



BỘ MÔN HÓA HỌC HỮU CƠ - VIỆN KỸ THUẬT HÓA HỌC

QUY ĐỊNH THỰC HÀNH THÍ NGHIỆM HÓA HỮU CƠ

1. Địa điểm thí nghiệm: Phòng 419 - C1

2. Giờ làm thí nghiệm: - Sáng: Từ 07 giờ 30 phút

- Chiều: Từ 12 giờ 30 phút

3. Lịch thí nghiệm:

+ Các nhóm thí nghiệm làm 4 bài: KT Thực phẩm, CN Môi trường, CN Dệt May.

Bài 1: An toàn và dụng cụ thí nghiệm. Tinh chế axit benzoic - Phương pháp kết tinh lại.

Bài 2+3: Tinh chế tinh dầu chanh - Phương pháp chưng cất lôi cuốn theo hơi nước.

Bài 4: Tổng hợp este etyl axetat - Phản ứng este hoá.

Sinh viên cần theo dõi lịch thí nghiệm trên trang web của trường và Bảng tin của Bộ môn (303-C1)

4. Sinh viên **đem theo thẻ sinh viên** và **đến đúng giờ quy định** mới được làm thí nghiệm.

5. **Sinh viên phải chuẩn bị kỹ bài thí nghiệm trước khi làm thí nghiệm.** Sinh viên không nắm rõ bài thí nghiệm sẽ không được phép làm thí nghiệm.

6. Trong khi làm thí nghiệm sinh viên phải:

+ **ng nghiêm túc tuân thủ các nội quy, quy tắc an toàn** của phòng thí nghiệm và thực hiện bài thí nghiệm theo sự hướng dẫn của giáo viên.

+ mặc áo blu và các trang phục bảo hộ khác phù hợp với từng bài thí nghiệm (**Sinh viên phải tự trang bị áo blu và khẩu trang**).

+ giữ trật tự, không ăn uống trong phòng thí nghiệm.

+ để túi sách vở đúng nơi quy định.

7. Sau khi kết thúc thí nghiệm, sinh viên phải rửa sạch dụng cụ thí nghiệm, dọn dẹp bàn thí nghiệm và vệ sinh phòng thí nghiệm, tắt các thiết bị điện và nước. Giáo viên phụ trách buổi thí nghiệm cho phép mới được ra về.

8. **Đồ vỡ, hỏng dụng cụ phải đền bù theo quy định** (theo bảng giá dụng cụ).

9. Sinh viên **chỉ được phép làm bù tối đa 1 bài thí nghiệm/kỳ.** Nếu làm bù thí nghiệm sinh viên phải đóng tiền làm bù là **100.000 đ/bài.** Một số trường hợp đặc biệt sẽ do giáo viên hướng dẫn và Bộ môn quyết định.

10. Báo cáo thí nghiệm:

+ Báo cáo thí nghiệm phải ghi rõ nhóm, buổi làm thí nghiệm và nộp cho giáo viên hướng dẫn.

+ Tất cả các bài thí nghiệm được **đánh giá đạt thì sinh viên mới được thi** môn Hóa Hữu cơ (*đối với các nhóm thí nghiệm làm bài 1 đến bài 4*)

Danh sách sinh viên đạt bài thí nghiệm và được thi sẽ được giáo viên hướng dẫn phụ trách nhóm thông báo.

Bài 1

TINH CHẾ AXIT BENZOIC BẰNG PHƯƠNG PHÁP KẾT TINH LẠI

Hóa chất:

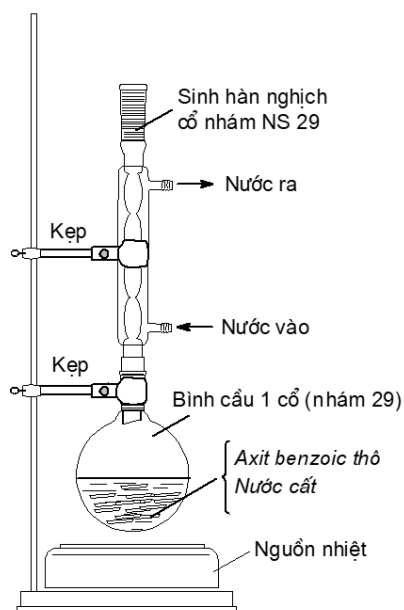
Axit benzoic thô	: 5,0 gam
Nước cất	: 210 ml
Than hoạt tính	: 0,1 gam

Dụng cụ:

Bếp ỏn nhiệt hoặc bếp điện	: 1 cái
Bình cầu 1 cổ 250 ml (nhám 29)	: 1 cái
Sinh hàn nghịch (nhám 29)	: 1 cái
Cốc thủy tinh 100 ml	: 1 cái
Cốc thủy tinh 50 ml	: 1 cái
Đĩa sấy thủy tinh	: 1 cái
Đũa khuấy	: 1 cái
Thiết bị đo nhiệt độ nóng chảy	: 1 bộ
Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ

Giá, kẹp, cân, ống đong hóa chất, ống mao quản, vazơlin bôi nhám.

Cách tiến hành:

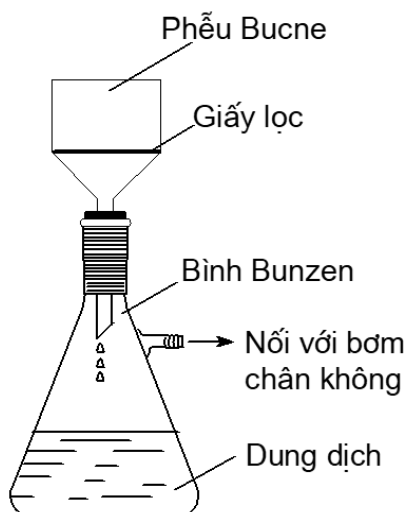


Hình 1. Sơ đồ dụng cụ tạo dung dịch bão hòa axit benzoic

Cho 5 gam axit benzoic và 210 ml nước cất vào bình cầu 1 cổ dung tích 250 ml. Dụng cụ thí nghiệm được lắp như *Hình 1*. Lắp ống sinh hàn nghịch vào bình cầu ở vị trí thẳng đứng, đáy bình cầu cách nguồn nhiệt khoảng 1cm. Cho nước chảy qua ống sinh hàn, cắm điện và tiến hành tạo dung dịch bão hòa axit benzoic. Trong quá trình đun quan sát hiện tượng hòa tan của axit benzoic. Khi dung dịch trong bình sôi được khoảng 5 phút, nếu chất rắn còn nhiều thì cho thêm một lượng nhỏ dung môi qua ống sinh hàn (*chú ý: tắt điện trước khi cho thêm dung môi*). Sau đó tiếp tục đun sôi. Nếu thấy lượng chất rắn không thay đổi hoặc tan hoàn toàn là được.

Dung dịch bão hòa trong bình, nếu có màu thì phải tẩy màu.

Cách tẩy màu: Tắt bếp điện để bình nguội một lúc rồi tháo ống sinh hàn, cho vào bình khoảng 0,1 gam than hoạt tính đã được nghiền mịn, sau đó lắp ống sinh hàn và đun sôi.



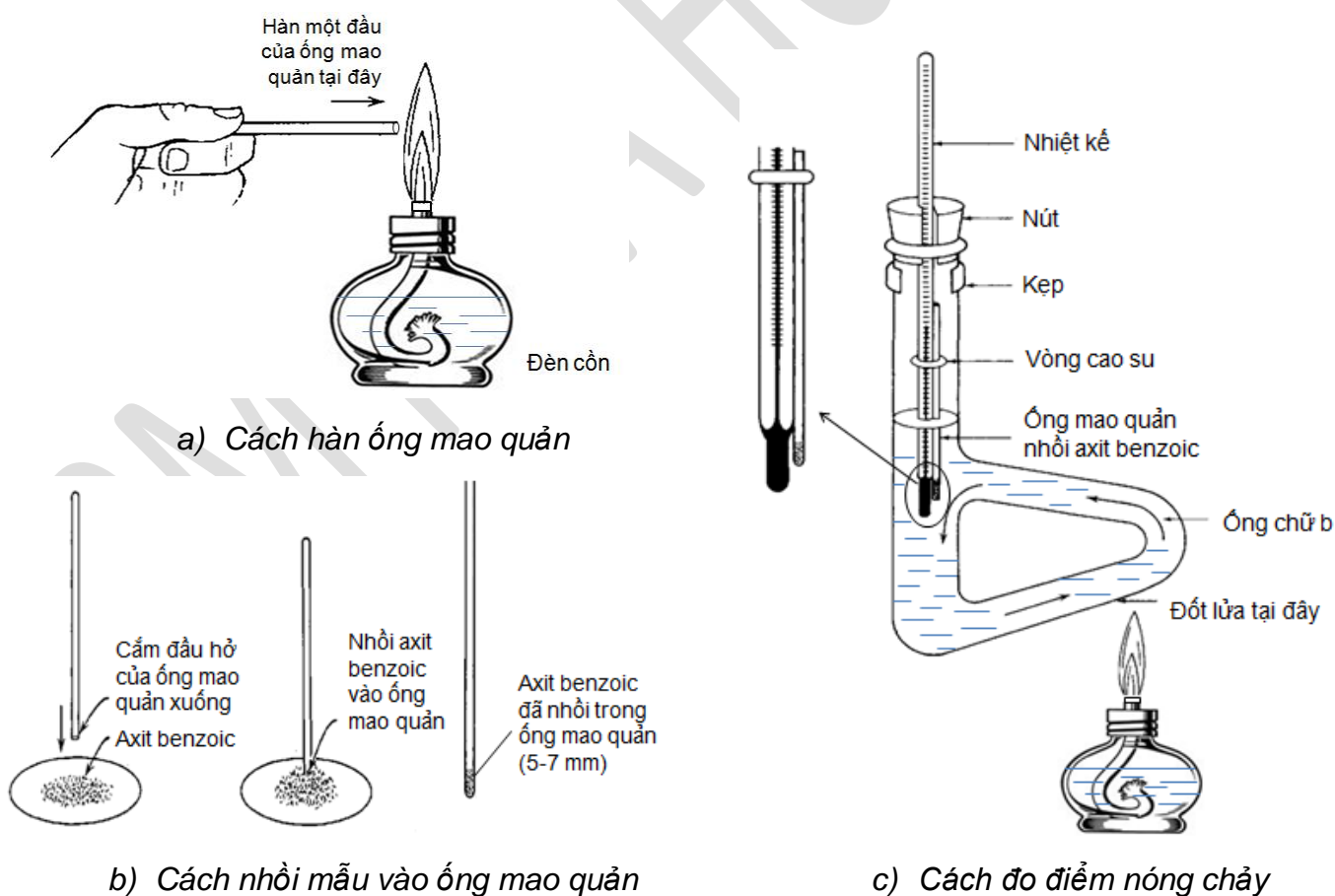
Hình 2. Hệ thống lọc hút với bình Bunzen và phễu Bucne

Sản phẩm thu được đem sấy ở nhiệt độ 80°C cho đến khô. Khi sản phẩm đã khô hoàn toàn đem xác định nhiệt độ nóng chảy (Hình 3). Cân lượng sản phẩm khô thu được, tính hiệu suất. Axit benzoic tinh khiết là chất rắn kết tinh không màu, nhiệt độ nóng chảy là $122,4^{\circ}\text{C}$.

Dung dịch sau khi tẩy màu cần được lọc nóng để loại bỏ tạp chất không tan bằng phễu lọc Bucne (Hình 2) và thu được dung dịch nóng, trong suốt không màu (chú ý: sử dụng bộ lọc hút chân không và thao tác nhanh, tránh để xảy ra sự kết tinh sớm trong bình).

Dung dịch thu được chia làm 2 cốc: Một cốc để yên, đậy kín ở nhiệt độ phòng. Một cốc làm lạnh nhanh bên ngoài, đồng thời khuấy. Theo dõi tinh thể xuất hiện trong hai trường hợp, so sánh và rút ra kết luận.

Sau đó, gộp tinh thể ở cả hai cốc và làm lạnh bằng nước đá bên ngoài, rồi lọc lấy tinh thể bằng bộ lọc hút chân không. Rửa tinh thể ngay trên phễu Bucne bằng lượng nhỏ nước lạnh.



Hình 3. Đo điểm nóng chảy của axit benzoic

Bài 2+3

TINH CHẾ TINH DẦU VỎ CHANH

BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHưng CẮT LÔi CUỐN THEO HƠI NƯỚC

Hóa chất:

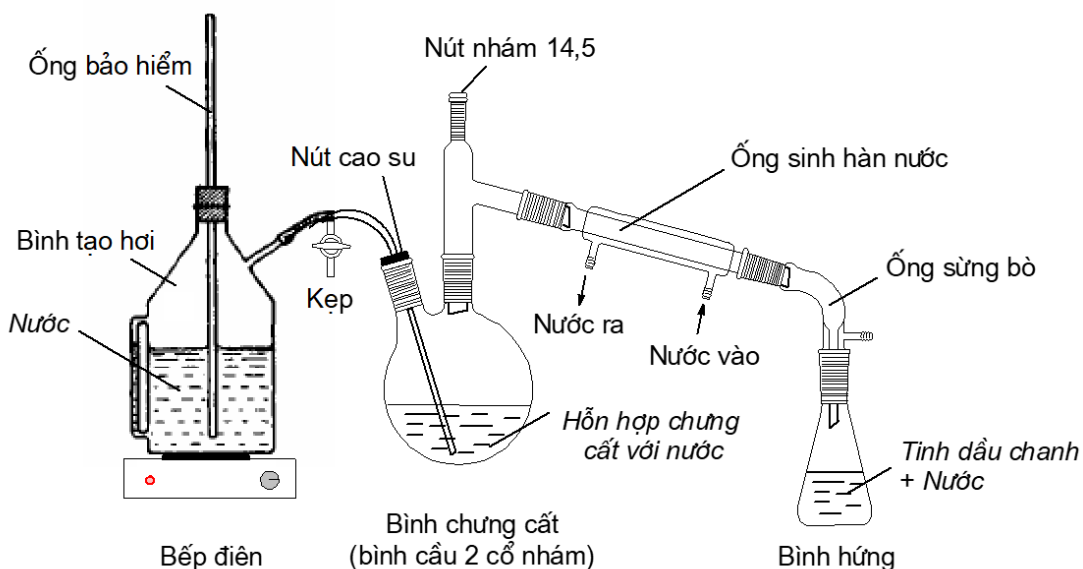
Tinh dầu vỏ chanh	: 15 ml
Nước cất	
Muối ăn NaCl.	
Na ₂ SO ₄ khan.	

Dụng cụ:

Bình tạo hơi	: 1 cái	Ống nối cong (sừng bò)	: 1 cái
Bếp điện	: 1 cái	Ống nối dẫn hơi nước	: 1 cái
Bình cầu 2 cổ 250 ml (nhám 14,5 và 29)	: 1 cái	Phễu chiết 250 ml	: 1 cái
Bình cầu 1 cổ 100 ml (nhám 29)	: 1 cái	Phễu rót	: 1 cái
Sinh hàn nước (nhám 29)	: 1 cái	Bình tam giác 250 ml	: 1 cái
Sinh hàn không khí (nhám 29)	: 1 cái	Bình tam giác 100 ml	: 3 cái
Nút (nhám 14,5)	: 1 cái	Đèn cồn	: 1 cái
Nhiệt kế 300°C	: 1 cái	Khúc xạ kế Abbé	: 1 cái

Giá kẹp, vòng đỡ, ống đong hóa chất, giấy lọc, thìa khuấy, vazolin bôi nhám.

Cách tiến hành:



Hình 1. Chưng cất lôi cuốn hơi nước

Tinh dầu vỏ chanh là chất lỏng có khả năng lôi cuốn theo hơi nước và tan rất ít trong nước, không tác dụng với nước. Tinh dầu chanh thô có chứa tạp chất có thể tinh chế bằng cách chưng cất lôi cuốn theo hơi nước. Cách làm theo các bước như sau:

Lắp dụng cụ theo Hình 1 gồm:

+ Bình tạo hơi là một bình kim loại, bên trong chứa nước. Khi đun trên bếp điện, bình sẽ tạo ra hơi nước. Dùng một ống thủy tinh dài khoảng 1m cắm sát đáy bình (qua nút đậy bình) để làm ống bảo hiểm. Bên ngoài bình có ống thủy tinh hoặc nhựa trong suốt để theo dõi mức nước trong quá trình chưng cất.

Ống dẫn hơi nước từ bình tạo hơi phải được cắm vào lòng chất lỏng trong bình chưng cất. Trên đoạn ống cao su dẫn hơi nước từ nồi tạo hơi sang bình chưng cất lắp một ống thủy tinh chẻ ba (xem hình vẽ), chẻ thông với bên ngoài có lắp một đoạn cao su ngắn và 1 cái kẹp có thể đóng mở dễ dàng.

+ Bình chưng cất được dùng là bình cầu 2 cổ nhám, dung tích 250ml, lượng chất lỏng đựng trong bình không được quá 1/3 thể tích của bình. Cụ thể trong bài này cho 15ml tinh dầu chanh thô vào bình cầu để chưng cất.

Thao tác:

1. Sau khi lắp xong dụng cụ, cắm bếp đun nước ở bình tạo hơi. Khi nước trong bình tạo hơi sôi phun ra thành luồng hơi, đóng kẹp ở chẻ ba để luồng hơi nước sục vào bình chưng cất. Kết thúc quá trình chưng phải mở kẹp chẻ ba để thông áp với bên ngoài, rồi mới tắt bếp điện (*tránh hiện tượng áp suất trong bình tạo hơi giảm đột ngột làm chất lỏng trong bình chưng cất có thể bị hút ngược vào bình tạo hơi*).

Quá trình chưng cất lôi cuốn theo hơi nước kết thúc khi giọt chất lỏng cất ra không còn đục mà trở nên trong suốt.

2. Làm nguội hỗn hợp nước – tinh dầu. Tiến hành tách tinh dầu thu được ra khỏi nước bằng cách chuyển dung dịch vào phễu chiết, để yên cho tách lớp và chiết tinh dầu ra khỏi nước. Phần nước rút ra cho muối NaCl sạch vào khuấy đến bão hòa, sau đó quan sát hiện tượng xảy ra.

3. Cho tinh dầu vào bình tam giác 50ml sạch có lắp sinh hàn không khí nhỏ. Cho Na_2SO_4 khan vào bình, lắc đều và đun cách thủy đến khi dịch trở nên trong suốt. Rót tinh dầu đã được làm khan qua phễu có giấy lọc vào bình chưng cất 100ml.

4. Lắp sơ đồ chưng cất theo Hình 2. Trước khi chưng cất cho 1-2 viên đá bọt, thu lấy sản phẩm ở khoảng nhiệt độ 170-185°C (*chú ý: không được chưng cất đến cạn bình*).

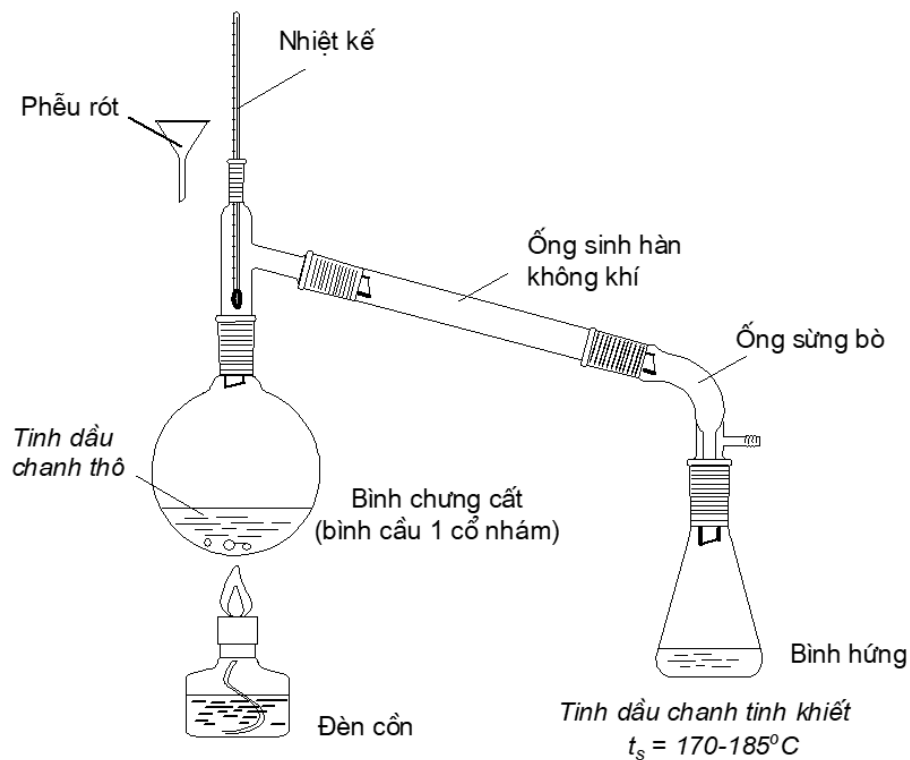
5. Đo chỉ số khúc xạ của tinh dầu sạch bằng máy khúc xạ kế.

6. Đo thể tích tinh dầu thu được và tính hiệu suất tinh chế.

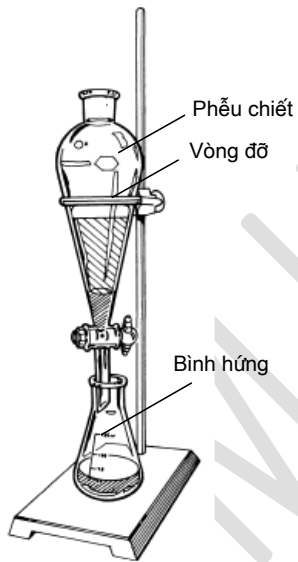
Tinh dầu vỏ chanh được chế bằng cách ép phần ngoài của vỏ chanh tươi hoặc chưng cất lôi cuốn theo hơi nước.

Tinh dầu chanh là một chất lỏng không màu, tỷ trọng ở 15°C từ 0,856 đến 0,861; chỉ số khúc xạ n_D^{20} 1,471-1,478; năng suất quay cực $\alpha_D^{20} + 57^\circ$ đến $+ 67^\circ$.

Tinh dầu chanh là một hỗn hợp gồm chủ yếu 92 – 95% terpen, trong đó có 90% d-limonen, một ít β -phellandren, vết pinen; các thành phần thơm gồm 4-5% citral, một ít citronellal, linalool, linalyl acetate, geraniol, geranyl acetate, terpineol...



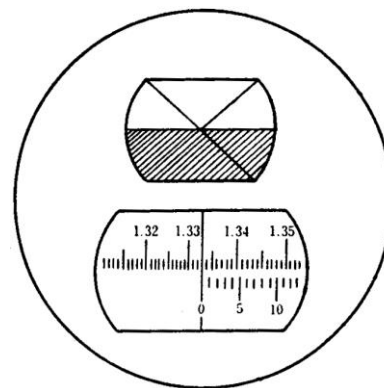
Hình 2. Chưng cất tinh dầu chanh bằng sinh hàn không khí



Hình 3. Chiết



Thao tác với phễu chiết

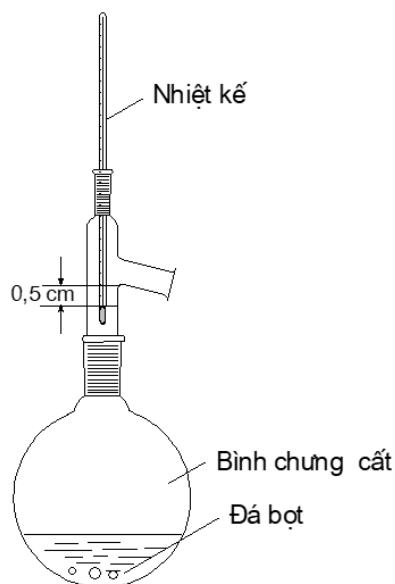


chỉ số khúc xạ của nước tinh khiết
 $n_D^{20} = 1,333$

Hình 4. Đo chỉ số khúc xạ

Một số lưu ý trong quá trình chưng cất chất lỏng:

1. Phải chọn nhiệt kế có thang nhiệt độ thích hợp với nhiệt độ sôi của chất lỏng cần chưng cất. Lắp nhiệt kế trong bình chưng cất đúng sao cho mặt trên của bầu thủy ngân thấp hơn mặt dưới của ống nhánh một khoảng 0,5 cm, song song với cổ bình chưng cất (Hình 5).



Hình 5. Lắp nhiệt kế đúng trong bình chưng cất

2. Để tránh hiện tượng quá nóng (*nhật kế chỉ nhiệt độ cao hơn nhiệt độ sôi của chất lỏng nhưng chưa thấy hiện tượng sôi*) hoặc sôi không đều, trước khi chưng cất chất lỏng, cần cho thêm vào bình chưng cất một vài viên đá bọt hoặc ống mao quản thủy tinh. Trong quá trình chưng cất, đá bọt hoặc ống mao quản sẽ cung cấp bọt khí có tác dụng gây “mầm sôi” đảm bảo cho quá trình chất lỏng sôi êm đềm.

3. Đối với chất lỏng sôi ở nhiệt độ thấp hơn 80°C thì chưng cất cách thủy. Chất lỏng sôi ở $80\text{-}220^{\circ}\text{C}$ chưng cất trực tiếp bằng bếp điện, đèn cồn hay chưng cất cách dầu. Với các chất lỏng có nhiệt độ sôi cao hơn nữa thì đun cách cát...

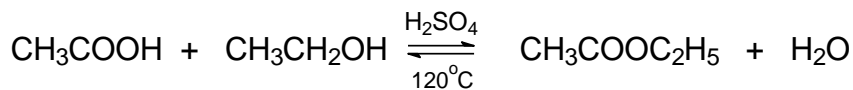
4. Đối với chất lỏng có nhiệt độ sôi dưới 150°C thì dùng sinh hàn nước (sinh hàn Liebig). Chất lỏng sôi trên 150°C dùng sinh hàn không khí. Chất lỏng sôi trên 200°C chưng cất trực tiếp qua ống nhánh của bình, không dùng sinh hàn.

5. Trước khi chưng cất, người ta thường làm khô chất lỏng bằng một chất rắn vô cơ có khả năng kết hợp với phân tử dung môi (ví dụ Na_2SO_4 , CaCl_2 , MgSO_4 , KOH , v.v...). Khi gạn, lọc chất lỏng cần chưng cất vào bình cần phải cẩn thận, tuyệt đối không để chất lỏng bị lẫn các chất rắn không tan ấy, vì như thế sẽ làm tăng nhiệt độ sôi của chất lỏng tinh khiết (*hiện tượng đẳng phí điểm*), do đó kết quả nhiệt độ sôi của chất lỏng tinh khiết sẽ thiếu chính xác.

6. Quá trình chưng cất coi như kết thúc khi trong bình chưng cất còn 1-2 ml chất lỏng.

Bài 4

TỔNG HỢP ESTE ETYL AXETAT



Hóa chất:

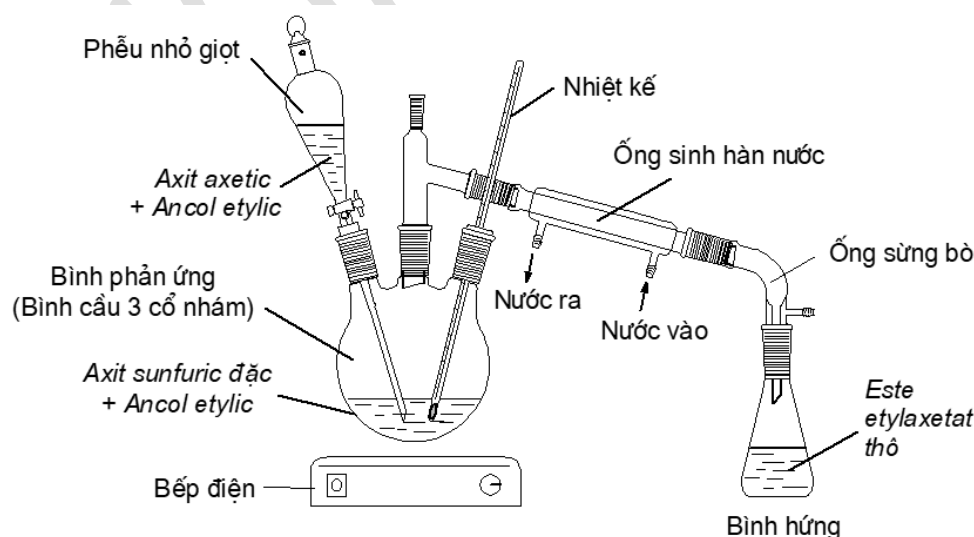
Ancol etylic 95% ($t_s=78^\circ\text{C}$; $d_4^{20}=0,791$) : 15 ml
Axit axetic băng ($t_s=118^\circ\text{C}$; $d_4^{20}=1,049$) : 10 ml
Axit sunfuric H_2SO_4 ($d_4^{20}=1,840$) : 5,0 ml
Dung dịch Na_2CO_3 2%.
Dung dịch CaCl_2 50%.
 CaCl_2 khan.

Dụng cụ:

Bếp ôn nhiệt hoặc bếp điện	: 1 cái	Phễu chiết 250 ml	: 1 cái
Bình cầu 3 cổ 250 ml (nhám 14,5 và 29)	: 1 cái	Phễu nhỏ giọt 50 ml	: 1 cái
Bình cầu 1 cổ 100 ml (nhám 29)	: 1 cái	Phễu rót	: 1 cái
Sinh hàn nước (nhám 29)	: 1 cái	Bình tam giác 250 ml	: 1 cái
Nhiệt kế (100°C hoặc 300°C)	: 1 cái	Bình tam giác 100 ml	: 3 cái
Ống nối cong (sừng bò)	: 1 cái	Bát nhôm cách thủy	: 1 cái

Giá kẹp, vòng đỡ, ống đong hóa chất, đũa thủy tinh, giấy chỉ thị pH, giấy lọc, vazolin bôi nhám, kính bảo vệ mắt.

Cách tiến hành:



Hình 1. Điều chế este etyl axetat

Cho 5,0 ml ancol etylic vào bình cầu ba cổ dung tích 100ml. Làm lạnh bên ngoài bình bằng nước lạnh, rồi cho từ từ 5,0 ml axit sunfuric vào và lắc đều. Lắp dụng cụ như Hình 1. Cho hỗn hợp gồm 10 ml ancol etylic và 10 ml axit axetic băng vào phễu nhỏ giọt

(chú ý: đuôi của phễu nhỏ giọt phải được cắm xuống dưới bề mặt chất lỏng). Đun bình phản ứng trên bếp ỏn nhiệt hoặc bếp ỏn điện (cách amiăng). Khi nhiệt độ bắt đầu đạt 115°C thì nhỏ từ từ hỗn hợp ancol etylic và axit axetic bằng từ phễu nhỏ giọt xuống bình phản ứng với vận tốc nhỏ giọt bằng vận tốc este etyl axetat tạo thành được chưng cất ra. Duy trì nhiệt độ phản ứng trong khoảng 115°C-125°C. Sau khi nhỏ hết hỗn hợp ancol và axit, tiếp tục thực hiện phản ứng thêm khoảng 10 phút.

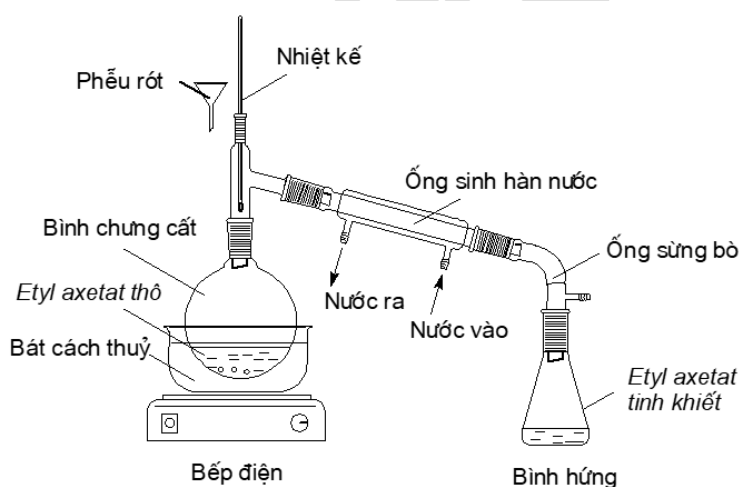
Dung dịch được chưng cất ra đem trung hòa bằng dung dịch Na_2CO_3 2% đến pH=6-7. Sau đó tách bỏ hoàn toàn lớp dưới. Lớp este thu được đem lỏc với 8 ml dung dịch CaCl_2 50% trong phễu chiết (chia lượng dung dịch CaCl_2 làm 2 lần). Tách lớp este cho vào bình tam giác và làm khan bằng CaCl_2 khan. Sau khi làm khan, lỏc bỏ CaCl_2 , cho este vào bình cầu 100ml. Chưng cất cách thủy thu sản phẩm chính ở nhiệt độ 77-78°C, qua 2 phân đoạn chưng cất:

Phân đoạn 1: trước 75°C.

Phân đoạn 2: 75 – 78°C.

Hiệu suất tham khảo: 20 gam.

Este etyl axetat tinh khiết là chất lỏng không màu, có mùi thơm của quả chín, sôi ở 77,2°C; $d_4^{20} = 0,901$; $n_D^{20} = 1,3724$; nồng độ cho phép trong không khí là 0,2 mg/l.



Hình 2. Chưng cất thu este etyl axetat

Chú ý:

- Sinh viên phải đeo kính bảo hiểm để bảo vệ mắt trong lúc cho axit sunfuric vào ancol etylic và trong quá trình theo dõi phản ứng.



- Cần lỏc bỏ chất làm khô trước khi tiến hành chưng cất.
- Khi chưng cất phải cho đá bọt (mầm sôi) vào bình chưng cất.