

TRƯỜNG ĐẠI HỌC CẦN THƠ
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN



BÀI PHỤC TRÌNH THỰC TẬP

HÓA HỮU CƠ 1

Giảng viên hướng dẫn :

Phạm Bé Nhị

Sinh viên thực hiện : MSSV

Trương Bảo Toàn
2082094

Lê Thị Mỹ Tiên 2082093
Nguyễn Yến Nhi 2082076

Cần Thơ,
2010



Bài 1

XÁC ĐỊNH HẰNG SỐ VẬT LÝ CỦA CÁC HỢP CHẤT HỮU CƠ

I. Mục đích:

Đánh giá độ tinh khiết của hợp chất hữu cơ qua việc xác định các hằng số vật lý như nhiệt độ nóng chảy, nhiệt độ sôi, tỷ trọng và chỉ số khúc xạ (chiết suất), độ quay cực,...

II. Sơ đồ tiến hành thí nghiệm và kết quả:

1. Đo nhiệt độ nóng chảy:

Nhiệt độ nóng chảy của một chất là nhiệt độ mà khi đạt tới ngưỡng đó thì chất chuyển trạng thái từ rắn sang lỏng.

Hóa chất $\xrightarrow{\text{làm khô}}$ $\xrightarrow{\text{tán nhuyễn}}$ cho vào Ống mao quản hơi kín đầu $\xrightarrow{\text{máy xác định}}$ $\xrightarrow{\text{nhiệt độ nóng chảy}}$
 —————> đọc kết quả.

Chất cần xác định	Nhiệt độ bắt đầu nóng chảy °C	Nhiệt độ nóng chảy °C
Urê	129.5	130.8
X	112.2	117.5
Acid benzoic	121.1	125.5

2. Đo nhiệt độ sôi:

Nhiệt độ sôi của một chất là nhiệt độ ứng với thời điểm tại đó một chất chuyển từ trạng thái lỏng sang trạng thái hơi.

Vài giọt chất lỏng cần xác định nhiệt độ sôi $\xrightarrow{\text{Ống nghiệm nhỏ}}$
 cốc thủy tinh có sẵn nước $\xrightarrow{\text{đun}}$ nhúng đầu đo nhiệt độ của máy vào
 chất cần xác định $\xrightarrow{\text{đọc kết quả.}}$

Chất cần xác định	Etanol	Aceton	Chất lỏng Y
Nhiệt độ sôi °C	85	60	78.3

3. Đo tỷ khối:

Cân tỷ khối rỗng đã được rửa sạch và làm khô: **3.152g.**
 Cân tỷ khối khi có nước: **5.051g.**
 Cân tỷ khối khi có Etanol: **4.637g.**
 Cân tỷ khối khi có glycerin: **5.205g.**
 Cân tỷ khối khi có chất lỏng Y: **4.785g.**

Công thức tính tỷ khối tương đối:

$$d = \frac{m_c - m_b}{m_n - m_b}$$

Trong đó:

m_c : khối lượng bình và chất nghiên cứu.

m_b : khối lượng bình rỗng.

m_n : khối lượng bình và nước.

Vậy tỷ khối của các chất là:

$$d_1 = \frac{4.637 - 3.152}{5.051 - 3.152} = 0.78$$

$$d_2 = \frac{5.205 - 3.152}{5.051 - 3.152} = 1.08$$

$$d_3 = \frac{4.785 - 3.152}{5.051 - 3.152} = 0.86$$

Trong đó:

d_1 : tỷ khối của Etanol so với nước.

d_2 : tỷ khối của glycerin so với nước.

d_3 : tỷ khối của chất lỏng Y so với nước.

4. Xác định chỉ số khúc xạ của chất lỏng:

Hai mặt kính khúc xạ kế $\xrightarrow[\text{acetone}]{\text{lau sạch bằng}}$ nhỏ vài giọt chất cần xác định chỉ số

khúc xạ xuống $\xrightarrow{\text{quan sát}}$ phân hai miền sáng tối rõ rệt \longrightarrow đọc kết quả.

Chỉ số khúc xạ của nước: **1.3315**

Chỉ số khúc xạ của dầu dừa: **1.4566**

Thông thường chỉ số khúc xạ được ghi nhận ở 20°C, nên ta phải hiệu chỉnh bằng công thức: $n_{20} = n_t + 0.00045(t - 20)$ để ghi nhận nhiệt độ của chất cần đo.

*Từ chỉ số khúc xạ của nước ta suy ra nhiệt độ của nước như sau:

$$n_{20} = n_t + 0.00045(t - 20)$$

$$\implies 1.333 = 1.3315 + 0.00045(t - 20)$$

$$\implies t = 23.33^\circ\text{C}$$

(n_t : là chỉ số khúc xạ của nước)

Bài 2

CÁC PHƯƠNG PHÂN LẬP VÀ TINH CHẾ HỢP CHẤT HỮU CƠ CHUNG CẮT ĐƠN: CHUNG CẮT NƯỚC

I. Nguyên tắc chưng cất đơn ở áp suất thường:

Chưng cất là phương pháp dùng để tách những chất có nhiệt độ sôi khác nhau. Nhiệt độ sôi là nhiệt độ mà tại đó áp suất hơi của chất lỏng bằng áp suất hơi của khí quyển. Còn có nghĩa là chuyển lỏng thành hơi, rồi sau đó ngưng tụ hơi thành lỏng.

Các chất có nhiệt độ sôi nhỏ hơn 150°C bền với nhiệt độ, không bị phân hủy ở nhiệt độ sôi, nên có thể chưng cất ở áp suất thường.

Nguyên tắc chưng cất ở áp suất thường:

- Phương pháp này dùng để tách rời một chất lỏng dễ bay hơi ra khỏi một chất rắn hay chất lỏng, ra khỏi tạp chất lỏng có nhiệt độ sôi cách xa nhau từ $50 - 60^{\circ}\text{C}$.
- Đối với chất lỏng có nhiệt độ sôi nhỏ hơn 180°C thì hơi được ngưng tụ trong ống sinh hàn bằng nước lạnh.
- Đây là quá trình cho chất lỏng đó bay hơi (sôi) ở áp suất thường. Hơi của chất lỏng được bay qua ống sinh hàn (hệ thống làm lạnh) rồi ngưng tụ lại thành chất lỏng tinh khiết.
- Trường hợp chất lỏng có chất bay hơi còn chất khác không bay hơi thì chỉ cần chưng cất một lần, với tốc độ 1 - 2 giọt/giây chất lỏng thu được sẽ đạt độ tinh khiết cao.
- Để chưng cất, dùng hệ thống chưng cất có lắp đặt nhiệt kế, sao cho phần trên của bầu thủy ngân thấp hơn miệng dưới ống nhánh dẫn hơi của bình cầu khoảng 0,5cm. Chất lỏng trong bình chỉ nên chiếm 2/3 thể tích bình.

II. Kết quả đo chiết suất trước và sau khi chưng cất nước hồ, nhiệt độ sôi

của nước hồ:

Chỉ số khúc xạ của nước trước khi chưng cất:	1.334
Chỉ số khúc xạ của nước sau khi chưng cất:	1.332
Chỉ số khúc xạ của nước nguyên chất:	1.333
Nhiệt độ sôi của nước:	99°C

Sở dĩ có sự sai lệch giữa nước nguyên chất so với nước sau khi chưng cất là do: nước chứa nguyên chất trong quá trình chưng cất chưa đúng, sai vị trí lắp nhiệt kế, đun quá lửa gây hiện tượng hơi quá nhiệt, hoặc sai số trong quá trình đo chỉ số khúc xạ của nước.

Bài 3

SỰ KẾT TINH - SỰ THĂNG HOA

I. Nguyên tắc lọc thường, lọc nóng, lọc áp suất kém:

***Phương pháp lọc:** Là phương pháp tách rời một chất rắn không tan ra khỏi một chất lỏng hay dung dịch.

1. Lọc thường:

Lọc thường là phương pháp lọc đơn giản nhất do những chất cần lọc không bị phân hủy trong không khí bền ở nhiệt độ thường, tinh thể không lẫn tạp chất.

Dụng cụ gồm: Phễu thủy tinh, giấy lọc và cốc đựng nước lọc.

Trước khi lọc nên làm ướt giấy lọc với nước cất.

Lúc lọc, nên đổ dung dịch vào giấy lọc theo đũa thủy tinh để tránh tinh thể bị phân tán nhiều trên thành giấy lọc.

2. Lọc dưới áp suất kém:

Lọc dưới áp suất kém là phương pháp để loại những tạp chất còn dính trên chất còn sử dụng, bằng cách dùng dung môi lôi kéo dưới áp suất thấp.

Phương pháp này được dùng để rút ngắn thời gian lọc.

Dụng cụ gồm có: Một phễu bằng sứ (phễu buchner) một bình lọc có vòi và hệ thống tạo áp suất kém. Dùng phễu Buchner, ta cho vào phễu một tờ giấy lọc có đường kính nhỏ hơn đường kính của phễu và trước khi đổ hỗn hợp vào phễu, nên dùng bình xịt nước cất hoặc dung môi (axeton, atanol...) vào giấy dính chặt vào đáy phễu.

3. Lọc nóng:

Là phương pháp dùng để loại chất không tan và còn lại, phần được sử dụng tiếp là phần dung dịch (sau khi loại bỏ chất không tan). Để giữ dung dịch còn đủ nóng nhằm tránh sự kết dính không xảy ra trong khi lọc, dùng phễu thủy tinh có đuôi ngắn và dùng giấy lọc xếp trước. Giấy lọc không được ló ra khỏi miệng phễu và cũng được tẩm ướt.

II. Những bước căn bản của quá trình kết tinh lại một chất đã kết tinh.

Mục đích yêu cầu và những ưu khuyết điểm của phương pháp này:

***Phương pháp kết tinh lại:** Là phương pháp dùng để tách các chất rắn ra khỏi hỗn hợp của chúng (có thể từ dung dịch bão hòa hay từ trạng thái nóng chảy). Nhưng chủ yếu dựa vào độ hòa tan của chất cần kết tinh trong dung môi ở nhiệt độ cao. Khi làm nguội dung dịch độ hòa tan giảm, chất cần tinh chế được tách ra khỏi dung dịch.

1. Phương pháp kết tinh lại gồm các bước sau:

Khi phản ứng kết thúc, các sản phẩm thu được thường không tinh khiết mà có lẫn ít nhiều tạp chất. Nếu sản phẩm là chất rắn, có thể tinh chế nó bằng phương pháp kết tinh lại, nghĩa là hòa tan chất rắn đó trong một dung môi thích hợp rồi cho nó kết tinh lại dưới dạng tinh thể.

- Hòa tan hợp chất trong dung môi thích hợp ở nhiệt độ sôi (thường là nhiệt độ sôi của dung môi). Với lượng chất hòa tan xác định, lúc đầu cho dung môi vừa phải, đun sôi sau đó tiếp tục bổ sung thêm dung môi cho đến khi chất rắn tan hoàn toàn.
- Lọc nóng để loại bỏ những tạp chất không tan. Nếu cần, có thể loại bỏ dung môi trước bằng cách bốc hơi dung môi.
- Tái tạo hợp chất cần tinh chế bằng cách hạ nhiệt độ xuống thấp.
- Tách hợp chất cần tinh chế ra khỏi dung môi.

2. Mục đích yêu cầu:

Dung môi được chọn phải đạt điều kiện sau:

- Hòa tan tốt chất cần tinh chế khi đun nóng và chất sẽ không tan hoặc ít tan khi dung môi lạnh. Còn tạp chất phải tan nhiều trong dung môi lạnh và không tan trong dung môi nóng. Dung môi có nhiệt độ sôi thấp để dễ dàng loại khỏi tinh thể. Dung môi không tương tác hóa học với chất cần tinh chế.
- Tinh thể sau kết tinh phải tương đối tinh khiết.
- Các tinh thể kết tinh đem lọc, làm khô khi đo nhiệt độ nóng chảy phải gần bằng với chất tinh khiết.

3. Ưu khuyết điểm của phương pháp này:

Ưu điểm

- Thông dụng, đơn giản, phổ biến, là phương pháp có kết tinh sản phẩm từ chất rắn hay dung dịch bão hòa đều được.
- Quá trình kết tinh tiến hành lặp đi lặp lại từ 2 - 3 lần hay chỉ một lần là chất kết tinh đạt được tinh khiết cao.
- Dễ dàng tiến hành, quá trình kết tinh xảy ra tương đối nhanh.

Nhược điểm

- Trong suốt quá trình kết tinh đòi hỏi phải quan sát kỹ, do dễ gặp một số khó khăn: nước lọc, dịch lọc, màu dung dịch, dung môi,..... cần phải xử lý ngay mới thu được sản phẩm tinh khiết.
- Dung môi chọn lựa khó khăn cần chọn lựa kỹ mới đủ điều kiện, hiệu suất thấp do trong quá trình lọc bị rơi rớt, hay dung môi làm tan một phần nhỏ chất tan vào dung dịch.

III. Sự thăng hoa. Ứng dụng thăng hoa vào việc tinh chế chất. Ưu và nhược điểm của phương pháp:

1. Sự thăng hoa:

Những chất chuyển từ trạng thái rắn sang trạng thái khí mà không qua trạng thái lỏng gọi là sự thăng hoa.

2. Áp dụng:

Nguyên nhân của thăng hoa là áp suất hơi của chất rắn tăng theo nhiệt độ nên ta có thể đun nóng đến một nhiệt độ mà áp suất hơi của chất rắn bằng áp suất hơi bên ngoài thì chất rắn thăng hoa. Áp dụng tính chất này người ta có thể tinh chế các chất có tính thăng hoa như iot, naphthalen, axit benzoic, lưu huỳnh, antraquinon...

Vì áp suất hơi phụ thuộc vào nhiệt độ và áp suất bên ngoài nên người ta có thể thăng hoa ở áp suất thấp đối với chất có điểm thăng hoa cao.

3. Ưu và nhược điểm của phương pháp này:

Ưu điểm

Phương pháp thăng hoa giúp thu được chất có độ tinh khiết cao.

Nhược điểm

Quá trình xảy ra chậm và hao phí sản phẩm nhiều, chỉ áp dụng cho các chất rắn có áp suất hơi cao khi ở nhiệt độ thường và tính bay hơi của chất rắn cần tinh chế phải khác hơn so với tạp chất.

IV. So sánh t_{nc} của acid benzoic trước và sau khi kết tinh lại. Nhiệt độ nóng chảy t_{nc} của acid salicilic và hiệu suất của quá trình:

1. So sánh t_{nc} của acid benzoic trước và sau khi kết tinh lại, hiệu suất:

Nhiệt độ nóng chảy của acid benzoic trước khi kết tinh lại là 126,5°C. Acid benzoic bắt đầu nóng chảy đến khi trong suốt có khoảng nhiệt độ từ 123°C – 130°C. Ta thấy, trong trường hợp chất không tinh khiết thì acid benzoic bắt đầu nóng chảy đến khi trong suốt có một khoảng nhiệt độ. Khoảng này càng lớn, chất càng không tinh khiết.

Nhiệt độ nóng chảy của acid benzoic sau khi kết tinh lại là 124,5 °C.

Khối lượng acid benzoic ban đầu là 0,5g, sau khi kết tinh lại là 0,35g.

Vậy hiệu suất của quá trình là: $\frac{0,35}{0,5}100 = 70\%$.

2. Nhiệt độ nóng chảy (t_{nc}) của acid salicilic và hiệu suất của quá trình:

Nhiệt độ nóng chảy của acid salicilic trước khi thăng hoa là 161,5°C.

Nhiệt độ nóng chảy của acid salicilic sau khi thăng hoa là 160°C.

Khối lượng của acid salicilic ban đầu là 0,5g, sau khi thăng hoa là 0,207g.

Vậy hiệu suất của quá trình là: $\frac{0,38}{0,5}100 = 76\%$.

Bài 4

PHƯƠNG PHÁP CHIẾT XUẤT CHIẾT XUẤT CAFFEIN TỪ TRÀ

I. Nguyên tắc chiết:

1. Chiết chất lỏng:

Chiết là quá trình chuyển một chất ở dạng hòa tan hay huyền phù từ pha lỏng này sang pha lỏng khác. Quá trình chiết kết thúc khi chất đã chiết hết. Kiểm tra bằng màu hay sắc ký.

***Nguyên tắc chọn dung môi**

- ✓ Dung môi phải chọn là dung môi có khả năng hòa tan lớn hơn dung môi cũ.
- ✓ Để tách ra khi tinh chế lại thành chất tinh khiết không trộn lẫn vào dung môi cũ.
- ✓ Có sự khác biệt nhiều về tỉ khối so với dung môi cũ.
- ✓ Ít có khả năng tạo nhũ và ít nguy hiểm.
- ✓ Có nhiệt độ sôi thấp vì sau khi chiết ta thường dùng phương pháp chưng cất để tách dung môi ra.

2. Sử dụng bình lóng:

Trước hết khóa kín bình, đổ dung dịch vào, rồi cho dung môi vào bình đựng dung môi, thường dùng từ 1/5 – 1/3 thể tích dung dịch. Đậy nút, tay phải giữ nắp và bình, tay trái giữ khóa bình, lắc nhẹ cẩn thận, đảo ngược nhiều lần. Khi lắc áp suất trong bình tăng lên nên thỉnh thoảng mở khóa bình để cân bằng áp suất với bên ngoài, sau đó đóng khóa lại, tiếp tục lắc. Khi lắc xong, để bình trên giá, mở nắp đậy chờ dung dịch tách thành hai lớp. Mở khóa bình cho lớp chất lỏng phía dưới chảy xuống, còn lớp trên được lấy ra bằng cách đổ qua miệng bình.

***Chú ý:** Nếu sau khi lắc và lắng, nếu không thấy 2 chất lỏng phân riêng ra mà tạo nhũ tương lúc này ta thêm dung dịch NaCl bão hòa tinh khiết vào cho đến khi tách thành hai lớp chất lỏng.

II. Làm khan chất lỏng. Những điểm cần lưu ý:

Đây là phương pháp loại nước hoặc dung môi ra khỏi sản phẩm hoặc hóa chất ban đầu.

Các chất như P_4O_{10} , H_2SO_4 đặc, $CaCl_2$, $MgSO_4$, Na_2SO_4 ... đều là các chất làm khô mạnh. Người ta còn chia chất làm khô thành 3 loại: Acid như P_4O_{10} , H_2SO_4 đặc...; bazơ như KOH, NaOH viên... và chất làm khô trung tính: $MgSO_4$, Na_2SO_4 ... tùy theo tính chất của đối tượng được làm khô mà người ta chọn

chất làm khô thích hợp theo nguyên tắc không làm biến chất chất được làm khô về cả tính chất vật lý lẫn hóa học.

Chất làm khô phải thỏa mãn các điều kiện sau:

- ✓ Không có tác dụng hóa học với chất lỏng.
- ✓ Có khả năng hút nước mạnh.
- ✓ Không hòa tan trong chất lỏng.
- ✓ Có tác dụng làm khô nhanh.

***Chú ý:** Cho vào chất lỏng không hút nước một lượng quá lớn chất làm khô dạng rắn vì nếu dùng nhiều sẽ hao hụt chất lỏng, sau đó loại chất làm khô, có thể dùng dung môi thay chất làm khô.

III. Phương pháp loại trừ dung môi bằng máy cô quay:

Dùng để tách những chất có nhiệt độ sôi cao dễ bị phân hủy ở nhiệt độ sôi dưới áp suất thường.

***Điểm cần chú ý:**

Khi sử dụng dụng cụ thủy tinh cổ nhám ta phải bôi vasaline để bôi trơn tránh làm vỡ bình.

Khi lắp xong, kiểm tra lại độ kín của hệ thống bằng cách cho máy hoạt động và so sánh với áp suất thấp đạt được khi hệ thống kín.

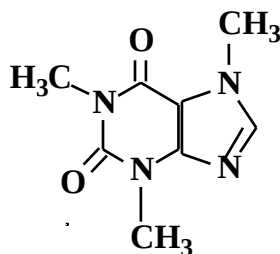
Sở dĩ ta thu được ethylacetat ở nhiệt độ 40 - 50°C là vì theo qui tắc thực hiện cứ giảm áp suất một nửa thì nhiệt độ sôi giảm 15°C, mà nhiệt độ sôi của ethylacetat là khoảng 77,1°C.

IV. Công thức caffeine – Kết quả thực tập:

1. Công thức caffeine:

Công thức phân tử: $C_4H_{10}O_2N_4$

Công thức cấu tạo:



2. Hiệu suất của quá trình chiết thô:

Bài 5

PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ SẮC KÝ CỘT

1. Nguyên tắc cơ bản của phương pháp sắc ký cột hấp thụ:

Dựa vào sự phân bố khác nhau giữa pha tĩnh và pha động để tách các cấu tử hóa học ra khỏi hỗn hợp. Pha tĩnh là cột nhồi, pha động là dung môi hữu cơ di chuyển ngang qua.

2. So sánh 2 kiểu sắc ký hấp phụ và sắc ký phân bố:

***Sắc ký phân bố:** Pha tĩnh là một lớp chất lỏng thật mỏng được hấp phụ lên bề mặt của một chất mang rắn, trơ. Pha động là chất lỏng (sắc ký phân bố lỏng-lỏng) hoặc chất khí (sắc ký khí). Trong cả hai trường hợp, sự tách sẽ tùy thuộc nhiều vào dung dịch chất giữa hai pha. Trên thực tế, quá trình này rất phức tạp do có sự tác động qua lại giữa việc cấu tử được hấp phụ lên chất mang và việc tách các cấu tử đó ra trong suốt quá trình sắc ký.

***Sắc ký hấp phụ:** Pha động thường là chất lỏng và rắn là chất hấp phụ rắn, nhuyễn. Việc tách ở đây dựa vào sự hấp phụ có chọn lọc một số chất nào đó của hỗn hợp lên bề mặt của chất rắn (sắc ký rắn - lỏng: dung dịch trao đổi ion để tách các hợp chất có tính acid hoặc bazơ như amino acid hoặc amino-phenol).

3. Các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng tách:

***Tiêu chuẩn định lượng cột sắc ký và mẫu chất:** Thông thường trọng lượng chất hấp phụ phải nặng gấp 25 - 50 lần trọng lượng mẫu chất cần sắc ký và cột sắc ký cần có kích cỡ là chiều cao phần chất hấp phụ trong cột sắc ký so với đường kính cột sắc ký cần thỏa tỷ lệ chiều cao: đường kính là 8:1.

***Cách chọn chất hấp phụ:**

- Lựa chọn chất hấp phụ tùy theo loại mẫu chất cần phân tách bằng sắc ký cột.
- Cennulozơ, tinh bột, đường, ... dùng cho các nguyên liệu có nguồn gốc thực vật, có chứa các nhóm chức nhạy cảm với các tương tác acid, bazơ.
- Silicat mangne dùng để tách các chất đường, tinh dầu,...
- Silicagel, alumin, florasil là loại được sử dụng rộng rãi, áp dụng cho các nhóm chức như: hidrocarbon, alcol, ceton, ester, acid cacboxylic, hợp chất azo, amin,...
- Các chất hấp phụ thường dùng là alumin, silicagel với kích cỡ hạt gel 70 - 290 mesh sẽ giúp cho việc nhồi cột tương đối chặt và đạt được vận tốc giải ly vừa phải dưới tác động của sức hút trọng lực.

***Chọn dung môi giải ly:**

- Lựa chọn dung môi nào có thể hòa tan được mẫu chất cần sắc ký. Nếu mẫu chất ở dạng dung dịch chẳng hạn dung dịch trích ly từ cây cỏ thì phải

làm bay hơi dung dịch này đến khô dưới áp suất thấp rồi hòa tan mẫu trở lại với một lượng tối thiểu dung môi ít phân cực nhất nếu có thể được. Dung dịch càng đậm đặc thì sẽ tạo thành một dãy băng sắc mỏng trong cột giúp cho quá trình tách ly được hiệu quả. Thường dùng, dung môi kém phân cực nào có thể hòa tan mẫu thì được chọn làm dung môi để nạp chất hấp phụ vào cột và đây là dung môi đầu tiên của quá trình giải ly.

- Dung môi dùng để giải ly phải là dung môi tinh khiết, nếu không phải chưng cất lại trước khi sử dụng, đặc biệt là các dung môi hidrocacbon là loại dễ cho nhiều cặn hơn các loại dung môi khác.
- Thường ta bắt đầu bằng dung môi không phân cực để loại một cách tương đối các hợp chất không phân cực ra khỏi cột và kế đó dung môi giải ly sẽ được tăng dần độ phân cực để đuổi các hợp chất có tính phân cực hơn. Muốn thay đổi một dung môi có tính phân cực hơn thì phải thay đổi từ từ bằng cách cho thêm vào mỗi lần vài phần trăm một lượng dung môi có tính phân cực hơn vào dung môi đang giải ly, tăng từ từ đến khi đạt được nồng độ mong muốn.

***Vận tốc giải ly:**

- Lượng thời gian để mẫu chất cần phân tích trong sắc ký cột đạt được sự cân bằng giữa pha động và pha tĩnh - nhờ đó các chất khác nhau trong hỗn hợp mới có thể tách riêng, phụ thuộc vào vận tốc giải ly.
- Vận tốc giải ly quá nhanh, các dung dịch chất trong hỗn hợp chưa có đủ thời gian để tạo cân bằng với chất hấp phụ thì chúng đi ngang cột.
- Vận tốc giải ly chậm hoặc quá nhanh thì việc tách các chất ra khỏi hỗn hợp đều rất khó.
- Đa số trường hợp, vận tốc giải ly nằm trong khoảng 5-50giọt/phút.

4. Phương pháp nhồi cột nạp mẫu:

***Phương pháp nhồi cột:**

Đặt một lớp bông gòn dày 2-3 mm dưới đáy cột để giữ cho chất hấp phụ không tuột ra khỏi cột. Cho một dung môi không phân cực vào cột, chuẩn bị chất hấp phụ để nạp cột theo hai phương pháp:

- ✓ **Phương pháp sệt:** Chất hấp phụ được nạp vào cột ở dạng sệt.
- ✓ **Phương pháp khô:** Cột được đổ đầy dung môi, vừa cho dung môi chảy ra chậm chậm bên dưới vừa cho từng ít một chất hấp phụ vào cột đến khi đạt chiều cao cần thiết thì ngừng.

***Phương pháp nạp mẫu vào đầu cột:** Mở khóa cột để hạ mực dung môi sát với mực chất hấp phụ, khóa cột lại, cho dung dịch mẫu vào, mở khóa để hạ mực dung dịch mẫu gần sát với mặt thoáng chất hấp phụ. Cho dung môi vào cột để tiến hành giải ly.

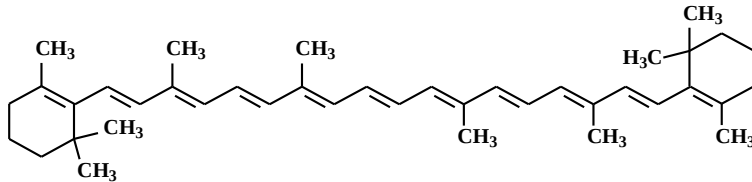
***Thứ tính phân cực tăng dần của một số dung môi thường dùng:** Ester dầu hỏa, hexan, ciclohexan, cacbo tetracolorur, diclorometan, clorofrom, eter diethyl, etyl acetat, aceton,pyridin,propanol, metanol, nước, acid acetic.

5. Ứng dụng của phương pháp sắc ký cột:

Sắc ký cột là một phương pháp hiện đại, tinh vi để tách các cấu tử hóa học ra khỏi hỗn hợp của chúng. Nếu lựa chọn đúng các điều kiện (chất hấp phụ, dung môi giải ly, kích thước cột,...) ta có thể tách hầu hết các chất của bất kỳ một hỗn hợp nào. Chẳng hạn, ta có thể tách riêng các sắc tố màu của lá xanh từ dịch chiết ban đầu.

Kết quả thực nghiệm: Sắc tố β -caroten màu vàng sẽ di chuyển nhanh ra khỏi cột trước. Sau khi dãy màu vàng ra khỏi cột thay hệ dung môi ta sẽ thấy dãy màu xanh lục bắt đầu di chuyển xuống cột. kết quả ta thu được sắc tố β -caroten màu vàng và chlorophyl màu xanh lục.

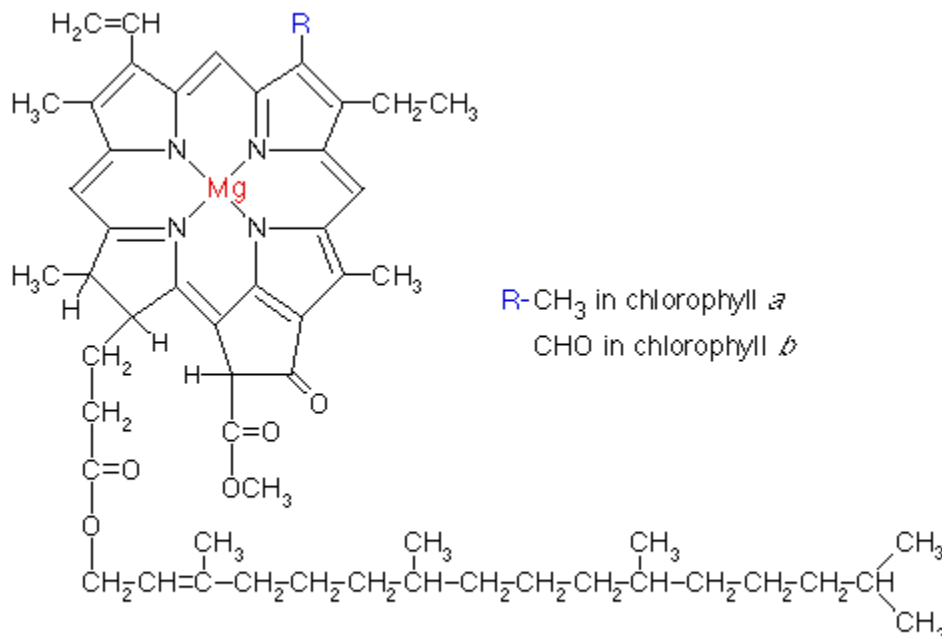
6. Công thức phân tử của β -caroten:



Lúc đầu ta dùng dung môi eter dầu hỏa để giải ly thì ta thu được sắc tố β -caroten màu vàng. Sau khi dãy màu vàng đã ra khỏi cột thì thay hệ dung môi đang dùng bằng hệ eter dầu hỏa-acetat etyl 7:3 thì thu được sắc tố chlorophyl màu lục. Với các dung môi giải ly trên cho thấy sắc tố β -caroten là một chất không phân cực. Hợp chất không phân cực sẽ di chuyển nhanh hơn và được giải ly ra khỏi cột trước, chất phân cực di chuyển chậm hơn. Vì vậy ta thu được chlorophyl sau β -caroten.

Chlorophyl a: $C_{55}H_{72}O_5N_4Mg$.

Chlorophyl b: $C_{55}H_{70}O_6N_4Mg$



The structure of chlorophyll

Bài 6

ĐỊNH TÍNH CÁC NHÓM CHỨC ALCOL, PHENOL, ALDEHYDE, CETON, ACID, ESTER

I. Các loại thuốc thử:

1. Điều chế thuốc thử Lucas:

Hóa chất điều chế: dung dịch HCl đậm đặc, muối ZnCl₂ khan.

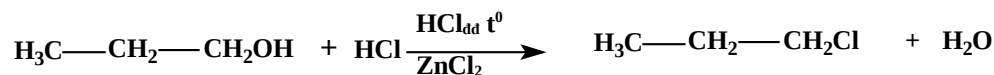
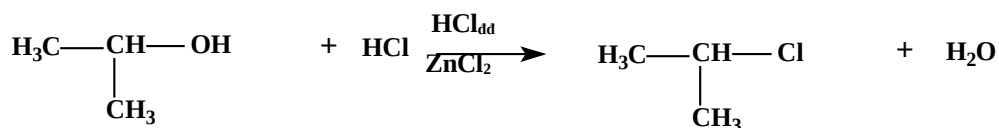
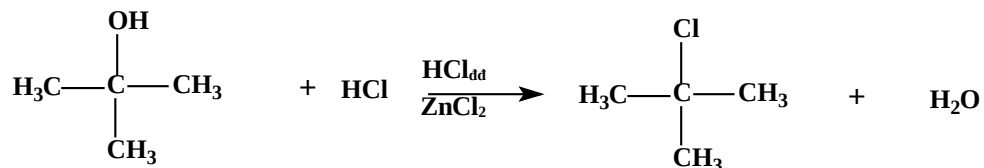
Ứng dụng: thuốc thử dùng để phân biệt rượu bậc 1, bậc 2, bậc 3.

Bậc 1: ở điều kiện thường không phản ứng, dung dịch trong suốt.

Bậc 2: ở nhiệt độ thường phản ứng chậm..

Bậc 3: ở nhiệt độ thường phản ứng nhanh, sau đó dung dịch đục.

Ví dụ:

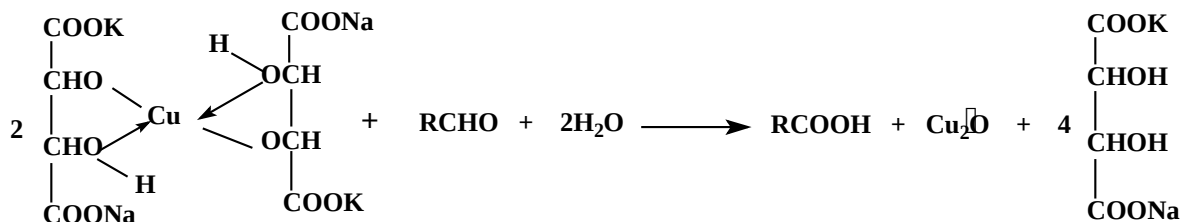


2. Điều chế thuốc thử Fehling:

Hóa chất điều chế: dung dịch CuSO₄, muối K - Na tatrata trong môi trường kiềm mạnh.

Ứng dụng: dùng để định lượng hoặc định tính các aldehyde, glucozo trong máu, trong thực phẩm, dược phẩm.

Ví dụ:



3. Thuốc thử Tollens:

Hóa chất ứng dụng: 2ml dd AgNO₃ 2% + 2 giọt dd NaOH 10%. Sau đó vừa lắc vừa nhỏ từ từ từng giọt dd NH₄OH 2 -3% đến khi kết tủa AgOH vừa biến mất.

Thuốc thử dùng để định tính hoặc định lượng các aldehyde, dùng để phân biệt aldehyde với ceton.

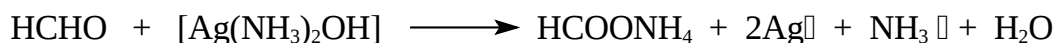
Ví dụ:



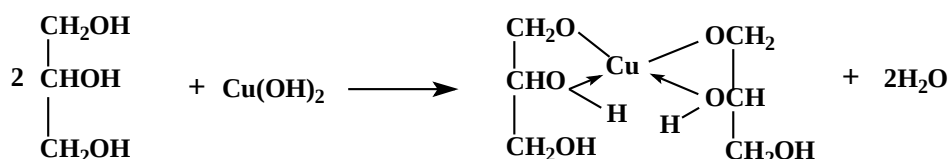
II. Môi trường của thuốc thử Lucas và Tollens:

Trong các phản ứng với thuốc thử Lucas, alcol thể hiện tính bazơ do alcol có tính acid yếu. Do thuốc thử Lucas là hỗn hợp HCl đậm đặc với ZnCl₂ khan làm tăng khả năng phản ứng của alcol với HCl đối với rượu bậc 2 và 3.

Rửa ống nghiệm trước bằng dung dịch NaOH trước khi tiến hành thí nghiệm với thuốc thử Tollens trong quá trình thực hiện phản ứng tráng gương: Vì thuốc thử Tollen AgNO₃ trong NH₄OH có tính oxi hóa yếu, do đó nó chỉ tác dụng với chất có tính khử mạnh như: Aldehyde và phản ứng được thực hiện trong môi trường kiềm tạo phức [Ag(NH₃)₂]OH, mặt khác dùng NaOH là để rửa ống nghiệm sạch mà không làm ảnh hưởng đến tính năng của thuốc thử.



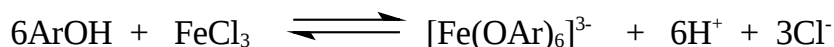
Phản ứng giữa alcol đa chức với Cu(OH)₂ cần có môi trường kiềm vì Polyalcol có tính acid do ảnh hưởng qua lại giữa hai nhóm -OH kế cận nhau chúng có thể tác dụng với một số hidroxit kim loại tạo phức màu xanh thẫm đặc trưng.



Dung dịch Fehling với đồng là phức của Cu²⁺ với muối của Na - K tetraxetat. Các aldehyde có thể khử Cu²⁺. Dùng Fehling tốt hơn Cu(OH)₂ vì Cu²⁺ trong Cu(OH)₂ không tồn tại ở dạng ion tự do mà tồn tại trong tủa, do đó aldehyde khó khử hơn.

III. Định tính Phenol:

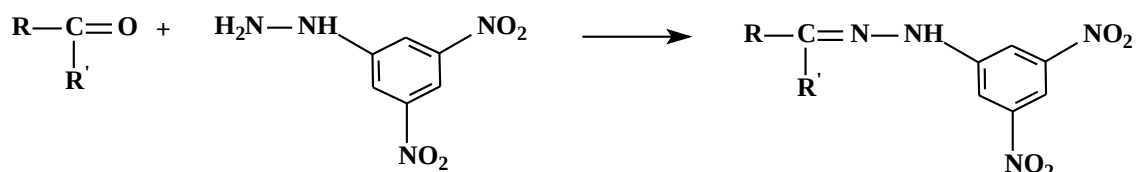
Phenol có phản ứng màu đặc trưng với FeCl₃ tạo thành hợp chất kiểu ROFeCl₂, các hợp chất này cho ion nhuộm ROFe²⁺, phương trình:



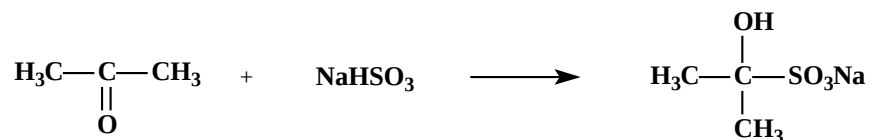
Phản ứng Phenol với FeCl_3 cho màu tím. Nếu thêm tiếp $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ phản ứng trở nên nhạy hơn. Nhưng nếu thêm HCl 2N vào thì trở nên mất màu và quan sát thấy có kết tủa trắng xuất hiện, do lúc này nồng độ HCl tăng lên cân bằng 1 dịch chuyển theo chiều ngược lại.

IV. Định tính aceton:

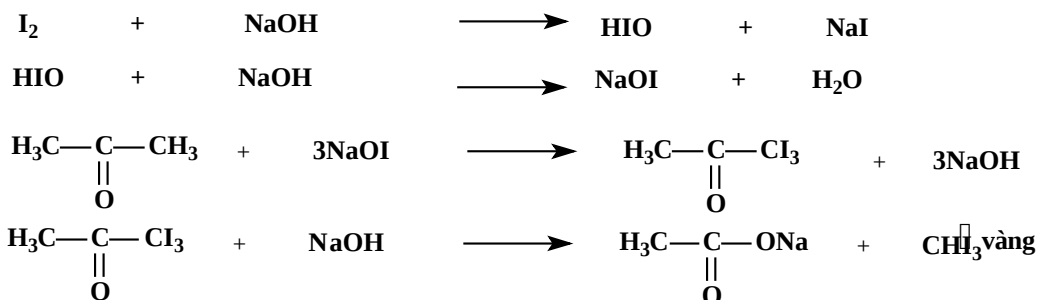
Các aldehyde và ceton đều ngưng tụ với 2,4-dinitrophenylhydrazin tạo thành 2,4-dinitrophenylhydrazol tương ứng và được tách ra dưới dạng vàng sáng hoặc đỏ, ít tan trong nước. Chúng là chất dễ kết tinh và có nhiệt độ nóng chảy xác định.



Cho aceton vào dung dịch NaHCO_3 ta thấy tinh thể rắn sẽ tách ra. Do tạo phản ứng:



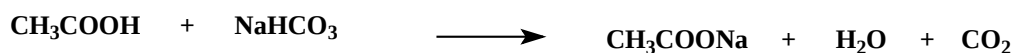
Cho aceton tác dụng với I_2/KI và NaOH : Quan sát ta thấy kết tủa màu vàng xuất hiện do xảy ra phản ứng:



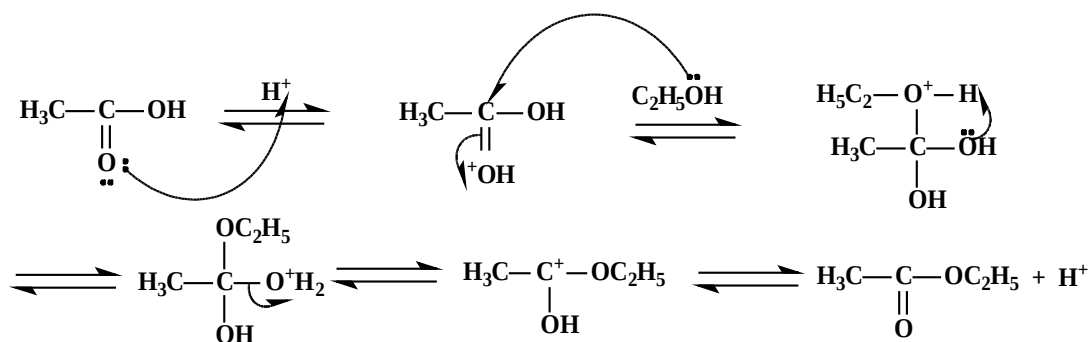
Từ kết quả thực nghiệm ta thấy có thể phân biệt aceton và diphenyl ceton bằng phản ứng I_2/KI và NaOH do tạo kết tủa màu vàng.

V. Ester và phản ứng của nó:

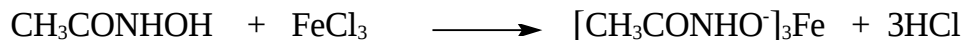
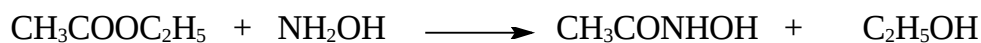
Khi cho acid acetic tác dụng với NaHCO_3 ta thấy xuất hiện sủi bọt khí do xảy ra phản ứng:



Những hóa chất để điều chế ethyl acetat là CH_3COOH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, acid vô cơ sau phản ứng ta ngửi mùi dứa. Cơ chế phản ứng:

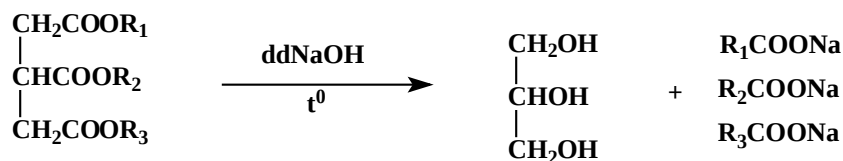


Khi cho $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ vào ethylacetat rồi trung hòa bằng NaOH loãng ta thấy có hiện tượng tách lớp. Làm nguội và acid hóa bằng vài giọt FeCl_3 có hiện tượng xuất hiện phức màu đỏ máu. Do xảy ra các phản ứng:

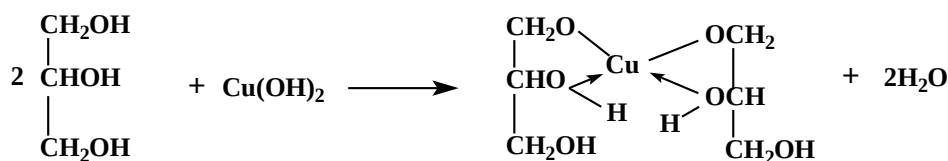


VI. Điều chế xà phòng:

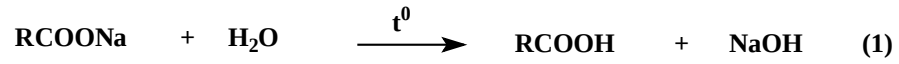
Dầu dừa là ester của glixerin và acid béo cao (acid stearic, palmitic, oleic,...). Khi thủy phân dầu dừa bởi dung dịch NaOH ta thu được glixerin và muối của acid béo gọi là xà phòng.



Khi cho dung dịch lỏng sau phản ứng xà phòng ta phản ứng với $\text{Cu}(\text{OH})_2$ thấy xuất hiện phức màu xanh thẫm đặc trưng. Do phản ứng:



Khi cho xà phòng mới điều chế vào nước cất đun nóng ta thấy xà phòng tan ra hết. Sau đó cho CaCl_2 vào quan sát ta thấy kết tủa trắng vón lại do xảy ra phản ứng:



Xà phòng mất hoạt tính trong nước cứng là do trong nước cứng có ion Ca^{2+} và Mg^{2+} sẽ tác dụng với muối của acid béo phản ứng tương tự như (1),(2).