

**TRƯỜNG ĐẠI HỌC THỦ DẦU MỘT
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN**



**BÁO CÁO TỔNG KẾT
BIÊN SOẠN TÀI LIỆU GIẢNG DẠY**

**THỰC HÀNH
HÓA HỌC HỮU CƠ**

Chủ biên: ThS. LƯU HUỖNH VẠN LONG

Bình Dương, 08/2019



**TRƯỜNG ĐẠI HỌC THỦ DẦU MỘT
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN**

BIÊN SOẠN

**LƯU HUỖNH VẠN LONG (Chủ biên)
PHẠM THỊ HỒNG DUYÊN**

THỰC HÀNH HÓA HỌC HỮU CƠ



Bình Dương, 08/2019

MỤC LỤC

Chương I

KỸ THUẬT THÍ NGHIỆM HỮU CƠ 1

BÀI 1: NỘI QUY VÀ QUY TẮC LÀM VIỆC TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM HÓA HỌC HỮU CƠ 1

1.1. Nội quy phòng thí nghiệm hữu cơ 1

1.2. Chuẩn bị thí nghiệm, làm đề cương và tường trình thí nghiệm 2

BÀI 2: AN TOÀN TRONG THÍ NGHIỆM 3

2.1. Sử dụng hóa chất 3

2.2. Sử dụng các dụng cụ thủy tinh 4

2.3. Phương pháp cấp cứu sơ bộ 4

BÀI 3: CÁC DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ CƠ BẢN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM 5

3.1. Bình cầu cổ nhám 5

3.2. Sinh hàn 5

3.3. Phễu 6

3.4. Cổ nối 6

3.5. Các dụng cụ thông dụng 6

3.6. Một số thiết bị cơ bản trong phòng thí nghiệm hữu cơ 7

BÀI 4: CÁC PHƯƠNG PHÁP TÍNH CHẾ HỢP CHẤT HỮU CƠ 8

4.1. Phương pháp kết tinh 8

4.2. Phương pháp chiết 10

4.3. Phương pháp thăng hoa 13

4.4. Phương pháp chưng cất 14

BÀI 5: ĐUN NÓNG, LÀM LẠNH, LÀM KHÔ 18

5.1. Đun nóng 18

5.2. Làm lạnh 18

5.3. Làm khô 19

BÀI 6: CÁCH TÍNH HIỆU SUẤT PHẢN ỨNG 20

CHƯƠNG II	
A. MỘT SỐ THÍ NGHIỆM LƯỢNG NHỎ	22
BÀI 1: PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH CÁC NGUYÊN TỐ CÓ MẶT TRONG HỢP CHẤT HỮU CƠ	22
1.1. Xác định carbon bằng phương pháp carbon hóa	22
1.2. Xác định carbon và hydro bằng phương pháp oxy hóa	22
1.3. Xác định nitơ	23
1.4. Xác định halogen	24
1.5. Xác định lưu huỳnh	25
BÀI 2: HYDROCARBON	25
2.1. Điều chế và đốt cháy metan	25
2.2. Điều chế và đốt cháy etilen	26
2.3. Phản ứng cộng brom với etilen	27
2.4. Phản ứng oxy hóa etilen bằng dung dịch kali permanganat	27
2.5. Điều chế và đốt cháy axetilen	27
2.6. Phản ứng cộng brom vào axetilen	28
2.7. Phản ứng oxy hóa axetilen bằng dung dịch kali pemanganat	29
2.8. Phản ứng thế nguyên tử hydro của axetilen bằng hợp chất phức amiacat bạc và amiacat đồng	29
2.9. Phản ứng oxy hóa benzen và toluen	30
BÀI 3: DẪN XUẤT HALOGEN CỦA HYDROCARBON	31
3.1. Điều chế etyl bromua từ ancol etylic	31
3.2. Điều chế etyl clorua từ ancol etylic	31
3.3. Điều chế iotoform từ ancol etylic và aceton	32
3.4. Phản ứng thủy phân dẫn xuất halogen	33
BÀI 4: ANCOL – PHENOL	34
4.1. Nhận biết nước có lẫn trong ancol	34
4.2. Tính chất của ancol etylic	34
4.3. Phản ứng của ancol với thuốc thử Lucas	36
4.4. Phản ứng của etilen glicol và glicerol với đồng (II) hydroxyt	36

4.5. Phản ứng loại nước (dehidrat hóa) glicerol	37
4.6. Tính chất của phenol	37
BÀI 5: ANDEHIT – CETON	39
5.1. Điều chế aceton từ canxi acetat	39
5.2. Phản ứng của andehit với axit fucsinsunfurơ	39
5.3. Phản ứng của andehit với amiacat bạc (thuốc thử Tolen)	40
5.4. Phản ứng của andehit với $\text{Cu}(\text{OH})_2$	41
5.5. Phản ứng oxy hóa của andehit bằng thuốc thử Fehling	41
5.6. Phản ứng cộng của hợp chất carbonyl với natri hydrosunfit	42
5.7. Phản ứng hình thành 2,4–dinitrophenylhidrazon của benzandehit và aceton	43
BÀI 6: AXIT CARBOXYLIC – DẪN XUẤT CỦA AXIT CARBOXYLIC	44
6.1. Tính axit của axit carboxylic	44
6.2. Phản ứng oxy hóa axit formic	44
6.3. Phản ứng oxy hóa axit oxalic	45
6.4. Điều chế este	46
6.5. Phản ứng thủy phân etyl acetat	47
6.6. Phản ứng của anhydrit acetic với nước, ancol	47
6.7. Phản ứng thủy phân chất béo bằng dung dịch kiềm	48
BÀI 7: HỢP CHẤT CHỨA NITƠ	49
7.1. Điều chế metylamin từ axetamid	49
7.2. Điều chế etylamin từ axetamid	50
7.3. Tính chất của amin mạch hở	50
7.4. Tính chất của anilin (amin thơm)	51
7.5. Điều chế các chất màu azo	52
BÀI 8: CARBOHIDRAT	54
8.1. Phản ứng của nhóm hydroxy trong phân tử carbohidrat	54
8.2. Các phản ứng của nhóm carbonyl trong phân tử monosaccarit	55
8.3. Phản ứng thủy phân saccarozơ, tinh bột và xenlulozơ trong môi trường axit	56
8.4. Phản ứng của tinh bột với iot	58
BÀI 9: AMINOAXIT – PROTEIN	59

9.1. Phản ứng của glyxin với các chất chỉ thị màu	59
9.2. Phản ứng của glyxin với đồng (II) oxyt	59
9.3. Phản ứng của glyxin với axit nitơ	60
9.4. Tính chất đệm của dung dịch protein	60
9.5. Các phản ứng màu của protein	60
9.6. Phản ứng phân hủy protein bằng kiềm	62
B. THÍ NGHIỆM LƯỢNG LỚN	63
BÀI 1: PHẢN ỨNG OXY HÓA	63
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	63
1.1. Kali pemanganat KMnO_4	63
1.2. Kali dicromat $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	64
II. TỔNG HỢP AXIT BENZOIC	65
2.1. Mục đích thí nghiệm	65
2.2. Phương trình phản ứng chính	65
2.3. Dụng cụ và hóa chất	65
2.4. Tiến hành thí nghiệm	65
2.5. Câu hỏi	68
BÀI 2: PHẢN ỨNG THẾ NHÓM HYDROXY BẰNG HALOGEN	68
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	68
1.1. Phản ứng thế trực tiếp bằng halogen	69
1.2. Phản ứng thế gián tiếp bằng halogen	71
1.3. Phản ứng cộng halogen và hydro halogenua vào liên kết bội	73
II. TỔNG HỢP ETYLBROMUA	74
2.1. Mục đích thí nghiệm	74
2.2. Phương trình phản ứng chính	74
2.3. Hóa chất và dụng cụ	74
2.4. Tiến hành thí nghiệm	74
2.5. Câu hỏi	77
BÀI 3: PHẢN ỨNG ESTE HÓA	78
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	78

1.1. Este dẫn xuất từ ancol	78
1.2. Este dẫn xuất từ phenol	79
II. TỔNG HỢP ETYL ACETAT	80
2.1. Mục đích thí nghiệm	80
2.2. Phương trình phản ứng chính	80
2.3. Hóa chất và dụng cụ	81
2.4. Tiến hành thí nghiệm	81
2.5. Câu hỏi	82
BÀI 4 : PHẢN ỨNG DIAZO HÓA VÀ GHÉP ĐÔI AZO	83
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	83
1.1. Khái niệm	83
1.2. Cơ chế phản ứng diazo hóa	84
1.3. Phản ứng của muối diazoni có sự tạo thành khí N ₂	84
1.4. Phản ứng ghép đôi	85
II. TỔNG HỢP β-NAPHTOL DA CAM	85
2.1. Mục đích thí nghiệm	85
2.2. Phương trình phản ứng chính	86
2.3. Hóa chất và dụng cụ	86
2.4. Tiến hành thí nghiệm	86
2.5. Câu hỏi	88
BÀI 5 : PHẢN ỨNG THỦY PHÂN DẦU THỰC VẬT	89
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	89
1.1. Khái niệm	89
1.2. Phản ứng thủy phân	90
1.3. Cơ chế phản ứng thủy phân este	90
II. TỔNG HỢP XÀ PHÒNG	91
2.1. Mục tiêu phản ứng	91
2.2. Phương trình phản ứng chính	91
2.3. Hóa chất và dụng cụ	91
2.4. Tiến hành thí nghiệm	91

2.5. Câu hỏi	94
BÀI 6 : PHẢN ỨNG ACETYL HÓA AMIN THƠM	94
I. CƠ SỞ LÝ THUYẾT	94
1.1. Khái niệm	94
1.2. Acetyl hóa bằng acetyl clorua	94
1.3. Acetyl hóa bằng anhydrit acetic	94
1.4. Acetyl hóa bằng axit acetic	95
1.5. Phản ứng acetyl hóa dùng để bảo vệ nhóm amino $-NH_2$	95
II. TỔNG HỢP ACETANILID	96
2.1. Mục đích thí nghiệm	96
2.2. Phương trình phản ứng chính	96
2.3. Hóa chất và dụng cụ	97
2.4. Tiến hành thí nghiệm	97
2.5. Câu hỏi	99
TÀI LIỆU THAM KHẢO	100

Chương I

KỸ THUẬT THÍ NGHIỆM HÓA HỌC HỮU CƠ

BÀI 1: NỘI QUY VÀ QUY TẮC LÀM VIỆC TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM HÓA HỌC HỮU CƠ

1.1. Nội quy phòng thí nghiệm hóa học hữu cơ

a) Phải nghiên cứu kỹ các thí nghiệm sẽ tiến hành trước khi đến PTN

- Đọc tài liệu hướng dẫn và tham khảo tài liệu để nắm vững mục đích, yêu cầu, cách tiến hành thí nghiệm.
- Các thí nghiệm có chất độc hại phải dự kiến trước cách sử dụng và phòng chống.

b) Khi tiến hành thí nghiệm

- Phải cẩn thận trong thao tác tránh gây tai nạn, gây độc hại cho bản thân và những người xung quanh.
- Tuân thủ theo chỉ dẫn của tài liệu hướng dẫn thực hành và của cán bộ phụ trách PTN.
- Không tự ý làm các thí nghiệm ngoài nội dung bài học.
- Không gây ồn ào, cười đùa và ăn uống trong lúc tiến hành thí nghiệm.
- Khi có tai nạn xảy ra phải báo nhanh chóng với giảng viên, cán bộ phụ trách PTN.

c) Phải giữ gìn hóa chất, dụng cụ không được hư hỏng

- Mỗi sinh viên phải có ý thức giữ gìn dụng cụ, tiết kiệm hóa chất trong quá trình thực hành.
- Lấy hóa chất đúng lượng đã ghi trong tài liệu, mỗi hóa chất dùng một dụng cụ riêng.
- Sau khi lấy hóa chất xong phải để lọ đúng vào vị trí cũ.
- Không để hóa chất dây bẩn vào người khác.
- Hóa chất rơi đổ ra ngoài phải xử lý đúng cách và dọn ngay.
- Rót các hóa chất thải vào bình chứa dung môi thải.

d) Đối với các thí nghiệm các chất độc phải hết sức chú ý

- Lấy thật đúng lượng hóa chất theo hướng dẫn.
- Điều chế vừa đủ dùng thì dừng ngay thí nghiệm.

- Thiết bị thí nghiệm phải đảm bảo an toàn, không để rò rỉ khí độc ra ngoài.
- Khi cần thiết phải thực hiện trong tủ hút.
- Hủy chất độc hại ngay sau khi thực hiện xong thí nghiệm.

e) Tham gia đầy đủ và có hiệu quả cao các buổi thí nghiệm

- Vắng thực hành phải xin phép và thực hành bù.
- Không tự ý bỏ về sớm.

f) Cuối buổi thí nghiệm

- Làm và nộp tường trình.
- Rửa sạch các dụng cụ.
- Xếp lại hóa chất gọn gàng, đúng nơi quy định.
- Dọn vệ sinh sạch sẽ.
- Kiểm tra và tắt các thiết bị điện nước trước khi rời PTN.

1.2. Chuẩn bị thí nghiệm, làm đề cương và tường trình thí nghiệm

Trước khi làm thí nghiệm, sinh viên cần phải chuẩn bị trước đề cương thí nghiệm, đọc các vấn đề lý thuyết liên quan đến thí nghiệm như tìm hiểu tính chất của chất ban đầu, sản phẩm để hiểu rõ cách làm việc, chuẩn bị tường trình theo mẫu quy định, rồi bổ sung thêm các hiện tượng quan sát thực tế, những kỹ năng thí nghiệm, kinh nghiệm để thí nghiệm thành công.

MẪU 1: BÁO CÁO THÍ NGHIỆM LƯỢNG NHỎ

1. Tên bài thí nghiệm:.....

Tên thí nghiệm	Mục đích thí nghiệm	Cách tiến hành thí nghiệm	Hiện tượng	Giải thích viết phương trình	Chú ý
1	2	3	4	5	6
.....					

2. Đánh giá của giáo viên:

MẪU 2: BÁO CÁO THÍ NGHIỆM BÀI TỔNG HỢP HỮU CƠ

Bài số:.....

Tên bài tổng hợp:.....

1. Mục đích thí nghiệm
2. Phản ứng chính
3. Phản ứng phụ
4. Tính chất, khối lượng chất ban đầu và chất cuối

Khối lượng mol (M), nhiệt độ sôi (t_s°), nhiệt độ nóng chảy (t_{nc}°), khối lượng riêng (d), khối lượng (m), thể tích (V) chất tham gia và sản phẩm.

5. Cách tiến hành thí nghiệm

Nêu tóm tắt các bước làm thí nghiệm.

6. Các kỹ năng thí nghiệm cần lưu ý để nâng cao hiệu suất phản ứng

7. Kết quả thí nghiệm

- Hiệu suất phản ứng.
- Tính chất của chất thu được.

7. Đánh giá của giáo viên

BÀI 2: AN TOÀN TRONG THÍ NGHIỆM

2.1. Sử dụng hóa chất

Biết sử dụng đúng các hóa chất hữu cơ và các dụng cụ thủy tinh không những mang lại hiệu quả kinh tế mà quan trọng hơn hết là tránh các biến cố nguy hiểm xảy ra,...Để hạn chế và tránh được các biến cố có thể xảy ra trong phòng thí nghiệm, cần lưu ý một số điểm sau đây:

- Các chất, các dung môi dễ cháy không được để gần lửa, không đun bằng ngọn lửa trần không có lưới amiang.
- Các chất, các dung môi có độc tính khi pha chế và sử dụng đều tiến hành trong tủ hút.
- Khi sử dụng các axit đặc, natri kim loại, brom, hợp chất cianua ($-CN$),...phải rất cẩn thận. Khi pha chế axit sunfuric với nước không được đổ nước vào axit đặc, natri kim loại không được để gần nước mà phải được bảo quản trong dầu hỏa.
- Không được ngửi trực tiếp các chất dễ cháy, dễ bay hơi khi chưa biết các chất đó là chất gì, không được cúi mặt sát để nhìn khi đun các chất hoặc khuấy trộn các chất.
- Nếu bị axit đặc H_2SO_4 , HNO_3 rơi trên da, lập tức rửa nhiều và kỹ bằng nước, sau đó rửa bằng dung dịch loãng $NaHCO_3$ 3% và cuối cùng rửa lại bằng nước.
- Nếu bị dính bazơ cũng rửa lập tức bằng nhiều nước, sau đó với axit acetic CH_3COOH 1% và cuối cùng rửa bằng nước.
- Nếu bị hóa chất, axit rơi vào mặt lập tức rửa nhiều lần bằng nước. Trường hợp nặng phải đi bệnh viện cấp cứu.

2.2. Sử dụng các dụng cụ thủy tinh

Thủy tinh rất dễ vỡ nên khi sử dụng phải lưu ý các trường hợp sau:

- Khi cho ống thủy tinh qua nút cao su phải cẩn thận, rất dễ gãy,...
- Khi dùng đũa thủy tinh để khuấy chất, đũa dễ gãy, có thể gây thương tích,...
- Không được cho nước nóng, nước đang sôi vào dụng cụ thủy tinh đang lạnh hay ở nhiệt độ thường, rất dễ vỡ.
- Khi đun các dụng cụ thủy tinh ở nhiệt độ cao cần gia nhiệt từ từ, từ lạnh đến nóng.
- Không được dùng dụng cụ thủy tinh đáy bằng như erlen tạo chân không, rất dễ vỡ. Chỉ sử dụng các dụng cụ thủy tinh riêng được dùng cho chân không.
- Không được rửa dụng cụ thủy tinh, nhất là nhiệt kế đang nóng bằng nước lạnh (để nguội mới được rửa).
- Nếu bị đứt tay do mảnh thủy tinh, thường cho máu chảy vài giây để lôi cuốn chất bẩn ra. Sau đó dùng rượu 90° sát trùng rồi băng lại. Trường hợp nặng phải đi bệnh viện.

2.3. Phương pháp cấp cứu sơ bộ

- Khi bị bỏng nhiệt: Bôi ngay dung dịch KMnO_4 loãng hay rượu vào chỗ bị bỏng, sau đó bôi glicerol, mỡ vazolin hay sunfidin.
- Khi bị bỏng kiềm đặc: Rửa chỗ bị bỏng nhiều lần bằng nước rồi dùng axit acetic hay axit boric 1%.
- Khi bị bỏng brom: Rửa nhiều lần bằng rượu etylic rồi bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10%, sau đó bôi vazolin vào chỗ bỏng.
- Khi bị bỏng phenol: Rửa nhiều lần bằng glicerol cho tới khi màu da trở lại bình thường rồi rửa bằng nước, sau đó băng vết thương bằng bông tẩm glicerol.
- Khi rơi chất hữu cơ lên da: Trong đa số trường hợp rửa bằng nước không có tác dụng thì rửa bằng dung môi hữu cơ (rượu etylic) nhưng rửa nhanh và bằng một lượng lớn dung môi, tránh tạo thành dung dịch đặc chất hữu cơ trên da.
- Khi hít phải khí brom hay clo: Ngủi bằng dung dịch amoniac loãng hay rượu etylic rồi đi ra chỗ thoáng.

- Khi bị đầu độc bởi hóa chất: Uống một lượng tương đối nhiều nước sau đó nếu bị đầu độc bởi axit thì uống một cốc NaHCO_3 2%, nếu bởi kiềm thì uống một cốc axit acetic hay axit limonic 2%.

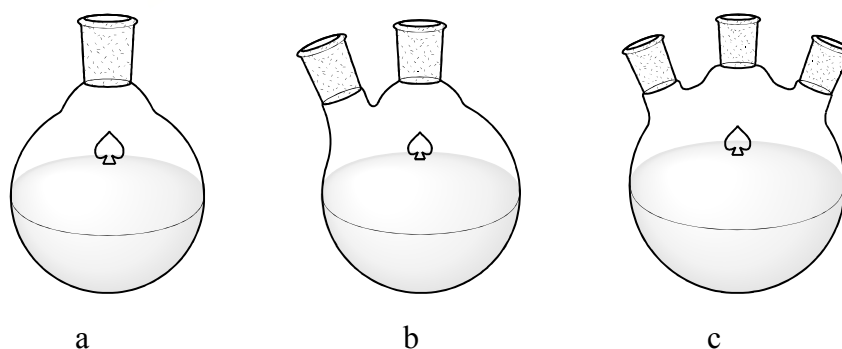
- Khi bị thương bởi mảnh thủy tinh: Gắp hết mảnh thủy tinh ra khỏi vết thương, bôi cồn iod 3% rồi băng vết thương lại. Nếu chảy máu nhiều thì cột garo rồi đưa đến trung tâm y tế gần nhất.

- Khi có đám cháy: Tắt hết đèn hay bếp điện, dập tắt ngọn lửa bằng khăn hay chăn amiang hoặc cát, nếu cần dùng bình khí CO_2 .

- Trong mọi trường hợp nếu bị đầu độc nặng hay bị cháy lớn phải gọi y, bác sĩ hay cơ quan phòng cháy chữa cháy.

BÀI 3: CÁC DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ CƠ BẢN TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM

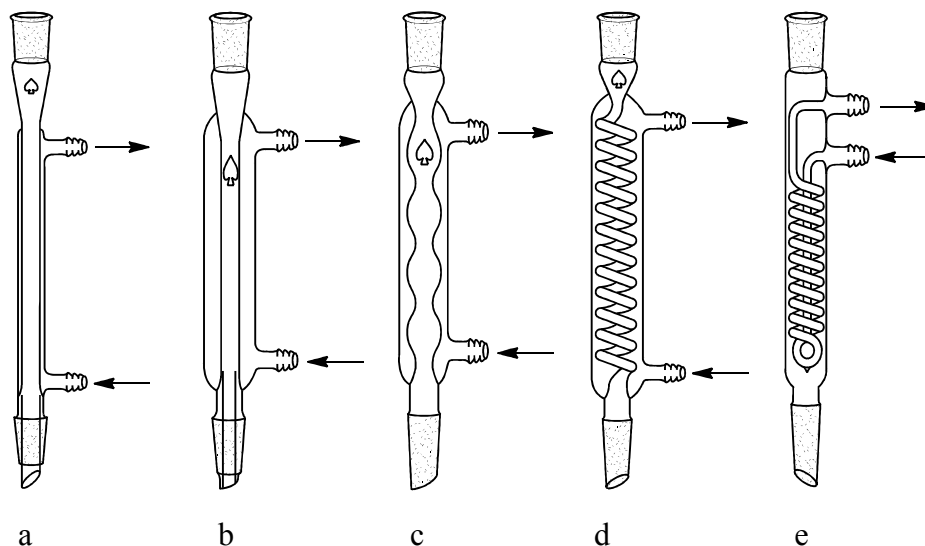
3.1. Bình cầu cổ nhám



Hình 1.1. Các loại bình cầu

a. Bình cầu 1 cổ; b. Bình cầu 2 cổ; c. Bình cầu 3 cổ

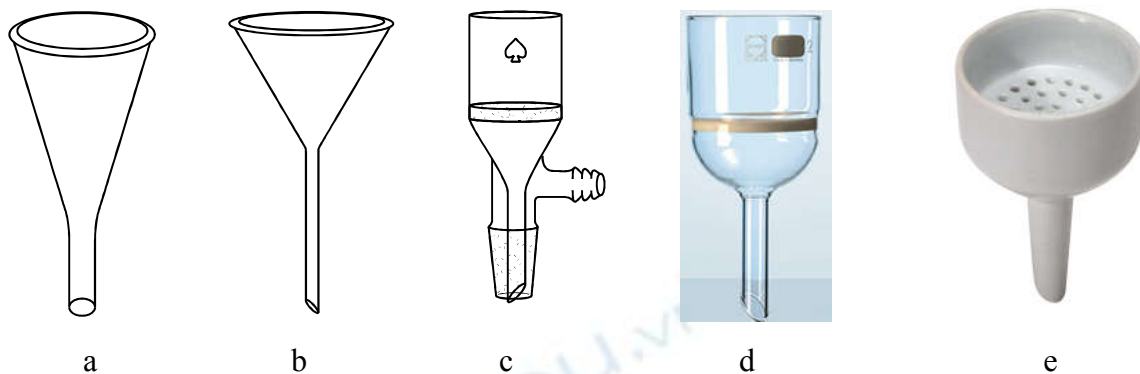
3.2. Sinh hàn



Hình 1.2. Các loại sinh hàn

a, b. Sinh hàn thẳng; c. Sinh hàn bầu; d, e. Sinh hàn xoắn

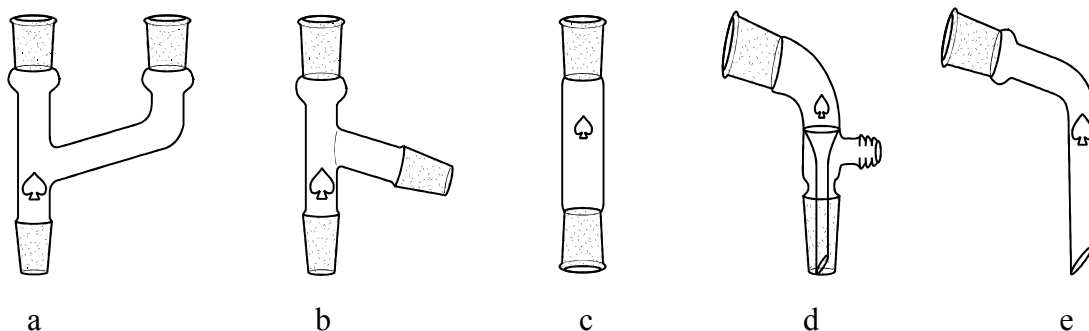
3.3. Phễu



Hình 1.3. Các loại phễu

a. Phễu đuôi ngắn; b. Phễu đuôi dài; c. Phễu lọc áp suất; d. Phễu Buchner có màng lọc; e. Phễu sứ Buchner

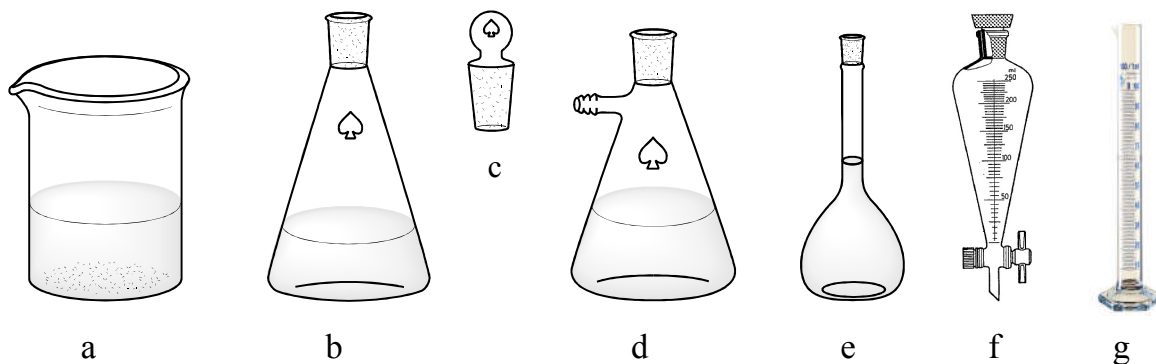
3.4. Cổ nối



Hình 1.4. Các cổ nối

a. Cổ nối Claizen; b. Cổ nối có nhánh; c. Cổ nối thường; d. Cổ nối sừng bò cắt chân không; e. Cổ nối sừng bò cắt thường

3.5. Các dụng cụ thông dụng





Hình 1.5. Các dụng cụ thông dụng

a. Cốc (becher); b. Bình tam giác (erlen); c. nút nhám; d. bình tam giác hút chân không; e. Bình định mức; f. Phễu chiết; g. Ống đong; h: Nhiệt kế có nút nhám; i. Pipet thẳng; j: Pipet bầu; k: Cột Vigreux ngắn; l: Cột Vigreux dài; m: Bộ giá đỡ.

3.6. Một số thiết bị cơ bản trong phòng thí nghiệm hữu cơ



a



b



c



d



e



f



g



h



i



j

Hình 1.6. Một số thiết bị cơ bản trong phòng thí nghiệm hữu cơ

*a. Bộ lọc hút chân không; b. Bình hút ẩm; c. Cân kỹ thuật; d. Cân phân tích;
e. Bếp đun bình cầu; f. Bể siêu âm; g. Bếp cách thủy; h. Tủ sấy; i: Tủ hút;
j: Máy cô quay chân không*

BÀI 4: CÁC PHƯƠNG PHÁP TINH CHẾ HỢP CHẤT HỮU CƠ

Tinh chế các hợp chất hữu cơ là một khâu không thể thiếu được trong quá trình tổng hợp hữu cơ. Có nhiều phương pháp tinh chế. Sau đây sẽ trình bày một số phương pháp đơn giản và thông dụng được sử dụng nhiều trong các phòng thí nghiệm và trong công nghiệp.

4.1. Phương pháp kết tinh

Là phương pháp thông dụng để tách các chất rắn ra khỏi hỗn hợp của chúng. Có thể kết tinh từ dung dịch bão hòa và từ trạng thái nóng chảy. Phương pháp kết tinh đơn giản nhất là phương pháp kết tinh từ dung dịch bão hòa (**Sơ đồ 1**).

Hòa tan chất rắn cần kết tinh trong dung môi thích hợp ở nhiệt độ sôi (thường là nhiệt độ sôi của dung môi). Với một lượng chất hòa tan xác định, lúc đầu cho một lượng dung môi vừa phải, đun sôi sau đó tiếp tục bổ sung thêm dung môi cho đến khi chất rắn tan hoàn toàn (ở nhiệt độ sôi). Chú ý dung môi chỉ đủ hòa tan hết, không được thừa. Nếu trong quá trình hòa tan như trên xuất hiện lớp dầu, cần thêm dung môi tiếp và đun cho tan hết lớp dầu. Nếu dung dịch hòa tan có màu thì cần thêm than hoạt tính (với hàm lượng bằng 1–2% hàm lượng chất hòa tan) vào dung dịch và đun sôi lại dung dịch.

Sau khi hòa tan xong cần phải lọc nóng ngay để loại tạp chất không tan, sẽ có dung dịch trong suốt. Dung dịch sau khi lọc để nguội từ từ sẽ kết tinh. Có trường hợp phải lặp đi lặp lại hai, ba lần quá trình kết tinh như vậy mới đạt được độ tinh khiết cao. Trường hợp để dung dịch nguội mà không kết tinh được, thì cần cho thêm vào dung dịch vài hạt nhỏ tinh thể tinh khiết của chính chất kết tinh, hoặc dùng đĩa thủy tinh cọ vào thành bình cho đến khi tinh thể xuất hiện. Dung dịch quá loãng cũng khó kết tinh hoặc kết tinh không hoàn toàn. Trong quá trình này, cần phải cô đặc dung dịch lại cho đúng dung dịch bão hòa. Các tinh thể kết tinh đem lọc, làm khô và xác định nhiệt độ nóng chảy.

Điều quan trọng là phải chọn được dung môi thích hợp. Các chất phân cực dễ tan trong dung môi phân cực. Các chất không phân cực dễ tan trong dung môi không phân cực.

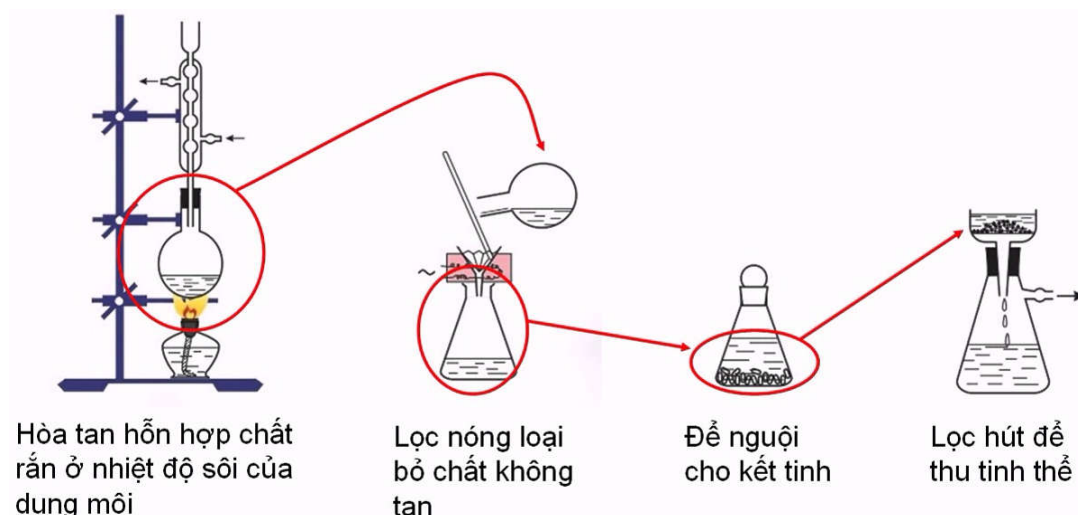
Các dung môi phân cực thường dùng: nước, ancol, ete, este, axit acetic, axit fomic.

Các dung môi không phân cực thường dùng: hexan, cyclohexan, carbon tetrachlorua, carbon disulfua,...

Nếu không chọn được một dung môi thích hợp để hòa tan, thì phải dùng hỗn hợp dung môi. Hỗn hợp dung môi có thể dùng nước–etanol, acetone–nước, axit acetic–nước, cloroform–ete dầu hỏa,... Hỗn hợp dung môi có thể gồm hai hoặc ba loại nhưng phải hòa tan lẫn nhau tốt.

Các dung môi được chọn phải thỏa mãn một số tính chất sau:

- Phải tan tốt chất hòa tan ở nhiệt độ cao và rất ít tan ở nhiệt độ thường và lạnh.
- Không phản ứng hóa học với chất tan.
- Các tạp chất không tan trong dung môi ở nhiệt độ cao hoặc hòa tan tốt ở nhiệt độ thường và lạnh.
- Dung môi chọn phải dễ dàng bay hơi khỏi bề mặt tinh thể.
- Nhiệt độ sôi của dung dịch phải thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của chất rắn khoảng 10–15°C.



Sơ đồ 1: Quá trình kết tinh chất

4.2. Phương pháp chiết

4.2.1. Định nghĩa

Phương pháp chiết dùng để tách chất ra khỏi hỗn hợp chất rắn hoặc dung dịch hoặc huyền phù bằng dung môi thích hợp ở nhiệt độ phòng hoặc ở nhiệt độ sôi của dung môi. Nguyên tắc căn bản của sự chiết lỏng-lỏng là dựa vào định luật phân bố Nernst cho biết sự phân bố của một chất tan vào hai pha lỏng và hai pha lỏng này không hòa tan vào nhau.

Hằng số phân bố K của một chất tan cho biết khả năng hòa tan của chất này đối với hai pha lỏng tại thời điểm cân bằng.

$$K = \frac{C_a}{C_b}$$

C_a : Nồng độ chất tan trong pha (a) tại thời điểm cân bằng.

C_b : Nồng độ chất tan trong pha (b) tại thời điểm cân bằng.

Hằng số phân bố K của một chất tan tương đối ít thay đổi theo nhiệt độ hoặc nồng độ của chất tan có trong dung dịch ban đầu, tuy nhiên hằng số này thay đổi theo dung môi và dung dịch – nước. Riêng với dung dịch nước, pH của dung dịch có những ảnh hưởng quan trọng, nhất là ở pH axit yếu và ở pH bazơ yếu.

Cùng một lượng dung môi để chiết, cần phải chia nhiều lần chiết. Có thể tính được lượng chất còn lại sau lần chiết thứ n dựa vào hằng số Nerst:

$$G_n = G_o \left(\frac{kV}{kV + S} \right)^n$$

G_n là lượng chất chiết còn lại sau n lần chiết.

G_0 là lượng chất ban đầu có trong thể tích V .

S là số mL thể tích dung môi cho vào.

Như vậy muốn G_n càng nhỏ thì n phải lớn và S phải nhỏ, nghĩa là muốn chất định chiết ra còn lại trong dung dịch càng nhỏ thì cùng một lượng dung môi cần phải chiết nhiều lần.

4.2.2. Lựa chọn dung môi chiết

Dung môi chiết phải đảm bảo các yêu cầu sau:

- Dung môi phải có khả năng hòa tan chất định chiết lớn hơn dung môi cũ.
- Không trộn lẫn với dung môi cũ, nghĩa là có tỷ khối khác nhiều với dung môi cũ.
- Dung môi này dễ tách ra khi tinh chế lại và ít có khả năng tạo nhũ tương và ít độc.
- Khi lựa chọn dung môi chiết phải chú ý đến độ tan của chất vào dung môi. Độ tan của chất phụ thuộc vào bản chất của chất tan, bản chất của dung môi, nhiệt độ và bề mặt tiếp xúc giữa chất tan và dung môi. Vì vậy, khi chiết người ta lắc kỹ. Tuy nhiên nếu có hiện tượng tạo huyền phù, nhũ tương khi lắc thì phải phá sự tạo thành huyền phù.

4.2.3. Kỹ thuật chiết chất lỏng

Dụng cụ để chiết là phễu chiết (**Hình 1.5.f**).

Trước khi chiết phải kiểm tra lại khóa và bôi vazơlin vào khóa phễu. Đổ dung dịch vào phễu chiết, thêm dần dung môi vào sao cho thể tích chỉ chiếm khoảng 2/3 thể tích của phễu. Lượng dung môi cho vào chỉ khoảng 1/5 đến 1/3 thể tích dung dịch. Đậy nút, một tay giữ nút và phễu, một tay giữ khóa phễu, cẩn thận lắc nhẹ và dốc lên dốc xuống phễu nhiều lần. Khi lắc thường làm tăng áp suất trong phễu, do đó cần phải để ngược phễu, mở khóa phễu cho cân bằng với áp suất bên ngoài rồi đóng khóa phễu, lắc mạnh tiếp khoảng 1–2 phút. Lắc xong, lắp phễu vào giá để yên một lúc cho phân lớp hai chất lỏng. Sau đó mở khóa phễu và tách lấy các phần khác nhau tùy thuộc vào tỷ khối của dung dịch. Nếu lớp dưới là dung dịch cần lấy thì để lại một ít trong phễu; nếu lấy lớp trên thì cho chảy quá một ít chất lỏng (**Hình 1.7**).

Khi chiết những chất dễ tạo nhũ tương, phải chú ý lắc nhẹ. Nếu nhũ tương tạo thành do một lượng kết tủa tạo thành trên bề mặt phân chia hai pha lỏng thì phải lọc;

nếu do sức căng bề mặt thì thường thêm ancol etylic để phá sức căng bề mặt phân chia giữa hai pha.

Nếu do sự khác nhau về tỷ khối của hai chất lỏng không lớn lắm thì thường thêm dung dịch NaCl bão hòa để tăng tỷ khối của dung dịch nước.

Tốt nhất là để yên lắng trong một thời gian dài.



Hình 1.7. Sự phân lớp trong chiết lỏng-lỏng

4.2.4. Chiết các chất rắn

Phương pháp đơn giản là ngâm chiết chất rắn trong dung môi hoặc hòa tan trong dung dịch ở nhiệt độ thường hay ở nhiệt độ sôi của dung môi, sau đó lọc hoặc gạn lấy dung dịch. Muốn lấy chất từ dung dịch thì cất đuổi dung môi ở máy cô quay có áp suất giảm hoặc bằng các phương pháp thông thường. Sự chiết cất trong hỗn hợp rắn phụ thuộc nhiều vào độ tan của chất vào dung môi lựa chọn và bề mặt tiếp xúc của chất rắn với dung môi và nhiệt độ. Để tăng khả năng chiết, người ta thường phải nghiền nhỏ chất rắn rồi ngâm chiết ở nhiệt độ thường hay nhiệt độ sôi của dung môi.

Trong phòng thí nghiệm, thường chiết bằng bộ Soxhlet để chiết liên tục (**Hình 1.8**). Cách làm như sau: Chất rắn định chiết đã nghiền nhỏ được gói trong túi lọc đặt vào phần ống chiết của máy chiết Soxhlet. Cho dung môi vào bình cầu (tùy thuộc vào lượng chất chiết mà cho lượng dung môi khoảng $\frac{1}{2}$ thể tích bình cầu, lắp sinh hàn hồi lưu ở trên rồi đun cho sôi dung môi. Hơi dung môi bay lên và hòa tan chất trong bọc túi lọc rồi xuống bình cầu qua ống dẫn hơi ngưng tụ. Cứ như vậy nồng độ chất tan trong dung môi tăng dần theo thời gian đun hồi lưu. Nếu chất tinh chế hòa tan vào