

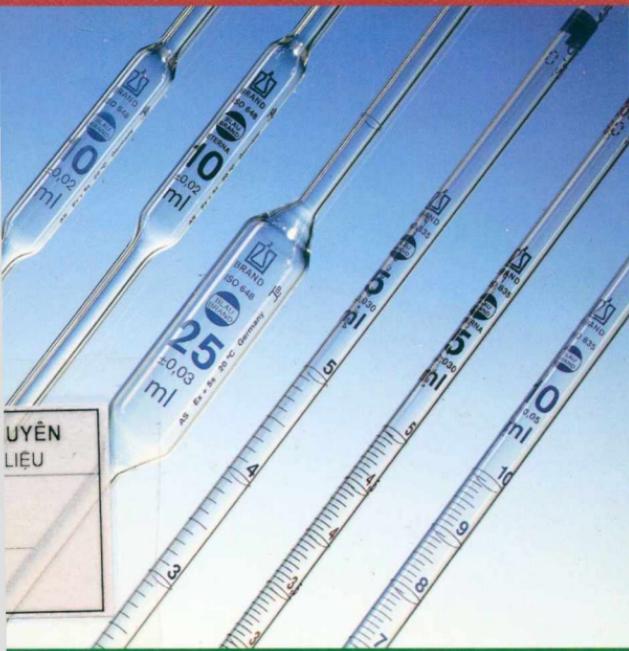


GT.0000027055

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
RƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

GIÁO TRÌNH

Thí nghiệm HOÁ PHÂN TÍCH



NHÀ XUẤT BẢN GIÁO DỤC VIỆT NAM

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
Trường Đại học Sư phạm

DƯƠNG THỊ TÚ ANH – MAI XUÂN TRƯỜNG

GIÁO TRÌNH
THÍ NGHIỆM HOÁ PHÂN TÍCH

NHÀ XUẤT BẢN GIÁO DỤC VIỆT NAM

MỤC LỤC

Trang

Lời nói đầu	5
Nội quy phòng thí nghiệm	7
Thí nghiệm hoá phân tích 1	9
Bài 1: Phân tích định tính các cation nhóm I	10
Bài 2: Phân tích định tính các cation nhóm II	18
Bài 3: Phân tích hỗn hợp cation nhóm I và II	25
Bài 4: Phân tích định tính các cation nhóm III	26
Bài 5: Phân tích định tính các cation nhóm IV	35
Bài 6: Phân tích hỗn hợp cation nhóm III và IV	44
Bài 7: Phân tích định tính các cation nhóm V	45
Bài 8: Phân tích hỗn hợp cation nhóm III + IV + V	54
Bài 9: Phân tích hỗn hợp cation 5 nhóm	55
Bài 10: Phân tích định tính các anion	56
Thí nghiệm hoá phân tích 2	62
Bài 1: Giới thiệu các máy móc, dụng cụ thí nghiệm	63
Bài 2: Xác định khối lượng nước kết tinh trong các tinh thể ngâm nước ..	70
Bài 3: Xác định nồng độ dung dịch axit clohidric bằng dung dịch Borac ..	73
Bài 4: Xác định nồng độ dung dịch đơn axit mạnh và đơn axit yếu bằng dung dịch bazơ	78
Bài 5: Chuẩn độ dung dịch đa axit, dung dịch hỗn hợp đơn axit mạnh và đa axit bằng dung dịch bazơ	84
Bài 6: Chuẩn độ dung dịch đa bazơ, dung dịch hỗn hợp đơn bazơ mạnh và đa bazơ bằng dung dịch axit	91

Bài 7: Định lượng amoniac trong muối amoni	98
Bài 8: Xác định nồng độ dung dịch hidro peroxit bằng dung dịch kali pemanganat	103
Bài 9: Xác định hàm lượng sắt trong FeCl_3	108
Bài 10: Xác định hàm lượng sắt trong muối MO – $(\text{NH}_4)_2\text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	112
Bài 11: Xác định nồng độ dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bằng phương pháp chuẩn độ oxi hoá – khử	115
Bài 12: Xác định độ cứng của nước	121
Bài 13: Xác định nồng độ Ni^{2+} bằng phương pháp complexon	129
Bài 14: Xác định nồng độ của NaCl theo phương pháp MO	133
Tài liệu tham khảo	138

LỜI NÓI ĐẦU

Thí nghiệm Hoá phân tích là môn học về các phương pháp xác định thành phần định tính và định lượng các chất riêng lẻ cũng như trong hỗn hợp. Để có thể lựa chọn được phương pháp phân tích định tính cũng như định lượng thích hợp, ta phải hiểu bản chất các quá trình xảy ra trong dung dịch của mẫu cần phân tích. Cuốn thí nghiệm Hoá phân tích giới thiệu một cách khái quát nhất các phương pháp phân tích thông thường trong phân tích định tính và phân tích định lượng các chất. Đây là những nội dung có sự liên quan mật thiết với phần lý thuyết Hoá phân tích 1, 2.

Để biên soạn cuốn Giáo trình Thí nghiệm Hoá phân tích, các tác giả đã tham khảo các giáo trình của Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên - Đại học Quốc Gia Hà Nội và của các thầy cô, đồng nghiệp trong khoa Hoá học - Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên.

Đối tượng phục vụ chủ yếu của giáo trình này là sinh viên và cán bộ giảng dạy môn Hoá học của Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên. Ngoài ra cuốn bài giảng này cũng có thể là tài liệu tham khảo cho sinh viên các trường Đại học và Cao đẳng có học tập môn Hoá phân tích.

Trong quá trình biên soạn giáo trình này, mặc dù các tác giả đã hết sức cố gắng, nhưng khó tránh khỏi những thiếu sót. Mong nhận được nhiều ý kiến đóng góp, xây dựng của các thầy cô giáo và các bạn sinh viên. Các tác giả xin chân thành cảm ơn.

Tập thể tác giả

NỘI QUY PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Nội quy phòng thí nghiệm

1.1. Chỉ được làm thí nghiệm khi chuẩn bị kĩ bài thực hành, được giáo viên kiểm tra và cho phép tiến hành.

1.2. Trong khi làm thí nghiệm phải giữ gìn trật tự, vệ sinh chung.

1.3. Không được làm thí nghiệm một mình khi không có giáo viên hướng dẫn. Trong giờ thực hành, khi cần rời khỏi phòng thí nghiệm phải báo cáo giáo viên hướng dẫn.

1.4. Sắp xếp, bảo quản và sử dụng dụng cụ, hoá chất theo quy định, không dùng hoá chất trong bình mắt nhän. Không sử dụng các dụng cụ, hoá chất không liên quan đến bài thực hành.

1.5. Không được ăn uống, hút thuốc trong phòng thí nghiệm. Không được ném hoặc ngửi trực tiếp hoá chất. Trong trường hợp muôn thử mùi của chất, dùng tay phẩy nhẹ mùi của hoá chất ở trên miệng bình vào mũi.

1.6. Khi dùng các chất độc hại (HCN, KCN, NaCN,...) phải có sự hướng dẫn của giáo viên và phải làm trong tủ hút.

1.7. Trong mọi trường hợp phải chú ý bảo vệ mắt (đặc biệt khi dùng kiềm, axit đặc, amoniac,...).

1.8. Đổ dung dịch chất thải, dung môi bẩn, chất phế thải dạng rắn, giấy lọc,... vào đúng chỗ quy định.

1.9. Thực hành tiết kiệm: điện, nước cất, nước máy và hoá chất,...

1.10. Trước khi ra về phải kiểm tra, vệ sinh chỗ làm việc, cất gọn hoá chất và dụng cụ, khoá tất cả các vòi nước, tắt điện.

2. Các biện pháp phòng ngừa bỗng

2.1. Khi chuyển cốc (chai, lọ,...) chứa chất lỏng nóng cần giữ bằng cả hai tay. Một tay giữ cốc đưa ra xa khỏi người, một tay để dưới cốc có lót khăn. Khi chuyển nhiều cốc cần dùng khay có gờ cao.

2.2. Khi lấy các chất lỏng có khả năng gây bong hay dễ bay hơi như axit đặc, amoniac,... vào pipet phải dùng quả bóp, không được hút bằng miệng. Khi rót phải đeo găng tay cao su.

2.3. Khi pha loãng axit sunfuric phải vừa khuấy, vừa rót từ từ từng giọt axit đặc vào nước lạnh. Tuyệt đối không được làm ngược lại (rót nước vào axit sunfuric đặc).

2.4. Chỉ trung hoà axit hoặc kiềm sau khi đã pha loãng.

2.5. Trước khi đun nóng các dung dịch phải khuấy, lắc đều dung dịch. Vì tỉ trọng của lớp trên và lớp dưới khác nhau có thể gây nồng cục bộ làm sôi đột ngột chất lỏng và bắn chất lỏng ra ngoài cốc.

2.6. Các lọ chứa Br₂, H₂O₂, HF, H₂SO₄, ... cần rất thận trọng để không làm hỏng nút. Khi mở phải hướng miệng lọ ra phía khác, không được hướng vào phía có người.

2.7. Các chất lỏng dễ bay hơi như etc, axeton, CS₂, C₆H₆,... cần được bảo quản kín ở chỗ mát và tối.

3. Cấp cứu sơ bộ khi bị bong

3.1. Khi bị bong axit và brom thì rửa chỗ bong bằng nước nhiều lần, sau đó rửa bằng dung dịch NaHCO₃ 5% hoặc dung dịch (NH₄)₂CO₃ 10% rồi rửa lại bằng nước.

3.2. Khi bị bong dung dịch HF thì phải rửa ngay bằng dòng nước vài giờ cho tới khi bề mặt da đã bị trắng phải hồng trở lại. Sau đó đắp bằng huyền phù MgO 20% trong glycerol mới điều chế.

3.3. Khi bị bong bởi kiềm thì rửa chỗ bong bằng nước nhiều lần, sau đó rửa bằng dung dịch axit boric 2% hoặc dung dịch CH₃COOH 2% rồi rửa lại bằng nước.

THÍ NGHIỆM HOÁ PHÂN TÍCH 1

BÀI 1: PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH CÁC CATION NHÓM I (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+})

1.1. Đặc điểm chung của các cation nhóm I

Các cation nhóm I tạo được hợp chất ít tan với nhiều axit vô cơ, với các dung dịch kiềm và một số muối tan. Trong đó HCl loãng tạo được với các cation nhóm I những kết tủa khó tan, không bị các ion khác gây ảnh hưởng, nên HCl loãng được coi là thuốc thử của các ion nhóm I và HCl được dùng để tách nhóm này ra khỏi các nhóm ion khác.

Mặt khác, tuy các ion của nhóm I đều tác dụng với HCl tạo các kết tủa AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 nhưng những kết tủa này có nhiều tính chất khác nhau, nên ta có thể dựa vào đó để tách chúng ra khỏi nhau, cụ thể là:

- + Độ tan của PbCl_2 (và cả các chì halogenua nói chung) tăng nhiều theo nhiệt độ (khoảng hơn 2 lần khi nhiệt độ tăng thêm 10°C) còn độ tan của AgCl và Hg_2Cl_2 gần như không tăng khi nhiệt độ tăng.
- + Hầu hết các muối khó tan của chì đều dễ tan trong dung dịch kiềm tạo nên plumbit PbO_2^{2-} , trong khi đó các muối khó tan của bạc và thuỷ ngân không có tính chất này.

Vì vậy, có thể dựa vào các đặc điểm trên để tách ion Pb^{2+} ra khỏi hỗn hợp.

Khác với các muối AgCl và PbCl_2 , riêng Hg_2Cl_2 có thể chuyển thành kết tủa màu xám đen của hỗn hợp Hg và NH_2HgCl trong dung dịch amoniac.

Trong khi đó, hầu hết các muối bạc khó tan trong nước, đều dễ hoà tan trong dung dịch amoniac, tạo thành ion phức $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$.

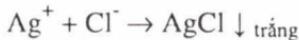
Do vậy, người ta áp dụng tính chất này để tách Ag^+ và Hg_2^{2+} ra khỏi nhau.

1.2. Các phản ứng riêng và đặc trưng của các cation nhóm I

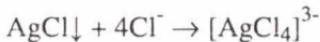
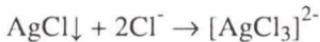
1.2.1. Ion Ag⁺

1.2.1.1. Tác dụng với axit clohidric và các dung dịch muối clorua

Axit clohidric và các dung dịch muối clorua tạo được với dung dịch muối tan của bạc, tạo thành kết tủa bạc clorua (AgCl) trắng, vốn cục:

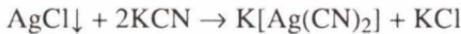
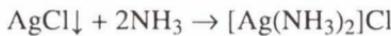


Kết tủa AgCl không tan trong axit nitric, nhưng tan trong axit clohidric đặc, trong các dung dịch natri clorua, kali clorua đặc do tạo thành các anion phức tan:



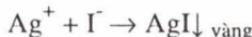
Những anion phức này không bền, khi pha loãng chúng bị phá hủy và kết tủa bạc clorua lại xuất hiện.

Kết tủa bạc clorua dễ tan trong các dung dịch amoniac, kali xianua, natri thiosunfat... tạo thành các phức tan:



1.2.1.2. Tác dụng với dung dịch muối bromua và muối iotua

Các ion Br⁻ hoặc I⁻ tạo được với ion Ag⁺ các kết tủa bạc bromua (AgBr) màu vàng nhạt và bạc iotua (AgI) màu vàng:



AgBr tan được trong các dung dịch kali xianua (KCN) và natri thiosunfat (Na₂S₂O₃), nhưng không tan trong dung dịch NH₃.

1.2.1.3. Tác dụng với dung dịch kiềm

Các dung dịch kiềm (NaOH, KOH, ...) tác dụng được với dung dịch muối bạc, ban đầu tạo thành bạc (I) hiđroxit (AgOH) sau đó bị phân huỷ thành bạc (I) oxit (Ag₂O) màu nâu: