

HÓA PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

HỆ TRUNG CẤP DƯỢC

Chương I. ĐẠI CƯƠNG VỀ HÓA PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

1. Mục đích.

1.1. Xác lập thành phần.

Ion, nguyên tử, phân tử của các chất tan trong dung dịch. Trong đó có:

- Bản chất vô cơ hoặc hữu cơ của chất đã cho.
- Loại chất nào:
 - + Acid.
 - + Muối.
 - + Bazơ.
 - + Acid – Bazơ (lưỡng tính).
 - + Phức chất.
- Nếu là chất hữu cơ thì thuộc nhóm nào:
 - + Rượu, đa rượu, phenol.
 - + Acid hữu cơ.
 - + Lưỡng tính.
 - + Hợp chất Diazo mang màu.

1.2. Phát hiện.

- Các dạng xác định của cation, anion từ đơn giản đến phức tạp, phức chất bền v.v...
- Các nguyên tố hoá học:
 - + Nằm trong bảng hệ thống tuần hoàn các nguyên tố.
 - + Chưa xuất hiện trong bảng hệ thống tuần hoàn.
- Các dạng tiểu phân khác nhau của cùng một nguyên tố: Fe^{3+} , Fe^{2+} , $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$, ...

1.3. Tách hoặc cô lập các chất nhằm mục đích tinh chế.

- Tách các cation trong cùng một nhóm phân tích. Thí dụ: Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} .
- Tách các anion trong cùng một nhóm phân tích. Thí dụ: Cl^- , Br^- , I^- .

1.4. Nhận biết và định tính.

- Dựa vào các biểu hiện vật lý, hoá học, hoá lý đặc trưng.
- Dựa vào các phản ứng phân tích đặc trưng (có sử dụng thuốc thử).

2. Các phương pháp phân tích định tính

2.1. Phương pháp hóa học

Là phương pháp định tính dựa trên các phản ứng hóa học. Phương pháp này không cần trang thiết bị phức tạp nên tiết kiệm và dễ thực hiện. Tuy nhiên, nó đòi hỏi thời gian tương đối dài và lượng chất phân tích tương đối lớn

2.2. Phương pháp vật lý – hóa lý

Là phương pháp phân tích định tính dựa trên các tính chất vật lý và hóa lý của mẫu vật cần phân tích. Ví dụ các phương pháp thường dùng là:

a. Phương pháp soi tinh thể

Dùng kính hiển vi để phát hiện các tinh thể có màu sắc và hình dáng đặc trưng của một hợp chất. Chẳng hạn, ion Na^+ tạo tinh thể hình mặt nhẵn màu vàng lục nhạt với thuốc thử Streng

b. Phương pháp so màu ngọn lửa

Đốt các hợp chất dễ bay hơi của các nguyên tố trên ngọn lửa đèn gas không màu rồi quan sát. Chẳng hạn, ngọn lửa stronti cho màu đỏ son, kali màu tím, natri màu vàng, bari màu lục nhạt

c. Các phương pháp dụng cụ

Là các phương pháp sử dụng các máy thiết bị hoạt động theo những nguyên lý xác định để phân tích định tính. Ví dụ: sắc ký, quang phổ phát xạ, quang phổ hấp thụ, huỳnh quang, cực phổ

Các phương pháp vật lý – hóa lý có độ nhạy và độ chính xác cao, nhưng đòi hỏi trang thiết bị phức tạp

2.3. Phân tích ướt và phân tích khô

a. Phân tích ướt

Là phương pháp định tính được tiến hành với các dung dịch. Mẫu vật rắn cần kiểm nghiệm phải được hòa tan trong nước, trong acid hay trong dung dịch cường thủy hay trong các dung môi hữu cơ

b. Phân tích khô

Tiến hành phân tích với các chất rắn hoặc với dung dịch bằng đường lối khô. Chẳng hạn:

Thử màu ngọn lửa

Điều chế ngọc màu với natri borat: ngọc màu lam là muối cobalt, ngọc màu lục là muối crom

2.4. Phân tích riêng biệt và phân tích hệ thống

a. Phân tích riêng biệt

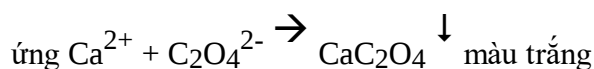
Là xác định trực tiếp một ion trong hỗn hợp nhiều ion bằng một phản ứng đặc hiệu – phản ứng chỉ xảy ra với riêng ion đó. Ta có thể lấy từng phần dung dịch phân tích để thử riêng từng ion đó mà không theo một thứ tự nhất định nào. Chẳng hạn, xác định iod: trong dung dịch hồ tinh bột, phản ứng đặc hiệu cho màu xanh

Thực tế không nhiều ion có phản ứng đặc hiệu. **Do đó phân tích riêng biệt chỉ được sử dụng trong sự kết hợp với phân tích hệ thống**

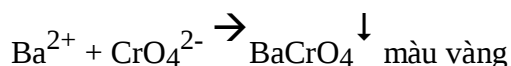
b. Phân tích hệ thống

Là tiến hành xác định ion theo một thứ tự nhất định. Trước khi xác định một ion phải loại bỏ hoặc khóa ion cản trở - là các ion có phản ứng với thuốc thử giống như ion cần tìm.

Ví dụ: người ta thường dùng amoni oxalate $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ để định tính Ca^{2+} qua phản



Tuy nhiên, Ba^{2+} cũng cho phản ứng tương tự, do đó trước hết cần phải loại ion này (nếu có) khỏi dung dịch bằng cromat trong môi trường acid acetic



Để phân tích hệ thống một hỗn hợp ion người ta thường dùng thuốc thử nhóm để chia các ion thành nhiều nhóm, mỗi nhóm có thể chia thành các phân nhóm rồi tách thành từng ion riêng biệt để xác định.

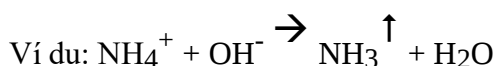
3. Điều kiện tiến hành các phản ứng định tính**3.1. Các loại phản ứng****a. Phản ứng theo bản chất hóa học**

- Phản ứng hòa tan

- Phản ứng kết tủa

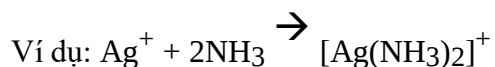
- Phản ứng trung hòa

- Phản ứng tạo chất bay hơi



- Phản ứng oxy hóa khử

- Phản ứng tạo phức



b. Phản ứng theo mục đích phân tích

- Phản ứng tách: nhằm chia các chất, các ion thành các nhóm nhỏ hay để tách riêng một ion, một chất dùng cho phản ứng xác định

- Phản ứng đặc trưng hay xác định: nhằm tìm một ion khi nó đã được cô lập hoặc khi còn trong hỗn hợp

- Phản ứng tạo điều kiện cho tách và xác định như:

+ Phản ứng khóa hay loại ion cản trở

+ Phản ứng mở khóa hoặc phá phức để giải phóng ion cần tìm

+ Phản ứng điều chỉnh pH môi trường để hòa tan, kết tủa hoặc trung hòa chất cần phân tích

3.2. Độ nhạy và tính đặc trưng của phản

ứng a. Tính đặc trưng của phản ứng

- Có rất nhiều phản ứng có thể thực hiện (hàng chục ngàn), nhưng chỉ có những phản ứng đặc trưng mới có ý nghĩa thực tiễn trong phân tích định tính.

- Phản ứng đặc trưng: là phản ứng mà nhờ chúng, trong những điều kiện xác định của phòng thí nghiệm có thể xác định được liều duy nhất trong dung dịch, khi đang có sự hiện diện của những ion khác phát hiện được nhờ vào:

+ Xuất hiện màu sắc đặc trưng.

+ Có sự kết tủa.

+ Có sự giải phóng khí.

Thí dụ: $\text{SCN}^- + \text{Co}^{2+} \rightarrow$ màu xanh sáng của cobalt.

$3\text{SCN}^- + \text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$ màu đỏ máu.

b. Độ nhạy của phản ứng:

- Là lượng chất nhỏ nhất có thể phát hiện được bằng phản ứng đó trong những điều kiện xác định

- Người ta biểu thị độ nhạy của phản ứng bằng một số giá trị có liên quan đến nhau đó là:

+ Độ nhạy tuyệt đối hay cực tiểu phát hiện: là lượng nhỏ nhất của chất đó (thường tính bằng mcg) trong mẫu đem thử để ta có thể phát hiện được nó.

+ Độ nhạy tương đối hay nồng độ tối thiểu: là nồng độ nhỏ nhất của dung dịch mà phản ứng còn có thể quan sát được (thường tính bằng g/ml)

+ Độ loãng giới hạn: là giá trị nghịch đảo của nồng độ tối thiểu. Để xác định độ loãng giới hạn, người ta cho thực hiện phản ứng ở một nồng độ xác định, sau đó dùng dung môi pha loãng cho đến khi nào không còn xác định được phản ứng nữa thì đó là độ pha loãng giới hạn.

→ Phản ứng phân tích càng nhạy: nếu cực tiểu phát hiện, nồng độ tối thiểu càng nhỏ và độ pha loãng giới hạn càng lớn.

Ví dụ: phản ứng kết tủa xác định Na^+ bằng thuốc thử Streng trong ống nghiệm có độ nhạy tuyệt đối là 10mcg, nghĩa là phải có tối thiểu 10mcg Na^+ trong mẫu đem thử. Mặt khác, để quan sát được rõ ràng trong ống nghiệm thì thể tích dung dịch mẫu đem thử ít nhất là 0,5 ml. Vì vậy độ nhạy tương đối bằng $2 \cdot 10^{-5} \text{ g Na}^+/\text{ml}$.

Cũng phản ứng đó nhưng thực hiện bằng cách soi tinh thể dưới kính hiển vi thì thể tích dung dịch mẫu thử chỉ cần 0,001ml, theo đó độ nhạy tương đối vẫn là $2 \cdot 10^{-5} \text{ g Na}^+/\text{ml}$ (hay độ pha loãng 1/50.000 lần) nhưng độ nhạy tuyệt đối sẽ là 0,02 mcg (nhạy hơn 500 lần so với phản ứng trong ống nghiệm)

Ví dụ cho thấy độ nhạy phụ thuộc cách thực hiện phản ứng. Ngoài ra độ nhạy còn chịu ảnh hưởng của nhiều yếu tố khác như nhiệt độ, nồng độ thuốc thử, sự có mặt ion lạ,....

3.3. Phương pháp làm tăng độ nhạy của phản ứng phân tích:

- Vì độ nhạy của phản ứng liên quan đến cực tiểu phát hiện, nồng độ tối thiểu và độ pha loãng giới hạn tức là liên quan đến nồng độ chất cực tiểu cho nên việc cần làm là tập trung, làm tăng nồng độ và nhiều khi phải cô lập chất đó để phát hiện cho được.

Có thể làm tăng độ nhạy của phản ứng bằng các cách sau:

3.3.1. Dùng thuốc thử có độ tinh khiết cao

Tinh khiết hoá học hoặc tinh khiết quang học nhằm loại hết các tạp chất gây nhiễu đến kết quả phân tích

3.3.2. Sử dụng các biện pháp tập trung làm giàu chất:

+ Chung cất

+ Chiết ly

+ Kết tủa

+ Hấp phụ

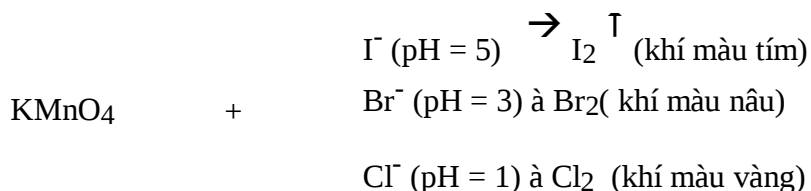
3.3.3. Thay đổi điều kiện của phản ứng phân tích

Ảnh hưởng pH của môi trường: giá trị pH quan trọng trong phân tích định tính:

+ pH quyết định lượng phản ứng.

+ pH quyết định sản phẩm phản ứng.

Thí dụ: hỗn hợp phản ứng có I^- , Br^- , Cl^- cần lần lượt tách từng thành phần một ra khỏi hỗn hợp.



3.3.4. Che và giải che các ion (dùng mặt nạ):

Trong thực hiện phân tích (dung dịch là hỗn hợp chất và ion) có chứa nhiều tạp chất gây nên những phản ứng phụ, ngăn cản phản ứng chính là phản ứng phân tích mà ta cần thực hiện, gây nhiễu cho kết quả phân tích. Khi đó thuốc thử:

- + Tác dụng với cả chất cần phân tích và cả với tạp chất $\rightarrow$ làm giảm độ nhạy của phản ứng phân tích.
- + Hoà tan mất sản phẩm của phản ứng phân tích, làm mất màu đặc trưng.
- + Tạo phức chất bền ảnh hưởng đến phát hiện chất.
- + Xảy ra oxy hoá khử: làm thay đổi tính trạng của chất cần phân

tích. **a. Che chắn tác dụng của phản ứng phụ:**

+ Sử dụng muối Sianur (CN^-), Thiosianur (SCN^-), florua (F^-), phosphat PO_4^{3-} , Thiosulfat ($S_2O_3^{2-}$) của kim loại kiềm và NH_4^+ **làm chất che vô cơ**.

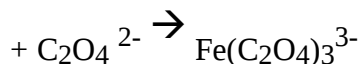
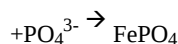
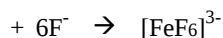
+ Sử dụng Acid ascorbic, A.Tartric, acid oxalic, a. Salysilic hoặc muối kim loại kiềm của chúng: Complexon, ThioUrea, Ethylendiamin, diethyldithioCarbamat, Uniton (2,3 di Mercapto Sulfonat Na) v.v... **làm chất che hữu cơ**.

- Phương pháp này đã được sử dụng rộng rãi trong hoá phân tích và hoá học nói chung.

Thí dụ:

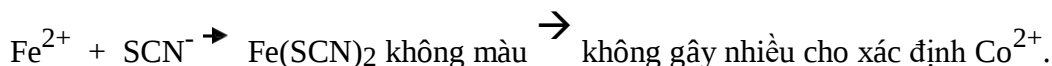


Tạp gây nhiễu $\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$ màu đỏ máu. (2)
 (1), (2) $\rightarrow$ màu kết hợp nâu sẫm $\rightarrow$ ngăn cản xác định Co^{2+} Để
 ngăn cản tạo màu đỏ $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ cho Fe^{3+} tác dụng trước với



$\rightarrow$ làm cho màu xanh cobalt $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ thể hiện thật rõ ràng. -

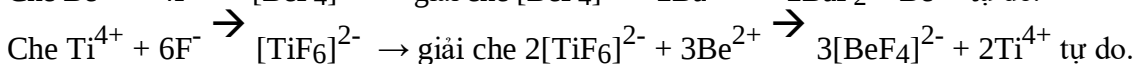
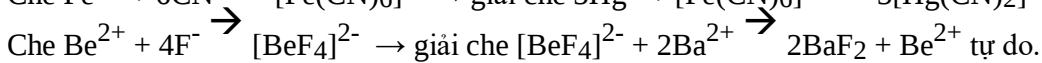
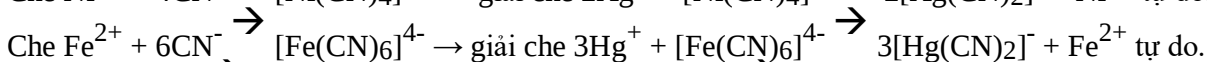
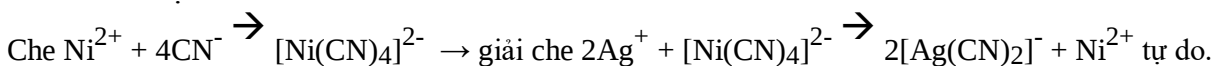
Cũng có thể khử Fe^{3+} về Fe^{2+}



b. Giải che: Những ion đã được che được dùng phản ứng hoá học để đưa về trạng thái tự do đúng hơn là trạng thái solvat (Hydrat).

- Cho ion bị che tác dụng với thuốc thử. Thuốc thử này tạo với các phối tử (Ligand) của phức chất che một phức chất khác bền hơn kết quả là một ion được giải phóng.

Thí dụ:



3.4. Thuốc thử: (Reactive).

- Thuốc thử là công cụ sắc bén của người làm thí nghiệm hoá học:

+ Để xác định nhận biết các chất, thành phần hoá học của chúng.

+ Để xác định cấu tạo của các hợp chất cần phân tích.

a. Phân loại thuốc thử:

Theo độ tinh khiết có các loại sau

		Hàm lượng chất chính	Hàm lượng tạp
Kỹ thuật	Technical	0,99	0,01 (10^{-2})
Tinh khiết	Pure	0,999	0,001 (10^{-3})
Tinh khiết phân tích	Analytical pure (PA)	0,9999	0,0001 (10^{-4})
Tinh khiết hoá học	Chemical pure (CP)	0,99999	0,00001 (10^{-5})
Tinh khiết quang học	Speetrel pure SP	0,999999	10^{-6}
Tinh khiết bán dẫn	Semi condutor – P SCP	0,999999999	10^{-9}

Phân loại thuốc thử theo tác dụng phân tích gồm các loại:

- Thuốc thử chọn lọc:

Phản ứng với một số có hạn các ion riêng biệt, các ion này đôi khi không cùng một nhóm phân tích với nhau.

- Thuốc thử nhóm:

Phản ứng với tất cả ion trong nhóm phân tích.

- Thuốc thử đặc hiệu hay thuốc thử riêng

Là thuốc thử chỉ cho phản ứng đặc hiệu với một ion hoặc một chất. Ví dụ hồ tinh bột chỉ cho màu xanh với iod

- Một số thuốc thử đặc dụng (đã được thực tiễn phân tích công nhận) được mang tên tác giả của chúng.

Thí dụ: thuốc thử Tsugaev với Ni^{2+} là dimethyl Glyoxin. Thuốc thử Nestler là dung dịch kiềm của $K_2[HgI_4]$. Thuốc thử Streng - Magne Uranyl Acetat.

b. Yêu cầu đối với thuốc thử:

Phải tinh khiết, nhạy và đặc hiệu

Độ tinh khiết là yêu cầu quan trọng nhất. Các thuốc thử hóa học xếp theo độ tinh khiết tăng dần như sau:

Loại kỹ thuật thường dùng làm nguyên liệu ban đầu

Loại tinh khiết để thử nghiệm hóa học nói chung

Loại tinh khiết để phân tích

Loại tinh khiết hóa học để làm chất chuẩn

Loại tinh khiết quang học dùng trong phân tích quang phổ

4. Các nhóm phân tích.

- Trong phân tích định tính các chất vô cơ, người ta chủ yếu sử dụng chất dung dịch muối, acid bazo hoà tan trong dung môi là nước, trong trạng thái điện ly.

Do vậy: phân tích hoá học dung dịch nước của các chất điện ly được giới hạn ở phép **xác định các ion riêng biệt** (cation và anion) chứ không phải là xác định nguyên tố hoặc các hợp chất của chúng.

Phân tích định tính cation:

Để phân tích định tính các cation người ta có thể dùng đường lối phân tích riêng biệt hay phân tích hệ thống, thông thường là kết hợp cả 2 cách này.

Có 2 đường lối chủ yếu để phân tích hệ thống các cation là đường lối theo phương pháp dùng H_2S và đường lối theo phương pháp acid-base.

Đường lối theo phương pháp dùng H_2S dựa trên sự khác nhau về độ tan của nhiều sulfid kim loại để tách các cation thành 5 nhóm. Đường lối này khá chặt chẽ cho kết quả chính xác, phát hiện triệt để các cation kể cả khi chúng nằm trong phức. Tuy nhiên, nhược điểm của nó là H_2S có mùi khó chịu, rất độc hại và trong quá trình phân tích gặp nhiều dung dịch keo của S rất khó xử lý. Vì thế ngày nay phương pháp này hầu như không còn sử dụng nữa.

Đường lối theo phương pháp acid base chủ yếu dựa trên khả năng tạo tủa, phức chất với các acid – base như HCl , H_2SO_4 , NaOH , NH_4OH .

Sự hình thành 6 nhóm cation theo phương pháp acid – base như sau:

Nhóm cation	Cation
I	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}
II	Ba^{2+} , Ca^{2+}
III	Zn^{2+} , Al^{3+}
IV	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+}
V	Mg^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}
VI	K^+ , Na^+ , NH_4^+

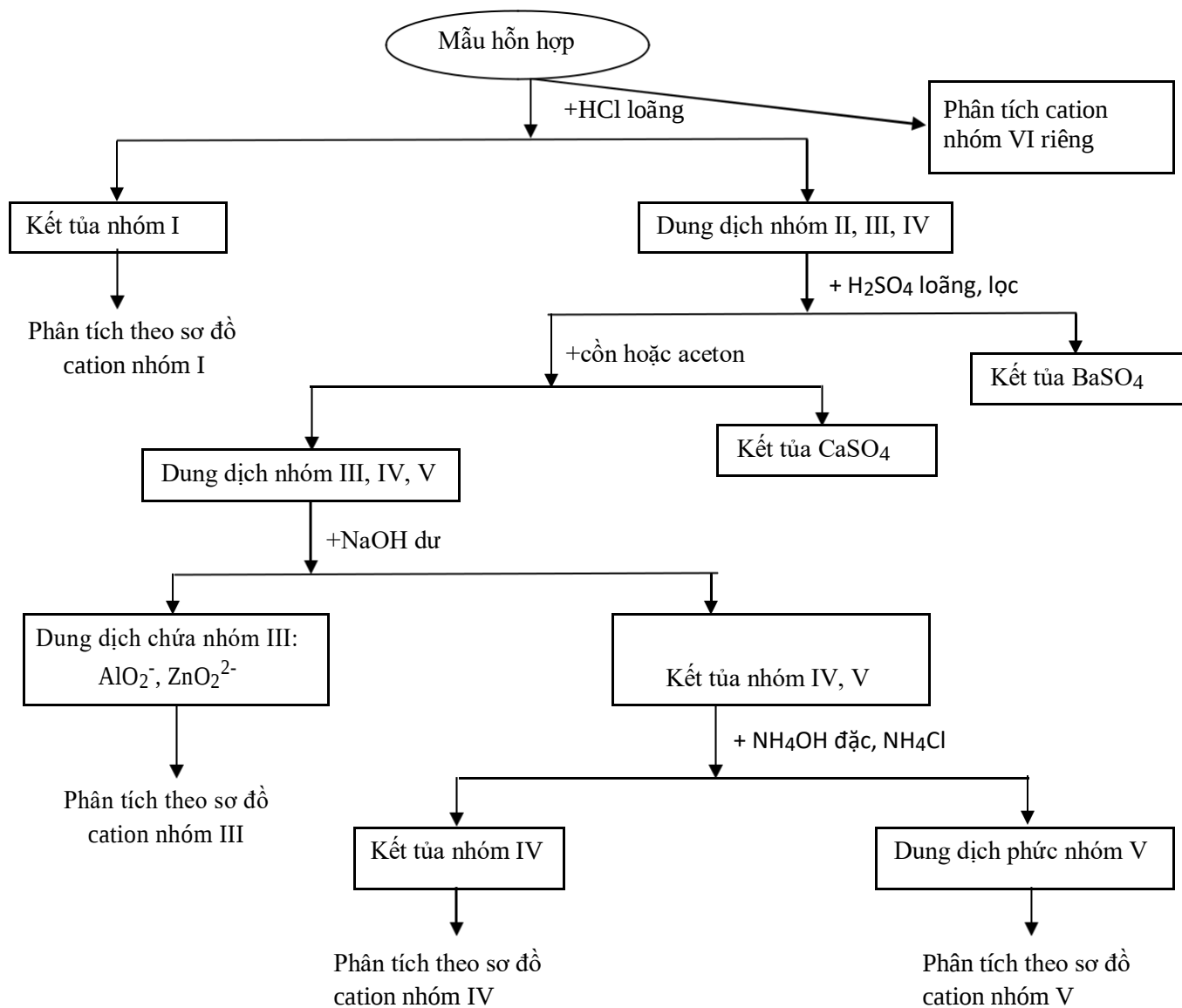
Phân tích định tính anion

Trong giáo trình này, số anion được quan tâm được chia thành 3 nhóm:

Nhóm anion	Anion
I	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}
II	AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-}
III	SO_3^{2-} , SO_4^{2-}

Sự phân chia ion thành các nhóm phân tích chứng tỏ có mối liên hệ giữa sự phân nhóm các ion với tính chất của các nguyên tố trong hệ thống tuần hoàn Mendeleev nhưng đây không phải là những mối liên hệ trực tiếp mà là một mối liên hệ logic, hệ quả của những hoạt động thực tiễn của loài người trong lĩnh vực này.

SƠ ĐỒ PHÂN TÍCH 6 NHÓM CATION



5. Các kỹ thuật cơ bản trong thực hành hóa phân tích định tính

Vì phải sử dụng những thể tích dung dịch khá nhỏ, sinh viên cần phải làm:

- Kỹ lưỡng.
- Sạch sẽ (ống hút nào để vào đúng lọ này, đừng bỏ giấy bừa bãi trên mặt bàn).
- Ly tâm và rửa thật kỹ kết tủa, không để lẫn các cation của các nhóm sau.

5.1. Cách làm tủa

5.1.1. Thử độ acid trước khi thêm thuốc thử.

Thử bằng giấy quỳ xem độ acid của dung dịch có đúng như trong sách dạy hay không. Nếu phản ứng phải được thực hiện ở môi trường acid, giấy quỳ phải đỏ. Trong trường hợp môi trường có tính baz, giấy quỳ phải xanh.

Có rất nhiều trường hợp ta không tủa được vì độ acid không đúng như trong lời dẫn

5.1.2. Thêm thuốc thử từng giọt một và theo đúng số giọt dẫn trong sách.

5.1.3. Lắc mạnh sau mỗi lần thêm một giọt thuốc thử:

Để cho dung dịch và thuốc thử được trộn đều, xong đợt tủa lắng xuống rồi hãy thêm một giọt thuốc thử mới (ngoại trừ trường hợp cần phân cách thuốc thử với dung dịch không cho trộn lẫn nhau, sẽ có lời dẫn riêng). Nên lưu ý đừng để thuốc thử dính ở thành ống nghiệm vì với phương pháp bán vi phân tích, số lượng thuốc thử dính đó nhiều khi rất đáng kể.

5.1.4. Phải làm tủa hoàn toàn một ion trước khi qua ion một nhóm khác

Muốn vậy sau khi thêm thuốc thử, đem ly tâm rồi thêm một giọt thuốc thử vào nước ly tâm. Nếu thấy còn tủa tức là ta chưa cho đủ thuốc thử. Khi ấy phải thêm thuốc thử, đem ly tâm rồi thử trở lại cho tới khi không còn tủa mới thôi.

5.2. Cách hút ly tâm ở phía trên chất tủa

Lấy một ống hút, bóp chặt nút cao su, đưa đầu ống vào trong dung dịch, cách mặt chất tủa độ vài mm, buông từ từ để mực nước dâng lên. Làm như thế hai ba lần cho đến khi nào hút hết nước ly tâm mới thôi. Nên tránh đừng phải tủa. Nước ly tâm này sẽ được đưa qua một ống nghiệm khác để tìm các cation khác.

5.3. Cách rửa kết tủa

Thêm một ít nước (5 – 10giọt) (hoặc dung dịch rửa khi có lời dẫn riêng). Lắc mạnh cho tủa tách khỏi đáy ống nghiệm và hoà đều trong nước. Đem ly tâm, hút nước ly tâm ra. Nước này có thể bỏ đi hoặc giữ lại để tìm ion khác tùy theo lời dẫn.

5.4. Cách hòa tan chất kết tủa

Thêm từ từ acid (hoặc baz). Lắc mạnh sau mỗi giọt. BM (Bain Marie) nếu cần. Thêm từ từ như thế cho đến khi tan hết chất tủa mới thôi. Nên nhớ đừng nên dùng dư acid (hoặc baz) có thể có hại cho các phản ứng sau này.

5.5. Cách đun ống nghiệm

Phần lớn các phản ứng cần đun nóng đều được đun cách thủy (BM). Như vậy tránh được việc dung dịch trong ống nghiệm có thể bắn ra ngoài nguy hiểm.

Nếu cần đun cạn một lượng nhỏ dung dịch (5 - 15 giọt) có thể để trong ống nghiệm mà đun, khi đun để cách xa ngọn lửa vừa đun vừa lắc.

Nếu cần đun cạn một lượng tương đối nhiều dung dịch (2 – 5ml) nên dùng chén chung để trên ngọn lửa đèn gaz có lưới ngăn, cũng vừa đun vừa lắc hoặc dùng đũa khuấy để tránh dung dịch bắn ra ngoài, nhất là lúc gần cạn.

Nên nhớ, khi lấy chén chung hay ống nghiệm ra khỏi ngọn lửa, chén chung hay ống nghiệm vẫn còn đủ nóng để tiếp tục làm bay hơi dung dịch. Cần lưu ý điều này khi có lời dặn “không được đun tới khô”. Để ý số lượng đáng kể dung dịch dính trên chén chung, phải tráng cho sạch.

5.6. Cách quan sát mẫu phản ứng.

Quan sát màu sắc, nhìn trên nền trắng.

Quan sát màu trắng hoặc quan sát một dung dịch có ít tủa, chỉ thấy đục: nhìn trên nền đen.

Quan sát màu của khí bốc lên: nhìn theo trục ống từ trên xuống dưới, đặt ống nghiệm thẳng đứng trên nền trắng. Cần thận lấy ra khỏi lửa trước khi quan sát để dung dịch khỏi bắn vào mắt.

5.7. Chú ý cách dùng máy ly tâm

Máy ly tâm khi quay phải chứa 2 ống nghiệm đặt trong 2 ống đối xứng, các ống ấy phải có trọng lượng gần bằng nhau để máy được cân bằng. Nếu không, máy sẽ rung mạnh khi quay và rất mau hư.

Vì vậy nếu chỉ có một người dùng máy thì nhớ đặt thêm một ống nghiệm chứa một thể tích nước bằng thể tích dung dịch trong ống nghiệm phải ly tâm. Tốt nhất là đợi một người bạn để hai người dùng máy một lượt.

Bắt đầu quay từ từ. Nếu thấy máy rung mạnh, ngừng quay tức khắc, xem lại coi hai ống nghiệm nằm trong hai ống đối xứng có khối lượng bằng nhau hay không.

Khi ngừng, buông tay cho máy ngừng quay từ từ. Ngừng gấp ống nghiệm có thể bay ra ngoài

Trước khi quay cần kiểm soát các con ốc gắn máy ly tâm vào bàn có lỏng không, nếu có, nhờ nhân viên trong phòng siết chặt lại. Sinh viên phải lưu ý quay theo chiều mũi tên vẽ trên máy ly tâm (chiều của tay quay) để tránh sự nối lỏng con ốc sẽ làm văng các ống ra ngoài rất nguy hiểm

Thường chỉ quay độ 30 – 40 vòng là nước ở trên đã trong. Riêng trường hợp các hidroxid và sunfur khi mới trầm hiện lần đầu (chưa rửa) đòi hỏi một thời gian quay lâu hơn từ 2 đến 5 lần. Nên chịu khó quay khá lâu để tất cả trầm hiện lắng xuống dưới.

Chương II. PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH THEO NHÓM

BÀI 1: CATION NHÓM I (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+})

A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM I.

1. Thuộc thử nhóm.

Nhóm I có khả năng tạo kết tủa với hầu hết các acid (trừ HNO_3). Tuy nhiên, chỉ có HCl 2N thì tạo kết tủa với nhóm này mà không tạo tủa với cation nhóm khác. Vì thế, HCl chính là thuốc thử để tách các cation của nhóm I ra khỏi các cation khác.

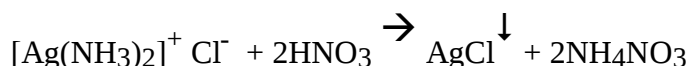
Từ các muối kết tủa này, ta lại tách chúng ra và nhận biết chúng bằng các phản ứng đặc trưng của chúng

2. Phản ứng nhóm



AgCl tan trong dung dịch NH_4OH do tạo phức $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ \text{Cl}^-$

Khi acid hóa dung dịch $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ \text{Cl}^-$ thì kết tủa AgCl xuất hiện trở lại



PbCl_2 không tan trong dung dịch NH_4OH

Độ tan của muối PbCl_2 phụ thuộc rất nhiều vào nhiệt độ (tan trong nước nóng) nên có thể tách PbCl_2 ra khỏi AgCl và Hg_2Cl_2 bằng nước nóng



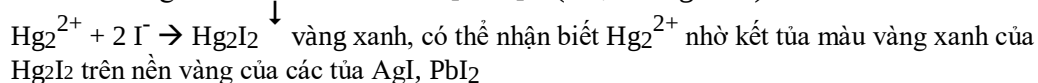
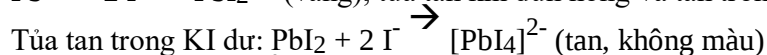
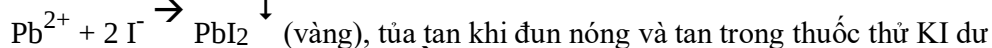
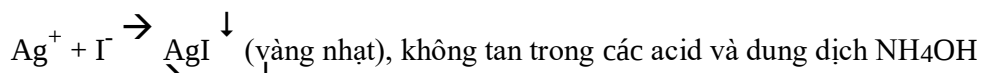
Hg_2Cl_2 tạo kết tủa đen khi tác dụng với dung dịch NH_4OH do



2H₂O 3. Phản ứng đặc trưng.



Với KI



Khi KI dư: $\text{Hg}_2\text{I}_2 + 2 \text{I}^- \rightarrow [\text{HgI}_4]^{2-} + \text{Hg}$

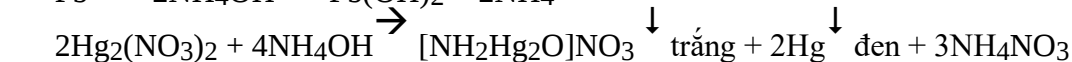
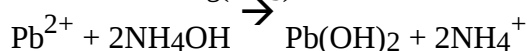
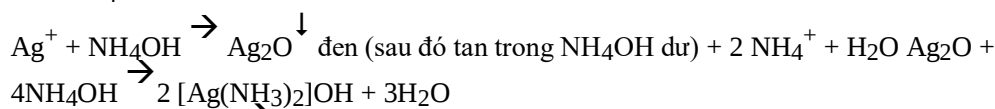
❖ Với H_2SO_4 loãng



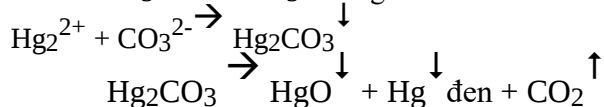
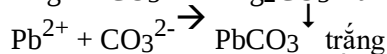
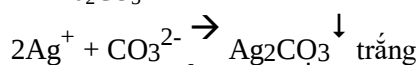
Tủa không tan trong acid loãng, nhưng tan trong acid H_2SO_4 đặc, HCl đặc và NaOH đặc

Ag^+ và Hg_2^{2+} chỉ tạo được kết tủa với SO_4^{2-} khi nồng độ của chúng tương đối lớn

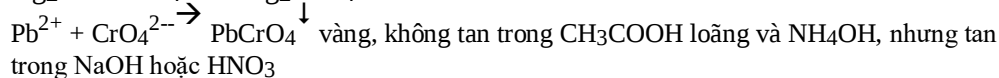
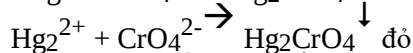
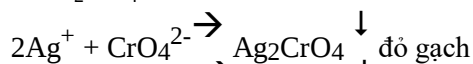
❖ Với NH_4OH



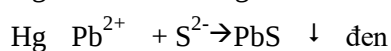
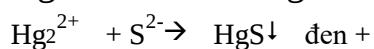
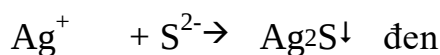
❖ Với Na_2CO_3



❖ Với K_2CrO_4

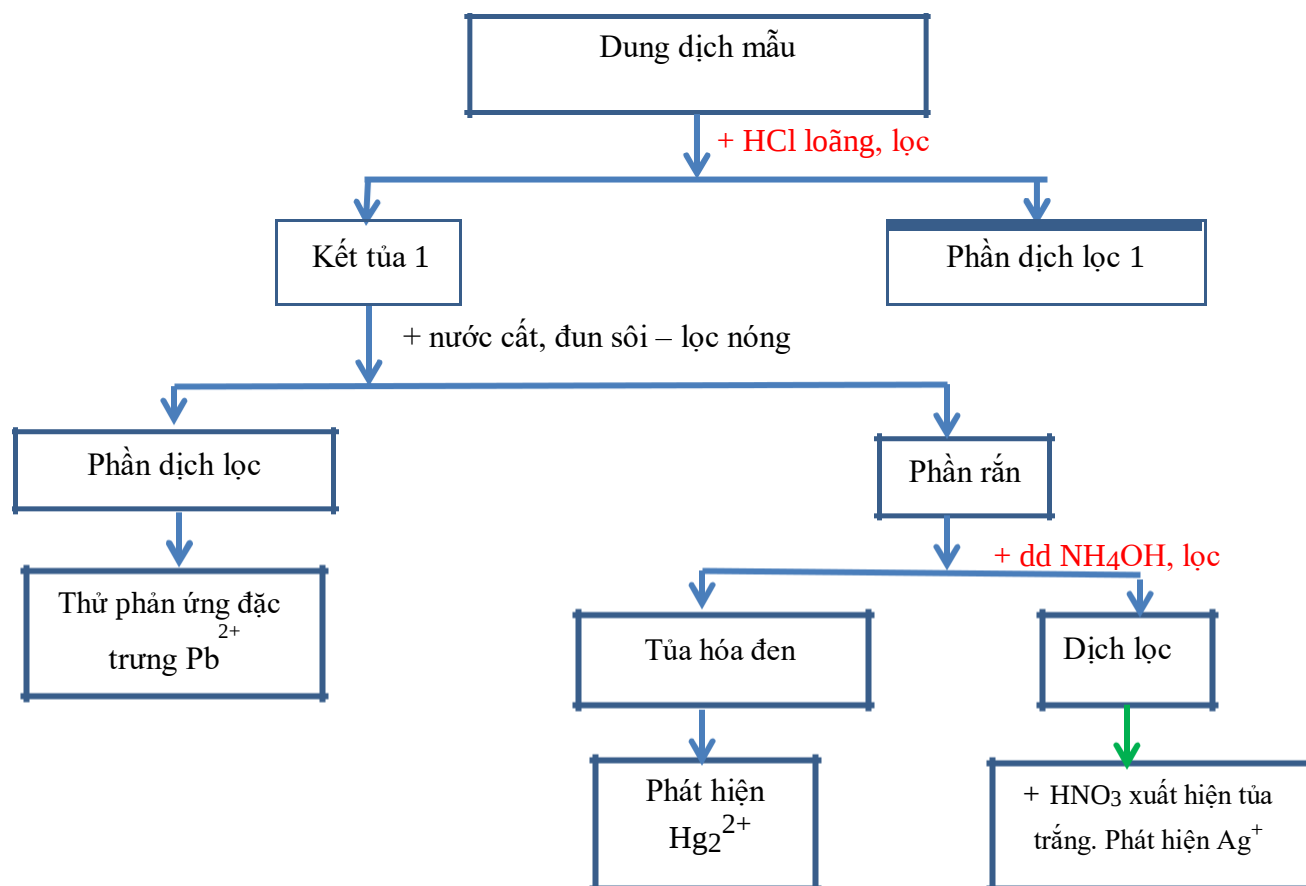


❖ Với dung dịch H_2S

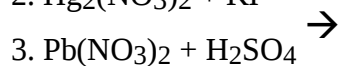
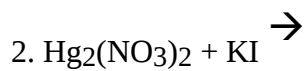
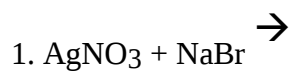


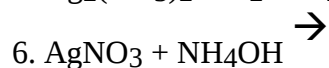
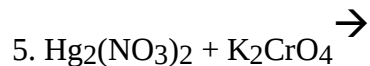
4. Sơ đồ phân tích cation nhóm 1

Cho mẫu dung dịch chứa hỗn hợp các cation. Ta dùng thuốc thử nhóm 1 để tách nhóm 1 ra khỏi các nhóm còn lại. Sau đó tiến hành phân tích tủa, để xác định các cation trong nhóm 1

**BÀI TẬP BÀI 1**

1.1/. Hãy hoàn thành các phương trình phản ứng và nêu hiện tượng





1.2/. Cho 4 dung dịch AgNO_3 , $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, NaNO_3 chứa trong 4 lọ dung dịch mất nhãn. Trình bày cách nhận biết các lọ hóa chất trên bằng một thuốc thử.

1.3/. Khi dùng NH_4OH để hòa tan hỗn hợp AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 . Chất nào sẽ tan.

1.4/. Khi đun nóng hỗn hợp AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 với nước thì chất nào sẽ tan.

1.5/. Trong sơ đồ phân tích cation nhóm 1, làm thế nào để xác định trong dịch lọc 1 còn dư cation nhóm 1 hay không?

1.6/. Cho dung dịch chứa hỗn hợp cation nhiều nhóm. Trình bày cách định tính các cation nhóm 1 trong dung dịch đó

1.7/. Cho dung dịch chỉ chứa các cation nhóm 1. Trình bày cách định tính các cation trong nhóm đó.

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM I.**1. Dụng cụ - Hóa chất thí nghiệm:****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Cốc thủy tinh

Giấy lọc

Ống nhỏ giọt

Phễu lọc

Bình nước cất

Đũa thủy tinh

Bếp đun

Hóa chấtDung dịch mẫu Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

HCl 2N

 K_2CrO_4 0,5N

NaOH 2N

KI 2N

 NH_4OH 2N Na_2CO_3 2N H_2SO_4 2N CH_3COOH 2N**2. Phần thử nghiệm chung:**

Thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Với thuốc thử nhóm			
2.1.1. Ag^+ a/. 3gi dd $\text{Ag}^+ + 3\text{gi HCl 2N}$. Quan sát b/. Sau đó nhỏ từ từ NH_4OH vào ống nghiệm trên đến khi tủa tan. Quan sát dung dịch			
2.1.2. Pb^{2+} a/. 3 gi dd $\text{Pb}^{2+} + 3\text{gi HCl 2N}$. Quan sát b/. Sau đó nhỏ khoảng 1ml NH_4OH vào ống nghiệm trên. Quan sát tủa tan hay không c/. Lập lại thí nghiệm a. Sau đó thêm 1 ml nước cất rồi đun nóng ống nghiệm. Quan sát			
2.1.3. Hg_2^{2+} a/. 3 gi dd $\text{Hg}_2^{2+} + 3\text{gi HCl 2N}$. Quan sát b/. Sau đó nhỏ 1ml NH_4OH vào ống nghiệm trên. Quan sát			
2.2. Với thuốc thử từng cation			

2.2.1. Phản ứng đặc trưng của Ag^+			
a/. 5gi dd Ag^+ + 5 gi KI. Quan sát Sau đó cho thêm 1ml NH_4OH vào. Quan sát tủa tan hay không			
b/. 5gi dd Ag^+ + 5 gi K_2CrO_4			
c/. 5gi dd Ag^+ + 5 gi Na_2CO_3			
d/. 5gi dd Ag^+ + 2 gi NH_4OH . Quan sát. Sau đó thêm NH_4OH đến dư			
2.2.2. Phản ứng đặc trưng của Pb^{2+}			
a/. 2 gi dd Pb^{2+} + 2 gi KI. Quan sát			
b/. Sau đó thêm 1-4 ml KI vào ống nghiệm trên đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch			
c/. Lặp lại thí nghiệm a. Sau đó thêm 1ml nước, đun nóng			
d/. 2 gi dd Pb^{2+} + 2 giọt K_2CrO_4			
e/. Sau đó cho thêm CH_3COOH vào ống nghiệm trên. Quan sát			
f/. Lặp lại thí nghiệm d. Sau đó cho thêm NaOH vào đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch			
g/. 5gi dd Pb^{2+} + 5gi H_2SO_4 2N			
h/. 5gi dd Pb^{2+} + 5 gi Na_2CO_3			
2.2.3. Phản ứng đặc trưng của Hg_2^{2+}			
a/. 5gi dd Hg_2^{2+} + 5gi NH_4OH			
b/. 5gi dd Hg_2^{2+} + 5gi KI 2N. Quan sát. Sau đó thêm KI đến dư, quan sát			
c/. 5gi Hg_2^{2+} + 5gi K_2CrO_4 0,5N			
d/. 5gi dd Hg_2^{2+} + 5gi Na_2CO_3 2N			

Chú ý: mỗi thí nghiệm lặp lại 3 lần

3. Phần thử nghiệm phát hiện ion trong mẫu

Mỗi nhóm nhận một mẫu dung dịch đã được mã hóa từ giảng viên. Sau đó tiến hành phân tích theo sơ đồ phân tích cation nhóm 1 để xác định có những cation nhóm 1 nào trong mẫu đó.

Lưu ý khi thực hiện phân tích theo sơ đồ: Khi cho HCl vào để kết tủa nhóm 1, phải chắc chắn rằng lượng HCl cho vào đã làm kết tủa hoàn toàn cation nhóm 1. Kiểm tra bằng cách thêm vài giọt HCl vào phần dịch lọc 1, nếu vẫn còn tủa thì tiến hành lọc tiếp, đến khi nào dịch lọc 1 không còn tạo tủa với HCl thì mới bắt đầu thực hiện phân tích tiếp theo.

BÀI 2: CATION NHÓM II (Ba^{2+} , Ca^{2+})

A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM II

1. Thuốc thử nhóm

Nhóm II sử dụng thuốc thử nhóm là H_2SO_4 2N tạo kết tủa màu trắng.

2. Phản ứng nhóm.



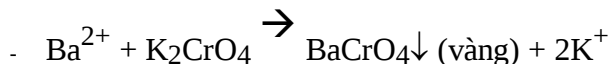
Kết tủa rất bền được sử dụng để định lượng Ba^{2+} và



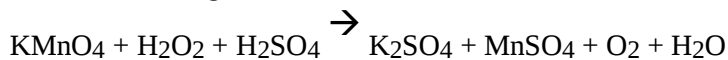
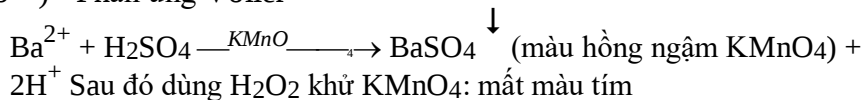
CaSO_4 có tích số tan tương đối lớn, nên sẽ không tạo kết tủa khi nồng độ các ion thấp, vì vậy phải cho thêm aceton hoặc cồn vào mới xuất hiện kết tủa keo màu trắng.

3. Phản ứng của cation với các thuốc thử đặc trưng.

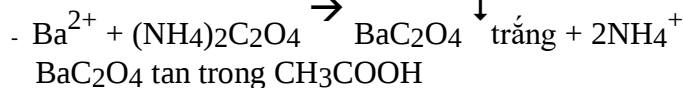
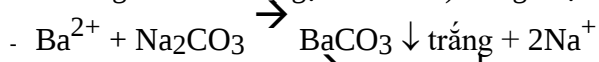
* Ion Ba^{2+}



Kết tủa này không tan trong NaOH 2N và CH_3COOH 2N (phân biệt với Pb^{2+}) - Phản ứng Voller



Nhưng tủa BaSO_4 (ngậm KMnO_4) vẫn giữ lại màu hồng.

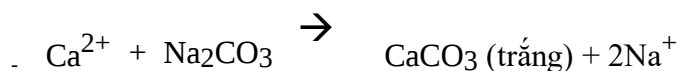


* Ion Ca^{2+}



Kết tủa bền không tan trong CH_3COOH 2N nhưng tan trong HNO_3 , HCl , H_2SO_4 2N (phân biệt với BaC_2O_4)

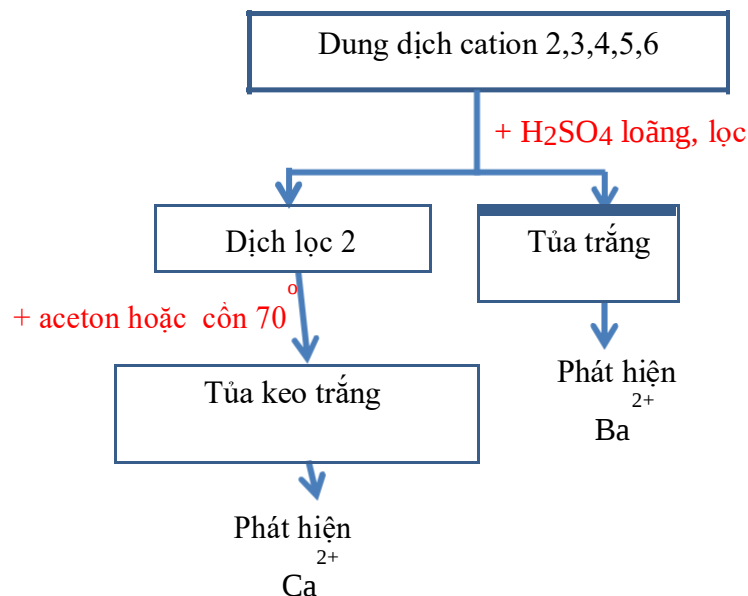
Được sử dụng làm phản ứng định lượng Ca^{2+} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.



4. Sơ đồ phân tích cation nhóm 2

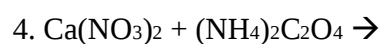
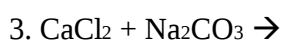
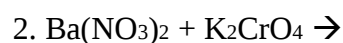
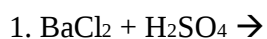
Từ dung dịch mẫu ban đầu, sau khi phân tích cation nhóm 1, lấy phần dịch lọc 1

(trong sơ đồ phân tích cation nhóm 1) chứa các cation nhóm 2, 3, 4, 5, 6 ta tiếp tục phân tích cation nhóm 2



BÀI TẬP BÀI 2

2.1. Hoàn thành các phương trình phản ứng và nêu hiện tượng



2.2. Hãy giải thích vì sao có thể dùng ammoni oxalate trong môi trường acid acetic để định tính Ca^{2+} trong dung dịch

2.3. Có thể dùng K_2CrO_4 trong kiềm để định tính Ba^{2+} trong dung dịch hay không? Giải thích.

2.4. Hãy nêu vai trò của nước oxy già trong phản ứng Voller

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM 2**1. Dụng cụ - Hóa chất thí nghiệm:****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Ống nhỏ giọt

Đũa thủy tinh

Phễu lọc

Giấy lọc

Bình nước cất

Hóa chấtDung dịch mẫu Ba^{2+} , Ca^{2+} $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2N.

HCl 2N

 H_2SO_4 2NEthanol 70⁰ K_2CrO_4 0,1N CH_3COOH 2N KMnO_4 0,1N H_2O_2 30% Na_2CO_3 2N**2. Phần thử nghiệm chung**

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Với thuốc thử nhóm II			
a/. 5gi Ba ²⁺ + 5gi H ₂ SO ₄ 2N			
b/. 5gi Ca ²⁺ + 5gi H ₂ SO ₄ 2N. Quan sát Sau đó cho thêm 5 gi cồn. Quan sát			
2.2. Với thuốc thử từng cation			
2.2.1. Cation Ba ²⁺			
a/. 5gi dd Ba ²⁺ + thêm 5 gi K ₂ CrO ₄			
b/. Sau đó thêm 1ml CH ₃ COOH vào ống nghiệm trên. Quan sát			
c/. Lặp lại thí nghiệm a. Sau đó thêm 1ml NaOH vào ống nghiệm. Quan sát			
d/. 5gi dd Ba ²⁺ + 2gi KMnO ₄ , 5gi H ₂ SO ₄ 2N Đề yên 10 phút. Sau đó thêm từ từ từng giọt H ₂ O ₂ đến khi dd trong suốt. Quan sát tua			
e/. 5gi dd Ba ²⁺ + 5 gi Na ₂ CO ₃			
2.2.2. Cation Ca ²⁺			
a/. 5gi dd ion Ca ²⁺ + 5 gi (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ . Quan sát. Sau đó thêm 1 ml CH ₃ COOH. Quan sát			
b/. 5gi dd Ca ²⁺ vào ống nghiệm + 5 gi Na ₂ CO ₃			

Chú ý: mỗi thí nghiệm lặp lại 3 lần**3. Phần thử nghiệm phát hiện ion trong mẫu**

Mỗi nhóm nhận một mẫu dung dịch đã được mã hóa từ giảng viên. Sau đó tiến hành phân tích theo sơ đồ phân tích cation nhóm 2 để xác định có những cation nhóm 2 nào trong mẫu đó.

Lưu ý khi thực hiện phân tích theo sơ đồ: để tránh nhầm lẫn khi phân tích xác định Ca^{2+} , phải kiểm tra dịch lọc 2 với H_2SO_4 để đảm bảo Ba^{2+} đã được rửa hoàn toàn

BÀI 3: CATION NHÓM III (Zn^{2+} , Al^{3+})

A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM III.

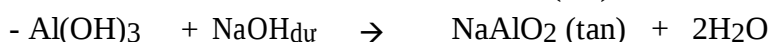
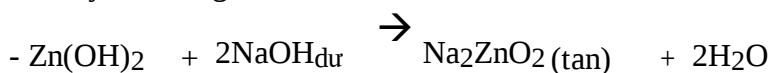
1. Thuốc thử nhóm.

Cation nhóm III sử dụng thuốc thử nhóm là NaOH 2N lấy lượng dư. Nhóm 3 sẽ tan trong dung dịch, các cation nhóm 4,5 sẽ tạo kết tủa hydroxyt. Từ đó tách nhóm 3 ra khỏi các nhóm còn lại

2. Phản ứng nhóm.



Khi lấy dư lượng NaOH 2N



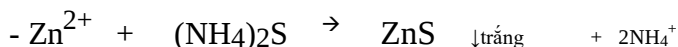
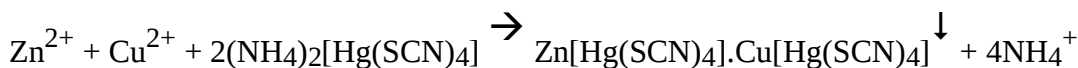
Các chất Na_2ZnO_2 và NaAlO_2 tạo tủa Zn(OH)_2 và Al(OH)_3 trong môi trường acid yếu (ví dụ NH_4Cl). Nếu cho thêm NH_4OH dư thì tủa Zn(OH)_2 sẽ tan, còn Al(OH)_3 không tan.

3. Các phản ứng đặc trưng.

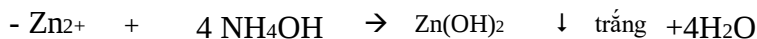
* Ion Zn^{2+}

- Phương pháp của Montequi:

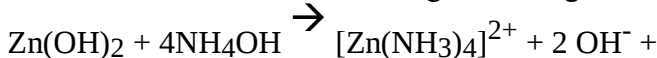
Dùng dung dịch amoni thủy ngân thiocyanua $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ (hay còn gọi là Montequi A), với dung dịch Cu^{2+} (Montequi B) có thể nhận biết được sự có mặt của Zn^{2+} do tạo thành kết tủa màu tím



Kết tủa này tan trong acid vô cơ, nhưng không tan trong CH_3COOH và NaOH



Khi NH_4OH dư, tủa tan, tạo dung dịch trong suốt:

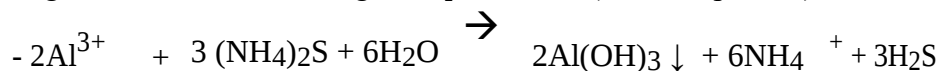


4H₂O * Ion Al^{3+}

- Dùng thuốc thử Aluminon

Aluminon là muối triammoni của acid aurin tricacboxylic, thường được dùng để nhận biết sự có mặt của Al^{3+} . Tuy nhiên, aluminon không phải là thuốc thử đặc hiệu của Al^{3+} , vì nó cũng có thể tạo kết tủa với một số cation khác như Ca^{2+} , Be^{2+} , Fe^{3+} ,

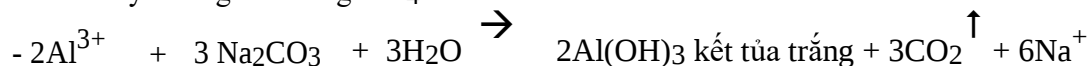
Phản ứng hình thành kết tủa bông đỏ ở pH = 4 – 6 (tối ưu là pH = 4), nhiệt độ 80-100°C



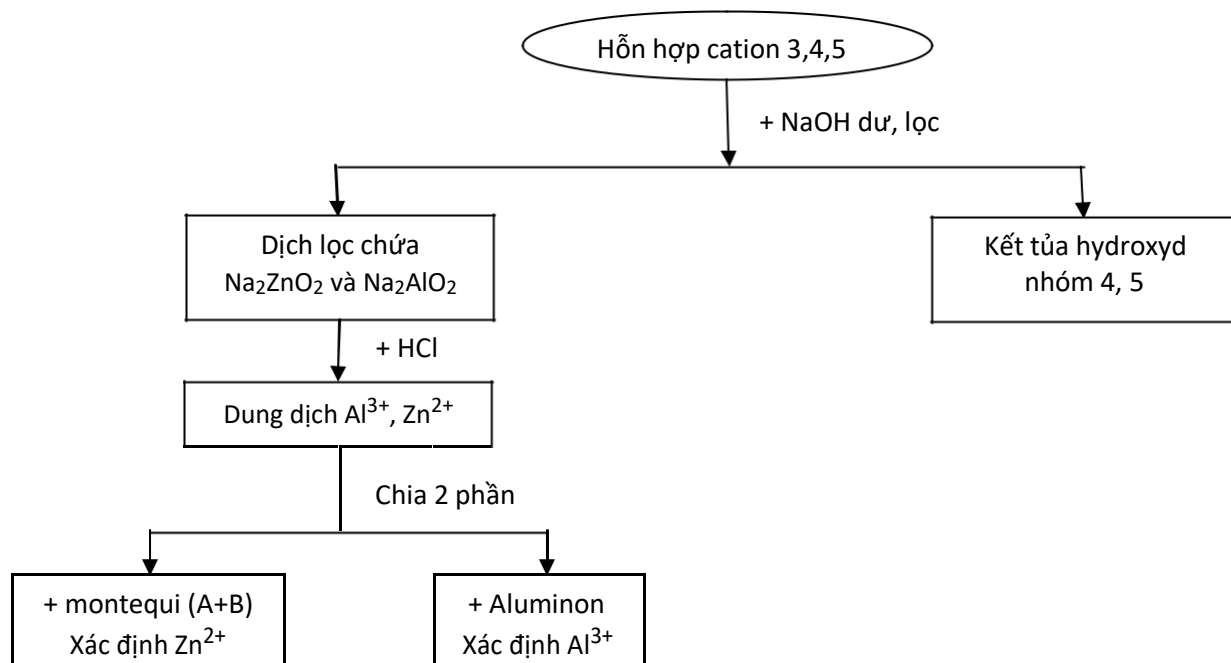
Al^{3+} chỉ tạo tủa với S^{2-} trong môi trường trung tính hoặc kiềm yếu, trong môi trường acid nó không tạo tủa



Kết tủa này không tan trong NH_4OH dư



4. Sơ đồ phân tích cation nhóm 3



BÀI TẬP BÀI 3

3.1. So sánh cation Al^{3+} và Zn^{2+} khi cho tác dụng với NH_4OH dư?

3.2. Để định tính cation Al^{3+} trong dung dịch có mặt Ca^{2+} , Fe^{3+} có thể dùng Aluminon hay không? Giải thích

3.3. Thuốc thử Montequi A là gì? Montequi B là gì?

3.4. Trình bày sơ đồ phân tích định tính hỗn hợp cation nhóm 1, 2, 3

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM III**1. Dụng cụ - Hóa chất thí nghiệm:****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Ống nhỏ giọt

Đũa thủy tinh

Phễu lọc

Giấy lọc

Bình nước cất

Hóa chấtDung dịch Zn^{2+} Dung dịch Al^{3+}

NaOH 2N

 CH_3COOH 2N

Montequi A

Montequi B

 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 2N Na_2CO_3 2N

Aluminon

 NH_4Cl 1N NH_4OH 1N**2. Phần thử nghiệm chung**

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Với thuốc thử nhóm			
a/. 5gi dd Zn^{2+} thêm 2 gi NaOH. Quan sát Sau đó nhỏ tiếp NaOH 2N đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch Sau đó nhỏ tiếp			
b/. 5gi dd Al^{3+} thêm 3 gi NaOH 2N. Quan sát Sau đó nhỏ tiếp NaOH 2N đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch			
2.2. Thực hiện các phản ứng với TT cation:			
2.2.1. Các TT của cation Zn^{2+}			
a/. 2gi dd Zn^{2+} + 5gi Montequi A và 3 gi Montequi B. Lắc đều. Để yên 2 phút, quan sát			
b/. 5gi dd Zn^{2+} + 5gi $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Quan sát			

c/. 5gi dd Zn^{2+} thêm 5gi Na_2CO_3 . Quan sát			
d/. 5gi dd Zn^{2+} + 2 gi NH_4OH . Quan sát Sau đó thêm NH_4OH đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch			
2.2.2. Các TT của cation Al^{3+}			
a/. 5gi dd Al^{3+} thêm 5gi Aluminon. Điều chỉnh pH dung dịch từ 4 – 6. Sau đó đun sôi. Quan sát			
b/. 5gi dd Al^{3+} + 3gi NH_4OH . Quan sát Sau đó thêm tiếp 2ml NH_4OH . Quan sát			
c/. 5gi dd Al^{3+} thêm 5gi Na_2CO_3 . Quan sát			

3. Thử nghiệm phân tích cation nhóm 3 trong hỗn hợp cation nhóm 3,4,5

Phân tích theo sơ đồ

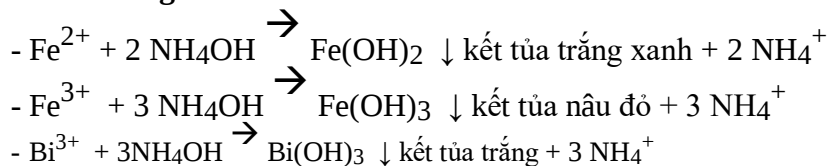
BÀI 4: CATION NHÓM IV (Fe^{2+} , Bi^{3+} , Fe^{3+})

A ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM IV.

1. Thuộc thử nhóm

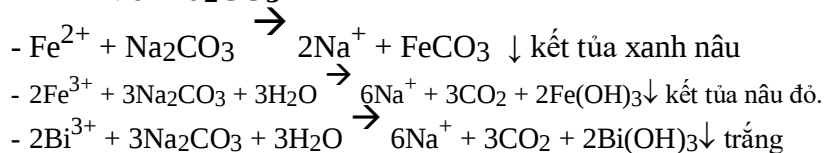
Cation nhóm IV sử dụng thuốc thử nhóm là NH_4OH 1N và NH_4Cl 1N.

2. Phản ứng nhóm:

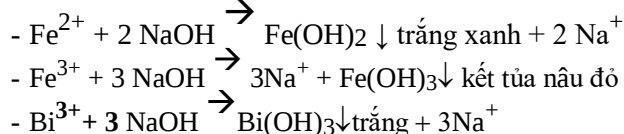


3. Phản ứng đặc trưng của cation:

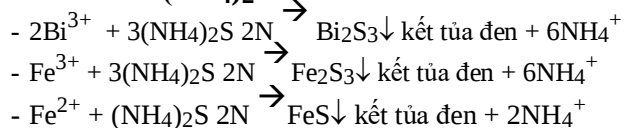
• Với Na_2CO_3



• Với NaOH

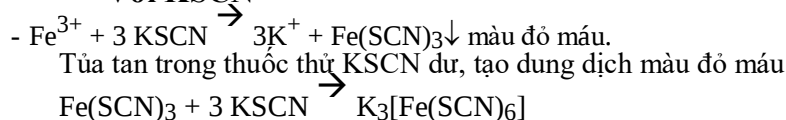


• Với $(\text{NH}_4)_2\text{S}$



Fe_2S_3 , FeS tan được trong các acid loãng, Bi_2S_3 chỉ tan trong HCl đậm đặc hoặc HNO_3

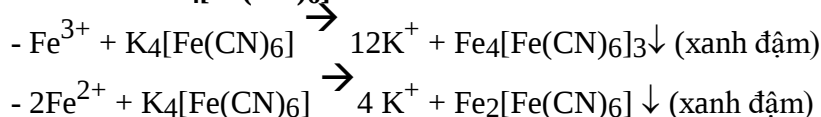
• Với KSCN



• Với $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



• Với $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



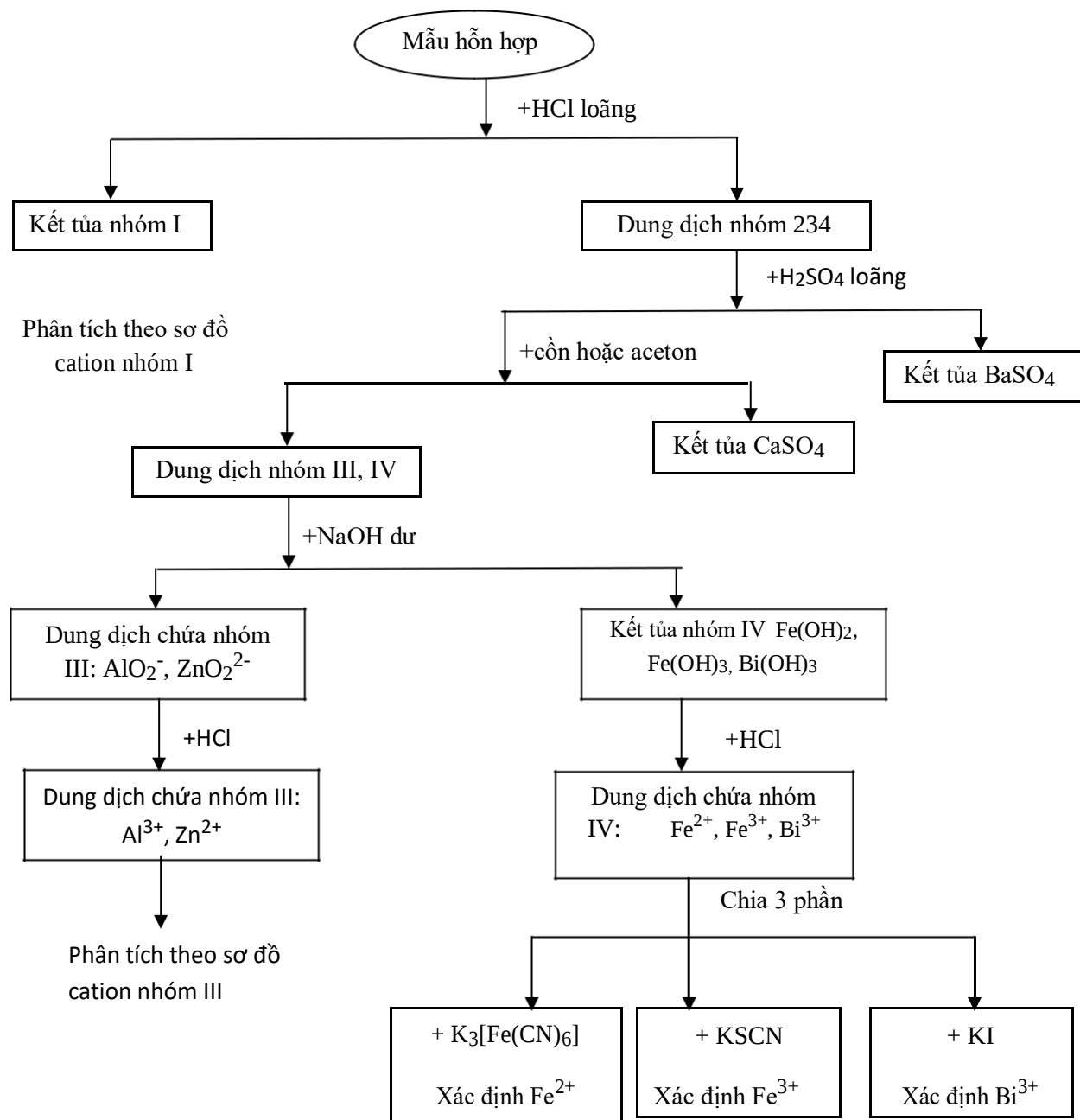
• Với KI



Tủa tan trong KI dư: $2\text{KI} + \text{BiI}_3 \rightarrow \text{K}_2[\text{BiI}_4]$ dung dịch màu vàng đậm

4. Sơ đồ phân tích cation nhóm 4

Mẫu hỗn hợp cation nhóm 1,2,3,4



BÀI TẬP BÀI 4

4.1. Hoàn thành phương trình phản ứng và nêu hiện tượng

- | | |
|---|--|
| 1. $\text{FeCl}_3 + \text{NaOH}$ | 2. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 + \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ |
| 3. $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 + \text{Na}_2\text{S}$ | 4. $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 + \text{NaOH}$ |
| 5. $\text{FeCl}_2 + \text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ | 6. $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ |

4.2. Hãy nêu hiện tượng và viết phương trình phản ứng:

1. Khi cho từ từ KI đến dư vào dung dịch $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$
2. Khi cho từ từ KI đến dư vào dung dịch $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
3. Khi cho từ từ đến dư KSCN vào dung dịch FeCl_3

4.3. Cho các dung dịch FeCl_3 , $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, FeCl_2 , AlCl_3 chứa trong các lọ mất nhãn. Chỉ dùng NaOH hãy trình bày cách nhận biết các lọ hóa chất đó

4.4. So sánh cation nhóm 3 và nhóm 4 khi phản ứng với NaOH dư

4.5. Trình bày phương pháp phân tích định tính dung dịch chứa các cation nhóm 4

4.6. Trình bày phương pháp phân tích định tính dung dịch chứa các cation nhóm 1,2,3,4

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM 4**1. Dụng cụ và hóa chất****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Ống nhỏ giọt

Đũa thủy tinh

Phễu lọc

Giấy lọc

Bình nước cất

Hóa chấtDung dịch Fe^{2+} Dung dịch Fe^{2+} Dung dịch Bi^{3+}

KSCN

 NH_4Cl 1N NH_4OH 1N

KI

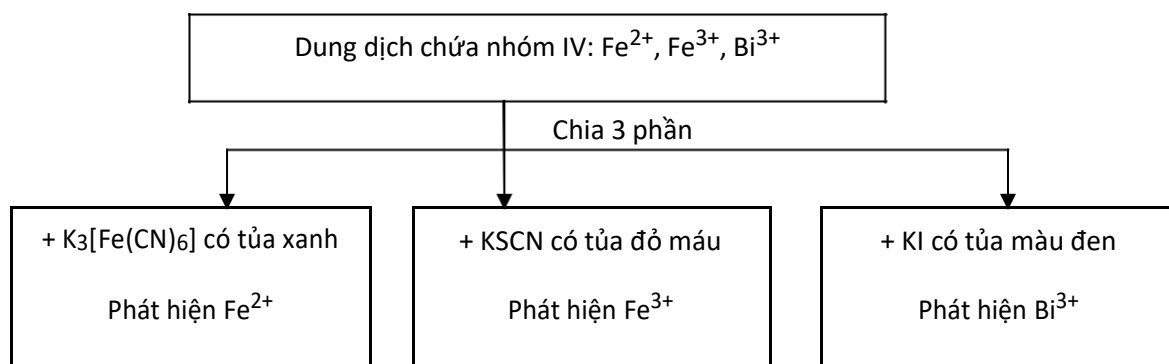
 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ **2. Phần thử nghiệm chung**

Thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Với TT nhóm: NH ₄ OH, NH ₄ Cl			
a/. 5gi dd ion Fe ²⁺ + 5gi NH ₄ OH. Quan sát. Sau đó thêm 5gi NH ₄ Cl.			
b/. 5gi dd ion Fe ³⁺ + 5gi NH ₄ OH. Quan sát. Sau đó thêm 5gi NH ₄ Cl.			
c/. 5gi dd ion Bi ³⁺ + 5gi NH ₄ OH. Quan sát. Sau đó thêm 5gi NH ₄ Cl			
2.2. Với TT cation			
2.2.1. Các TT của cation Fe ²⁺			
a/. 5gi dd ion Fe ²⁺ + 1 gi K ₃ [Fe(CN) ₆]			
b/. 5gi dd ion Fe ²⁺ , thêm 5gi Na ₂ CO ₃			
c/. Nhỏ 5gi dd ion Fe ²⁺ , thêm 5gi NaOH			
d/. 5 gi dd Fe ²⁺ + 1 gi K ₄ [Fe(CN) ₆]			
2.2.2. Các TT của cation Fe ³⁺			

a/. 5gi dd ion Fe^{3+} + 1 gi $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$			
b/. 5gi dd ion Fe^{3+} + 1gi KSCN .			
c/. 5gi dd ion Fe^{3+} + 5 gi Na_2CO_3 . Sau mỗi gi cho vào lắc đều, quan sát kĩ			
d/. 5gi dd ion Fe^{3+} + 5gi NaOH			
2.2.3. Các TT của cation Bi^{3+}			
a/. 3gi dd Bi^{3+} + 1gi KI . Quan sát Sau đó thêm KI đến khi tủa tan. Quan sát dung dịch sau cùng			
b/. 5gi dd ion Bi^{3+} + 5gi $(\text{NH}_4)_2\text{S}$			
c/. 5gi dd ion Bi^{3+} + 5gi Na_2CO_3			
d/. 5gi dd ion Bi^{3+} + 5gi NaOH			

Chú ý: mỗi thí nghiệm lặp lại 3 lần

3. Thử nghiệm phân tích hỗn hợp cation nhóm 4



BÀI 5: CATION NHÓM V (Cu^{2+} , Hg^{2+} , Mg^{2+})

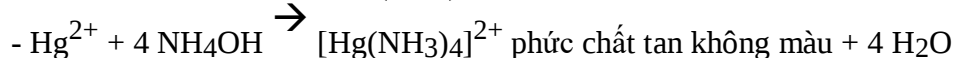
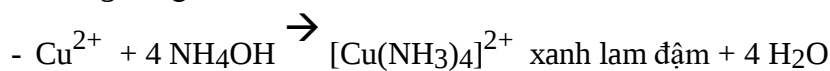
A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM V

1. Thuộc thử nhóm

Cation nhóm V cũng có thuốc thử nhóm tương tự như nhóm IV đó là: NH_4OH 1N, NH_4Cl



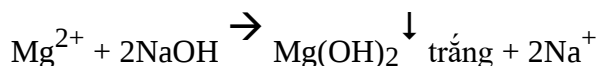
Nhưng $\text{Mg}(\text{OH})_2$ trong môi trường NH_4Cl 1N có tích số tan rất lớn nên hầu như hoà tan hoàn toàn trong dung dịch.



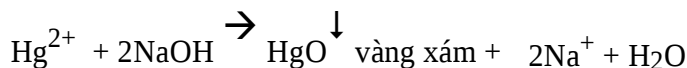
Các cation nhóm 5 tác dụng với thuốc thử nhóm không tạo ra kết tủa. Đó là sự khác biệt để tách nhóm 4 khỏi nhóm 5

2. Phản ứng với thuốc thử đặc trưng

a/. Với NaOH



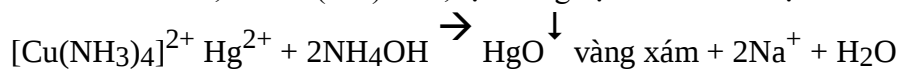
Tủa này tan trong môi trường acid yếu của NH_4Cl



b/. Với NH_4OH

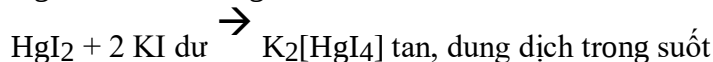
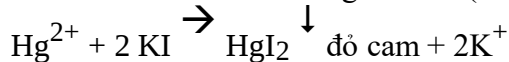
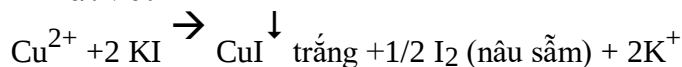


Khi NH_4OH dư, tủa $\text{Cu}(\text{OH})_2$ tan, tạo dung dịch xanh lam đậm



Khi NH_4OH dư, tủa HgO tan, tạo dung dịch trong suốt $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

c/. Với KI

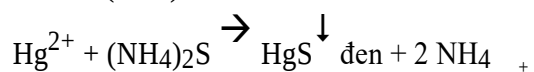


d/. Với $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



e/. Với $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

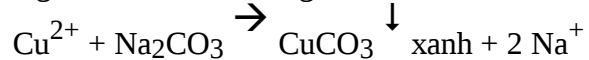
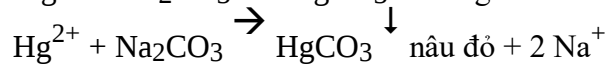
Hóa phân tích định tính



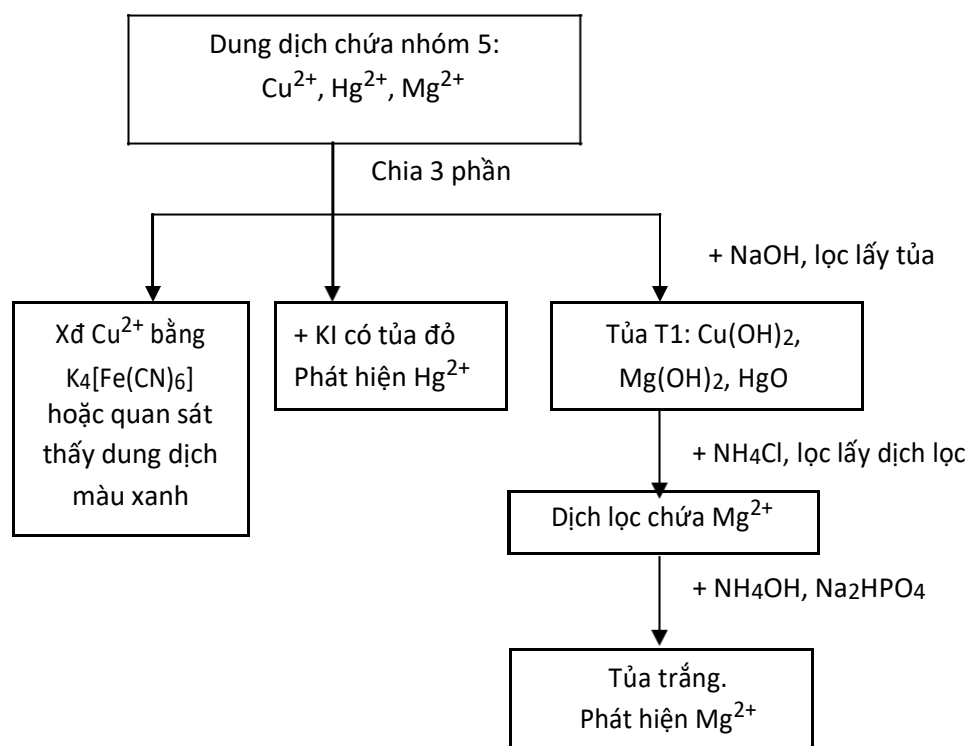
f/. Với Na_2HPO_4



g/. Với Na_2CO_3

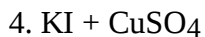
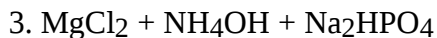
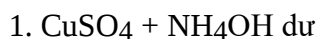


3. Sơ đồ phân tích hỗn hợp cation nhóm 5



BÀI TẬP BÀI 5

5.1. Viết phương trình phản ứng và nêu hiện tượng xảy ra



5. Cho từ từ dung dịch KI đến dư vào dung dịch $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

5.2. Có thể dùng KI dư để phân biệt 2 cation Cu^{2+} và Hg^{2+} không? Vì sao?

5.3. Có thể dùng NH_4OH dư để phân biệt 2 cation Cu^{2+} và Hg^{2+} không? Vì sao?

5.4. So sánh sự khác nhau giữa nhóm 4 và nhóm 5 khi phản ứng với thuốc thử nhóm

5.5. Có 5 dung dịch FeCl_3 , CuSO_4 , BaCl_2 , NH_4OH , NaCl chứa trong 5 lọ riêng biệt mất nhãn. Không dùng thêm hóa chất nào khác, hãy trình bày cách nhận biết các lọ hóa chất trên. Viết phương trình phản ứng xảy ra

5.6. Cho 6 dung dịch AgNO_3 , $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, BaCl_2 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, CuSO_4 chứa trong 6 lọ riêng biệt mất nhãn. Chỉ dùng một thuốc thử KI để nhận biết chúng. Hãy trình bày cách nhận biết và viết các phương trình nhận biết

5.7. Trình bày phương pháp định tính các cation nhóm 5 trong dung dịch

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM 5.**1. Dụng cụ và hóa chất****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Ống nhỏ giọt

Đũa thủy tinh

Phễu lọc

Giấy lọc

Bình nước cất

Hóa chấtDung dịch Mg^{2+} Dung dịch Cu^{2+} Dung dịch Hg^{2+}

KI

 NH_4Cl 1N NH_4OH 1N Na_2HPO_4 $K_4[Fe(CN)_6]$ $NaOH$ 2N Na_2CO_3

KSCN

 K_2CrO_4 $(NH_4)_2S$ **2. Phần thử nghiệm chung**

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Viết ptpứ hoặc sản phẩm tạo thành
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Với TT nhóm			
a/. 5gi dd Cu^{2+} + gi NH_4OH . Quan sát Sau đó thêm NH_4OH đến khi tủa tan, thêm 5 gi NH_4Cl . Quan sát dung dịch			
b/. 5gi dd Mg^{2+} + 5gi NH_4OH . Quan sát Sau đó thêm 5 gi NH_4Cl . Quan sát			
c/. 1gi dd Hg^{2+} + 5gi NH_4OH . Quan sát Sau đó thêm NH_4OH đến khi tủa tan hết, thêm 5 gi NH_4Cl . Quan sát			
2.2. Với TT cation			
2.2.1. Các TT của cation Cu^{2+}			
a/. 5gi dd ion Cu^{2+} + 5gi $NaOH$			
b/. 5gi dd ion Cu^{2+} + 2 gi $K_4[Fe(CN)_6]$			
2.2.2. Các TT của cation Hg^{2+}			

a/. 5gi dd Hg^{2+} + 2 giọt KI. Lắc đều. Quan sát Sau đó thêm tiếp KI đến khi tủa tan. Quan sát màu dung dịch			
b/. 5gi ion Hg^{2+} + 5gi NaOH 2N			
c/. 2 gi Hg^{2+} + 5gi Na_2CO_3			
2.2.3. Các TT của cation Mg^{2+}			
a/. 5gi dd Mg^{2+} + 5gi NH_4Cl , 5gi NH_4OH , 5gi Na_2HPO_4			
b/. 5gi dd Mg^{2+} + 5gi NaOH 2N			
c/. 5gi dd Mg^{2+} + 5gi Na_2CO_3			

Chú ý: mỗi thí nghiệm lặp lại 3 lần

3. Thử nghiệm phân tích hỗn hợp cation nhóm 5

Sinh viên nhận mẫu đã được mã hóa từ giảng viên. Sau đó tiến hành phân tích theo sơ đồ phân tích cation nhóm 5 để xác định có các cation nhóm 5 nào có trong mẫu.

Lưu ý: khi phân tích định tính Mg^{2+} . Sau khi cho dung dịch tác dụng với NaOH, rồi lọc, thu được phân kết tủa T1, ta kiểm tra lại dịch lọc với NaOH, nếu vẫn còn tủa ta tiến hành lọc tiếp đến khi nào dịch lọc không còn tủa với NaOH thì mới tiến hành phân tích tiếp. Rửa tủa T1 với nước 2 lần. Chuyển kết tủa vào cốc thủy tinh, cho dung dịch NH_4Cl vào, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ tan trong môi trường acid nhẹ của NH_4Cl . Nên ta lọc lấy dung dịch xác định sự có mặt của Mg^{2+} bằng thuốc thử đặc trưng (Na_2CO_3 hay Na_2HPO_4 , NH_4OH ,...)

BÀI 6: CATION NHÓM VI (NH_4^+ , K^+ , Na^+)

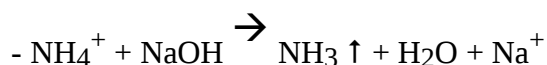
A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA CATION NHÓM VI

1. Cation nhóm VI không có thuốc thử nhóm

Đây là những cation của kim loại kiềm và amoni, các hợp chất baze NH_4OH , KOH , NaOH và các muối Halogenid, Sulfat, Carbonat của chúng đều dễ tan trong nước, cho nên phải xác định thẳng những ion này theo phản ứng đặc trưng.

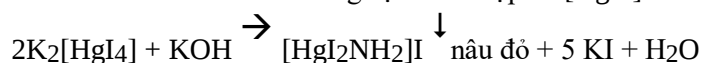
2. Phản ứng đặc trưng của cation nhóm VI

* Ion NH_4^+

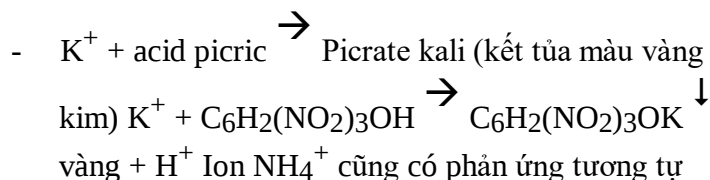
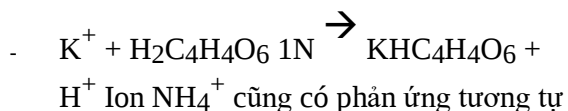


Nhận biết khí NH_3 bay ra bằng mùi khai hoặc làm giấy tẩm phenolphthalein chuyển sang màu đỏ hoặc làm giấy quỳ tím chuyển sang màu xanh.

- Thuốc thử Nessler là dung dịch hỗn hợp $\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$ $\text{NH}_4^+ +$



* Ion K^+



- Thuốc thử Garola A + B:

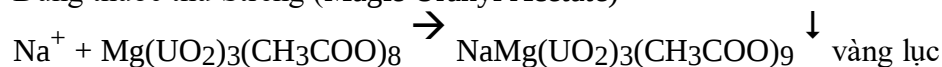


Ion amoni gây nhiễu trong việc xác định K^+ . Do đó cần loại bỏ NH_4^+ bằng kiềm trước khi xác định K^+

- Thử màu ngọn lửa: K^+ cho lửa màu tím

* Ion Na^+

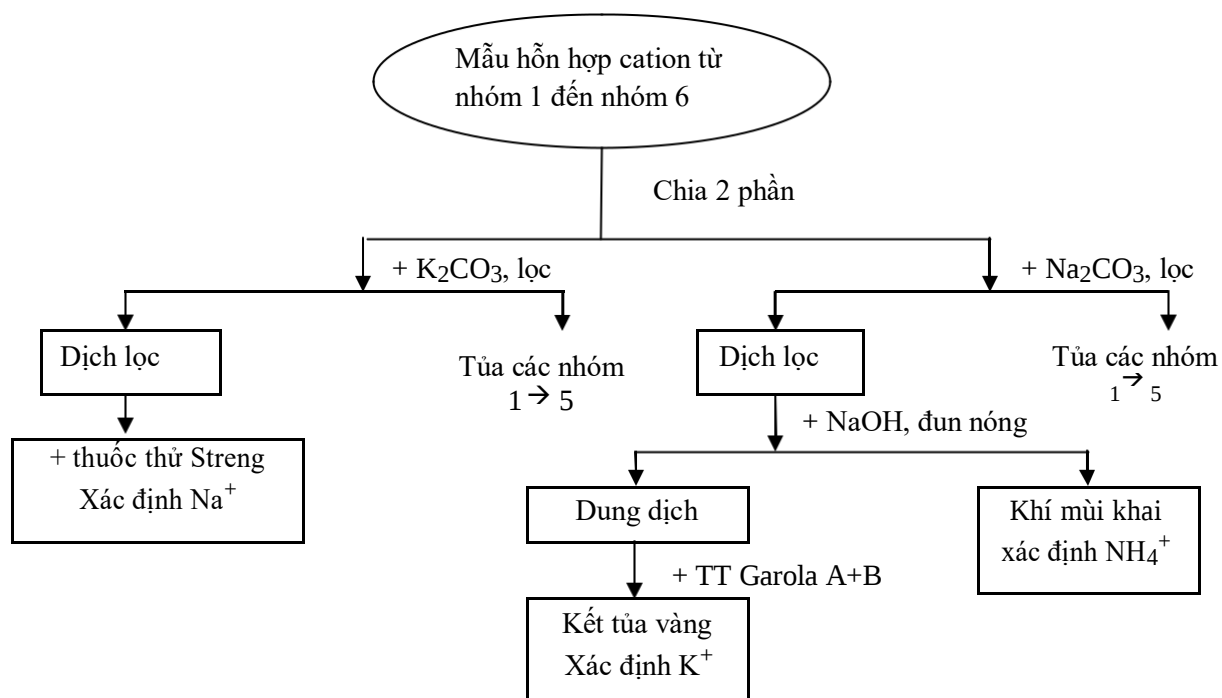
- Dùng thuốc thử Streng (Magie Uranyl Acetate)



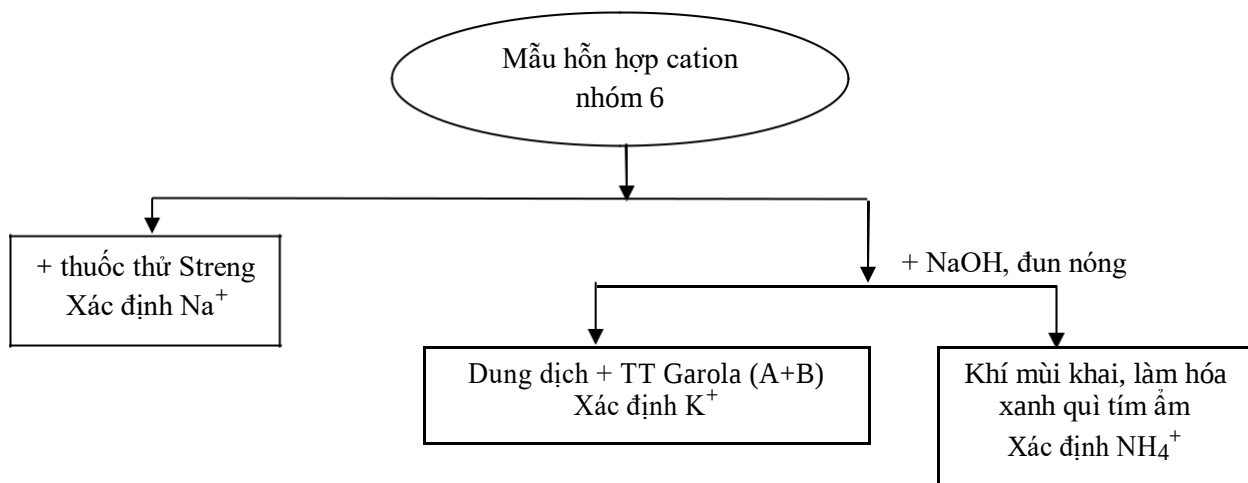
- Thử màu ngọn lửa, Na^+ cho ngọn lửa màu vàng

3. Sơ đồ phân tích

Mẫu chứa hỗn hợp cation từ nhóm 1 đến nhóm 6



Mẫu chỉ có cation nhóm 6



BÀI TẬP BÀI 6

- 6.1. Giải thích vì sao phải cho dung dịch hỗn hợp phản ứng với Na_2CO_3 hay K_2CO_3 trước khi phân tích cation nhóm 6.
- 6.2. Nêu tên hóa học của thuốc thử Streng.
- 6.3. Nêu cách tạo ra thuốc thử Nessler
- 6.4. Cho 6 dung dịch CuSO_4 , AlCl_3 , MgCl_2 , NH_4Cl , NaCl , FeCl_3 chứa trong 6 lọ riêng biệt mất nhãn. Chỉ dùng một thuốc thử NaOH để nhận biết chúng. Hãy trình bày cách nhận biết và viết các phương trình nhận biết
- 6.5. Trình bày phương pháp định tính dung dịch cation nhóm 6

B.THỰC HÀNH PHÂN TÍCH CATION NHÓM 6**1. Dụng cụ và hóa chất****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái

Ống nhỏ giọt

Đũa thủy tinh

Phễu lọc

Giấy lọc

Bình nước cất

Hóa chấtDung dịch NH_4^+ , K^+ , Na^+

NaOH 2N

Thuốc thử Nessler

 $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 1N

Thuốc thử Streng

Thuốc thử Garola (A+B)

2. Phần thử nghiệm chung

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Thử nghiệm với Na^+			
a/. Dùng đũa thủy tinh, chấm vào dd Na^+ , đốt trên ngọn lửa đèn cồn. Quan sát màu			
b/. 5 gi Na^+ + 5 gi thuốc thử Streng			
2.2. Thử nghiệm với K^+			
a/. 5 gi K^+ + 5 gi acid tartaric			
b/. Dùng đũa thủy tinh, chấm vào dd K^+ , đốt trên ngọn lửa đèn cồn. Quan sát màu			
2.3. Thử nghiệm với NH_4^+			
a/. 1 ml NH_4^+ + 5gi NaOH. Đun nóng trên đèn cồn. Dùng giấy quỳ ẩm đặt ống nghiệm. Quan sát			
b/. 5 gi NH_4^+ + 5gi thuốc thử Nessler. Quan sát			

3. Phần thử nghiệm phát hiện mẫu hỗn hợp cation nhóm 6

Thực hiện theo sơ đồ lý thuyết.

BÀI 7: ANION NHÓM I (Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-})

A. ĐẶC TÍNH CHUNG CỦA ANION NHÓM I

1. Thuốc thử nhóm

Các anion nhóm I tạo kết tủa với Ag^+ , kết tủa tạo thành không tan trong môi trường acid HNO_3 loãng. Vì thế $\text{AgNO}_3 + \text{HNO}_3$ loãng là thuốc thử nhóm để tách riêng anion nhóm I ra khỏi hỗn hợp phân tích. Sau đó dựa vào các phản ứng đặc trưng của từng anion để tách và phát hiện chúng.

Các cation nhóm 1 đến nhóm 5 có thể gây cản trở việc xác định anion. Do đó, trước khi định tính anion trong dung dịch ta cần chuyển các cation cản trở đó thành dạng kết tủa. Thông thường ta có thể sử dụng Na_2CO_3 để tạo kết tủa với tất cả các cation từ nhóm 1 đến nhóm 5. Sau đó tiến hành định tính anion trong dung dịch

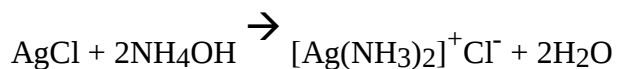
2. Các phản ứng phân tích đặc trưng của anion nhóm I

2.1. Phản ứng của Cl^-

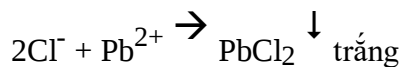
- Với Ag^+



AgCl tan trong NH_4OH loãng, KCN



- Với Pb^{2+}



PbCl_2 tan trong nước nóng và tủa trở lại khi làm lạnh

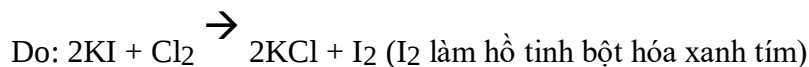
- Với KMnO_4 trong môi trường H_2SO_4



Nhận biết khí Cl_2 sinh ra bằng một trong các cách sau:

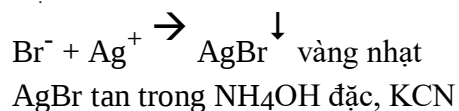
+ Dùng giấy lọc tẩm hỗn hợp anilin, o-toluidin (phương pháp của Villier-Fayol): giấy chuyển từ màu trắng sang xanh tím

+ Dùng giấy lọc tẩm thuốc thử KI và hồ tinh bột: giấy chuyển từ trắng sang xanh tím

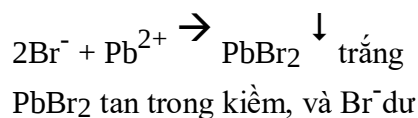


2.2. Phản ứng của Br^-

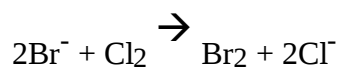
- Với Ag^+



- Với Pb^{2+}



- Với nước Clo hoặc nước Javel



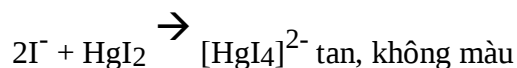
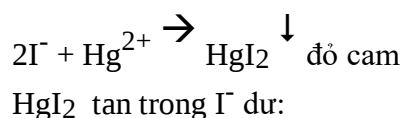
Br_2 tan trong Cloroform tạo dung dịch màu vàng rơm

Hoặc ta có thể nhận biết hơi Br_2 sinh ra bằng giấy lọc tẩm thuốc thử hữu cơ Fluorescein: giấy chuyển từ màu vàng sang màu hồng.

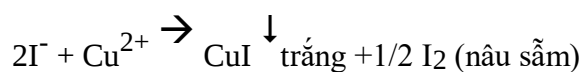
2.3. Phản ứng của I^-

- Với Ag^+

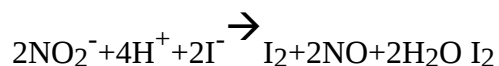
- Với Hg^{2+}



- Với Cu^{2+}

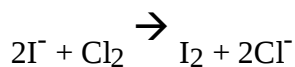


- Với NaNO_2 trong môi trường acid:



làm xanh hồ tinh bột

- Với nước clo hay nước Javel, sinh ra I_2

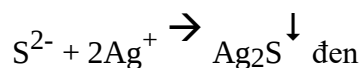


I_2 tan trong chloroform cho dung dịch màu tím

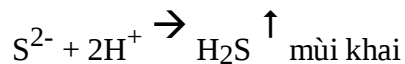
Khí I_2 bay ra làm giấy tẩm dung dịch hồ tinh bột hóa xanh

2.4. Phản ứng của S^{2-}

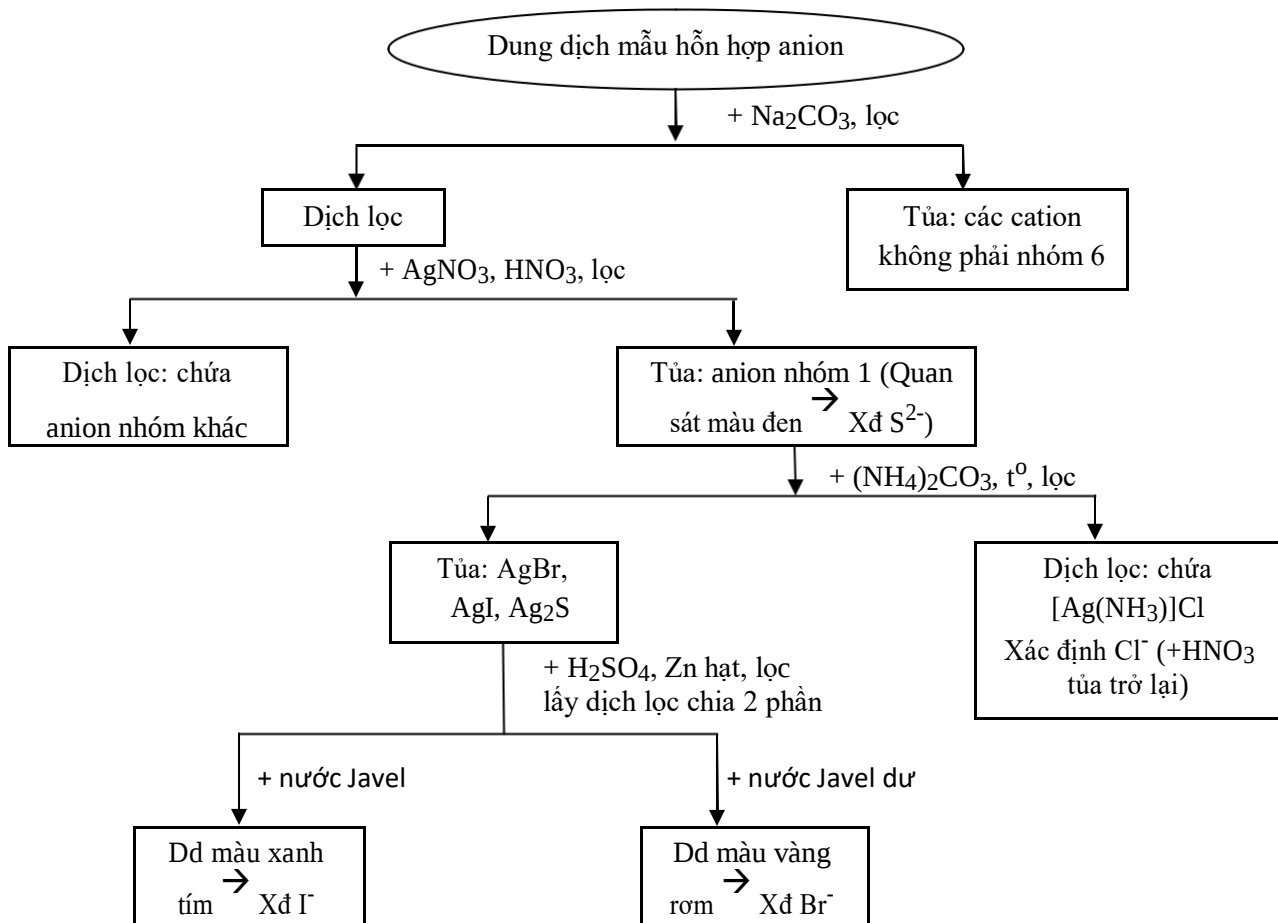
- Với Ag^+



- Với acid vô cơ HCl



3. Sơ đồ phân tích anion nhóm 1



BÀI TẬP BÀI 7

- 7.1. Trình bày cách xác định các anion nhóm 1 trong dung dịch chỉ chứa anion nhóm 1 không có anion nhóm khác
- 7.2. Cho 5 dung dịch NaCl, NaBr, NaI, Na₂S, NaNO₃ chứa trong 5 lọ riêng biệt mất nhãn. Chỉ dùng một thuốc thử hãy trình bày cách nhận biết chúng, viết phương trình phản ứng xảy ra.
- 7.3. Cho dung dịch NH₄OH loãng vào hỗn hợp AgCl, AgBr, AgI, Ag₂S, chất nào sẽ tan?
- 7.4. Có thể dùng Hg²⁺ để định tính I⁻ và S²⁻ trong dung dịch chỉ chứa anion nhóm 1 được không? Giải thích

B.THỰC HÀNH THÍ NGHIỆM PHÂN TÍCH ANION NHÓM I.**1. Hóa chất và dụng cụ****Dụng cụ**

Ống nghiệm 20 cái
 Phễu lọc

Ống nhỏ giọt
 Giấy lọc

Đũa thủy tinh
 Bình nước cất

Hóa chất

Dung dịch Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}

AgNO_3 0,1N

Hồ tinh bột

Nước Javel

KMnO_4 0,1N

NH_4OH 1N

HgCl_2 1N

H_2SO_4 2N

Chloroform

$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 1N

2. Phần thử nghiệm chung

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Phản ứng với thuốc thử nhóm			
a/. 5 gi Cl^- + 5 gi AgNO_3 . Quan sát. Sau đó thêm HNO_3 .			
b/. Làm thí nghiệm tương tự với Br^- , I^- , S^{2-}			
2.2. Phản ứng đặc trưng của anion nhóm I			
2.2.1. Phản ứng của Cl^-			
a/. 5 gi Cl^- + 5 gi AgNO_3 . Quan sát. Sau đó thêm NH_4OH loãng. Quan sát			
b/. 5 gi Cl^- + 5 gi $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Quan sát. Sau đó đun nóng. Quan sát			
c/. 5gi dd Cl^- thêm 5gi KMnO_4 , 3gi H_2SO_4 đậm đặc, đầy ống nghiệm bằng giấy lọc tẩm hồ tinh bột và iot			
2.2.2. Phản ứng của Br^-			
a/. 5 gi Br^- + 5 gi AgNO_3 . Quan sát. Sau đó thêm NH_4OH loãng. Quan sát. Làm lại thí nghiệm thay NH_4OH loãng bằng NH_4OH đặc. So sánh			

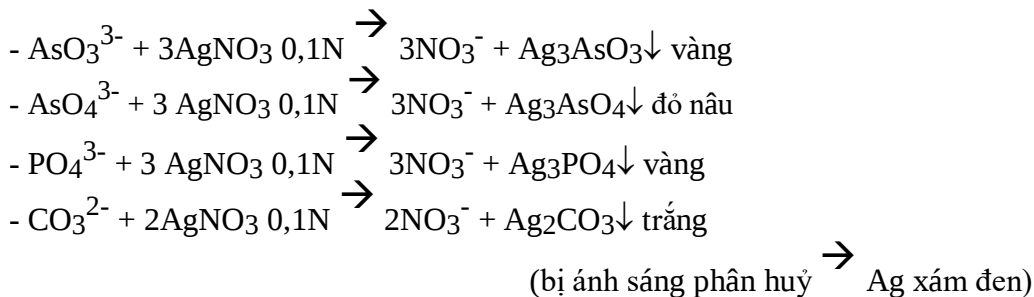
b/. 5 gi Br^- + 5 gi $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Quan sát. Sau đó cho dư Br^- . Quan sát.			
c/. 5gi Br^- + 5 gi nước Javel. Lắc kỹ. Quan sát			
2.2.3. Phản ứng của I^-			
a/. 5 gi I^- + 5 gi AgNO_3 . Quan sát. Sau đó thêm NH_4OH đặc. So sánh với Cl^- , Br^-			
b/. 5gi dd I^- , thêm HgCl_2 . Quan sát tua. Sau đó thêm I^- đến khi tua tan. Quan sát dung dịch			
c/. 5 gi dd I^- + 2 gi $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$			
2.2.4. Phản ứng của S^{2-}			
5gi dd S^{2-} , thêm 5gi chì acetat, có tua đen.			

BÀI 8: ANION NHÓM II (AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-})

A. NHỮNG ĐẶC TÍNH CỦA ANION NHÓM II.

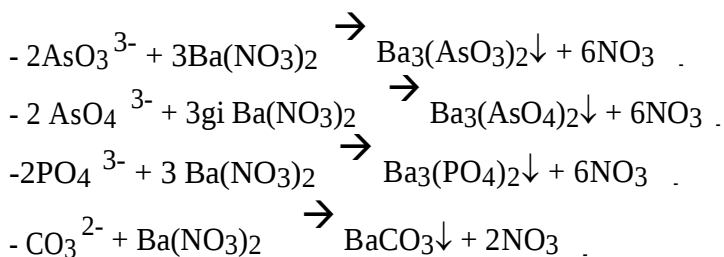
1. Phản ứng nhóm với AgNO_3

Các anion nhóm II phản ứng với AgNO_3 đều cho kết tủa, các kết tủa này đều tan trong HNO_3 .



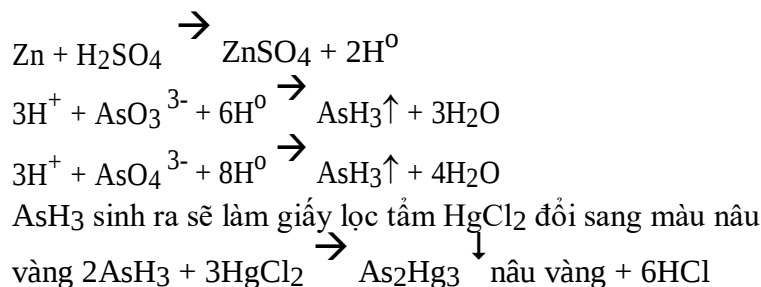
2. Phản ứng nhóm với $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$

Cho ra những kết tủa trắng, tan trong HNO_3 2N.

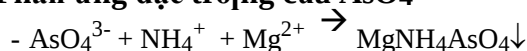


3. Phản ứng riêng của AsO_3^{3-} và AsO_4^{3-}

Phản ứng giữa Zn và H_2SO_4 2N tạo ra Hydro mới sinh.



4. Phản ứng đặc trưng của AsO_4^{3-}

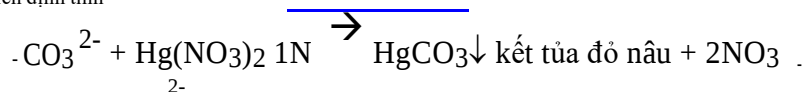


Kết tủa trắng muối kép Amoni

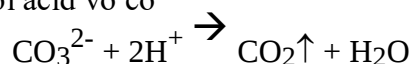
Magne Asenat

PO_4^{3-} cũng có phản ứng tương tự, do đó phải xác định PO_4^{3-} trước khi xác định AsO_4^{3-} nếu dùng hỗn hợp muối magie

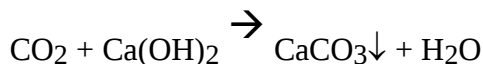
5. Phản ứng của CO_3^{2-}



- Phản ứng với acid vô cơ

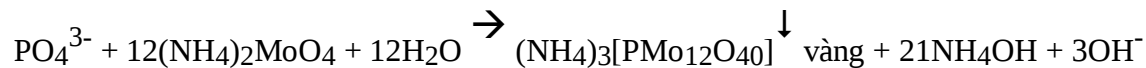


CO_2 bay ra tác dụng với $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tạo kết tủa trắng đục:



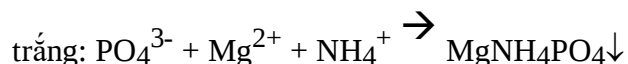
6. Phản ứng của PO_4^{3-}

- PO_4^{3-} tác dụng với $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ tạo kết tủa vàng:



Các ion AsO_3^{3-} và AsO_4^{3-} . Khi tác dụng với $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ cũng cho phản ứng tương tự cho nên để không bị nhầm lẫn phải xác định AsO_3^{3-} và AsO_4^{3-} trước khi xác định PO_4^{3-} .

- PO_4^{3-} tác dụng với hỗn hợp MgCl_2 , NH_4Cl , NH_4OH tạo ra muối kép kết tủa



BÀI TẬP BÀI 8

8.1. Viết phương trình phản ứng và nêu hiện tượng

1. Cho ammoni molybdate vào dung dịch natri phosphate
2. Cho hỗn hợp muối magie (MgCl_2 , NH_4Cl , NH_4OH) vào dung dịch muối natri arsenate và natri phosphate
3. Cho dung dịch HCl vào dung dịch Na_2CO_3
4. Cho kẽm và acid sunfuric vào dung dịch natri arsenate

8.2. Khi cho thuốc thử AgNO_3 vào dung dịch chứa hỗn hợp anion nhóm 1 và 2 thì có thể tách riêng anion nhóm 1 và nhóm 2 không? Giải thích?

8.3. Có thể dùng hỗn hợp muối magie để định tính anion phosphate trong dung dịch chứa hỗn hợp anion nhóm 1 không? Giải thích

8.4. Trình bày cách nhận biết các lọ hóa chất mất nhãn sau: NaCl , Na_3AsO_3 , Na_3AsO_4 , Na_2CO_3 bằng một thuốc thử

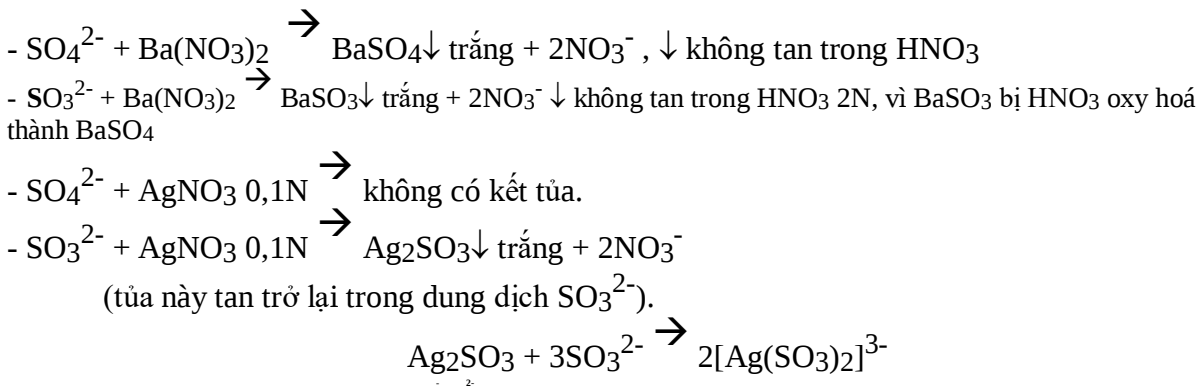
B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH ANION NHÓM II.

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		- Đã thực hiện. - Đã phát hiện	- Chưa thực hiện. - Chưa phát hiện
1	Chuẩn bị dụng cụ hoá chất: AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 2N, HNO_3 2N, AgNO_3 0,1N, Zn, H_2SO_4 2N, CH_3COOH 2N, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 1N, MgCl_2 2N, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 1N, NH_4Cl 1N, NH_4OH 1N.		
2	Thử anion nhóm II với TT sơ bộ		
	- Nhỏ 5gi dd AsO_3^{3-} , thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, có tủa trắng, HNO_3 2N tủa tan.		
3	- Thao tác như trên với dd AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} .		
4	- Nhỏ 5gi dd AsO_3^{3-} , thêm 5gi AgNO_3 , tủa vàng.		
5	Thao tác như trên với dd AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} .		
7	Phản ứng chung xác định AsO_3^{3-}, AsO_4^{3-}		
	- Nhỏ 5gi dd AsO_3^{3-} , thêm 1 hạt kẽm, 5gi H_2SO_4 2N đầy miệng ống bằng giấy tẩm AgNO_3 , giấy chuyển sang màu đen.		
8	- Thao tác như trên với dd AsO_4^{3-} .		
	Phản ứng của CO_3^{2-}		
9	- Nhỏ 5gi dd CO_3^{2-} , thêm CH_3COOH từng giọt, quan sát ống thấy có khí bay ra.		
10	- Nhỏ 5gi dd CO_3^{2-} thêm 5gi $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, có tủa đỏ nâu hoặc vàng nâu.		
11	Phản ứng của PO_4^{3-} - 5gi PO_4^{3-} + 5gi $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 0,1N đun nhẹ, tủa vàng.		
12	- 5gi PO_4^{3-} + 5gi NH_4Cl 1N + 5gi NH_4OH 1N + 5gi MgCl_2 2N kết tủa trắng.		

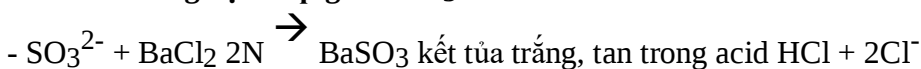
BÀI 9: ANION NHÓM III (SO_3^{2-} , SO_4^{2-})

A. ĐẶC TÍNH CỦA ANION NHÓM III.

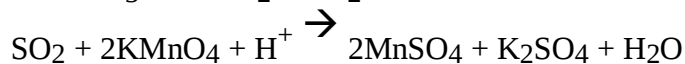
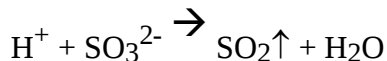
1. Phản ứng nhóm của Anion nhóm III.



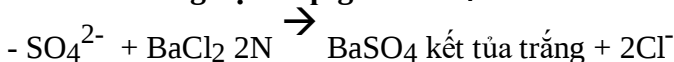
2. Phản ứng đặc trọng của SO_3



- Phản ứng với các acid vô cơ thành SO_2 , SO_2 làm mất màu KMnO_4 .



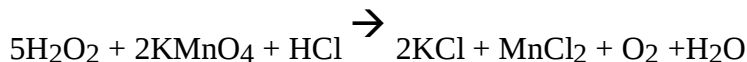
3. Phản ứng đặc trọng của SO_4^{2-}



* Phản ứng Voller



Kết tủa mới hình thành BaSO_4 sẽ hấp phụ KMnO_4 từ trắng chuyển sang màu hồng
 BaSO_4 (KMnO_4) + H_2O_2 20% nhỏ từ từ đến khi mất màu KMnO_4 trong dung dịch.



Nhưng KMnO_4 trong lớp hấp phụ của BaSO_4 vẫn còn nguyên, kết tủa BaSO_4 (KMnO_4) vẫn có màu hồng.



BÀI TẬP BÀI 9

9.1. Nêu hiện tượng và viết phương trình phản ứng xảy ra

1. Khi cho dd BaCl_2 vào dd Na_2SO_3 , sau đó cho thêm lượng dư acid HNO_3

2. Khi cho dd BaCl_2 vào dd Na_2SO_3 , sau đó cho thêm lượng dư acid HCl

9.2. Nêu vai trò của nước oxy già trong phản ứng Voller

9.3. Nêu cách phân biệt 2 anion SO_3^{2-} và CO_3^{2-}

9.4. Trình bày cách định tính SO_3^{2-} và SO_4^{2-} trong dung dịch

B. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH ANION NHÓM III.**1. Hóa chất và dụng****cụ Hóa chất**Dung dịch SO_3^{2-} , SO_4^{2-} AgNO_3 0,1N H_2SO_4 2N $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 2N BaCl_2 2N KMnO_4 0,1N HNO_3 2N HCl 2N H_2O_2 20%.**2. Phần thử nghiệm chung**

Phần thực hiện	Quan sát hiện tượng		Giải thích
	Thực tế	Lý thuyết	
2.1. Thử nghiệm với thuốc thử nhóm			
a/. 5gi dd SO_4^{2-} thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Quan sát. Sau đó thêm HNO_3 2N. Quan sát			
b/. 5gi dd SO_3^{2-} thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Quan sát. Sau đó thêm HNO_3 2N. Quan sát.			
c/. 5gi dd SO_4^{2-} , thêm 5gi AgNO_3 . Quan sát			
d/. 5gi dd SO_3^{2-} , thêm 5gi AgNO_3 . Quan sát			
2.2. Phản ứng đặc trưng từng anion			
2.2.1. Phản ứng của SO_3^{2-}			
a/. 5gi dd SO_3^{2-} , thêm 5gi BaCl_2 . Quan sát. Sau đó thêm 1ml HCl , quan sát			
b/. 5gi dd SO_3^{2-} , thêm 5gi H_2SO_4 2N, đầy ống bằng giấy lọc tẩm KMnO_4 đun nhẹ. Quan sát			
2.2.2. Thử anion SO_4^{2-} với các TT			
a/. 5gi dd SO_4^{2-} , thêm 5gi BaCl_2 . Quan sát. Sau đó thêm HCl , quan sát			
b/. 5gi dd SO_4^{2-} , thêm 1gi KMnO_4 , 5gi H_2SO_4 2N. 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, lắc kỹ, để yên 10 phút, sau đó thêm từng giọt H_2O_2 . Quan sát màu dung dịch và màu kết tủa			
c/. 5 gi SO_4^{2-} thêm 5 gi $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$			

Bài 10. XÁC ĐỊNH HỖN HỢP CATION - ANION

A. LÝ THUYẾT

Dung dịch muối bao giờ cũng chứa cation và anion. Việc xác định cation và anion tiến hành độc lập với nhau. Nhưng có một số cation cản trở việc xác định anion và ngược lại.

Quá trình phân tích định tính một dung dịch chứa các cation và anion được học trong giáo trình này bao gồm các bước sau: nhận xét sơ bộ, thử sơ bộ, phân tích anion, phân tích cation

1. Nhận xét sơ bộ nhờ giác quan

- Màu sắc: dựa vào màu dung dịch có thể dự kiến về sự có mặt của một số cation và anion

Trong phạm vi các cation và anion xét trong giáo trình này, có Fe^{3+} (màu vàng), Cu^{2+} (màu xanh), MnO_4^{2-} (màu tím), CrO_4^{2-} (màu vàng)

- Mùi: NH_4OH (mùi khai), CH_3COOH (mùi dấm), mùi thối của H_2S hay các dung dịch S^{2-}

2. Thử sơ bộ

Lấy một ít mẫu thử, thử với Na_2CO_3 .

Nếu thấy xuất hiện kết tủa, suy ra trong dung dịch có cation trong các nhóm 1 đến 5, khi đó ta tiến hành phân tích các cation theo hệ thống (phân tích cation nhóm 1 đến nhóm 5 trước, rồi đến cation nhóm 6 theo các sơ đồ phân tích đã học). Sau khi phân tích cation, có thể dự đoán sự có mặt hay vắng mặt của các anion, rồi phân tích các anion dựa trên suy luận đó.

Nếu không thấy xuất hiện kết tủa, suy ra trong dung dịch chỉ có cation nhóm 6. Khi đó ta phân tích anion theo hệ thống và phân tích cation nhóm 6 bằng các phản ứng riêng biệt (xem bài phân tích cation nhóm 6)

B.THỰC HÀNH

Trong bài 10 trong phòng thí nghiệm chuẩn bị 10 mẫu phân tích có thành phần là hỗn hợp các cation nhóm I, nhóm III và nhóm VI và anion nhóm I.

- Sinh viên bốc thăm mẫu thí nghiệm – Tự đưa ra sơ đồ phân tích và báo cáo kết quả phân tích dựa trên sơ đồ đã đưa ra.
- Những phản ứng đã thực hiện đều phải được trình bày đầy đủ, cchi tiết, chính xác kèm theo kết quả quan sát những hiện tượng đã xảy ra khi thực hiện phản ứng.
- Những mục sinh viên đã thực hiện đúng (hoặc tìm được kết quả đúng) sẽ được cộng thêm 1 điểm.
- Những mục chưa thực hiện (hoặc đã thực hiện nhưng cho kết quả sai sẽ được ghi nhận 0 điểm).
- Điểm chấm cho bài báo cáo thí nghiệm 10 cũng là điểm kiểm tra giữa kì của sinh viên và sẽ được chuyển đổi ra thang điểm 10 khi chia số điểm thực tế được chấm với điểm tối đa sinh viên có thể nhận được khi thực hiện thí nghiệm này.

* Phần thực hiện – Trình tự xác định – Bài 10.

* Phản ứng thử đầu tiên: sử dụng Na_2CO_3 2N.

TT	Hiện tượng	Hướng phân tích	Đúng	Sai
1	- 5gi mẫu phân tích + 5gi Na_2CO_3 2N có tủa đen.	Xác định cation từ nhóm I $\rightarrow$ V trước, xác định anion sau.		
2	- 5gi mẫu phân tích + 5gi Na_2CO_3 không kết tủa.	Xác định cation trước, xác định anion sau.		
3	- 5gi mẫu phân tích + 5gi Na_2CO_3 2N có kết tủa trắng và bọt khí.	Tìm Bi^{3+} và cation trước anion sau.		

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. A P Kreskov (1990). Cơ sở Hoá học phân tích, quyển I. Nhà xuất bản Đại học và Trung học chuyên nghiệp.
2. Charlot (1970). Sổ tay tra cứu Hoá phân tích. NXB Hoà Bình, Moscva.
3. Cù Thành Long, Nguyễn Thị Xuân Mai, Nguyễn Thị Minh (1999). Hướng dẫn thực hành phân tích định tính bằng các phương pháp hoá học. Tủ sách Trường Đại học khoa học Tự Nhiên
4. H.G. Isbell và cộng sự (1932). Rapid determination of Zinc and other impurities in Cadmium.
5. PGS. TSKH Phạm Thành Phước, CN Trần Bích (2007). Hóa phân tích lý thuyết và thực hành. Sách đào tạo dược sĩ trung học. Nhà xuất bản y học. Hà Nội
6. Phạm Hải Tùng, Phạm Gia Huệ (1978). Hoá học phân tích. Tủ sách bộ môn Hoá phân tích ĐH dược Hà Nội – NXB Y học Hà Nội.
7. R A Clark và G L Krueger (1985). Aluminon: its limited application as a reagent for the detection of aluminum species. Journal of Histochemistry & Cytochemistry
8. Tài liệu huấn luyện của bộ Trung học Dược - Bộ y tế (1980). Hoá học phân tích. Nhà xuất bản Y học.
9. Viện kiểm nghiệm và trường trung học kỹ thuật dược, TW (1988). Bài giảng kỹ thuật kiểm nghiệm thuốc.
10. Võ Thị Bạch Huệ (2007). Hoá phân tích - Tập I. Nhà xuất bản Giáo dục. Hà Nội