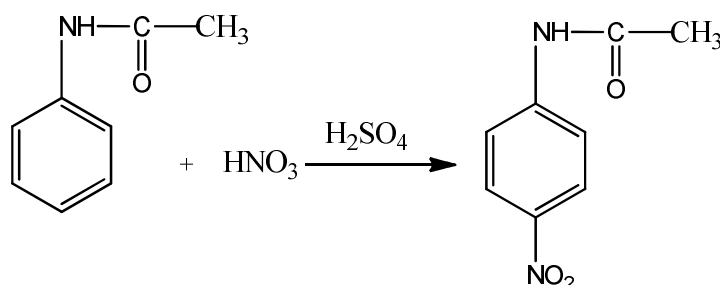


## Bài 5

### TỔNG HỢP *P*-NITROAXETANILIT TỪ AXETANILIT



#### Hóa chất

Axetanilit	: 2,3 gam	Muối NaCl
Axit $\text{HNO}_3$ (65,3%; $d_4^{20}=1,40$ )	: 1,5 ml	Giấy lọc bang trắng
Axit $\text{H}_2\text{SO}_4$ đậm đặc ( $d_4^{20}=1,84$ )	: 5 ml	Nước đá
Axit axetic băng ( $d_4^{20}=1,05$ )	: 2,5 ml	
Etanol 96%	: 50 ml	

#### Dụng cụ

Máy khuấy từ + con từ	: 1 cái	Công tơ hút	: 1 cái
Cốc thủy tinh 250 ml	: 1 cái	Nhiệt kế rượu $100^\circ\text{C}$	: 1 cái
Cốc thủy tinh 100 ml	: 1 cái	Bình tam giác (100 ml)	: 3 cái
Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ	Bình cầu 1 cổ 100 ml	: 1 cái
		Sinh hàn nghịch	: 1 cái

Giá kẹp, vòng đỡ, ống đong hóa chất, thìa khuấy, giấy lọc, vazolin (hoặc mỡ chân không) bôi nhám, các loại nút, kính bảo vệ mắt, gang tay.

#### Cách tiến hành:

Chuẩn bị hỗn hợp A: Cho 2,3 g axetanilit và 2,5 ml axit axetic băng vào bình tam giác 100ml có khuấy từ, hỗn hợp được làm mát bằng nước. Thêm từ từ  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đặc (3,7 ml) vào hỗn hợp trên và khuấy đến khi hỗn hợp đồng nhất. Làm lạnh hỗn hợp phản ứng đến  $5^\circ\text{C}$  bằng nước đá muối.

Chuẩn bị hỗn hợp axit B: Hòa tan từ từ 1,3 ml axit sulfuric đậm đặc vào 1,5 ml dung dịch  $\text{HNO}_3$  đậm đặc đã được làm lạnh bên ngoài. Nhỏ từ từ hỗn hợp này vào bình phản ứng **đựng hỗn hợp A**. Chú ý không để nhiệt độ phản ứng vượt quá  $20^\circ\text{C}$ . Sau khi kết thúc quá trình nhỏ giọt hỗn hợp  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ , duy trì phản ứng thêm 30 phút.

Đổ hỗn hợp phản ứng vào 20 g nước đá khi đó *p*-nitroaxetanilit kết tinh ngay.

(kết tinh *p*-nitroaxetanilit sinh ra trong hỗn hợp phản ứng bằng 20g nước đá)

Lọc lấy sản phẩm bằng phễu lọc buche và rửa sản phẩm bằng nước lạnh đến khi hết môi trường axit thu được sản phẩm thô màu vàng.

Kết tinh sản phẩm thô bằng 30 ml hỗn hợp etanol/nước theo tỷ lệ thể tích (v/v): 4/1 vào bình cầu. Đun nóng bình cầu, nếu axetanilit chưa tan hết thì cho thêm hỗn hợp etanol/nước cho đến khi tan hoàn toàn. Sau khi axetanilit tan hoàn toàn thì rót hỗn hợp vào cốc và làm lạnh bên ngoài cho đến khi axetanilit kết tinh hoàn toàn. Lọc kết tủa bằng phễu lọc hút chân không. Rửa *p*-nitroacetanilid bằng một lượng nhỏ etanol lạnh (khoảng 5ml).

Sấy sản phẩm ở 60°C thu được p-nitroaxetanilit màu vàng ngà, nóng chảy ở 215°C, M = 180,16.

**Chú ý:**

- Trong suốt quá trình thí nghiệm sinh viên phải đeo kính bảo hiểm để bảo vệ mắt!

