

## LỜI KHUYÊN CHUNG

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.

### I. CÁCH LÀM TỬA.

#### a. 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 dặn

#### b. Thêm thuốc thử từng giọt một và theo đúng số giọt dặn trong sách.

c. 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 dặn 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.

d. 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.

### II. CÁCH HÚT LY TÂM Ở PHÍA TRÊN CHẤT TỬA.

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.

### **III. CÁCH RỬA CHẤT TỬA.**

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

### **IV. CÁCH HOÀ TAN CHẤT TỬA.**

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.

### **V. CÁCH ĐUN ống NGHIỆM.**

Phần lớn các phản ứng cần đun nóng đều được đun cách thuỷ (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.

### **VI. 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.

## **CHÚ Ý VỀ CÁCH DÙNG MÁY LY TÂM**

Máy ly tâm khi quay phải chứa 2 ống nghiệm đặt trong 2 ống không 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 ngưng 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 rơi 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 I

# GIỚI THIỆU CHUNG VỀ PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

### I. Mục đích.

#### 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.

#### 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:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ,  $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ , hoặc các dạng oxy hoá khác nhau của lưu huỳnh  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{S}_2^{2-}$ ,  $\text{S}^0$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ .

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

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

### 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).

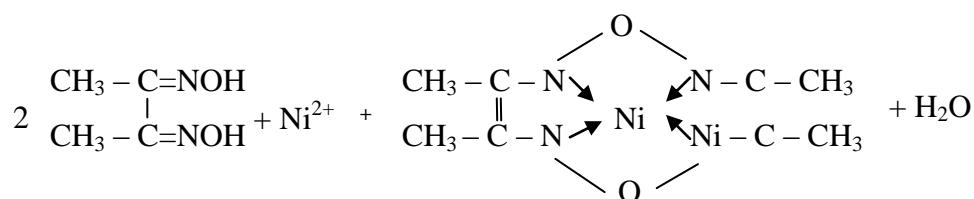
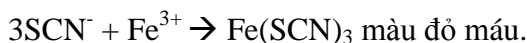
## II. Điều kiện tiến hành các phản ứng định tính.

### 1. Tính đặc trưng và độ nhạy 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.

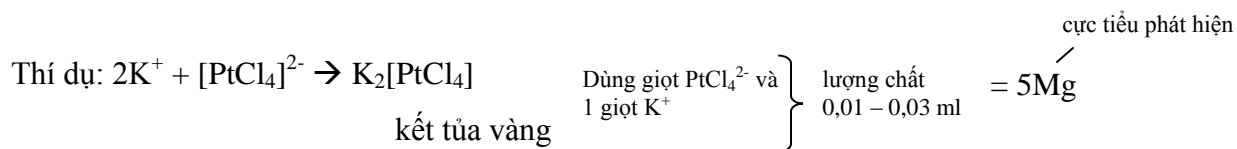


Dimethyl Glyoxin

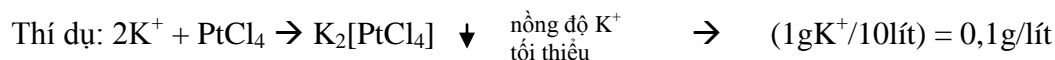
Dimethyl Glyoximat Ni màu đỏ thẫm

### 2. Độ nhạy của phản ứng:

- Là lượng chất nhỏ nhất (của các hoá chất) mà ta có thể:
  - + Phát hiện được ion (định tính).
  - + Phát hiện được chất (định lượng).
- Người ta biểu thị độ nhạy của phản ứng bằng một số giá trị có liên quan đến nhau đó là:
  - + Cực tiểu phát hiện: là lượng nhỏ nhất của chất đó trong dung dịch để ta có thể phát hiện được nó.

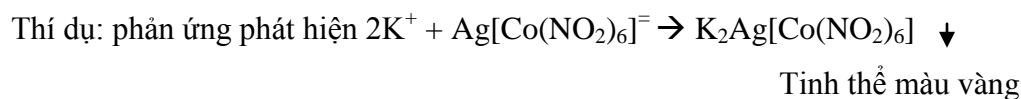


+ Nồng độ tối thiểu: là nồng độ nhỏ nhất của dung dịch mà phản ứng còn có thể quan sát được.



+ 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.



\* Cực tiểu phát hiện là 1Mg

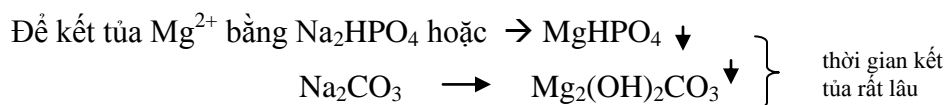
\* Nồng độ tối thiểu  $(1N/50000) = 2.10^{-5}$  N/lít

Độ loãng giới hạn là: 50000 lần

→ Độ nhạy của phản ứng còn được xác định bằng khoảng thời gian mà phản ứng xảy ra (phản ứng của các ion có thời gian phản ứng nhanh hơn nhiều lần so với thời gian phản ứng của các nguyên tử, phân tử trung hoà).

Thời gian phản ứng phụ thuộc vào môi trường phản ứng.

Thí dụ:



nếu cho  $NH_4OH$  1N (5 giọt) làm môi trường:



### 3. Độ nhạy cực đại của thuốc thử (Reactive = R).

Thuốc thử R (không màu) + A (không màu) = RA có màu (R được gọi là thuốc thử so màu. Thuốc thử này có khả năng làm xuất hiện một phản ứng phân tích).

Thuốc thử R đặc trưng với chất A (mà không cần tập trung chất A trước bằng các biện pháp làm giàu, khi nồng độ chất  $[A] \geq 2.10^{-7}$  mol/lít hoặc gr.ion/lít).

## Bài giảng Lý thuyết và Thực hành Hoá phân tích Định tính

Trên cơ sở nghiên cứu về độ nhạy cực đại (có thể đạt được) của thuốc thử → người ta thấy rằng: rất khó xác định một tạp chất A, có chứa trong thành phần một hỗn hợp phân tích mà không cần tập trung chúng lại bằng phương pháp làm giàu chúng (từ nồng độ  $2 \cdot 10^{-7}$  lên  $\sim 10^{-5}$ ).

Vi vậy:

- Ngay cả khi sử dụng những thuốc thử nhạy nhất cũng cần sử dụng thuốc thử có nồng độ lớn hơn cực tiểu phát hiện.

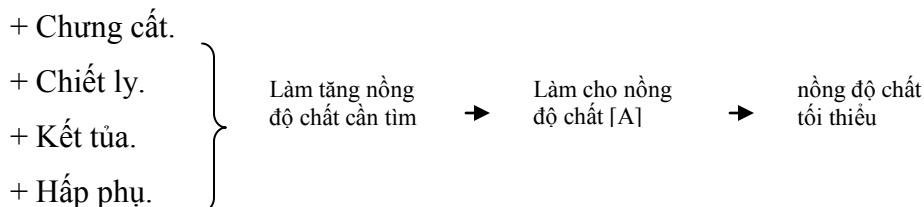
- Độ nhạy cao nhất của thuốc thử không đủ mạnh (làm phép màu) để giải quyết các nhiệm vụ phân tích do vậy: người ta cần phải biết cách sử dụng thêm những thủ thuật làm tăng độ nhạy của phản ứng phân tích (mà những thủ thuật này luôn có mà học viên cần học để thực hiện được).

**4. Phương pháp làm tăng độ nhạy của phản ứng phân tích:** có nhiều yếu tố ảnh hưởng đến độ nhạy của phản ứng phân tích cho nên làm tăng độ nhạy có ý nghĩa rất lớn đến kết quả của phân tích định tính.

- 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.

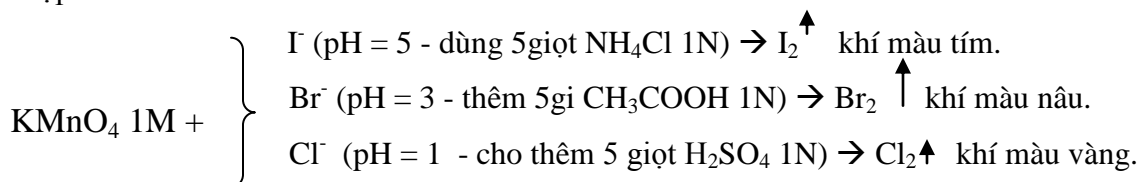
**a. Có thể làm tăng độ nhạy của phản ứng bằng cách:** dùng thuốc thử có độ tinh khiết cao (tinh khiết hoá học hoặc tinh khiết quang học nhằm loại hết các tạp chất gây nhiễu đến kết quả phân tích ngoài ra thực hiện các thủ tục che chắn (dùng mặt nạ) để che các phản ứng ngăn cản làm cho phản ứng phân tích thực hiện được dứt khoát rõ ràng (nhưng việc che chắn này nhiều khi cũng chưa đủ mạnh để tăng độ nhạy của phản ứng).

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



**c. Tăng độ nhạy của phản ứng bằng cách làm thay đổi điều kiện của phản ứng phân tích:**

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



**5. 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 → 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.

+ Xây 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 ( $\text{CN}^-$ ), Thiosianur ( $\text{SCN}^-$ ), florua ( $\text{F}^-$ ), phosphat  $\text{PO}_4^{3-}$ , Thiosulfat ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ) của kim loại kiềm và  $\text{NH}_4^+$  **làm chất che vô cơ**.

+ Sử dụng Acid ascorbic, A.Tartric, acid oxalic, a. Salysile 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:

Khi cho  $\text{Co}^{2+} + 4\text{SCN}^- \rightarrow [\text{Co}(\text{SCN})_4]$  màu xanh cobalt đậm. (1)

Tạp gây nhiễu  $\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$  màu đỏ máu. (2)

(1), (2) → màu kết hợp nâu sẫm → ngăn cản xác định  $\text{Co}^{2+}$

Để ngăn cản tạo màu đỏ  $\text{Fe}(\text{SCN})_3$  cho  $\text{Fe}^{3+}$  tác dụng trước với

+  $6\text{F}^- \rightarrow [\text{FeF}_6]^{3-}$

+  $\text{PO}_4^{3-} \rightarrow \text{FePO}_4$

+  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3^{3-}$

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

- Cũng có thể khử  $\text{Fe}^{3+}$  về  $\text{Fe}^{2+}$

$\text{Fe}^{2+} + \text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_2$  không màu → không gây nhiễu cho xác định  $\text{Co}^{2+}$ .

Thí dụ:

Khi xác định  $\text{Ti}^{4+}$  có mặt  $\text{Fe}^{3+}$   $\left. \begin{array}{l} \text{Ti}^{4+} + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{TiO}_2 \text{ (trắng)} \\ \text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 \text{ vàng nâu} \end{array} \right\}$

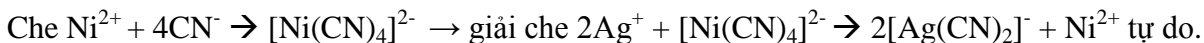
→ gây nhiễu cho xác định  $\text{Ti}^{4+}$

- Cách thực hiện cho  $\text{Fe}^{3+} + \text{PO}_4^{3-} \rightarrow \text{FePO}_4 \downarrow$  và  $\text{Ti}^{4+}$  được dễ dàng xác định.

**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:

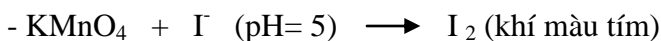


**c. Ảnh hưởng pH của môi trường:** giá trị pH quan trọng trong phân tích định tính:

+ pH quyết định lượng phản ứng.

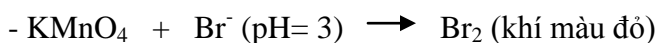
+ pH quyết định sản phẩm phản ứng.

Thí dụ:



Sử dụng đệm acetate:  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1N +  $\text{CH}_3\text{COONa}$  1N

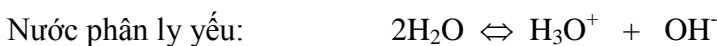
$$[\text{H}^+] = 10^{-5} = \text{Ka. } 1\text{N. } V\text{CH}_3\text{COOH}/1\text{N. } V\text{CH}_3\text{COONa} \\ = 10^{-4,75} \cdot V\text{CH}_3\text{COOH}/V\text{CH}_3\text{COONa}$$



$$[\text{H}^+] = 10^{-3} = 10^{-4,75} \cdot V\text{CH}_3\text{COOH}/V\text{CH}_3\text{COONa}$$



**\* pH là gì?**



$$K = [\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-]/[\text{H}_2\text{O}]^2 = 3,24 \cdot 10^{-18}$$

Nồng độ nước:  $[\text{H}_2\text{O}] = 1000/18 = 55,555\dots$

Tích số ion của nước:  $K_{\text{H}_2\text{O}} = [\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-] = K[\text{H}_2\text{O}]^2$

$$= 3,24 \cdot 10^{-18} \cdot (55,555)^2 \equiv 10^{-14} \text{ (ở } 25^\circ\text{C)}$$

Năm 1920 Sorensen đưa ra khái niệm chỉ số Hydro:  $\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$

Nước trung hòa có:  $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = \sqrt{K_{\text{H}_2\text{O}}} = 10^{-7}$

$$\Rightarrow \text{pH} = 7$$

\* **Đệm là gì?** Có tính chất:

- Giá trị pH thay đổi ít khi cho thêm vào dung dịch một lượng axit hoặc baze mạnh.
- Sử dụng đệm để điều chỉnh pH của dung dịch.

Đệm Anderson:  $[H^+] = K_a \cdot [Axide] / [Baze]$

\* **Điều chỉnh pH.**

- Ở pH thuận lợi, phản ứng phân tích xảy ra theo hướng đúng, ion mà ta cần nhận biết cho ta phản ứng đặc trưng, dễ dàng thuận lợi cho việc phát hiện.

- Ở những giá trị pH khác, phản ứng xảy ra không theo hướng đúng, làm ảnh hưởng đến kết quả xác định và phát hiện ion.

- Thí dụ: phản ứng phát hiện  $Fe^{3+}$



Các phản ứng này xảy ra thuận lợi khi  $pH < 7$ , khi  $pH > 7$  cả 2 cho kết tủa  $Fe(OH)_3$  đỏ nâu không thuận lợi cho việc phát hiện  $Fe^{3+}$ .

- **Điều chỉnh pH > 7:**

Nhỏ từ từ từng giọt KOH, NaOH,  $NH_4OH$  0.1N,  $Na_2CO_3$  0.1N,  $CH_3COONa$  1N ... Sau đó dùng đệm Anderson: tốt nhất là dùng đệm  $NH_4Cl$  1N,  $NH_4OH$  1N

$$[H^+] = K_a \cdot [NH_4Cl] / [NH_4OH]$$

- **Điều chỉnh pH < 7:**

Nhỏ từ từ từng giọt HCl,  $HNO_3$  0.1N,  $CH_3COOH$  1N,  $NH_4Cl$  1N,  $NH_4NO_3$  1N ... Sau đó dùng đệm Anderson: tốt nhất là đệm acetate  $CH_3COOH$  1N,  $CH_3COONa$  1N

$$[H^+] = K_a \cdot [CH_3COOH] / [CH_3COONa]$$

**d. 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.

- **Phân loại thuốc thử:**

		<b>Hàm lượng chất chính</b>	<b>Hàm lượng tạp</b>
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 conductor – P SCP	0,99999999	$10^{-9}$

Trong phân tích định tính, để loại trừ ảnh hưởng của tạp gây nhiễu chỉ sử dụng hoá chất tinh khiết (P) hoặc tinh khiết phân tích PA.

- **Nên nhớ:** Quy định các loại thuốc thử tinh khiết phân tích, phân tích hoá học cũng chỉ là tương đối trong một số trường hợp, chúng vẫn bị nhiễu (trong công nghệ sản xuất, do bao gói, do đồ đựng v.v...) do vậy nhiều khi chúng vẫn không đáp ứng được nhu cầu do phân tích đặt ra hoặc đáp ứng được một số yêu cầu này, nhưng không đáp ứng được những nhu cầu khác!

- **Trong phân tích vật liệu bán dẫn:** thì cả tinh khiết hoá học và tinh khiết quang học cũng không dùng được do vậy người ta phải chuyển sang các phương pháp vật lý, hoá lý hoặc sử dụng mặt nạ che để phân tích được một số các chỉ tiêu cơ bản nhất của vật liệu này.

- Có một số lĩnh vực phân tích đòi hỏi độ tinh khiết rất cao của thuốc thử (đồ đựng cũng bằng dụng cụ siêu sạch) để tránh hoá chất bị nhiễm bẩn từ môi trường và từ đồ đựng.

- 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.

**- 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.

Dung môi chọn lọc: có thể chiết ly 1 loại ion khi có mặt tất cả ion khác trong nhóm.

**e. Yêu cầu đối với thuốc thử:**

- Giá trị và ý nghĩa thực tiễn của thuốc thử phân tích được xác định bởi một loạt yêu cầu:

- |                   |                          |
|-------------------|--------------------------|
| + Độ tinh khiết.  | Là những yêu cầu chủ yếu |
| + Độ nhạy.        |                          |
| + Tính đặc trưng. |                          |

→ Nếu thuốc thử nhiễm bẩn (hoặc chứa những tạp chất gây nhiễu đến việc xác định những ion khác) sẽ cho ra kết quả xác định không đáng tin cậy.

→ Hàm lượng giới hạn của các tạp chất (cho phép) có trong thuốc thử được quy định theo những yêu cầu của tiêu chuẩn nhà nước hoặc tiêu chuẩn kỹ thuật của ngành.

**Tuy nhiên:** Để thực hiện các phản ứng phân tích, không nhất thiết lúc nào cũng đòi hỏi thuốc thử tinh khiết phân tích (PA) hoặc tinh khiết hoá học (CP) trong thuốc thử gốc (đã nhiễm

bản) lại thường không có những tạp chất gây nhiễu cho kết quả phân tích, cho nên tạp bản trong những trường hợp này có thể bỏ qua.

**f. Nồng độ thuốc thử được sử dụng.**

Trong phòng thí nghiệm phân tích, cần chuẩn bị những thuốc thử có nồng độ xác định (pha một khối lượng thuốc thử theo tính toán vào một thể tích dung môi phù hợp)

- Nếu chất hoà tan trong nước – khi để yên dung dịch bị vẩn đục (do kết tủa – do thủy phân chất tan), trong trường hợp này phải cho thêm vào dung dịch một lượng axit phù hợp.

- Các chất không hoà tan được trong nước: phải trung hoà chúng trong axit.

- Một số thuốc thử hữu cơ không hoà được trong nước → phải sử dụng các dung môi hữu cơ (rượu, aceton).

- Nồng độ thuốc thử được biểu thị bằng: số đương lượng gram/lít - Thường axit là 5N, baze là 2N. Để pha các dung dịch phân tích: dùng muối nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) hoặc chlorid ( $\text{Cl}^-$ ) có nồng độ muối g/lít hoặc mg/lít - thường nồng độ muối được sử dụng là:  $0,01\text{g/lít} = 10\text{mg/lít}$ .

**g - Kỹ thuật dùng thuốc thử.** Có thuốc thử chung và riêng.

- Bộ thuốc thử riêng được đặt trong các hộp đựng, Bộ thuốc thử dùng chung đặt trên các giá ngang hoặc đặt trong các ngăn tủ bỏ ngõ.

- Dung dịch thuốc thử được đặt trong những chai lớn miệng hẹp bằng thủy tinh, có nút mài hoặc nút vện.

- Khi sử dụng thuốc thử: lấy từng xuất nhỏ cho vào các bình nhỏ giọt. Những thuốc thử rắn (phải ở dạng mịn) được đặt trong những chai nút mài miệng rộng.

Thuốc thử có thể ở các trạng thái: rắn, lỏng, khí

- Cần tuân thủ các qui tắc sử dụng thuốc thử:

+ Thuốc thử lỏng lấy từng giọt, tránh lấy lượng lớn để không lãng phí.

+ Sử dụng xong thuốc thử: xếp chai ngay ngắn vào chỗ cũ.

+ Dung dịch thuốc thử đã lấy ra khỏi lọ (dù chưa sử dụng) cũng không được đổ trở lại lọ đựng để tránh nhiễm bẩn ngẫu nhiên.

- Cần thận chu đáo là việc mà người làm trong phòng phân tích phải luôn đảm bảo:

+ Mỗi lọ thuốc thử sử dụng một pipette riêng, siphông hút riêng.

+ Nút chai sau khi mở đặt ngửa trên mặt bàn, tránh làm bẩn nút chai.

+ Sau khi sử dụng xong thuốc thử phải đậy ngay nắp bình lại và xếp bình trở về vị trí cũ.

+ Pipette phải đặt trên giá riêng (cho từng chai) - không để pipette đặt nằm trên bàn (tránh nhiễm bẩn).

### **III. 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.

- Sự phân chia các ion (cation và anion) thành các nhóm phân tích dựa trên quan hệ của những ion này với tác dụng của thuốc thử, thành những nhóm phân tích riêng.

Trong tài liệu này người ta sắp xếp ion thành 6 nhóm:

Nhóm 1:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

Nhóm 2:  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ .

Nhóm 3:  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ .

Nhóm 4:  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ .

Nhóm 5:  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ .

Nhóm 6:  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ .

Anion vô cơ được chia thành 3 nhóm:

Nhóm 1:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ .

Nhóm 2:  $\text{AsO}_4^{3-}$ ,  $\text{AsO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ .

Nhóm 3:  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ .

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.

## Chương II

### PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH THEO NHÓM

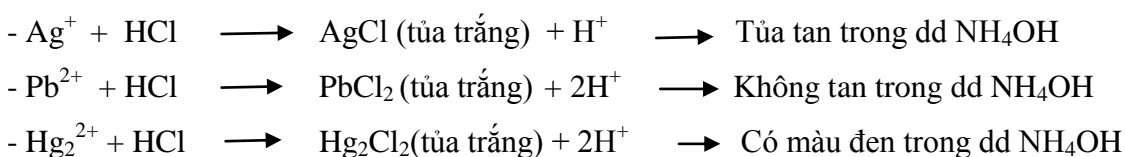
#### BÀI 1: CATION NHÓM I ( $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ ...)

##### A. Đặc tính của nhóm phân tích thứ nhất các Cation.

##### 1. Nhóm I sử dụng thuốc thử.

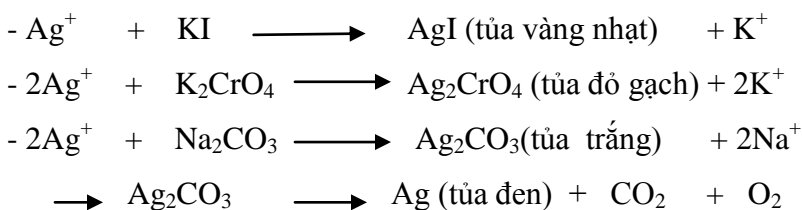
HCl 2N tạo kết tủa và những tủa này có phản ứng khác nhau với dung dịch  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

##### 2. Phản ứng nhóm: thuốc thử nhóm là: HCl 2N

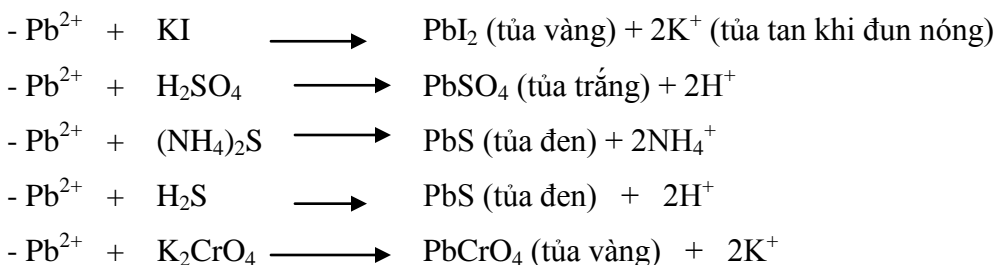


##### 3. Phản ứng của các Cation với thuốc thử - Các thuốc thử đặc trưng.

##### \* Ion $\text{Ag}^+$



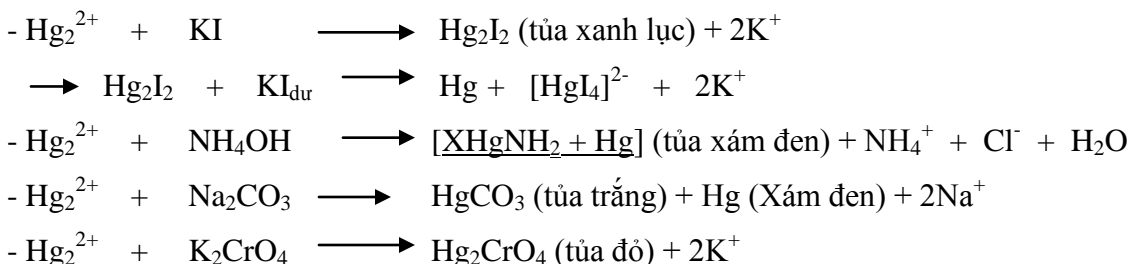
##### \* Ion $\text{Pb}^{2+}$



(pH = 8,  $\text{NaHCO}_3$  1N)

(Tủa tan trong  $\text{HNO}_3$  6N và  $\text{NaOH}$  2N, không tan trong  $\text{CH}_3\text{COOH}$  2N)

##### \* Ion $\text{Hg}_2^{2+}$



## B. Trình tự thực hiện phân tích ion nhóm I.

### 1. Thực hiện phản ứng với thuốc thử nhóm.

#### \* Ion $\text{Ag}^+$

- Nhỏ 5 giọt dd  $\text{Ag}^+$  + 5gi thuốc thử  $\text{HCl}$   $\longrightarrow$  kết tủa trắng  $\text{AgCl}$ .

$\longrightarrow$  Nhỏ từng giọt dd  $\text{NH}_4\text{OH}$  2N kết tủa  $\text{AgCl}$  tan.

- Nhỏ 5gi dd  $\text{Hg}_2^{2+}$  + 5gi  $\text{HCl}$  2N  $\longrightarrow$  Kết tủa trắng  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$

$\longrightarrow$  Nhỏ từng giọt dd:

$\text{NH}_4\text{OH}$  2N +  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$   $\longrightarrow$   $[\text{Cl-Hg-NH}_2 + \text{Hg}]$  (tủa xám đen) +  $\text{NH}_4^+$  +  $\text{Cl}^-$  +  $\text{H}_2\text{O}$

- Nhỏ 5gi dd  $\text{Pb}^{2+}$  + 5gi thuốc thử  $\text{HCl}$   $\longrightarrow$  kết tủa trắng  $\text{PbCl}_2$ .

$\longrightarrow$  Nhỏ từng giọt dd  $\text{NH}_4\text{OH}$  2N kết tủa  $\text{PbCl}_2$  không tan.

### 2. Thực hiện phản ứng với các thuốc thử Cation.

#### \* Ion $\text{Ag}^+$

- 5gi  $\text{Ag}^+$  + 5gi  $\text{KI}$   $\longrightarrow$   $\text{AgI}$  (tủa vàng) +  $\text{K}^+$

- 5gi  $2\text{Ag}^+$  + 5gi  $\text{K}_2\text{CrO}_4$   $\longrightarrow$   $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  (tủa đỏ) +  $2\text{K}^+$

- 5gi  $2\text{Ag}^+$  + 5gi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $\longrightarrow$   $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  (tủa trắng) +  $2\text{Na}^+$

#### \* Ion $\text{Pb}^{2+}$

- 5gi  $\text{Pb}^{2+}$  + 5gi  $\text{KI}$   $\longrightarrow$   $\text{PbI}_2$  (tủa vàng) +  $2\text{K}^+$

- 5gi  $\text{Pb}^{2+}$  + 5gi  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $\longrightarrow$   $\text{PbSO}_4$  (tủa trắng) +  $2\text{H}^+$

- 5gi  $\text{Pb}^{2+}$  + 5gi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $\longrightarrow$   $\text{PbCO}_3$  (tủa trắng) +  $2\text{Na}^+$

- 5gi  $\text{Pb}^{2+}$  + 5gi  $\text{K}_2\text{CrO}_4$   $\longrightarrow$   $\text{PbCrO}_4$  (tủa vàng)

$\longrightarrow$   $\text{PbCrO}_4$  +  $\text{CH}_3\text{COOH}$  2N  $\longrightarrow$  tủa không tan

$\longrightarrow$   $\text{PbCrO}_4$  +  $\text{NaOH}$  2N  $\longrightarrow$   $\text{Na}_2\text{PbO}_2$  (tan) +  $\text{H}_2\text{CrO}_4$

#### \* Ion $\text{Hg}_2^{2+}$

- 5gi  $\text{Hg}_2^{2+}$  + 5gi  $\text{KI}$   $\longrightarrow$   $\text{Hg}_2\text{I}_2$  (tủa xanh lục) +  $2\text{K}^+$

- 5gi  $\text{Hg}_2^{2+}$  + 5gi  $\text{NH}_4\text{OH}$  2N  $\longrightarrow$   $\text{XHgNH}_2$  (tủa xám đen) +  $\text{Hg}$  +  $\text{NH}_4\text{X}$  +  $\text{H}_2\text{O}$

- 5gi  $\text{Hg}_2^{2+}$  + 5gi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   $\longrightarrow$   $\text{HgCO}_3$  (tủa trắng) +  $\text{Hg}$  (Xám đen) +  $2\text{Na}^+$

- 5gi  $\text{Hg}_2^{2+}$  + 5gi  $\text{K}_2\text{CrO}_4$   $\longrightarrow$   $\text{Hg}_2\text{CrO}_4$  (tủa đỏ) +  $2\text{k}^+$

### 3. Thực hành.

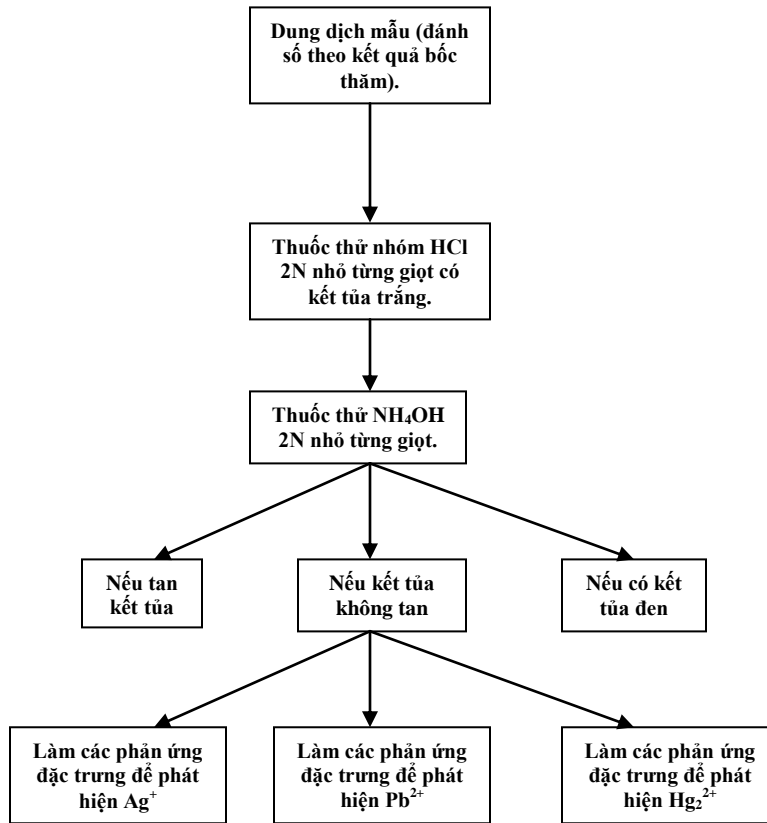
Có 7 dung dịch mẫu, học viên chọn một mẫu (có đánh số) trong 7 mẫu đó.

- Thực hiện phản ứng với thuốc thử nhóm.

- Thực hiện phản ứng với các thuốc thử Cation.

Phát hiện ion trong nhóm theo những phản ứng đặc trưng.

C. Sơ đồ phát hiện Cation nhóm I – Bài 1.



**D. Báo cáo kết quả phân tích mẫu.**

**\* Phần thử nghiệm chung:**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện hoặc phát hiện ion	- Không thực hiện - Không phát hiện
1	Chuẩn bị tốt dụng cụ hoá chất: HCl 2N, NH <sub>4</sub> OH 2N, KI 2N, K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> 0,5N; Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , CH <sub>3</sub> COOH 2N, NaOH 2N, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N	01	
2	Thực hiện các phản ứng nhóm với từng cation. - Nhỏ 5gi dd mẫu Ag <sup>+</sup> + 5gi HCl 2N → AgCl kết tủa trắng, sau đó nhỏ từ từ NH <sub>4</sub> OH 2N vào đến khi kết tủa hoà tan.		
	- Nhỏ 5gi dd mẫu Pb <sup>2+</sup> + 5gi HCl 2N → PbCl <sub>2</sub> kết tủa trắng, sau đó nhỏ từ từ NH <sub>4</sub> OH 2N vào, lắc đều, kết tủa không tan.		
	- Nhỏ 5gi dd mẫu Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> + 5gi HCl 2N → HgCl <sub>2</sub> kết tủa trắng, sau đó nhỏ từ từ NH <sub>4</sub> OH 2N vào, lắc đều, có kết tủa xám đen.		
3	<b>Phản ứng đặc trưng của Ag<sup>+</sup></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd ion Ag <sup>+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi kali iod, có tủa vàng nhạt.		
	- Nhỏ 5gi dd ion Ag <sup>+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi kali cromat, có tủa đỏ gạch.		
	- Nhỏ 5gi dd Ag <sup>+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi natri carbonat, có tủa trắng.		
	<b>Phản ứng đặc trưng của Pb<sup>2+</sup></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd Pb <sup>2+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi KI, có tủa màu vàng. Chia tủa thành hai ống: một ống cho từng giọt A. acetic, tủa không tan, một ống cho thêm NaOH 2N tủa tan.		
	- Nhỏ 5 giọt dd Pb <sup>2+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5 giọt kali iod, có tủa vàng tươi.		
	- Nhỏ 5gi dd Pb <sup>2+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi acid sulfuric 2N, có tủa trắng.		
	- Nhỏ 5gi dd Pb <sup>2+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi natri carbonat, có tủa trắng.		
	<b>Phản ứng đặc trưng của Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> vào ống nghiệm, thêm 5gi amoni hydroxyd, có tủa xám đen.		
	- Nhỏ 5gi dd Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> + 5gi KI 2N kết tủa màu xanh lục.		
	- Nhỏ 5gi Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> + 5gi K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> 0,5N kết tủa đỏ.		
	- Nhỏ 5gi dd Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> + 5gi Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 2N tủa xám đen.		
	<b>Tổng cộng</b>		10

**\* Phân phát hiện ion ở mẫu riêng:**

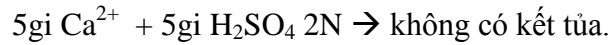
Có 4 mẫu thử 1, 2, 3, 4. Chọn 1 trong 4 mẫu:

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Thực hiện đúng Phát hiện được ion	Không thực hiện đúng Không phát hiện được
1	Thực hiện phản ứng với Thuốc thử nhóm	1	
2	Thực hiện phản ứng đặc trưng phát hiện $\text{Ag}^+$	3	
3	Thực hiện phản ứng đặc trưng phát hiện $\text{Pb}^{2+}$	3	
4	Thực hiện phản ứng đặc trưng phát hiện $\text{Hg}_2^{2+}$	3	
<b>Tổng cộng</b>		10	



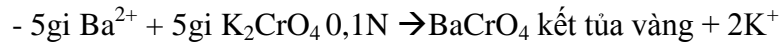
**B. Trình tự thực hiện phân tích ion nhóm II và hỗn hợp ion nhóm I, II.**

**1. Phản ứng về thuốc thử nhóm.**



→ Thêm 1ml C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 70% có kết tủa trắng keo CaSO<sub>4</sub> ↓

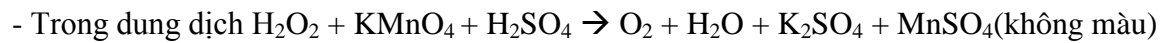
**2. Phản ứng với thuốc thử đặc trưng**



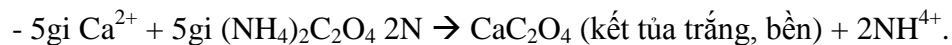
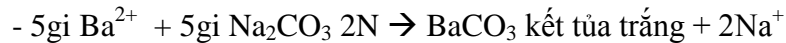
→ Thêm 1ml dd CH<sub>3</sub>COOH 2N kết tủa không tan



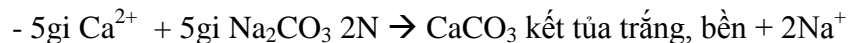
Sau đó dùng H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1N nhỏ từ từ vào hỗn hợp phản ứng.



- Còn kết tủa không phản ứng với H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> vẫn còn màu hồng.



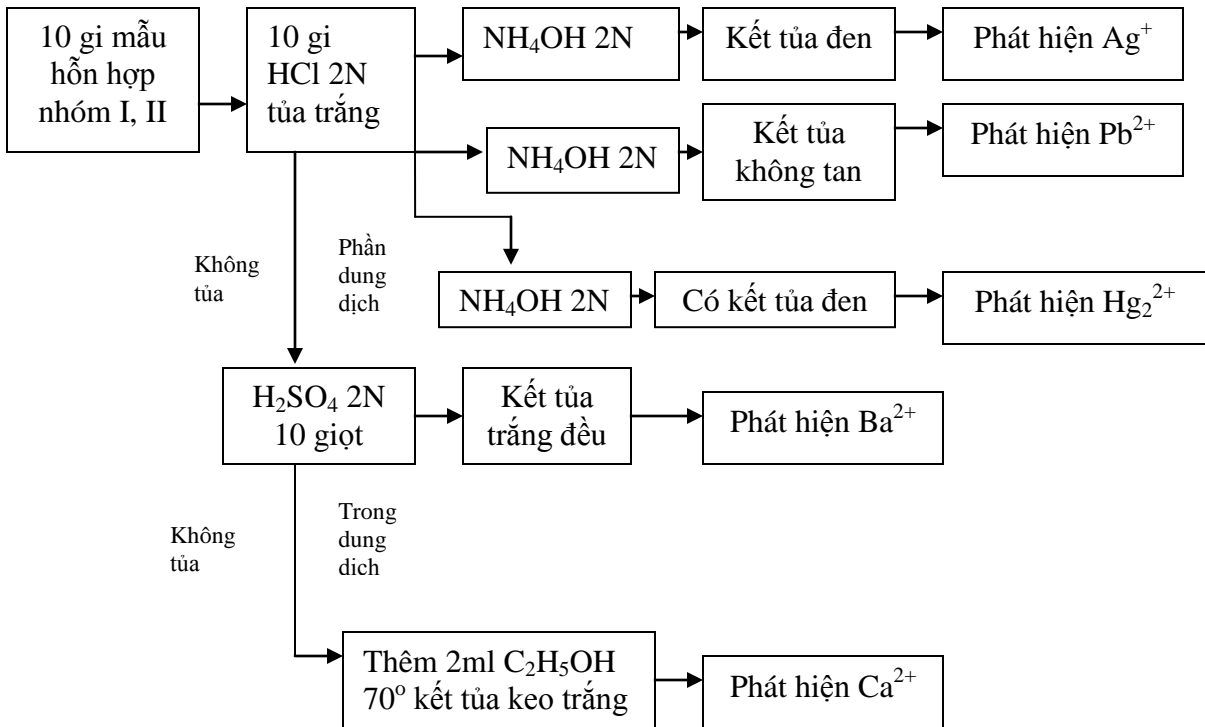
→ Thêm 1ml CH<sub>3</sub>COOH 2N, kết tủa không tan.



**C. Sơ đồ phát hiện cation nhóm I và nhóm II:**

Có 9 mẫu dung dịch phân tích được đánh số 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9.

Sinh viên được chọn 1 mẫu hỗn hợp cation nhóm I, II



**D. Báo cáo kết quả phân tích mẫu hỗn hợp Cation nhóm I, II**

**\* Phần thí nghiệm chung**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện. Đã phát hiện ion.	Không thực hiện. Không phát hiện ion
<b>1</b>	Chuẩn bị tốt hoá chất: dung dịch $Ba^{2+}$ , $Ca^{2+}$ , hỗn hợp cation nhóm I, II, HCl 2N, $H_2SO_4$ 2N, Ethanol 70°, $K_2CrO_4$ 0,1N; $CH_3COOH$ 2N, $KMnO_4$ 0,1N; $H_2O_2$ 30%, $Na_2CO_3$ 2N, $(NH_4)_2C_2O_4$ 2N.	1	
<b>2</b>	Thực hiện phản ứng với thuốc thử nhóm II - Nhỏ 5gi $Ba^{2+}$ , nhỏ 5gi $H_2SO_4$ 2N có kết tủa trắng $\rightarrow BaSO_4$ kết tủa + $2H^+$ - Nhỏ 5gi $Ca^{2+}$ , nhỏ 5gi $H_2SO_4$ 2N + 1ml Ethanol 70° $\rightarrow CaSO_4$ kết tủa keo + $2H^+$	03	
<b>3</b>	<b>Thực hiện phản ứng đặc trưng với từng cation</b>		
	<b>* Ion <math>Ba^{2+}</math></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd $Ba^{2+}$ vào ống nghiệm, thêm 5 gi kali cromat, có tủa màu vàng tươi, sau đó thêm $CH_3COOH$ , tủa không tan.		
	- Nhỏ 5gi dd $Ba^{2+}$ vào ống nghiệm, thêm 1gi $KMnO_4$ , 5gi $H_2SO_4$ 2N, có kết tủa, để yên vài phút, sau đó thêm từ từ từng giọt $H_2O_2$ đến khi dd <b>mất màu hồng tím còn kết tủa màu hồng.</b>		
	- Nhỏ 5gi dd $Ba^{2+}$ vào ống nghiệm, thêm 5 gi $Na_2CO_3$ , có tủa trắng.		
	<b>* Ion <math>Ca^{2+}</math></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd ion $Ca^{2+}$ vào ống nghiệm, thêm 5 gi $(NH_4)_2C_2O_4$ có tủa trắng, sau đó thêm $CH_3COOH$ , tủa không tan. - Nhỏ 5gi dd $Ca^{2+}$ vào ống nghiệm thêm 5 gi $Na_2CO_3$ , có tủa trắng.		
<b>Tổng cộng</b>		10	

**\* Phần thực hiện với hỗn hợp Cation nhóm I, II.**

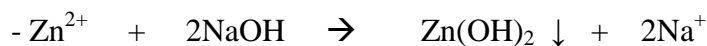
TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện	Không thực hiện
1	Sử dụng thuốc thử HCl 2N (10gi mẫu + 10gi HCl) - Phần nằm trong dung dịch là các cation nhóm II. - Phần nằm trong kết tủa là cation nhóm I.	02	
2	Nhỏ tiếp 10gi NH <sub>4</sub> OH 2N vào kết tủa → phát hiện Ag <sup>+</sup> trong dung dịch - Kết tủa màu trắng → phát hiện Pb <sup>2+</sup> - Kết tủa đen xám → phát hiện Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup>	04	
3	Nhỏ tiếp 10gi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N vào phần nằm trong dung dịch: - Kết tủa trắng, bền → phát hiện Ba <sup>2+</sup> - Cho thêm 2ml C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH 70 <sup>o</sup> vào dung dịch trong xuất hiện kết tủa keo trắng → phát hiện Ca <sup>2+</sup>	04	
<b>Tổng cộng</b>		10	

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

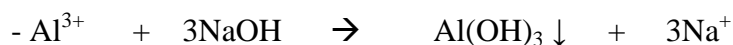
### A. Đặc tính của cation nhóm III.

1. Cation nhóm III sử dụng thuốc thử nhóm là NaOH 2N lấy lượng dư.

2. Phản ứng nhóm.

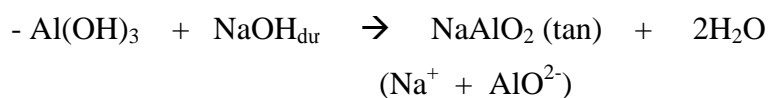
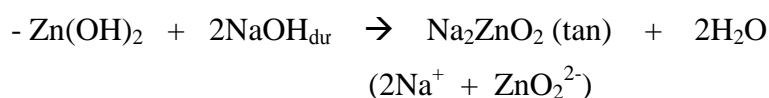


5 giọt            5 giọt            kết tủa trắng



5 giọt            5 giọt            kết tủa trắng

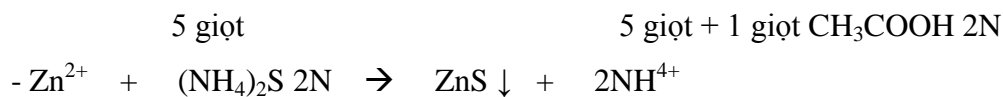
Khi lấy dư lượng NaOH 2N



3. Các phản ứng đặc trưng.

\* Ion  $Zn^{2+}$

- Montequi: ion  $Zn^{2+}$  tác dụng với thuốc thử Montequi (A+B) cho kết tủa màu tím.



5 giọt            5 giọt            kết tủa trắng



5 giọt            5 giọt            kết tủa trắng

\* Ion  $Al^{3+}$

-  $Al^{3+}$  + Aluminon  $\rightarrow$  kết tủa bông đỏ  $Al(OH)_3$  (Aluminon)

5 giọt            5 giọt

-  $Al^{3+}$  +  $NH_4Cl$  2N +  $NH_4OH$  2N  $\rightarrow$   $Al(OH)_3$  kết tủa keo trắng.

5 giọt            5 giọt            5 giọt

-  $Al^{3+}$  +  $Na_2CO_3$  2N  $\rightarrow$   $Al(OH)_3$  kết tủa trắng.

5 giọt            5 giọt

**B. Báo cáo kết quả phân tích mẫu Cation nhóm III**

**\* Phần thử nghiệm chung**

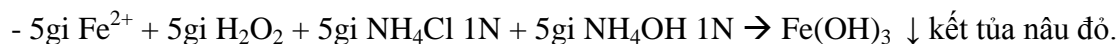
TT	Phản thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện hoặc phát hiện ion.	Không thực hiện. Không phát hiện ion.
<b>1</b>	Chuẩn bị tốt dụng cụ hoá chất. Mẫu $Zn^{2+}$ , $Al^{3+}$ , $NaOH_2N$ , $CH_3COOH$ 2N, Montequi A,B, $(NH_4)_2S$ 2N, $Na_2CO_3$ 2N, Aluminon $NH_4Cl$ 1N, $NH_4OH$ 1N	02	
<b>2</b>	- Nhỏ 5gi dd $Zn^{2+}$ , thêm $NaOH$ 2N từng giọt, có tủa trắng, nhỏ tiếp $NaOH$ 2N, tủa tan.		
	- Nhỏ 5gi dd $Al^{3+}$ , thêm $NaOH$ 2N từng giọt, có tủa trắng, nhỏ tiếp $NaOH$ 2N, tủa tan.		
	<b>Thực hiện các phản ứng với TT cation:</b>		
	<b>Các TT của cation <math>Zn^{2+}</math></b>	04	
	- Nhỏ 2gi dd $Zn^{2+}$ thêm 1gi $CH_3COOH$ , 5gi Montequi A và 1gi Montequi B, có tủa màu tím hoa cà.		
	- Nhỏ 5gi dd $Zn^{2+}$ , thêm 5gi $(NH_4)_2S$ có tủa trắng.		
	- Nhỏ 5gi dd $Zn^{2+}$ , thêm 5gi $Na_2CO_3$ , có tủa trắng.		
	<b>Các TT của cation <math>Al^{3+}</math></b>	04	
	- Nhỏ 5gi dd $Al^{3+}$ , thêm 5gi Aluminon, đun nhẹ có tủa bông đỏ.		
	- Nhỏ 5gi dd $Al^{3+}$ , thêm 5gi $NH_4Cl$ , 5gi $NH_4OH$ , có tủa trắng keo.		
	Nhỏ 5gi dd $Al^{3+}$ , thêm 5gi $Na_2CO_3$ có tủa trắng.		
<b>Tổng cộng</b>	<b>10</b>		

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

### A Đặc tính của cation nhóm IV.

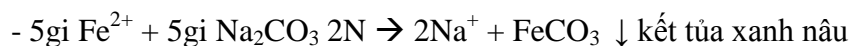
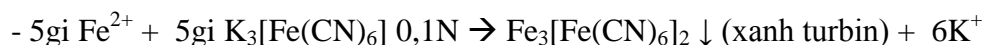
1. Cation nhóm IV sử dụng thuốc thử nhóm là  $\text{NH}_4\text{OH}$  1N và  $\text{H}_2\text{O}_2$  20%,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1N.

### 2. Phản ứng nhóm:

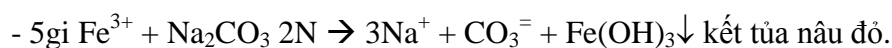
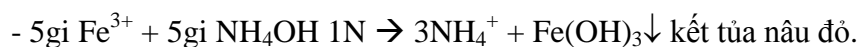
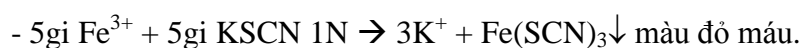
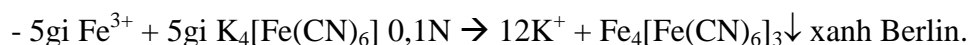


### 3. Phản ứng đặc trưng của cation:

#### \* Ion $\text{Fe}^{2+}$



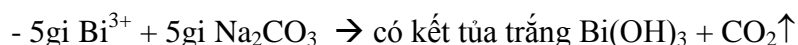
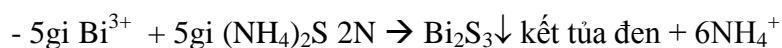
#### \* Ion $\text{Fe}^{3+}$



#### \* Ion $\text{Bi}^{3+}$

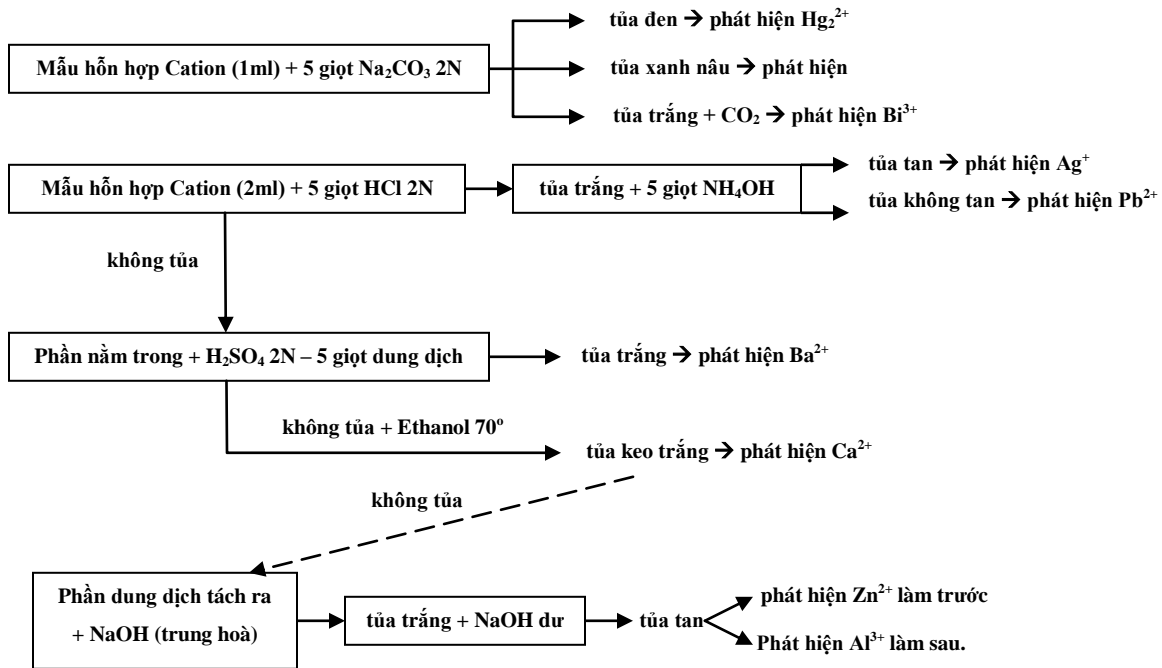


Nhỏ thêm  $\text{KI}$  dư +  $\text{BiI}_3$   $\rightarrow$   $\text{K}[\text{BiI}_4]$  kết tủa tan có màu vàng đậm.



**B. Sơ đồ xác định hỗn hợp Cation nhóm I, II, III, IV.**

**Có 4 mẫu phân tích đánh số 1, 2, 3, 4 sinh viên chọn mẫu.**



**Chú ý:** dung dịch có thể có  $\text{Fe}^{3+}$  thử luôn phản ứng đặc trưng với  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .

**C – Báo cáo kết quả phân tích mẫu.**

**\* Phần thực hiện chung**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện, Đã phát hiện ion.	Không thực hiện. Không phát hiện ion.
<b>1</b>	Chuẩn bị các dụng cụ hoá chất $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{H}_2\text{O}_2$ 20%, $\text{NH}_4\text{Cl}$ 1N, $\text{NH}_4\text{OH}$ 1N, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 0,1N, $\text{KSCN}$ 1N, $\text{KI}$ 2N, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{N}$ , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$		
	<b>Thực hiện các phản ứng của cation nhóm IV với TT nhóm</b>	02	
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{2+}$ , thêm 5gi $\text{H}_2\text{O}_2$ , 5gi $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 5gi $\text{NH}_4\text{OH}$ có kết tủa nâu đỏ.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{H}_2\text{O}_2$ , 5gi $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 5gi $\text{NH}_4\text{OH}$ , có kết tủa nâu đỏ.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Bi}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{H}_2\text{O}_2$ , 5gi $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 5gi $\text{NH}_4\text{OH}$ , có kết tủa vàng ngà.		
	<b>Thực hiện các phản ứng với TT cation</b>		
	<b>Các TT của cation <math>\text{Fe}^{2+}</math></b>	02	
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{2+}$ , thêm 5gi kali fericyanid, có kết tủa keo màu xanh đậm.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{2+}$ , thêm 5gi Na carbonat có kết tủa màu vàng nâu.		
	<b>Các TT của cation <math>\text{Fe}^{3+}</math></b>	03	
	-Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{3+}$ , thêm 5gi kali ferocyanid, có kết tủa keo màu xanh đậm.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{KSCN}$ , dd có màu đỏ máu.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Fe}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ có kết tủa nâu đỏ.		
	<b>Các TT của cation <math>\text{Bi}^{3+}</math></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Bi}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{KI}$ có kết tủa đen, thêm $\text{KI}$ , tủa tan, dung dịch có màu vàng da cam.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Bi}^{3+}$ , thêm 5gi $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ , có kết tủa màu đen.		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Bi}^{3+}$ , thêm 5gi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ có kết tủa trắng và khí bay ra.		
<b>Tổng cộng</b>			

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

### A. Đặc tính của cation nhóm V

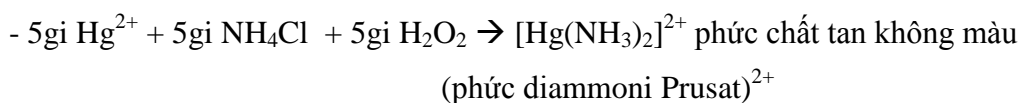
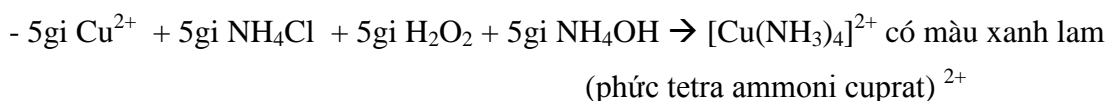
Cation nhóm V cũng có thuốc thử nhóm tương tự như nhóm IV đó là:

$\text{NH}_4\text{OH}$  1N,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1N và  $\text{H}_2\text{O}_2$  20%

#### 1. Các cation nhóm V tác dụng với thuốc thử nhóm không tạo ra kết tủa



Nhưng  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  trong môi trường  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1N (5giọt) +  $\text{H}_2\text{O}_2$  20% (5giọt) có tích số tan rất lớn nên hầu như hoà tan hoàn toàn trong dung dịch.



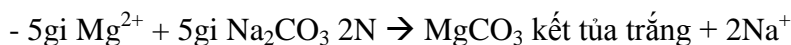
Việc tác dụng với thuốc thử nhóm nhưng không tạo ra kết tủa là khác biệt của cation nhóm V với các cation nhóm IV.

#### 2. Phản ứng với thuốc thử đặc trưng.

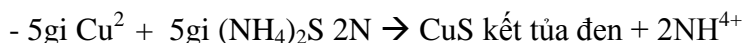
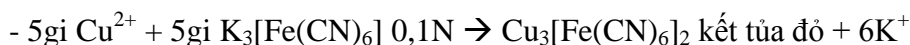
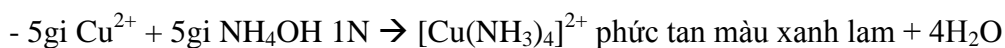
##### \* Ion $\text{Mg}^{2+}$



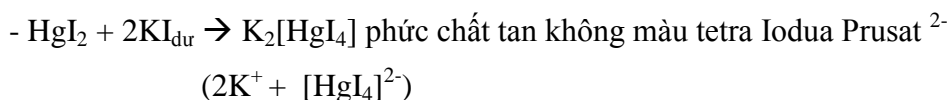
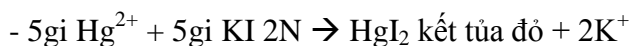
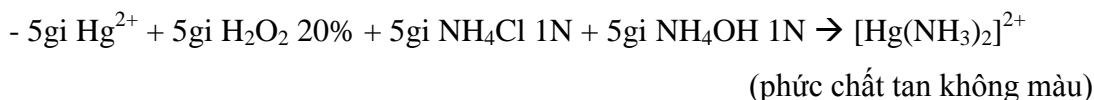
$\text{MgNH}_4\text{PO}_4$  là kết tủa trắng của muối kép Magne Amoni Phosphat.



##### \* Ion $\text{Cu}^{2+}$

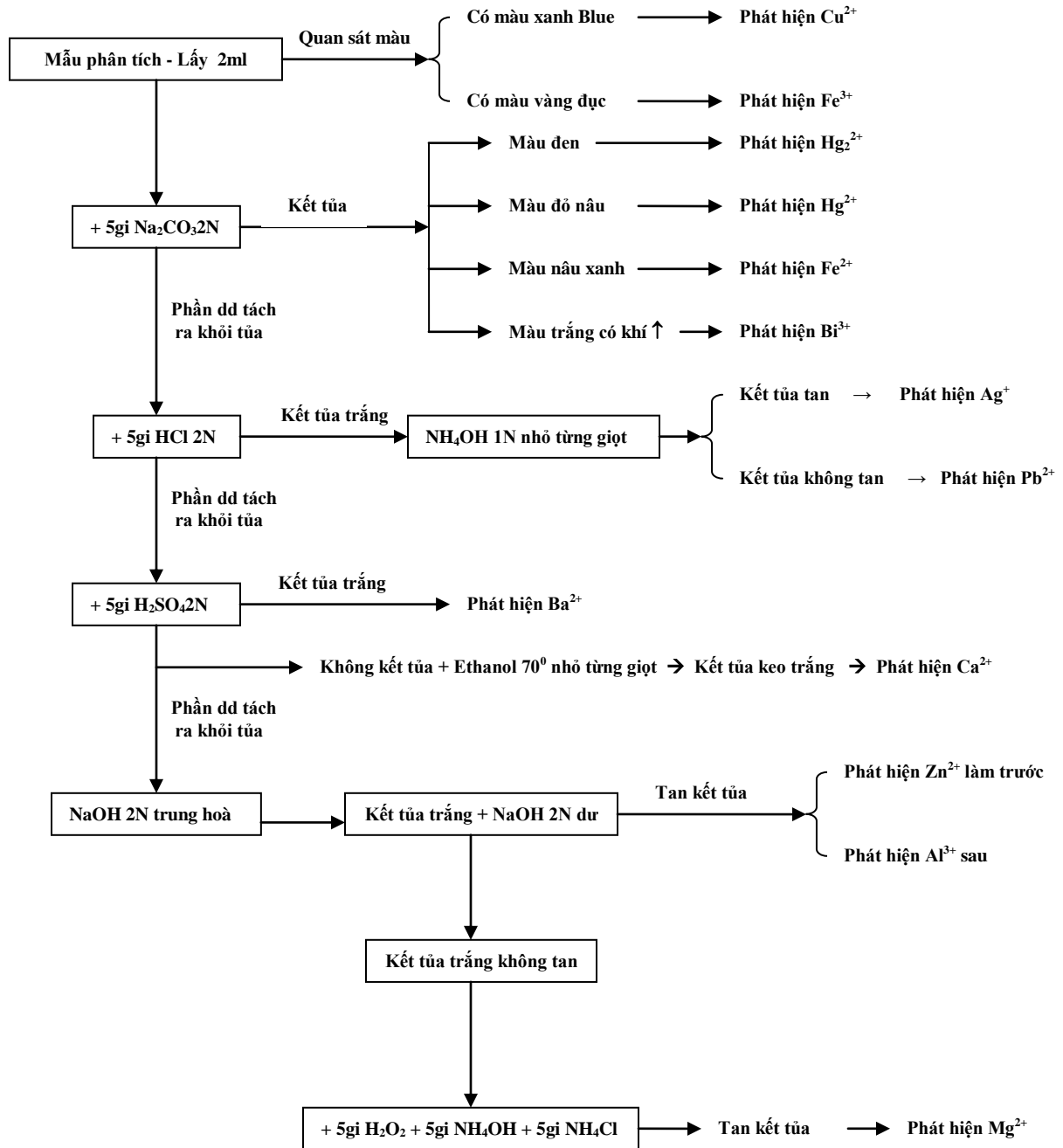


##### \* Ion $\text{Hg}^{2+}$



**B. Sơ đồ xác định hỗn hợp Cation nhóm I, II, III, IV, V.**

Có 6 mẫu xác định đánh số từ 1 đến 6: sinh viên chọn 1 mẫu.



**C. Báo cáo kết quả phân tích mẫu.**

**\* Phần thực hiện chung**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện. Đã phát hiện ion.	Không thực hiện. Không phát hiện ion
<b>1</b>	Chuẩn bị dụng cụ hoá chất $Mg^{2+}$ , $Cu^{2+}$ , $Hg^{2+}$ , $H_2O_2$ 20%, $NH_4Cl$ 1N, $NH_4OH$ 1N, $K_3[Fe(CN)_6]$ 0,1N, $NaOH$ 2N, $Na_2CO_3$ 2N, $KI$ 2N, $Na_2HPO_4$ 1N	1	
	<b>Thực hiện các phản ứng của cation nhóm V với TT nhóm</b>		
<b>2</b>	- Nhỏ 5gi dd ion $Cu^{2+}$ , thêm 5gi $H_2O_2$ , 5gi $NH_4Cl$ , 5gi $NH_4OH$ , dd có màu xanh lam.	1	
<b>3</b>	- Nhỏ 5gi dd ion $Mg^{2+}$ , thêm 5gi $H_2O_2$ , 5gi $NH_4Cl$ , 5gi $NH_4OH$ không cho tủa	1	
<b>4</b>	- Nhỏ 5gi dd $Hg^{2+}$ thêm 5gi $H_2O_2$ , 5gi $NH_4Cl$ , 1 – 2gi $NH_4OH$ , có kết tủa rồi thêm $NH_4OH$ đến khi tủa tan hết, dd không màu.	1	
	<b>thực hiện các phản ứng với TT cation</b>		
	<b>Các TT của cation <math>Cu^{2+}</math></b>		
<b>5</b>	- Nhỏ 5gi dd ion $Cu^{2+}$ thêm 1-2gi $NH_4OH$ có kết tủa, thêm tiếp $NH_4OH$ cho đến khi tủa tan, dung dịch có màu xanh lam.	1	
<b>6</b>	- Nhỏ 5gi dd ion $Cu^{2+}$ thêm 5gi kali ferocyanid, có tủa đỏ.	1	
	<b>Các TT của cation <math>Hg^{2+}</math></b>		
<b>7</b>	- Nhỏ 5gi ion $Hg^{2+}$ , thêm từng giọt $KI$ có tủa đỏ thêm tiếp $KI$ tủa tan dung dịch không màu	1	
<b>8</b>	- Nhỏ 5gi ion $Hg^{2+}$ , thêm 5gi $NaOH$ 2N có tủa vàng.	1	
<b>9</b>	- Nhỏ 5gi dd ion $Hg^{2+}$ , thêm 5gi $Na_2CO_3$ , có tủa đỏ nâu (vàng nâu).	1	
	<b>Các TT của cation <math>Mg^{2+}</math></b>		
<b>10</b>	- Nhỏ 5gi dd $Mg^{2+}$ , thêm 5gi $NH_4Cl$ , 5gi $NH_4OH$ , thêm 5gi $Na_2HPO_4$ có tủa trắng.	1	
<b>11</b>	- Nhỏ 5gi $Mg^{2+}$ thêm $NaOH$ 2N có tủa trắng.	1	
<b>12</b>	- Nhỏ 5gi dd $Mg^{2+}$ , thêm 5gi $Na_2CO_3$ có tủa trắng.	1	
<b>Tổng cộng</b>		12	

## BÀI 6: CATION NHÓM VI ( $\text{NH}_4^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Na}^+$ )

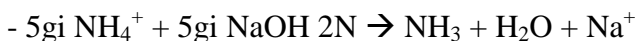
### A. Đặc tính của cation nhóm VI

#### 1. Cation nhóm VI không có thuốc thử nhóm

Đây là những cation của kim loại kiềm và amoni, chúng tạo ra các hợp chất baze  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{NaOH}$  và các muối Halogenid, Sulfat, Carbonat 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

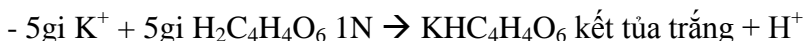
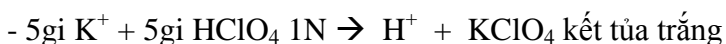
##### \* Ion $\text{NH}_4^+$



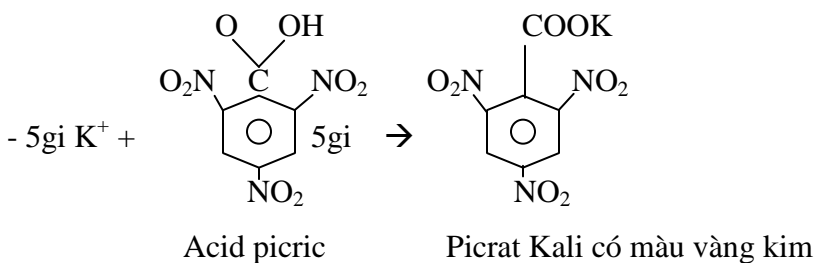
$\text{NH}_3$  bay ra làm phenolphthalein chuyển sang màu đỏ giấy chỉ thị tổng hợp chuyển sang màu xanh.



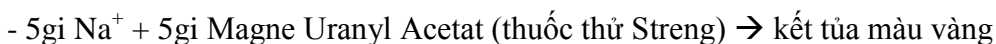
##### \* Ion $\text{K}^+$



Ion  $\text{NH}_4^+$  cũng có phản ứng tương tự cho nên để chắc chắn phải xác định  $\text{NH}_4^+$  trước hoặc đun nóng dung dịch cho  $\text{NH}_3$  bay hơi ra ngoài.

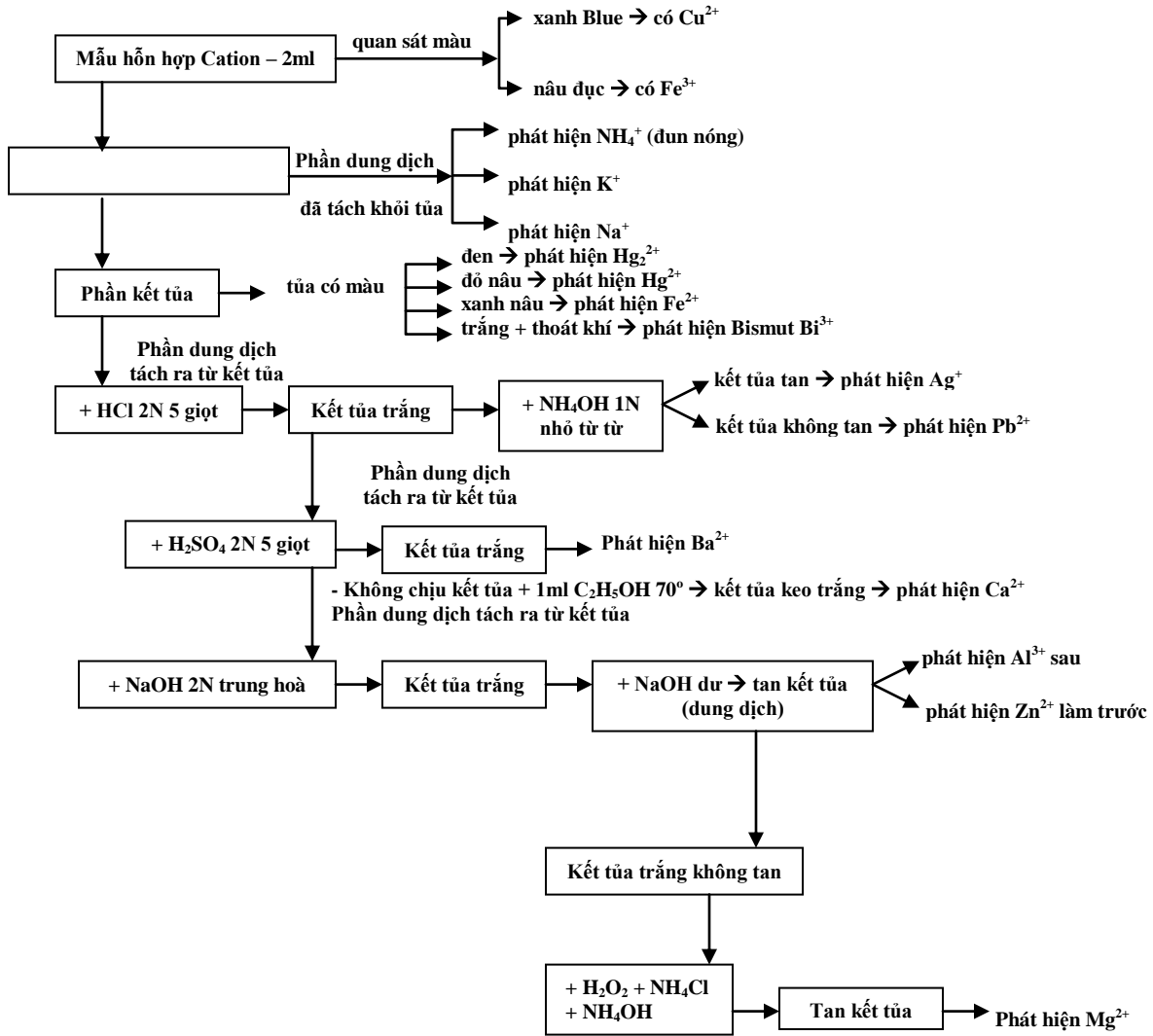


##### \* Ion $\text{Na}^+$



Đốt muối  $\text{Na}^+$  trên ngọn lửa gas có màu vàng.

**B. Sơ đồ xác định hỗn hợp Cation từ nhóm I, II, III, IV, V, VI.**



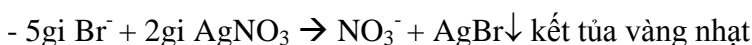
**C. Báo cáo kết quả xác định cation nhóm VI**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện. Đã phát hiện ion	Chưa thực hiện. Chưa phát hiện ion.
1	Chuẩn bị tốt dụng cụ hoá chất, dung dịch $\text{NH}_4^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{NaOH}$ 2N, Phenolphthalein 1%, Nessler, $\text{HClO}_4$ 1N, $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 1N, $\text{CH}_3\text{COOH}$ 6N, Garola (A+B), Streng	02	
	<b>Thực hiện các phản ứng với TT cation</b>		
	<b>Các TT của cation <math>\text{NH}_4^+</math></b>	03	
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{NH}_4^+$ , thêm 5gi $\text{NaOH}$ 2N, đậy ống nghiệm bằng giấy lọc tẩm một giọt dd phenolphthalein đun nhẹ, giấy có màu hồng.		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{NH}_4^+$ , thêm 5gi TT Nessler, xuất hiện tủa nâu đỏ (vàng nâu).		
	<b>Các TT của cation <math>\text{K}^+</math></b>	04	
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{K}^+$ , thêm 5gi $\text{HClO}_4$ , có tủa trắng		
	- nhỏ 5gi dd $\text{K}^+$ , 5gi dung dịch đậm, thêm 5gi acid tarttric có tủa trắng (nếu chưa có tủa cọ nhẹ thành ống).		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{K}^+$ , thêm 5gi acid picric có tủa vàng.		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{K}^+$ , thêm 5gi TT Garola A, một ít bột Garola B, 5 – 10gi acid acetic 6M có tủa vàng.		
	<b>Các TT của cation <math>\text{Na}^+</math></b>	01	
	Nhỏ 5gi dinh dưỡng $\text{Na}^+$ , thêm 5gi TT Streng, có tủa vàng màu lá mạ.		
	<b>Tổng cộng</b>		

## BÀI 7: ANION NHÓM I ( $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{S}^{2-}$ , $\text{NO}_3^-$ )

### A Các đặc tính của anion nhóm I

**1. Tác dụng với  $\text{AgNO}_3$  0,1N tạo ra kết tủa bền, những kết tủa này không tan trong dung dịch  $\text{HNO}_3$  2N.**



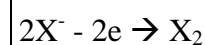
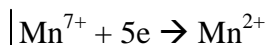
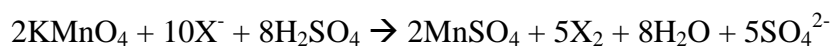
$\text{NO}_3^-$  không tạo tủa với  $\text{Ag}^+$

### 2. Các phản ứng chung của Anion Halogenua $\text{X}^-$

Sử dụng  $\text{KMnO}_4$  0,1N là chất oxy hoá mạnh,  $\text{KMnO}_4$  lấy điện tử của  $\text{X}^-$  và chuyển chúng thành khí Halogen  $\text{X}_2$  trong môi trường acid.

Tím

Không màu



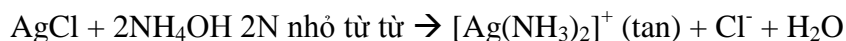
Chlor sau khi bay lên: dùng giấy lọc tẩm thuốc thử Vilier-Fayol: giấy chuyển từ trắng sang màu xanh tím.

$\text{Br}_2$ : dùng giấy lọc tẩm Fluorescein: chuyển từ màu vàng sang hồng.

$\text{I}_2$ : dùng giấy lọc dầu hồ tinh bột: chuyển từ trắng sang màu lam.

### 3. Các phản ứng riêng của $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ .

#### \* Ion $\text{Cl}^-$



#### \* Ion $\text{Br}^-$

- Thuốc thử của  $\text{Br}^-$  chính là nước Chlor (nước có  $\text{Cl}_2$  hoà tan)

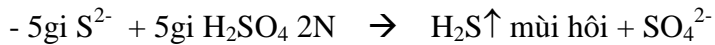


-  $\text{Br}_2$  hoà tan trong Chloroform làm cho dung dịch có màu vàng nâu.

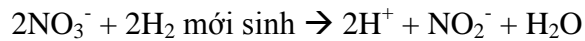
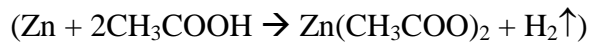
**\* Ion I<sup>-</sup>**



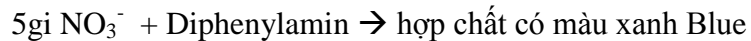
**\* Ion S<sup>2-</sup>**



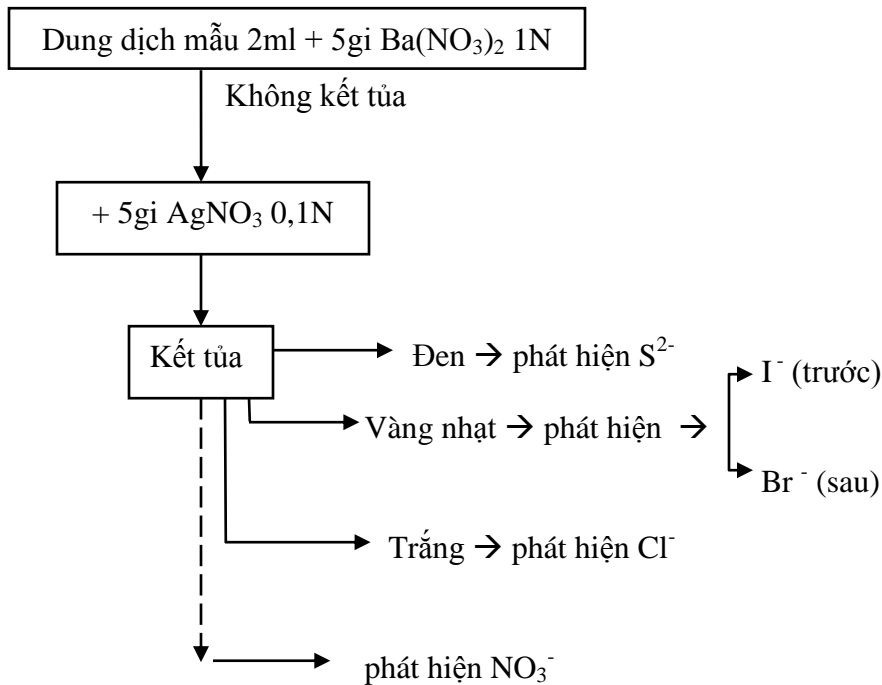
**\* Ion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sử dụng thuốc thử Griess.**



NO<sub>2</sub><sup>-</sup> tác dụng với thuốc thử Griess A + B thành hợp chất Aso có màu hồng



**B. Sơ đồ xác định anion nhóm I**



**C. Báo cáo kết quả xác định Anion nhóm I.**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		- Đã thực hiện. - Đã phát hiện Ion	- Chưa thực hiện. - Không phát hiện Ion.
1	Chuẩn bị dụng cụ, hoá chất: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{S}^{2-}$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 1N, $\text{AgNO}_3$ 0,1N, $\text{KMnO}_4$ 0,1N, $\text{H}_2\text{SO}_4$ 2N. Thuốc thử Vilier-Fayol, Fluorescein, hồ tinh bột, $\text{NH}_4\text{OH}$ 1N chloroform, Nước chlor, $\text{HgCl}_2$ 1N, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 1N, kẽm hột Zn Griess A + B, diphenylamin		
2	<b>Thử anion nhóm I với TT sơ bộ</b>		
	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Cl}^-$ , thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , không có tủa.		
3	- Thao tác tương tự với các dung dịch $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{S}_2^-$ , $\text{NO}_3^-$		
4	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Cl}^-$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa trắng, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.		
5	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{Br}^-$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa vàng nhạt, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.		
6	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{I}^-$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa vàng kem, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.		
7	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{S}^{2-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa đen, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.		
8	- Nhỏ 5gi dd ion $\text{NO}_3^-$ , thêm $\text{AgNO}_3$ , không có tủa.		
9	<b>Thử phản ứng chung xác định <math>\text{X}^-</math></b>		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{Cl}^-$ , thêm 5gi $\text{KMnO}_4$ , 2 – 3gi $\text{H}_2\text{SO}_4$ đậm đặc, đẩy ống nghiệm bằng giấy lọc tẩm TT Vilier-Fayol, sau vài phút giấy có màu xanh tím.		
10	- Nhỏ 5gi dd $\text{Br}^-$ , thêm 5gi $\text{KMnO}_4$ , 5gi $\text{H}_2\text{SO}_4$ đậm đặc, đẩy ống nghiệm bằng giấy lọc tẩm TT Fluorescein, giấy chuyển từ màu vàng sang hồng.		
11	- Nhỏ 5gi dd $\text{I}^-$ , thêm 5gi $\text{KMnO}_4$ , 5gi $\text{H}_2\text{SO}_4$ đậm đặc, đẩy ống nghiệm bằng giấy tẩm hồ tinh bột, giấy có màu tím xanh.		
12	<b>Thử anion <math>\text{Cl}^-</math>, <math>\text{Br}^-</math>, <math>\text{I}^-</math> với cá TT riêng</b>		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{Cl}^-$ , thêm 2-3gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa trắng, thêm $\text{NH}_4\text{OH}$ tủa tan.		
13	- Nhỏ 5gi dd $\text{Br}^-$ , thêm 5gi nước chlor, 5gi chloroform, lắc nhẹ, quan sát lớp chloroform thấy có màu vàng nâu.		
14	- Nhỏ 5gi dd $\text{I}^-$ , thêm $\text{HgCl}_2$ , có tủa đỏ, thêm tiếp dd $\text{I}^-$ , tủa tan, dung dịch không màu.		

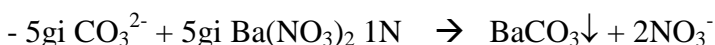
15	<b>Thử anion S<sup>2-</sup> với các TT</b>		
	- Nhỏ 5gi dd S <sub>2</sub> <sup>-</sup> , thêm 5gi chì acetat, có tủa đen.		
16	<b>Thử anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> với các TT</b>		
	- Nhỏ 5gi dd NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , thêm một hạt kẽm, 5gi Griess A. 5gi Griess B, lắc nhẹ, dd có màu hồng.		
17	- Nhỏ 5gi dd NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , thêm 1 – 2gi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> đặc, 5gi diphenylamin, dd có màu xanh lơ.		
<b>Tổng cộng</b>			

## BÀI 8: ANION NHÓM II

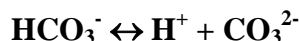
### (AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>)

#### A. Những đặc tính của Anion nhóm II.

**1. Phản ứng với Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>:** cho ra những kết tủa trắng, tan trong HNO<sub>3</sub> 2N.

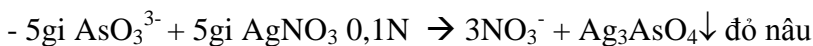


Ion HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> không tạo ra kết tủa bền với Ba<sup>2+</sup> nhưng do tham gia vào cân bằng phân ly



Cho nên vẫn tạo nên BaCO<sub>3</sub>↓

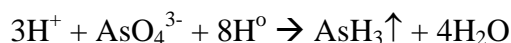
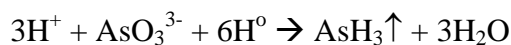
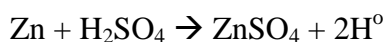
**2. Phản ứng với AgNO<sub>3</sub> 0,1N:** Các Anion nhóm II phản ứng với AgNO<sub>3</sub> đều cho kết tủa, các kết tủa này đều tan trong HNO<sub>3</sub>.



(bị ánh sáng phân huỷ → Ag xám đen)

**3. Các phản ứng để xác định AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup> và AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.**

Phản ứng giữa kẽm và H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N tạo ra Hydro mới sinh.



AsH<sub>3</sub> bay lên gặp giấy lọc tẩm AgNO<sub>3</sub> làm cho giấy có màu đen.

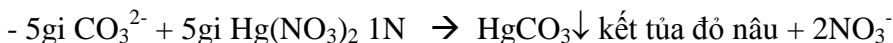
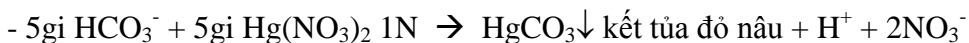
#### 4. Phản ứng đặc trưng của $\text{AsO}_4^{3-}$ .



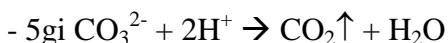
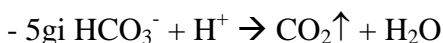
Kết tủa trắng muối kép Amoni

Magne Asenat

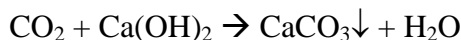
#### 5. Phản ứng của $\text{HCO}_3^-$ và $\text{CO}_3^{2-}$ .



Tác dụng với Acid mạnh  $\text{HCO}_3^-$  và  $\text{CO}_3^{2-}$  bị phân huỷ thành  $\text{CO}_2\uparrow$



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

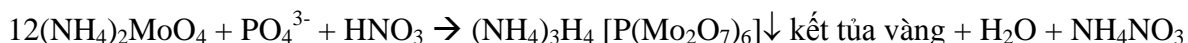


Phản ứng để phân biệt  $\text{HCO}_3^-$  và  $\text{CO}_3^{2-}$  dùng  $\text{Mg}^{2+}$  chỉ tác dụng với  $\text{CO}_3^{2-}$  tạo kết tủa trắng, còn với  $\text{HCO}_3^-$  không tạo ra kết tủa:



#### 6. Phản ứng của $\text{PO}_4^{3-}$ .

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

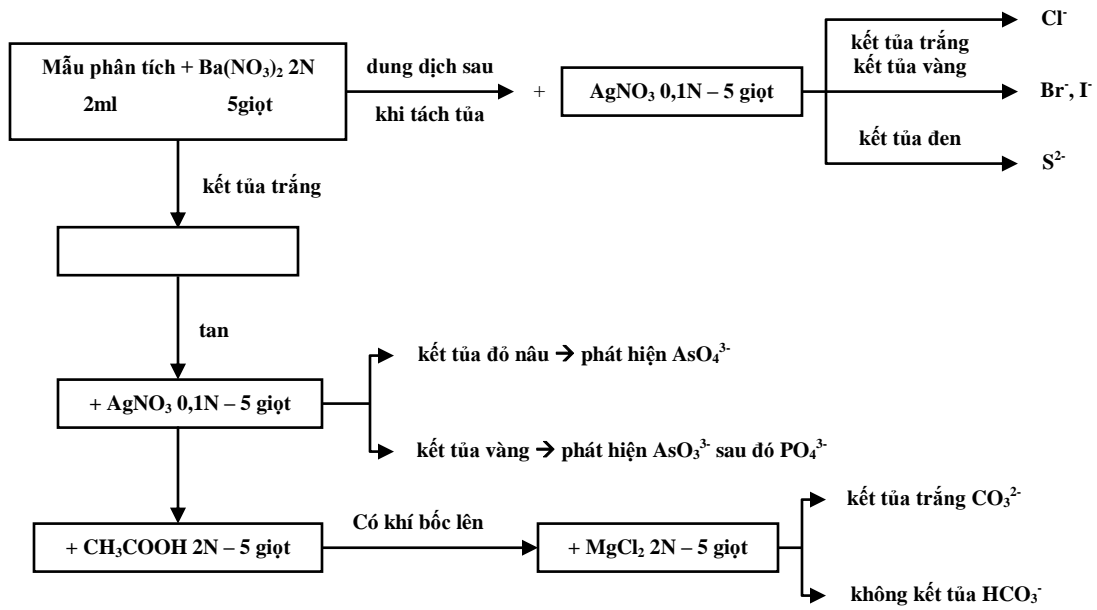


Các ion  $\text{AsO}_3^{3-}$  và  $\text{AsO}_4^{3-}$ . Khi tác dụng với  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  cũng cho phản ứng tương tự cho nên để không bị lầm phải xác định  $\text{AsO}_3^{3-}$  và  $\text{AsO}_4^{3-}$  trước khi xác định  $\text{PO}_4^{3-}$ .

$\text{PO}_4^{3-}$  tác dụng với hỗn hợp  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  tạo ra muối kép kết tủa trắng:



**B. Sơ đồ xác định hỗn hợp anion nhóm I, II**



**C. Báo cáo kết quả xác định anion nhóm II.**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		-Đã thực hiện. - Đã phát hiện ion.	- Chưa thực hiện. - Chưa phát hiện ion.
1	Chuẩn bị dụng cụ hoá chất: $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{AsS}_4^{3-}$ , $\text{PO}_4^{2-}$ , $\text{HCO}_3^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 2N, $\text{HNO}_3$ 2N, $\text{AgNO}_3$ 0,1N, Zn, $\text{H}_2\text{SO}_4$ 2N, $\text{CH}_3\text{COOH}$ 2N, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 1N, $\text{MgCl}_2$ 2N, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 1N, $\text{NH}_4\text{Cl}$ 1N, $\text{NH}_4\text{OH}$ 1N.		
2	<b>Thử anion nhóm II với TT sơ bộ</b>		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{AsO}_3^{3-}$ , thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , có tủa trắng, $\text{HNO}_3$ 2N tủa tan.		
3	- Thao tác như trên với dd $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{HCO}_3^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ .		
4	- Nhỏ 5gi dd $\text{AsO}_3^{3-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa vàng.		
5	- Nhỏ 5gi dd $\text{PO}_4^{3-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa vàng.		
6	- Nhỏ 5gi dd $\text{HCO}_3^-$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ có tủa nâu.		
7	- Nhỏ 5gi dd $\text{HCO}_3^-$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ có tủa trắng		
8	- Nhỏ 5gi dd $\text{CO}_3^{2-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa trắng hơi xám.		
9	<b>Phản ứng chung xác định <math>\text{AsO}_3^{3-}</math>, <math>\text{AsO}_4^{3-}</math></b>		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{AsO}_3^{3-}$ , thêm 1 hạt kẽm, 5gi $\text{H}_2\text{SO}_4$ 2N đậy miệng ống bằng giấy tẩm $\text{AgNO}_3$ , giấy chuyển sang màu đen.		
10	- Thao tác như trên với dd $\text{AsO}_4^{3-}$ .		
	<b>Phản ứng chung của <math>\text{HCO}_3^-</math> và <math>\text{CO}_3^{2-}</math></b>		
11	- Nhỏ 5gi dd $\text{HCO}_3^-$ , thêm $\text{CH}_3\text{COOH}$ từng giọt, quan sát ống thấy có khí bay ra.		
12	- Thao tác như trên với dd $\text{CO}_3^{2-}$ .		
13	- Nhỏ 5gi dd $\text{HCO}_3^-$ thêm 5gi $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ , có tủa đỏ nâu hoặc vàng nâu.		
14	- Thao tác như trên với dd $\text{CO}_3^{2-}$ .		
15	- Phản ứng phân biệt $\text{HCO}_3^-$ và $\text{CO}_3^{2-}$ Nhỏ 5gi $\text{HCO}_3^-$ + 5 gi $\text{MgCl}_2$ 2N không kết tủa.		
16	Phản ứng của $\text{PO}_4^{3-}$ - 5gi $\text{PO}_4^{3-}$ + 5gi $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 0,1N đun nhẹ, tủa vàng.		
17	- 5gi $\text{PO}_4^{3-}$ + 5gi $\text{NH}_4\text{Cl}$ 1N + 5gi $\text{NH}_4\text{OH}$ 1N + 5gi $\text{MgCl}_2$ 2N kết tủa trắng.		
	<b>Tổng cộng</b>		

## BÀI 9: ANION NHÓM III ( $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{SO}_4^{2-}$ )

### A. Đặc tính của anion nhóm III.

#### 1. Phản ứng sơ bộ của Anion nhóm III.

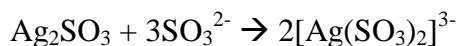
- 5gi  $\text{SO}_4^{2-}$  + 5gi  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  2N  $\rightarrow$   $\text{BaSO}_4$ ↓ trắng +  $2\text{NO}_3^-$  +  $\text{HNO}_3$  2N nhỏ từ từ ↓ không tan.

- 5gi  $\text{SO}_3^{2-}$  + 5gi  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  2N  $\rightarrow$   $\text{BaSO}_3$ ↓ trắng +  $2\text{NO}_3^-$  +  $\text{HNO}_3$  2N nhỏ từ từ, kết tủa không tan vì  $\text{BaSO}_3$  bị  $\text{HNO}_3$  oxy hoá thành  $\text{BaSO}_4$ .

- 5gi  $\text{SO}_4^{2-}$  + 5gi  $\text{AgNO}_3$  0,1N  $\rightarrow$  không có kết tủa.

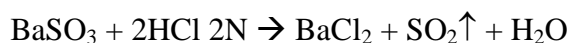
- 5gi  $\text{SO}_3^{2-}$  + 5gi  $\text{AgNO}_3$  0,1N  $\rightarrow$   $\text{Ag}_2\text{SO}_3$ ↓ trắng +  $2\text{NO}_2^-$

(tủa này tan trở lại trong dung dịch  $\text{SO}_3^{2-}$ ).

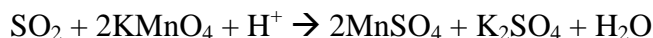
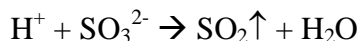


#### 2. Phản ứng đặc trưng của $\text{SO}_3^{2-}$ .

- 5gi  $\text{SO}_3^{2-}$  + 5gi  $\text{BaCl}_2$  2N  $\rightarrow$   $\text{BaSO}_3$  kết tủa trắng +  $2\text{Cl}^-$



$\text{SO}_3^{2-}$  bị các acid mạnh phân huỷ thành  $\text{SO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  làm mất màu  $\text{KMnO}_4$ .



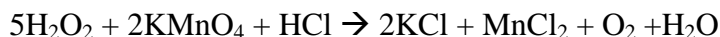
#### 3. Phản ứng đặc trưng của $\text{SO}_4^{2-}$ .

- 5gi  $\text{SO}_4^{2-}$  + 5gi  $\text{BaCl}_2$  2N  $\rightarrow$   $\text{BaSO}_4$  kết tủa trắng +  $2\text{Cl}^-$

##### \* Phản ứng Voler

- 5gi  $\text{BaNO}_3$  2N + 5gi  $\text{SO}_4^{2-}$  + 3gi  $\text{KMnO}_4$  0,1N  $\rightarrow$   $\text{BaSO}_4$  +  $2\text{NO}_3^-$

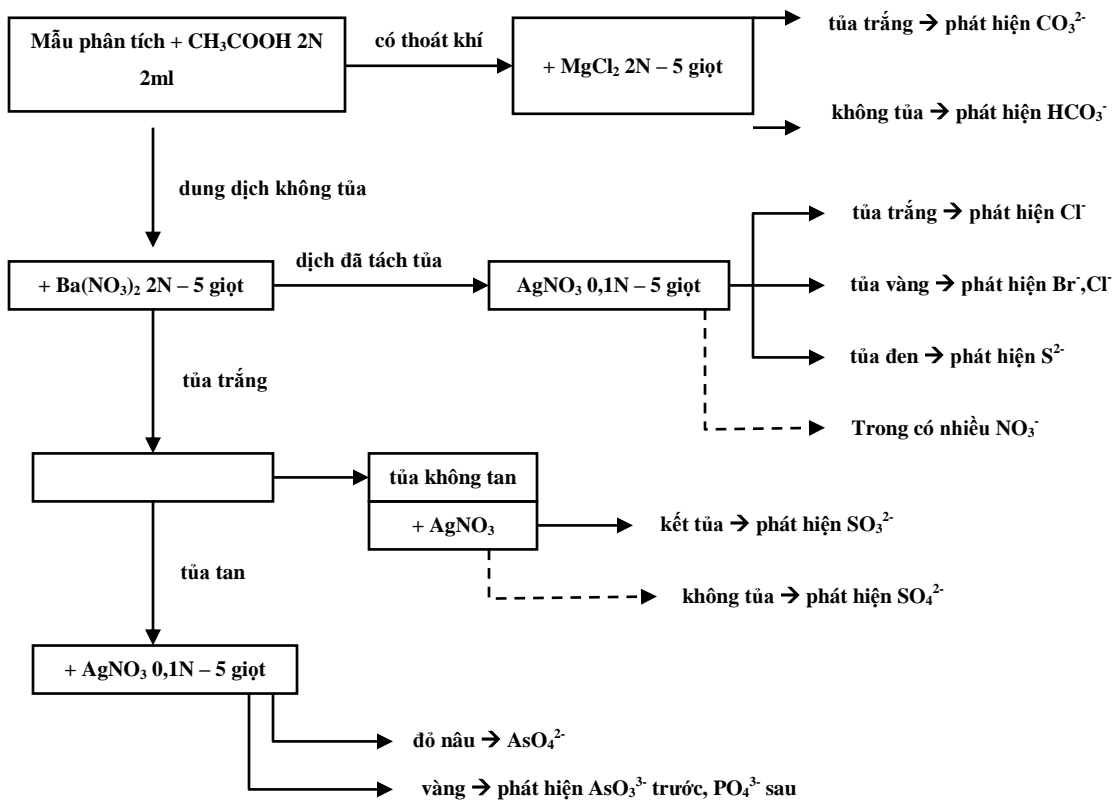
Kết tủa mới hình thành  $\text{BaSO}_4$  sẽ hấp phụ  $\text{KMnO}_4$  từ trắng  $\rightarrow$  màu hồng  $\text{BaSO}_4$  ( $\text{KMnO}_4$ ) +  $\text{H}_2\text{O}_2$  20% nhỏ từ từ đến khi mất màu  $\text{KMnO}_4$  trong dung dịch.



Nhưng  $\text{KMnO}_4$  trong lớp hấp phụ của  $\text{BaSO}_4$  vẫn còn nguyên, kết tủa  $\text{BaSO}_4$  ( $\text{KMnO}_4$ ) vẫn có màu hồng.

- 5gi  $\text{SO}_4^{2-}$  + 5gi  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  2N  $\rightarrow$   $\text{PbSO}_4$ ↓ kết tủa trắng +  $2\text{CH}_3\text{COO}^-$ .

**B. Sơ đồ xác định hỗn hợp Anion nhóm I, II, III.**



**C. Báo cáo kết quả xác định Anion nhóm III.**

TT	Phần thực hiện	Kết quả cho điểm	
		Đã thực hiện. Đã phát hiện Ion	Chưa thực hiện. Chưa phát hiện Ion
1	Chuẩn bị tốt dụng cụ, hoá chất: $\text{SO}_3^{2-}$ $\text{SO}_4^{2-}$ . $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 2N, $\text{HNO}_3$ 2N, $\text{AgNO}_3$ 0,1N, $\text{BaCl}_2$ 2N; $\text{HCl}$ 2N, $\text{H}_2\text{SO}_4$ 2N, $\text{KMnO}_4$ 0,1N, $\text{H}_2\text{O}_2$ 20%.	1	
2	<b>Thử anion nhóm III với TT sơ bộ</b>		
	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_4^{2-}$ , thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , có tủa trắng, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.	1	
3	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_3^{2-}$ , thêm 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , có tủa trắng, thêm $\text{HNO}_3$ 2N, tủa không tan.	1	
4	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_4^{2-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , không có tủa.	1	
5	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_3^{2-}$ , thêm 5gi $\text{AgNO}_3$ , có tủa trắng.	1	
6	<b>Thử anion <math>\text{SO}_4^{2-}</math> với các TT</b>	1	
	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_3^{2-}$ , thêm 5gi $\text{BaCl}_2$ , có tủa trắng, thêm $\text{HCl}$ 2N, tủa tan.		
7	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_3^{2-}$ , thêm 5 – 6gi $\text{H}_2\text{SO}_4$ 2N, đầy ống bằng giấy lọc tẩm $\text{KMnO}_4$ đun nhẹ, giấy mất màu hồng.	1	
8	<b>Thử anion <math>\text{SO}_4^{2-}</math> với các TT</b>	1	
	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_4^{2-}$ , thêm 5gi $\text{BaCl}_2$ , có tủa trắng, thêm $\text{HCl}$ 2N, tủa không tan.		
9	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_4^{2-}$ , thêm 1gi $\text{KMnO}_4$ , 5gi $\text{HNO}_3$ 2N. 5gi $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , lắc kỹ, để vào giá khoảng 5 – 6 phút, sau đó để yên vài phút, thêm từng giọt $\text{H}_2\text{O}_2$ , dd mất màu tím hồng, tủa vẫn có màu hồng.	1	
10	- Nhỏ 5gi dd $\text{SO}_4^{2-}$ , thêm 5gi chì acetat, có tủa trắng.	1	
<b>Tổng cộng</b>		10	

## BÀI 10

### Xác định hỗn hợp Cation và Anion trong dung dịch

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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2N.

TT	Hiện tượng	Hướng phân tích	Đúng	Sai
1	- 5gi mẫu phân tích + 5gi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 2N có tủa đen.	Xác định cation từ nhóm I $\rightarrow$ V trước, xác định anion sau.		
2	- 5gi mẫu phân tích + 5gi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ không kết tủa.	Xác định cation trước, xác định anion sau.		
3	- 5gi mẫu phân tích + 5gi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 2N có kết tủa trắng và bọt khí.	Tìm $\text{Bi}^{3+}$ và cation trước anion sau.		

\* **Chú ý:**

1. Dung dịch muối bao giờ cũng chứa cation và anion.

2. 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.

3. Để xác định ion không gặp trở ngại, gây nhầm lẫn, cần thực hiện theo trình tự sau:

- Quan sát mẫu phân tích, nếu mẫu có màu thì theo màu xác định cation tương ứng nếu mẫu phân tích không màu phải thực hiện các phản ứng thử.

Thí dụ:

+ Mẫu phân tích 5gi + 5gi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 2N → không tủa: xác định anion trước (trừ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>).  
Rồi đến cation nhóm VI (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>) sau. (Cation các nhóm khác không có).

+ Mẫu phân tích 5gi + 5gi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 2N có kết tủa trắng và kết tủa màu → xác định cation 5 nhóm đầu trước, cation nhóm VI và anion sau.

- Việc đề xuất hướng phân tích cho sinh viên thực hiện, ghi vào tập và trình bày với giảng viên hướng dẫn để xử lý ý kiến đưa ra những thay đổi về trình tự và hướng thực hiện tiếp.

- Trong quá trình làm bài 10, nếu gặp khó khăn, sinh viên cần trình bày với giảng viên hướng dẫn để được giúp đỡ và để có thể xác định tốt tất cả các ion có trong dung dịch phân tích.

- Các thầy cô hướng dẫn cần tích cực trả lời các câu hỏi, đưa ra định hướng phân tích cho sinh viên để hoàn thiện kỹ năng giảng dạy của mình.

## **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

1. Hoá học phân tích – Tài liệu huấn luyện của bộ Trung học Dược – Bộ y tế nhà xuất bản Y học 1980.
2. Bài giảng kỹ thuật kiểm nghiệm thuốc - Viện kiểm nghiệm và trường trung học kỹ thuật dược TW – 1988.
3. A P Kreskov – Cơ sở – Hoá học phân tích – quyển I nhà xuất bản Đại học và Trung học chuyên nghiệp 1990.
4. Phạm Hải Tùng – Phạm Gia Huệ – Hoá học phân tích – Tủ sách bộ môn Hoá phân tích ĐH dược khoa Hà Nội – NXB Y học Hà Nội 1978.
5. Charlot – Sổ tay tra cứu Hoá phân tích – NXB Hoà Bình – Moscva 1970.
6. Cù Thành Long - Nguyễn Thị Xuân Mai - Nguyễn Thị Minh. Hướng dẫn thực hành phân tích định tính bằng các phương pháp hoá học. Tủ sách Trường Đại học khoa học Tự Nhiên – 1999.
7. Võ Thị Bạch Huệ. Hoá phân tích - Tập I. Nhà xuất bản Giáo dục. Hà Nội – 2007.