một số dung môi hữu cơ như rượu, bezen, ether ...

Trong trường hợp chất bẩn bám chắc vào thành dụng cụ thì có thể bỏ vào bình một ít giấy lọc vụn, cho dung dịch rửa vào và lắc mạnh. Giấy vụn sẽ kéo theo các chất bẩn đi mà không làm xước thành dụng cụ thủy tinh.

Ngoài ra còn có thể dùng các dung dịch rửa có tính oxy hóa khử như:

- Hỗn hợp rửa KMnO_4 5%: rửa sơ bộ dụng cụ bằng nước, sau đó ngâm dụng cụ vào dung dịch KMnO_4 5% đã acid hóa bởi H_2SO_4 và đun nóng nhẹ. Rửa sạch các vết màu nâu đỏ (sản phẩm phân hủy của KMnO_4 và chất bẩn) bằng dung dịch acid oxalic $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, hoặc các dung dịch khác như NaHSO_3 , FeSO_4 ,.... Tráng lại dụng cụ bằng nước cất rồi sấy khô.

– Hỗn hợp rửa sulfocromic (gồm 20 - 30g $K_2Cr_2O_7$ hoặc $Na_2Cr_2O_7$ trong 1 lít acid H_2SO_4 đặc) có màu nâu đỏ: dùng để rửa các dụng cụ bằng thủy tinh, gốm sứ. Sau khi rửa bằng dung dịch này, tráng lại dụng cụ bằng nước cất rồi sấy khô. Hỗn hợp rửa sulfocromic có thể tái sử dụng nhiều lần cho đến khi màu nâu đỏ chuyển thành màu xanh thẫm mới hết tác dụng rửa.

Chú ý:

Không để hỗn hợp rửa rơi trên da hoặc quần áo. Khi cần rửa các loại ống nhỏ, không được dùng miệng hút mà phải dùng quả bóp cao su để hút dung dịch rửa hoặc có thể ngâm cả dụng cụ vào dung dịch rửa.

5.2. Cách đun nóng

Để đun nóng hóa chất, tùy theo nhiệt độ ta có thể sử dụng các thiết bị đun nóng thích hợp. Trong quá trình đun không nên để dụng cụ bị thay đổi nhiệt độ đột ngột vì dễ gây nứt vỡ.

– Đun chất lỏng:

+ Khi đun chất lỏng đựng trong bình cầu, cốc thủy tinh phải lót một tấm lưới amian để tránh vỡ. Không được đặt cốc nóng nhắc từ bếp xuống mặt bàn đá mà phải lót bằng các vật có tính cách nhiệt như gỗ, amian....

+ Khi đun chất lỏng trong ống nghiệm phải dùng cặp gỗ cặp ống nghiệm. Trước hết đun nhẹ toàn bộ ống nghiệm, sau đó mới tập trung đun, vừa đun vừa lắc đều, hướng miệng ống nghiệm về phía không có người.

– Đun chất rắn: Dùng ống nghiệm khô, khi đun để ống nghiệm nằm nghiêng, đầu cao hơn đáy một chút. Lúc đầu đun đều khắp ống nghiệm, sau đó mới tập trung đun chỗ có chất rắn, hướng miệng ống nghiệm về phía không có người.

5.3. Lọc

Lọc là phương pháp để tách chất rắn ra khỏi chất lỏng bằng cách cho hỗn hợp đi qua một màng lọc.

Có nhiều loại màng lọc: giấy lọc, bông thường, bông thủy tinh, bông amian, phễu đáy thủy tinh xốp.... Việc lựa chọn màng lọc tùy thuộc vào bản chất dung dịch và chất rắn cần tách. Nếu chất rắn hay dung dịch lọc phá hủy màng lọc loại nào thì không dùng loại ấy.

Ví dụ: acid hoặc kiềm đặc sẽ phá hủy giấy lọc cellulose nên khi lọc phải dùng màng lọc amian; CrO_3 có tính oxy hóa mạnh, đốt cháy các chất hữu cơ thì không dùng

bông, giấy lọc thông thường mà phải dùng bông thủy tinh hoặc phễu lọc có màng thủy tinh xốp.

Tùy thuộc vào kích thước của kết tủa định lọc mà chọn loại màng lọc có kích thước lỗ rỗng cho phù hợp. Các loại giấy lọc, phễu thủy tinh xốp có các số hiệu khác nhau để chỉ kích thước lỗ rỗng.

Ví dụ: với giấy lọc, thường phân biệt chúng dựa vào màu sắc của bang giấy dán ngoài hộp:

- Giấy lọc băng đỏ hay băng đen: là loại có kích thước lỗ rỗng lớn ($\Phi \# 10 \mu\text{m}$).
- Giấy lọc băng trắng có lỗ rỗng trung bình ($\Phi \# 3\mu\text{m}$).
- Giấy lọc băng xanh có kích thước lỗ rỗng nhỏ ($\Phi \# 1 - 2,5 \mu\text{m}$).

Những kết tủa thông thường và dung dịch có pH từ 0 đến 14 thường được lọc qua bông hoặc giấy lọc cellulose. Tùy theo mục đích lọc mà ta có các cách gấp giấy lọc như sau:

- Gấp giấy lọc phẳng để lấy phần kết tủa, dùng cho phễu thủy tinh thường.
- Gấp giấy lọc có nhiều nếp gấp để lấy phần dung dịch, dùng cho phễu thủy tinh thường.
- Cắt giấy lọc tròn và phẳng để lấy cả phần kết tủa và dịch lọc, dùng cho phễu đáy phẳng có lỗ.

Chú ý: Khi gấp giấy lọc không nên miết tay quá mạnh vào giấy lọc để gây thủng giấy khi lọc.

Lọc dưới áp suất thường bằng phễu thủy tinh hình nón:

Giấy lọc sau khi gấp, đặt vào phễu phải thấp hơn miệng phễu từ 3-5 mm. Giấy lọc phải đặt sát vào thành phễu và gần tâm phễu nhất, tránh hiện tượng có khoảng cách không khí làm cho việc lọc chậm. Phải thấm ướt giấy lọc bằng nước cất trước khi lọc.

Khi lọc, cuống phễu cần chạm vào thành cốc để dòng chảy liên tục và lọc nhanh hơn. Rót cẩn thận dung dịch phía trên kết tủa xuống hết theo đĩa thủy tinh xuống phễu. Sau khi dung dịch đã chảy hết thì mới đưa kết tủa lên phễu.

Chú ý: không được để kết tủa và dịch lọc cao quá 3/4 mép giấy lọc; kết tủa không cao quá 1/2 chiều cao giấy lọc.

5.4. Ly tâm

Khi cần tách kết tủa ra khỏi dung dịch, ta dùng máy ly tâm quay tay hay máy ly tâm điện.

Khi dùng máy ly tâm cần theo đúng những quy tắc sau đây:

- a) Dùng các ống có kích thước, hình dạng như nhau
- b) Không đổ dung dịch quá 2/3 ống
- c) Mỗi ống đựng dung dịch cần ly tâm phải có một ống đối trọng (đựng nước) nặng tương ứng và đặt 2 ống đối xứng qua trục quay.
- d) Đậy nắp máy (nếu là ly tâm điện), cho quay chậm rồi nhanh dần.
- e) Khi tắt máy phải giảm tốc độ dần.

Sau khi ly tâm, kết tủa nằm ở dưới đáy ống nghiệm, phần dung dịch ở trên quy ước gọi là *nước ly tâm*. Trường hợp còn tủa nổi trên mặt nước ly tâm thì cần lọc qua một giấy lọc nhỏ.

5.5. Rửa kết tủa

Thường dùng ba cách rửa kết tủa là rửa gạn, rửa ly tâm và rửa trên phễu lọc.

5.5.1. Rửa gạn

Rót nước rửa vào kết tủa trong cốc, dùng đũa thủy tinh khuấy đều và để lắng. Gạn bỏ phần dung dịch trong, rồi lại thêm một lượng nước rửa nữa và lặp lại động tác trên nhiều lần.

5.5.2. Rửa ly tâm

Trộn tủa trong ống nghiệm với vài mL nước cất rồi đem quay ly tâm, gạn bỏ nước ly tâm. Lặp lại vài lần cho đến khi tủa sạch.

5.5.3. Rửa trên phễu lọc

Chuyển toàn bộ kết tủa lên phễu lọc, rót nước rửa vừa đủ ngập tủa. Chờ cho dung dịch rửa chảy hết qua phễu lọc rồi mới rót tiếp lần khác. Lặp lại động tác này nhiều lần cho đến khi kết tủa sạch.

Chú ý: Để việc rửa tủa nhanh và sạch, mỗi lần rót nước rửa chỉ cần rót một lượng nhỏ và phải chờ cho dung dịch trên phễu chảy xuống hết mới cho lần tiếp theo. Để kiểm tra việc rửa đã hoàn thành chưa, ta lấy vào một ống nghiệm nhỏ vài giọt nước rửa sau khi đã rửa được vài lần và thử xem có còn chất cần rửa hay không.

Việc chọn nước rửa tùy thuộc vào độ tan của kết tủa trong các dung môi. Thông thường trong phòng thí nghiệm hay dùng nước cất để rửa. Các kết tủa có độ tan ít thay đổi theo nhiệt độ có thể dùng nước rửa nóng. Kết tủa dễ tan trong nước thì rửa bằng nước ngâm trong đá hoặc các dung môi hữu cơ.

5.6. Thực hiện phản ứng

5.6.1. Kết tủa

Thường dùng phản ứng kết tủa để tách riêng hoặc để định tính các ion.

– Kết tủa là tinh thể, nếu đem soi kính hiển vi thì tủa phải có hình dạng xác định.

– Kết tủa là vô định hình hoặc keo, nếu ngay sau phản ứng tủa khó lắng, đục mờ cả dung dịch.

5.6.2. Soi tinh thể

Bằng hai cách:

a) Làm phản ứng trong ống nghiệm, dùng pipet nhỏ 1 giọt dung dịch có lẫn tinh thể lên phiến kính và đem soi trên kính hiển vi.

b) Làm phản ứng trên phiến kính: nhỏ 1 giọt dung dịch, thêm 1 giọt thuốc thử bên cạnh, dùng đũa thủy tinh nối liền 2 giọt để phản ứng.

Chú ý: Dung dịch loãng, tinh thể xuất hiện chậm nhưng rõ hình dạng. Nếu loãng quá thì hơi nóng phiến kính để tăng nồng độ chất phản ứng. Dung dịch đặc quá, tinh thể xuất hiện nhanh và nhiều, nhưng ít có tinh thể đẹp và hình dáng đặc trưng.

5.6.3. Thử xem kết tủa đã hoàn toàn

– Sau khi quay ly tâm, nhỏ từ từ theo thành ống nghiệm 1-2 giọt thuốc thử và quan sát. Nếu ở phần nước ly tâm không còn xuất hiện tủa thì phản ứng kết tủa đã hoàn toàn, nếu ngược lại là chưa hoàn toàn.

– Cũng thử bằng cách xem môi trường: nếu nước ly tâm có pH kiềm thì phản ứng tủa kim loại nặng bằng kiềm đã hoàn toàn.

5.6.4. Hòa tan kết tủa

Thêm thuốc thử hay dung môi vào, nếu tủa không tan hết thì dung đũa thủy tinh trộn kỹ hoặc đun nóng một chút.

Nếu muốn hòa tan hết kết tủa, có thể phải thêm tiếp thuốc thử và dung môi. Nếu muốn hòa tan chỉ một phần tủa thì đem quay ly tâm rồi gạn hay dùng pipet để tách riêng tủa và dung dịch.

5.6.5. Thử chất khí

Chất khí thoát ra có thể nhận biết bằng màu, mùi hoặc dùng thuốc thử. Thuốc thử có thể tẩm vào giấy lọc rồi dính vào đầu pipet, đầu dây hoặc đung ở đáy một ống nghiệm khác và nghiêng hay dốc ngược để hứng khí vào.

5.6.6. Thử màu ngọn lửa

Một số chất khi đốt trong ngọn lửa không màu của đèn gas thì bay hơi và cho ngọn lửa có màu đặc trưng.

Cách thử: dùng dây Nickel-Crom hoặc dây Platin đã rửa sạch (bằng cách nhúng vào dung dịch HCl đặc và đốt đỏ vài lần) nhúng vào bột thử hay dung dịch chất thử rồi đưa vào ngọn lửa không màu của đèn gas.

5.6.7. Thử pH của môi trường

Ở các phản ứng định tính trong ống nghiệm, thường dùng các chỉ thị màu là những chất có màu sắc biến đổi theo pH của dung dịch.

Cách thử:

– Nhỏ 1-2 giọt phenolphthalein vào dung dịch thử. Nếu dung dịch không màu thì $\text{pH} < 8$; dung dịch có màu đỏ thì $\text{pH} > 10$; dung dịch có màu hồng cánh sen thì $\text{pH} = 8-10$.

– Nhúng giấy quỳ tím vào dung dịch thử hoặc tẩm ướt giấy quỳ rồi hơ vào khí bay ra. Nếu giấy quỳ có màu đỏ thì dung dịch thử hoặc khí bay ra tạo dung dịch có $\text{pH} < 6$; nếu giấy quỳ có màu xanh thì $\text{pH} > 8$.

– Nhỏ 1 giọt dung dịch thử lên giấy chỉ thị vạn năng rồi so sánh màu với thang đo màu mẫu (in sẵn trên hộp hoặc bì) để xác định giá trị pH (đã cho ở mỗi màu mẫu).

5.6.8. Điều chỉnh pH của môi trường

– Khi môi trường đang acid mà cần điều chỉnh về môi trường kiềm hay trung tính thì thêm từng giọt dung dịch KOH, NaOH, NH_4OH , NaCH_3COO , Na_2CO_3 hay muối của acid yếu và kiềm mạnh khác hoặc là dung dịch đệm vùng kiềm. Tất nhiên, nếu đang xác định Na^+ thì không dùng những chất chứa Na^+ để điều chỉnh môi trường.

– Khi môi trường đang kiềm mà muốn điều chỉnh về môi trường acid hoặc trung tính thì thêm dần từng giọt dung dịch HCl, HNO_3 , CH_3COOH , NH_4Cl , NH_4NO_3 hay các muối của acid mạnh và base yếu khác hoặc là dung dịch đệm vùng acid.

Bài 2:**ĐỊNH TÍNH CATION NHÓM I****(Ag⁺, Pb²⁺)****Mục tiêu**

1. Tìm được từng cation nhóm I dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

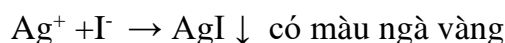
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

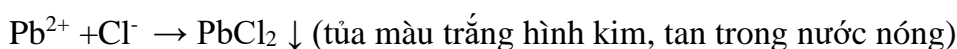
- Dung dịch phân tích chứa các cation:
Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺
- HCl 6 M
- HNO₃ 6M
- H₂SO₄ 3M
- NH₄OH đậm đặc
- KI 0,5 M
- K₂CrO₄ 0,5M

2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử của Cation Ag⁺**+ *Phản ứng với HCl*

Tiến hành: Lấy 10 giọt Ag⁺ cho vào ống nghiệm, thêm 2-3 giọt HCl 6M → xuất hiện tủa trắng vón. Ly tâm bỏ dịch, lấy tủa sau đó cho thêm NH₄OH đậm đặc vào → Kết tủa tan do tạo thành phức [Ag(NH₃)₂]⁺. Acid hóa dung dịch bằng HNO₃ 6M → tủa xuất hiện trở lại.

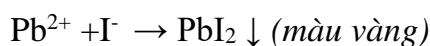
+ *Phản ứng với KI*

Tiến hành: Lấy 10 giọt dung dịch Ag⁺ cho vào ống nghiệm, thêm 2 giọt KI → xuất hiện tủa màu ngà vàng

2.2. Thuốc thử của Cation Pb²⁺+ *Phản ứng với HCl*

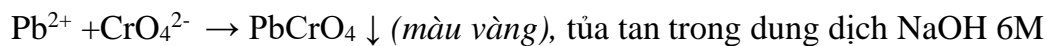
Tiến hành: Lấy 5 giọt Pb²⁺ vào ống nghiệm, thêm 1 giọt HCl 6M → kết tủa trắng xuất hiện. Ly tâm bỏ dịch, lấy tủa sau đó cho thêm 20 giọt nước cất đun nóng → **tủa tan**

+ *Phản ứng với KI*



Tiến hành: Lấy 5 giọt Pb^{2+} vào ống nghiệm, thêm 1 giọt KI \rightarrow xuất hiện tủa màu vàng. Ly tâm lấy tủa. Thêm 20 giọt nước cất. Đun nóng \rightarrow tủa tan. Sau đó làm lạnh đột ngột \rightarrow xuất hiện tủa hình vẩy màu vàng óng ánh

+ *Phản ứng với K_2CrO_4*



Tiến hành: Lấy 5 giọt Pb^{2+} vào ống nghiệm, thêm 1 giọt K_2CrO_4 \rightarrow xuất hiện kết tủa màu vàng. Sau đó thêm dung dịch NaOH 6m dư \rightarrow **kết tủa tan**

+ *Phản ứng với H_2SO_4*



Tiến hành: Lấy 5 giọt Pb^{2+} vào ống nghiệm, thêm 1 giọt H_2SO_4 \rightarrow xuất hiện kết tủa màu trắng

BÀI 3:

XÁC ĐỊNH CATION NHÓM II :Ba²⁺, Ca²⁺ VÀ NHÓM III: Al³⁺, Zn²⁺

Mục tiêu

1. Tìm được từng cation nhóm II, III dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

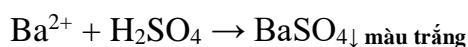
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

- Dung dịch phân tích chứa các cation:
Ba²⁺, Ca²⁺, Al³⁺, Zn²⁺
- H₂SO₄ 3M
- NH₄OH đậm đặc
- CH₃COOH 6M
- NaOH 3M
- KMnO₄
- Dung dịch đệm Acetat
- NH₄OH 3M
- (NH₄)₂CO₃
- K₂CrO₄ 5%
- Na₂CO₃ bão hòa
- Thuốc thử Voller
- C₂H₅OH 96⁰
- Thuốc thử Aluminon
- Thuốc thử M.T.A
- (NH₄)₂C₂O₄

2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử của Cation Ba²⁺**

+ Phản ứng với H₂SO₄



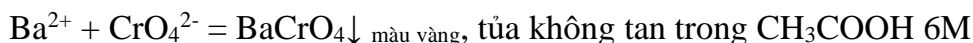
Tiến hành: Lấy 5 giọt Ba²⁺ cho vào ống nghiệm, thêm 2 giọt H₂SO₄ 3M → xuất hiện kết tủa màu trắng

+ Phản ứng với thuốc thử Voller (Acid sulfurid/KMnO₄)



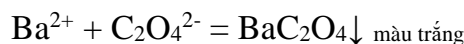
Tiến hành: Lấy 10 giọt Ba²⁺ cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt thuốc thử KMnO₄, cho tiếp 5 giọt H₂SO₄ 3M → xuất hiện kết tủa màu hồng tím, thêm vào tủa từng giọt H₂O₂ đến khi thấy mất màu tím → kết tủa có màu hồng

+ Phản ứng với K_2CrO_4



Tiến hành: Lấy 5 giọt Ba^{2+} cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt $K_2CrO_4 \rightarrow$ xuất hiện kết tủa màu vàng. Lấy tủa sau đó cho thêm CH_3COOH 6M dư \rightarrow kết tủa không tan.

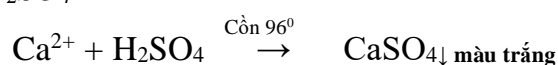
+ Phản ứng với $(NH_4)_2C_2O_4$



Tiến hành: Lấy 5 giọt Ba^{2+} cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt $(NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow$ xuất hiện kết tủa tinh thể màu trắng.

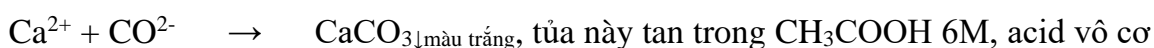
2.2. Thuốc thử của Cation Ca^{2+}

+ Phản ứng với H_2SO_4



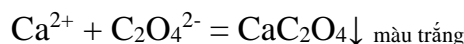
Tiến hành: Lấy 10 giọt Ca^{2+} cho vào ống nghiệm, thêm 2 giọt H_2SO_4 , sau đó cho thêm 10 giọt cồn 96⁰ (C_2H_5OH 96⁰) \rightarrow xuất hiện kết tủa màu trắng.

+ Phản ứng với $(NH_4)_2CO_3$



Tiến hành: Lấy 5 giọt Ca^{2+} cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt $CO_3^{2-} \rightarrow$ xuất hiện kết tủa màu trắng. Sau đó cho thêm CH_3COOH 6M vào tủa \rightarrow **tủa tan**

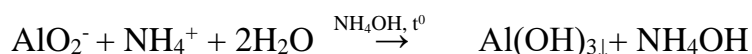
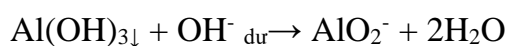
+ Phản ứng với $(NH_4)_2C_2O_4$



Tiến hành: Lấy 5 giọt Ca^{2+} cho vào ống nghiệm, thêm 2 giọt $(NH_4)_2C_2O_4$, sau đó cho tiếp 1 giọt NH_4OH đậm đặc \rightarrow xuất hiện kết tủa màu trắng.

2.3. Thuốc thử của Cation Al^{3+}

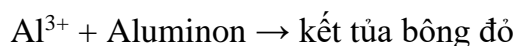
+ Phản ứng với $NaOH$



Tiến hành: Lấy 5 giọt Al^{3+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt $NaOH$ 3M \rightarrow xuất hiện tủa bông trắng. Tiếp tục cho thêm $NaOH$ dư, tủa tan. Sau đó cho thêm bột NH_4Cl và NH_4OH 3M đun nóng, tủa xuất hiện trở lại.

Lưu ý: Muốn thấy được tủa $Al(OH)_3$ khi cho $NaOH$ vào ta cho từ từ theo thành ống nghiệm, vì tủa này tan rất nhanh trong môi trường $NaOH$ 3M dư

+ Phản ứng với thuốc thử Aluminon

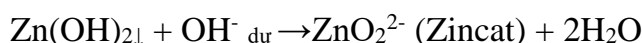
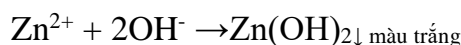


Tiến hành: Lấy 5 giọt Al^{3+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 5 giọt Aluminon và 10 giọt đệm acetat. Đem đun nóng \rightarrow xuất hiện kết tủa bông đỏ.

Lưu ý: Các cation Fe^{3+} , Cr^{3+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , ... khi phản ứng với Aluminon cũng cho tủa màu đỏ. Tuy nhiên đó chỉ là tủa bám bên ngoài màu đỏ chứ không phải là tủa bông đỏ.

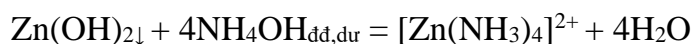
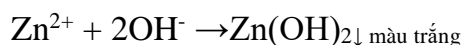
2.4. Thuốc thử của Cation Zn^{2+}

+ Phản ứng với NaOH



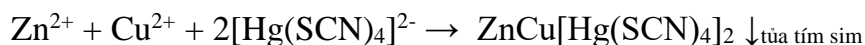
Tiến hành: Lấy 5 giọt Zn^{2+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 2 giọt NaOH 3M \rightarrow xuất hiện tủa màu trắng. Tiếp tục cho thêm NaOH dư \rightarrow **tủa tan.**

+ Phản ứng với NH_4OH



Tiến hành: Lấy 5 giọt Zn^{2+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 3 giọt NH_4OH 3M \rightarrow xuất hiện tủa màu trắng. Tiếp tục cho thêm NH_4OH đậm đặc dư \rightarrow **tủa tan.**

+ Phản ứng với thuốc thử M.T.A (Mercuri Thiocyanat Amoni) $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$



Tiến hành: Lấy 10 giọt Zn^{2+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt Cu^{2+} và 2 giọt M.T.A \rightarrow xuất hiện tủa màu tím sim.

Lưu ý: Phản ứng phải thực hiện trong môi trường trung tính, lượng Cu^{2+} phải ít, nếu thừa Cu^{2+} thì kết tủa sẽ có màu tím đen

Bài 4:

XÁC ĐỊNH CATION NHÓM IV: Fe^{3+} , Bi^{3+} VÀ CATION NHÓM V: Cu^{2+} , Hg^{2+}

Mục tiêu

1. Tìm được từng cation nhóm IV dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

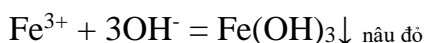
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

- Dung dịch phân tích chứa các cation:
 Fe^{3+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}
- NH_4OH đậm đặc
- NaOH 3M
- Na_2HPO_4
- Thuốc thử vàng Thiazol
- Thuốc thử Thioure
- SnCl_2
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- KSCN
- $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$
- $\text{SnCl}_2/\text{NaOH}$
- Thuốc thử M.T.A
- KI

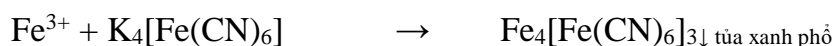
2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử của Cation Fe^{3+}**

+ Phản ứng với NH_4OH hoặc NaOH



Tiến hành: Lấy 5 giọt Fe^{3+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt NaOH 3M \rightarrow xuất hiện tủa màu nâu đỏ.

+ Phản ứng với Kali ferrocyanid $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$:



Tiến hành: Lấy 5 giọt Fe^{3+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ \rightarrow xuất hiện tủa màu xanh phớt.

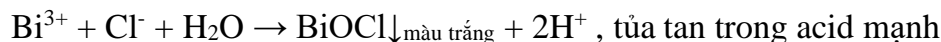
+ Phản ứng với Kali sulfocyanid KSCN



Tiến hành: Lấy 5 giọt Fe^{3+} cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt KSCN \rightarrow xuất hiện dung dịch màu đỏ máu.

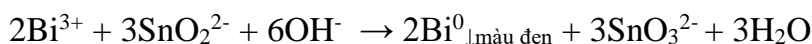
2.2. Thuốc thử của Cation Bi^{3+}

+ Phản ứng thủy phân (pH trung tính hay hơi acid)



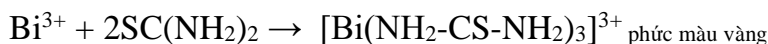
Tiến hành: Lấy 10 giọt nước cất cho vào ống nghiệm, sau đó cho 1 giọt NH_4Cl và một giọt Bi^{3+} → xuất hiện tủa màu trắng.

+ Phản ứng với $\text{SnCl}_2/\text{NaOH}$ (phản ứng stannit kiềm)



Tiến hành: Lấy 3 giọt SnCl_2 cho vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt NaOH 3M. Làm lạnh rồi cho tiếp 1 giọt Bi^{3+} vào → xuất hiện tủa màu đen

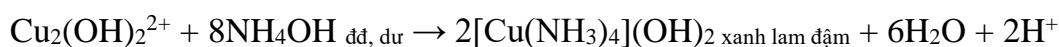
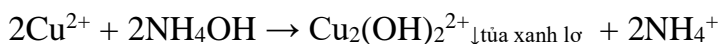
+ Phản ứng với thuốc thử Thioure [$\text{SC}(\text{NH}_2)_2$]



Tiến hành: Lấy 10 giọt Bi^{3+} cho vào ống nghiệm, cho thêm một ít bột Thioure → xuất hiện dung dịch màu vàng.

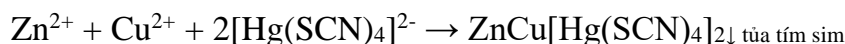
2.3. Thuốc thử của Cation Cu^{2+}

+ Phản ứng với NH_4OH



Tiến hành: Lấy 5 giọt Cu^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 2 giọt NH_4OH 3M → kết tủa màu xanh lơ. Cho thêm vào tủa dung dịch NH_4OH đậm đặc, dư → dung dịch có màu xanh lam đậm (màu xanh da trời)

+ Phản ứng với thuốc thử Mercuri Thiocyanat Amoni (M.T.A):



Tiến hành: Lấy 1 giọt Cu^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt Zn^{2+} và 2 giọt M.T.A vào → kết tủa màu tím sim.

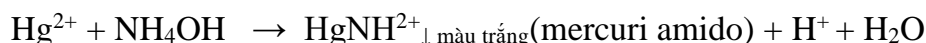
+ Phản ứng với Natri thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) trong môi trường acid



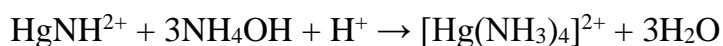
Tiến hành: Lấy 5 giọt Cu^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 3 giọt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ và 3 giọt HCl 3M đun nóng vào → kết tủa màu đen.

2.4. Thuốc thử của Cation Hg^{2+}

+ Phản ứng với NH_4OH



Tủa tan trong NH_4OH đậm đặc dư

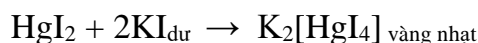


Tiến hành: Lấy 5 giọt Hg^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 3 giọt NH_4OH 3M → kết tủa màu trắng. Cho thêm NH_4OH đậm đặc, dư vào tủa → **tủa tan**

+ Phản ứng với Kali iodid (KI)

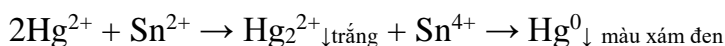


Tủa tan khi cho KI dư, tạo phức màu vàng nhạt



Tiến hành: Lấy 10 giọt Hg^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 1 giọt KI theo thành ống nghiệm → kết tủa màu đỏ cam. Cho thêm KI dư vào tủa → **dung dịch có màu vàng nhạt**

+ Phản ứng với Kẽm clorid (SnCl_2)



Tiến hành: Lấy 5 giọt Hg^{2+} cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt Sn^{2+} → kết tủa xám đen

3. Xác định Cation nhóm IV, V trực tiếp từ dung dịch đầu

3.1. Xác định Cation nhóm IV

Chúng ta có thể tìm trực tiếp các cation Fe^{3+} , Bi^{3+} từ dung dịch đầu

- Tìm Fe^{3+} : Nếu dung dịch đầu có màu, ta lấy 5 giọt dung dịch đầu cho vào ống nghiệm, cho tiếp 1 giọt KSCN → dung dịch có màu đỏ máu
- Tìm Bi^{3+} : Lấy 10 giọt dung dịch đầu cho vào ống nghiệm, sau đó cho thêm một ít bột Thioure → dung dịch có màu vàng

3.2. Xác định cation nhóm V

a. Tìm Cu^{2+} : nếu dung dịch đầu có màu xanh, ta lấy 1 giọt dung dịch đầu cho vào ống nghiệm, sau đó cho tiếp 10 giọt Zn^{2+} , cho tiếp 2 giọt thuốc thử M.T.A → kết tủa màu tím sim

b. Tìm Hg^{2+} : dùng thuốc thử SnCl_2 → kết tủa xám đen, hoặc dùng thuốc thử KI tạo kết tủa đỏ cam, kết tủa tan trong KI dư

Bài 5:**XÁC ĐỊNH CATION NHÓM VI: NH_4^+ , K^+** **Mục tiêu**

1. Tìm được từng cation nhóm VI dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

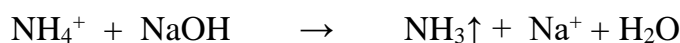
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

- Dung dịch phân tích chứa các cation:
 NH_4^+ , K^+
- NH_4OH 3M - HClO_4
- NaOH 6M - Thuốc thử Garola A, B
- Thuốc thử M.T.A - Thuốc thử Nestler

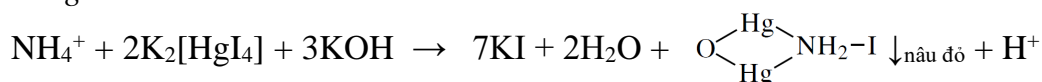
2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử của Cation NH_4^+**

+ Phản ứng với NaOH



Tiến hành: Lấy 5 giọt NH_4^+ cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt NaOH 6M. Bịt đầu ống nghiệm bằng giấy quì đỏ thấm ướt bằng nước, sau đó đem đun nhẹ → giấy quì đỏ chuyển sang màu xanh do khí NH_3 thoát ra ngoài

+ Phản ứng với Thuốc thử Nessler



Tiến hành: Lấy 5 giọt NH_4^+ cho vào ống nghiệm, cho thêm 3 giọt thuốc thử Nessler và 2 giọt NaOH 6M → Kết tủa màu nâu đỏ

Lưu ý: Để xác định Cation NH_4^+ ta phải thử cả hai phản ứng và cả hai phản ứng đều phải dương tính thì mới xác định chính xác được ion NH_4^+

2.2. Thuốc thử của Cation K^+

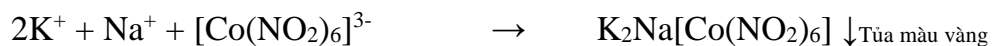
+ Phản ứng với Acid percloric (HClO_4):



Tiến hành: Lấy 10 giọt K^+ cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt HClO_4 vào. Làm lạnh → Kết tủa màu trắng

+ Phản ứng với thuốc thử Garola $Na_3[Co(NO_2)_6]$

Thuốc thử Garola gồm Garola A: $Co(NO_3)_2$ và Garola B $NaNO_2$



Tiến hành: Lấy 10 giọt K^+ cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt Garola A và 1 ít Garola B, cho tiếp 5 giọt CH_3COOH , lắc đều \rightarrow Kết tủa màu vàng nghệ

Lưu ý: NH_4^+ cũng cho phản ứng tương tự. Do đó cần loại NH_4^+ bằng kiềm và đun nóng, sau đó điều chỉnh pH về trung tính hoặc chúng ta xác định NH_4^+ trước sau đó mới xác định K^+

Bài 6:**XÁC ĐỊNH ANION NHÓM I: Cl⁻, Br⁻, I⁻****Mục tiêu**

1. Tìm được từng Anion nhóm I dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

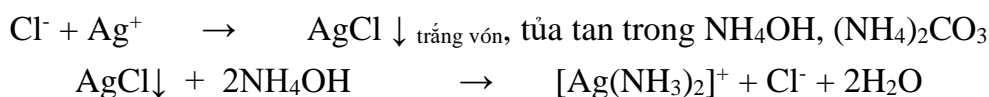
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

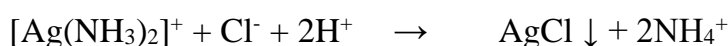
- Dung dịch phân tích chứa các Anion:
Cl⁻, Br⁻, I⁻
- AgNO₃
- H₂SO₄ đậm đặc
- NH₄OH đậm đặc
- (NH₄)₂CO₃
- CHCl₃
- KMnO₄
- Orto Toluidin
- Nước Javel
- HNO₃

2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử của Anion Cl⁻**

+ Phản ứng với Bạc nitrat (AgNO₃):

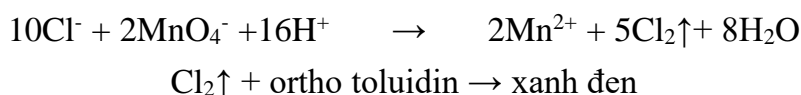


Khi acid hóa dung dịch, AgCl tủa trở lại



Tiến hành: Lấy 5 giọt Cl⁻ cho vào ống nghiệm, cho thêm 1 giọt AgNO₃ → xuất hiện kết tủa trắng vón. Cho thêm NH₄OH hoặc (NH₄)₂CO₃ vào tủa → **tủa tan**. Sau đó cho vào dung dịch vài giọt HNO₃ 2M → **tủa xuất hiện trở lại**

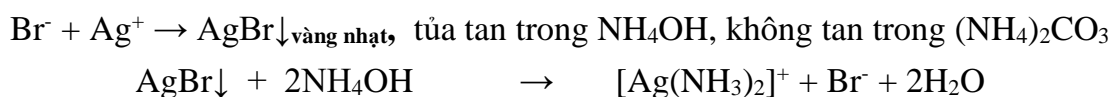
+ Phản ứng oxy hóa với nước Clo



Tiến hành: Lấy 10 giọt Cl⁻ cho vào ống nghiệm, cho thêm 2 giọt H₂SO₄ đậm đặc và 3 giọt KMnO₄. Bịt kín ống nghiệm bằng giấy tẩm Orto toluidin. Đun nhẹ → **quan sát màu xanh đen**

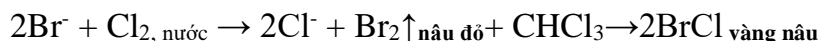
2.2. Thuốc thử của Anion Br⁻

+ Phản ứng với Bạc Nitrat (AgNO₃)



Tiến hành: Lấy 5 giọt Br^- cho vào ống nghiệm, cho thêm 1 giọt AgNO_3 → xuất hiện tủa vàng nhạt. Ly tâm lấy tủa sau đó cho thêm NH_4OH đậm đặc dư vào → **tủa tan**

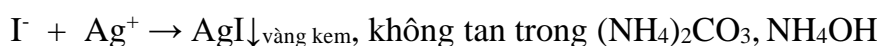
+ Phản ứng oxy hóa với nước Clo



Tiến hành: Lấy 5 giọt Br^- cho vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt CHCl_3 , cho thêm 2 giọt H_2SO_4 , sau đó cho từng giọt nước Clo (nước javel) vào lắc đều → dung dịch có màu nâu đỏ → cho thêm nước javel → dung dịch có màu vàng nâu.

2.3. Thuốc thử Anion I^-

+ Phản ứng với Bạc nitrat (AgNO_3):



Tiến hành: Lấy 10 giọt I^- cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt AgNO_3 → kết tủa vàng kem.

Chia tủa ra làm hai ống nghiệm khác nhau. Ống 1 cho thêm NH_4OH → **tủa không tan**.

Ống 2 cho thêm $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ lắc đều → **tủa không tan**

+ Phản ứng oxy hóa với nước Clo



Tiến hành: Lấy 10 giọt I^- cho vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt CHCl_3 , cho thêm 2 giọt H_2SO_4 , sau đó cho từng giọt nước Clo (nước javel) vào → lắc đều quan sát thấy lớp CHCl_3 có màu tím → cho thêm nước javel → mất màu tím

3. Xác định Anion nhóm I trực tiếp từ dung dịch đầu

3.1. Tìm Anion I^- và Br^-

Cho 10 giọt dung dịch đầu vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt CHCl_3 , cho thêm vài giọt H_2SO_4 , cho thêm từng giọt nước Clo, Lắc mạnh, quan sát lớp CHCl_3

- Màu tím, cho thêm nước Clo → mất màu → I^-
- Màu vàng đậm, cho thêm nước Clo → vàng nhạt → Br^-
- Từ màu tím chuyển sang vàng → có I^- và Br^-

3.2. Tìm Anion Cl^-

- Nếu không có I^- và Br^- làm như phần định tính
- Nếu có I^- và Br^- : lấy 10 giọt dung dịch đầu cho vào ống nghiệm, thêm 1 giọt HNO_3 và 1 giọt AgNO_3 đến tủa hoàn toàn. Ly tâm lấy tủa. Thêm $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, đun nóng. Ly tâm lấy dung dịch, thêm 1 giọt HNO_3 nếu thấy dung dịch đục trở lại → có Cl^-

Bài 7:

XÁC ĐỊNH ANION NHÓM II: SO_4^{2-} VÀ ANION NHÓM III: NO_3^-

Mục tiêu

1. Tìm được từng Anion nhóm II, III dựa vào các phản ứng đặc trưng của chúng.
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra và viết các phương trình phản ứng trong quá trình tiến hành thực nghiệm.

1. Dụng cụ - hóa chất - Thuốc thử**Dụng cụ**

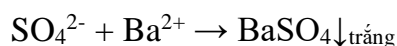
- Đèn cồn
- Đũa thủy tinh
- Kẹp ống nghiệm
- Ống nghiệm các loại
- Ống nghiệm ly tâm
- Máy ly tâm

Hoá chất, thuốc thử

- Dung dịch phân tích chứa các Anion:
 SO_4^{2-} , NO_3^-
- $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ - BaCl_2
- HNO_3 - FeSO_4
- H_2SO_4 - KMnO_4

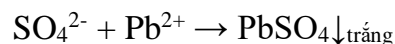
2. Phản ứng định tính**2.1. Thuốc thử Anion SO_4^{2-}**

+ Phản ứng với Bari clorid (BaCl_2): Tạo tủa trắng BaSO_4 , không tan trong HCl , HNO_3



Tiến hành: Lấy 10 giọt SO_4^{2-} cho vào ống nghiệm, cho thêm 2-3 giọt BaCl_2 → xuất hiện kết tủa màu trắng. Cho thêm vào tủa vài giọt HNO_3 → **Tủa không tan**

+ Phản ứng với chì acetat $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$: tạo tủa màu trắng PbSO_4 , không tan trong HNO_3 , tan trong kiềm

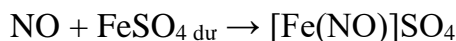


Tiến hành: Lấy 10 giọt SO_4^{2-} cho vào ống nghiệm, cho thêm 2-3 giọt

$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ → xuất hiện kết tủa màu trắng. Cho thêm vào tủa vài giọt HNO_3 → **Tủa không tan**

2.2. Thuốc thử Anion NO_3^-

+ Phản ứng với dung dịch sắt sulfat FeSO_4 : Trong môi trường H_2SO_4 , NO_3^- bị khử thành oxyd nitơ, chất này tạo với FeSO_4 dư thành **phức sulfat nitrozil có màu nâu** xuất hiện ở mặt tiếp xúc giữa H_2SO_4 đậm đặc và nước



Tiến hành: Lấy 2 ống nghiệm

- Ống 1: Cho một ít bột FeSO_4 , khoảng hạt bắp vào ống nghiệm, cho thêm 10 giọt H_2SO_4 . Để nguội

- Ống 2: lấy 10 giọt NO_3^- cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt H_2SO_4 . Làm lạnh

- Đổ từ từ ống (1) vào ống (2), cho dung dịch chảy theo thành ống nghiệm, nối tiếp giáp giữa hai lớp chất lỏng xuất hiện một vòng màu nâu.

+ *Phản ứng khử Nitrat bằng Al kim loại:* Trong môi trường kiềm, nhôm khử NO_3^- thành NH_3 , làm xanh giấy quỳ đỏ



Tiến hành: Lấy 10 giọt NO_3^- cho vào ống nghiệm, cho thêm 5 giọt NaOH , sau cho cho một ít bột Al vào. Đậy miệng ống nghiệm bằng giấy quỳ đỏ. Khí bay lên sẽ làm giấy quỳ đỏ chuyển sang màu xanh.

Lưu ý: Tìm Al^{3+} bằng phản ứng này với điều kiện trong dung dịch không có ion NH_4^+

3. Xác định Anion nhóm II trực tiếp từ dung dịch đầu

Ta có thể tìm Anion SO_4^{2-} từ dung dịch đầu

Tiến hành: Lấy 10 giọt dung dịch đầu cho vào ống nghiệm, cho thêm 2 giọt HCl 6M → Ly tâm bỏ tủa nếu có. Lấy dung dịch ly tâm sau đó cho thêm 2 giọt BaCl_2 → kết tủa trắng → có SO_4^{2-}

Bài 8:

XÁC ĐỊNH HỖN HỢP CATION VÀ ANION TRONG DUNG DỊCH

Mục tiêu

1. Trình bày và giải thích được các cách thử sơ bộ đối với dung dịch gốc trước khi tiến hành phân tích hệ thống
2. Nêu được các khía cạnh cần nhận xét và ý nghĩa của chúng đối với kết quả phân tích cuối cùng.

1. Thử sơ bộ

1.1. Xác định đặc tính của mẫu

- Rắn: áp dụng một số đặc tính riêng để xác định. Phần lớn mẫu rắn được hòa tan với dung môi thích hợp rồi mới phân tích
- Lỏng: dung dịch trong suốt tiến hành phân tích trực tiếp

1.2. Thử pH của dung dịch

Dùng giấy quỳ hay giấy thử vạn năng

- pH trung tính: không có ion dễ bị thủy phân như Bi^{3+} , Hg^{2+} , ...
- pH < 7: nếu dung dịch có phản ứng với acid mạnh thì không có CO_3^{2-} , HCO_3^- .

Không thể có đồng thời ion có tính oxy hóa và ion có tính khử như MnO_4^- với I^- , Fe^{3+} với I^-

- pH > 7: có thể có các cation lưỡng tính như Al^{3+} , Zn^{2+} , hầu hết các anion; không có các ion dễ bị tủa ở môi trường kiềm như Bi^{3+} , Ca^{2+} , Ba^{2+}

1.3. Màu của dung dịch

- Xanh lam: tùy nồng độ, có thể có Cu^{2+}
- Hồng: có Co^{2+}
- Vàng: tùy nồng độ, có thể có Fe^{3+} , I^- (chuyển thành I_2)
- Xanh rêu: có Cr^{3+}
- Một số ion có màu nhưng ở trạng thái phức chất thì không màu hay có màu khác.

Ví dụ: Fe^{3+} có màu vàng nhưng khi tạo thành phức $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ có màu đỏ máu. Do đó nếu dung dịch không màu thì loại các ion có màu nhưng phải kiểm tra sự có mặt của các phức không màu của các ion đó

- Trong dung dịch nếu có nhiều ion có màu thì dung dịch sẽ có màu phối hợp giữa các màu riêng lẻ.

Ví dụ: nếu trong dung dịch có Cu^{2+} và Co^{2+} thì dung dịch có thể có màu tím hồng, xanh tím

1.4. Mùi của dung dịch

- Mùi giấm: có acid acetic.
- Mùi khai: có NH_4OH

1.5. Các phản ứng nhận diện sơ bộ

1.5.1. Các ion tạo hydroxyd ít tan

Dung dịch phân tích + NaOH 3M từng giọt. Kết tủa có màu:

- Rỉ sắt \rightarrow có Fe^{3+} .
- Trắng hóa nâu \rightarrow có Mn^{2+} .
- Xanh \rightarrow có Cu^{2+}

1.5.2. Các ion có tính oxy hóa hay khử

- 1 giọt DDPT + 1 giọt $\text{HCl}_{\text{đđ}}$ + 1 giọt KI \rightarrow dung dịch nâu \rightarrow có thể có ion có tính oxy hóa

- 1 giọt DDPT + 1 giọt KMnO_4 loãng + 1 giọt $\text{HNO}_3_{\text{đđ}}$ \rightarrow màu tím mất \rightarrow có thể có ion có tính khử

2. Phân tích anion và cation

- Việc xác định cation và anion tiến hành độc lập với nhau. Tuy nhiên có 1 số cation gây trở ngại cho việc xác định anion và ngược lại. Để khắc phục trở ngại trên và tránh nhầm lẫn cần tiến hành xác định cation và anion theo một trình tự sau:

+ Nếu dung dịch phân tích có màu thì xác định cation có màu tương ứng trước, xác định anion sau

+ Nếu dung dịch phân tích không có màu thì tiến hành thử anion trước, cation sau

- Biết được anion có thể giúp loại trừ một số cation

- Có nhóm halogenid thì không có cation nhóm I

- Có SO_4^{2-} thì không có cation nhóm II

- Phân tích theo hệ thống dựa vào thuốc thử nhóm

- Có một vài ion có thể tìm trực tiếp từ dung dịch đầu.

Ví dụ: Fe^{3+} , Bi^{3+} , Zn^{2+} , ...

- Thử mở đầu với Natricarbonat

+ Nếu dung dịch gốc + Na_2CO_3 không có tủa, xác định Anion trước, xác định Cation nhóm VI (NH_4^+ , K^+ , Na^+) sau.

+ Nếu dung dịch gốc + Na_2CO_3 có tủa (trắng, màu) xác định cation 5 nhóm đầu trước, xác định Anion sau.