

Phòng thí nghiệm cung cấp cho mỗi sinh viên một mẫu chứa trong bình định mức 100,0 mL.
Sinh viên cần định mức đến vạch bằng nước cất để có được 100,0 mL dung dịch A.

A. Xác định Ni²⁺ (cần làm thí nghiệm này đầu tiên vì cần thời gian làm muối kết tủa)

- Hút chính xác 10,00 mL dung dịch A vào cốc chịu nhiệt cỡ 100 mL
- Thêm 10 mL nước cất
- Thêm 1 g amoni xitrat (khoảng 1 thìa nhỏ) (để loại trừ ảnh hưởng của Fe³⁺)
- Thêm 3 giọt H₂O₂ đặc
- Thêm 10 mL NH₃ 1:1 hoặc 6 M (xuất hiện mùi khai)
- Đun nóng đến 50 °C
- Thêm 10 mL dimetyl glioxim 1%
- Đun nóng đến 90 °C
- Làm muối kết tủa trong 60 phút
- Thu lấy kết tủa (lọc qua giấy lọc)
- Rửa kết tủa bằng NH₃ 2,5% (pha loãng NH₃ 6 M với nước cất theo tỉ lệ 1:5) đến khi nước rửa không còn màu xanh
- Hòa tan kết tủa vào bình nón khác bằng 10 mL HCl 1:1
- Thêm chính xác 25,00 mL EDTA (cỡ 0,02 M)
- Cho 1 mẫu giấy pH vào bình nón
- Trung hòa bằng NH₃ 1:1 đến pH = 7 (theo màu của giấy pH)
- Thêm 10 mL đệm amoni pH = 10
- Thêm 1 ít chỉ thị ET-00 (dung dịch có màu xanh biếc)
- Chuẩn độ lượng EDTA còn lại bằng dịch chuẩn Zn²⁺ (cỡ 0,02 M) đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ nhạt

B. Xác định Fe³⁺

- Hút chính xác 10,00 mL dung dịch A vào cốc chịu nhiệt cỡ 100 mL
- Thêm khoảng 0,5 g (một nửa thìa nhỏ) amoni clorua
- Thêm từng giọt NH₃ 1:1 đến khi có mùi khai để kết tủa hoàn toàn Fe(OH)₃
- Thu lấy kết tủa (lọc qua giấy lọc)
- Rửa kết tủa bằng 10 mL dung dịch amoni nitrat 5%
- Hòa tan kết tủa vào bình nón khác bằng 10 mL HCl 1:1
- Rửa giấy lọc bằng nước cất
- Thêm 20 giọt chỉ thị axit sulfosalixylic
- Thêm từng giọt natri acetat 5% (nếu cần) đến khi dung dịch có màu đỏ tím
- Chuẩn độ Fe³⁺ bằng dung dịch EDTA (nồng độ cỡ 0,02 M) đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt

C. Xác định Cr³⁺

- Hút chính xác 10,00 mL dung dịch A vào bình nón 250 mL
- Thêm khoảng 50 mL nước cất
- Thêm 2 mL H₂SO₄ 4 M
- Đun dung dịch đến sôi
- Thêm từng giọt KMnO₄ 5% đến khi xuất hiện màu tím hồng bền
- Đun sôi tiếp 5 phút
- Thêm từng lượng 5 mL HCl 1:10 (pha loãng HCl 1:1 với nước cất theo tỉ lệ 1:10) đến khi dung dịch có màu vàng da cam, để nguội
- Thêm 5 mL H₃PO₄ 4 M
- Thêm 5 giọt chỉ thị diphenylamin (dung dịch có màu tím)
- Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn Fe²⁺ (nồng độ cỡ 0,02 M) đến khi dung dịch chuyển sang màu xanh nhạt

Báo cáo kết quả: (1) Nồng độ mol/L của các ion Ni²⁺, Fe³⁺, Cr³⁺ trong dung dịch A.

(2) Hàm lượng mg của các kim loại Ni, Fe, Cr trong mẫu ban đầu.