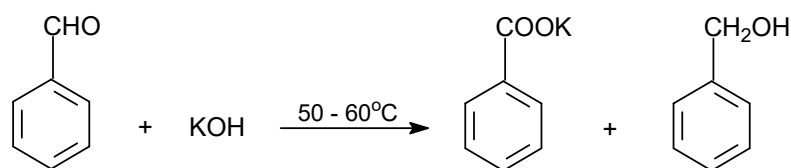


# ĐIỀU CHẾ AXIT BENZOIC VÀ RƯỢU BENZYLIC TỪ BENZANDEHIT

## (PHẢN ỨNG CANNIZZARO)



### Hóa chất:

- Benzandehit (d=1,049): 13 ml
- Dung dịch KOH 60%: 10 ml
- Ete etylic: 35 ml
- Dung dịch NaHSO<sub>3</sub> 40%
- Dung dịch HCl 15%
- Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> khan, CaCl<sub>2</sub> khan
- Dung dịch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 10%
- Giấy quỳ, giấy thử pH, giấy lọc
- Nước đá

### Dụng cụ:

- Bình cầu 100ml: 1 cái
- Bình tam giác 50-100 ml: 4 cái
- Bình tam giác 250 ml: 1 cái
- Phễu chiết: 1 cái
- Bình cầu 100ml có nhám: 1 cái
- Nhiệt kế 300°C: 1 cái
- Sinh hàn nước: 1 cái
- Sinh hàn không khí: 1 cái
- Phễu rót: 1 cái
- Ống nối cong (ống sừng bò): 1 cái
- Bát nhôm: 1 cái
- Ống đong, đĩa thủy tinh, bộ lọc giảm áp.
- Các loại nút, thìa khuấy.

### Cách tiến hành:

Cho khoảng 10 ml dung dịch KOH 60% (12g KOH trong 8 ml nước) đã được làm lạnh và 13 ml benzandehit tinh khiết vào bình cầu dung tích 100ml (làm 3 lần), đậy nút, và lắc mạnh cho đến khi dung dịch tạo thành nhũ tương bền vững, sau đó để qua đêm. Khối chất rắn tạo thành được hòa tan bằng một lượng nhỏ nước (35ml) để tạo thành dung dịch. Sau đó chiết rượu benzylic ra khỏi dung dịch vừa nhận được bằng 35ml ete etylic lạnh (*chiết làm 2 lần: lần 1 dùng 20ml; lần 2 dùng 15ml*).

Dung dịch sau khi chiết bằng ete etylic được làm lạnh bằng nước đá và khuấy đều; đồng thời axit hóa từ từ bằng dung dịch HCl 15% cho đến môi trường axit. Tiếp tục làm lạnh dung dịch để kết tinh hoàn toàn axit benzoic. Lọc lấy axit benzoic bằng phễu Busne, rửa sản phẩm bằng nước lạnh. Có thể kết tinh lại axit benzoic để thu được sản phẩm tinh khiết. Sấy khô axit benzoic ở nhiệt độ 80°C. Nhiệt nóng chảy của axit benzoic là 122,5°C.

Dung dịch chiết được bằng ete lạnh cho vào phễu chiết và lắc với dung dịch NaHSO<sub>3</sub> 40%, sau đó tách bỏ lớp dưới (*cần thực hiện thao tác này 2 lần, mỗi lần với 10 ml dung dịch NaHSO<sub>3</sub> 40%*). Tiếp tục rửa bằng dung dịch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 10% cho sạch axit, rồi rửa lại bằng nước (*thử bằng giấy pH đến môi trường trung tính*). Sau đó, làm khô dung dịch chiết bằng Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> khan hoặc CaCl<sub>2</sub> khan.

Chưng cất thủy dung dịch trên bằng sinh hàn nước để loại ete. Thay sinh hàn nước bằng sinh hàn không khí và tiếp tục chưng trực tiếp bằng đèn cồn để thu rượu ở nhiệt độ sôi khoảng 203 – 208°C.

Rượu benzylic có nhiệt độ sôi: 205°C, tỷ trọng: 1,045.

### Chú ý:

- Mang găng tay khi lấy dung dịch KOH 60%.
- Ete phải được làm lạnh trước khi chiết.
- Khi chưng cất phải cho mầm sôi (đá bọt) vào bình chưng.

## Sơ đồ thí nghiệm:

