



## 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 8 bài: Lớp KT Hóa học, Cử nhân CNKT Hóa học.

*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.*

*Bài 5+6: Tổng hợp axetanilit - Phản ứng axyl hoá + Tổng hợp  $\beta$ -naphтол da cam - Phản ứng ghép đôi azo.*

*Bài 7: Tổng hợp p-nitroaxetanilit - Phản ứng nitro hoá.*

*Bài 8: Tổng hợp axit benzoic và ancol benzylic - Phản ứng Cannizzaro.*

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:

+ **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** Thí nghiệm Hóa hữu cơ; Danh sách sinh viên đạt bài thí nghiệm và được thi sẽ được giáo viên hướng dẫn phụ trách nhóm thông báo. Sinh viên trình các bài thí nghiệm đã đạt trước khi thi.

## Bài 1

### TINH CHẾ AXIT BENZOIC BẰNG PHƯƠNG PHÁP KẾT TINH LẠI

#### Hóa chất:

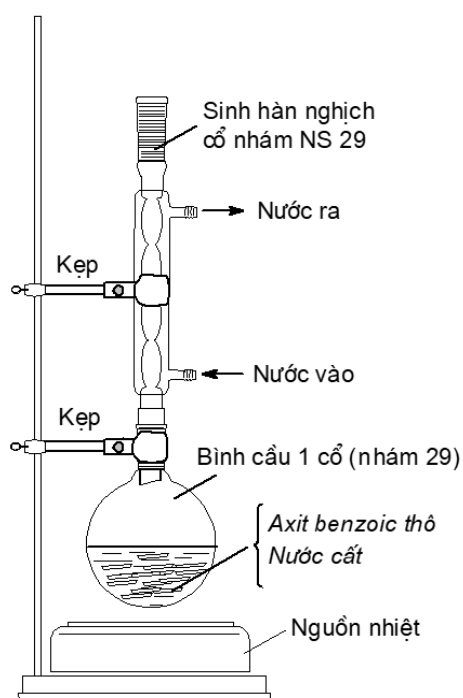
Axit benzoic thô	: 5,0 gam
Nước cất	: 210 ml
Than hoạt tính	: 0,1 gam

#### 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:

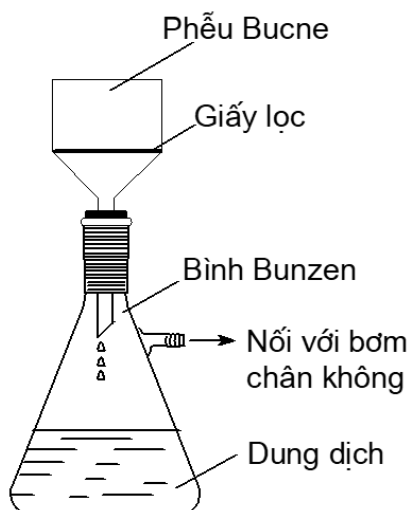


**Hình 1. Sơ đồ dụng cụ tạo dung dịch bão hòa axit benzoic**

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.



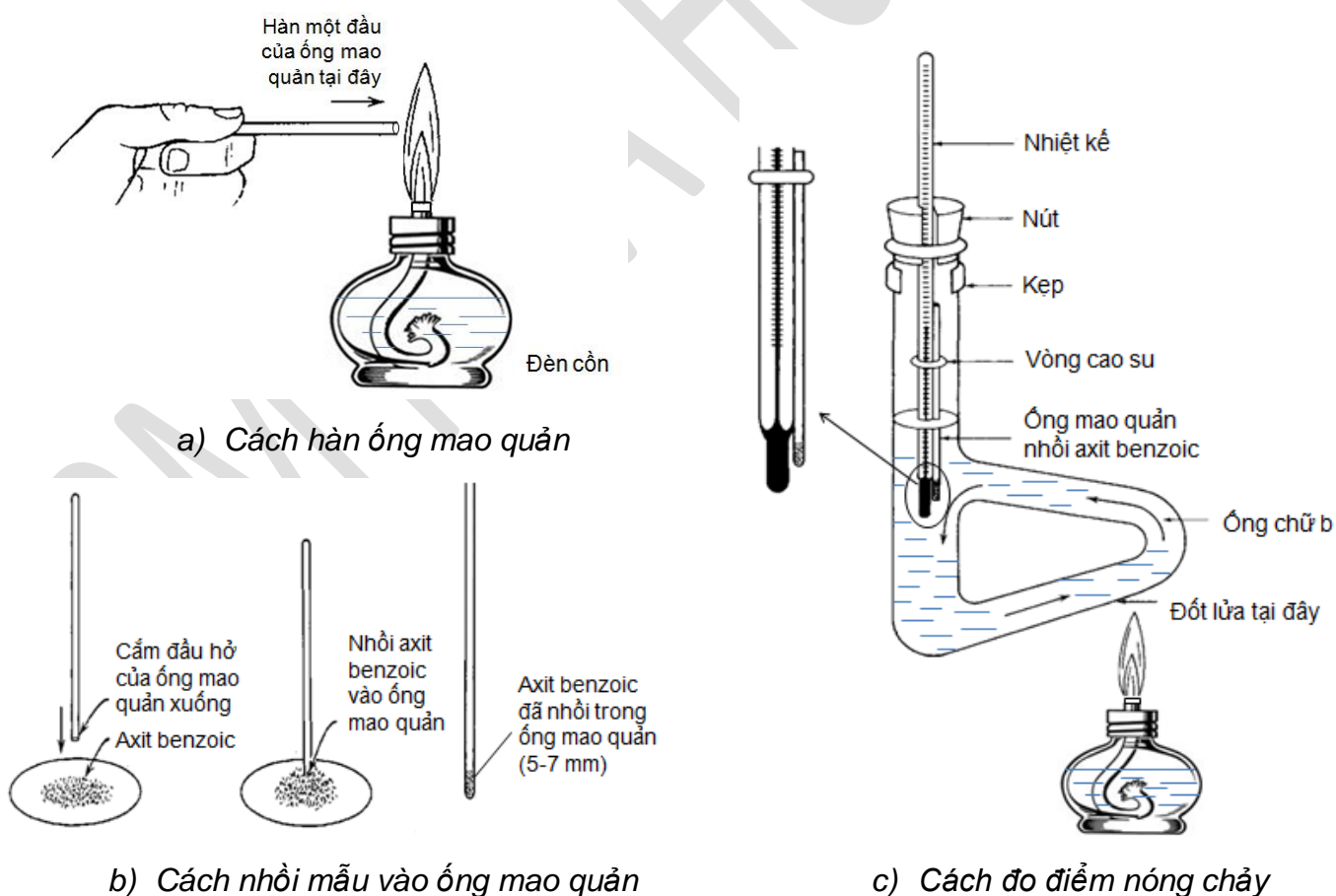
**Hình 2. Hệ thống lọc hút với bình Bunzen và phễu Bucne**

Sản phẩm thu được đem sấy ở nhiệt độ  $80^{\circ}\text{C}$  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:

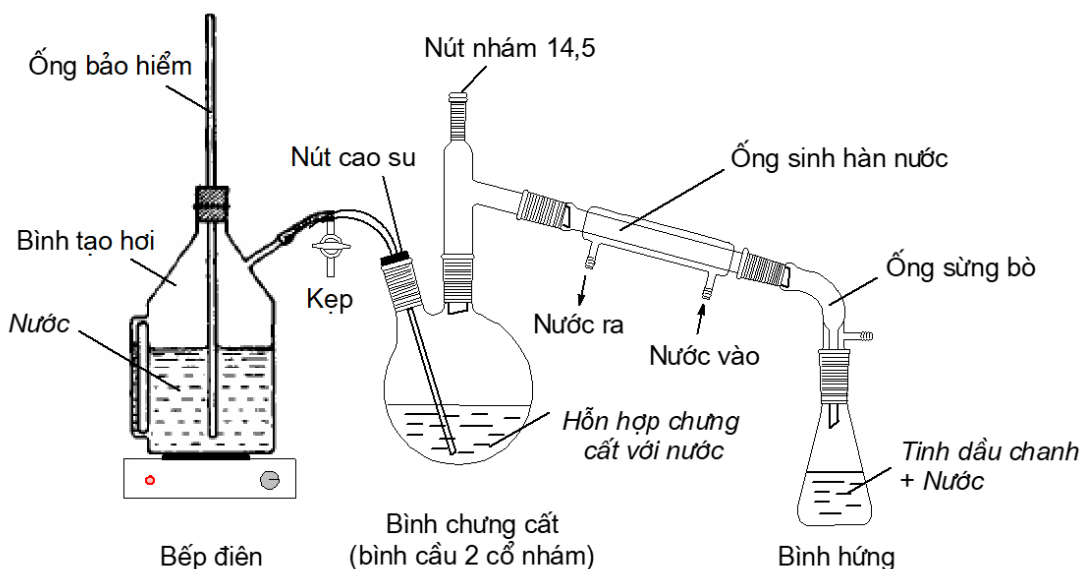
Tinh dầu vỏ chanh	: 15 ml
Nước cất	
Muối ăn NaCl.	
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> khan.	

#### 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 chữ ba (xem hình vẽ), chữ 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 chữ ba để luồng hơi nước sục vào bình chưng cất. Kết thúc quá trình chưng phải mở kẹp chữ 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  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*).

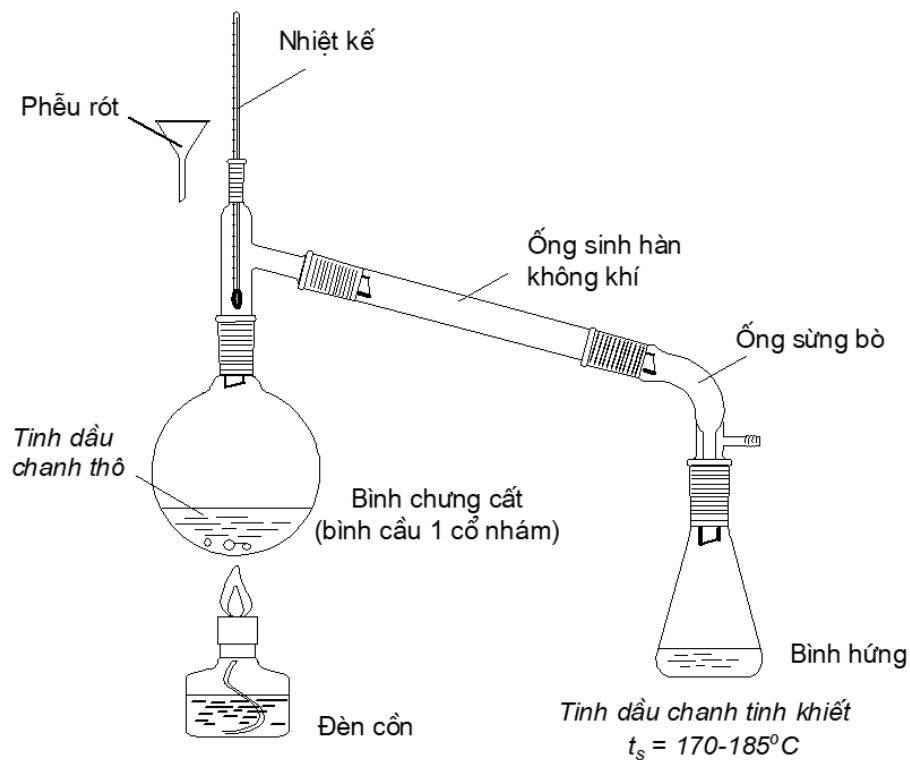
5. Đo chỉ số khúc xạ của tinh dầu sạch bằng máy khúc xạ kế.

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

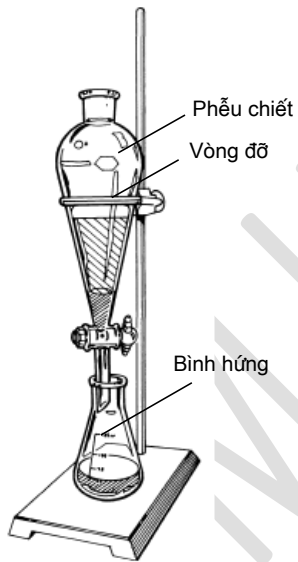
Tinh dầu vỏ chanh được chế bằng cách ép phần ngoài của vỏ chanh tươi hoặc chưng cất lôi cuốn theo hơi nước.

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  $\beta$ -phellandren, vết pinen; các thành phần thơm gồm 4-5% citral, một ít citronellal, linalool, linalyl acetate, geraniol, geranyl acetate, terpineol...



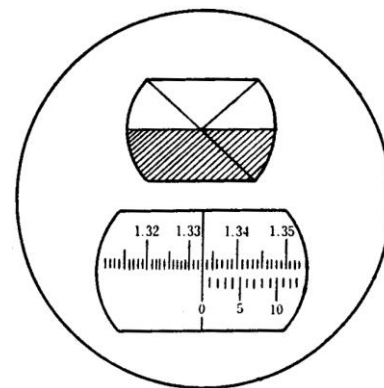
**Hình 2. Chưng cất tinh dầu chanh bằng sinh hàn không khí**



**Hình 3. Chiết**



Thao tác với phễu chiết

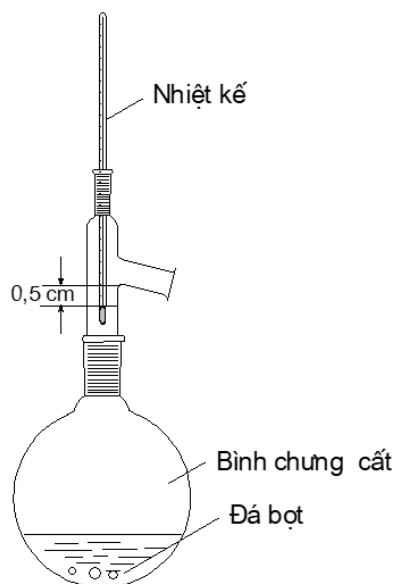


chỉ số khúc xạ của nước tinh khiết  
 $n_D^{20} = 1,333$

**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 (*nhiệt 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  $80^{\circ}\text{C}$  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...

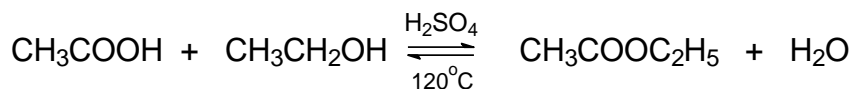
4. Đối với chất lỏng có nhiệt độ sôi dưới  $150^{\circ}\text{C}$  thì dùng sinh hàn nước (sinh hàn Liebig). Chất lỏng sôi trên  $150^{\circ}\text{C}$  dùng sinh hàn không khí. Chất lỏng sôi trên  $200^{\circ}\text{C}$  chưng cất trực tiếp qua ống nhánh của bình, không dùng sinh hàn.

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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{KOH}$ , 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:

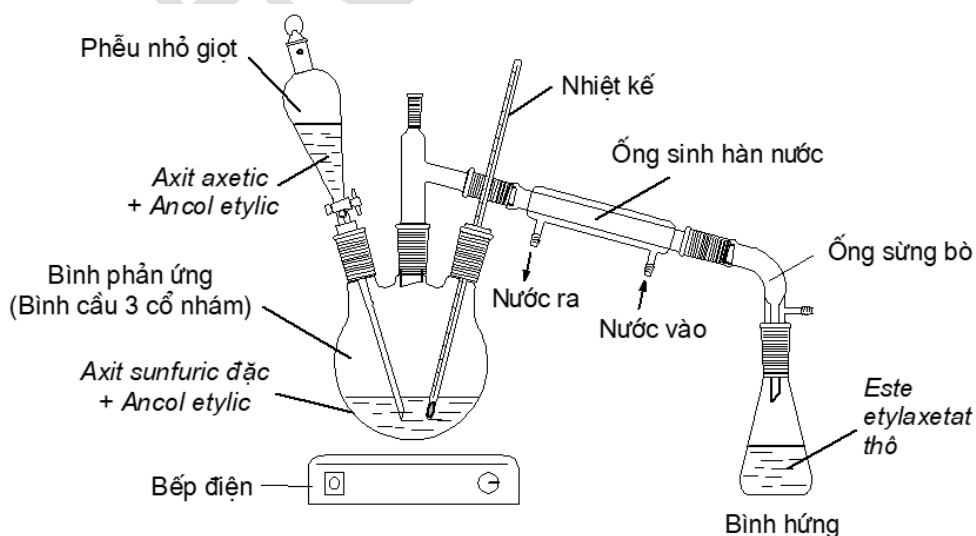
Ancol etylic 95% ( $t_s=78^\circ\text{C}$ ;  $d_4^{20}=0,791$ ) : 15 ml  
 Axit axetic băng ( $t_s=118^\circ\text{C}$ ;  $d_4^{20}=1,049$ ) : 10 ml  
 Axit sunfuric  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d_4^{20}=1,840$ ) : 5,0 ml  
 Dung dịch  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2%.  
 Dung dịch  $\text{CaCl}_2$  50%.  
 $\text{CaCl}_2$  khan.

#### Dụng cụ:

Bếp ổn 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	: 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 ( $100^\circ\text{C}$ hoặc $300^\circ\text{C}$ )	: 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, đĩa 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 điện (cách amiăng). Khi nhiệt độ bắt đầu đạt 115°C thì nhỏ từ từ hỗn hợp ancol etylic và axit axetic băng 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.

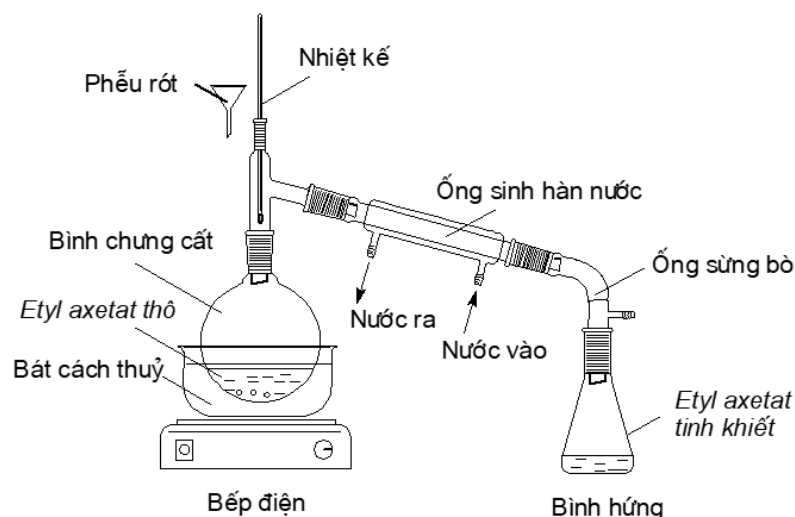
Dung dịch được chưng cất ra đem trung hòa bằng dung dịch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 2% đến pH=6-7. Sau đó tách bỏ hoàn toàn lớp dưới. Lớp este thu được đem lắc với 8 ml dung dịch CaCl<sub>2</sub> 50% trong phễu chiết (*chia lượng dung dịch CaCl<sub>2</sub> làm 2 lần*). Tách lớp este cho vào bình tam giác và làm khan bằng CaCl<sub>2</sub> khan. Sau khi làm khan, lọc bỏ CaCl<sub>2</sub>, 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:**

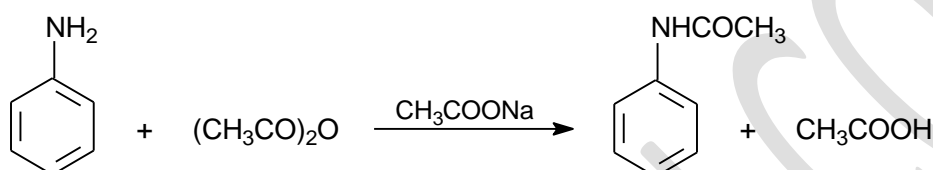
- Sinh viên phải đeo kính bảo hiểm để bảo vệ mắt trong lúc cho axit sunfuric vào ancol etylic và trong quá trình theo dõi phản ứng.



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

## Bài 5

### TỔNG HỢP AXETANILIT



#### Hóa chất:

Anilin ( $t_s=184^\circ\text{C}$ ; $d_4^{20}=1,022$ )	: 4,5 ml
Anhydrit axetic ( $t_s=139^\circ\text{C}$ ; $d_4^{20}=1,082$ )	: 6,5 ml
HCl đậm đặc ( $d_4^{20}=1,190$ )	: 4,5 ml
$\text{CH}_3\text{COONa}$ rắn	: 7,5 g
Nước đá.	

#### Dụng cụ:

Bình tam giác 50 ml	: 3 cái
Cốc thủy tinh 250 ml	: 1 cái
Cốc thủy tinh 100 ml	: 2 cái
Nhiệt kế rượu	: 1 cái
Đĩa sấy thủy tinh	: 1 cái
Đũa khuấy	: 1 cái
Bát nhôm	: 1 cái
Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ
Ống đong hóa chất, giấy lọc, cân.	

#### Cách tiến hành:

##### Chuẩn bị:

- Trong cốc 100ml: hòa tan 7,5g  $\text{CH}_3\text{COONa}$  trong 25ml nước;
- Trong bình tam giác 50ml: 6,5ml anhydrit axetic.

Rót vào cốc (cỡ 250ml) 125ml nước và 4,5ml HCl đậm đặc, vừa khuấy vừa rót 4,5ml anilin vào. Sau đó, rót dung dịch  $\text{CH}_3\text{COONa}$  vào dung dịch trên và khuấy, đồng thời rót tiếp anhydrit axetic, rồi đem làm lạnh bên ngoài bằng nước đá. Khi những tinh thể trắng xuất hiện, lọc rửa tinh thể trên phễu lọc Bucne, rửa bằng nước lạnh rồi tách lấy tinh thể

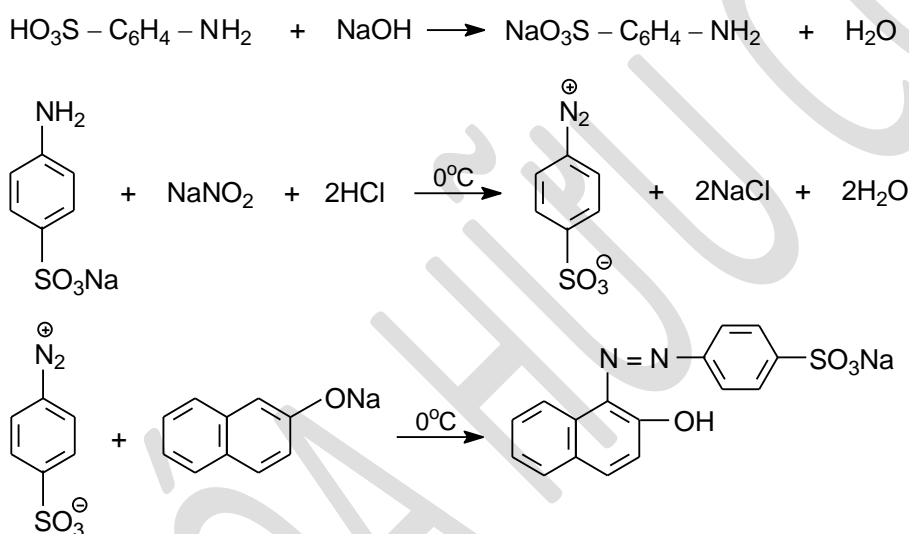
axetanilit (muốn thu được sản phẩm tinh khiết có thể kết tinh lại từ nước). Sản phẩm thu được cho vào đĩa thủy tinh và sấy đến khô ở 80°C.

Khối lượng axetanilit thu được: 5 - 6g.

Axetanilit tinh khiết là chất rắn kết tinh không màu,  $d_4^{20} = 1,211$ , nhiệt độ nóng chảy  $t_{nc} = 114 - 115^\circ$

## Bài 6

### TỔNG HỢP $\beta$ -NAPHTOL DA CAM



#### Hóa chất:

$\beta$ -Naphthol	: 2,0 gam
Axit sunfanilic.2H <sub>2</sub> O	: 2,5 gam
NaNO <sub>2</sub>	: 1,0 gam
CH <sub>3</sub> COONa	: 1,75 gam
Dung dịch NaOH 2N	: 6,5 ml
Dung dịch NaOH 2%	: 35 ml
Dung dịch HCl 2N	: 12,5 ml
Nước đá, muối ăn.	

#### Dụng cụ:

Bình tam giác 50 ml	: 3 cái
Cốc thủy tinh 250 ml	: 1 cái
Cốc thủy tinh 100 ml	: 2 cái
Nhiệt kế 100°C	: 1 cái
Nhiệt kế rượu	: 1 cái
Đĩa sấy thủy tinh	: 1 cái
Đũa khuấy	: 1 cái
Bát nhôm	: 1 cái
Bếp điện	: 1 cái
Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ

Ông đong hóa chất, giấy chỉ thị công gô đỏ, giấy lọc, cân.

### Cách tiến hành:

Hòa tan 2,5 gam axit sunfanilic trong 6,5 ml dung dịch NaOH 2N trong cốc 250 ml (*nếu khó tan có thể đun nhẹ và khuấy*) rồi thêm vào đó dung dịch gồm 1,0 gam NaNO<sub>2</sub> được hòa tan trong 12,5 ml nước cất. Làm lạnh dung dịch này bằng hỗn hợp nước đá và muối ăn đến 0°C. Trong khi đó cũng làm lạnh 12,5 ml HCl 2N đến 0°C, khuấy mạnh hỗn hợp trên và cho từ từ từng lượng nhỏ dung dịch HCl 2N trên vào. Quá trình thực hiện phản ứng diazo hóa, phải duy trì nhiệt độ phản ứng ở 0°C. Khi cho hết khoảng 12,5 ml dung dịch HCl 2N, tiến hành kiểm tra môi trường bằng giấy chỉ thị công gô đỏ (*môi trường của phản ứng coi như đạt yêu cầu nếu màu của giấy chỉ thị chuyển sang màu xanh*). Trong trường hợp chưa đạt, cần điều chỉnh môi trường bằng dung dịch HCl lạnh, khi đó muối diazosunfonat (*muối diazonium nội phân tử của axit sunfanilic*) kết tủa xuống và được giữ ở nhiệt độ 0°C.

Trước đó chuẩn bị dung dịch  $\beta$ -naphtolat bằng cách hòa tan 2,0 gam  $\beta$ -naphtol trong dung dịch NaOH 2% dư (*hết khoảng 35ml dung dịch NaOH 2%*). Nếu  $\beta$ -naphtol khó tan, có thể đun nóng nhẹ rồi làm lạnh, được ***dung dịch 1***.

Tiến hành phản ứng hợp azo bằng cách cho dung dịch CH<sub>3</sub>COONa (*1,75 gam trong 2,0 ml nước*) vào dung dịch muối diazosunfonat ở trên và làm lạnh, được ***dung dịch 2***. Sau đó vừa khuấy vừa ***cho dung dịch 1 vào dung dịch 2***, khống chế nhiệt độ phản ứng không vượt quá 5°C. Khuấy hỗn hợp phản ứng thêm 10 phút để phản ứng hợp azo hoàn thành. Hỗn hợp thu được có màu vàng da cam, màu sắc tươi, sáng.

Tinh chế chất màu bằng cách đun cách thủy hỗn hợp trên ở 60°C để thu được một dung dịch đồng thể, rồi đem lọc nóng. Cho vào dịch lọc nóng trên muối NaCl (*khoảng 12-15 gam muối NaCl tính cho 100ml dung dịch*), khuấy đều và làm lạnh bằng đá, rồi để yên. Sau 1 giờ lọc hoặc ly tâm để lấy chất kết tủa màu. Cho chất màu đã ép khô vào đĩa thủy tinh và phơi khô ngoài không khí.

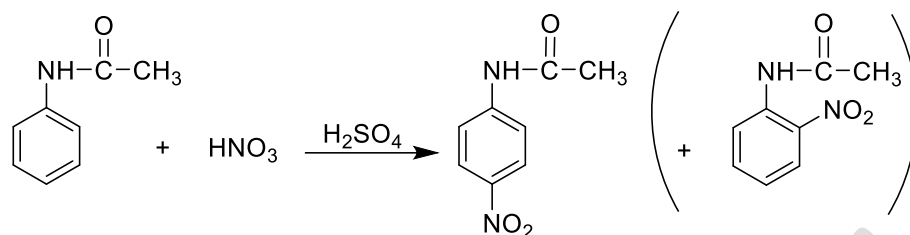
Sản phẩm cũng có thể được kết tinh bằng hệ dung môi nước-etanol: hòa tan sản phẩm thô với một lượng vừa đủ nước sôi, lọc nóng, rồi để dịch lọc nguội dần đến nhiệt độ khoảng 70-80°C. Sau đó cho thêm vào dịch lọc 10ml etanol và làm lạnh hỗn hợp. Sản phẩm sẽ tách ra dưới dạng tinh thể màu da cam óng ánh.

Khối lượng chất màu  $\beta$ -naphtol da cam thu được: 6g.

$\beta$ -Naphtol da cam là chất rắn kết tinh màu vàng da cam, M = 350,32 g/mol, nhiệt độ nóng chảy là 164°C, được sử dụng trong các lĩnh vực như nhuộm vải sợi trong dệt may, mực in, mỹ phẩm, vật liệu trang trí, v.v....

## Bài 7

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



#### Hóa chất:

Axetanilit (M =135,1)	: 2,3 gam	Muối ăn NaCl
Axit HNO <sub>3</sub> (65,3%; $d_4^{20}$ =1,40)	: 1,2 ml	Nước đá
Axit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> đậm đặc ( $d_4^{20}$ =1,84)	: 5,0 ml	
Axit axetic băng ( $d_4^{20}$ = 1,05)	: 2,5 ml	
Etanol 96%	: 50 ml	

#### Dụng cụ:

Cốc thủy tinh 250 ml	: 1 cái	Công tơ hút	: 1 cái
Cốc thủy tinh 100 ml	: 1 cái	Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ
Bình tam giác 100 ml	: 3 cái	Bình cầu 1 cổ 100 ml	: 1 cái
Đũa thủy tinh	: 1 cái	Sinh hàn nghịch (nhám 29)	: 1 cái
Nhiệt kế rượu	: 1 cái	Bếp điện	: 1 cái

Giá kẹp, ống đong hóa chất, pipet, giấy lọc, giấy chỉ thị pH, vazolin (hoặc mỡ chân không) bôi nhám, các loại nút, kính bảo vệ mắt, gang tay.

#### Cách tiến hành:

##### Điều chế *p*-nitroaxetanilit:

Chuẩn bị hỗn hợp A: Cho 2,3g axetanilit và 2,5ml axit axetic băng vào bình tam giác 100ml có khuấy từ, hỗn hợp được làm mát bằng nước. Thêm từ từ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> đặc (3,7 ml) vào hỗn hợp trên và khuấy đến khi hỗn hợp đồng nhất. Làm lạnh hỗn hợp phản ứng đến 5°C bằng nước đá muối.

Chuẩn bị hỗn hợp axit B: cho từ từ 1,3ml axit sulfuric đậm đặc vào 1,2 ml dung dịch HNO<sub>3</sub> đậm đặc đã được làm lạnh bên ngoài (*chú ý: đeo kính bảo vệ mắt!*).

Dùng công tơ hút nhỏ giọt từ từ hỗn hợp B vào bình phản ứng chứa hỗn hợp A. Chú ý không để nhiệt độ phản ứng vượt quá 20°C trong suốt quá trình nhỏ giọt hỗn hợp HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Sau khi kết thúc quá trình nhỏ giọt, duy trì phản ứng thêm 30 phút.

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

Lọc sản phẩm trên phễu Bucne và rửa bằng nước lạnh đến khi hết môi trường axit (*kiểm tra bằng giấy chỉ thị pH*) thu được sản phẩm thô màu vàng.

##### Kết tinh lại *p*-nitroaxetanilit:

Tiến hành kết tinh lại sản phẩm thô ở trên bằng hệ dung môi etanol/nước (theo tỷ lệ thể tích 1/1). Cho sản phẩm thô và 30 ml hỗn hợp etanol/nước vào bình cầu có lắp sinh hàn nghịch

(tương tự bài 1). Đun cách thủy đến khi sản phẩm thô tan hoàn toàn (trong trường hợp chưa tan hết thì cần bổ sung hỗn hợp etanol/nước cho đến khi tan hoàn toàn). Sau đó rót hỗn hợp thu được vào cốc 250ml, rồi làm lạnh bên ngoài cho đến khi *p*-nitroaxetanilit kết tinh hoàn toàn. Lọc và rửa *p*-nitroaxetanilit bằng một lượng nhỏ etanol lạnh (khoảng 5ml). Sấy sản phẩm thu được ở 60°C đến khô, cân khối lượng và tính hiệu suất.

*p*-Nitroaxetanilit là chất rắn kết tinh màu vàng nhạt,  $M = 180,17 \text{ g/mol}$ , nhiệt độ nóng chảy là 214°C.

### **Chú ý:**

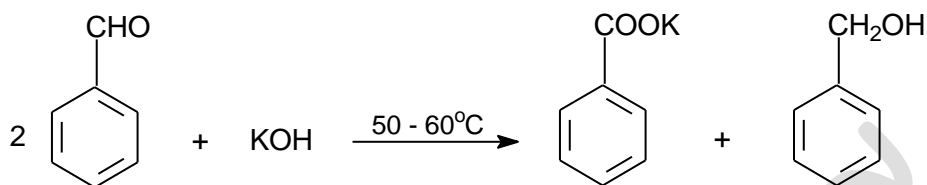
- Trong quá trình thí nghiệm sinh viên phải đeo kính bảo hiểm để bảo vệ mắt!



- Cần thận trọng trong khi chuẩn bị và sử dụng hỗn hợp axit  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$  (hỗn hợp B).
- Các hợp chất nitro thường độc và có thể hấp thụ qua da, vì thế cần sử dụng găng tay khi làm thí nghiệm.

## Bài 8

# TỔNG HỢP AXIT BENZOIC VÀ ANCOL BENZYLIC TỪ BENZANDEHIT PHẢN ỨNG CANNIZZARO



### Hóa chất:

Dung dịch KOH 60%	: 10 ml
Benzandehit ( $d_4^{20} = 1,049$ )	: 13 ml
Nước cất	: 35 ml
Ete etylic ( $t_s = 35^{\circ}\text{C}$ ; $d_4^{20} = 0,719$ )	: 35 ml
Dung dịch NaHSO <sub>3</sub> 40%	: 20 ml
Dung dịch HCl 15%	
Dung dịch Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 10%	
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> khan.	
Nước đá.	

### Dụng cụ:

Bình cầu 1 cổ 100 ml (không nhám)	: 1 cái	Cốc thủy tinh 250 ml	: 1 cái
Bình cầu 1 cổ 100 ml (nhám 29)	: 1 cái	Nhiệt kế 300°C	: 1 cái
Sinh hàn nước (nhám 29)	: 1 cái	Ống nối cong (sừng bò)	: 1 cái
Sinh hàn không khí	: 1 cái	Phễu rót	: 1 cái
Phễu chiết 250 ml	: 1 cái	Đũa khuấy	: 1 cái
Bình tam giác 250 ml	: 1 cái	Đĩa thủy tinh	: 1 cái
Bình tam giác 100 ml	: 3 cái	Bát cách thủy	: 1 cái
		Bộ lọc hút chân không	: 1 bộ

Giá kẹp, vòng đỡ, ống đong hóa chất, giấy chỉ thị pH, giấy lọc, các loại nút, vazolin (hoặc mỡ chân không) bôi nhám.

### Cách tiến hành:

Cho 10 ml dung dịch KOH 60% đã được làm lạnh vào 13 ml benzandehit tinh khiết vào bình cầu không nhám, dung tích 100ml. Đậy nút cao su chặt và lắc đều cho đến khi tạo thành dạng nhũ tương màu trắng sữa bền vững. Sau đó để yên qua đêm.

Hôm sau đem hòa tan hoàn toàn khối chất rắn tạo thành bằng một lượng nước tối thiểu (35ml). Rót dung dịch này vào phễu chiết, sau đó dùng 35ml ete etylic lạnh chiết ancol benzylic ra khỏi hỗn hợp (*chiết làm 2 lần: lần 1 dùng 20ml; lần 2 dùng 15ml*). Gộp các phần chiết bằng ete lại cho vào phễu chiết (*chú ý: giữ lại phần nước để xử lý thu axit benzoic*), sau đó lắc mạnh với dung dịch NaHSO<sub>3</sub> 40%, rồi 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 chỉ thị pH đến*

môi trường trung tính). Tách lấy hỗn hợp ở lớp trên, làm khan bằng  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  khan. Chung cất cách thủy loại ete với sinh hàn nước. Sau đó, thay sinh hàn nước bằng sinh hàn không khí và tiếp tục chung cất trực tiếp bằng đèn cồn để thu ancol benzylic ở nhiệt độ sôi khoảng  $203 - 208^\circ\text{C}$ .

Phần nước tách ra sau khi chiết bằng ete lạnh cho vào cốc thủy tinh 250 ml, làm lạnh bằng nước đá và khuấy đều, đồng thời axit hóa từ từ bằng dung dịch  $\text{HCl}$  15% cho đến môi trường axit. Tiếp tục làm lạnh dung dịch để kết tinh hoàn toàn axit benzoic. Lọc lấy axit benzoic trên phễu Bucne, 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  $80^\circ\text{C}$ .

Axit benzoic tinh khiết là chất rắn kết tinh không màu,  $\text{p}K_a = 4,21$ , nhiệt độ nóng chảy  $t_{nc} = 122,5^\circ\text{C}$ .

Ancol benzylic tinh khiết là chất lỏng không màu,  $\text{p}K_a = 15,4$ , nhiệt độ sôi  $t_s = 205^\circ\text{C}$ ,  $d_4^{20} = 1,045$ ,  $n_D^{20} = 1,539$ .

#### **Chú ý:**

- Ete etylic phải được làm lạnh trước khi chiết.
- Khi chung cất phải cho mâm sôi (đá bọt) vào bình chung cất.
- Ete etylic là dung môi rất dễ bắt cháy, trong quá trình chung cất cách thủy thu ete cần phải làm lạnh bình hứng bằng nước đá.



Sơ đồ quá trình thí nghiệm:

