

ĐẠI HỌC QUỐC GIA THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH
TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA
KHOA KỸ THUẬT HÓA HỌC



TÀI LIỆU HƯỚNG DẪN
THÍ NGHIỆM HÓA HỮU CƠ

BIÊN SOẠN:

TS. Lê Xuân Tiến

TS. Lê Vũ Hà

KS. Lê Xuân Huy

TP. HCM, 08/2021

MỤC LỤC

Bài 1 – Kỹ thuật thực hành hóa hữu cơ	3
1.1. An toàn phòng thí nghiệm	3
1.1.1. Sử dụng hoá chất.....	3
1.1.2. Sử dụng các dụng cụ thủy tinh.....	3
1.2. Các dụng cụ thủy tinh cơ bản.....	4
1.2.1. Cốc, bình tam giác	4
1.2.2. Bình cầu và bình chưng cất	5
1.2.3. Ống sinh hàn.....	6
1.2.4. Phễu lọc.....	6
1.2.5. Các loại phễu	7
1.2.6. Một số hệ thống thí nghiệm.....	8
1.3. Một số kỹ thuật cơ bản trong thực hành hữu cơ.....	8
1.3.1. Lọc trọng lực và lọc chân không.....	8
1.3.2. Rửa và trích ly.....	9
1.3.3. Đun nóng	12
1.3.4. Làm lạnh	13
1.3.5. Làm khan	14
1.4. Các phương pháp tinh chế hợp chất hữu cơ.....	15
1.4.1. Chưng cất	15
1.4.2. Kết tinh lại	20
1.5. Cách tính hiệu suất phản ứng	23
Bài 2 - Tổng hợp β -naphthol da cam	25
Bài 3 - Tổng hợp dibenzylideneacetone.....	28
Bài 4 - Tổng hợp benzoic acid	32
Bài 5 - Tổng hợp ethyl acetate	36
Bài 6 - Tổng hợp terpeneol	39
Bài 7 - Tổng hợp aspirin	42
Bài 8 - Tổng hợp xà phòng	45
Bài 9 – Tinh chế một sản phẩm rắn	49
Bài 10 – Các kỹ thuật phân tách pha lỏng.....	53

Bài 1 – Kỹ thuật thực hành hóa hữu cơ

1.1. An toàn phòng thí nghiệm

1.1.1. Sử dụng hoá chất

Để hạn chế và tránh được các tai nạn có thể xảy ra trong phòng thí nghiệm, cần lưu ý một số điểm sau đây:

- Các chất dễ cháy không được đặt gần ngọn lửa, nguồn sinh nhiệt. Không đun các chất dễ cháy bằng ngọn lửa hay bếp điện trần.
- Các chất, dung môi độc hại phải được thao tác trong tủ hút.
- Đặc biệt thận trọng khi thao tác với acid đậm đặc, natri kim loại, bromine (Br_2), các hợp chất cyanide (CN^-)... Ví dụ: Khi pha loãng sulfuric acid, không được cho nước vào sulfuric acid đậm đặc.
- Không được ngửi trực tiếp các hoá chất khi chưa biết chất đó là gì, không được cúi mặt sát để nhìn khi đun hoặc khuấy trộn các chất.
- Nếu bị acid đậm đặc như H_2SO_4 , HNO_3 ... rơi trên da, lập tức rửa kỹ và nhiều bằng nước, sau đó rửa bằng dung dịch NaHCO_3 3% và cuối cùng rửa lại bằng nước.
- Nếu bị dính base như KOH, NaOH... trên da, lập tức rửa kỹ và nhiều bằng nước, sau đó rửa bằng dung dịch CH_3COOH 1% và cuối cùng rửa lại bằng nước.
- Nếu bị hoá chất, acid, base rơi vào mắt lập tức rửa nhiều lần bằng nước. Trường hợp nặng phải đi cấp cứu.

1.1.2. Sử dụng các dụng cụ thủy tinh

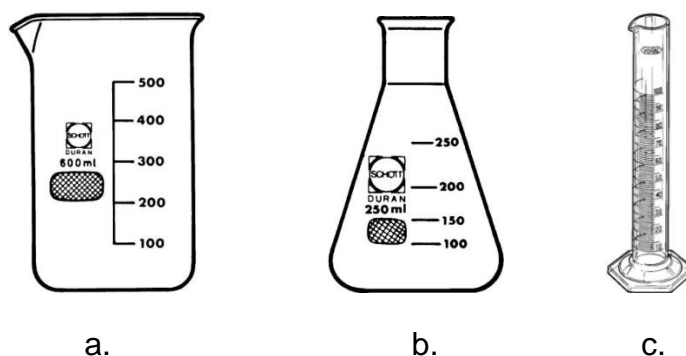
Thủy tinh là loại vật liệu rất dễ gãy, vỡ nên khi thao tác với các dụng cụ thủy tinh cần phải thao tác nhẹ nhàng, cẩn thận và cần lưu ý các điểm sau:

- Trước khi sử dụng các dụng cụ thủy tinh cổ nhám, các cổ nhám cần phải được bôi trơn bằng silicone hoặc vaseline.
- Không làm thay đổi nhiệt độ đột ngột các dụng cụ thủy tinh. Không được cho nước nóng đột ngột vào dụng cụ thủy tinh lạnh hoặc làm lạnh đột ngột các dụng cụ thủy tinh đang nóng. Khi đun các dụng cụ thủy tinh ở nhiệt độ cao cần gia nhiệt từ lạnh đến nóng.

- Dụng cụ thủy tinh rất dễ vỡ khi đun trực tiếp trên bếp điện. Sử dụng bể cách cát, cách dầu, cách thủy hoặc lót lưới amiăng (amiant) khi đun dụng cụ thủy tinh.
- Khi sử dụng chân không, chỉ sử dụng các dụng cụ thủy tinh riêng chịu được chân không.
- Không dùng nhiệt kế làm đũa khuấy.
- Nếu bị đứt tay do mảnh thủy tinh, thường cho máu chảy vài giây để lôi cuốn chất bẩn ra. Sau đó dùng ethanol sát trùng rồi băng lại... Trong trường hợp bị thương nặng phải đi bệnh viện.

1.2. Các dụng cụ thủy tinh cơ bản

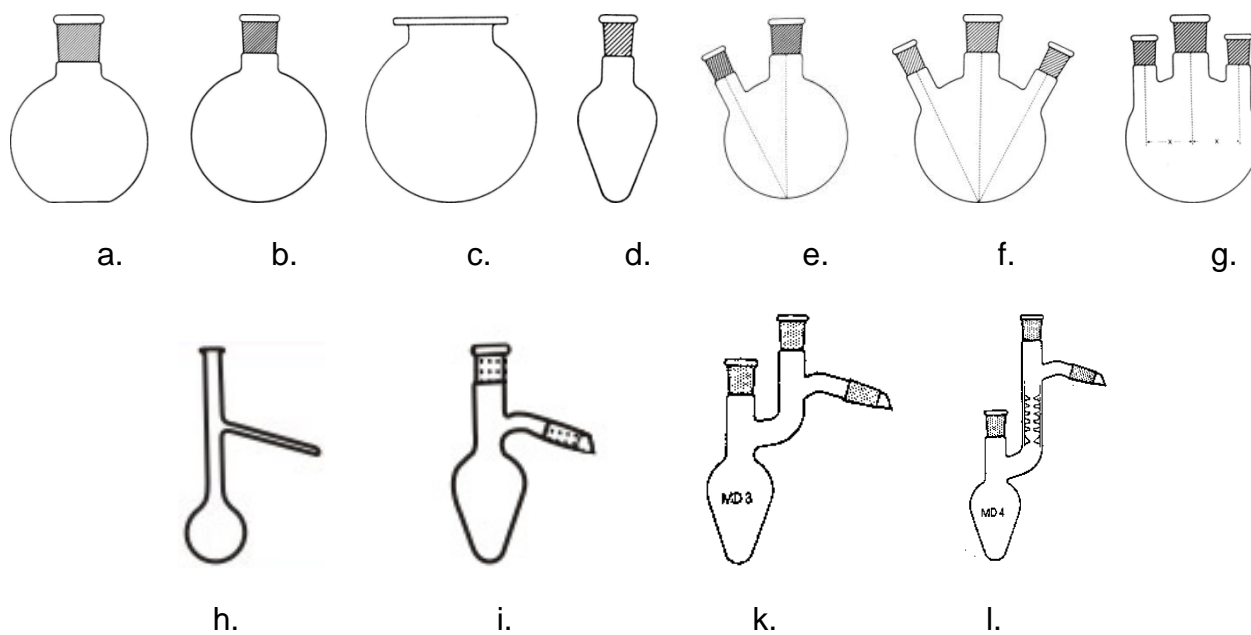
1.2.1. Cốc, bình tam giác



Hình 1.1

- Cốc thủy tinh (beaker) có thể tích từ 10ml đến 20000ml
- Bình tam giác (Erlenmeyer flask) có thể tích từ 5ml đến 6000ml
- Ống đong (cylinder) có thể tích từ 5ml đến 1000ml

1.2.2. Bình cầu và bình chưng cất



Hình 1.2

a: bình cầu đáy bằng

b, c: bình cầu đáy tròn cổ rộng

d: bình quả lê

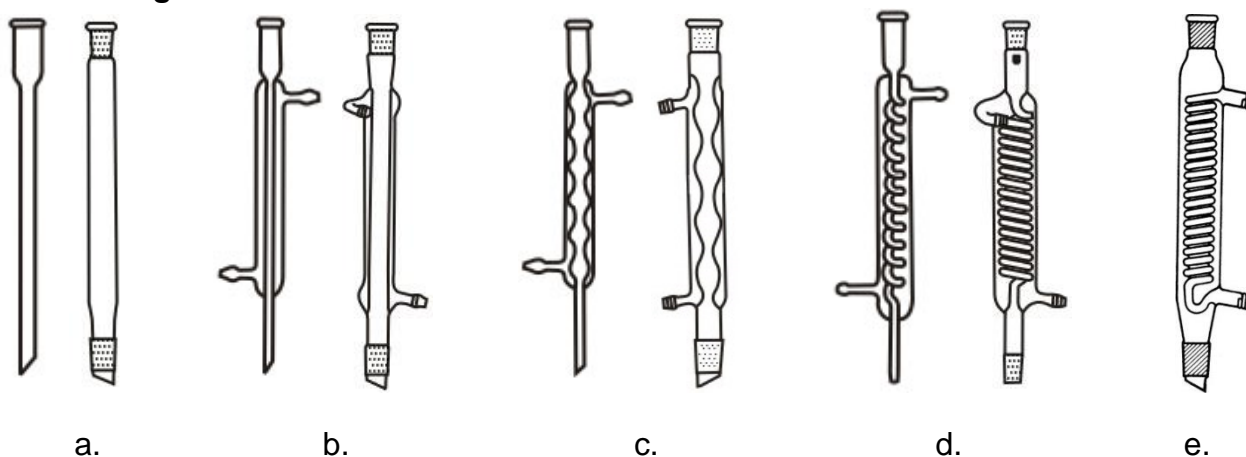
e, f, g: bình cầu đáy tròn nhiều cổ

h, i: bình chưng cất Wurtz hình cầu, quả lê

k: bình chưng cất Claisen

l: bình chưng cất Claisen với cột chưng phân đoạn Vigreux

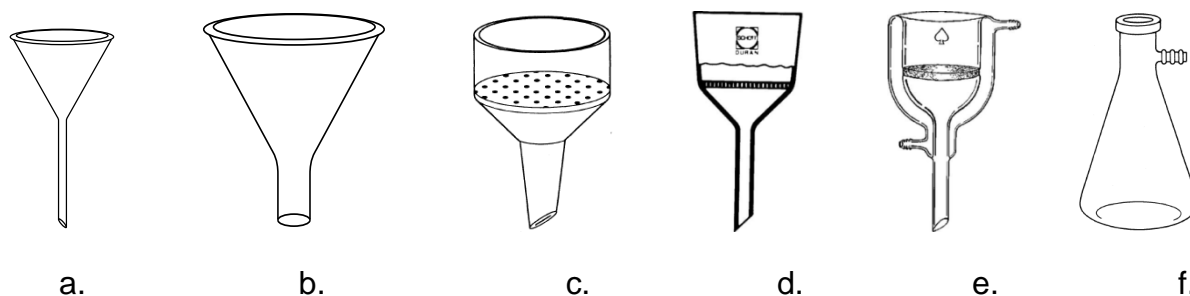
1.2.3. Ống sinh hàn



Hình 1.3

- a. sinh hàn không khí (air condenser)
- b. sinh hàn ruột thẳng (Liebig – condenser)
- c. sinh hàn ruột bầu (Allihn – condenser)
- d. sinh hàn ruột xoắn (Graham – condenser), chất tải lạnh ngoài ống xoắn
- e. sinh hàn ruột xoắn (Graham–condenser), chất tải lạnh đi trong ống xoắn

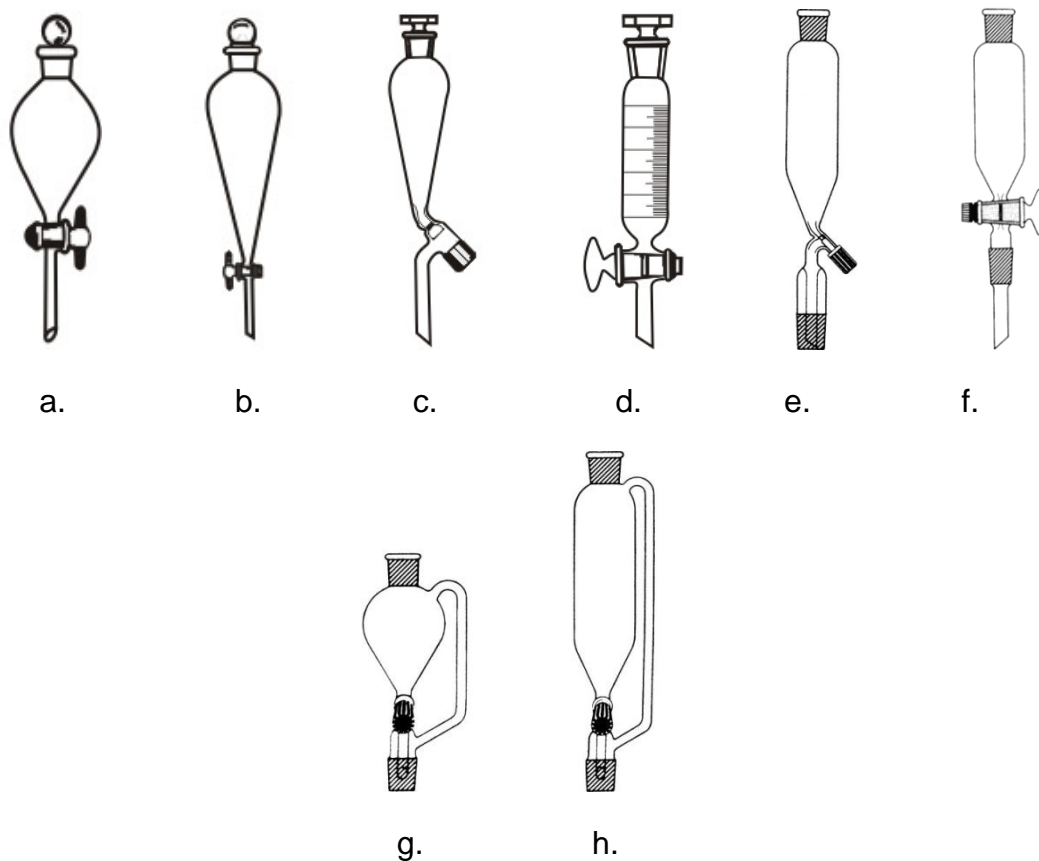
1.2.4. Phễu lọc



Hình 1.4

- a. phễu lọc bằng thủy tinh cuống dài (long stem funnel)
- b. phễu lọc bằng thủy tinh cuống ngắn (short stem funnel - dùng trong quá trình lọc nóng)
- c. phễu lọc bằng sứ (Buchner funnel)
- d. phễu lọc thủy tinh với lớp lọc bằng xốp thủy tinh (Buchner funnel with fritted disc)
- e. phễu lọc thủy tinh với vỏ áo truyền nhiệt (jacketed Buchner funnel)

1.2.5. Các loại phễu



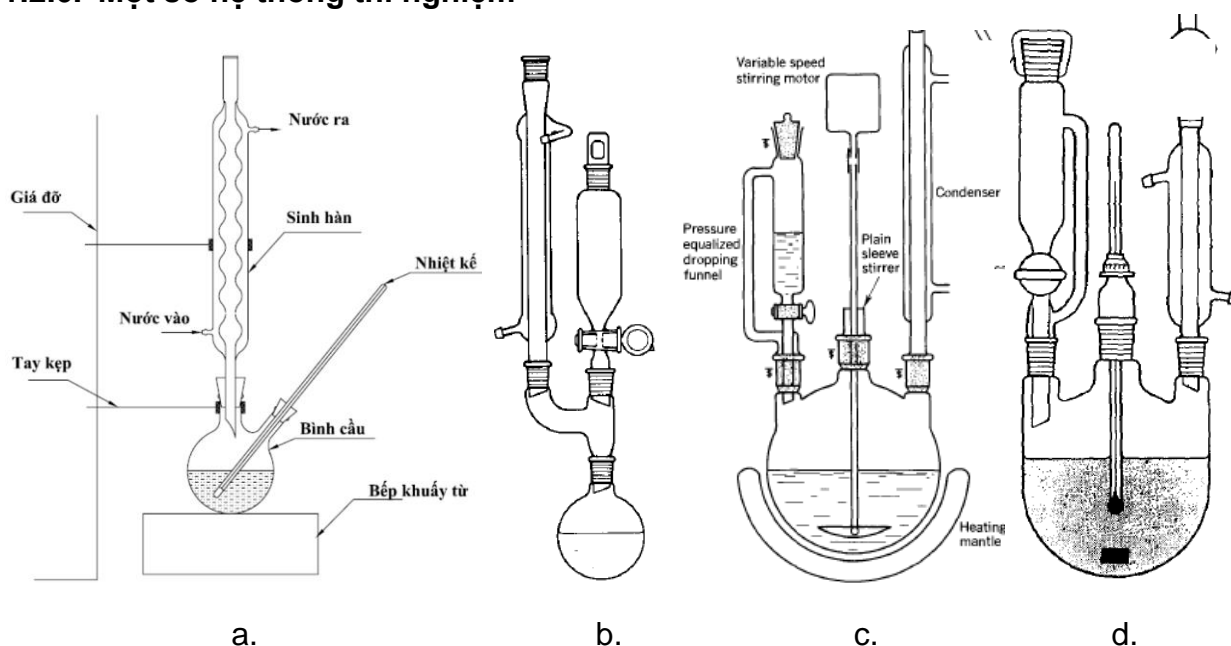
Hình 1.5

a, b, c, d: phễu chiết (separatory funnel)

e, f: phễu nhỏ giọt (addition funnel hay dropping funnel)

g, h: phễu nhỏ giọt có bộ phận cân bằng áp suất (pressure equalising dropping funnel)

1.2.6. Một số hệ thống thí nghiệm

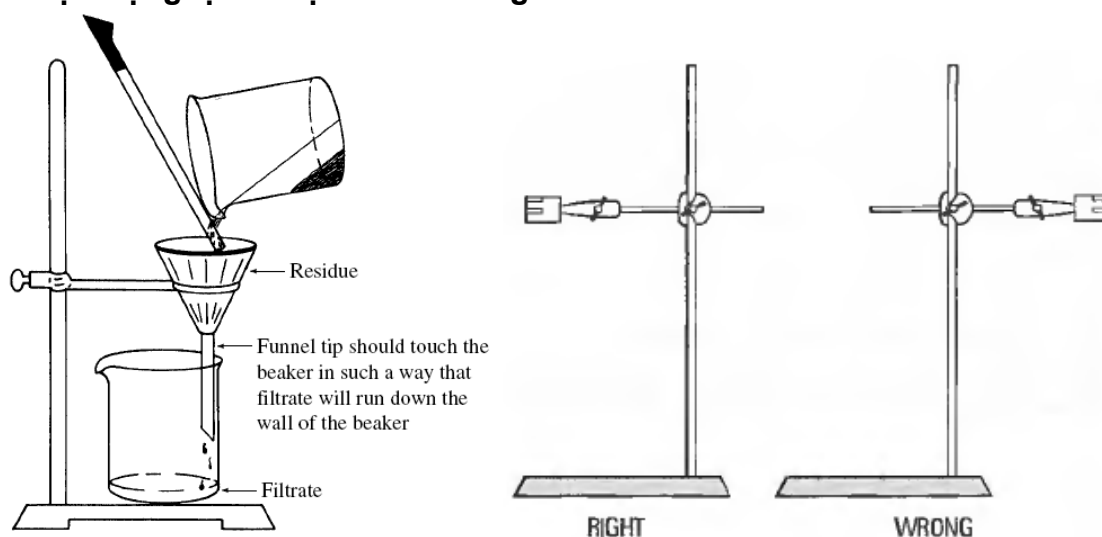


Hình 1.6

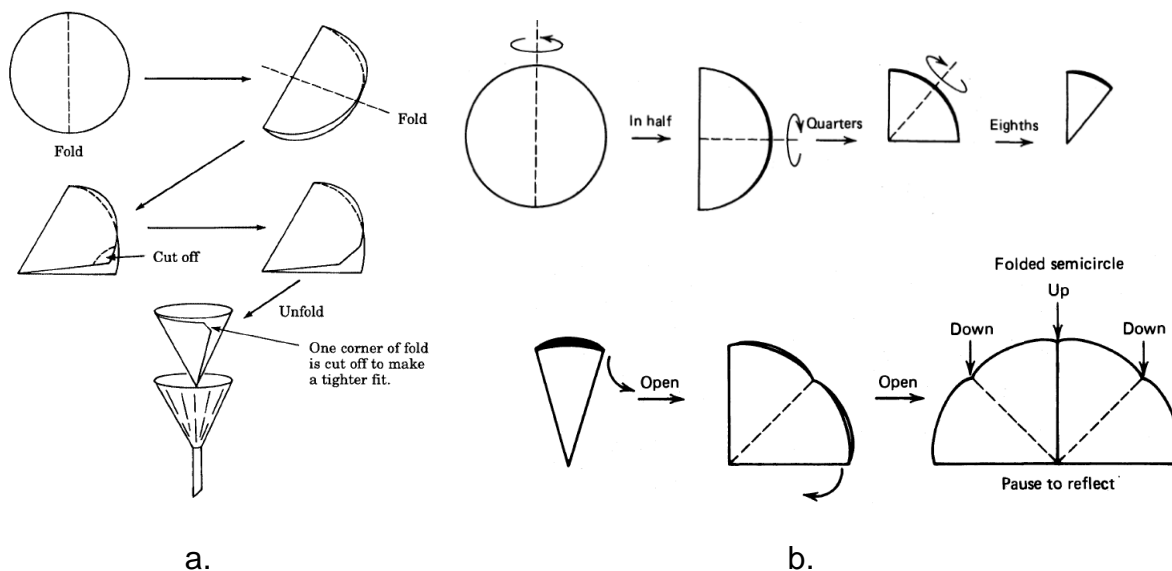
- a. hệ thống đun hoàn lưu có quan sát nhiệt độ
- b. hệ thống đun hoàn lưu có phễu nhỏ giọt
- c. hệ thống đun hoàn lưu có lắp cánh khuấy cơ và phễu nhỏ giọt
- d. hệ thống đun hoàn lưu có lắp khuấy từ, nhiệt kế và phễu nhỏ giọt

1.3. Một số kỹ thuật cơ bản trong thực hành hữu cơ

1.3.1. Lọc trọng lực và lọc chân không



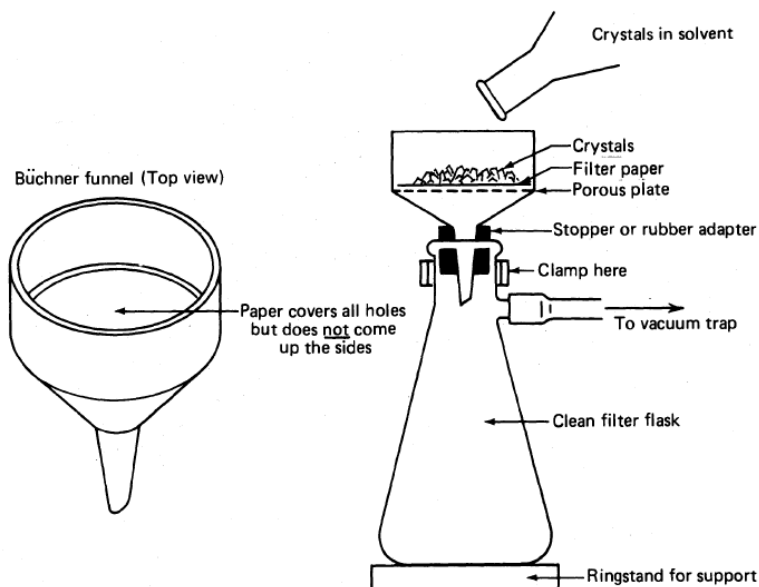
Hình 1.7: Hệ thống lọc trọng lực



Hình 1.8

e. Cách gấp giấy lọc hình nón

f. Cách gấp giấy lọc hình rế quạt



Hình 1.9: Hệ thống lọc chân không

1.3.2. Rửa và trích ly

Trích ly là quá trình chuyển một chất ở dạng hòa tan hay dạng huyền phù sang một pha lỏng khác.

Sự phân bố một chất hòa tan giữa hai pha lỏng không tan vào nhau (hoặc ít tan) tuân theo định luật Nerst. Theo định luật này, ở nhiệt độ xác định tỷ lệ nồng độ của chất hòa

tan trong tương lỏng A và tương lỏng B không hoà tan vào nhau ở trạng thái cân bằng là một hằng số, gọi là hằng số phân bố (K).

$$K = \frac{C_A}{C_B} \quad (1.1)$$

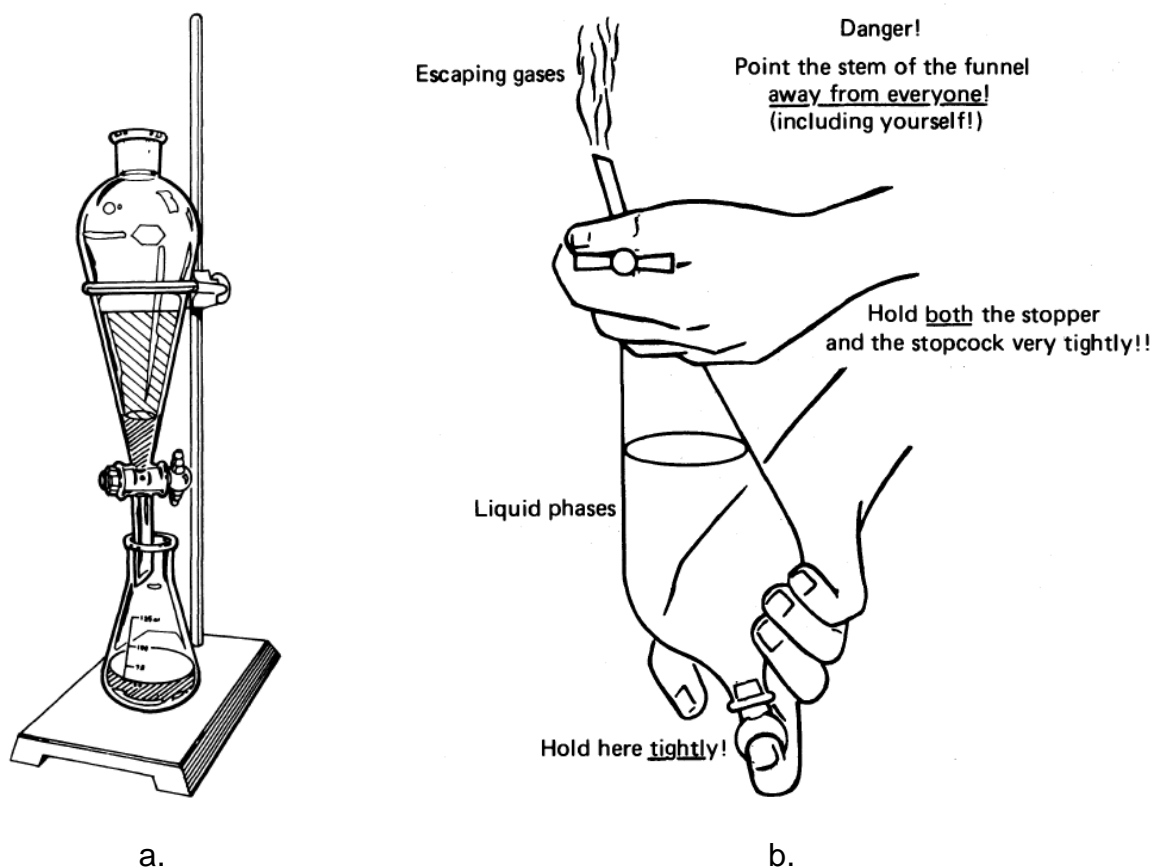
Trong đó: C_A : nồng độ chất tan trong dung môi trích ly (A)

C_B : nồng độ chất tan trong dung dịch cần trích ly (B)

Muốn trích ly một chất (a) ra khỏi chất một chất khác (b), ta phải chọn dung môi trích ly có độ hoà tan chất (a) nhiều hơn chất (b) ($K_a \gg K_b$). Nếu hệ số phân bố nhỏ hơn 100, phải trích ly nhiều lần.

Trong quá trình trích ly, với một lượng dung môi xác định không nên trích ly một lần với số dung môi đó, mà phải chia ra nhiều lần để trích ly hiệu quả hơn. Các dung môi thường dùng để trích ly là diethyl ether, toluene, ether dầu hỏa, chloroform, dichloromethane, ethyl acetate... Ngoài tính không tan trong dung dịch cần trích ly và hòa tan nhiều chất cần tách ra, dung môi dùng để trích ly còn phải có nhiệt độ sôi thấp. Điều này tạo sự thuận lợi trong quá trình loại dung môi thu chất cần trích ly.

Phương pháp trích ly lỏng – lỏng dùng phễu chiết



Hình 1.10: Phương pháp trích ly lỏng – lỏng dùng phễu chiết

1. Lắp hệ thống phễu chiết như hình 1.10.a.
2. Tháo nắp đậy phễu chiết (stopper), điều chỉnh khoá (stopcock) về trạng thái đóng.
3. Cho dung dịch chất tan và dung môi trích ly vào phễu chiết sao cho tổng thể tích không quá $\frac{3}{4}$ thể tích phễu.
4. Đậy chặt nắp phễu chiết. Lấy phễu chiết ra khỏi giá.
5. Cầm phễu chiết như hình 1.10.b. Mở khoá để giải phóng các chất khí, hơi dung môi. Trong quá trình chiết có thể có các phản ứng tạo khí, hoặc dung môi bay hơi làm tăng áp suất trong phễu.
6. Lắc phễu chiết nhẹ nhàng và thực hiện lại bước 5 cho đến khi nào không còn có khí thoát ra.
7. Trong trường hợp khi lắc hỗn hợp không tạo thành nhũ tương, lắc mạnh phễu chiết khoảng 10 lần, sau đó để yên cho cân bằng rồi chiết ra. Trong trường hợp khi lắc hỗn hợp tạo thành nhũ tương, không phân lớp ra được thì không được lắc mạnh phễu chiết. Để thúc đẩy quá trình phân lớp thì ta thường thêm ít muối ăn tinh khiết để làm thay đổi tỷ trọng, tăng lực ion của dung dịch, cân bằng thiết lập nhanh hơn hoặc cho vào dung dịch vài giọt rượu (hoặc aceton) làm giảm sức căng bề mặt phân lớp sẽ nhanh hơn.

Lưu ý: Trong quá trình chiết, không nên đổ bỏ bất cứ lớp dung dịch nào nếu không chắc chắn đâu là lớp dung dịch cần lấy.

Trong quá trình trích ly, ta có thể xác định đâu là lớp dung dịch nước, đâu là lớp dung dịch kỵ nước bằng các phương pháp sau đây:

1. Màu sắc dung dịch. Nếu chất có màu tan trong dung dịch nước tốt hơn trong dung dịch kỵ nước thì lớp dung dịch nước sẽ có màu và ngược lại.
2. Tỷ trọng của dung dịch, lớp dung dịch nào có tỷ trọng nhỏ sẽ nằm trên lớp dung dịch có tỷ trọng lớn. Tuy nhiên trong một số trường hợp rất khó xác định tỷ trọng dung dịch như dung dịch của nhiều chất....
3. Lấy vài giọt dung dịch của bất kỳ lớp nào cho vào ống nghiệm chứa một ít nước, lắc nhẹ. Nếu tạo thành dung dịch đồng thể thì lớp đó là lớp dung dịch nước. Ngược lại nếu tạo thành hỗn hợp không tan lẫn (phân lớp hoặc tạo hỗn hợp mờ đục) thì lớp đó là lớp dung dịch kỵ nước.

Rửa và trích ly là hai quá trình tương tự nhau. Sự khác nhau duy nhất giữa hai quá trình này là trong trích ly chất cần lấy tan trong dung môi trích và được tách ra khỏi hỗn hợp có chứa chất bản ban đầu, còn trong quá trình rửa chất bản tan trong dung môi rửa và được lấy đi khỏi hỗn hợp ban đầu.

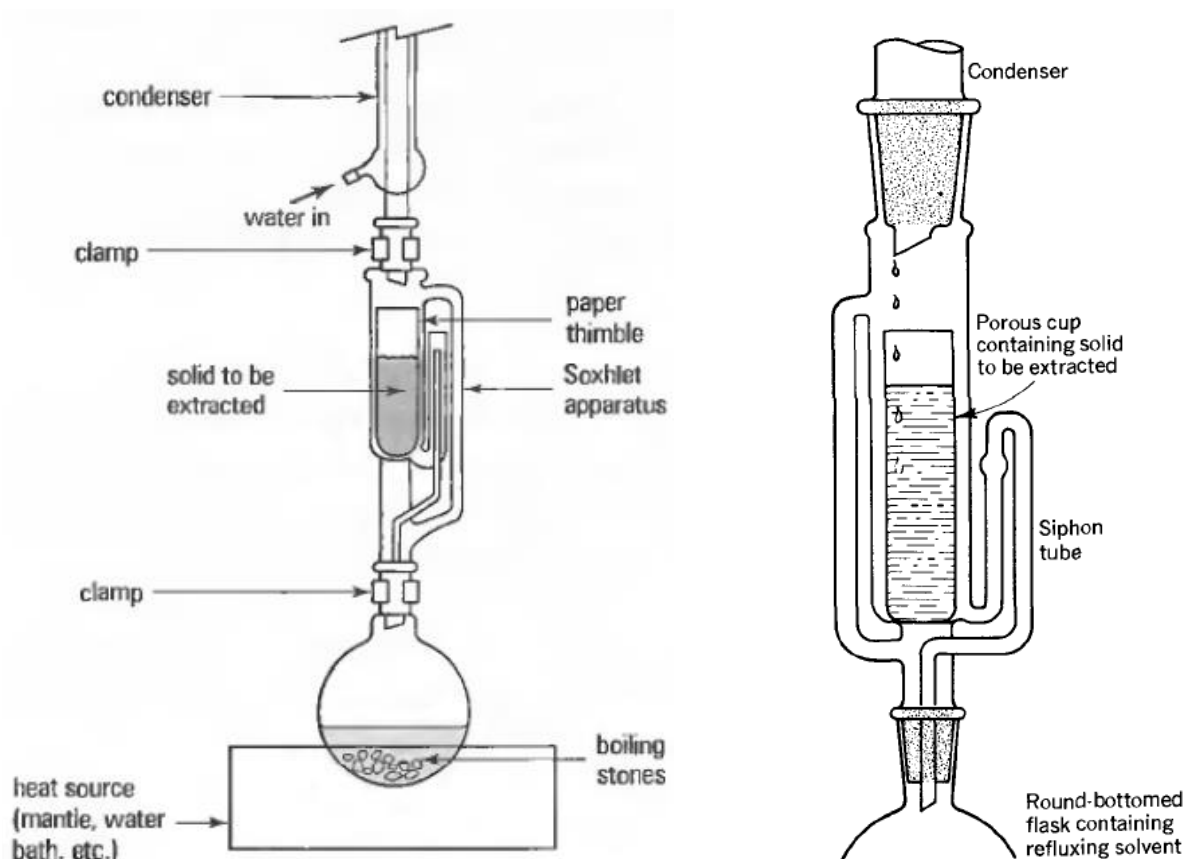
Một số cách thường dùng để rửa:

- Rửa acid mạnh như HCl, H₂SO₄... bằng dung dịch Na₂CO₃ 10%.
- Rửa acid rất yếu như phenol và các dẫn xuất của phenol... bằng dung dịch NaOH 5-10%.

- Rửa các base hữu cơ như aniline, trimethylamine... bằng dung dịch HCl 5-10%.
- Rửa các hợp chất trung tính dùng phương pháp trích ly với các dung môi khác nhau.

Phương pháp trích ly rắn – lỏng

Khi trích ly các chất nằm trong các nguyên liệu rắn, các nguyên liệu này thường được nghiền nhuyễn nhằm tăng diện tích tiếp xúc giữa nguyên liệu với dung môi trích ly giúp quá trình trích ly xảy ra nhanh hơn. Dung môi trích ly được chọn có độ phân cực phù hợp với độ phân cực của chất cần trích ly, sao cho chỉ hòa tan chất cần trích mà không hoặc ít hòa tan các chất tạp khác. Ở quy mô phòng thí nghiệm, người ta thường trích ly rắn - lỏng bằng dụng cụ Soxhlet.



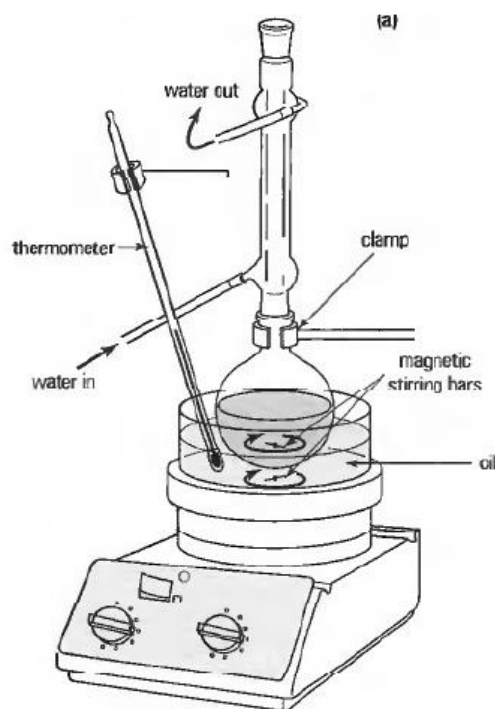
Hình 1.11: Hệ thống trích ly Soxhlet

1.3.3. Đun nóng

Trong tổng hợp hữu cơ, nhiều quá trình được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ phòng, do vậy cần gia nhiệt. Trong phạm vi phòng thí nghiệm, để gia nhiệt người ta thường dùng bếp điện, đèn dùng gas, đun cách thủy, hơi nước...

Đun các chất dễ bay hơi, dễ cháy tốt nhất đun bằng hơi nước, đun cách thủy hoặc bếp điện kín. Các chất có nhiệt độ sôi trên 100°C , các quá trình thực hiện ở nhiệt độ trên 100°C có thể đun trực tiếp bằng bếp điện hoặc bằng gas có lưới amiant đặt dưới dụng cụ cần đun, hoặc đun gián tiếp cách dầu... Glycerin, dầu khoáng, parafin, cát ... thường được dùng làm chất tải nhiệt. Dùng glycerin có thể đun đến 200°C ; đun với nhiệt độ cao hơn 300°C tốt nhất là đun cách cát.

Để điều hòa sự sôi, cần phải thêm từ 2-4 hạt bi thủy tinh xốp hoặc đá bọt (boiling stone) cho vào trước khi đun, tuyệt đối không được cho vào ở điểm gần sôi, dung dịch sẽ bị sôi bùng lên và trào ra...



Hình 1.12: Hệ thống đun hoàn lưu bằng bể cách dầu có khuấy từ

1.3.4. Làm lạnh

Có nhiều chất kết tinh ở nhiệt độ thấp, nhiều phản ứng hoá học toả nhiệt nhiều, cần phải được giải nhiệt, nhiều phản ứng thực hiện ở nhiệt độ thấp cần phải làm lạnh... Để làm lạnh trong phòng thí nghiệm, có thể sử dụng các hỗn hợp sau:

- Ba phần nước đá (nghiền nhuyễn) + một phần muối ăn: đạt nhiệt độ từ -5°C ÷ -20°C
- Bốn phần nước đá (nghiền nhuyễn) + năm phần bột CaCl_2 : đạt nhiệt độ -50°C
- Dùng CO_2 rắn hoặc CO_2 rắn + ethanol tuyệt đối: đạt nhiệt độ -70°C
- CO_2 rắn + ether: đạt nhiệt độ -77°C
- CO_2 rắn + acetone: đạt nhiệt độ -78°C

1.3.5. Làm khan

Các chất lỏng trước khi đem đi chưng cất hoặc lưu trữ cần phải được làm khan nước bằng cách xử lý các chất lỏng này với các chất làm khan (desiccant hoặc drying agent). Các chất thường được sử dụng để làm khan nước:

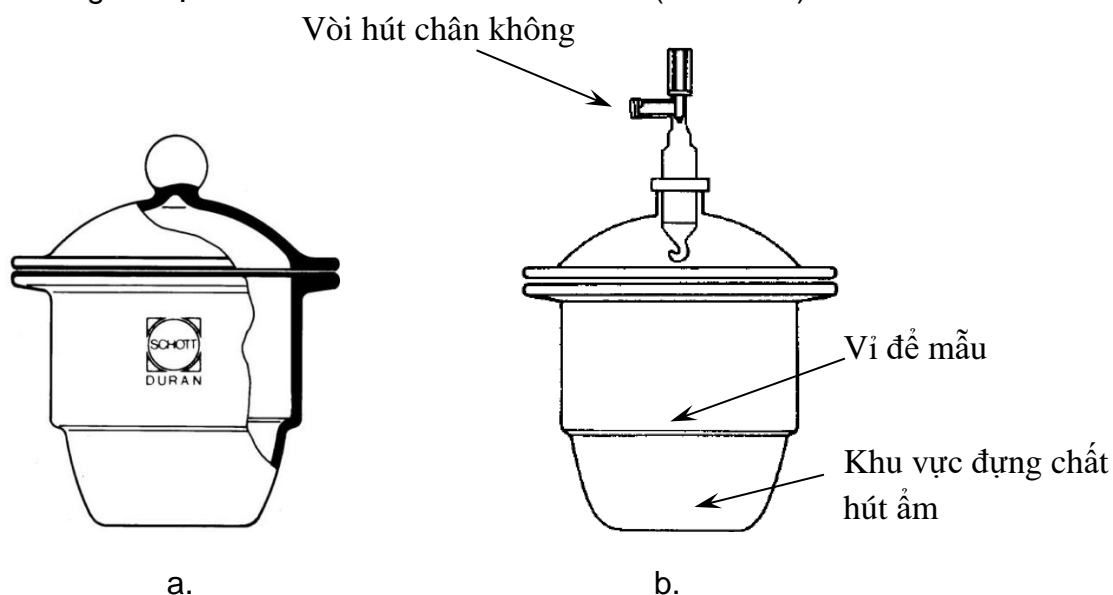
- Anhydrous calcium chloride (CaCl_2): đây là chất có khả năng làm khan cao, rẻ tiền. Tuy nhiên, do CaCl_2 có tốc độ hấp phụ nước chậm nên cần phải gia nhiệt nhẹ hỗn hợp khi làm khan nước bằng CaCl_2 . **Lưu ý:** trong sản phẩm CaCl_2 ngoài thị trường vẫn còn lẫn một ít Ca(OH)_2 nên không dùng CaCl_2 để làm khan các acid hoặc dung dịch có tính acid; CaCl_2 có khả năng hình thành hợp chất với alcohol, phenol, amine, aminoacid, amide, ketone, ester và một vài aldehyde nên không thể dùng CaCl_2 để làm khan dung dịch chứa các chất này.
- Anhydrous magnesium sulfate (MgSO_4): khả năng làm khan nước tốt nhất, nhanh và trung tính nên có khả năng làm khan được hầu hết các chất hữu cơ.
- Anhydrous sodium sulfate (Na_2SO_4): khả năng giữ nhiều nước (tạo thành $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ở 32.4°C), trung tính nên được sử dụng làm khan nhiều chất hữu cơ. Tuy nhiên, Na_2SO_4 có tốc độ làm khan chậm và làm khan không hoàn toàn (ở nhiệt độ cao hơn 32.4°C , Na_2SO_4 có khả năng làm khan kém).

Bảng 1.1: Các tác nhân làm khan thường dùng

Hợp chất hữu cơ	Tác nhân làm khan
R-X (X=Cl, Br, I)	CaCl_2 , CaSO_4 , P_2O_5 , MgSO_4
Alcohol	CaSO_4 , MgSO_4 , K_2CO_3 , CaO
Ether, hydrocarbon no, hydrocarbon thơm	CaCl_2 , CaSO_4 , P_2O_5
Aldehyde	CaCl_2 , MgSO_4 , Na_2SO_4
Ketone	CaSO_4 , MgSO_4 , Na_2SO_4 , K_2CO_3
Acid hữu cơ	MgSO_4 , Na_2SO_4 , CaSO_4
Amine	KOH , NaOH , K_2CO_3 , CaO

Làm khan chất lỏng: Lắc một chất lỏng với một lượng nhỏ chất tác nhân làm khan trong bình tam giác. Lắc cho đến khi lớp chất lỏng trở nên trong suốt và các tác nhân làm khan vón cục. Nếu không xảy ra hiện tượng trên, tiếp tục thêm một lượng nhỏ tác nhân làm khan và tiếp tục lắc cho đến khi chất lỏng được làm khan hoàn toàn. Gạn hoặc lọc lấy phần chất lỏng trong suốt. **Lưu ý:** trong trường hợp làm khan với CaCl_2 , có thể tăng tốc quá trình làm khan bằng cách gia nhiệt nhẹ hỗn hợp làm khan.

Làm khan chất rắn: Các chất rắn có thể được loại ẩm bằng cách hong khô ngoài không khí, trong tủ sấy. Các chất kém bền nhiệt thường được sấy khô trong chân không. Các chất dễ hút ẩm được sấy khô và bảo quản trong các bình hút ẩm (desiccator) với sự hiện diện của silica gel hoặc các tác nhân làm khan kể trên (hình 1.13).



Hình 1.13:

a. Bình hút ẩm thường

b. Bình hút ẩm có vòi nối với hệ thống chân không

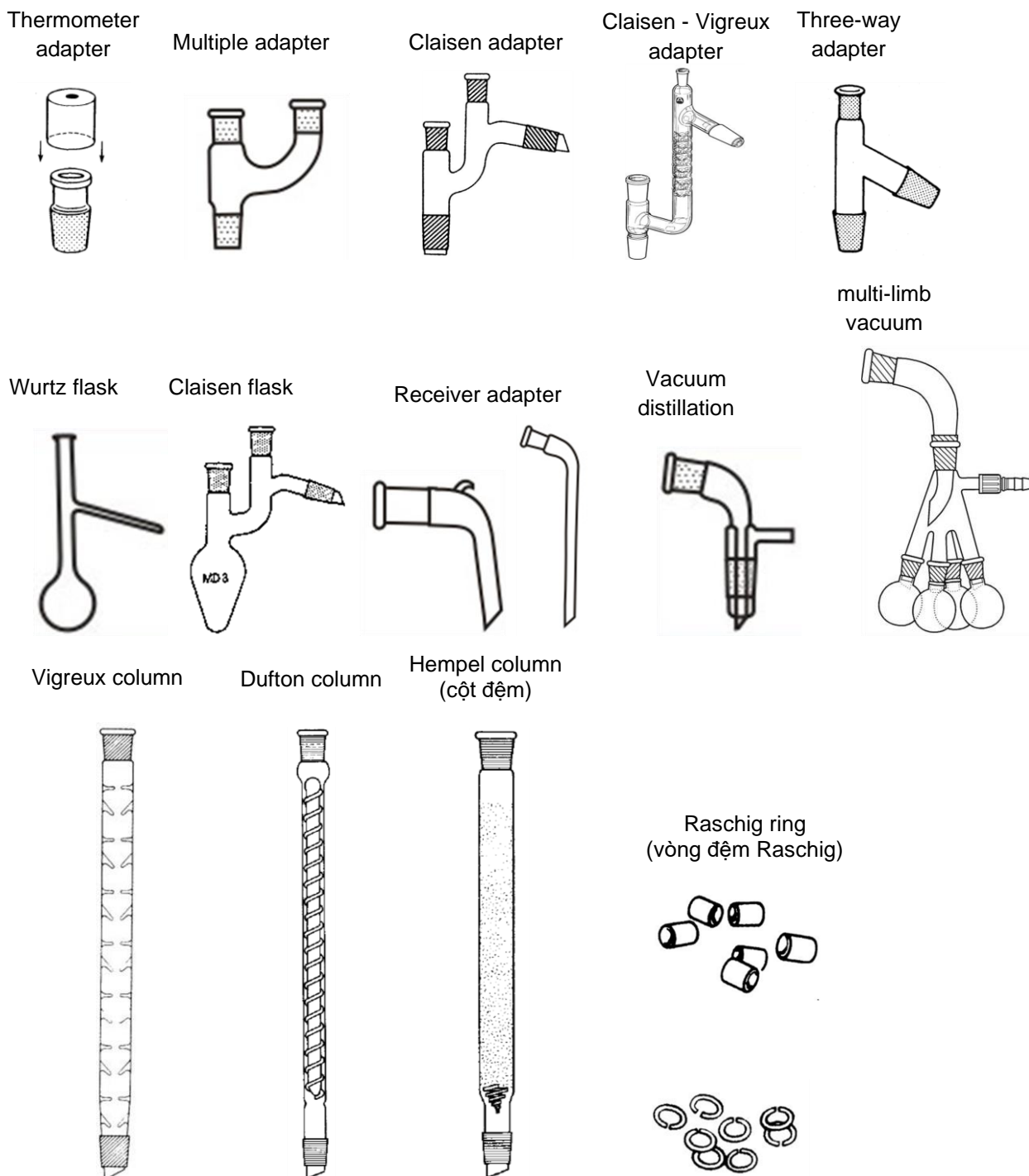
1.4. Các phương pháp tinh chế hợp chất hữu cơ

1.4.1. Chưng cất

Chưng cất là quá trình tách một hỗn hợp lỏng thành các cấu tử riêng biệt dựa vào độ bay hơi khác nhau của cấu tử trong hỗn hợp. Ở cùng một nhiệt độ thì cấu tử nào có áp suất hơi lớn hơn sẽ dễ bay hơi hơn, hay ở cùng một áp suất cấu tử nào có nhiệt độ sôi thấp hơn sẽ dễ bay hơi hơn.

Trong thực tế thường sử dụng các phương pháp chưng cất sau đây:

- Chưng cất đơn giản (simple distillation)
- Chưng cất chân không (vacuum distillation)
- Chưng cất phân đoạn (fractional distillation)
- Chưng cất lôi cuốn hơi nước (steam distillation): chưng cất lôi cuốn hơi nước trực tiếp (internal steam distillation), chưng cất lôi cuốn hơi nước gián tiếp (external steam distillation)

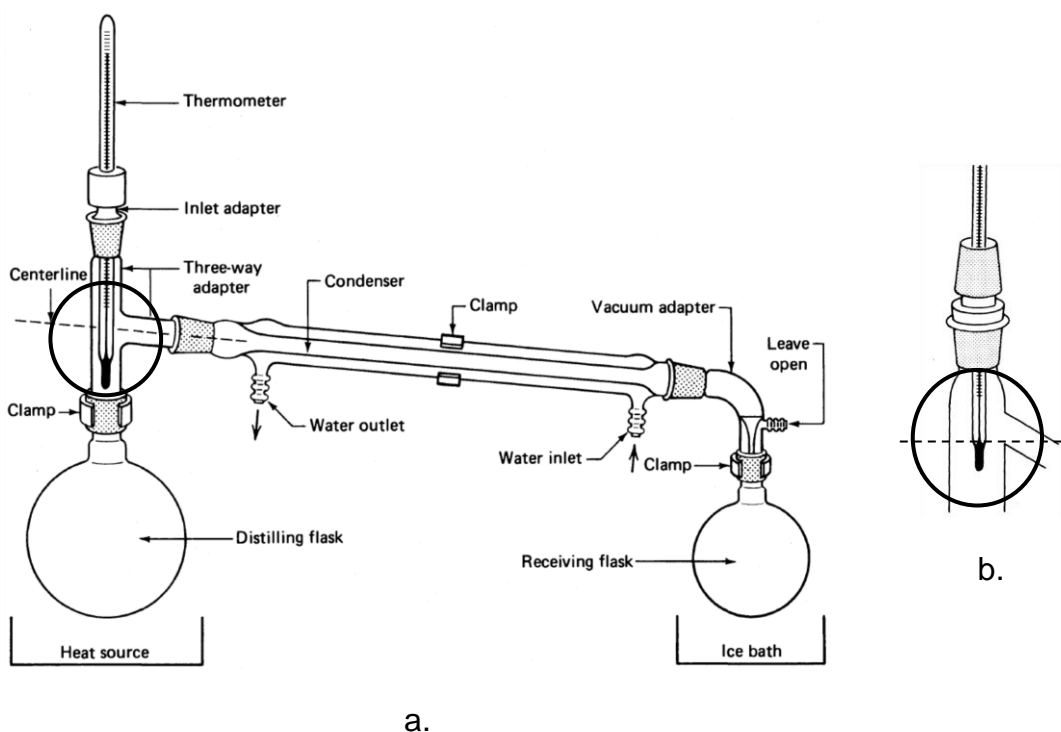


Hình 1.14: Các dụng cụ thủy tinh dùng trong chưng cất

Chưng cất đơn giản

Chưng cất đơn giản được dùng phân riêng các cấu tử có nhiệt độ sôi dưới 150°C (ở 1 atm). Điều kiện chưng cất thường:

- Các cấu tử trong hỗn hợp đem chưng cất phải tan lẫn hoàn toàn vào nhau.
- Chênh lệch nhiệt độ sôi (ở 1 atm) giữa cấu tử cần phân riêng với các cấu tử khác phải lớn hơn 25°C .
- Các cấu tử không bị phân huỷ ở nhiệt độ sôi.



Hình 1.15:

- a. Hệ thống chưng cất đơn giản
b. Vị trí nhiệt kế

Các bước tiến hành chưng cất đơn giản

1. Rót dung dịch cần chưng cất vào bình cầu (dung dịch không chiếm quá $\frac{1}{2}$ thể tích bình), cho vào bình cầu 2-4 viên **đá bọt** giúp điều hoà sự sôi.
2. Lắp hệ thống như hình 1.15.a. (lắp hệ thống từ trái qua phải và từ dưới lên trên).

Lưu ý:

- Vị trí nhiệt kế: nhiệt kế được lắp sao cho toàn bộ bầu nhiệt kế nằm ngay dưới nhánh chạc 3 (hình 1.15.b), bầu nhiệt kế không chạm thành dung cụ.

- *Sinh hàn chưng cất (sinh hàn thẳng): được lắp nằm nghiêng dốc về phía bình hứng, nước vào sinh hàn ở vị trí thấp, ra ở vị trí cao; nếu chất lỏng sau chưng cất dễ bay hơi thì bình hứng cần được làm lạnh bằng nước đá. Đối với các chất có nhiệt độ sôi dưới 180°C, dùng sinh hàn nước; các chất có nhiệt độ sôi cao hơn 180°C, dùng sinh hàn không khí; các chất có nhiệt độ sôi cao hơn 200°C không cần sinh hàn.*
 - *Vacuum adapter cần được để hở tránh sự gia tăng áp suất làm phá vỡ hệ thống.*
 - *Nguồn nhiệt: đối với các dung dịch dễ bay hơi, dễ cháy thì cần phải chọn nguồn nhiệt thích hợp như đun cách thủy, cách dầu bằng bếp điện kín, sử dụng bếp cách cát.*
3. Kiểm tra lại hệ thống đảm bảo hệ thống được lắp chặt, không bị hở tại các khớp nối.
 4. Thực hiện quá trình chưng cất:
 - Gia nhiệt chậm, chỉnh tốc độ gia nhiệt sao cho tốc độ nhỏ giọt tại bình hứng khoảng 10giọt/phút. Tốc độ này quyết định độ tinh khiết của sản phẩm thu được.
 - Kiểm tra nhiệt độ đo được tại nhiệt kế, khi chưng cất phải có xuất hiện giọt lỏng ngưng tụ ở bầu nhiệt kế. Nếu không xảy ra hiện tượng này thì kiểm tra xem nhiệt cung cấp đã đủ hay chưa hoặc cung cấp nhiệt quá mức.
 - Chọn phân đoạn cần lấy. Ví dụ: muốn chưng lấy 1 chất có nhiệt độ sôi (ở 1atm) là 70°C thì phân đoạn cần lấy là 69-71°C. Với khoảng chênh lệch nhiệt độ là 2 độ thì phân đoạn thu được là khá tinh khiết.
 5. Sau quá trình chưng cất hệ thống cần được làm nguội hoàn toàn trước khi tháo ra. Tháo hệ thống theo thứ tự từ phải qua trái và từ trên xuống dưới (thứ tự ngược lại khi lắp hệ thống).

Trong một số trường hợp, dung dịch chưng cất chứa hỗn hợp đẳng phí. Trường hợp này không thể tách riêng các cấu tử bằng phương pháp chưng cất đơn giản được.

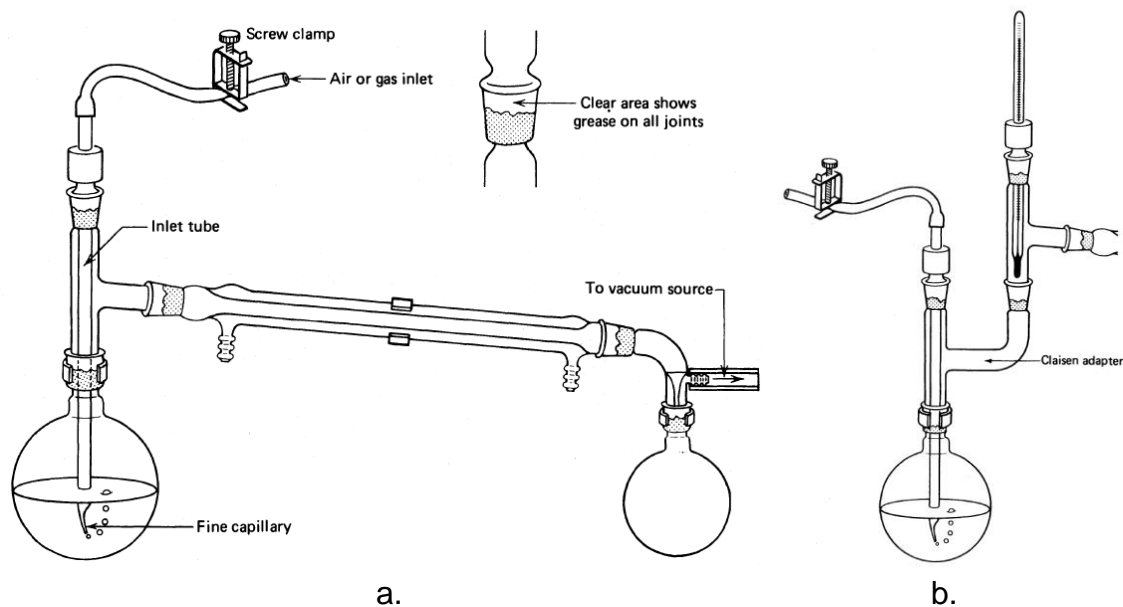
Ví dụ: Ở 1 atm, nước sôi ở 100°C, ethanol sôi ở 78.3°C, nhiệt độ sôi của hỗn hợp là 78.15°C. Hàm lượng của nước trong hỗn hợp là 4.4%.

1.4.1.1. Chưng cất chân không

Chưng cất chân không thường được dùng phân riêng các cấu tử có nhiệt độ sôi lớn hơn 150°C (ở 1 atm). Điều kiện chưng cất chân không:

- Các cấu tử trong hỗn hợp đem chưng cất phải tan lẫn hoàn toàn vào nhau.
- Chênh lệch nhiệt độ sôi (ở 1atm) giữa cấu tử cần phân riêng với các cấu tử khác phải lớn hơn 25°C.
- Nhiệt độ sôi của các cấu tử cần phân riêng lớn hơn 150°C (ở 1 atm).

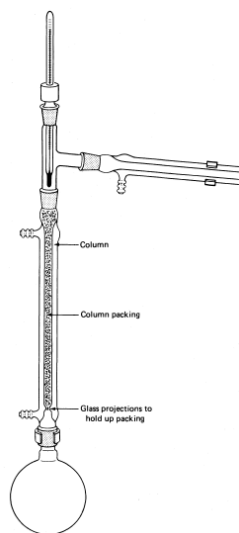
- Các cấu tử trong hỗn hợp đem chưng cất dễ bị phân huỷ tại nhiệt độ sôi của chúng (ở 1 atm).



Hình 1.16

- a. Hệ thống chưng chân không
b. Hệ thống chưng chân không có quan sát nhiệt độ

1.4.1.2. Chưng cất phân đoạn

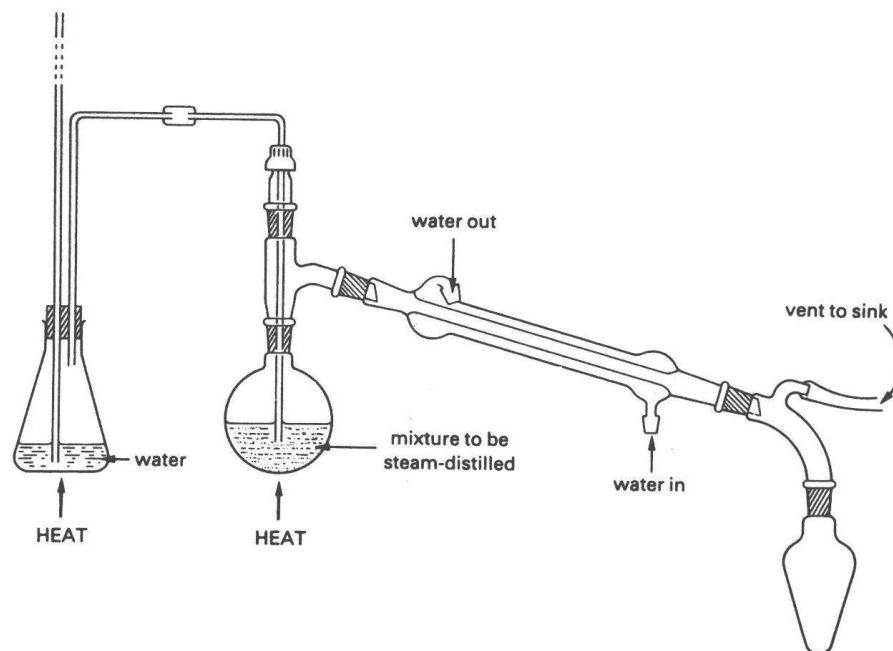


Hình 1.17: Hệ thống chưng cất phân đoạn

Chưng cất phân đoạn dùng phân riêng các cấu tử tan lẫn vào nhau và chênh lệch nhiệt độ sôi giữa cấu tử cần tách và các cấu tử khác nhỏ hơn 25°C (ở 1 atm). Chưng cất phân đoạn là sự tổ hợp liên tiếp những quá trình bay hơi và ngưng tụ trong cột chưng cất phân

đoạn. Bằng cách chưng cất phân đoạn lặp lại nhiều lần, có thể tách riêng các cấu tử lỏng ra riêng biệt ở dạng tinh khiết.

1.4.1.3. Chưng cất lôi cuốn hơi nước



Hình 1.18: Hệ thống chưng cất lôi cuốn hơi nước gián tiếp

Chưng cất lôi cuốn hơi nước được dùng để tách chất hữu cơ không tan (hoặc ít tan) trong nước, không phản ứng với nước, có áp suất hơi đủ lớn (ở 100°C, 1atm).

Khi chưng cất lôi cuốn hơi nước thì nhiệt độ sôi của hỗn hợp thấp hơn nhiệt độ sôi của các cấu tử thành phần và thấp hơn 100°C (nhiệt độ sôi của nước) do đó các chất không bị phân huỷ do nhiệt độ cao. Phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước thường dùng để chưng các chất có nhiệt độ sôi cao như dầu..., các chất dễ bị nhựa hoá, tinh dầu từ thực vật...

Các chất có thể được tách ra khỏi hỗn hợp của nó bằng cách đun trực tiếp hỗn hợp đó với nước (chưng lôi cuốn hơi nước trực tiếp), nước bay hơi sẽ lôi cuốn nó theo và được làm lạnh ngưng tụ lại; hoặc là dẫn hơi nước vào hỗn hợp đó (chưng lôi cuốn hơi nước gián tiếp), hơi sẽ lôi cuốn chất ra, sau đó hơi được làm lạnh ngưng tụ lại. Sản phẩm của quá trình chưng cất lôi cuốn hơi nước là hỗn hợp không tan lẫn vào nhau của nước và các chất hữu cơ kỵ nước, chiết lấy lớp chất hữu cơ kỵ nước chứa các cấu tử cần tách.

1.4.2. Kết tinh lại

Kết tinh lại là phương pháp thông dụng để tinh chế các chất rắn. Kỹ thuật kết tinh lại được dùng tùy thuộc vào độ tan của chất, chất bản trong các dung môi khác nhau theo nhiệt độ và độ tinh khiết của hỗn hợp đem kết tinh.

Điều quan trọng trong kết tinh là phải lựa chọn được dung môi thích hợp. Dung môi được chọn phải đáp ứng yêu cầu sau:

- Hoà tan được các chất ở nhiệt độ cao (nhiệt độ sôi của dung môi).
- Không hoà tan các chất ở nhiệt độ thấp (thấp hơn nhiệt độ phòng).
- Ở nhiệt độ thấp, dung môi phải hoà tan hoàn toàn các chất bản hoặc giữ các chất bản kết tinh chậm hơn chất cần làm tinh.
- Dung môi không phản ứng hoá học với chất tan, dung môi được chọn có nhiệt độ sôi thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của chất rắn khoảng 10-15°C.

Các chất phân cực dễ tan trong dung môi phân cực; các chất không phân cực dễ tan trong dung môi không phân cực. Do đó dựa vào cấu trúc, độ phân cực của các chất và độ phân cực của dung môi có thể dự đoán sơ bộ các dung môi cần dùng cho quá trình kết tinh.

Độ phân cực của dung môi thay đổi theo thứ tự sau: hexane < cyclohexane < tetrachloromethane < toluene < benzene < diethyl ether < dichloromethane < chloroform < ethylacetate < acetone < ethanol < methanol < nước.

Để tìm dung môi thích hợp, ta có thể tra cứu thông tin về độ tan các chất trong sổ tay hoá lý. Để thuận tiện cho quá trình kết tinh lại, dung môi được chọn thường có khả năng hoà tan cấu tử cần tinh chế ở nhiệt độ sôi của dung môi cao gấp năm lần so với độ tan của cấu tử đó ở nhiệt độ phòng. Tuy nhiên, rất nhiều trường hợp không thể tra cứu được những thông tin về độ tan của các chất trong các dung môi khác nhau theo nhiệt độ. Trong trường hợp đó, người ta lựa chọn dung môi thích hợp dựa vào một số thí nghiệm như sau:

Lựa chọn dung môi thích hợp bằng thực nghiệm

1. Cân 0.1g chất rắn cho ống nghiệm.
2. Thêm 3ml dung môi (dung môi cần kiểm tra độ tan) và lắc mạnh.
3. Nếu hỗn hợp rắn tan hoàn toàn ở nhiệt độ phòng, thì dung môi này không thích hợp dùng trong quá trình kết tinh lại.
4. Nếu hỗn hợp rắn không hoà tan hoặc hoà tan rất ít, tiến hành đun nóng (gần hoặc đến nhiệt độ sôi của dung môi) và lắc mạnh ống nghiệm. Nếu hỗn hợp rắn không bị hoà tan, dung môi này không thích hợp làm dung môi kết tinh lại.
5. Nếu dung môi có khả năng hoà tan hỗn hợp rắn ở nhiệt độ cao và không hoà tan ở nhiệt độ phòng, dung môi này thích hợp dùng cho quá trình kết tinh lại. Tiến hành thí nghiệm kiểm tra.
6. Đặt ống nghiệm trên vào bể nước đá (~5°C)
 - Nếu xuất hiện kết tinh thì đây là dung môi thích hợp cho quá trình kết tinh lại.

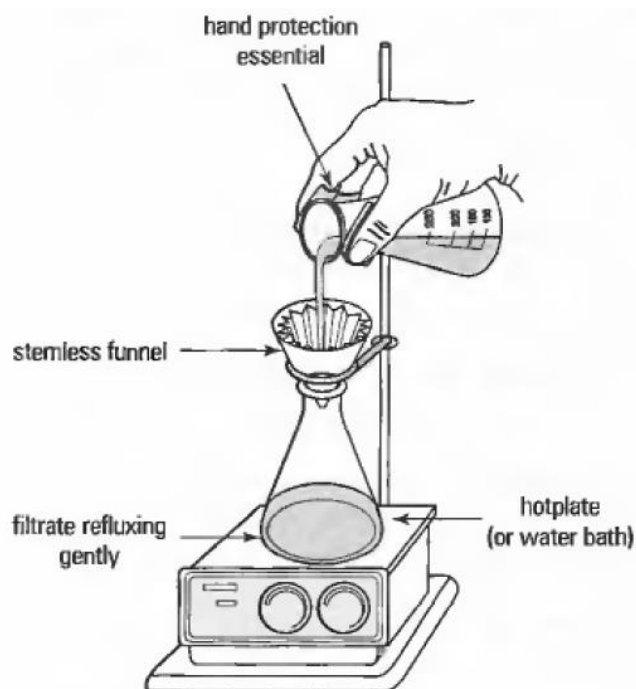
- Nếu không xuất hiện kết tinh, dùng thìa khuấy nhẹ vào thành ống nghiệm. Nếu vẫn không kết tinh, tiến hành lặp lại bước 01 với dung môi khác thích hợp hơn.
7. Trong trường hợp không chọn được dung môi đơn thích hợp, thì phải dùng hệ hai hay nhiều dung môi.
- Ví dụ: ở nhiệt độ phòng, hỗn hợp rắn cần kết tinh hoà tan hoàn toàn trong ethanol, không hoà tan trong nước (nước và ethanol tan vô hạn vào nhau) thì hệ nước và ethanol có thể là hệ dung môi thích hợp cho kết tinh lại.*

Kỹ thuật kết tinh lại với dung môi đơn

1. Cân và cho hỗn hợp rắn cần kết tinh lại vào bình tam giác (không dùng beaker). Bình tam giác thích hợp có kích thước sao cho thể tích dung môi cần dùng không chiếm quá $\frac{1}{4}$ thể tích bình.
2. Đun nóng dung môi (dung môi dễ cháy nên được đun nóng bằng bể cách thủy trên bếp điện kín).
3. Thêm từ từ dung môi nóng vào bình tam giác (lắc đồng thời) cho đến khi hỗn hợp rắn vừa tan hoàn toàn. Nếu trong quá trình hoà tan có xuất hiện lớp dầu, cần thêm dung môi tiếp và đun cho tan hết lớp dầu. Vì dung môi nóng dễ bay hơi nên cần cho thêm một lượng dư dung môi nóng (5-10ml) để giữ cho hỗn hợp rắn hoà tan hoàn toàn.
4. Nếu dung dịch chứa các cặn rắn, các chất không thể hoà tan thì cần tiến hành lọc nóng.
5. Nếu dung dịch lẫn các chất tạp mang màu có thể dùng 1-2% than hoạt tính để khử màu.

Các bước khử màu

- Làm nguội dung dịch, tránh dung dịch sôi bùng khi cho than hoạt tính vào.
- Thêm than hoạt tính vào dung dịch cần khử màu. Đun sôi, khuấy trong 3-5 phút. Tiến hành lọc nóng để loại các tạp chất không tan, ta có dung dịch trong suốt. Giai đoạn lọc nóng cần phải thao tác nhanh, tránh các chất rắn kết tinh khi lọc. **Lưu ý:** khi lọc nóng phải dùng phễu thủy tinh cuống ngắn, tránh sự kết tinh ở cuống phễu (hình 1.4b,e. hình 1.19).



Hình 1.19: Hệ thống lọc nóng

6. Làm lạnh từ từ dung dịch bằng bể nước đá. Tinh thể sẽ xuất hiện. Trường hợp làm lạnh hỗn hợp 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.

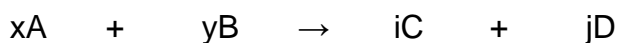
Kỹ thuật kết tinh lại với hệ 2 hay nhiều dung môi

1. Gọi dung môi 1 là dung môi hoà tan hoàn toàn chất rắn, dung môi 2 là dung môi không hoà tan chất rắn.
2. Hoà tan chất rắn bằng dung môi 1 nóng. Đối với các dung môi dễ bay hơi, dễ cháy, độc hại như methanol, chloroform... thì không nên hoà tan ở nhiệt độ sôi của dung môi.
3. Thêm từ từ dung môi 2 nóng vào dung dịch cho đến khi dung dịch bắt đầu xuất hiện các hạt nhỏ li ti. Cho thêm một ít dung dịch 1 nóng cho đến khi dung dịch trong suốt trở lại.
4. Làm lạnh kết tinh. Sau đó lọc, làm khan.

Hỗn hợp dung môi thường dùng: ethanol-nước, methanol-nước, ethylacetate-dichloromethan... Hỗn hợp dung môi có thể gồm hai hoặc ba dung môi nhưng phải hoà tan lẫn nhau hoàn toàn.

1.5. Cách tính hiệu suất phản ứng

Tính lượng sản phẩm tạo thành theo lý thuyết:



Gọi: M_A , M_B , M_C lần lượt là khối lượng phân tử của các chất A, B, C

Hàm lượng lý thuyết chất C được tạo thành tính theo chất A là:

$$m = \frac{i M_C}{x M_A} \times a \quad (1.2)$$

Trong đó: a là số mol chất A đem phản ứng.

Trong phản ứng hoá học hữu cơ để tăng hiệu suất, người ta thường cho dư một trong hai chất tham gia phản ứng. Chất tham gia phản ứng được cho dư phải là chất rẻ hơn, chất dễ bị loại sau phản ứng, vì vậy việc tính hiệu suất phải được tính theo chất tham gia phản ứng ít hơn. Nếu chất B cho thừa theo lý thuyết thì tính hiệu suất theo chất A và ngược lại.

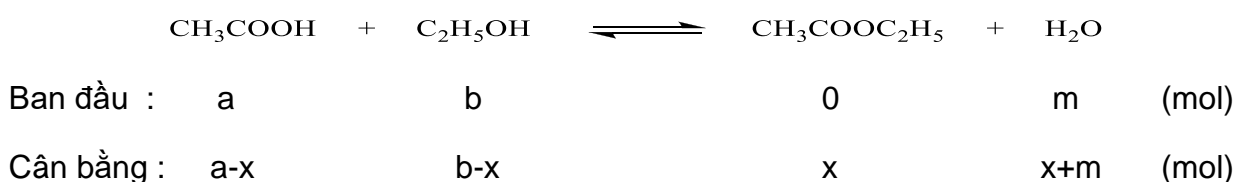
$$\text{Hiệu suất phản ứng tính theo \%} = \frac{m'}{m} \times 100\% \quad (1.3)$$

Trong đó: m – khối lượng tính theo lý thuyết

m' – khối lượng nhận được bằng thực nghiệm

Trường hợp các phản ứng hữu cơ thuận nghịch có hiệu suất không cao, hiệu suất chính xác phải tính như sau:

Thí dụ: phản ứng ester hoá



$$K = \frac{x(x+m)}{(a-x)(b-x)} = 4.1 \quad (1.4)$$

$$\text{Hiệu suất phản ứng tính theo \%} = \frac{x'}{x} \times 100\% \quad (1.5)$$

Trong đó: K – hằng số cân bằng của phản ứng

m, a, b – số mol nước, acetic acid, nước ban đầu

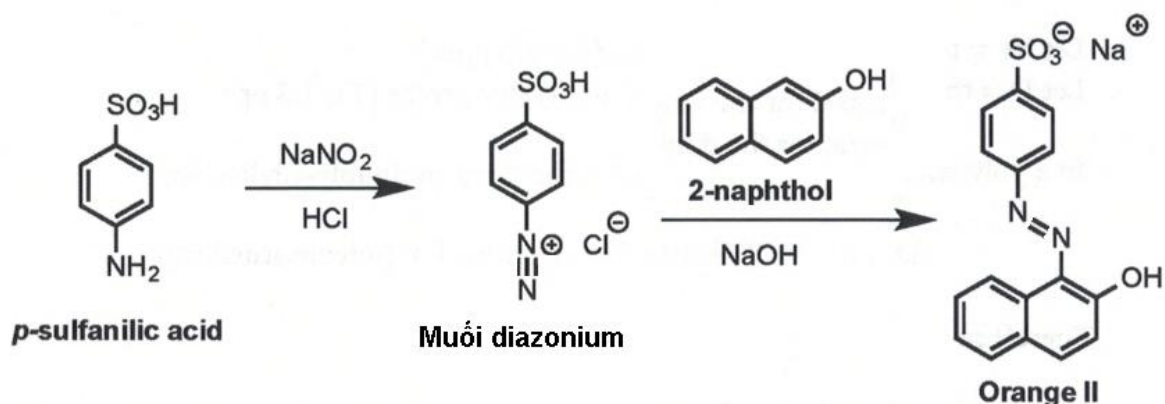
x – số mol ester tạo thành theo lý thuyết

x' – số mol ester thu được từ thực nghiệm.

Bài 2 - Tổng hợp β -naphthol da cam

GIỚI THIỆU

β -Naphthol da cam (CTPT: $\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$, tên IUPAC: sodium 4-[(2E)-2-(2-oxonaphthalen-1-ylidene)hydrazinyl]benzenesulfonate, tên gọi khác: acid orange 7, Orange II, CI 15110) là thuốc nhuộm thuộc họ azo thường được sử dụng để nhuộm sợi len. Đây là tinh thể màu cam sáng, nóng chảy ở 164°C , tan tốt trong nước (116 g/l ở 25°C). β -Naphthol da cam được tổng hợp bằng phản ứng ghép đôi azo giữa β -naphthol và muối diazonium của sulfanilic acid (đọc chi tiết ở trang 57-64 và 76-88, sách “Kỹ thuật thực hành tổng hợp hữu cơ”).



Hình 1. Quy trình tổng hợp β -naphthol da cam từ sulfanilic acid.

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Sulfanilic acid	2 g
2	β -Naphthol	1.4 g
3	HCl đậm đặc	2.5 ml
4	NaOH 2N	5 ml
5	NaOH 5%	16 ml
6	NaNO_2	1 g

7	NaCl	5 g
---	------	-----

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Beaker - 100 ml	3
2	Ống đong - 5 ml	1
3	Ống đong - 10 ml	1
4	Phễu lọc sứ	1
5	Đũa khuấy	2
6	Nhiệt kế 100 °C trong hộp	1
7	Muỗng inox	1
8	Bình lọc chân không - 250 ml	1
9	Bể nhựa điều nhiệt	2

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Chuẩn bị hỗn hợp sinh hàn cho phản ứng xảy ra ở nhiệt độ thấp
- Thực hiện các phản ứng nối tiếp nhau
- Kiểm soát phản ứng bằng cách điều chỉnh pH của hệ

Quy trình thí nghiệm

- Hòa tan sulfanilic acid trong beaker bằng 5 ml dung dịch NaOH 2 N.
- Hòa tan NaNO₂ trong một beaker khác bằng 10 ml nước, rồi thêm 2/3 dung dịch này vào dung dịch sodium sulfanilate ở trên.
- Làm lạnh hỗn hợp đến khoảng 0 °C bằng hỗn hợp đá-muối, thêm từ từ 1.5 ml HCl vào và vẫn giữ ở nhiệt độ thấp. Khuấy đều trong 5 phút rồi thêm từ từ 1 ml HCl, sau đó thêm từ từ lượng NaNO₂ còn lại. Kiểm tra pH của hệ phản ứng bằng giấy đo pH. Các tinh thể của muối diazonium sẽ bắt đầu xuất hiện. Tiếp tục khuấy và duy trì nhiệt độ thấp cho hỗn hợp này.

- Hòa tan β -naphthol trong dung dịch NaOH 5%. Làm lạnh dung dịch thu được cho đến khi đạt khoảng 0 °C.
- Rót hỗn hợp chứa muối diazonium vào dung dịch chứa β -naphthol. Tiếp tục khuấy thêm 30 phút rồi cho NaCl vào, khuấy trong 5 phút. Ngâm beaker chứa sản phẩm thêm bể đá thêm 1 h.
- Lọc lấy sản phẩm dưới áp suất kém, rửa bằng vài 5 ml nước lạnh và sấy khô ngoài không khí.
- Đánh giá màu sắc sản phẩm sau khi lọc và sau 1 tuần ở điều kiện thường, từ đó dự đoán và giải thích thành phần tạp chất trong sản phẩm.

Bài 3 - Tổng hợp dibenzylideneacetone

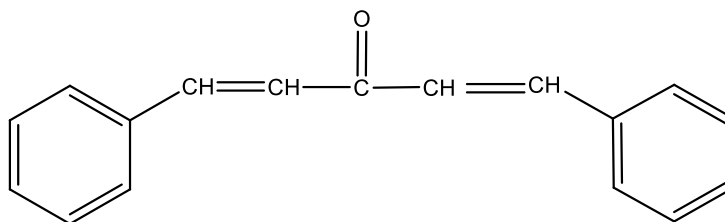
GIỚI THIỆU

Dibenzylideneacetone hay còn được biết với tên thương mại là dibenzalacetone (DBA) là một hợp chất hữu cơ tổng hợp.

CTPT: $C_{17}H_{14}O$, tên IUPAC: 1,5-diphenyl-1,4-pentadien-3-one

Nhiệt độ nóng chảy: 107-113 °C (đồng phân *trans, trans*)

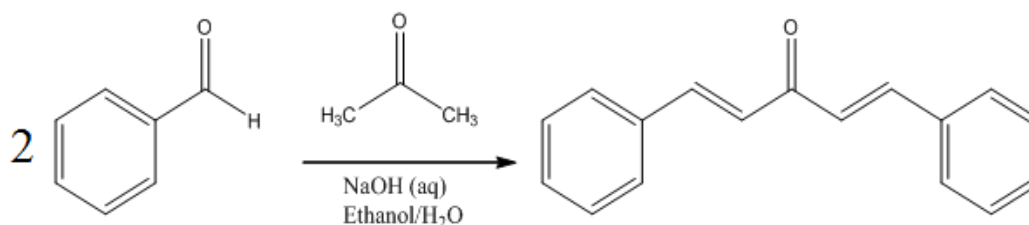
Dibenzalacetone là chất rắn màu vàng nhạt không tan trong nước, tan tốt trong *n*-hexane, toluene, benzene và tan vừa phải trong ethanol, ethyl acetate...



Hình 1. Công thức cấu tạo của DBA.

Với công thức cấu tạo đặc biệt (hình 1), DBA có khả năng hấp thụ tia UV và bảo vệ da khỏi tác hại của ánh nắng mặt trời. Hơn nữa, DBA không gây kích ứng cho da. Do đó, DBA được sử dụng phổ biến trong các sản phẩm chống nắng. Ngoài ra, DBA còn được biết đến như một ligand quan trọng trong lĩnh vực hóa học cơ kim.

Trong quy mô công nghiệp cũng như phòng thí nghiệm, DBA thường được tổng hợp bằng phản ứng ngưng tụ Claisen-Schmidt giữa benzaldehyde và acetone, với xúc tác là dung dịch NaOH (hình 2).



Hình 2. Phản ứng ngưng tụ giữa benzaldehyde và acetone trong dung dịch NaOH.

DBA tạo thành chứa trên 90% đồng phân dạng *trans, trans*. Bên cạnh phản ứng chính nói trên, còn có 1 số phản ứng phụ cạnh tranh bao gồm: phản ứng ngưng tụ aldol của acetone, phản ứng Cannizzaro của benzaldehyde hay chỉ có monobenzalacetone được hình thành ...

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Acetone	1.3 ml
2	Benzaldehyde	3.6 ml
3	NaOH rắn	3.5 g

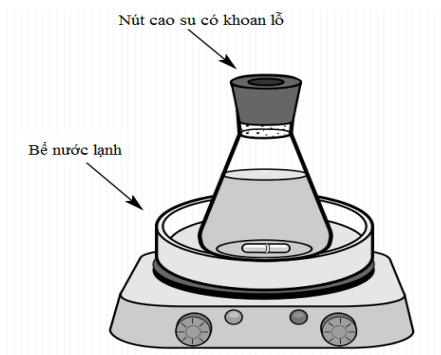
Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Beaker - 10 hoặc 50 ml	1
2	Beaker - 100 ml	1
3	Bình tam giác - 100 ml	1
4	Bình tam giác - 250 ml	1
5	Phễu lọc sứ	1
6	Bình lọc chân không - 250 ml	1
7	Ống đông - 100 ml	1
8	Nhiệt kế trong hộp	1
9	Đũa khuấy	1
10	Muỗng inox	1
11	Cá từ 30 mm trong hộp	1
12	Nút cao su có lỗ	1
13	Bể nhựa điều nhiệt	1
14	Bể kim loại điều nhiệt	1
15	Máy khuấy từ	1
16	Bếp điện	1

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Bảo quản và sử dụng những hóa chất không bền trong không khí hoặc dễ bay hơi ở nhiệt độ phòng
- Tăng độ chọn lọc của phản ứng có nhiều phản ứng cạnh tranh khác
- Rửa sản phẩm hữu cơ rắn để loại những hợp chất không mong muốn
- Kết tinh lại trong dung môi hữu cơ

Quy trình thí nghiệm



Hình 3. Hệ thống phản ứng tổng hợp DBA trong phòng thí nghiệm.

Bài thí nghiệm số 1

- Hòa tan 3.5 g NaOH trong bình tam giác (loại 250 ml) với 35 ml nước và 28 ml ethanol. Khuấy đều và ổn định nhiệt độ trong khoảng 20°C đến 25 °C (Hình 3).
- CBHD lấy 3.6 ml (0.035 mol) benzaldehyde và 1.3 ml (0.0175 mol) acetone vào beaker nhỏ (được làm lạnh trong bể đá), đậy kín lại. Cho một nửa hỗn hợp này vào dung dịch NaOH. Khuấy đều và ổn định nhiệt độ trong khoảng 20°C đến 25°C. Sau 15 phút phản ứng, cho tiếp phần còn lại vào bình tam giác (tráng lại beaker với khoảng 5 ml cồn) và tiếp tục để phản ứng xảy ra thêm 30 phút (vẫn trong khoảng nhiệt độ trên).
- Làm lạnh bình tam giác trong bể đá trong khoảng 15 phút rồi lọc dưới áp suất thấp.
- Phân tán lại sản phẩm rắn vào 150 ml nước trong bình tam giác, khuấy kỹ rồi lọc dưới áp suất thấp, rửa sản phẩm thô bằng nước.
- Sấy khô, cân để ghi nhận khối lượng sản phẩm thô. Lưu lại toàn bộ sản phẩm cho bài thí nghiệm tiếp theo

Bài thí nghiệm số 2

- Cho DBA thô vào bình tam giác (loại 150 ml), kết tinh lại bằng cồn (Đọc kỹ hướng dẫn kết tinh lại đơn dung môi ở Bài 1)
- Lọc dưới áp suất thấp, rửa tinh thể DBA bằng một ít cồn lạnh.
- Trích một ít sản phẩm, sấy khô nhanh rồi đo T_{nc}
- Sấy khô phần còn lại trong một tuần ở nhiệt độ phòng, cân và tính hiệu suất.

Bài 4 - Tổng hợp benzoic acid

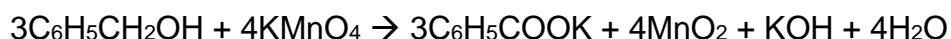
GIỚI THIỆU

Benzoic acid là carboxylic acid thơm đơn giản nhất và có thể được tìm thấy trong thực vật như một hợp chất trung gian của quá trình sinh tổng hợp các hợp chất chuyển hóa thứ cấp. Benzoic acid là tiền chất quan trọng trong công nghiệp hóa học để tổng hợp nhiều hợp chất hữu cơ khác. Đặc biệt, acid này và muối của nó, như sodium benzoate, được sử dụng phổ biến làm chất bảo quản thực phẩm nhờ khả năng kìm hãm sự phát triển của vi khuẩn và nấm (được kí hiệu lần lượt E210 và E211 trong thực phẩm)

Benzoic acid có dạng tinh thể không màu, tan tốt trong hầu hết các dung môi hữu cơ, nóng chảy ở 122 °C, ít tan trong nước lạnh nhưng tan nhiều trong nước nóng (1.7 và 56.3 g/l lần lượt ở 0 và 100 °C).

Benzoic acid được sản xuất công nghiệp bằng cách oxi hóa không hoàn toàn toluene bởi O₂ được xúc tác bởi muối Co²⁺ hoặc Mn²⁺. Quá trình này sử dụng các nguyên liệu phổ biến, đơn giản và có hiệu suất cao.

Trong phòng thí nghiệm, nhiều phương pháp khác nhau được sử dụng để tổng hợp benzoic acid, ví dụ (i) thủy phân benzonitrile (C₆H₅CN) hoặc benzamide (C₆H₅CONH₂), (ii) oxi hóa benzaldehyde hoặc benzyl alcohol hoặc toluene, (iii) thủy phân kết hợp oxi hóa benzyl chloride, và (iv) carboxyl hóa hợp chất Grignard, phenylmagnesium bromide (C₆H₅MgBr, được tổng hợp từ phenyl bromide).



Hình 1. Phản ứng oxi hóa toluene hoặc benzyl alcohol thành benzoic acid bằng potassium permanganate trong môi trường trung tính.

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Toluene hoặc benzyl alcohol	4 ml
2	KMnO ₄	12 g cho toluene / 9 g cho benzylic alcohol
3	HCl đậm đặc	6 ml

Dụng cụ thí nghiệm

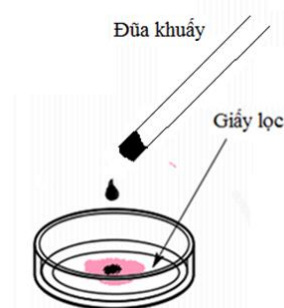
STT	Tên dụng cụ	SL
1	Bình cầu 2 hoặc 3 cổ - 250 ml	1
2	Nút cao su nhỏ	2
3	Sinh hàn bầu + nút cao su	1
4	Cá từ 25 mm trong hộp	1
5	Beaker - 250 ml	2
6	Phễu lọc sứ	1
7	Bình lọc chân không - 250 ml	1
8	Phễu chiết - 250 ml	1
9	Giá đỡ phễu chiết	1
10	Đũa khuấy	1
11	Muỗng inox	1
12	Bể kim loại điều nhiệt chứa cát	1
13	Bể nhựa điều nhiệt	1
14	Pipette nhỏ giọt	1
15	Ống đông - 100 ml	1
16	Ống đông - 10 ml	1
17	Bếp gia nhiệt có khuấy từ	1

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Lắp ráp hệ thống phản ứng đun sôi hoàn lưu
- Đảm bảo an toàn khi làm việc với phản ứng sử dụng chất oxi hóa mạnh
- Theo dõi phản ứng qua màu sắc của hỗn hợp
- Tách chiết hai pha lỏng không tan lẫn

Quy trình thí nghiệm

- Hòa tan KMnO_4 trong bình cầu bằng 70 ml nước. Sau đó, lắp sinh hàn, thêm toluene hoặc benzyl alcohol qua cổ nhỏ bình cầu.
- Dùng nút cao su đậy chặt các cổ nhỏ bình cầu, đun sôi hoàn lưu dưới điều kiện khuấy trộn mạnh. Thực hiện phản ứng trong 2 h đối với toluene và trong 1 h đối với benzyl alcohol.
- Để kết thúc phản ứng, ngừng gia nhiệt nhưng vẫn duy trì khuấy hỗn hợp phản ứng. Sau 10 phút để nhiệt độ hỗn hợp hạ xuống dưới điểm sôi, qua cổ nhỏ bình cầu, nhúng thìa khuấy vào hỗn hợp phản ứng rồi chấm lên giấy lọc.
- Quan sát màu của vành thấm ướt. Nếu xuất hiện màu hồng, thêm khoảng 1 ml ethanol vào hỗn hợp phản ứng qua cổ nhỏ rồi nhanh chóng đậy lại.
- Sau 5 phút, lặp lại thao tác kiểm tra màu cho đến khi vành thấm ướt không có màu. Lưu ý rằng trong suốt quá trình này hỗn hợp phản ứng vẫn được khuấy mạnh.
- Lọc nóng hỗn hợp phản ứng dưới áp suất thấp, rửa kết tủa nâu bằng một ít nước nóng.
- Nếu dung dịch sau khi lọc có váng dầu không tan, sử dụng phễu chiết để loại bỏ pha hữu cơ.
- Cô đặc dung dịch trong beaker 250 ml xuống còn 50 ml (thêm đá bọt để điều hòa sự sôi) sau đó làm nguội về nhiệt độ phòng.
- Acid hóa dung dịch bằng cách thêm từ từ 6 ml dung dịch HCl đậm đặc, đảm bảo pH của dung dịch ≤ 1 (kiểm tra bằng giấy pH).



Hình 2. Phương pháp kiểm tra màu của dung dịch.

- Làm lạnh và lọc dưới áp suất thấp, rửa sản phẩm trên phễu lọc bằng một ít nước lạnh.
- Sấy khô trong không khí, cân tính hiệu suất thô của phản ứng.

Cảnh báo:

- *Đây là thí nghiệm sử dụng chất oxy hóa mạnh và acid HCl đậm đặc, sinh viên phải nghiêm túc chấp hành các quy định an toàn, thực hiện đúng trình tự thí nghiệm và phải báo cáo kịp thời với CBHD khi thấy hiện tượng lạ.*
- *Không được bịt các cổ nhỏ bình cầu bằng màng bọc polymer.*
- *Không được thử màu khi hỗn hợp phản ứng vẫn đang sôi.*
- *Nhanh chóng đẩy nút cao su sau khi thêm ethanol vì phản ứng sau đó xảy ra mãnh liệt, tỏa nhiều nhiệt và có thể gây nguy hiểm.*
- *Sản phẩm thô sau khi được cân tính hiệu suất, phải cho vào bình dán nhãn “BENZOIC ACID THÔ” phục vụ bài thí nghiệm khác.*

Bài 5 - Tổng hợp ethyl acetate

GIỚI THIỆU

Ethyl acetate là một trong những ester phổ biến nhất được sử dụng làm dung môi. Đây là một chất lỏng không màu có mùi dễ chịu và đặc trưng, có nhiệt độ sôi thấp (77 °C), không bền trong acid và base. Ethyl acetate có độ hòa tan thấp trong nước nhưng trộn lẫn tốt với các dung môi hữu cơ khác. Ở áp suất thường, ethyl acetate có thể tạo hỗn hợp đẳng phí với ethanol và nước (đọc thêm trang 48, sách “*Kỹ thuật thực hành tổng hợp hữu cơ*”)

Ethyl acetate được tổng hợp từ acetic acid và ethanol thông qua phản ứng ester hóa. Đây là phản ứng thuận nghịch có thể đạt đến cân bằng sau nhiều ngày. Sự có mặt của acid đóng vai trò xúc tác sẽ giúp rút ngắn thời gian phản ứng.

Bảng 1. Pha đẳng phí chứa ethyl acetate.

Thành phần của hỗn hợp đẳng phí (%khối lượng)	Điểm sôi (°C)
69.2% ethanol + 30.8% ethyl acetate	71.8
7.8% water + 9.0% ethanol + 83.2% ethyl acetate	70.3

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Acetic acid	7.5 ml
2	Ethanol	10.0 ml
3	H ₂ SO ₄ 98%	1 ml

Dụng cụ thí nghiệm

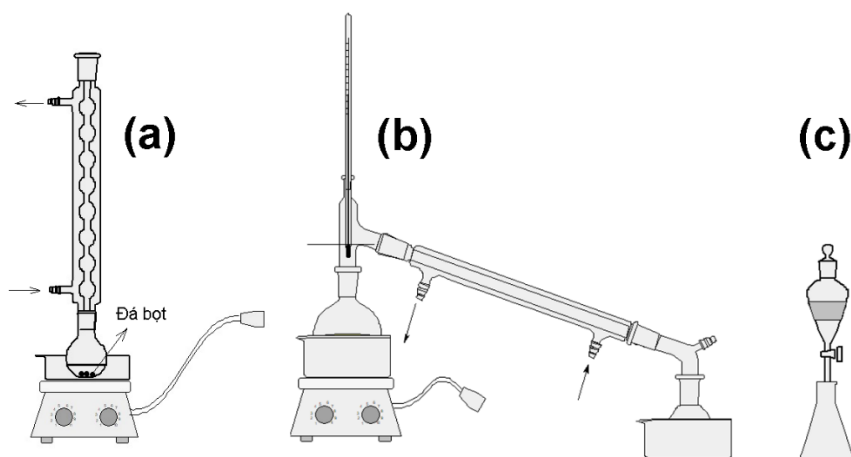
STT	Tên dụng cụ	SL
1	Bình cầu - 100 ml	1
2	Bình chưng cất - 100 ml	1

3	Bình tam giác - 100 ml	3
4	Sinh hàn bầu + Nút cao su	1
5	Sinh hàn thẳng	1
6	Ống đồng - 5 ml	1
7	Ống đồng - 10 ml	2
8	Nhiệt kế 100 °C + Nút cao su	1
9	Phễu chiết - 100 ml	1
10	Giá đỡ phễu chiết	1
11	Phễu đồng	1
12	Bể nhựa điều nhiệt	1
13	Bếp cầu	1

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Lắp ráp hệ thống phản ứng đun sôi hoàn lưu
- Chưng cất đơn giản thu lấy phân đoạn mong muốn
- Rửa acid hữu cơ yếu ra khỏi pha hữu cơ
- Trích ly lỏng-lỏng
- Làm khan chất lỏng chứa nước

Quy trình thí nghiệm



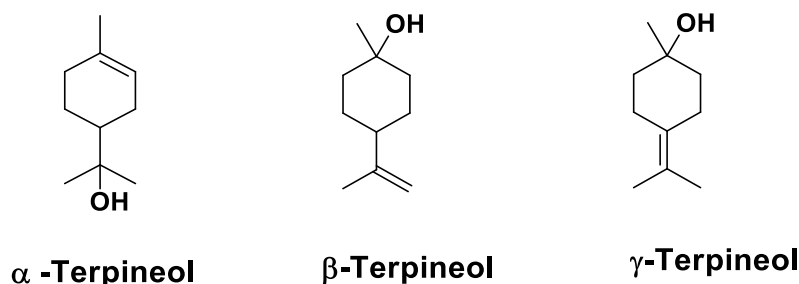
Hình 1. (a) Hệ thống phản ứng đun sôi hoàn lưu, (b) Hệ thống chưng cất đơn giản, (c) Hệ thống trích ly lỏng-lỏng.

- Lần lượt cho acetic acid, ethanol, sulfuric acid vào bình cầu. Lắp sinh hàn, đun sôi hoàn lưu trong 1 h.
- Làm nguội hệ thống, lấy sản phẩm cho vào bình chưng cất. Tiến hành chưng cất chậm thu lấy chất lỏng có nhiệt độ sôi dưới 90 °C.
- Cho sản phẩm chưng cất vào phễu chiết, rửa với 5 ml dung dịch Na_2CO_3 10%. Tách lấy pha hữu cơ, cho vào bình tam giác, làm khan với 1.25 g Na_2SO_4 khan.
- Chưng cất chậm pha hữu cơ, thu lấy chất lỏng ngưng tụ có nhiệt độ sôi dưới 72 °C.

Bài 6 - Tổng hợp terpeneol

GIỚI THIỆU

Terpeneol là hợp chất có nguồn gốc thiên nhiên, có tính sát khuẩn, không gây hại da, không gây kích ứng da và niêm mạc. Terpeneol có mùi thơm dễ chịu của hoa linh lan, tử đinh hương. Terpeneol được tìm thấy trong nhiều nguồn khác nhau như trong tinh dầu thông, tinh dầu trầm...và được sử dụng nhiều rộng rãi ngành trong công nghiệp hóa học (trong dầu thơm, xà bông, thuốc diệt nấm, các sản phẩm tẩy rửa...). Terpeneol thương phẩm là một hỗn hợp của ba đồng phân là α -, β -, và γ -terpeneol, trong đó thành phần chính là α -terpeneol (Hình 1).

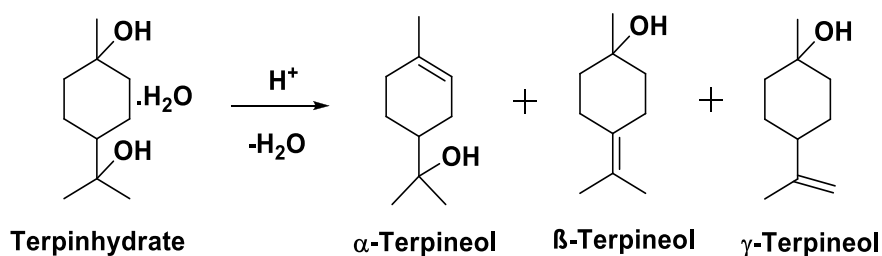


Hình 1. Công thức cấu tạo của các đồng phân của terpeneol.

Terpeneol là chất lỏng nhớt, nhẹ hơn nước, có mùi dễ chịu, không màu, dễ cháy, không tan trong nước, tan tốt trong rượu etylic, ete và các dung môi hữu cơ khác, độ quay quang học: từ $-0^{\circ}10'$ tới $+0^{\circ}10'$, nhiệt độ sôi: $214-224^{\circ}\text{C}$.

Ở nước ta, terpeneol thường được trích ly từ tinh dầu trầm và tinh dầu chanh. Tinh dầu trầm từ nguyên liệu lấy từ Bình Trị Thiên cũ có 31 thành phần trong đó α -terpeneol chiếm 5,44-11,96 % còn trong tinh dầu trầm từ nguyên liệu thu thập ở Long An có chứa 9,8 % α -terpeneol. Tinh dầu vỏ chanh chứa 3,9% terpeneol. Lá bạch đàn trắng trồng ở Việt Nam cũng có chứa trung bình $1,79 \pm 0,46\%$ tinh dầu tính theo nguyên liệu khô tuyệt đối, trong đó α -terpeneol chiếm 1,99%. Ngoài ra trong bạch đậu khấu và long não cũng có chứa terpeneol.

Trong tổng hợp hữu cơ, terpeneol có thể được tổng hợp từ phản ứng hydrat hóa limonene hay được tổng hợp từ phản ứng dehydrat hóa terpin. Terpin thương mại ngâm một phân tử nước gọi là terpinhydrat. Terpin là một glycol terpen không bền nhiệt, trong môi trường acid (H_2SO_4 , HCOOH , phtalic acid, KHSO_4 , ZnCl_2 ...) bị dehydrat hóa tạo thành một hỗn hợp có chứa các đồng phân của terpeneol.



Hình 2. Phản ứng dehydrat hóa terpin thành terpeneol.

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Terpin hydrate	8 g
2	H ₂ SO ₄ 2.5%	64 ml

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Bình cầu 1 cổ - 250 ml	1
2	Bình cầu 1 cổ - 1000 ml	1
3	Sinh hàn bầu + nút cao su	1
4	Sinh hàn thẳng	1
5	Bộ ống dẫn hơi + nút cao su	2
6	Phễu chiết - 250 ml	1
7	Giá đỡ phễu chiết	1
8	Ống đồng - 100 ml	1
9	Ống đồng - 10 ml	1
10	Bình tam giác - 100 ml	1
11	Bể kim loại điều nhiệt chứa cát	2
12	Bếp cầu	2

**Có thể thay đổi linh động tùy điều kiện thí nghiệm*

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Lắp ráp hệ thống phản ứng đun sôi hoàn lưu
- Lắp ráp và đảm bảo an toàn khi làm việc với hệ thống chưng cất lôi cuốn hơi nước
- Tách chiết hai pha lỏng kém tan vào nhau

Quy trình thí nghiệm

- Cho 64 ml dung dịch H_2SO_4 vào bình cầu 250 ml có chứa sẵn 8 g terpin hydrate.
- Lắp sinh hàn, đun sôi hoàn lưu trong 1 h.
- Để nguội, dùng phễu chiết tách lớp hữu cơ và rửa lại bằng nước (2 x 30 ml). **Tuy nhiên, trong bài thí nghiệm này, bỏ qua giai đoạn này, làm nguội hệ thống và đưa thẳng đến giai đoạn chưng cất lôi cuốn hơi nước.**
- Thu lớp hữu cơ, đem chưng cất lôi cuốn hơi nước cho đến khi lớp dầu màu vàng nhạt được lôi cuốn hết.
- Dùng phễu chiết tách terpineol ra khỏi pha lỏng.
- Chú ý: terpineol có thể tạo nhũ với nước, tránh lắc mạnh khi chiết; có thể thêm dung dịch NaCl bão hòa để hạn chế hiện tượng này.

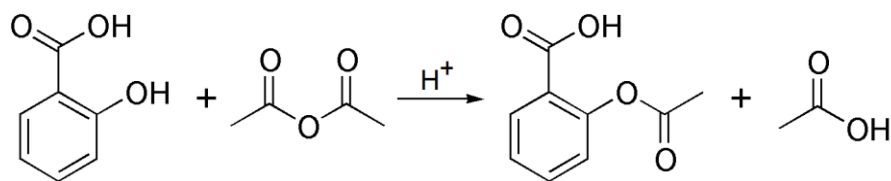
Bài 7 - Tổng hợp aspirin

GIỚI THIỆU

Aspirin một dẫn xuất của acid salicylic, được xếp vào nhóm thuốc chống viêm non-steroid. Aspirin có tác dụng giảm đau, hạ sốt, chống viêm và còn có thể phòng ngừa đau tim và phòng ngừa sự hình thành cục nghẽn trong mạch máu khi sử dụng hàm lượng thấp trong thời gian dài. Tuy nhiên aspirin gây kích ứng mạnh với dạ dày nên được khuyến cáo hạn chế sử dụng với người có bệnh lý liên quan đến dạ dày và hành tá tràng. Ngoài ra, aspirin có thể gây ra hội chứng Reye (ảnh hưởng nghiêm trọng đến não bộ và gan, có thể dẫn đến tử vong nếu không được xử lý kịp thời) cho trẻ em dưới 12 tuổi nếu được sử dụng không theo chỉ định của bác sĩ.

CTPT: $C_9H_8O_4$, tên IUPAC: 2-acetoxybenzoic acid, tên gọi khác: acetylsalicylic acid, nhiệt độ nóng chảy: 138-140 °C. Aspirin là chất rắn màu trắng, ít tan trong nước ở nhiệt độ thấp, tan tốt trong acetone, ethanol, ethyl acetate và những dung môi hữu cơ phân cực khác.

Trong quy mô công nghiệp cũng như phòng thí nghiệm, aspirin được tổng hợp thông qua phản ứng ester hóa giữa salicylic acid và acetic anhydride. Phản ứng xảy ra thuận lợi hơn khi có mặt của một xúc tác acid.



Hình 1. Phản ứng tổng hợp aspirin từ salicylic acid và acetic anhydride.

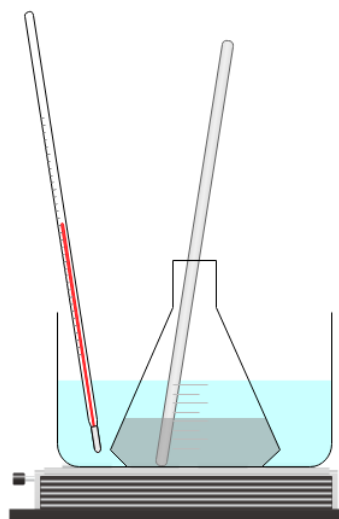
HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Salicylic acid	5 g
2	Acetic anhydride	7 ml
3	H_2SO_4 98%	3 giọt (~ 0.5 ml)

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Bình tam giác - 100 ml	1
2	Beaker - 100 ml	2
3	Bình lọc chân không - 250 ml	1
4	Phễu lọc sứ	1
5	Nhiệt kế 100 °C trong hộp	1
6	Đũa khuấy	1
7	Muỗng inox	1
8	Bể kim loại điều nhiệt	1
9*	Bếp điện	1



Hình 2. Hệ thống phản ứng.

*Có thể thay đổi linh động tùy điều kiện thí nghiệm

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Kiểm soát nhiệt độ hệ phản ứng bằng phương pháp gián tiếp
- Kết tinh lại bằng hỗn hợp hai dung môi

Quy trình thí nghiệm

- Thêm lần lượt salicylic acid, acetic anhydride, sulfuric acid vào bình tam giác 150 ml.
- Đun cách thủy, khuấy đều, duy trì nhiệt độ nước bên ngoài khoảng 65 – 70 °C trong 15 phút (lắc mạnh nếu hệ phản ứng lỏng, sử dụng đũa khuấy nếu hỗn hợp hóa rắn). Làm nguội hệ phản ứng xuống nhiệt độ phòng (vẫn khuấy).
- Thêm 60 ml nước, khuấy thêm 5 phút, làm lạnh và lọc thu lấy sản phẩm thô, rửa sản phẩm trên phễu lọc bằng nước lạnh.
- Hòa tan lại sản phẩm thô bằng cồn nóng trong bình tam giác, sau đó thêm chậm nước nóng vào đến khi hệ vừa đục hoặc xuất hiện tinh thể thì dừng lại. Tiếp tục thêm một ít cồn nóng cho hệ trong suốt trở lại.

-Làm nguội chậm về nhiệt độ phòng rồi làm lạnh trong nước đá, lọc dưới áp suất thấp, rửa sản phẩm trên phễu lọc bằng một ít nước lạnh. Sấy khô, cân tính hiệu suất phản ứng.

Bài 8 - Tổng hợp xà phòng

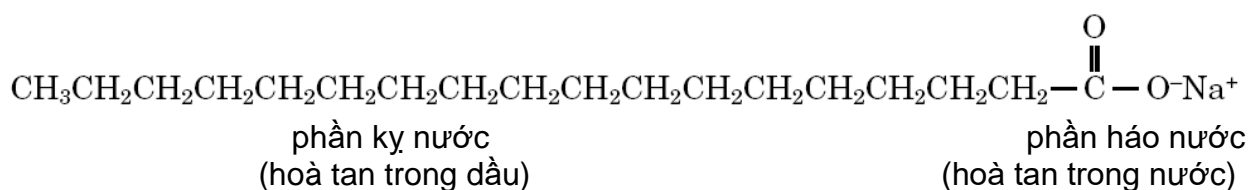
GIỚI THIỆU

Xà phòng (đọc thêm ở trang 54-57 và 88-96, sách “Kỹ thuật thực hành tổng hợp hữu cơ”)

Xà phòng là muối natri hoặc kali của acid béo mạch dài (RCOOH). Mạch carbon dài gây ra đặc tính hoạt động bề mặt của xà phòng thường là mạch $\text{C}_{12} - \text{C}_{18}$. Xà phòng rắn thường là muối natri của acid béo (RCOONa), còn xà phòng lỏng là muối kali với acid béo (RCOOK).

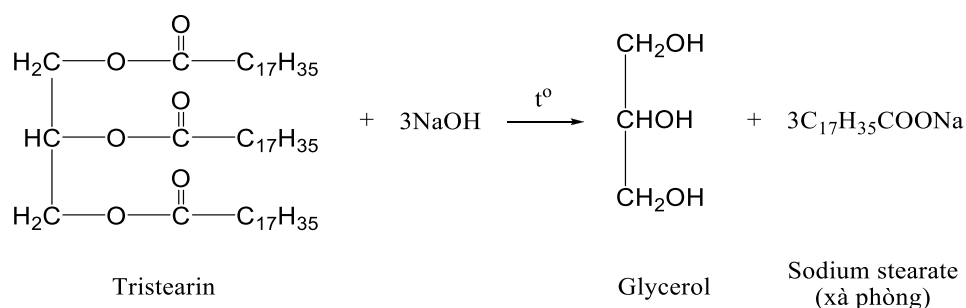
Xà phòng có cấu trúc gồm 2 phần: phần háo nước là nhóm COO^- và phần không phân cực, kỵ nước là gốc R mạch dài.

Ví du: natri stearate



Khi cho dung dịch xà phòng tiếp xúc với một chất lỏng không phân cực, không hoà tan trong nước chẳng hạn vết dầu nhờn, bởi vì những chất không phân cực hoà tan những chất không phân cực và những chất phân cực hoà tan những chất phân cực nên phân tử xà phòng định hướng bề mặt phân chia nhóm háo nước COO^- tới pha nước và gốc kỵ nước R tới pha dầu. Do đó làm giảm sức căng bề mặt chất lỏng và chuyển pha dầu thành những hạt nhỏ phân tán vào dung dịch xà phòng, ở đây xà phòng có tác dụng của chất nhũ tương hoá.

Khi thủy phân các chất béo (triglyceride) như dầu thực vật, mỡ động vật với xúc tác là các base mạnh như KOH, NaOH... sẽ tạo thành glycerol và muối của acid béo mạnh dài (xà phòng).



Hình 1. Phản ứng xà phòng hóa.

Dầu dừa

Dầu dừa được ép từ cùi dừa (Coconucifera). Dầu dừa có tỷ trọng: 0.86-0.90 ở 15 °C.

Nhiệt độ nóng chảy $t_{nc}^{\circ} = 23 - 26^{\circ}\text{C}$, chỉ số xà phòng = 250 – 260, đương lượng xà phòng = 216 – 255, chỉ số iod = 8 – 9, chất không xà phòng hoá chiếm từ 0.1 – 0.3%.

Bảng 1. Thành phần các acid béo trong triglyceride của dầu dừa

STT	Acid béo	Công thức	% khối lượng
1	Caproic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{COOH}$	0.5
2	Caprilic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$	8.0
3	Capric	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{COOH}$	7.0
4	Lauric	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$	48.0
5	Myristic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$	17.0
6	Palmitoleic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	0.2
7	Oleic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	6.0
8	Linoleic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	2.3
9	Palmitic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$	9.0
10	Stearic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	2.0

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Dầu dừa	5 g
2	NaOH 10%	25 ml

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Beaker - 500 ml	1
2	Beaker - 250 ml	2
3	Ống đong - 50 ml	1
4	Phễu lọc sứ	1
5	Bình lọc chân không - 250 ml	1
6	Đũa khuấy	2
7	Muỗng inox	1
8	Ống nghiệm	4
9	Bể kim loại điều nhiệt	1
10*	Bếp điện	1

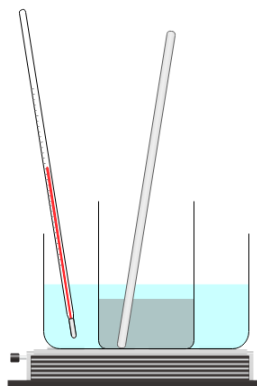
*Có thể thay đổi linh động tùy điều kiện thí nghiệm

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Thực hiện phản ứng giữa hai pha lỏng không tan lẫn vào nhau
- Đánh giá chất lượng sản phẩm được tổng hợp so với sản phẩm thương mại

Quy trình thí nghiệm tổng hợp xà phòng

- Cho 5 g dầu dừa vào cốc 250 ml, sau đó cho từ từ 25 ml NaOH 10% vào dầu dừa. Chuẩn bị hệ thống như hình 2.



Hình 2. Hệ thống phản ứng tổng hợp xà phòng

- Đun cách thuỷ (nhiệt độ bề điều nhiệt ~ 60 °C) và khuấy liên tục trong 1 giờ. Sau đó, thêm vào hỗn hợp phản ứng 80 ml dung dịch NaCl bão hoà (sinh viên tự chuẩn bị), khuấy đều trong 10 phút, để yên về nhiệt độ phòng cho xà phòng tách lớp.
- Lọc chân không qua phễu Buchner thu lấy sản phẩm.
- Lấy một ít sản phẩm mang đi sấy khô nhanh để đánh giá sơ bộ tính chất xà phòng.

Quy trình đánh giá tính chất xà phòng

- Pha dung dịch xà phòng 0.5% khối lượng: cho 0.5 g xà phòng vào cốc 250ml và cho nước đến 100 ml, khuấy đều trong 15 phút.
 - + Dung dịch 1: xà phòng thương mại trong nước thường (hai nhóm thí nghiệm pha chung)
 - + Dung dịch 2: xà phòng được tổng hợp (đã được sấy khô) trong nước thường
 - + Dung dịch 3: xà phòng được tổng hợp (đã được sấy khô) trong dung dịch CaCl_2 5%.
- **Đánh giá pH của dung dịch xà phòng**
 - Sử dụng giấy pH để xác định giá trị pH của dung dịch 1 và dung dịch 2.
- **Khả năng tạo bọt của dung dịch xà phòng**
 - Cho 15 ml mỗi dung dịch trên vào từng ống nghiệm riêng biệt, bịt chặt miệng ống nghiệm và lắc mạnh 30 lần.
 - Đo chiều cao cột bọt của 3 dung dịch trong ống nghiệm sau khi lắc mạnh.
 - So sánh tốc độ giảm cột bọt sau 5 phút để yên.
- **Khả năng tẩy rửa của dung dịch xà phòng (chỉ tiến hành khi giá trị pH của dung dịch xà phòng ~ 9-10)**
 - Sử dụng dung dịch 1 và 2 để rửa 1 vết mực (từ bút lông dầu) trong lòng bàn tay. So sánh khả năng tẩy rửa và cảm giác của da tay sau khi sử dụng.
- **Báo cáo lại các kết quả đánh giá trên và đưa ra giải thích phù hợp.**

Bài 9 – Tinh chế một sản phẩm rắn

KIỆN THỨC CẦN CHUẨN BỊ

- Phần 1.4.2 của bài 1

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Benzoic acid thô	2 g
2	Than hoạt tính	0.02 g
3	Aspirin thô	Được cung cấp
4	Aspirin sau khi kết tinh lại	

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Ống Thiele	1
2	Đèn cồn	1
3	Beaker - 250 ml	1
4	Bình tam giác - 150 ml	2
5	Phễu lọc sủ	1
6	Bình lọc chân không - 250 ml	1
7	Phễu lọc đuôi ngắn	1
8	Giá đỡ phễu lọc	1
9	Nhiệt kế 250 °C và nút cao su trong hộp	1

10	Đũa khuấy	1
11	Muỗng inox	1
12	Bể nhựa điều nhiệt	1
13	Bể kim loại điều nhiệt chứa cát	1
14	Kính lúp trong hộp	1
15	Bật lửa	1
16	<i>Bếp điện</i>	<i>1</i>

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Đo nhiệt độ nóng chảy bằng ống Thiele
- Bảo quản nhiệt kế thủy ngân và xử lý sự cố liên quan đến thủy ngân
- Khử màu, lọc nóng và kết tinh lại một sản phẩm hữu cơ rắn trong nước

Quy trình thí nghiệm

Phần 1. Kết tinh lại benzoic acid trong nước

B1. Hòa tan benzoic acid thô bằng một lượng nước sôi tối thiểu trong bình tam giác 150 ml, thu được dung dịch A.

B2. Nếu dung dịch A không màu, không có chất rắn không tan, đi đến B8. Nếu dung dịch không màu, có chất rắn không tan, đi đến B6. Nếu dung dịch có màu, đi đến B3.

B3. Đánh dấu thể tích của dung dịch trên thành bình tam giác.

B4. Thêm khoảng 10 ml nước sôi vào dung dịch A, sau đó nhấc bình tam giác khỏi bếp đến khi hệ ngừng sôi.

B5. Thêm 0.02 g than hoạt tính vào dung dịch A. Đun sôi và khuấy đều hỗn hợp trong khoảng 5 phút.

B6. Chuẩn bị hệ thống lọc trọng lực sử dụng phễu lọc đuôi ngắn. Phễu được đặt ngay trên bình tam giác có chứa sẵn một ít nước sôi và đá bọt. bình tam giác được đặt trên bếp điện để duy trì sự sôi và làm nóng phễu lọc (Hình 1.19, Bài 1).

B7. Tiến hành lọc nóng (thực hiện nhanh) và rửa chất rắn trên giấy lọc bằng một ít nước nóng.

B8. Cô cạn dung dịch thu được đến thể tích đã đánh dấu và làm nguội bình tam giác, những tinh thể benzoic acid hình kim sẽ xuất hiện.

B9. Làm lạnh và tiến hành lọc thu lấy sản phẩm dưới áp suất kém. Rửa tinh thể sản phẩm với một ít nước lạnh.

B10. Trích một ít tinh thể, bỏ vào giấy lọc mới, kẹp lại, làm khô bằng máy sấy để thực hiện Phần 2.

B10. Sấy khô toàn bộ sản phẩm còn lại trong không khí, cân, tính hiệu suất kết tinh lại.

B11. Thu hồi benzoic acid được kết tinh lại vào bình chứa được chỉ định.

B12. Giải thích mục đích của từng bước kể trên trong báo cáo thí nghiệm. Nhận xét về hình thái và màu sắc sản phẩm trước và sau khi thực hiện Phần 1.

Phần 2. Đo nhiệt độ nóng chảy các hợp chất hữu cơ rắn (Hình 1)

B1. Đưa mẫu vào ống mao quản sao cho chiều cao của mẫu đạt khoảng 2-3 mm.

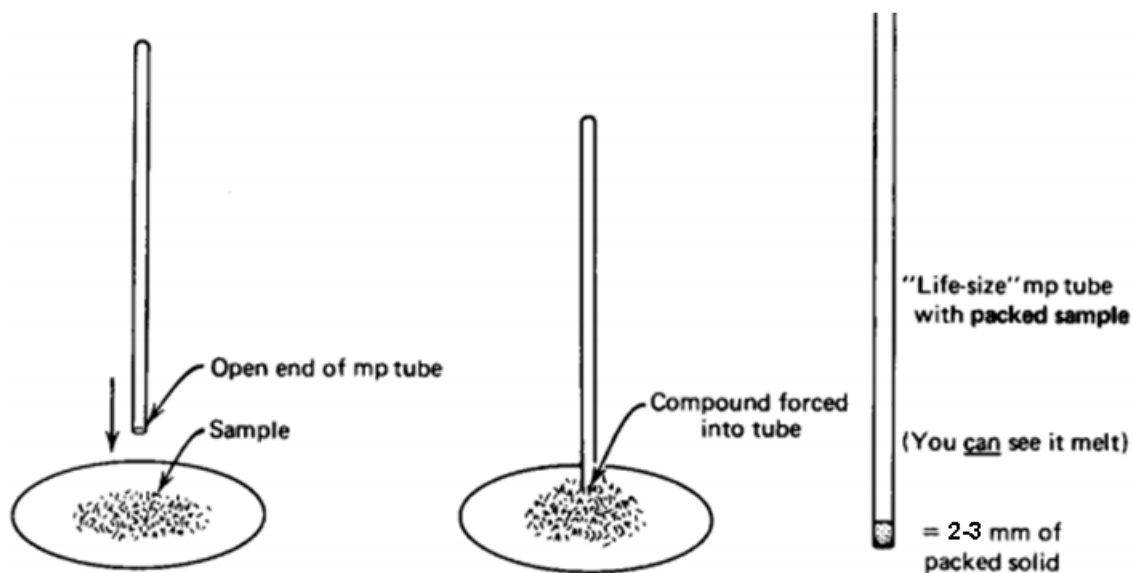
B2. Lắp ráp hệ thống như hình 1, gia nhiệt chậm trên đèn cồn (~ 5 °C/phút).

B3. Quan sát và ghi lại khoảng nhiệt độ chất rắn bắt đầu nóng chảy đến khi nóng chảy hoàn toàn.

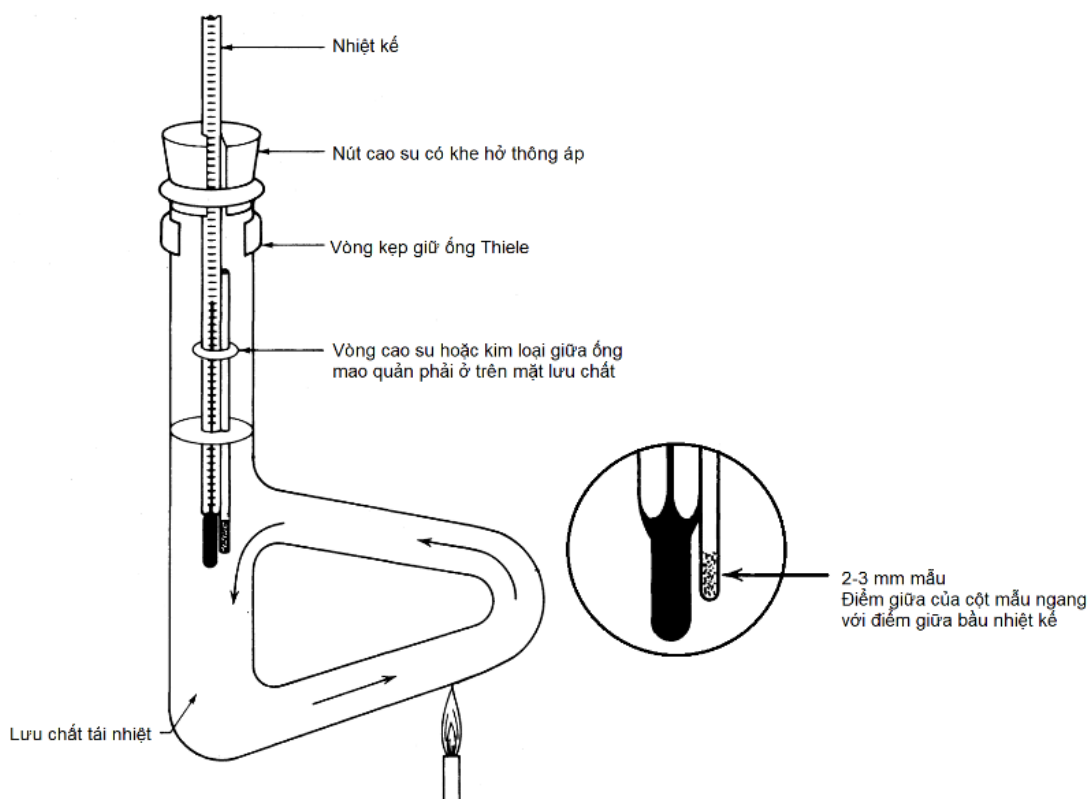
B4. Ngưng gia nhiệt, để nguội và thay ống mao quản chứa chất khác cho lần đo tiếp theo.

B4. Lần lượt đo nhiệt độ nóng chảy của aspirin thô, aspirin được kết tinh lại, và benzoic acid được kết tinh lại.

B5. So sánh kết quả giữa hai mẫu aspirin, so sánh với giá trị chuẩn, giải thích và đánh giá về độ tinh khiết của sản phẩm trong báo cáo thí nghiệm.



Hình 1. Đưa mẫu vào ống mao quản.



Hình 2. Đo nhiệt độ nóng chảy với ống Thiele.

Bài 10 – Các kỹ thuật phân tách pha lỏng

KIẾN THỨC CẦN CHUẨN BỊ

Phần 1.3.2, 1.3.5, và 1.4.1 của bài 1

HƯỚNG DẪN THÍ NGHIỆM

Hóa chất chính

STT	Hóa chất	Lượng cần dùng
1	Hỗn hợp cyclohexane và acetic acid	15 ml

Dụng cụ thí nghiệm

STT	Tên dụng cụ	SL
1	Bình chưng cất - 100 ml	1
2	Bình tam giác - 100 ml	3
3	Sinh hàn thẳng	1
4	Ống đông - 10 ml	2
5	Nhiệt kế 100 °C + Nút cao su	1
6	Phễu chiết - 100 ml	1
7	Giá đỡ phễu chiết	1
8	Phễu đông	
9	Bể kim loại điều nhiệt	1
10	Bể nhựa điều nhiệt	1
11	Bếp điện	1

Kỹ năng cần chuẩn bị

- Các kỹ thuật phân tách pha lỏng bao gồm: chưng cất, rửa - trích ly, làm khan

- **Phương pháp phá điểm đẳng phí của hệ 2 cấu tử**

Quy trình thí nghiệm

- Biết rằng cyclohexane và acetic acid tạo hỗn hợp đẳng phí ($t_s = 78.8\text{ }^{\circ}\text{C}$) với tỷ lệ mol 87 % cyclohexane, lựa chọn phân đoạn phù hợp trong quá trình chưng cất đơn giản để thu lấy cyclohexane từ hỗn hợp cyclohexane và acetic acid.
- Sử dụng giấy pH ướt để xác định thành phần trong phân đoạn thu được sau chưng cất.
- Đề xuất quy trình thích hợp để loại acetic acid từ hỗn hợp đẳng phí.
- Dùng giấy pH xác định lại thành phần pha hữu cơ sau khi đã thực hiện phương pháp trên, từ đó nhận xét hiệu quả của quá trình.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Brian S. Furniss *et al.*, Vogel's Practical Organic Chemistry - 5th edition, Longman Scientific & Technology, **1989**.
2. James W. Zubrick, The Organic Chem Lab Survival Manual: A Student's Guide to Techniques - 8th edition, JohnWiley & Son, **2011**.
3. Steven F. Pedersen and Arlyn M. Yers, Understanding the Principles in Organic Chemistry: A Laboratory Course, Cengage Learning, **2011**.
4. Jerry R. Mohrig *et al.*, Techniques in Organic Chemistry - 3rd edition, W. H. Freeman and Company, **2010**.
5. Donald L. Pavia *et al.*, A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques - 3rd edition, Cengage Learning, **2011**.