



GT.0000026415

! THANH CHI (Chủ biên)

ĐOÀN - LÊ THỊ HỒNG HẢI

LÊ HAI DANG - LUONG THIEN TAI - DINH THI HIEN

Giáo trình THỰC HÀNH TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ



SP

ÁI NGUYỄN
HỌC LIỆU

071

NHÀ XUẤT BẢN ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ THANH CHI (Chủ biên)
PHẠM ĐỨC ROÃN – LÊ THỊ HỒNG HÀI
LÊ HÀI ĐĂNG – LƯƠNG THIỆN TÀI – ĐINH THỊ HIỀN

Giáo trình
THỰC HÀNH TỔNG HỢP
HOÁ HỌC VÔ CƠ

NHÀ XUẤT BẢN ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

Mã số: 01.01.373/1181 – ĐH 2012

MỤC LỤC

	Trang
LỜI NÓI ĐẦU	5
Bài 1. Điều chế đồng(II) sunfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	7
Bài 2. Điều chế phèn nhôm – kali ($\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$)	12
Bài 3. Điều chế muối Mohr ($\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	17
Bài 4. Điều chế axit orthophosphoric (H_3PO_4)	22
Bài 5. Điều chế natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	27
Bài 6. Điều chế kali iodua (KI).....	32
Bài 7. Tổng hợp kali clorat (KClO_3)	37
Bài 8. Tổng hợp kali pemanganat (KMnO_4) từ quặng piroluzit.....	42
Bài 9. Tổng hợp kali cromat (K_2CrO_4)	47
Bài 10. Tổng hợp natri cacbonat (xô da) dựa theo phương pháp Solvay	52
Bài 11. Tổng hợp hạt nano siêu thuận từ Fe_3O_4 bằng phương pháp đồng kết tủa.....	57
Bài 12. Tổng hợp phức hexaamminniken(II) clorua [$\text{Ni}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_2$]	62
Bài 13. Tổng hợp phức tetraammin đồng(II) sunfat [$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$].....	67
Bài 14. Tổng hợp phức kali trioxalatoferat(III) ($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	72
Bài 15. Tổng hợp phức hexaaquocrom(III) clorua ($[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$)	77
Bài 16. Ứng dụng một số phương pháp vật lí, hoá lí nghiên cứu thành phần, cấu tạo, tính chất của các chất.....	82
PHỤ LỤC. Một số bảng tra cứu	89
TÀI LIỆU THAM KHẢO	94

LỜI NÓI ĐẦU

Hoá học là môn khoa học thực nghiệm. Nhờ có thực nghiệm, người ta có cơ sở để khẳng định lí thuyết một cách vững vàng. Thực nghiệm giữ một vai trò quan trọng trong sự phát triển của hoá học.

Giáo trình *Thực hành Tổng hợp hoá học vô cơ* được biên soạn dùng cho sinh viên ngành Hoá học, hệ Đại học với thời lượng 2 tín chỉ. Giáo trình này cũng là tài liệu tham khảo tốt để bồi dưỡng kĩ năng thực hành thí nghiệm cho học sinh giỏi môn hoá học các cấp.

Nội dung giáo trình gồm 15 bài tổng hợp các chất và 15 bài mẫu tường trình thí nghiệm tương ứng. Các bài thí nghiệm này nhằm rèn luyện kĩ năng, thao tác thí nghiệm về tổng hợp chất vô cơ cho sinh viên, tạo điều kiện cho sinh viên hiểu sâu hơn những kiến thức lí thuyết đã được học trong các học phần trước như phức chất, phi kim và kim loại. Bài 16 giới thiệu cách xác định thành phần, cấu tạo một trong các chất tổng hợp được bằng phương pháp vật lí và hoá lí. Bài này bước đầu giúp sinh viên làm quen với các phương pháp hiện đại đã được học để xác định công thức cấu tạo sản phẩm tổng hợp được.

Để các bài thí nghiệm có tính khả thi trong điều kiện về cơ sở vật chất còn khó khăn yêu cầu dung cụ hoá chất trong các bài thí nghiệm phải tương đối đơn giản, hơn nữa mỗi bài thí nghiệm sinh viên chỉ thực hiện trong 1 buổi thí nghiệm (3 giờ), riêng bài 16 được tiến hành trong 2 buổi thí nghiệm. Vì thế các bài tổng hợp trong giáo trình chưa đề cập nhiều việc xác định độ tinh khiết của sản phẩm mà chỉ hướng dẫn cách nhận biết định tính sản phẩm tổng hợp được và sơ bộ đánh giá hiệu suất của quá trình tổng hợp.

Trong mỗi bài thí nghiệm, chúng tôi không nhắc lại phần hướng dẫn các thao tác thực hành cơ bản do sinh viên đã được học ở phần thực hành hoá đại cương và hoá nguyên tố. Ở mỗi bài đều có các câu hỏi yêu cầu sinh viên phải trả lời trước khi đến phòng thí nghiệm nhằm giúp các em hiểu sâu về cơ sở các bước tiến hành thí nghiệm, mục đích của từng thao tác và các số liệu cụ thể trong bài. Các câu hỏi trong phần tường trình giúp sinh viên biết vận dụng kiến thức một cách có hệ thống để giải thích các hiện tượng quan sát được và hiểu sâu sắc hơn mối liên hệ giữa lí thuyết và thực nghiệm.

Giáo trình biên soạn số bài nhiều hơn so với thời lượng 2 tín chỉ để bộ môn có thể lựa chọn, thay đổi một số bài cho phù hợp với điều kiện của phòng thí nghiệm theo mỗi năm học.

Giáo trình lần đầu tiên được biên soạn nên chắc chắn không tránh khỏi những thiếu sót. Rất mong nhận được những chỉ dẫn, ý kiến đóng góp của các chuyên gia, đồng nghiệp và bạn đọc để chúng tôi có thể hoàn thiện giáo trình này.

Xin chân thành cảm ơn.

CÁC TÁC GIẢ

Bài 1. ĐIỀU CHẾ ĐÔNG(II) SUNFAT ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ là những tinh thể tam tâ, màu chàm. Ở nhiệt độ trên 100°C , $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bắt đầu tách nước kết tinh và lần lượt chuyển thành các hidrat màu lam $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ và $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Ở khoảng 250°C , $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tách nước hoàn toàn tạo thành CuSO_4 khan là chất bột màu trắng, rất hao nước và khi hút nước lại tạo thành các hidrat. Khi tiếp tục nung ở nhiệt độ trên 600°C , CuSO_4 bắt đầu bị phân hủy.

CuSO_4 tan trong nước và rượu loãng, không tan trong rượu nguyên chất, dung dịch có môi trường axit yếu. Khi $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tan trong axit clohiđric đặc, quá trình hấp thụ nhiều nhiệt.

Dung dịch CuSO_4 tác dụng được với các kim loại dung sau đồng trong dây hoạt động hóa học, với dung dịch kiềm, bị điện phân khi có dòng điện,... Đó là các phản ứng thế hiện tinh chất của ion Cu^{2+} . Ngoài ra, CuSO_4 còn có phản ứng đặc trưng với ion Ba^{2+} tạo kết tủa BaSO_4 .

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hóa chất: CuO bột, H_2SO_4 15%, các dung dịch NaOH , BaCl_2 , NH_3 , nước đá, giấy lọc, P trắng.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Cốc thủy tinh 100 ml	2	Bộ lọc hút áp suất thấp	1	Bếp điện	1
Đũa thủy tinh	1	Ống nghiệm	4	Phễu lọc	1
Ống đồng 25ml	1	Cân phân tích	1	Kính hiển vi	

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cho 25ml dung dịch H_2SO_4 15% ($d = 1,105\text{g/ml}$) vào cốc thủy tinh 100ml. Cân 2 gam CuO bột rồi cho từ từ từng lượng nhỏ vào cốc (vừa cho vừa khuấy đều), đồng thời đun nhẹ hỗn hợp phản ứng trên bếp điện cho đến khi lượng CuO tan hoàn toàn. Lọc thu lấy dung dịch sạch rồi cô dung dịch trong nồi cách thủy đến khi xuất hiện váng tinh thè.

Để nguội hỗn hợp dung dịch sau phản ứng ở nhiệt độ phòng rồi làm lạnh bằng nước đá. Khi tinh thể đã tách ra, lọc thu lấy tinh thể $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, ép sán phẩm giữa hai tờ giấy lọc rồi sấy ở nhiệt độ $60 - 70^\circ C$ trong tủ sấy khoảng 30 phút.

Cân sản phẩm, tính hiệu suất của quá trình điều chế $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Hình ảnh tinh thể thu $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ được qua kính hiển vi:



Hình 1: Ánh tinh thể $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

IV. THỬ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM

Lấy một vài tinh thể $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ điều chế được hòa tan trong khoảng 5ml nước trong cốc rồi chia vào 4 ống nghiệm:

Cho vài giọt dung dịch NaOH loãng vào ống nghiệm thứ nhất.

Cho vài giọt dung dịch $BaCl_2$ vào ống nghiệm thứ hai.

Cho từ từ từng giọt dung dịch NH_3 đến dư vào ống nghiệm thứ ba.

Cho một ít P trắng vào ống nghiệm thứ tư.

Quan sát các hiện tượng xảy ra trong ống nghiệm. Giải thích và viết phương trình phản ứng.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nếu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.
2. Trong thí nghiệm điều chế $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, hiệu suất của phản ứng được tính theo H_2SO_4 hay CuO ? Giải thích.
3. Tính khối lượng tinh thể $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ và khối lượng H_2O cần dùng để điều chế được 100ml dung dịch $CuSO_4$ 10%.

Chú ý khi làm thí nghiệm:

Trong quá trình phản ứng có thể CuO bị kết tảng làm giảm tốc độ phản ứng, do đó phải khuấy liên tục hỗn hợp phản ứng.

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ
Bài 1. ĐIỀU CHẾ ĐỒNG(II) SUNFAT ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng).

.....
.....
.....
.....
.....
.....

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....
.....
.....
.....
.....
.....

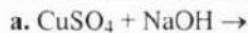
III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

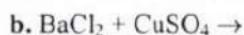
m_{CuO} (gam)	$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} 15\% (mL)$	$m_{\text{sản phẩm}}$	Tổng thời gian điều chế/tổng hợp	Hiệu suất

2. Thí tính chất của $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

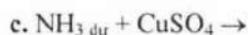
Viết các phương trình phản ứng, nêu hiện tượng và giải thích:



.....
.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....
.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

.....
.....
.....
.....
.....

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Trong quá trình điều chế $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, có nên dùng axit H_2SO_4 loãng hơn hay đặc hơn không? Giải thích.

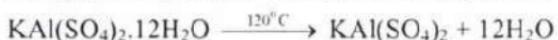
Câu 2. Trong muối CuSO_4 có lẫn tạp chất là $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Hãy trình bày phương pháp có thể loại bỏ tạp chất dễ thu được CuSO_4 tinh khiết.

Câu 3. Để điều chế $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ngoài phương pháp cho CuO tác dụng với H_2SO_4 loãng, ta có thể cho Cu tác dụng với H_2SO_4 đặc. Hãy cho biết phương pháp nào hiệu quả hơn? Giải thích.

BÀI 2. ĐIỀU CHẾ PHÈN NHÔM – KALI ($K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA PHÈN NHÔM – KALI

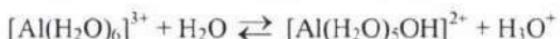
Phèn nhôm – kali hay thường gọi là phèn chua có công thức là $K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$. Ở điều kiện thường, phèn chua là những tinh thể hình bát diện, không có màu, có vị ngọt xít, nóng chảy ở $92^{\circ}C$, không lên hoa ngoài không khí. Khi nung đến $120^{\circ}C$, phèn chua mất nước kết tinh, biến thành khối xốp màu trắng gọi là “phèn phi” dễ hút ẩm và chảy nước:



Tiếp tục nung ở $800 - 900^{\circ}C$, phèn phi phân huỷ theo phương trình hoá học:



Phèn chua tan ít trong nước lạnh và tan nhiều trong nước nóng. Độ hòa tan của phèn nhôm – kali thấp hơn so với độ tan của các muối sunfat thành phần; phèn chua tan nhanh khi nhiệt độ tăng. Trong nước, phèn nhôm – kali bị thuỷ phân cho môi trường axit yếu:



II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (Dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: – $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ tinh thể, K_2SO_4 tinh thể.

– Các dung dịch loãng: $BaCl_2$, $NaOH$. Giấy pH, giấy lọc.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Ông nghiệm	2	Kính hiển vi	1	Phễu thủy tinh	1
Đũa thủy tinh	2	Nhiệt kế	1	Bộ lọc hút chân không	1
Cốc 100ml	2	Cân điện tử	1	Bộ đun cách thủy	1

III. TIẾN HÀNH

Cân 10g $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ tinh thể rồi cho vào cốc thuỷ tinh 100ml. Sau đó hòa tan $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ ở khoảng $70^{\circ}C$ bằng nước cất để được dung dịch bão hòa. Tiếp tục cân 2,61g K_2SO_4 rồi cho vào cốc thuỷ tinh 100ml khác. Hòa tan

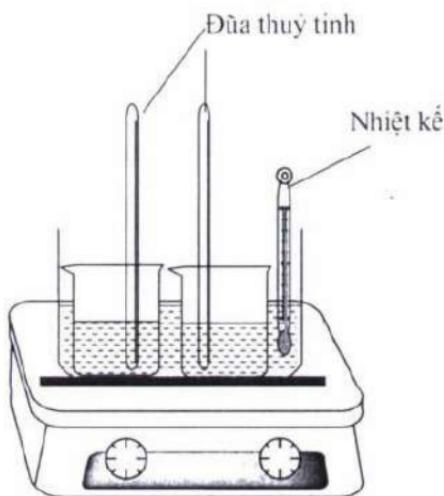
K_2SO_4 cũng ở khoang $70^{\circ}C$ trong nước cất để được dung dịch bão hòa. Các quá trình hòa tan được thực hiện trong nồi cách thủy.

Dùng dũa thuỷ tinh lấy ở mỗi cốc một giọt dung dịch đưa lên lamen kính và quan sát hai loại tinh thể kết tinh trên lamen qua kính hiển vi.

Tiếp tục dùng cả hai dung dịch bão hòa (của hai muối K_2SO_4 và $Al_2(SO_4)_3$ ở $70^{\circ}C$) đến khi được hai dung dịch bão hòa mới ở khoảng $90^{\circ}C$. Sau đó trộn lẫn hai dung dịch với nhau, dùng dũa thuỷ tinh khuấy mạnh hỗn hợp. Khi hỗn hợp sản phẩm đạt đến nhiệt độ phòng, tiếp tục làm lạnh hỗn hợp bằng nước đá khoảng 35 phút cho tinh thể phèn tách ra.

Lọc, thu lấy sản phẩm rắn, ép sản phẩm giữa hai tờ giấy lọc rồi sấy khô ở $50 - 60^{\circ}C$ trong tủ sấy. Quan sát hình dạng tinh thể phèn qua kính hiển vi và so sánh hình dạng của tinh thể phèn vừa điều chế được với hình dạng của tinh thể hai muối ban đầu.

Cân sản phẩm và tính hiệu suất quá trình tổng hợp phèn.



Hình 2: Hình minh họa thí nghiệm điều chế phèn nhôm – kali

IV. THỬ TÍNH CHẤT CỦA PHÈN NHÔM – KALI

– Hòa tan vài tinh thể phèn mới điều chế được vào khoảng 3ml nước cất trong ống nghiệm, xác định môi trường của dung dịch thu được bằng giấy đo pH (giữ lại dung dịch phèn cho các thí nghiệm sau). Viết phương trình phản ứng phản li của phèn nhôm – kali trong nước để chứng minh.

- Chia dung dịch phèn ở thí nghiệm trên vào hai ống nghiệm.
- + Ống thứ nhất cho thêm vài giọt dung dịch NaOH loãng.
- + Ống thứ hai cho thêm vài giọt dung dịch BaCl₂ loãng.
- Quan sát các hiện tượng xảy ra và giải thích.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nêu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế muối phèn nhôm – kali.
2. a. Cho biết độ tan S (g/100g H₂O) của phèn nhôm – kali ở 90°C và 0°C là 93,7 và 5,69. Tính lượng phèn nhôm – kali cần để điều chế 30ml dung dịch phèn bão hòa ở 90°C và 0°C (coi thể tích chất rắn không đáng kể).
- b. Khi làm lạnh 30ml dung dịch bão hòa phèn nhôm – kali ở 90°C xuống 0°C thì lượng phèn tách ra tối đa là bao nhiêu gam?
3. Viết các phản ứng điều chế Al₂(SO₄)₃ từ đất sét. Biết rằng thành phần chính của đất sét là Al₂O₃ và có lẫn tạp chất là Fe₂O₃ và SiO₂.
4. Nêu một số ứng dụng của phèn chua trong công nghiệp và trong y khoa.

VI. CHÚ Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Khi hoà tan các chất để được dung dịch bão hòa, ta không nên khuấy mạnh quá làm cho dung dịch bắn trên thành cốc, chất rắn bị kết tinh làm giảm hiệu suất.

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 2. ĐIỀU CHẾ PHÈN NHÔM – KALI

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (không qua sơ đồ phương trình phản ứng):

.....
.....
.....

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

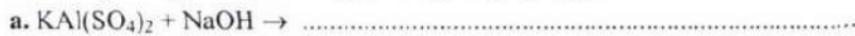
III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

Al ₂ (SO ₄) ₃ .18H ₂ O			K ₂ SO ₄			Phèn	m _{sản phẩm}	Tổng thời gian điều chế/tổng hợp	Hiệu suất
m	V _{nước}	Hình dạng tinh thể	m	V _{nước}	Hình dạng tinh thể	Hình dạng tinh thể	m _{sản phẩm}		

2. Thủ tính chất của phèn nhôm – kali (10 điểm)

Viết các phương trình phản ứng, nêu hiện tượng và giải thích:



.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Tại sao lại trộn hai dung dịch K_2SO_4 và $Al_2(SO_4)_3$ bão hòa ở $90^\circ C$ để điều chế phèn nhôm trong khi đang có hai dung dịch này bão hòa ở $70^\circ C$?

Câu 2. Khi làm lạnh hỗn hợp sản phẩm để tinh thể phèn tách ra, nếu thấy hiện tượng phèn khó tách ra, ta phải làm thế nào?

Câu 3. Hiệu suất tổng hợp phèn nhôm – kali được tính theo K_2SO_4 hay $Al_2(SO_4)_3$? Vì sao? Theo cách tiến hành thí nghiệm được mô tả trong bài, hiệu suất phản ứng có thể đạt 100% hay không? Giải thích.

Bài 3. ĐIỀU CHẾ MUỐI MOHR ($\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Ở điều kiện thường, $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ tồn tại dạng tinh thể lập phương, màu lục, dễ kết tinh, không hút ẩm và bền đối với oxi không khí hơn $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Muối Mohr không bị biến đổi khi cắt trữ, tan nhiều trong nước, độ tan tăng khi nhiệt độ tăng.

Ở 80°C , muối Mohr bắt đầu tách nước kết tinh, đến 170°C nó tách nước hoàn toàn tạo thành muối khan màu trắng.



Khi nung ở nhiệt độ cao hơn, nó tiếp tục bị phân huỷ theo phản ứng sau (quá trình phân huỷ mạnh nhất ở 300°C):



Khi nung đến nhiệt độ 520°C , các muối rắn bắt đầu bị phân huỷ, đến 70°C bị phân huỷ hoàn toàn, sản phẩm rắn còn lại chỉ là Fe_2O_3 . Phương trình phản ứng hoá học như sau:



Trong khí quyển N_2 , ion Fe^{2+} trong muối Mohr sẽ bị kết tủa hoàn toàn thành $\text{Fe}(\text{OH})_2$ nếu cho tác dụng với dung dịch kiềm và NH_3 đặc. Khi tác dụng với chất oxi hoá mạnh như KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2SO_4 đặc nóng, HNO_3 , ion Fe^{2+} trong muối Mohr bị chuyển thành Fe^{3+} . Muối Mohr thường được sử dụng thay thế cho muối sắt(II) sunfat trong các phản ứng có mặt Fe^{2+} vì muối sắt(II) sunfat dễ bị oxi không khí oxi hoá thành sắt(III):



Ion NH_4^+ trong muối Mohr làm cho dung dịch muối này có môi trường axit nên cân bằng chuyển dịch theo chiều nghịch để hạn chế quá trình oxi hoá Fe^{2+} .

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

1. *Hóa chất*: Bột sắt, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ tinh thể, dung dịch loãng: NaOH , KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; nước Br_2 , H_2SO_4 20%, nước đá, giấy lọc.

2. Dụng cụ:

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Cốc 100ml	2	Nhiệt kế	1	Ống nghiệm	4
Ống đồng	1	Mặt kính đồng hồ	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Bếp điện hoặc đèn cồn	1	Cân điện tử	1	Đũa thủy tinh	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

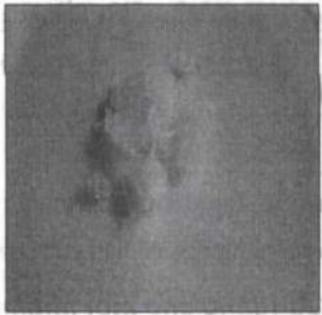
Dùng ống đồng lấy 25ml dung dịch H_2SO_4 20% cho vào cốc thuỷ tinh 100ml. Cân 2g sắt bột và cho toàn bộ lượng sắt này vào cốc đựng dung dịch H_2SO_4 . Đun hỗn hợp phản ứng trên bếp điện hoặc đèn cồn ở nhiệt độ khoảng $70 \div 80^\circ C$ cho đến khi sắt tan hết. Lọc thu dung dịch sạch, sau đó cô cách thuỷ dung dịch đến khi xuất hiện váng tinh thể.

Cân 4,7g $(NH_4)_2SO_4$ tinh thể, sau đó hoà tan bằng nước cát nóng ở $70^\circ C$ vào cốc 100ml khác để được dung dịch bão hòa. Đun dung dịch thu được ở nhiệt độ $70^\circ C$ cho đến khi xuất hiện váng tinh thể.

Trộn ngay hai dung dịch nóng $FeSO_4$ và $(NH_4)_2SO_4$ (đang có váng tinh thể) với nhau đồng thời khuấy mạnh. Khi hỗn hợp dung dịch trở về nhiệt độ phòng, làm lạnh hỗn hợp bằng nước đá khoảng 30 phút, muối kép sẽ kết tinh. Lọc hút các tinh thể muối kép qua phễu lọc Busne, lấy tinh thể ra và thẩm khò bằng giấy lọc, sau đó sấy ở nhiệt độ $50 \div 60^\circ C$ trong tủ sấy khoảng 30 phút.



(a)



(b)

Hình 3: Ảnh minh họa giai đoạn điều chế $FeSO_4$ (a) và ảnh tinh thể muối Mohr (b)

Cân sản phẩm muối Mohr thu được, tính hiệu suất của quá trình tông ép muối Mohr.

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.

IV. Thủ tinh chất của sản phẩm

Lấy một vài tinh thể muối Mohr vừa điều chế được đem hòa tan bằng khoảng 4ml nước cất rồi chia ra 2 ống nghiệm. Thêm vài giọt dung dịch NaOH loãng vào ống thứ nhất (giữ ống thứ hai cho thí nghiệm sau).

Lấy khoảng 1ml dung dịch $KMnO_4$ cho vào một ống nghiệm khác, tiếp theo nhỏ vào đó 1 – 2 giọt H_2SO_4 loãng, sau đó đổ dung dịch muối Mohr ở ống nghiệm thứ hai vào, lắc đều.

Quan sát các hiện tượng xảy ra và giải thích.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nêu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế muối Mohr.
2. Tinh thể tích dung dịch axit H_2SO_4 20% phản ứng vừa đủ với 2g Fe với dung dịch H_2SO_4 có $d \approx 1,143\text{ g/ml}$. Tại sao trong bài thí nghiệm, để hòa tan 2g bột Fe lại dùng 25ml dung dịch H_2SO_4 20%? Nếu 1 sinh viên cần được 2,1g Fe và muốn tiến hành làm thí nghiệm thì lượng muối $(NH_4)_2SO_4$ cần phải culà bao nhiêu? Giải thích.
3. Tại sao khi cô dung dịch thu được khi cho Fe tác dụng với dung dịch H_2SO_4 phải cô trên nồi cách thủy?

BẢN TƯỚNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 3. ĐIỀU CHẾ MUỐI MOHR ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$)

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ phương trình phản ứng):

.....
.....

– Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

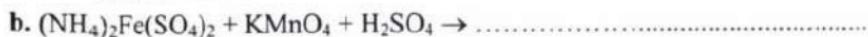
III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

m_{Fe}	$V_{H_2SO_4}$ (ml)	$m_{(NH_4)_2SO_4}$	Vnước hoà tan $(NH_4)_2SO_4$ (ml)	$m_{sản phẩm}$	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất

2. Thủ tính chất của muối Mohr (10 điểm)

Viết các phương trình phản ứng, nêu hiện tượng và giải thích:



3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Trong thí nghiệm dùng axit H_2SO_4 20%, có nên dùng axit đặc hơn hay loãng hơn không? Vì sao?

Câu 2. Tại sao phải trộn hai dung dịch $FeSO_4$ và $(NH_4)_2SO_4$ bão hòa ở $70^\circ C$? Nếu các dung dịch này không bão hòa ở $70^\circ C$ thì ảnh hưởng như thế nào đến kết quả của bài thí nghiệm?

Câu 3. Muốn thử xem sản phẩm có lẫn muối $Fe_2(SO_4)_3$ hay không thì làm cách nào? Viết phương trình phản ứng để minh họa.

Bài 4: ĐIỀU CHẾ AXIT ORTHOPHOTPHORIC (H_3PO_4)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA AXIT H_3PO_4

Axit orthophotphoric tinh khiết có thể kết tinh dưới dạng các tinh thể không màu, không ngâm nước, tự chảy rửa trong không khí âm, nóng chảy ở $41,75^{\circ}C$. Ở trạng thái lỏng, H_3PO_4 có khuynh hướng chậm đông, là chất lỏng thê xirô không màu, không mùi, không độc, khối lượng riêng $1,88g/cm^3$. Axit orthophotphoric tan trong nước và etanol với bất kì tỉ lệ nào.

Axit orthophotphoric là axit ba nắc và có độ mạnh trung bình ($K_1 = 7,6 \cdot 10^{-3}$; $K_2 = 6,2 \cdot 10^{-8}$ và $K_3 = 4,4 \cdot 10^{-13}$). H_3PO_4 còn thể hiện tính lưỡng tính khi tác dụng với axit rất mạnh như $HClO_4$ khan. Ở trạng thái dung dịch, rắn và lỏng, H_3PO_4 không có khả năng oxi hoá ở dưới nhiệt độ $350 - 400^{\circ}C$; ở nhiệt độ cao hơn nó là chất oxi hoá yếu, có thể tương tác với kim loại. Khi dun nóng dung dịch H_3PO_4 trên $150^{\circ}C$ không thu được H_3PO_4 100% mà nó bắt đầu mất nước liên kết. Đun nóng đến $260^{\circ}C$ chuyển thành axit diphotphoric $H_4P_2O_7$. Khi đẻ nguội hoặc dun nóng (có mặt của axit mạnh), axit diphotphoric chuyển lại thành axit orthophotphoric. Đun nóng đến $300^{\circ}C$, axit diphotphoric chuyển thành axit metaphotphoric ($HPO_3)_n$. Khi tương tác với nước, $(HPO_3)_n$ lại chuyển chậm thành H_3PO_4 và nhanh hơn khi đun sôi.

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: Photpho đỏ, dung dịch HNO_3 10M, dung dịch $(NH_4)_2MoO_4$, dung dịch $NaOH$ 0,2M, dung dịch HNO_3 1M, dung dịch $AgNO_3$, chỉ thị methyl da cam, phenolphthalein.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Chén sứ	1	Bình định mức 100ml	1	Buret 25ml	1
Đũa thủy tinh	1	Bình tam giác	3	Nhiệt kế $200^{\circ}C$	1
Cốc thủy tinh 100 ml	1	Pipet 5ml	1	Bếp nhiệt	1
Cân phân tích	1	Giá sắt	1	Kẹp cảng cua	1

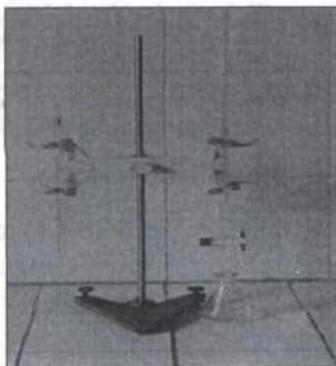
III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 1g photpho đỏ và bỏ vào chén sứ, thêm vào đó 1ml dung dịch HNO_3 10M, dùng dùa thuỷ tinh khuấy cẩn thận hỗn hợp. Đun nhẹ chén sứ trên bếp điện hoặc đèn cồn ở nhiệt độ khoảng $50 - 60^{\circ}C$ (thực hiện phản ứng trong tủ hút). Đến khi khi màu nâu không thoát ra nữa thì thêm một lượng nhỏ axit mồi (mỗi lần khoảng 0,5ml HNO_3). Khi photpho tan hết, đun nóng chén sứ thêm 15 phút nữa để đuổi hết khí NO_2 dư ra khỏi hỗn hợp.

Hoà tan sản phẩm bằng nước cất, lọc lấy dung dịch cho vào cốc rồi đổ vào bình định mức 100ml. Tráng cốc vài lần bằng nước cất và cho vào bình định vạch định mức, lắc đều. Dùng pipet hút dung dịch trong bình định mức cho vào 3 bình tam giác, mỗi bình 5ml. Thêm vào mỗi bình 1 – 2 giọt methyl da cam làm chỉ thị, chuẩn độ dung dịch trong bình tam giác bằng dung dịch $NaOH$ 0,2M đến khi xuất hiện màu vàng của chất chỉ thị thì dừng chuẩn độ. Ghi giá trị V_1 của dung dịch $NaOH$ 0,2M đã dùng. Thêm tiếp 1 – 2 giọt chỉ thị phenolphthalein vào dung dịch trên và tiếp tục chuẩn độ đến khi xuất hiện màu đỏ của chất chỉ thị. Ghi giá trị V_2 của dung dịch $NaOH$ 0,2M đã dùng. Lặp lại 2 lần quá trình chuẩn độ như trên, ghi thể tích dung dịch $NaOH$ tiêu tốn của 3 lần chuẩn độ và tính giá trị trung bình ứng với mỗi chỉ thị: \bar{V}_1 , \bar{V}_2 . Từ các giá trị \bar{V}_1 , \bar{V}_2 thu được, xác định lượng axit photphoric đã điều chế được. Từ đó tính hiệu suất của quá trình điều chế H_3PO_4 .



Giai đoạn $P + HNO_3$



Giai đoạn chuẩn độ

Hình 4: Ảnh minh họa thí nghiệm điều chế axit H_3PO_4 .

IV. THỬ TÍNH CHẤT SẢN PHẨM

Hút 2ml dung dịch axit H_3PO_4 từ bình định mức chia ra 2 ống nghiệm.

Ống 1: thêm vài giọt dung dịch $AgNO_3$.

Ống 2: thêm vài giọt dung dịch HNO_3 loãng, sau đó thêm tiếp vài giọt $(NH_4)_2MoO_4$.

Quan sát các hiện tượng và giải thích.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Cho biết mục đích và cơ sở lý thuyết của phương pháp điều chế axit orthophosphoric từ photpho đỏ và axit nitric đặc.

2. Khi chuẩn độ (axit – bazơ) dung dịch H_3PO_4 bằng chất chuẩn $NaOH$ có mấy điểm tương đương? Tính pH tại mỗi điểm tương đương khi chuẩn độ H_3PO_4 0,2M bằng $NaOH$ 0,2M và cho biết có thể sử dụng chất chỉ thị nào để xác định mỗi điểm tương đương đó?

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

- Phản ứng sinh ra khí NO_2 độc nên cần tiến hành trong tủ hốt.
- Axit nitric đặc có tính oxi hoá mạnh, nếu bị dâng ra tay sẽ để lại vết màu vàng trên da nên phải cẩn thận khi tiếp xúc.
- Phản ứng giữa HNO_3 và P toả nhiệt, giai đoạn đầu phản ứng chỉ cần đun nhẹ. Nên sử dụng bếp điện điều chỉnh nhiệt.

BẢN TƯỜNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 4. ĐIỀU CHẾ AXIT ORTHOPHOTPHORIC

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

Khối lượng P (gam)	V _{HNO₃} (ml)	Chỉ thị	V _{NaOH} (ml)				Hiệu suất
			Lần 1	Lần 2	Lần 3		
		Metyl da cam				$\overline{V_1} =$	
		Phenolphthalein				$\overline{V_2} =$	

2. Thủ tính chất của H₃PO₄

Viết các phương trình phản ứng, nêu hiện tượng và giải thích:



3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Trong thí nghiệm dùng dung dịch axit nitric nồng độ 10M, nếu dùng axit đặc hoặc loãng hơn có được không?

Câu 2. Tại sao phải nhỏ từng lượng nhỏ axit nitric và chỉ đun nhẹ chén sứ trong quá trình phản ứng?

Câu 3. Đè tính hiệu suất của phản ứng chỉ cần chuẩn độ nắc 1 hoặc nắc 2 được không? So sánh giá trị V_2 với giá trị V_1 có kết luận được gì về độ tinh khiết của sản phẩm?

Bài 5. ĐIỀU CHẾ NATRI THIOSUNFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRUNG CỦA $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ là những tinh thể lăng trụ đơn tâto, trong suốt, có khối lượng riêng $1,73\text{g/cm}^3$, không bị biến đổi ngoài không khí, không độc. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dễ tan trong nước, không tan trong rượu. Ở 50°C , nó nóng chảy trong nước kết tinh tạo thành chất lỏng chậm đông khi để nguội. Ở 100°C , tinh thể $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bị mất nước tạo thành dạng lỏng quánh.

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ có cả tính oxi hoá và khử. Khi nung nóng đỏ, nó bị phân hủy thành Na_2S , Na_2SO_4 và S; bị các axit mạnh phân huy tách ra S và SO_2 .



$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ được dùng để chuẩn độ I_2 với chất chỉ thị là hồ tinh bột.

II. HÓA CHẤT, DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hóa chất: Na_2SO_3 tinh thể, S bột, cồn 90° , các dung dịch HCl , I_2 , AgBr , nước đá, giấy lọc, giấy pH.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Bình cầu đáy tròn 100ml	1	Phễu lọc thường	1	Ông nghiệm	3
Ông sinh hàn hồi lưu	1	Đũa thủy tinh	1	Giá sắt, côn bọ, kẹp sắt	1
Bộ dun cách thủy	1	Cốc 100ml	2	Ông đong	1
Bộ lọc hút áp suất thấp	1	Đèn cồn (hoặc bếp từ)	1	Cân phân tích Kính hiển vi	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 8 gam Na_2SO_3 rồi cho vào bình cầu đáy tròn 100ml, thêm khoảng 22ml nước cất vào bình cầu, lắc đều (Na_2SO_3 tan chậm, có thể giai đoạn này chưa tan hết).

Cân 3,5g lưu huỳnh bột cho tiếp vào bình cầu, sau đó thêm tiếp khoảng 3ml cồn 90° vào và lắc đều cho toàn bộ lưu huỳnh lắng xuống (nếu S chưa lắng xuống hết thì cho tiếp cồn 90°). Lắp sinh hàn và dun sôi bằng đèn cồn như hình 5, đồng thời lắc nhẹ toàn bộ hệ thống (nếu dùng bếp từ thì không phải lắc), khoảng

40 phút bắt đầu thử pH của dung dịch. Ngừng dun khi dung dịch phản ứng có môi trường trung tính.

Lọc bỏ phần lưu huỳnh không tan thu lấy phần dung dịch, đổ dung dịch vào cốc 100ml. Cô cách thủy dung dịch thu được đến khi xuất hiện váng tinh thể (thể tích dung dịch còn khoảng 10ml) thì ngừng cô. Để yên hỗn hợp sản phẩm cho đến khi hỗn hợp đạt đến nhiệt độ phòng, sau đó làm lạnh bằng nước đá khoảng 15 phút thì cho mầm kết tinh $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào (Để tạo mầm kết tinh, lấy dùa thủy tinh nhúng vào dung dịch hỗn hợp sản phẩm rồi hơ trên ngọn lửa đèn cồn sẽ thu được $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ khan bám vào dùa). Quan sát sự tạo thành tinh thể $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Lọc tinh thể bằng phễu lọc hút áp suất thấp. Lấy tinh thể ép khô giữa hai tờ giấy lọc.

Cân, tính hiệu suất của quá trình điều chế $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.

IV. THỬ TÍNH CHẤT SẢN PHẨM

– Hoà tan một vài tinh thể $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ vừa điều chế được vào khoảng 6ml nước cất rồi chia vào 3 ống nghiệm.

- + Thêm vài giọt dung dịch HCl loãng vào ống thứ nhất.
- + Thêm vài giọt nước iot vào ống thứ hai.
- + Thêm vài giọt AgBr vào ống thứ ba.
- Quan sát và giải thích các hiện tượng xảy ra.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

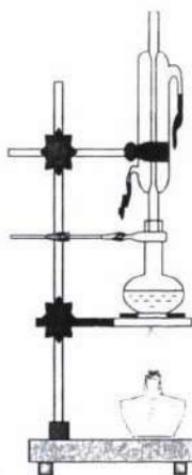
1. Nếu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm tổng hợp natri thiosulfat. Giải thích các số liệu (khối lượng của S và Na_2SO_3) đã lấy trong bài.

2. Tại sao trong quá trình điều chế natri thiosulfat ta phải cho thêm cồn 90°? Nếu không cho hoặc cho nhiều hơn lượng trong bài thí nghiệm có được hay không? Vì sao?

3. Mục đích của việc lắp sinh hàn hồi lưu trong quá trình điều chế là gì? Tại sao trong quá trình điều chế ta phải lắc cả hệ thống?

Chú ý khi làm thí nghiệm

Nếu dun bằng đèn cồn cần cẩn thận khi lắc tránh rơi vỡ sinh hàn và tránh bị bong.



Hình 5: Minh họa
thí nghiệm điều chế
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

BẢN TƯỚNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ
Bài 5. ĐIỀU CHẾ NATRI THIOSUNFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

Sơ lược cách tiến hành (qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

– Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

$m_{\text{Na}_2\text{SO}_3}$ (gam)	m_s (gam)	$V_{\text{H}_2\text{O}}$ (ml)	$m_{\text{sản phẩm}}$	Tổng thời gian điều chế/tổng hợp	Hiệu suất

2. Thủ tính chất của natri thiosulfat



Nêu hiện tượng và giải thích:



Nêu hiện tượng, giải thích và cho biết ứng dụng của phản ứng này:



Nêu hiện tượng, giải thích và cho biết ứng dụng của phản ứng này:

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Giải thích tại sao khi cho ancol etylic 90⁰ vào bình phản ứng thì S trong bình lại bị chim trong hỗn hợp phản ứng?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Câu 2. Tại sao phải để dung dịch hỗn hợp phản ứng sau khi cô cách thuỷ trở về nhiệt độ phòng rồi mới đem làm lạnh bằng nước đá?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Câu 3. Hiệu suất phản ứng được tính theo Na₂SO₃ hay S? Giải thích.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

BÀI 6. ĐIỀU CHẾ KALI IOĐUA (KI)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRUNG CỦA KI

KI là những tinh thể hình lập phương trong suốt, bền ở ngoài không khí khô. KI nóng chảy ở 686°C , khi đẻ nguội đông lại thành một khối tinh thể có ánh xà cừ, sôi ở 1331°C . KI rất dễ tan trong nước, dễ hút ẩm, cháy nước có màu vàng nâu. KI tan trong rượu và axeton, tan rất nhiều trong rượu nóng; khi đẻ nguội KI kết tinh thành những tinh thể hình kim.

KI tác dụng với một số muối như muối của Ag^+ , Cu^+ , Hg^+ , Pb^{2+} ... tạo kết tủa. Dung dịch KI trong nước có khả năng hoà tan được iot. KI thể hiện tính khử mạnh khi tác dụng với các chất oxi hoá như H_2O_2 , FeCl_3 , $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{dil}}$, MnO_2 .

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (*dùng cho một nhóm sinh viên*)

Hoá chất: Sắt bột, iot tinh thể, bột MnO_2 , dung dịch KOH 40%, dung dịch $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, dung dịch $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, rượu etylic, dung dịch H_2O_2 , dung dịch H_2SO_4 loãng, dung dịch FeCl_3 , nước đá.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Cốc thủy tinh 50ml	3	Kính hiển vi	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Đũa thuỷ tinh	1	Phễu thuỷ tinh	1	Cân phân tích	1
Ông đong 10ml	1	Bếp điện hoặc đèn cồn	1	Lưới amiăng	1

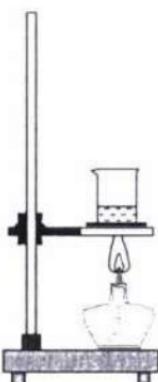
III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 1,2g bột sắt và 5g bột iot tinh thể. Đổ bột sắt vào cốc chứa sẵn 20ml nước cất, thêm dần dần từng phần nhỏ iot vào, khuấy đều. Sau khi đã thêm hết iot, đặt cốc lên bếp điện, đun từ từ hỗn hợp phản ứng đến sôi. Thêm từng giọt dung dịch KOH 40% vào hỗn hợp phản ứng đến khi hết 5ml, vừa thêm vừa khuấy nhẹ đến khi kết tủa không tách ra nữa. Lấy một ít dung dịch trong thử xem còn ion $\text{Fe}(\text{II})$ hoặc $\text{Fe}(\text{III})$ không, nếu còn thêm tiếp một ít dung dịch KOH. Sau khi phản ứng xong, lọc hỗn hợp phản ứng, rửa kết tủa trên phễu lọc bằng nước cất một lần. Thu cả dung dịch nước lọc và nước rửa rồi đem cô đến khi xuất hiện vàng tinh thể.

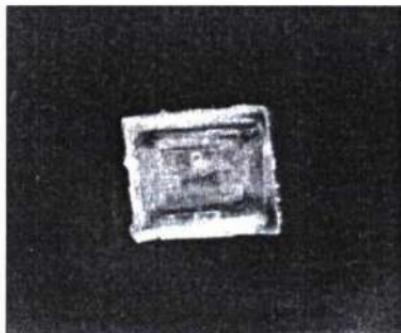
Làm lạnh dung dịch bằng nước đá đến khi sản phẩm rắn tách ra, lọc thu tinh thè bằng bộ lọc hút áp suất thấp. Rửa tinh thè bằng một ít rượu. Lấy tinh thè ra, sấy ở $70 - 80^{\circ}\text{C}$ khoảng 30 phút.

Cân và tính hiệu suất của quá trình điều chế KI.

Quan sát hình ảnh tinh thè thu được qua kính hiển vi.



*Hình 6a: Ảnh minh họa
thì nghiệm điều chế KI*



Hình 6b: Ảnh tinh thè KI

III. THỬ TÍNH CHẤT SẢN PHẨM

- Lấy một vài tinh thè KI đã điều chế được, đem hòa tan vào khoảng 6ml nước cất rồi chia đều ra 4 ống nghiệm:

+ Ống 1: thêm vài giọt dung dịch H_2O_2 .

+ Ống 2: thêm vài giọt dung dịch FeCl_3 .

+ Ống 3: axit hoá bằng một vài giọt dung dịch H_2SO_4 loãng, sau đó thêm tiếp ít bột MnO_2 , lắc nhẹ.

+ Ống 4: thêm vài giọt dung dịch CuSO_4 .

- Quan sát các hiện tượng xảy ra và giải thích.

IV. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nếu mục đích, cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế KI.

2. Muốn thử xem dung dịch sau phản ứng đã hết ion Fe(II) và Fe(III) chưa làm cách nào?

3. Đề xuất phương pháp xác định độ tinh khiết của sản phẩm.

V. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

- I₂ độc nên giai đoạn cho I₂ nên tiến hành trong tủ hốt.
- Cần cẩn thận khi làm việc với dung dịch dung dịch KOH, tránh bị dây ra tay sẽ ăn mòn da.

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VỎ CƠ

Bài 6: ĐIỀU CHẾ KALI IOĐUA (KI)

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

m_{Fe} (gam)	m_{I_2} (gam)	V_{H_2O} (ml)	V_{KOH} (ml)	m_{KI} (gam)	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất

2. *Thí tính chất của KI*

Viết các phương trình, nêu hiện tượng xảy ra và giải thích:









3. *Nhận xét kết quả và kiến nghị*

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Tại sao phải cho dần dần từng phần nhỏ I₂ vào cốc nước chứa Fe?

Câu 2. Tại sao trong thí nghiệm dùng dung dịch KOH 40%? Có nên dùng dung dịch loãng hay đặc hơn không?

Câu 3. Hiệu suất quá trình điều chế KI được tính theo lượng I₂ hay KOH?
Giải thích.

BÀI 7. TỔNG HỢP KALI CLORAT ($KClO_3$)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA KALI CLORAT

Kali clorat có dạng lá mỏng không màu, láp lánh hoặc có dạng thoi, tinh thể đơn tà 4 cạnh hoặc 6 cạnh. Kali clorat bền ngoài không khí, tan trong nước cho môi trường trung tính, khối lượng riêng 2,344g/ml. $KClO_3$ tan trong rượu 95% (cho nồng độ khoảng 0,8%) và trong glicerol (cho nồng độ khoảng 3,3%), hầu như không tan trong rượu tuyệt đối.

Khi không có xúc tác, $KClO_3$ nóng chảy vẫn không bị phân hủy ở $370^{\circ}C$, đun đến $550^{\circ}C$ thì bị phân hủy và giải phóng toàn bộ oxi. Nhưng khi đun nóng nhanh, có thể giải phóng oxi ở ngay $352^{\circ}C$. Khi có xúc tác MnO_2 , kali clorat bắt đầu bị phân hủy giải phóng oxi ở nhiệt độ từ $150^{\circ}C$.

Nếu $KClO_3$ có lần tạp chất dễ cháy (như than, tinh bột giấy,...) thì không được đun nóng hay nghiền thành phẩm vì có thể nổ mạnh.

II. DỤNG CỤ, HÓA CHẤT

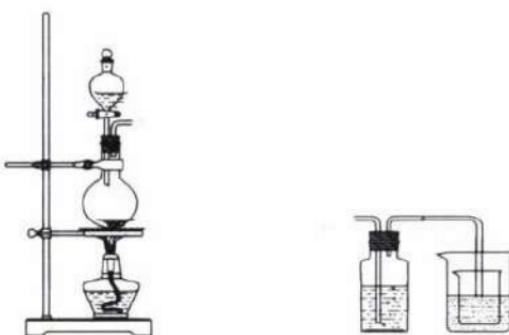
Hóa chất: KOH rắn, HCl đặc, MnO_2 rắn, Iot rắn, H_2SO_4 đặc, H_2SO_4 loãng, dung dịch NH_3 loãng, saccarozơ, dung dịch KI, hồ tinh bột, nước đá, nước cất, giấy lọc.

Dụng cụ: (dùng cho một nhóm sinh viên)

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Bình cầu nhánh 100ml	1 cái	Giá sắt, kẹp sắt, con bọ, lưỡi sắt	1 bộ	Ống dẫn bằng cao su	30cm
Phễu quâ lê có gắn nút cao su	1 cái	Cốc 250ml	1 cái	Ống dẫn bằng thủy tinh, chữ L	1 cái
Bình rửa khí	1 cái	Cốc 100ml	1 cái	Bếp điện hoặc đèn cồn	1 cái
Đũa thủy tinh	1 cái	Bộ lọc hút áp suất thấp	1 cái	Chén sứ	1 cái

III. CÁCH TIẾN HÀNH (*làm trong tủ hốt*)

Lắp bộ điều chế tương tự như hình vẽ sau:



Hình 7: Dụng cụ điều chế KClO₃ từ khí clo và dung dịch KOH

Cân nhanh lượng KOH rắn cần thiết để pha thành 20ml dung dịch có nồng độ 50% (coi như khối lượng riêng của nước cất bằng 1g/ml) rồi cho vào cốc 100ml. Đặt cốc này vào trong cốc nước 250ml được giữ nóng ở 70 – 80°C. Cho luồng khí clo (được điều chế từ MnO₂ và HCl đặc trong bình Wuyéc như hình 7) đã loại hết hơi HCl sục từ từ vào dung dịch trong cốc 100ml. Thỉnh thoảng lắc nhẹ cốc và ống dẫn khí clo. Sau khi sục khí được khoảng 20 phút, trên mặt thoảng của dung dịch sẽ xuất hiện váng tinh thể. Khi đó lấy cốc 100ml ra, để nguội về nhiệt độ phòng rồi đặt vào chậu nước lạnh khoảng 30 phút cho sản phẩm rắn tách ra.

Lọc lấy tinh thể bằng bộ lọc hút áp suất thấp, rửa sản phẩm rắn trên phễu bằng một ít nước lạnh, ép khô các tinh thể bằng giấy lọc rồi sấy nhẹ ở 80°C cho đến khô.

Cân sản phẩm thu được và tính hiệu suất quá trình tổng hợp KClO₃.

Quan sát hình ảnh tinh thể qua kính hiển vi.

III. THỬ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM

Quan sát các hiện tượng xảy ra, giải thích và viết phương trình phản ứng trong các thí nghiệm sau:

Thí nghiệm 1. Tác dụng của sản phẩm với dung dịch axit clohiđric đặc

Lấy vài tinh thể sản phẩm vừa điều chế được cho vào ống nghiệm, thêm vào đó 3 – 4 giọt dung dịch HCl đặc. Đặt mẫu giấy lọc tắm dung dịch KI và hồ tinh bột lên miệng ống nghiệm. Cho biết các chất đóng vai trò gì trong các phản ứng?

Thí nghiệm 2. Tác dụng của sản phẩm với iot

Lấy khoảng 1ml dung dịch bão hòa của sản phẩm cho vào ống nghiệm, thêm 1 – 2 hạt tinh thể iot và 2 – 3 giọt dung dịch H_2SO_4 loãng. Cân thận dùn nhẹ ống nghiệm. Dùng giấy lọc tẩm dung dịch KI và hồ tinh bột đặt lên miệng ống nghiệm để thử khí bay lên.

Các hiện tượng quan sát được có gì mâu thuẫn với lí thuyết đã học không? Tại sao?

Thí nghiệm 3. Tác dụng của sản phẩm với dung dịch axit sunfuric đặc

Cho vài tinh thể sản phẩm vào chén sứ khô. Đặt chén lên bàn, dùng đũa thủy tinh dài **cẩn thận** thảm ướt các tinh thể sản phẩm bằng 3 – 4 giọt dung dịch H_2SO_4 đặc.

Thí nghiệm 4. Tác dụng của sản phẩm với đường saccarozơ

Lấy khoảng 0,1g sản phẩm đã nghiền nhão thành bột cho vào chén sứ sạch và khô. Cho thêm vào chén khoảng 0,1g saccarozơ, trộn **cẩn thận** hỗn hợp rồi vun thành đống. Dùng đũa thủy tinh dài **cẩn thận** nhào lăn hỗn hợp 1 – 2 giọt dung dịch H_2SO_4 đặc.

IV. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. *Vẽ sơ đồ điều chế kali clorat.*

2. *Giai thích cách tiến hành thí nghiệm điều chế kali clorat. Viết các phương trình phản ứng đã xảy ra trong quá trình điều chế.*

V. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

- Xử lý khí clo dư bằng bông tẩm dung dịch amoniac loãng.
- Các thí nghiệm trong bài tương đối nguy hiểm và độc hại. Vì vậy khi tiến hành phải hết sức cẩn thận và tuân thủ theo sự hướng dẫn của giảng viên.

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 7. TỔNG HỢP KALI CLORAT ($KClO_3$)

Ngày làm thí nghiệm

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (35 điểm)

– Sơ lược cách tiến hành (*thông qua sơ đồ phản ứng*):

– Thiết lập công thức tinh hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM (50 điểm)

1. Điều chế (10 điểm)

Khối lượng KOH đã lấy để pha thành dung dịch 50%:

Phương trình phản ứng điều chế:

Hiệu suất thu được

Tự đánh giá kết quả điều chế:

2. Thủ tính chất sản phẩm (40 điểm)

Nêu hiện tượng, giải thích và trả lời các yêu cầu trong bài thí nghiệm:

Thí nghiệm 1: Tác dụng của sản phẩm với dung dịch axit clohiđric đặc

Thí nghiệm 2. Tác dụng của sản phẩm với iot

Thí nghiệm 3. Tác dụng của sản phẩm với dung dịch axit sunfuric đặc

Thí nghiệm 4. Tác dụng của sản phẩm với đường saccarozơ

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI THÊM (10 điểm)

Tại sao trong phần lưu ý thí nghiệm lại nói rằng: “Các thí nghiệm trong bài tương đối nguy hiểm và độc hại”? Sau khi làm thí nghiệm xong, em thấy cần lưu ý và kiên nghị gì thêm không?

BÀI 8. TỔNG HỢP KALI PEMANGANAT ($KMnO_4$) TỪ QUẶNG PIROLUZIT

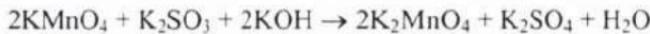
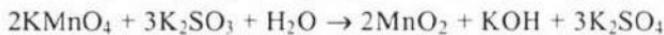
I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÝ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA $KMnO_4$

$KMnO_4$ là chất ở dạng tinh thể màu tím đen. Khi tan trong nước cho dung dịch màu tím đậm; dung dịch đặc có màu tím hoặc đỏ pha chàm, dung dịch loãng có màu đỏ (Màu đỏ ấy đậm đến mức chỉ pha loãng đến 1 : 500000 vẫn còn thấy được). Độ tan của $KMnO_4$ biến đổi tương đối nhiều theo nhiệt độ nên nó dễ dàng được tinh chế khi kết tinh lại.

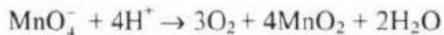
Trên 200°C, kali pemanganat bị phân huỷ theo phương trình:



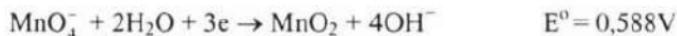
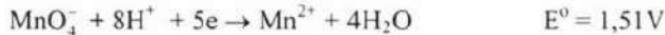
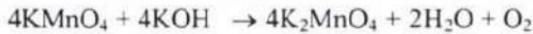
$KMnO_4$ có tính oxi hoá mạnh và phụ thuộc vào môi trường của dung dịch. Trong môi trường axit, ion MnO_4^- bị khử thành ion Mn^{2+} , trong môi trường trung tính, axit yếu hay kiềm yếu, ion MnO_4^- bị khử thành MnO_2 . Còn trong môi trường kiềm mạnh và khi có dư chất khử, ion MnO_4^- bị khử đến MnO_4^{2-} .



Khi không có chất khử, dung dịch $KMnO_4$ không bền có thể phân huỷ theo phản ứng:



Khi đun sôi $KMnO_4$ với kiềm tạo ra K_2MnO_4 và O_2 :



Khoáng vật chính của mangan là quặng piroluzit (MnO_2).

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: Quặng piroluzit hoặc MnO_2 bột, $KClO_3$ tinh thể, KOH viên, dung dịch HCl 10%, nước đá; các dung dịch loãng: $FeSO_4$, Na_2SO_3 , H_2O_2 và H_2SO_4 . Giấy lọc, giấy pH.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Chén sắt	1	Đũa thủy tinh	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Mặt kính đồng hồ	1	Bếp điện hoặc đèn cồn	1	Lưỡi amiăng	1
Ông nghiệm	4	Cốc thủy tinh	2	Nhiệt kế	1
Kính hiển vi		Cặp sắt	1	Cân phân tích	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 3g KClO_3 tinh thê và 4g KOH rắn rồi bỏ vào một chén sắt, trộn đều. Nung chén trên bếp điện hoặc đèn cồn cho đến khi hỗn hợp nóng chảy hoàn toàn. Ngừng đun, dùng đũa thủy tinh khuấy đều hỗn hợp và thêm dần từng lượng nhỏ 5g quặng piroluzit hoặc 3g MnO_2 đã được tán nhỏ thành bột cho đến hết, vừa thêm MnO_2 vừa trộn đều hỗn hợp. Tiếp tục đun nóng hỗn hợp phan ứng trên bếp điện (hoặc đèn cồn) thêm khoảng 20 – 25 phút nữa.

Để nguội chén, lấy chất rắn từ chén ra cốc thủy tinh. Thêm dần từng lượng nhỏ nước cất vào chén, khuấy đều rồi rót dung dịch vào cốc. Lặp lại quá trình hòa tan vài lần để chuyển toàn bộ sản phẩm rắn còn lại trong chén vào cốc. Cho thêm nước cất vào cốc sao cho thể tích nước hòa tan khoảng 30ml. Khuấy đều cho chất rắn gần như tan hết. Dung dịch tạo thành có màu xanh.

Nhỏ từng giọt dung dịch HCl 10% vào dung dịch phan ứng, vừa nhò vừa khuấy đều bằng đũa thủy tinh cho tới khi dung dịch chuyển thành màu tím đậm. Nhỏ một giọt dung dịch hỗn hợp phan ứng lên giấy lọc thấy màu đỏ thẫm và không có ánh xanh của K_2MnO_4 , kiểm tra pH của dung dịch khoảng bằng 7 thì thôi không nhò thêm HCl nữa (thể tích dung dịch HCl dùng hết khoảng 25 – 30ml).

Lọc hỗn hợp phan ứng thu lấy dung dịch sạch, có cách thủy dung dịch thu được đến khi xuất hiện váng tinh thê. Để nguội, làm lạnh dung dịch khoảng 30 phút bằng nước đá, khi đó các tinh thê màu tím sẽ tách ra.

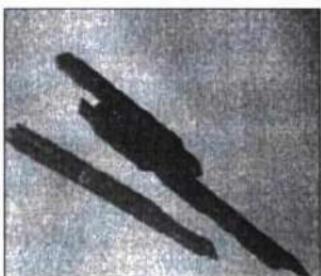
Lọc hút các tinh thê bằng bộ lọc hút áp suất thấp. Cho tinh thê lên mặt kính đồng hồ và sấy khô ở $50 \div 60^\circ\text{C}$ khoảng 30 phút.

Cân và tính hiệu suất của phan ứng điều chế KMnO_4 .

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.



Hình 8a: Hình minh họa thí nghiệm điều chế $KMnO_4$



Hình 8b: Ảnh tinh thể $KMnO_4$

IV. THỦ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM

– Lấy một vài tinh thể $KMnO_4$ vừa điều chế được hoà tan vào khoảng 5ml nước cất, thêm vài giọt dung dịch H_2SO_4 loãng rồi chia dung dịch thu được vào 3 ống nghiệm.

- + Ống nghiệm thứ nhất: cho thêm vài giọt dung dịch H_2O_2 loãng.
- + Ống nghiệm thứ hai: cho thêm vài giọt dung dịch Na_2SO_3 loãng.
- + Ống nghiệm thứ ba: cho thêm vài giọt dung dịch $FeSO_4$ loãng.
- Quan sát các hiện tượng xảy ra. Giải thích các giai đoạn thí nghiệm và viết các phương trình phản ứng.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nếu mục đích, cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế $KMnO_4$. Theo phương pháp điều chế trong bài, từ 3g MnO_2 thu được tối đa bao nhiêu gam $KMnO_4$?
2. Tính lượng KOH , $KClO_3$ phản ứng vừa đủ với 3 gam MnO_2 . Trong ba số liệu về khối lượng cân của $KClO_3$, KOH , quặng piroluzit hoặc MnO_2 , số liệu nào cần cân chính xác?
3. Để chuyển hóa K_2MnO_4 thành $KMnO_4$ có thể thay HCl bằng chất nào khác?

VI. CHÚ Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Khi cho quặng piroluzit hoặc MnO_2 vào hõi hợp nóng chảy cần chú ý phải ngừng đun và cho rát từ từ từng lượng nhỏ.

Khi cho HCl cũng cần cho rát từ từ và vừa cho vừa khuấy đều.

BẢN TƯỚNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VỎ CƠ

Bài 8. TỔNG HỢP KALI PEMANGANAT ($KMnO_4$) TỪ QUẶNG PIROLUZIT

Ngày làm thí nghiệm.....

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....

.....

.....

.....

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

.....

.....

.....

.....

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....

.....

.....

.....

III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

I. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

m_{MnO_2} (gam)	m_{KClO_3} (gam)	m_{KOH} (gam)	Thời gian nung	V_{H_2O} càn hoà tan	$m_{sảnphẩm}$	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất

2. *Thứ tính chất của KMnO₄* (15 điểm)

Viết các phương trình xảy ra, nêu hiện tượng và giải thích:



.....

.....

.....



.....

.....

.....



.....

.....

.....

3. *Nhận xét kết quả và kiến nghị*

.....

.....

.....

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Tại sao khi đun nóng cháy hỗn hợp KOH và KClO₃ phải ngừng đun rồi mới cho từng lượng nhỏ MnO₂ vào?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Câu 2. Trong giai đoạn chuyên hoá K_2MnO_4 thành $KMnO_4$ nếu dùng dung dịch HCl đặc hơn hay loãng hơn thì ảnh hưởng tới quá trình điều chế như thế nào?

Câu 3. Trong bài thí nghiệm, $KClO_3$ và KOH được dùng ở dạng rắn. Có nên thay bằng dung dịch KOH không? Vì sao?

BÀI 9: TỔNG HỢP KALI CROMAT (K_2CrO_4)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA ĐẶC TRƯNG CỦA K_2CrO_4

K_2CrO_4 có dạng những tinh thể tía phuơng màu vàng, tan trong nước cho dung dịch màu vàng đậm, màu của dung dịch đậm đến mức khi pha loãng dung dịch đến tỉ lệ 1 : 40000 vẫn có màu vàng. Dung dịch K_2CrO_4 không đổi màu quỳ tím, bền ngoài không khí, nóng chảy ở $968^{\circ}C$, trong không khí ẩm không bị cháy rữa.

Trong dung dịch có sự chuyên hoá lẫn nhau giữa ion $Cr_2O_4^{2-}$ và $Cr_2O_7^{2-}$ theo cân bằng sau:



Cân bằng trên phụ thuộc vào pH của dung dịch:

pH > 6: trong dung dịch chủ yếu tồn tại ion $Cr_2O_4^{2-}$.

2 ≤ pH ≤ 6 các ion $HCrO_4^-$ và $Cr_2O_7^{2-}$ nằm cân bằng nhau.

pH < 1: chủ yếu tồn tại ở các phân tử H_2CrO_4 .

K_2CrO_4 có tính oxi hoá mạnh (nhất là trong môi trường axit). Ngoài ra, K_2CrO_4 còn tạo kết tủa với một số ion kim loại cho sản phẩm có màu đặc trưng

như Ag^+ , Ba^{2+} theo kiểu phản ứng trao đổi. Tuỳ theo độ tan của muối cromat và hidroxit của cation kim loại mà một số muối cromat như PbCrO_4 tan được trong kiềm, một số muối lại không tan như BaCrO_4 .

II. HÓA CHẤT, DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: các chất rắn: Cr_2O_3 , KOH , KNO_3 , các dung dịch loãng: H_2SO_4 , H_2O_2 , KI , BaCl_2 , nước đá, giấy lọc.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Chén sắt	1	Bộ đun cách thủy	1	Cốc 50ml	2
Cặp sắt	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1	Ông nghiệm	4
Ông đồng	1	Đũa thủy tinh	1	Đèn khí	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 3,5g KNO_3 rắn, 1,5g Cr_2O_3 và cân nhanh 2,5g KOH rồi trộn đều cả 3 chất với nhau trong chén sắt. Đặt chén lên giá và đun bằng đèn khí trong thời gian khoảng 15 phút (quan sát thấy hỗn hợp chuyển từ màu xanh sang màu đỏ và không thấy hiện tượng có bọt khí) thì ngừng đun. Hoà tan hỗn hợp rắn trong chén bằng từng lượng 5ml nước sôi đến khi chuyển toàn bộ chất rắn ra cốc (tổng lượng nước khoảng 20ml). Lọc bỏ phần chất rắn không tan hết, thu dung dịch sạch. Cô cách thủy dung dịch nước lọc đèn khí xuất hiện vặng tinh thể.

Làm lạnh hỗn hợp phản ứng bằng nước đá để kết tinh K_2CrO_4 trong khoảng 20 phút. Lọc thu lấy tinh thể K_2CrO_4 bằng máy lọc hút áp suất thấp và sấy khô sản phẩm ở nhiệt độ $70 - 80^\circ\text{C}$.

Cân lượng K_2CrO_4 thu được, tính hiệu suất quá trình điều chế.

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.



Hình 9: Ánh tinh thể K_2CrO_4

IV. THỬ TÍNH CHẤT SẢN PHẨM

Cho vài tinh thê K_2CrO_4 điều chế được vào cốc 50ml rồi hoà tan bằng khoảng 6ml nước cất.

Lấy vào 5 ống nghiệm lần lượt mỗi ống khoảng 1ml dung dịch H_2O_2 , dung dịch KI, dung dịch $FeSO_4$, dung dịch H_2SO_4 loãng và dung dịch $BaCl_2$. Axit hoá các dung dịch H_2O_2 , KI, $FeSO_4$ bằng vài giọt dung dịch H_2SO_4 loãng.

Thêm vào mỗi ống nghiệm vài giọt dung dịch K_2CrO_4 . Quan sát các hiện tượng xảy ra.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nếu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm tổng hợp kali cromat. Viết các phương trình phản ứng xảy ra trong quá trình điều chế. Nếu ban đầu lấy 1,5 gam Cr_2O_3 có thể thu được bao nhiêu gam K_2CrO_4 ? Giá thiết hiệu suất của quá trình điều chế là 100%.

2. Nếu vai trò của KOH và KNO_3 trong quá trình điều chế? Có thể thay KNO_3 bằng chất nào khác được không? Có nên thay KOH bằng $NaOH$ không, vì sao?

3. Tính lượng KOH và KNO_3 cần dùng để phản ứng vừa đủ với 1,5g Cr_2O_3 . Giải thích lượng KOH , Cr_2O_3 và KNO_3 dùng trong bài tổng hợp.

VI. CHÚ Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Khi đun hỗn hợp phản ứng có hiện tượng sôi rất mạnh nên cần chú ý tránh bị hoá chất bắn vào người.

Cần trộn kĩ hỗn hợp phản ứng trước khi đun nóng.

BẢN TƯỢNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 9. TỔNG HỢP KALI CROMAT

Ngày làm thí nghiệm:.....

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

– Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

.....
.....
.....
.....
.....

– Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....
.....
.....
.....
.....

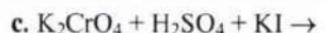
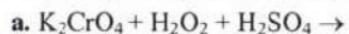
III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

$m_{Cr_2O_3}$ (gam)	m_{KNO_3} (gam)	m_{KOH} (gam)	Thời gian nung	V_{H_2O} cần hoà tan	$m_{sản phẩm}$	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất

2. Thủ tính chất của K_2CrO_4

Viết các phương trình, nêu hiện tượng xảy ra và giải thích:





3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Hiệu suất phản ứng được tính theo Cr_2O_3 hay KOH hoặc KNO_3 ? Giải thích.

.....

.....

.....

.....

Câu 2. Tại sao khi thử tính chất sản phẩm lại phải axit hoá các dung dịch H_2O_2 , KI , $FeSO_4$ trước? Có thể axit hoá dung dịch K_2CrO_4 trước được không? Vì sao?

.....

.....

.....

.....

Câu 3. Tinh độ tan S (g/100g H_2O) của K_2CrO_4 ở 40^0C biết rằng ở nhiệt độ này dung dịch bão hòa có nồng độ 39,4%.

.....

.....

.....

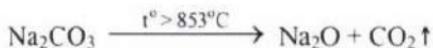
.....

Bài 10. TỔNG HỢP NATRI CACBONAT (XÔ ĐA) DỰA THEO PHƯƠNG PHÁP SOLVAY

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HOÁ ĐẶC TRƯNG CỦA Na_2CO_3

Na_2CO_3 khan là chất bột màu trắng, dễ hút ẩm, nóng chảy ở 852°C . Na_2CO_3 dễ tan trong nước, quá trình tan phát nhiệt do sự tạo thành các hidrat. Từ dung dịch, ở nhiệt độ dưới $32,5^\circ\text{C}$, Na_2CO_3 kết tinh dưới dạng decahidrat $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Đây là những tinh thể đơn tinh trong suốt, không màu, dễ tan trong nước, đến 107°C mất nước hoàn toàn biến thành Na_2CO_3 khan. Khi tan trong nước, Na_2CO_3 bị thủy phân cho dung dịch có môi trường kiềm. Dung dịch Na_2CO_3 0,1N có pH = 10,9; 1N có pH = 12,3; 6N có pH = 12,8.

Na_2CO_3 bền với nhiệt, ở nhiệt độ nóng chảy (trong khí quyển CO_2) vẫn chưa bị phân hủy. Nhưng khi nung ở nhiệt độ cao hơn (trên 853°C) bắt đầu bị phân hủy thành oxit và khí CO_2 :



Na_2CO_3 phản ứng với muối của một số kim loại như muối của Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Ag^+ , ... tạo kết tủa cacbonat. Nhưng khi phản ứng với các muối của một số cation kim loại có độ thuỷ phân cao như muối của Mg^{2+} , Zn^{2+} , Be^{2+} , Pb^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , ... lại tạo muối cacbonat bazơ.

II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: Dung dịch amoniac đặc (25%), tinh thể NaCl , đá vôi, dung dịch HCl 17%, rượu etylic, methyl da cam, dung dịch FeCl_3 , phenolphthalein, dung dịch BaCl_2 , nước đá, bông, giấy lọc.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Bình kíp	1	Bình rửa khí	1
Bộ lọc hút áp suất thấp	1	Đũa thuỷ tinh	1
Óng nghiệm to	1	Chén sứ	1
Óng nghiệm nhỏ	5	Bếp điện	1
Cốc 100ml	3	Óng đồng 10ml	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

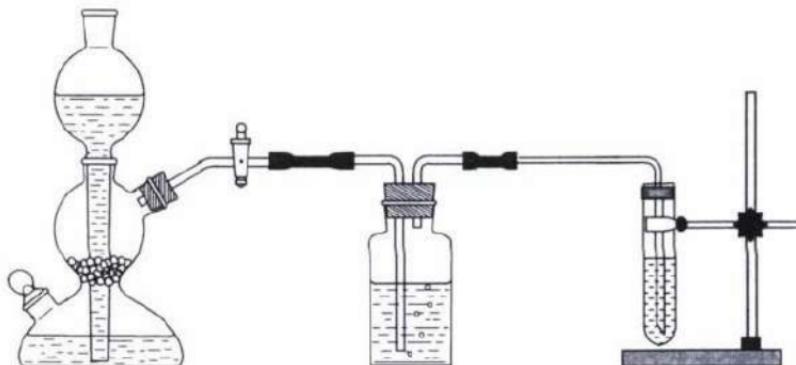
Cân 2,5g muối ăn khô. Dùng ống đồng lấy 10ml dung dịch amoniac 25% rồi cho vào cốc 100ml. Cho từ từ lượng muối rắn vào cốc, vừa cho vừa khuấy mạnh cho đến khi muối tan hết ở nhiệt độ phòng. Lọc thu dung dịch sạch. Đổ dung dịch này vào một ống nghiệm cỡ lớn, nút nhẹ miệng ống nghiệm bằng một đùm bông.

Sức mạnh dòng khí CO₂ được điều chế từ bình Kip (đã lội qua bình rửa khí chứa NaHCO₃) vào ống nghiệm trên trong khoảng 90 phút (đến khi kết tủa hầu như không xuất hiện thêm nữa). Dừng sục khí, làm lạnh ống nghiệm bằng hỗn hợp sinh hàn cho kết tủa tách ra. Lọc thu kết tủa bằng bộ lọc hút áp suất thấp, rửa kết tủa trên phễu bằng một ít nước lạnh sau đó bằng một ít rượu etylic. Lấy kết tủa, ép khô giữa các tờ giấy lọc.

Lấy một ít kết tủa hòa tan bằng 1ml nước cất. Xác định pH của dung dịch thu được bằng giấy đo pH.

Cho phần kết tủa còn lại vào một chén sứ sạch đã biết chính xác khối lượng, đem đun trên bếp điện ở khoảng 300°C trong 20 phút (đến khối lượng không đổi). Đê nguội. Cân lượng sản phẩm thu được.

Tính hiệu suất của quá trình điều chế Na₂CO₃.



Hình 10: Ảnh minh họa thí nghiệm điều chế Na₂CO₃

IV. THỬ TÍNH CHẤT CỦA Na₂CO₃

– Lấy một ít sản phẩm bằng hạt dỗ hòa tan trong 1ml nước cất. Xác định pH của dung dịch thu được bằng giấy đo pH (giữ lại dung dịch cho thí nghiệm sau). So sánh pH của dung dịch sản phẩm với pH của dung dịch muối trước khi nung và giải thích.

– Pha loãng tiếp 1ml dung dịch trên bằng khoảng 4ml nước cất rồi chia ra 5 ống nghiệm khác nhau. Lần lượt nhỏ vào mỗi ống nghiệm vài giọt dung dịch: methyl da cam, phenolphthalein, HCl, FeCl_3 , BaCl_2 .

Quan sát các hiện tượng xảy ra và giải thích.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Trình bày chu trình tổng hợp Na_2CO_3 theo phương pháp Solvay. So sánh với phương pháp tiến hành trong bài thi nghiệm.
2. Tính lượng NaCl lớn nhất để hòa tan được trong 10ml dung dịch NH_3 25% (cho biết ở 25°C , độ tan của NaCl là $3,6\text{g}/100\text{g H}_2\text{O}$; $d_{\text{NH}_3} = 0,91\text{g/ml}$)
3. Tính pH của dung dịch NaHCO_3 0,1M, pH của dung dịch Na_2CO_3 0,1M.
4. Trong phòng thí nghiệm điều chế khí CO_2 bằng cách nào?

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

- Giai đoạn hòa tan muối ăn vào dung dịch amoniac nên tiến hành trong tủ hốt.
- NaHCO_3 dễ tan trong nước nên khi rửa phải rửa nhanh bằng từng lượng nhỏ dung môi.

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 10. TỔNG HỢP NATRI CACBONAT (Na_2CO_3) DỰA THEO PHƯƠNG PHÁP SOLVAY

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

– Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU VÀ KẾT QUẢ THÍ NGHIỆM (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

m_{NaCl} (gam)	V_{NH_3} (ml)	m_{NaHCO_3}	pH của dd $NaHCO_3$	pH của dd Na_2CO_3	$m_{Na_2CO_3}$	Hiệu suất Na_2CO_3

2. Thủ tính chất của Na_2CO_3

Viết phương trình, nêu hiện tượng xảy ra trong các thí nghiệm và giải thích:



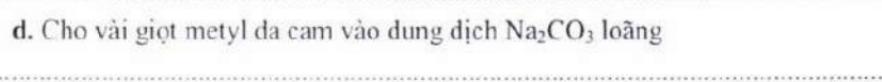
.....



.....



.....



.....

e. Cho vài giọt phenolphthalein vào dung dịch Na_2CO_3 loãng

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Tại sao phải rửa sản phẩm bằng nước lạnh và rượu?

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

Câu 2. Trong bài tổng hợp Na_2CO_3 này có nhất thiết phải rửa khí CO_2 không? Tại sao trong bình rửa khí lại cho một ít dung dịch NaHCO_3 ?

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

Câu 3. Có thể điều chế K_2CO_3 dựa theo phương pháp Solvay không? Vì sao?

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

BÀI 11: TỔNG HỢP HẠT NANO SIÊU THUẬN TỪ Fe_3O_4 BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỒNG KẾT TÙA

I. MỘT VÀI TÍNH CHẤT LÍ HOÁ, CẤU TRÚC VÀ TÍNH CHẤT PHỐ IR CỦA Fe_3O_4

- *Tính chất lì hoá:* $M = 231,54$; $d = 5,11(\text{g}/\text{dm}^3)$; $t_{nc} = 1538^\circ\text{C}$ (phân hủy)

Hạt nano siêu thuận từ Fe_3O_4 màu đen, rất cứng, bền nhiệt. Hạt nano Fe_3O_4 đã nung không hoạt động hóa học. Dạng hidrat ($\text{Fe}^{II}\text{Fe}^{III}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) được kết tinh từ dung dịch có khả năng phản ứng cao hơn. Ở trạng thái ẩm, nó dễ bị O_2 không khí oxi hoá. Fe_3O_4 phản ứng với axit, kiềm (khi nóng chảy).

- *Cấu trúc:* Hạt nano Fe_3O_4 có cấu trúc spinel đảo, hằng số mạng $a = b = c = 0,8396\text{nm}$, với các ion O^{2-} xếp chặt tạo mạng lập phương tam mặt. Một nửa số ion Fe^{3+} chiếm các hố tứ diện, số ion Fe^{3+} còn lại và ion Fe^{2+} chiếm các hố bát diện.

- *Phổ IR:* Fe_3O_4 có 2 vân hấp thụ tại 565cm^{-1} và 421cm^{-1} là 2 vân đặc trưng cho dao động của $\text{Fe}^{2+}-\text{O}^{2-}$ và $\text{Fe}^{3+}-\text{O}^{2-}$.

- *Tính chất từ:* Hạt nano Fe_3O_4 là vật liệu ferri từ, từ độ bão hoà của mẫu khôi là 92 emu/g. Khi kích thước hạt Fe_3O_4 giảm xuống cỡ 20nm, Fe_3O_4 trở thành vật liệu siêu thuận từ.

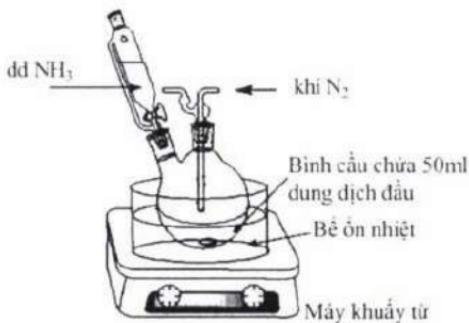
II. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: Các dung dịch FeCl_2 1M, FeCl_3 1M, HCl 2M, NH_3 2M, axeton, nước cất, bình định mức 25ml, bình định mức 50ml, pipet 2ml, pipet 5ml.

Dụng cụ	Số lượng	Tên dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Máy khuấy từ gia nhiệt	1 cái	Bình cầu 2 cổ 250ml	1 cái	Chày, cối mài nǎo	1 bộ
Con từ	1 cái	Bệ ấm nhiệt	1 cái	Bình khí N_2	1 bình
Phễu nhỏ giọt	1 cái	Nam châm	1 cái	Cốc 100ml	1 cái

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Thí nghiệm có thể được bố trí như hình 11.



Hình 11: Hình minh họa thí nghiệm tổng hợp hạt nano Fe_3O_4

Dùng pipet lẩn lượt lấy 2ml $FeCl_2$ 1M, 4 ml $FeCl_3$ 1M cho vào cốc thủy tinh loại 100ml, thêm tiếp dung dịch HCl 2M để tông thê tích dung dịch đạt khoảng 50ml. Chuyển toàn bộ dung dịch trong cốc vào bình cầu 2 cổ loại 250ml. Sục khí N_2 để đuổi hết không khí trong bình phản ứng.

Bình cầu được để vào bếp ống nhiệt và hệ thống được đặt trên máy khuấy từ. Tốc độ khuấy được giữ ở mức 500 vòng/phút, nhiệt độ $80^{\circ}C$ trong suốt quá trình phản ứng.

Nhỏ từ từ dung dịch NH_3 2M vào trong bình phản ứng thông qua phễu nhỏ giọt, sau một thời gian dung dịch xuất hiện kết tủa hidroxit dạng keo và sau chuyển thành kết tủa đen. Kết tủa đen chính là các hạt nano từ tính Fe_3O_4 . Tiếp tục nhỏ từ từ dung dịch NH_3 cho đến khi pH của dung dịch đạt khoảng 9 – 10. Tiếp tục khuấy thêm hỗn hợp phản ứng 30 phút.

Dùng nam châm làm lắng các hạt Fe_3O_4 xuống dưới đáy bình cầu, gạn bỏ phần dung dịch. Cho nước cất vào để rửa kết tủa, lặp lại quá trình rửa khoảng 5 – 7 lần. Sau đó tiếp tục rửa bằng axeton 2 – 3 lần. Trong quá trình rửa, dùng nam châm để giữ các hạt Fe_3O_4 ở đáy bình, chỉ gạn bỏ phần nước lọc.

Cuối cùng, Fe_3O_4 được đem làm khô trong tủ sấy chân không ở $30 - 40^{\circ}C$. Khi sấy, axeton bay hơi làm các hạt Fe_3O_4 vón lại. Các hạt nano từ Fe_3O_4 cần được nghiên nhò trước khi bào quản hay tiến hành các phép đo đặc trưng tính chất mẫu.

Cân sản phẩm và tính hiệu suất phản ứng.

IV. KHẢO SÁT TÍNH CHẤT CỦA HẠT NANO TỪ Fe_3O_4

Đo ảnh FESEM của sản phẩm để xác định kích thước và sự phân bố kích thước của các hạt nano Fe_3O_4 .

Có thể tiến hành đo XRD, hồng ngoại để xác định cấu trúc sản phẩm. Đo từ kế mẫu rung (VSM) xác định đường cong từ hoá, qua đó có thể xác định hạt có tính chất siêu thuận từ hay không và xác định từ độ bão hoà M, (nếu trang thiết bị của phòng thí nghiệm cho phép).

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Mục đích của thí nghiệm và cơ sở của phương pháp đồng kết tua?
2. Tại sao trong suốt quá trình thí nghiệm cần phải sục khí N_2 ?
3. Việc thay đổi nồng độ FeCl_2 và FeCl_3 sẽ ảnh hưởng như thế nào đến kích thước hạt và tính chất của hạt?
4. Giải thích tại sao trên phổ IR của Fe_3O_4 lại có vân hấp phụ tại tần số 3440cm^{-1} ?

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Dùng nam châm để lồng; rửa sản phẩm Fe_3O_4 nhiều lần bằng nước cát cho đến khi pH của nước lọc bằng 7 để tránh sự oxi hoá Fe_3O_4 sau này.

BẢN TƯỜNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 11. TỔNG HỢP HẠT NANO SIÊU THUẬN TỪ Fe_3O_4

BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỒNG KẾT TUA

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT

– Sơ lược cách tiến hành (bằng hình vẽ).

– Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....

.....

.....

III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

V_{dd} FeCl ₂ 1M (ml)	V_{dd} FeCl ₃ 1M (ml)	V_{dd} NH ₃ 2M (ml)	$m_{sản\ phẩm}$ (gam)	Hiệu suất (%)

2. Đặc trưng tính chất sản phẩm

Từ ảnh FESEM, nhận xét về kích thước hạt và độ đồng đều về kích thước của sản phẩm.

.....

.....

.....

.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI

Câu 1. Nêu cách pha 100ml FeCl_3 1M từ muối $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Câu 2. Có hiện tượng gì xảy ra nếu để lâu dung dịch muối FeCl_2 và FeCl_3 ? Nếu trong thí nghiệm trên, ta dùng các dung dịch pha lâu ngày thì có ảnh hưởng gì đến kết quả thí nghiệm? Cách bảo quản hai dung dịch muối trên?

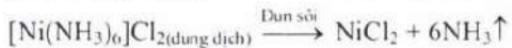
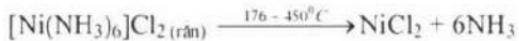
Câu 3. Tại sao các hạt Fe_3O_4 điều chế được có kích thước nano nhưng chúng ta vẫn có thể quan sát được các hạt chất rắn màu đen?

BÀI 12. TỔNG HỢP PHỨC HEXAAMMINNIKEN(II) CLORUA [Ni(NH₃)₆]Cl₂)

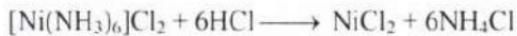
I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HOÁ ĐẶC TRƯNG CỦA [Ni(NH₃)₆]Cl₂

[Ni(NH₃)₆]Cl₂ có màu tím – lam, tan nhiều trong nước nguội, không tạo nên tinh thể hidrat. Phức bát diện [Ni(NH₃)₆]Cl₂ có tính thuận từ, lgβ = 8,31, không tan trong dung dịch amoniac.

Phức [Ni(NH₃)₆]Cl₂ rắn bắt đầu bị phân hủy giải phóng NH₃ khi đun nóng ở nhiệt độ trên 176⁰C và đến 450⁰C nó giải phóng hoàn toàn NH₃. Ở dạng dung dịch, phức này cũng bị phân hủy khi đun sôi theo phương trình hoá học sau:



[Ni(NH₃)₆]Cl₂ phản ứng với axit, kiềm theo các phản ứng sau:



II. DỤNG CỤ, HÓA CHẤT (dùng cho một nhóm sinh viên)

Hoá chất: NiCl₂.6H₂O tinh thể, dung dịch NH₄Cl bão hòa trong NH₃, dung dịch NH₃ (pha loãng từ NH₃ 25% theo tỉ lệ 1 : 1), dung dịch NaOH loãng, dung dịch H₂S, rượu etylic, dung dịch AgNO₃, nước đá, giấy lọc, dung dịch dimetyl glyoxinum (C₄H₈O₃N₂).

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Ống nghiệm	3	Kính hiển vi	1	Phễu thủy tinh	1
Đũa thủy tinh	1	Mặt kính đồng hồ	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Cốc 100ml	2	Cân phân tích	1	Ống đong 10ml	1

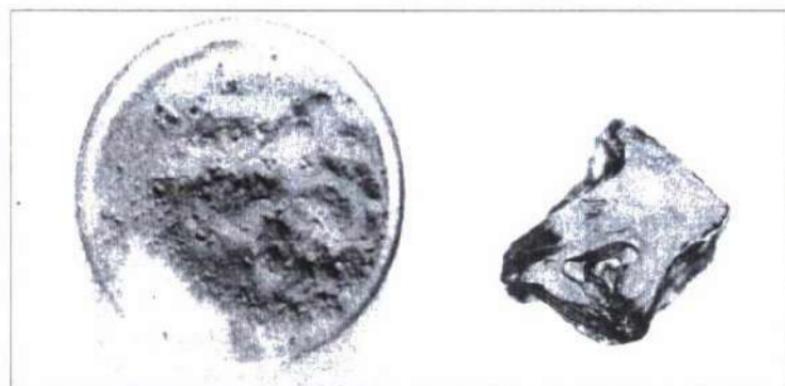
III. CÁCH TIẾN HÀNH (làm trong tủ hốt)

Cân 5g NiCl₂.6H₂O. Dùng ống đong lấy 16ml dung dịch NH₃ (pha loãng 1 từ NH₃ đặc theo tỉ lệ 1 : 1) cho vào cốc thuỷ tinh 100ml, sau đó thêm dần từng lượng

nhỏ $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ vào cốc, vừa thêm vừa khuấy đều. Sau khi tan hết muối, để yên 30 phút cho phản ứng xảy ra hoàn toàn. Sau đó, vừa khuấy vừa thêm vào dung dịch phản ứng từng phần nhỏ dung dịch NH_4Cl bão hòa trong NH_3 đặc (khoảng 30ml dung dịch NH_4Cl bão hòa). Làm lạnh dung dịch khoảng 15 phút trong nước đá để tinh thể màu tím tách ra. Lọc hút tinh thể qua phễu lọc Busne. Rửa sản phẩm lần đầu bằng dung dịch amoniac (đã pha loãng 1 : 1), sau đó bằng nước cất lạnh và lần cuối bằng rượu 96%. Lấy sản phẩm ra cho vào mặt kính đồng hồ và sấy khô ở nhiệt độ $70 \div 80^\circ\text{C}$ trong khoảng 40 phút.

Cân và tính hiệu suất của quá trình điều chế $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$.

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.



Hình 12: Ảnh tinh thể phức chất $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$

IV. THỬ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM

- Lấy một vài tinh thể phức chất điều chế được hòa tan vào khoảng 6ml nước cất. Chia dung dịch vào bốn ống nghiệm:

- + Ống thử nhất: cho thêm từng giọt dung dịch NaOH loãng.
- + Ống thử hai: cho thêm từng giọt dung dịch H_2S loãng.
- + Ống thử ba: cho thêm từng giọt dung dịch AgNO_3 .
- + Ống thử tư: cho thêm từng giọt dung dịch dimetyl glyoxim.
- Quan sát các hiện tượng xảy ra và viết phương trình phản ứng.

V. CÂU HỎI TRƯỚC KHI LÊN PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Nếu mục đích, cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế phức $[Ni(NH_3)_6](Cl_2)$?
 2. Tại sao phải dùng dung dịch NH_4Cl bão hòa trong NH_3 đặc để kết tinh sản phẩm? Có thể thay bằng chất nào khác không?
 3. Tại sao lại rửa sản phẩm bằng dung dịch NH_3 loãng, sau đó bằng nước cát lanh và cuối cùng bằng rượu etylic?

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Dung dịch NH_3 có mùi khai, xộc, khó chịu nên tiến hành thí nghiệm trong tủ hoods.

BẢN TƯỜNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HÓA HỌC VỎ CỐ

BÀI 12. TỔNG HỢP PHỨC CHẤT

HEXAAMMINNIKEN(II) CLORUA $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$

Ngày làm thí nghiệm:.....

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ (50 điểm)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

$m_{\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$ (gam)	V_{NH_3} (ml)	$V_{\text{NH}_4\text{Cl}}$ (ml)	$m_{\text{sản phẩm}}$ (gam)	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất (%)

2. Thử tính chất của sản phẩm

Viết phương trình, nêu hiện tượng xảy ra và giải thích:



Nêu hiện tượng xảy ra và cho biết ứng dụng của phản ứng này.

.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

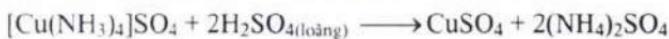
Câu 1. Hiệu suất phản ứng được tính theo $\text{NiCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ hay NH_3 ? Giải thích.

Câu 2. Sấy sản phẩm ở nhiệt độ cao hơn hoặc thấp hơn nhiệt độ cho trong bài có được không? Giải thích.

BÀI 13. TỔNG HỢP PHỨC TETRAAMMIN ĐỒNG(II) SUNFAT $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HOÁ ĐẶC TRƯNG CỦA $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ có dạng tinh thể hidrat màu xanh chàm, phản hủy khi đun nóng. Tan nhiều trong lượng ít nước, chỉ bền trong dung dịch amoniac loãng. $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ bị nước nóng, axit phản hủy, bị hidrazin khử.



II. HOÁ CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dung dịch NH_3 (pha loãng từ NH_3 25% theo tỉ lệ 1 : 1), dung dịch NaOH loãng, dung dịch H_2S , dung dịch BaCl_2 , rượu etylic, nước đá, giấy lọc.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Óng nghiệm	3	Kính hiển vi	1	Phễu thủy tinh	1
Đũa thủy tinh	1	Mặt kính đồng hồ	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Cốc 100ml	2	Cân phân tích	1	Óng đong 10ml	1

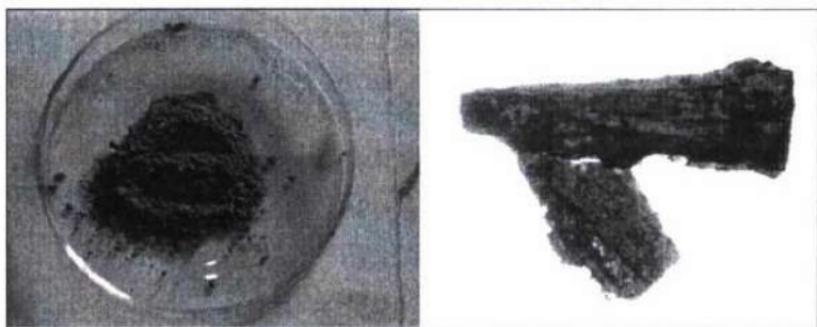
III. CÁCH TIẾN HÀNH (làm trong tú hối)

Cân 5g muối $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tinh thể. Dùng ống đong lấy 20ml dung dịch NH_3 (pha loãng từ NH_3 đặc theo tỉ lệ 1 : 1) cho vào cốc thủy tinh 100ml, sau đó thêm dần từng lượng nhỏ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ vào cốc, vừa thêm vừa khuấy đều cho đến hết. Sau khi phản ứng kết thúc (khoảng 20 phút), thêm dần từng lượng nhỏ rượu etylic vào dung dịch sau phản ứng (khoảng 30ml rượu). Làm lạnh dung dịch trong khay đựng nước đá khoảng 15 phút cho các tinh thể sản phẩm màu xanh tách ra. Lọc hút các tinh thể qua phễu lọc Busne. Rửa tinh thể lần đầu bằng hỗn hợp

rượu – amoniac (tỉ lệ 1 : 1 về thể tích), sau đó rửa lại bằng rượu etylic. Lấy sản phẩm ra, sấy ở nhiệt độ $60 \div 80^{\circ}\text{C}$ trong 1,5 giờ.

Cân và tính hiệu suất của quá trình điều chế $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.



Hình 13: Ảnh tinh thể phức chất $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

IV. THỬ TÍNH CHẤT CỦA PHỨC CHẤT TETRAAMMIN ĐỒNG(II) SUNFAT

– Lấy một vài tinh thể phức chất vừa điều chế được cho vào ống nghiệm. Thêm vào ống nghiệm khoảng 3ml nước cất, lắc cho phức chất tan hết. Chia dung dịch thu được vào ba ống nghiệm:

- + Ống 1: cho thêm vài giọt dung dịch NaOH loãng.
 - + Ống 2: cho thêm vài giọt dung dịch H_2S .
 - + Ống 3: cho thêm vài giọt dung dịch BaCl_2 .
- Quan sát các hiện tượng xảy ra, giải thích và viết phương trình phản ứng

V. CÂU HỎI TRƯỚC KHI LÊN PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Nếu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế phức chất amoniacyat của đồng(II).

2. Theo lý thuyết, 5g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tinh thể phản ứng vừa đủ với bao nhiêu ml NH_3 (12%)? Giải thích lượng $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ và NH_3 12% dùng trong bài tổng.

3. Nếu phương pháp xác định độ tinh khiết của sản phẩm.

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

Dung dịch NH_3 có mùi khai, xộc, khó chịu nên tiến hành thí nghiệm trong

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

BÀI 13. TỔNG HỢP PHỨC TETRAAMMIN ĐỒNG(II) SUNFAT $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

.....
.....
.....
.....

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....
.....
.....
.....

III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ (50đ)

1. Các số liệu thực nghiệm và kết quả

$m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$ (gam)	V_{NH_3} (ml)	V_{ruou} (ml)	$m_{\text{sản phẩm}}$ (gam)	Tổng thời gian điều chế/tổng hợp	Hiệu suất (%)

2. Thủ tính chất của sản phẩm

Viết các phương trình, nêu hiện tượng xảy ra và giải thích:







3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Vai trò của rượu trong quá trình thí nghiệm? Nếu không cho rượu vào có được không?

Câu 2. Sấy sản phẩm ở nhiệt độ cao hơn hoặc thấp hơn nhiệt độ cho trong bài có được không? Giải thích.

BÀI 14. TỔNG HỢP PHỨC KALI TRIOXALATOFERAT(III) (K₃[Fe(C₂O₄)₃].3H₂O)

I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HÓA CỦA PHỨC CHẤT KALI TRIOXALATORERAT(III)

Kali trioxalatorerat(III) còn gọi là kali ferrioxalat có công thức phân tử là K₃[Fe(C₂O₄)₃].3H₂O. Ở điều kiện thường, chất tồn tại dạng tinh thể đơn tinh màu lục, tan trong nước và trong dung dịch axit, khối lượng riêng d = 2,13g/cm³, t_{nc}⁰ = 230⁰C.

Dưới tác dụng của ánh sáng, phức này biến thành muối sắt(II) theo phương trình phản ứng sau:



Tính chất quang hóa học này được dùng để in can các bản vẽ. Bản vẽ được vẽ trên giấy bóng mờ gọi là bản can, đặt bản can lên tờ giấy trắng một mặt đã được tắm dung dịch hỗn hợp K₃[Fe(C₂O₄)₃] và K₃[Fe(CN)₆] rồi chiếu sáng mạnh. Ánh sáng đi qua những chỗ không có đường nét vẽ của bản can gây ra sự khử Fe³⁺ thành Fe²⁺ theo phản ứng trên. Khi nhúng giấy trắng (đã được chiếu sáng) vào nước, những chỗ được chiếu sáng trên tờ giấy trở nên có màu xanh chàm Tuabun, còn những chỗ ứng với đường nét của bản vẽ có màu trắng, như vậy ta có một tấm bản vẽ.

II. DỤNG CỤ, HÓA CHẤT

Hóa chất: FeCl₃ 1,5M, K₂C₂O₄.H₂O tinh thể, dung dịch H₂C₂O₄, dung dịch KSCN, nước đá, axeton hoặc cồn 96°.

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Pipet 10ml	1	Cốc thủy tinh 100ml	1
Bộ lọc hút áp suất thấp	1	Đũa thủy tinh	1
Tủ sấy	1	Óng nghiệm	2
Máy khuấy từ	1	Óng đong 10ml	1
Công tơ hút	1	Cốc 50ml	1

III. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 8,28g tinh thể $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$. Dùng ống đồng lấy khoảng 15ml nước cất cho vào cốc thủy tinh loại 100ml, cho con tử vào rồi đặt lên máy khuấy từ, điều chỉnh tốc độ khuấy vừa phải. Cho tử từ muối $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ vào cốc cho đến hết, điều chỉnh nhiệt độ lên khoảng 70°C. Dùng pipet hút 10ml dung dịch $FeCl_3$ 1,5M cho vào cốc thủy tinh loại 50ml.

Sau khi $K_2C_2O_4$ đã tan hết, dùng công tơ hút (hoặc dùng phễu nhỏ giọt) thêm từ từ từng giọt dung dịch $FeCl_3$ 1,5M vào cho đến hết 10ml. Khuấy thêm 20 phút cho phản ứng xảy ra hoàn toàn.

Làm lạnh hỗn hợp sau phản ứng bằng nước đá hoặc hỗn hợp sinh hàn (trộn muối ăn với đá) cho kết tủa màu xanh tách ra. Lọc hút các kết tủa thu được bằng phễu lọc Busne. Rửa sản phẩm 2 lần bằng nước cất lạnh cho đến khi sạch ion Cl^- (thử bằng $AgNO_3$) và cuối cùng bằng axeton hoặc rượu tuyệt đối. Lấy sản phẩm ra, sấy khô ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 30 phút. (Chú ý: Đề phucus chất trong tối, tránh ánh sáng).



Hình 14: Ảnh tinh thể phucus chất $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

IV. THỦ TÍNH CHẤT CỦA SẢN PHẨM

- Lấy 2 ống nghiệm và thực hiện như sau:
 - + Ống thử nhất: Cho vài tinh thể phucus chất vừa điều chế được, sau đó cho khoảng 3ml nước cất vào, lắc đều cho phucus chất tan hoàn toàn.
 - + Ống thử hai: Cho khoảng 3ml dung dịch $FeCl_3$ loãng (thể tích tương đương ống nghiệm thứ nhất).

Thêm vào mỗi ống vài giọt dung dịch KSCN. Quan sát hiện tượng xảy ra và viết phương trình phản ứng. Sau đó, thêm tiếp vào mỗi ống nghiệm vài giọt dung dịch axit oxalic, quan sát sự biến đổi màu sắc trong mỗi ống và giải thích.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Nếu mục đích của thí nghiệm và viết phương trình phản ứng tổng hợp phức chất.
2. Viết các đồng phân của phức chất kali ferioxalat.
3. Nếu các cách có thể thực hiện trong phòng thí nghiệm để các tinh thể phức chất tách ra từ dung dịch sau phản ứng. Ưu và nhược điểm của mỗi cách?
4. Trong phòng thí nghiệm có thể làm khô sản phẩm bằng những cách nào?

BẢN TƯỞNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 14. TỔNG HỢP PHỨC KALI TRIOXALATOFERAT(III) ($K_3[Fe(C_2O_4)_3].3H_2O$)

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

II. CƠ SỞ LÝ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

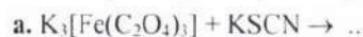
III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ (60 điểm)

1. Số liệu thực nghiệm và kết quả

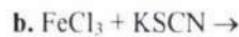
m (gam) FeCl ₃ .6H ₂ O	m (gam) K ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O	m _{sản phẩm} (gam)	Tổng thời gian diều chỉnh/ tổng hợp	Hiệu suất (%)

2. Thủ tính chất của sản phẩm

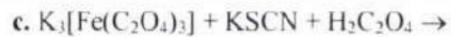
Viết các phương trình phản ứng, nêu hiện tượng xảy ra và giải thích:



.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....



.....
.....
.....
.....

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (20 điểm)

Câu 1. Tại sao phải rửa phức chất bằng nước cất lạnh, sau đó bằng axeton hoặc rượu?

Câu 2. Bảo quản phức chất kali ferioxalat cần chú ý điều gì? Vì sao?

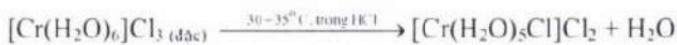
Câu 3. Bằng thực nghiệm làm thế nào để có thể xác định số phân tử nước kết tinh trong phức chất thu được?

BÀI 15: TỔNG HỢP PHỨC HEXAAQUOCROM(III) CLORUA ([Cr(H₂O)₆]Cl₃)

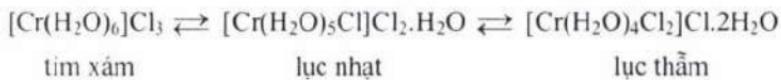
I. MỘT SỐ TÍNH CHẤT LÍ HOÁ ĐẶC TRƯNG CỦA [Cr(H₂O)₆]Cl₃

Hexaaquocrom(III) clorua có công thức [Cr(H₂O)₆]Cl₃ là chất bột màu tím xám, rất hòa nước, nhiệt độ nóng chảy 95°C. Không tan trong axeton, tan trong nước cho màu lục tím mờ. Nó không mất nước khi sấy khô trên axit sunfuric đặc nhưng cả ba ion Cl⁻ đều tạo ngay kết tủa với ion Ag⁺.

Ở nồng độ đặc trong môi trường HCl loãng, phức chất [Cr(H₂O)₆]Cl₃ bị đồng phân hóa theo các kiểu khác nhau tùy thuộc vào nhiệt độ theo các phương trình hóa học sau:



Tinh thể hidrat CrCl₃.6H₂O dễ tan trong nước; tùy thuộc vào nhiệt độ, nồng độ và pH của dung dịch mà thành phần của cation phức aqua thay đổi, do đó màu sắc của CrCl₃.6H₂O sẽ thay đổi từ tím đến lục thẫm. Trong dung dịch loãng, ngoài nó có dạng màu tím bền; còn trong dung dịch đặc, nóng dạng màu lục thẫm bền:



II. HOÁ CHẤT VÀ DỤNG CỤ (dùng cho một nhóm sinh viên)

Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng	Dụng cụ	Số lượng
Bình cầu nhám 100ml	1	Kính hiển vi	1	Phễu lọc đáy thủy tinh xốp	1
Sinh hàn nhám	1	Mặt kính đồng hồ	1	Bộ lọc hút áp suất thấp	1
Nhiệt kế	1	Cốc 50ml	1	Vòng sắt	1
Dũa thủy tinh	1	Óng đồng 10ml	1	Bình nón	3
Bình định mức 100ml	3	Lưỡi amiăng	1	Đèn cồn	1

Hoá chất: CrCl₃.6H₂O tinh thể, dung dịch HCl đặc, NaCl tinh thể, nước đá, axeton, dung dịch AgNO₃, 0.1N, dung dịch K₂CrO₄ bão hoà, giấy lọc.

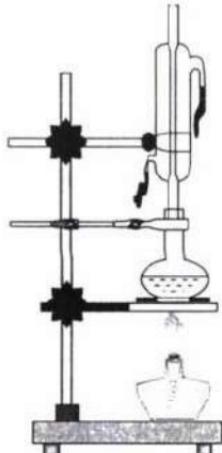
III. CÁCH TIẾN HÀNH

Dùng ống đồng lấy 20ml nước cất cho vào bình cầu 100ml. Cân 10g CrCl₃.6H₂O tinh thể rồi hòa tan trong lượng nước đã lấy. Nút bình cầu bằng nút nhám có gắn sinh hàn hồi lưu. Cố định hệ thống trên giá có vòng sắt và lưỡi amiăng (như hình 15b). Đun sôi dung dịch trong bình cầu khoảng 0,5 giờ. Sau đó để bình trở về nhiệt độ phòng rồi làm lạnh trong chậu đựng hỗn hợp sinh hàn (muối trộn với nước đá). Đặt vào bình cầu một nhiệt kế và bão hoà dung dịch bằng khí hidro clorua. Quá trình bão hoà khí HCl trong khoảng 1 giờ và nhiệt độ của dung dịch không được quá 0⁰C (theo dõi bằng nhiệt kế), khi đó trong dung dịch xuất hiện kết tủa dạng keo.

Lọc hút áp suất thấp hỗn hợp phản ứng với phễu lọc đáy thủy tinh xốp, rửa sản phẩm trên phễu bằng dung dịch axit clohidric đậm đặc, sau đó rửa tiếp bằng axeton cho đến khi nước rửa hầu như không màu. Lấy tinh thể màu xám tím trên phễu ra, ép giữa các tờ giấy lọc. Sấy sản phẩm trong tủ sấy ở nhiệt độ 50 ± 60⁰C trong 20 – 30 phút.



Hình 15a: Ảnh phức chất [Cr(H₂O)₆]Cl₃



Hình 15b: Ảnh minh họa thí nghiệm điều chế [Cr(H₂O)₆]Cl₃

Cân sản phẩm, tính hiệu suất của quá trình điều chế phức.
Quan sát hình ảnh tinh thể thu được qua kính hiển vi.

IV. XÁC ĐỊNH SỐ ION CLO Ở CẦU NGOẠI CỦA PHỨC CHẤT ĐIỀU CHẾ ĐƯỢC

Cân một lượng phức chất $[Cr(H_2O)_6]Cl_3$ khô vừa điều chế được đủ để pha được 50ml dung dịch $[Cr(H_2O)_6]Cl_3$ có nồng độ 0,1N rồi cho vào cốc 50ml. Cho khoảng 30ml nước cất vào cốc để hòa tan phức chất rồi chuyển dung dịch từ cốc vào bình định mức 50ml. Tráng cốc vài lần bằng nước cất rồi đổ vào bình cho đến vạch định mức, lắc đều.

Lấy 10ml dung dịch trong bình định mức và cho vào bình hình nón 100ml. Thêm vào bình nón 1 – 2 giọt kali cromat bảo hoà để làm chỉ thị và chuẩn độ Cl bằng dung dịch $AgNO_3$ 0,1N cho tới khi có kết tủa màu đỏ tách ra. Chuẩn độ 3 lần đối với dung dịch đã pha và ghi thể tích V_1, V_2, V_3 dung dịch $AgNO_3$ tiêu tốn trong 3 lần chuẩn độ rồi tính V trung bình.

Từ kết quả V trung bình rút ra kết luận về số ion clo nằm ở cầu ngoại của phức chất điều chế được.

V. CÂU HỎI VÀ BÀI TẬP

1. Hãy nêu mục đích và cơ sở lý thuyết của thí nghiệm điều chế phức hexaaquacrom(III) clorua.
2. Hãy cho biết $CrCl_3 \cdot 6H_2O$ có những đồng phân nào? Nếu một số đặc điểm (màu sắc, khả năng tan trong một số dung môi,...) của các đồng phân đó.
3. Hãy nêu mục đích của việc xác định số ion cầu ngoại của phức chất.

VI. CÁC LƯU Ý KHI LÀM THÍ NGHIỆM

- Khi HCl độc, vì vậy khi tiến hành sục khí nên tiến hành trong tủ hút.
- Phải giữ nhiệt độ của dung dịch trong suốt quá trình bão hoà khí HCl ở dưới $0^{\circ}C$.

BẢN TƯỚNG TRÌNH THÍ NGHIỆM TỔNG HỢP HOÁ HỌC VÔ CƠ

Bài 15. TỔNG HỢP PHỨC CHẤT HEXAQUOCROM(III) CLORUA $[Cr(H_2O)_6]Cl_3$

Ngày làm thí nghiệm:

I. MỤC ĐÍCH THÍ NGHIỆM (5 điểm)

.....
.....
.....
.....

II. CƠ SỞ LÍ THUYẾT (15 điểm)

- Sơ lược cách tiến hành (thông qua sơ đồ và phương trình phản ứng):

.....
.....
.....
.....

- Thiết lập công thức tính hiệu suất và giải thích:

.....
.....
.....
.....
.....

III. CÁC SỐ LIỆU THỰC NGHIỆM VÀ KẾT QUẢ (50đ)

1. Số liệu thực nghiệm và kết quả

$m_{CrCl_3 \cdot 6H_2O}$ (gam)	V_{H_2O} (ml)	Đặc điểm sản phẩm	$m_{sản\ phẩm}$ (gam)	Tổng thời gian điều chế/ tổng hợp	Hiệu suất (%)

2. Xác định số ion Cl^- cùa ngoại của pharc chất

m _{sản phẩm} (gam)	Chỉ thị	V _{AgNO₃} 0,1N (ml)			Kết luận về số ion Cl ⁻
		Lần 1	Lần 2	Lần 3	
	Kali cromat				$\overline{V_1} =$

3. Nhận xét kết quả và kiến nghị

IV. TRẢ LỜI CÂU HỎI (30 điểm)

Câu 1. Tại sao phải đun sôi dung dịch CrCl₃? Nếu không đun có được không?

Câu 2. Mục đích của quá trình sục bão hòa khí HCl?

Câu 3. Sấy sản phẩm ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ cho trong bài có được không?
Giải thích.

BÀI 16. ỨNG DỤNG MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP VẬT LÍ, HOÁ LÍ NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN, CẤU TẠO, TÍNH CHẤT CỦA CÁC CHẤT

I. GIỚI THIỆU MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP VẬT LÍ, HOÁ LÍ ĐỂ NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN, CẤU TẠO TÍNH CHẤT CỦA CÁC CHẤT TỔNG HỢP ĐƯỢC

1. Phương pháp nhiễu xạ tia X

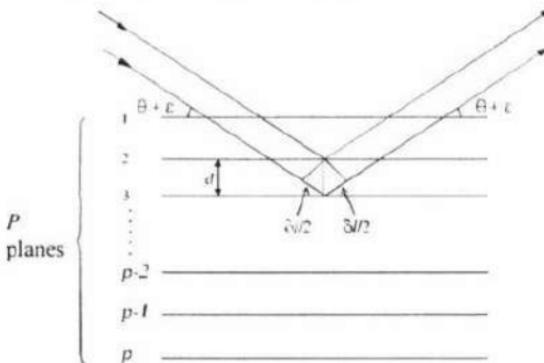
Nhiễu xạ tia X là một phương pháp phổ biến dùng để nghiên cứu cấu trúc chất rắn, do tia X có bước sóng ngắn vào cỡ khoảng cách của nguyên tử trong vật rắn (từ 0,1 Å đến 50 Å). Ưu điểm của phương pháp nhiễu xạ tia X là cho phép xác định cấu trúc tinh thể một cách nhanh chóng, chỉ cần một lượng nhỏ mẫu và mẫu không bị phá hủy.

Nếu gọi góc tới của tia X với mặt phẳng tinh thể là θ thì sự giao thoa chỉ có thể xảy ra nếu phương trình Bragg được thỏa mãn:

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$$

(λ là bước sóng tia X, n là bậc nhiễu xạ).

Việc đo các cực đại nhiễu xạ tia X theo các góc θ khác nhau sẽ cho phép xác định được hằng số đặc trưng cho mạng tinh thể



Hình 16: Sự phản xạ tia X trên bề mặt tinh thể.

Từ nhiễu xạ tia X, người ta có thể xác định được các tính chất của mạng tinh thể như: kích thước, hình dạng của ô đơn vị, sự sắp xếp của nguyên tử trong ô đơn vị và loại hệ tinh thể. Bằng các phần mềm ứng dụng có sẵn các thông tin trên của vật liệu nghiên cứu thu được ở góc nhiễu xạ 20 từ máy nhiễu xạ tia X được hiển

thị dưới dạng biểu đồ nhiễu xạ. Bằng cách so sánh vị trí và cường độ của các vạch trên giàn đồ nhiễu xạ với các thê chuẩn (PDF), ta có thể xác định được pha tinh thê trong hợp chất nghiên cứu.

Từ giàn đồ nhiễu xạ tia X, người ta cũng có thể dựa vào độ bán rộng của cực đại nhiễu xạ để xác định kích thước tinh thê trung bình của hạt có kích thước

$$\text{nanomét theo phương trình Scherrer như sau: } \Gamma = \frac{0,89\lambda}{\beta_{hkl} \cos\theta}$$

Γ là đường kính của tinh thê, β_{hkl} là độ bán rộng của vạch nhiễu xạ trung tâm, λ là bước sóng tia X.

- *Phương pháp phổ hồng ngoại*

Khi chiếu chùm ánh sáng hồng ngoại vào chất phân tích, phân tử hấp thụ một phần năng lượng làm cho phân tử hoặc các nhóm phân tử quay và dao động. Sự hấp thụ năng lượng bức xạ bởi phân tử này được ghi lại cho ta phổ dao động quay hay phổ hồng ngoại hay gọi tắt là phổ IR (Infrared Radiation). Mỗi dao động ứng với một năng lượng nhất định nên sẽ hấp thụ các bức xạ với tần số khác nhau, tức là cho các vân phổ khác nhau trên phổ IR.

Người ta chia các dao động ra làm các loại sau:

- Dao động hoá trị: là dao động dãn và nén dọc theo trục liên kết. Dao động hoá trị có hai loại:

+ Dao động hoá trị đối xứng, kí hiệu v_s (s: symmetric).

+ Dao động hoá trị bất đối xứng, kí hiệu v_{as} (as: asymmetric).

- Dao động biến dạng: Dao động biến dạng gồm có biến dạng trong mặt phẳng, kí hiệu là δ và biến dạng ngoài mặt phẳng, kí hiệu là π . Nó bao gồm các kiểu dao động sau: dao động kiểu lưỡi kéo, dao động con lắc, dao động xoắn và dao động quạt.

Đối với các phân tử phức tạp, việc phân tích tóm tắt cả các dao động là khó thực hiện, vì vậy người ta đưa ra khái niệm dao động nhóm. Theo quan niệm này, những nhóm nguyên tử giống nhau trong các phân tử khác nhau sẽ có những dao động định vị thể hiện ở những khoảng tần số giống nhau đặc trưng cho nhóm đó.

Khi phân tích phổ hấp thụ hồng ngoại, người ta thường chú ý tới 3 đặc trưng:

- Vị trí của vân phổ: được xác định bằng tần số (số sóng) (tính ra cm^{-1}) của đỉnh phổ.
- Cường độ của vân phổ: cường độ các vân phổ được đánh giá qua diện tích vân phổ và chỉ đánh giá định tính mạnh (m), trung bình (tb) và yếu (y).
- Hình dạng vân phổ: vân tù hay hẹp, hay vai phổ,...

Việc phân tích, quy kết chi tiết các vân phổ thường được kết hợp với việc sử dụng tra cứu các bảng tần số dao động hoá trị của các nhóm nguyên tử thường gặp trong các tài liệu tham khảo (Xem thêm tài liệu [9]).

3. Phương pháp do phổ hấp thụ electron

Khi chiếu bức xạ tử ngoại hoặc khà kiến có cường độ I_0 vào môi trường hấp thụ (dung dịch chất phân tích), phân tử hấp thụ ánh sáng làm những electron hoá trị bị kích thích và bị chuyển từ trạng thái cơ bản lên trạng thái kích thích có năng lượng cao hơn và cho phô đồ; phô đó gọi là phô tử ngoại – khà kiến hay UV-Vis.

Sự hấp thụ năng lượng cũng tuân theo định luật Buger-Lamber:

$$A = \varepsilon IC$$

trong đó: I : là chiều dày cuvét (thường bằng 1cm);

C : Nồng độ dung dịch chất (mol/lit);

ε : Hệ số hấp thụ phân tử, phụ thuộc bản chất và từng chuyển mức e .

Chất có khà nang hấp thụ mạnh (cường độ hấp thụ lớn) thì ε lớn hay A lớn. Khi đo phô, muốn thu được phô trong đó giá trị mật độ quang không quá cao hoặc không quá thấp với $A = 0,5 \div 1$ (nằm trong giới hạn độ nhạy của máy) người ta phải thay đổi nồng độ chất do nhiều lần.

Việc quy kết các vân hấp thụ khi trong phân tử có nhiều electron có khà nang bị kích thích không phải là dễ dàng. Thông thường để phân biệt các kiểu chuyển mức electron, người ta dựa vào cường độ hấp thụ, độ dài bước sóng và ánh hưởng của dung môi đến giá trị λ_{\max} . Ở vùng tử ngoại gần và khà kiến hay gấp các kiểu chuyển mức như $\pi - \pi^*$, $n - \pi^*$, $d - d$ và chuyển mức kèm chuyển điện tích.

4. Phương pháp đo độ dẫn điện

Độ dẫn điện phân tử là độ dẫn điện của dung dịch chứa 1 mol hợp chất, mà toàn bộ thể tích của dung dịch đó nằm giữa hai điện cực song song và cách nhau 1 cm.

Độ dẫn điện được tính theo công thức:

$$\mu = a \cdot V \cdot 1000 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$$

trong đó, a: độ dẫn điện riêng của dung dịch (Ω^{-1}/cm^3);

V: thể tích của dung dịch hoà tan 1 mol chất nghiên cứu (lít).

Từ thực nghiệm người ta nhận thấy rằng: dung dịch 0,001M của phức chất điện li thành 2 ion điện tích 1 thì μ tương ứng là $100 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$, phức chất phân li ra 3, 4, 5 ion (diện tích ± 1) sẽ có μ tương ứng khoảng 250, 400, 500 $\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$.

Với ion có diện tích lớn hơn, ta phải so sánh trị số đo được từ thực nghiệm với độ dẫn điện đương lượng.

Do độ dẫn điện phân tử giúp xác định số ion do một hợp chất, phân li ra. Tuy nhiên độ dẫn điện phân tử có thể bị ảnh hưởng của một số yếu tố khác như diện tích, kích thước ion cầu ngoại, bán chất ion trung tâm, phổi từ, cấu trúc của phức chất....

5. Phương pháp phân tích nhiệt

Phương pháp phân tích một số thông số vật lí nào đó của hệ phụ thuộc vào nhiệt độ được gọi là phương pháp phân tích nhiệt.

Giản đồ phân tích nhiệt: biểu thị sự biến đổi tính chất của chất trong hệ toạ độ nhiệt độ – thời gian, nó gồm 4 đường:

– Đường T: chỉ sự biến đổi đơn thuần nhiệt độ của mẫu nghiên cứu theo thời gian, nó cho biết nhiệt độ xảy ra sự biến hoá.

– Đường TGA: cho biết biến thiên khối lượng mẫu trong quá trình đun nóng, tức cho biết thông tin trong trường hợp sự biến đổi được khảo sát kèm theo sự biến đổi ít hay nhiều khối lượng mẫu. Nếu quá trình mất khối lượng thì thể hiện dạng thang dốc, từ đó có thể suy luận được sự thay đổi thành phần của chất khi xảy ra hiệu ứng nhiệt.

– Đường DTG: chỉ chứa các pic cực tiêu biểu thị sự mất khối lượng, nó ghi lại đạo hàm sự thay đổi khối lượng của mẫu theo nhiệt độ. Diện tích giới hạn bởi các pic đó tỉ lệ với sự thay đổi tuyệt đối khối lượng của mẫu. Nó cho biết nhiệt độ bắt đầu và kết thúc hiệu ứng.

– Đường DTA: chỉ sự biến đổi nhiệt độ của mẫu theo thời gian nhưng so với mẫu chuẩn trong lò hoặc của môi trường.

Nếu có cực tiêu trên đường DTA tức xảy ra hiệu ứng thu nhiệt, nếu có cực đại tức có hiệu ứng tỏa nhiệt. Diện tích của mỗi pic trên đường DTA tỉ lệ với sự thay đổi entanpy của hệ, điều đó cho phép xác định hiệu ứng nhiệt phản ứng.

Hiệu ứng thu nhiệt thường đặc trưng cho những quá trình như bay hơi, thăng hoa, nóng chảy, biến đổi đa hình, phá vỡ liên kết trong mạng tinh thể kèm theo mất nước kết tinh, nước phôi tri.

Hiệu ứng tỏa nhiệt thường đặc trưng cho các quá trình chuyển trạng thái từ vô định hình sang tinh thể, đồng phân hoá, phản ứng kết hợp các pha rắn. Trong các trường hợp này không có sự mất khối lượng trên đường TGA.

Khi nghiên cứu một hợp chất, để nhận được những kết quả tốt nhất cần xem xét một cách tổng quát cả 4 đường vì cả 4 đường này được đo với cùng một lượng mẫu trên cùng một dụng cụ do đa chức năng.

6. Phương pháp phô hấp thụ nguyên tử

Phương pháp phô hấp thụ nguyên tử có thể phát hiện chính xác gần 65 nguyên tố kim loại và vài á kim ở hàm lượng rất nhỏ $10^{-5} - 10^{-7}$ g.

Nó được xuất hiện khi chiếu chùm tia sáng có những bước sóng thích hợp (chùm tia phát xạ của nguyên tố cần phân tích) vào dám hơi nguyên tử tự do, nguyên tử của nguyên tố cần xác định sẽ hấp thụ tia đó và cho tín hiệu phô. Sự hấp thụ này tuân theo định luật Lamber-Bia:

$$A = a(C)^b \quad (\text{Phương trình này còn được gọi là phương trình cơ bản của phép đo})$$

với A: mật độ quang, a: hằng số đối với mỗi phép đo, C: nồng độ của nguyên tố trong mẫu phân tích, b: là hằng số bản chất phụ thuộc vào bản chất nguyên tố và từng vạch phô.

Dựa vào phương trình cơ bản, người ta thiết lập 5 dây mẫu đầu, chọn điều kiện thích hợp do A rồi lập phương trình đường chuẩn: $A = F(C)$, sau đó tiến hành do A mẫu phân tích ở cùng điều kiện với 5 mẫu đầu ta được A_s . Dòng vào đường chuẩn ta xác định được C_s .

II. ÁP DỤNG MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP VẬT LÍ, HÓA LÍ ĐỂ NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN, CẤU TẠO TÍNH CHẤT CỦA CÁC CHẤT TỔNG HỢP ĐƯỢC

* Mục đích bài thí nghiệm này là xác định các thành phần, cấu tạo một trong các sản phẩm sinh viên đã tổng hợp được từ 15 bài thí nghiệm tổng hợp trước.

1. Một phép đo đơn giản có thể thực hiện để xác định thành phần, cấu tạo, tính chất các chất tổng hợp được từ 15 bài thí nghiệm tổng hợp:

Bảng 1. Các phép đo đơn giản có thể thực hiện để xác định thành phần, cấu tạo, tính chất các chất

Bài thí nghiệm	Sản phẩm dự kiến	IR	UV -Vis	XRD	Đo độ dẫn điện phân tử (μ)	Ghi gián đề phân tích nhiệt	Đo phô hấp thụ nguyên tử
1	[Ni(NH ₃) ₆]Cl ₂	x	x	x	x	x	x
2	[Cu(NH ₃) ₄]SO ₄	x	x	x	x	x	x
3	K ₃ [Fe(C ₂ O ₄) ₃]	x	x	x	x	x	x
4	[Cr(H ₂ O) ₆]Cl ₃	x	x	x	x	x	x
6	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O	x		x	x	x	x
7	KI	-	-	x	x	-	x
8	KClO ₃	-	-	x	-	x	x
9	CuSO ₄ .5H ₂ O	x	x	x	x	x	x
10	K ₂ SO ₄ .Al ₂ (SO ₄) ₃ .24H ₂ O	x		x	x	x	x
11	(NH ₄)SO ₄ .FeSO ₄ .7H ₂ O	x	x	x	x	x	x
12	KMnO ₄	-	x	x	-	x	x
13	K ₂ CrO ₄	-	x	x	-	-	x
14	Na ₂ CO ₃	-		x	x	-	x
15	Fe ₃ O ₄	x		x	-	-	-

Chú ý:

- Dấu (x) là phép đo có thể thực hiện, dấu (-) là phép đo thực hiện.
- Các phép đo trên có thể tiến hành tại khoa Hoá học, trường Đại học Sư phạm Hà Nội hoặc Viện Khoa học Việt Nam.

2. Cách thực hiện

Bài thi nghiệm này sẽ được tiến hành trong hai buổi.

Buổi 1: Giáo viên hướng dẫn mỗi nhóm sinh viên chọn một trong các chất đã tổng hợp được và thực hành đo các phép đo theo yêu cầu ở bảng 1 (Các phép đo có thể giảm bớt hoặc thay đổi tùy theo điều kiện cơ sở vật chất).

Buổi 2: Mỗi nhóm tập hợp kết quả của các phép đo, phân tích, thảo luận các kết quả đo được với mỗi phép đo, mỗi nhóm cử đại diện lên trình bày.

– Phối hợp các kết quả đo được cho biết thành phần, cấu tạo các chất tổng hợp được, viết báo cáo.

3. Câu hỏi chuẩn bị trước khi lên phòng thí nghiệm

1. Hãy nêu một số nét đặc trưng để phân biệt các kiểu chuyển mức như $\pi - \pi^*$, $n - \pi^*$, $d - d$ và chuyển mức kèm chuyển điện tích trên phổ UV-Vis.
2. Nêu các biểu hiện trên các đường DTG, TGA, DTA, T trên giàn đồ phân tích nhiệt của mẫu khi có sự mất nước kết tinh, mất nước phôi trĩ, sự phân hủy các chất, kèm theo phản ứng oxi hoá – khử. Lấy ví dụ với các phức chất tổng hợp được.

3. Tần số dao động hoá trị của các nhóm nguyên tử có thể phụ thuộc vào những yếu tố nào?

4. Nêu các nguyên nhân có thể dẫn đến sai số trong phép đo độ dẫn điện phân tử và phổ hấp thụ nguyên tử.

5. Đối với mỗi phép đo hãy cho biết:

- Mục đích của phép đo.
- Dự đoán, giải thích kết quả thu được trên các phổ IR, UV-Vis, phân tích nhiệt, độ dẫn điện phân tử.

PHỤ LỤC: MỘT SỐ BẢNG TRA CỨU

Bảng 1.1. Độ tan của $CuSO_4$ trong nước

$t^{\circ}C$	$CuSO_4$ (C%)	$t^{\circ}C$	$CuSO_4$ (C%)	$t^{\circ}C$	$CuSO_4$ (C%)
0	12,9	40	22,8	80	34,9
15	16,2	50	25,1	90	38,5
25	18,7	60	28,1	100	42,4
31	20,3	70	31,4		

Bảng 1.2. Khối lượng riêng của dung dịch $CuSO_4$ (g/cm^3)

(C%) $CuSO_4$	d_{4}^{20}	(C%) $CuSO_4$	d_{4}^{20}	(C%) $CuSO_4$	d_{4}^{20}
1	1,009	8	1,084	14	1,155
2	1,019	10	1,107	16	1,180
4	1,040	12	1,131	18	1,206
6	1,062				

Bảng 1.3. Độ tan của $Na_2S_2O_3$ trong nước

$t^{\circ}C$	$Na_2S_2O_3$ C%	$t^{\circ}C$	$Na_2S_2O_3$ C%	$t^{\circ}C$	$Na_2S_2O_3$ C%
0	34,4	40	50,6	72	70,4
10	37,9	45	54,5	80,5	71,3
20	41,2	50	62,9	90,5	71,8
30	45,9	60	67,4	100	72,7

Bảng 1.4. Khối lượng riêng của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (g/cm^3)

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ C%	d_4^{20}	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ C%	d_4^{20}	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ C%	d_4^{20}
1m ; 1	1,0065	12	1,1003	24	1,2128
2	1,0148	14	1,1182	26	1,2328
4	1,0315	16	1,1365	28	1,2532
6	1,0483	18	1,1551	30	1,2739
8	1,0654	20	1,1740	35	1,3273
10	1,0827	22	1,1932	40	1,3827

Bảng 1.5. Độ tan của KI trong nước

t°C	%KI	t°C	%KI	t°C	%KI
-22,65	51,8	21,05	58,9	65	64,5
-11,53	53,8	29,1	59,9	74,75	65,1
0	55,7	37,3	61,0	86,35	66,0
9,5	56,4	45,75	62,1	110,2	68,3
12,9	57,9	55,05	62,8	120,0	68,8

Bảng 1.6. Độ tan của KClO_3 trong nước

t°C	KClO_3 (%)	t°C	KClO_3 (%)
0	3,2	60	20,6
10	4,8	70	24,5
20	6,8	80	28,4
30	9,2	90	32,3
40	12,7	100	36,0
50	16,5		

Bảng 1.7. Độ tan của KOH trong nước

$t^{\circ}\text{C}$	KOH (%)	$t^{\circ}\text{C}$	KOH (%)	$t^{\circ}\text{C}$	KOH (%)
-9	48,1	32,8	56,7	110	66,4
8,5	50,5	33	57,0	134,6	70,2
15	51,7	49	58,5	143	75,7
22,5	53,4	88,5	62,5		

Bảng 1.8. Độ tan của phèn nhôm – kali trong nước

$t^{\circ}\text{C}$	$m_{K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3}$ trong 100g H_2O (g)	$t^{\circ}\text{C}$	$m_{K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3}$ trong 100g H_2O (g)
0	3,1	50	19,3
10	4,4	60	26,7
15	4,8	70	33,0
20	5,7	80	42,2
25	6,6	90	51,0
30	9,2		
40	12		

Bảng 1.9. Khối lượng riêng của dung dịch $K_2SO_4 \cdot Al_2SO_4$ (g/cm^3)

$K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3$ (C%)	d_4^{19}
10	1,0079
20	1,0174
30	1,0270
40	1,0369
50	1,0465

Bảng 1.10. Độ tan $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4$ trong nước

$t^{\circ}C$	Muối khan (%)	$t^{\circ}C$	Muối khan (%)
0	11,1	50	28,6
15	16,7	70	34,2
40	24,8		

Bảng 1.11. Khối lượng riêng của dung dịch $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4$ (g/cm^3)

Muối khan (%)	$d_4^{16,5}$	Muối khan (%)	$d_4^{16,5}$
1	1,008	10	1,083
2	1,016	12	1,100
4	1,032	14	1,118
6	1,048	16	1,136
8	1,065	18	1,155

Bảng 1.12. Độ tan của $KMnO_4$ trong nước

$t^{\circ}C$	$m_{KMnO_4} / 100g H_2O$	$t^{\circ}C$	$m_{KMnO_4} / 100g H_2O$
0	2,75	35	9,7
10	4,01	40	11,2
15	4,95	45	12,7
20	6,00	50	14,4
25	7,10	55	16,2
30	8,30	60	20,0

Bảng 1.13. Khối lượng riêng của dung dịch $KMnO_4$ (g/cm^3)

$KMnO_4$ (C%)	d_4^s	$KMnO_4$ (C%)	d_4^s
1	1,0060	4	1,0271
2	1,0130	5	1,0342
3	1,0200	6	1,0414

Bảng 1.14. Độ tan của K_2CrO_4 trong nước

$t^\circ C$	K_2CrO_4 (C%)	$t^\circ C$	K_2CrO_4 (C%)	$t^\circ C$	K_2CrO_4 (C%)
0	36,4	40	40,1	80	44,5
10	37,9	50	40,8	90	45,5
20	38,6	60	42,1	100	46,5
30	39,5	70	43,6		

Bảng 1.15: Khối lượng riêng của các dung dịch K_2CrO_4 (g/cm^3)

K_2CrO_4 (C%)	d_4^{18}	K_2CrO_4 (C%)	d_4^{18}	K_2CrO_4 (C%)	d_4^{18}
1	1,0066	12	1,0999	24	1,2147
2	1,0147	14	1,1181	26	1,2345
4	1,0311	16	1,1366	28	1,2566
6	1,0477	18	1,1555	30	1,2784
8	1,0647	20	1,1748	32	1,3010
10	1,0821	22	1,1945	36	1,3478

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. N.X. Acmetop. *Hoá học vô cơ*. Phần 1. Nhà xuất bản Đại học và Trung học chuyên nghiệp, 1976.
2. Bộ Giáo dục và Đào tạo – Trường Đại học Sư phạm Hà Nội. *Chương trình đào tạo cử nhân hoá học*. 2003.
3. Irwin J. Brink. *The Synthesis of an Iron Oxalato Complex Salt*, NSF Summer Project in Chemistry. Hope College, 1996.
4. Trịnh Ngọc Châu. *Giáo trình thực tập hoá vô cơ*. Nhà xuất bản Đại học Quốc gia Hà Nội, 2003.
5. Nguyễn Thị Thanh Chi, Phạm Đức Roan, Phạm Thu Oanh. *Nâng cao chất lượng một số bài thí nghiệm cho học phần "Thực hành tổng hợp vô cơ"* ở trường Đại học Sư phạm Hà Nội. Hội nghị Hoá học toàn quốc lần thứ 5, Tiểu ban giảng dạy, đào tạo, tr 82 – 90, 2010.
6. F. Cotton, G. Wilkinson. *Cơ sở hoá học vô cơ*. Phần 2. Nhà xuất bản Đại học và Trung học chuyên nghiệp, 1984.
7. Trần Thị Đà, Nguyễn Hữu Đinh. *Phùc chất – Phương pháp tổng hợp và nghiên cứu cấu trúc*. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, 2007.
8. Nguyễn Hữu Đinh, Trần Thị Đà. *Ứng dụng một số phương pháp phổ nghiên cứu cấu trúc phân tử*. Nhà xuất bản Giáo dục, 1999.
9. Vũ Đăng Độ, Triệu Thị Nguyệt. *Hoá học vô cơ*. Tập 2. Nhà xuất bản Giáo dục, 2009.
10. I.U. Kariakin, I.I. Angelop. *Thuốc thử hoá học tinh khiết: sách hướng dẫn điều chế các hoá chất vô cơ trong điều kiện phòng thí nghiệm*. Nhà xuất bản khoa học, 1969.
11. R.A. Lidin, V.A. Monosco, L.L. Andreeva. *Tinh chất lí hoá học các chất vô cơ 106 nguyên tố*. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, 2001.
12. Đồng Xuân Linh. *Khảo sát và xây dựng một số thí nghiệm để nâng cao chất lượng học phần "Thực hành tổng hợp vô cơ" ở trường Đại học Sư phạm Hà Nội*. Luận văn thạc sĩ. Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, 2010.
13. Hoàng Nhâm. *Hoá học vô cơ*. Tập 1. Nhà xuất bản Giáo dục, 1973.
14. Hoàng Nhâm. *Hoá học vô cơ*. Tập 2. Nhà xuất bản Giáo dục, 1973.

15. Ahmad Sharif, Riaz Ufana, Kaushik Ajeet, Alam Javed. *Soft Template Synthesis of Super Paramagnetic Fe_3O_4* . Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 2009, 19 (3), 355 – 360.
16. Tô vô cơ – khoa Hoá học – Trường Đại học Sư phạm Hà Nội. *Thực hành tổng hợp vô cơ* (tài liệu lulu hành nội bộ), 2008.
17. Nguyễn Như Thịnh, Phan Sĩ Cát. *Hoá Kỹ thuật đại cương*. Nhà xuất bản Công nhân, 1986.
18. Nguyễn Đức Vận. *Hoá học vô cơ*. Tập 1. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, 2006.
19. Nguyễn Đức Vận. *Hoá học vô cơ*. Tập 2. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, 2006.
20. O.I. Vorobyova, K.M. Dunaeva, E.A. Ippolitova and N.S. Tamm, *Practical Inorganic Chemistry*, Mir Publishers, Moscow, 1987.
21. Phạm Thu Oanh. *Khảo sát để nâng cao chất lượng một số thí nghiệm trong học phần "thực hành tổng hợp vô cơ"*. Luận văn thạc sĩ. Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, 2009.

NHÀ XUẤT BẢN ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

Địa chỉ: 136 Xuân Thuỷ, Cầu Giấy, Hà Nội

Điện thoại: 04.37547735 | Fax: 04.37547911

Email: hanhchinh@nxbdhsp.edu.vn | Website: <http://nxbdhsp.edu.vn>

GIÁO TRÌNH THỰC HÀNH **TỔNG HỢP VÔ CƠ**

Nguyễn Thị Thanh Chi (Chủ biên)

Phạm Đức Roãn, Lê Thị Hồng Hải

Lê Hải Đăng, Lương Thiện Tài, Đinh Thị Hiên

Chịu trách nhiệm xuất bản:

Giám đốc ĐINH NGỌC BẢO

Tổng biên tập ĐINH VĂN VANG

Người nhận xét:

PGS.TS. TRẦN THỊ ĐÀ
GS.TS. NGUYỄN TRỌNG UYỄN

Biên tập nội dung:

PHẠM HỒNG BẮC

Trình bày và vẽ bìa:

TIÊU VĂN ANH

Mã số: 01.01.373/1181 – DH 2012

In 1.000 cuốn, khổ 17 x 24cm, tại TTNC & SX Học liệu – Trường ĐHSP Hà Nội

Đăng kí KHXB số: 78-2012/CXB/373 – 43/ĐHSP ngày 13/1/2012

In xong và nộp lưu chiểu quý I năm 2013.

