

TRƯỜNG ĐẠI HỌC QUY NHƠN

NGUYỄN LÊ TẤN - HOÀNG NỮ THÙY LIÊN
- NGUYỄN THỊ VIỆT ANGA

GIÁO TRÌNH

Thực hành
HỒA HỮU CƠ

TRƯỜNG ĐẠI HỌC QUY NHƠN



**NGUYỄN LÊ TUẤN - HOÀNG NỮ THÙY LIÊN
- NGUYỄN THỊ VIỆT ANGA**

**GIÁO TRÌNH
THỰC HÀNH HÓA HỮU CƠ**

Quy Nhơn, 2009

LỜI NÓI ĐẦU

Thực hành giữ một vai trò hết sức quan trọng trong việc giảng dạy và nghiên cứu hóa học. Sự kết hợp chặt chẽ giữa lý thuyết và thực hành không chỉ giúp cho người học nắm bắt kiến thức một cách chuẩn xác mà còn rèn luyện được tính thận trọng, phát huy tính sáng tạo và kỹ thuật thực nghiệm.

Nhằm đáp ứng nhu cầu trên, tập thể tác giả Bộ môn Hóa hữu cơ khoa Hóa học trường Đại học Quy Nhơn đã biên soạn Giáo trình Thực hành Hóa hữu cơ, với nội dung gồm 2 phần:

Phần I: Giới thiệu những thao tác và kỹ thuật cơ bản trong phòng thí nghiệm thực hành hóa hữu cơ. Phần này giới thiệu các dụng cụ cơ bản và cách sử dụng. Các phương pháp tách biệt, tinh chế và cách xác định các hằng số vật lý của hợp chất hữu cơ cũng được đề cập.

Phần II:

A. Thí nghiệm lượng nhỏ: Gồm 12 bài thực hành với hơn 100 thí nghiệm. Phần này nhằm minh chứng những tính chất hóa học điển hình nhất của các hợp chất hữu cơ.

B. Thí nghiệm lượng lớn: Gồm 6 bài thực hành, đây là các bài tổng hợp đặc trưng cho các phản ứng hữu cơ cơ bản nhất.

Giáo trình được biên soạn dựa trên cơ sở nội dung của các học phần Hóa hữu cơ, phù hợp với sự đổi mới chương trình đào tạo và kinh nghiệm thực tế trong nhiều năm giảng dạy của các tác giả.

Giáo trình Thực hành Hóa hữu cơ là tài liệu chính sử dụng cho sinh viên hệ sư phạm, hệ tổng hợp của khoa Hóa học, ngoài ra còn dùng làm giáo trình thực hành cho sinh viên một số khoa, ngành không chuyên như khoa Sinh, Hóa dầu.

Tập thể tác giả chân thành cảm ơn các đồng nghiệp đã đóng góp nhiều ý kiến quý báu cho bản thảo và mong muốn nhận được nhiều ý kiến phê bình xây dựng để cuốn Giáo trình ngày càng được hoàn thiện hơn.

Các tác giả

MỤC LỤC

	Trang
Lời nói đầu	1
Mục lục	2
Phần I	ĐẠI CƯƠNG
Chương 1 Những quy tắc làm việc trong phòng thí nghiệm Hóa hữu cơ	4
1.1. Nội quy làm việc trong phòng thí nghiệm	4
1.2. Quy tắc làm việc với chất độc, chất dễ nổ	4
1.3. Quy tắc làm việc với chất dễ cháy	5
1.4. Quy tắc làm việc với dụng cụ thủy tinh	6
1.5. Quy tắc làm việc với áp suất thấp	6
1.6. Quy tắc làm việc với khí nén	6
1.7. Quy tắc làm việc với áp suất cao	7
1.8. Phương pháp cấp cứu sơ bộ	7
1.9. Phương pháp dập tắt đám cháy	8
1.10. Giới thiệu một số dụng cụ trong phòng thí nghiệm hóa hữu cơ	8
Chương 2 Những kỹ năng thí nghiệm cần thiết	23
2.1. Rửa và làm khô dụng cụ	23
2.2. Lắc và khuấy	23
2.3. Gạn, ép, lọc và li tâm	24
2.4. Đun nóng và làm lạnh	25
2.5. Cô cạn hay cho bay hơi dung môi	27
2.6. Làm khô và chất làm khô	27
2.7. Dung môi và tinh chế dung môi	30
2.8. Cách xử lý hóa chất dư hay phế thải	31
2.9. Cách viết tường trình bài thí nghiệm hữu cơ	32
Chương 3 Phương pháp tách biệt và tinh chế hợp chất hữu cơ	33
3.1. Phương pháp chưng cất	33
3.2. Phương pháp kết tinh	37
3.3. Phương pháp chiết	38

3.4. Phương pháp thăng hoa	39
3.5. Phương pháp sắc ký	41
Chương 4 Phương pháp xác định các hằng số vật lý của các hợp chất hữu cơ ...	42
4.1. Xác định nhiệt độ nóng chảy	42
4.2. Xác định nhiệt độ sôi	44
4.3. Xác định tỉ khối	44
4.4. Xác định năng suất quay cực	46
Phần II	
A. THÍ NGHIỆM LƯỢNG NHỎ	47
Chương 1 Phân tích định tính các nguyên tố trong hợp chất hữu cơ	47
Chương 2 Hydrocacbon no, không no, thơm	51
Chương 3 Dẫn xuất halogen của hydrocacbon	58
Chương 4 Ancol, phenol, ete	61
Chương 5 Andehit, xeton	72
Chương 6 Axit cacboxylic và dẫn xuất của nó	80
Chương 7 Amin	86
Chương 8 Hợp chất dị vòng	93
Chương 9 Hidroxi axit và xeto axit	99
Chương 10 Gluxit	105
Chương 11 Amino axit và protein	114
Chương 12 Polime tổng hợp	119
B. THÍ NGHIỆM LƯỢNG LỚN	128
Chương 1 Phản ứng thế hidroxi bằng halogen - Tổng hợp etyl bromua	128
Chương 2 Phản ứng sunfo hóa hydrocacbon thơm - Tổng hợp natri benzensunfonat	131
Chương 3 Phản ứng este hóa – Tổng hợp este etyl ax/etat	133
Chương 4 Phản ứng thủy phân este – Tổng hợp xà phòng	137
Chương 5 Phản ứng oxi hóa hydrocacbon thơm – Tổng hợp axit benzoic	139
Chương 6 Phản ứng ghép azo – Tổng hợp β -naphthol da cam	142
Tài liệu tham khảo	145

PHẦN I

ĐẠI CƯƠNG

Chương 1

NHỮNG QUY TẮC LÀM VIỆC TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM HÓA HỮU CƠ

1.1. Nội quy làm việc trong phòng thí nghiệm

- Trước khi làm một bài thí nghiệm, sinh viên phải đọc kỹ tài liệu, hiểu rõ mọi chi tiết của thí nghiệm trước khi làm và lường trước các sự cố có thể xảy ra để chủ động phòng tránh. Làm xong thí nghiệm, phải báo cáo kết quả thí nghiệm với giáo viên và ghi vào sổ tường trình. Làm không có kết quả, phải làm lại.

- Trong khi làm thí nghiệm, phải giữ trật tự, im lặng, phải có tính nghiêm túc, chính xác khoa học. Phải tuân theo các quy tắc bảo hiểm. Phải giữ chỗ làm việc gọn gàng sạch sẽ.

- Mỗi sinh viên phải làm việc ở chỗ quy định, chỉ làm bài thí nghiệm đã được giáo viên thông qua và dưới sự giám sát của giáo viên.

- Không được ăn uống, hút thuốc, tiếp khách trong phòng thí nghiệm.

- Không được vứt giấy lọc, các chất rắn, axit, kiềm, chất dễ cháy và chất dễ bay hơi vào bể nước rửa, mà phải đổ vào chỗ quy định của phòng thí nghiệm.

- Phải rửa dụng cụ sạch sẽ, tránh làm đổ vỡ. Nếu vỡ phải báo cáo với giáo viên hay với nhân viên phòng thí nghiệm và ghi vào sổ của phòng thí nghiệm.

- Không được tự tiện mang dụng cụ, hóa chất ra khỏi phòng thí nghiệm, không dùng những dụng cụ, máy móc không thuộc phạm vi bài thí nghiệm cũng như dụng cụ, máy móc khi chưa hiểu tính năng và cách sử dụng.

- Phải tiết kiệm điện, nước, hóa chất.

- Khi làm thí nghiệm phải khoác áo choàng.

- Làm xong thí nghiệm, phải dọn sạch sẽ chỗ làm việc, rửa ngay các dụng cụ làm thí nghiệm để trả lại cho phòng thí nghiệm. Phải tắt đèn điện, khóa nước rồi báo cáo với giáo viên hoặc nhân viên phòng thí nghiệm kiểm tra lại mới được ra về.

1.2. Quy tắc làm việc với chất độc, chất dễ nổ

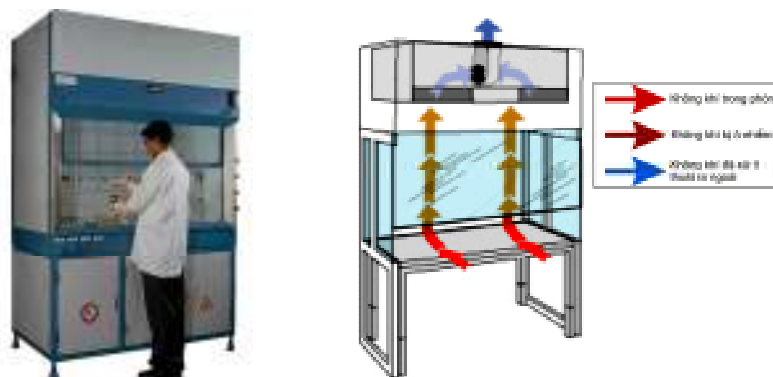
Đại đa số hợp chất hữu cơ ít nhiều đều độc, khi tiếp xúc với hóa chất, phải biết đầy đủ tính độc của nó và quy tắc chống độc.

- Khi làm việc với hóa chất độc phải đeo kính hay mặt nạ bảo hiểm, phải làm trong tủ hút.

- Khi làm việc với natri, kali kim loại, phải đeo kính bảo hiểm; lấy kim loại K, Na,... ra khỏi bình bằng cặp không được dùng tay; lau khô kim loại bằng giấy lọc, phải tránh cho kim loại tiếp xúc với nước hay cacbon tetracolorua, phải hủy các kim loại này còn dư, chưa phản ứng hết bằng một lượng nhỏ ancol etylic khan. Phải giữ natri, kali trong dầu hỏa khan.

- Khi làm việc với dung dịch H_2SO_4 đặc, oleum, NH_3 phải rót cẩn thận vào bình qua phễu và làm trong tủ hút. Khi pha loãng dung dịch H_2SO_4 , phải rót cẩn thận từng phần axit vào nước và khuấy, không pha loãng oleum.

- Không chung cất ete etylic, tetrahydrofuran và đioxan khi chưa biết chất lượng của chúng. Trong tất cả các trường hợp, phải tiến hành khử peoxit trước khi chung cất chúng.



Hình 1. 1. Thí nghiệm đang thực hiện trong tủ hút và mô hình di chuyển của dòng không khí trong tủ hút

1.3. Quy tắc làm việc với chất dễ cháy

- Khi làm việc với ancol, ete, benzen, axeton, etyl axetat, cacbon đisunfua, ete dầu hỏa và các chất dễ cháy khác phải để xa ngọn lửa, không được đun nóng bằng ngọn lửa đèn trần hay trên lưới và trong các bình hở. Khi đun nóng hay chung cất, phải dùng bếp cách thủy, cách dầu, cách cát hay bếp điện bọc.

- Trước khi tháo máy có chất dễ cháy, phải tắt lửa hay đèn hoặc bếp điện trần ở gần đó.



- Không giữ các chất dễ cháy ở chỗ nóng, gần bếp điện hay đèn, tủ sấy nóng.





- Không giữ chất dễ cháy và chất lỏng hay rắn dễ tách ra khí dễ cháy trong các bình mỏng có nút chặt, phải giữ ete trong lọ nút chặt có mao quản hay ống canxi clorua.

- Không được đổ chất dễ cháy vào thùng rác hay máng nước.

- Tất cả các hóa chất ở chỗ làm việc phải đựng trong lọ có dán nhãn rõ ràng.

Bảng 1. Một số kí hiệu và ý nghĩa của nó đối với các hóa chất nguy hiểm

Kí hiệu	Ý nghĩa của kí hiệu	Cách phòng tránh
	Chất dễ nổ (E: Explosive)	Tránh khuấy, lắc, lửa và nhiệt
	Chất dễ oxi hóa (O: Oxidizing)	Tránh tiếp xúc với chất dễ bén lửa, tránh xa ngọn lửa, ánh sáng.

	Chất độc (T: Toxic, T+: cực độc)	Chất gây nguy hiểm đến sức khỏe, khi tiếp xúc cần phải được bảo vệ.
	Chất nguy hại	Chất gây nguy hiểm đến sức khỏe, hoặc gây kích ứng da và mắt,.. khi tiếp xúc cần có dụng cụ bảo hộ
	Chất ăn mòn	Tránh tiếp xúc với mắt, da, áo quần, khi tiếp xúc cần có dụng cụ bảo hộ.
	Chất dễ cháy (F, chất rất dễ cháy F+)	Tránh xa ngọn lửa, nguồn nóng.

1.4. Quy tắc làm việc với dụng cụ thủy tinh

- Khi cắt hay bẻ ống thủy tinh, phải chú ý không để đầu ống thủy tinh chạm vào tay. Trước khi bẻ, phải dùng dao cắt thủy tinh cắt một phần tư ống rồi mới bẻ ngay ở chỗ cắt của ống.

- Khi cho nút vào ống thủy tinh, ống sinh hàn, phễu nhỏ giọt hay nhiệt kế cần phải dùng tay giữ gần ở chỗ cho nút vào, không ấn mạnh mà xoay nhẹ dần vào. Nếu dùng nút cao su, phải bôi ống thủy tinh hay nút bằng glixerin, sau khi cho nút vào xong phải lau sạch glixerin còn lại ở bên ngoài.

- Không được đun nóng và không đổ dung dịch nóng vào chậu hay các bình thủy tinh dày.

1.5. Quy tắc làm việc với áp suất thấp

- Khi làm việc với các thiết bị chân không, nhất thiết phải đeo kính bảo hiểm hoặc có thể dùng mặt nạ hay màng bảo vệ bằng thủy tinh hữu cơ.

- Khi chưng cất hay lọc dung môi là những chất dễ bay hơi, hay dễ phân tích các chất có tính axit trong hệ chân không thì không được dùng bơm dầu mà dùng bơm chân không bằng dòng nước.

- Không được dùng những bình đáy bằng để chưng cất chân không. Phải tuân thủ nghiêm ngặt những quy tắc chưng cất dưới áp suất thấp hay chân không.

1.6. Quy tắc làm việc với khí nén

- Phải hết sức cẩn thận khi làm việc với khí nén (hidro, oxi, clo, metan, axetilen, amoniac,...) bởi vì dễ gây nổ, cháy và ngộ độc.

- Phải để các bình khí nén ở trạng thái đứng chắc chắn tránh đổ vỡ hay đụng vào bàn làm việc bằng vòng sắt.

- Phải để bình khí nén cách xa chỗ đun nóng hoặc nơi gây ra tiếng động mạnh. Bảo vệ chúng tránh tiếp xúc với ánh sáng mặt trời.
- Khi di chuyển các bình khí, phải dùng xe hay cồng, không được vác trên vai.
- Tất cả các bình khí đều phải được lắp áp kế và van điều chỉnh để điều chỉnh khí khi lấy ra.
- Trước khi làm việc với bình khí nén phải xem màu đặc trưng cho loại khí dùng và nhãn cho chắc chắn, đặt bình ở chỗ ổn định, kiểm tra van và áp kế, dây dẫn khí vào máy phản ứng.



Hình 1. 2. Một số dụng cụ phục vụ cho an toàn trong phòng thí nghiệm

(1. Tạp dề PVC, 2. Giỏ lưới inox dùng chứa dụng cụ thủy tinh bị vỡ, 3. Rãnh kẹp bằng cao su, 4. Tấm chắn bằng thủy tinh acrylic, 5.6.7.8. Găng tay, 9. Tấm bảo vệ phần mặt, 10.11.12.13. Kính bảo vệ mắt)

1.7. Quy tắc làm việc với áp suất cao

- Nếu tiến hành phản ứng ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ sôi của cấu tử có trong hệ hay cần phải có nồng độ cao của các chất khí thì phải tiến hành phản ứng trong những hệ kín dưới áp suất cao. Với một lượng nhỏ chất và áp suất không cao thì dùng ống hàn kín, còn áp suất cao thì dùng nồi hấp kim loại.

- Trước khi làm việc, cần phải biết áp suất hơi của dung môi dùng, đánh giá áp suất trong mao quản trong thời gian phản ứng cùng với các chất tạo thành.

Khi làm việc với nồi hấp, phải tuân theo quy tắc sử dụng nồi hấp trong phòng thí nghiệm.

1.8. Phương pháp cấp cứu sơ bộ

- Khi bỏng nhiệt, bôi ngay dung dịch KMnO_4 loãng hay ancol etylic vào chỗ bỏng, sau đó bôi glixerin hoặc mỡ vazolin vào vết thương.

- Khi bị bỏng axit, rửa chỗ bị bỏng nhiều lần bằng nước rồi bằng dung dịch NaHCO_3 3% hay dung dịch NaOH 3%.

- Khi bị bỏng kiềm đặc, rửa chỗ bị bỏng nhiều lần bằng nước, rồi bằng axit axetic loãng hay dung dịch axit boric 1%.

- Khi bị bỏng brom, rửa nhiều lần bằng ancol etylic hay bằng benzen, rồi bằng dung dịch natri thiosunfat 10%, sau đó bôi mỡ vazolin vào chỗ bị bỏng.

- Khi bị bỏng phenol, rửa nhiều lần bằng glixerin cho tới khi màu da trở lại bình thường, rồi bằng nước, sau đó băng chỗ bỏng bằng bông tẩm glixerin.

- Khi rơi chất hữu cơ trên da, trong đa số trường hợp rửa bằng nước không có tác dụng, thì rửa bằng dung môi thích hợp (ancol etylic, benzen,...). Cần rửa nhanh và với lượng lớn dung môi vì dung môi dễ làm thâm nhập chất độc hữu cơ qua da nên tránh tạo thành dung dịch đậm đặc chất hữu cơ trên da.

- Khi hít phải nhiều chất khí clo hay brom, thì ngửi bằng dung dịch amoniac loãng hay ancol rồi đi ra chỗ thoáng.

- Khi bị đầu độc bởi hóa chất, uống một lượng tương đối nhiều nước, sau đó, nếu bị đầu độc bởi axit thì uống một cốc dung dịch NaHCO_3 2%, nếu bị đầu độc bởi kiềm thì uống một cốc dung dịch axit axetic 2%.

- Khi bị đầu độc nặng, đưa ngay ra chỗ thoáng, làm hô hấp nhân tạo và gọi y bác sĩ hoặc đưa đi cấp cứu.

- Khi bị thương bởi thủy tinh, gấp hết các mảnh thủy tinh ra khỏi vết thương, bôi cồn iot 3%, rồi băng vết thương lại. Nếu chảy máu nhiều thì cột garô rồi đưa đi bệnh xá.

1.9. Phương pháp dập tắt đám cháy

- Trường hợp các chất lỏng bị cháy, phải tắt hết điện hay đèn phủ ngọn lửa bằng khăn mặt, hay khăn amiăng, chăn hay cát hoặc bình khí CO_2 .

- Nếu chất cháy tan trong nước (ancol, axeton,...) thì dập tắt bằng nước. Nếu chất cháy không tan trong nước (ete, benzen,...) thì không dùng nước mà dùng cát hay bình cứu hỏa.

- Khi quần áo bị cháy, không chạy mà dội ngay nước vào chỗ cháy hay nằm lăn ra sàn nhà áp chỗ cháy xuống sàn nhà hay phủ khăn vào chỗ cháy. Khi áo choàng bị cháy thì cởi ngay áo choàng ra.

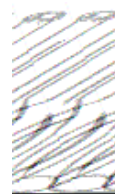
- Khi có đám cháy lớn, phải gọi ngay trực nhật của cơ quan phòng cháy chữa cháy.

1.10. Giới thiệu một số dụng cụ trong phòng thí nghiệm hóa hữu cơ

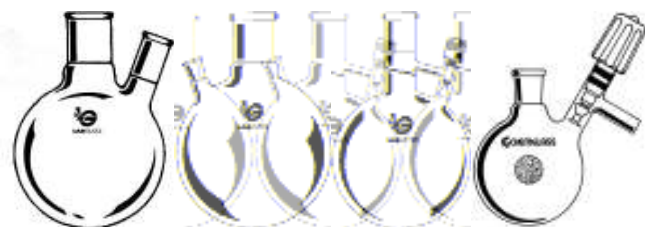
1.10.1. Bình cầu: Có nhiều loại bình cầu thủy tinh với nhiều kiểu dáng khác nhau: bình cầu đáy tròn, đáy bằng, bình hình quả lê, bình cổ ngắn, bình cổ dài, bình có nhánh, bình không nhánh, bình 1 cổ, 2 cổ, 3 cổ,... với các dung tích khác nhau tùy thuộc vào mục đích sử dụng.



Bình cầu và bình quả lê 1 cổ đáy tròn



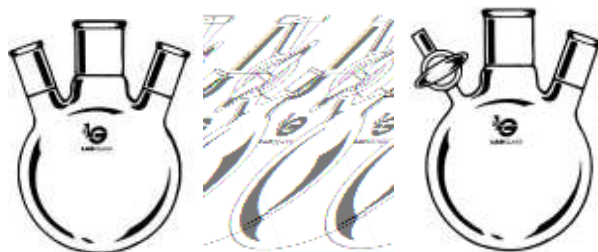
Bình cầu 1 cổ đáy bằng



Bình cầu 2 cổ không có khóa và có khóa



Bình quả lê 2 cổ



Bình cầu 3 cổ



Bình Vuyéc hay bình cầu 1 cổ có nhánh

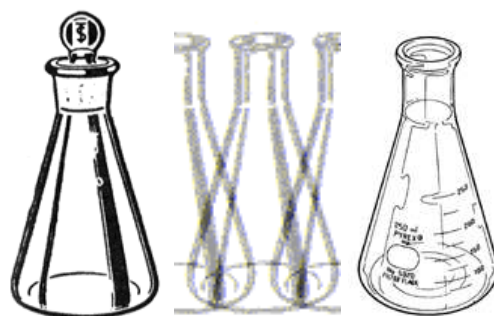


Bình Claizen

Hình 1. 3. Các loại bình cầu đáy tròn

Bình cầu đáy tròn thường dùng để thực hiện phản ứng ở nhiệt độ thường hoặc đun nóng ở nhiệt độ sôi, chưng cất ở áp suất thường hoặc áp suất thấp. Bình cầu hình quả lê thường dùng khi thực hiện với lượng nhỏ. Bình cầu đáy bằng thường dùng để đựng hoặc chuẩn bị hóa chất hay thực hiện phản ứng có đun nóng ở nhiệt độ thấp hơn 100°C, tuyệt đối không được sử dụng loại bình này thực hiện dưới áp suất thấp.

1.10.2. Bình hình nón (bình erlen, bình tam giác): dùng làm bình hứng, thực hiện kết tinh, chuẩn bị hóa chất, tiến hành các phản ứng hóa học đơn giản,...



Hình 1. 4. Các loại bình nón

1.10.3. Bình Bunzen: dùng làm bình lọc ở áp suất thấp, có thể thay bằng ống nghiệm có nhánh khi làm lượng nhỏ.



Hình 1. 5. Các loại bình Bunzen

1.10.4. Cối chày:



Cối sứ



Cối chày đá



Cối chày mã não

Hình 1. 6. Các loại cối chày sứ, đá, mã não

1.10.5. Cốc (Bese): dùng để làm các bình hỗ trợ hoặc để tiến hành các phản ứng đơn giản ở nhiệt độ thấp hơn 100°C.



Hình 1. 7. Cốc thủy tinh

1.10.6. Giá sắt, vòng sắt, khóa sắt và kẹp sắt



Vòng sắt



Kẹp sắt



Khóa sắt



Khóa nhựa

Giá, kẹp và khóa sắt

Hình 1. 8. Giá sắt, khóa sắt, kẹp sắt và vòng sắt

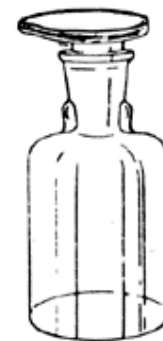
1.10.7. Lọ đựng hóa chất



Lọ có nút nhám



Lọ có ống hút



Lọ mỏ vịt (lọ nhỏ giọt)

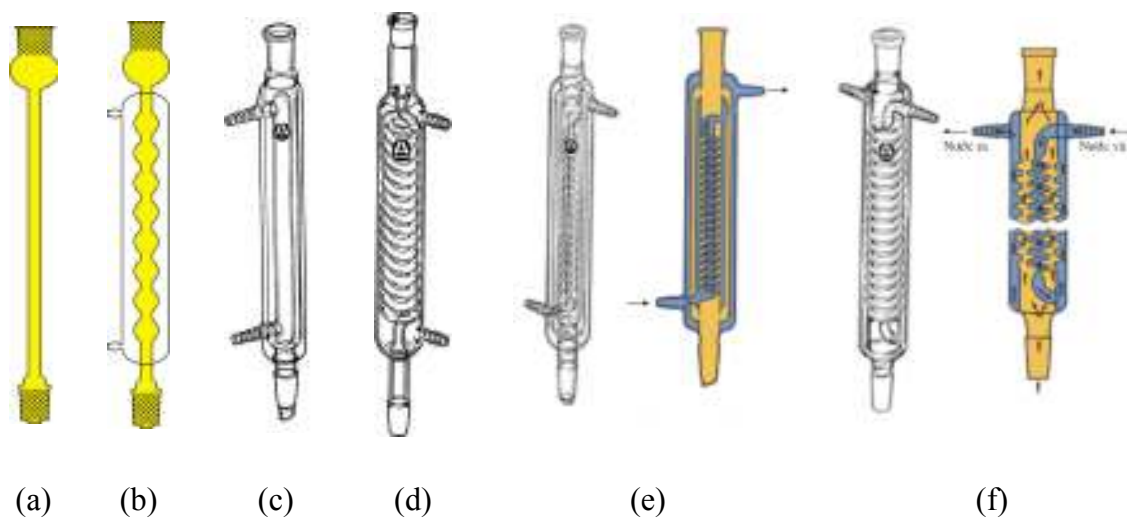
Hình 1. 9. Một số lọ đựng hóa chất

1.10.8. Ống nối: có nhiều loại khác nhau, dùng để nối các bộ phận của hệ thống phản ứng. Chúng được lắp ghép qua nút nhám hoặc qua nút cao su hay ống cao su.



Hình 1. 10. Một số loại ống nối có nút nhám

1.10.9. Ống sinh hàn: dùng để làm lạnh hay ngưng tụ hơi khi tiến hành phản ứng hay khi chưng cất. Tùy theo cách thức tiến hành thí nghiệm và bản chất của các chất thí nghiệm mà chọn và lắp ráp hệ thống ống sinh hàn khác nhau. Có các loại ống sinh hàn sau.



Hình 1. 11. Các loại ống sinh hàn

(Sinh hàn không khí: (a)

Sinh hàn nước: (b) sinh hàn bầu, (c) sinh hàn thẳng, (d)(e)(f) sinh hàn xoắn)

Tùy theo mục đích sử dụng mà lắp ống sinh hàn, nếu ngưng tụ hơi trở lại bình phản ứng thì lắp hệ thống sinh hàn ngược hay sinh hàn hồi lưu lắp thẳng đứng (lắp ngược) và thường dùng các loại sinh hàn xoắn, bầu. Nếu ngưng tụ hơi ra bình hứng thì lắp hệ thống sinh hàn xuôi (lắp xuôi) và thường dùng ống sinh hàn thẳng.

1.10.10. Pipet (ống hút): Dùng để xác định chính xác thể tích chất lỏng cần lấy, có nhiều loại pipet với dung tích khác nhau.



Hình 1. 12. Một số loại pipet
(a. thông thường, b. pipet microlit, c. pipet lấy NH_3 , d. bóp cao su, e. pipet hiện đại)

1.10.11. Bình làm khô



Hình 1. 13. Bình làm khô

1.10.12. Buret: dùng để xác định chính xác thể tích chất lỏng cần lấy. Có nhiều loại pipet với dung tích khác nhau.

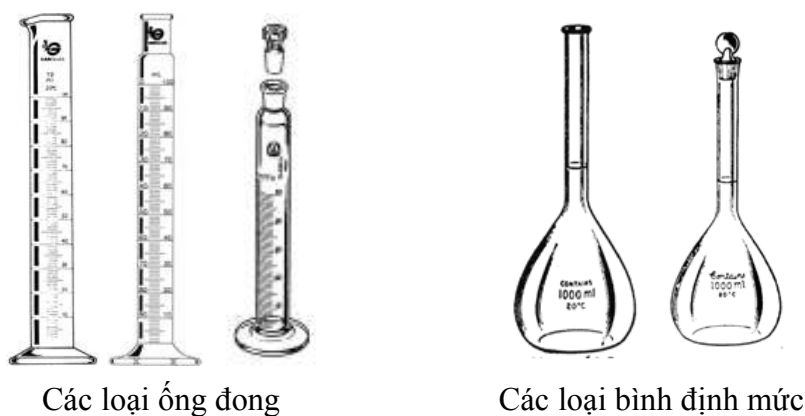


Các loại buret

Giá kẹp buret

Hình 1. 14. Buret và giá kẹp buret

1.10.13. Ống đong và bình định mức: dùng để lấy chính xác một thể tích chất lỏng.



Các loại ống đong

Các loại bình định mức

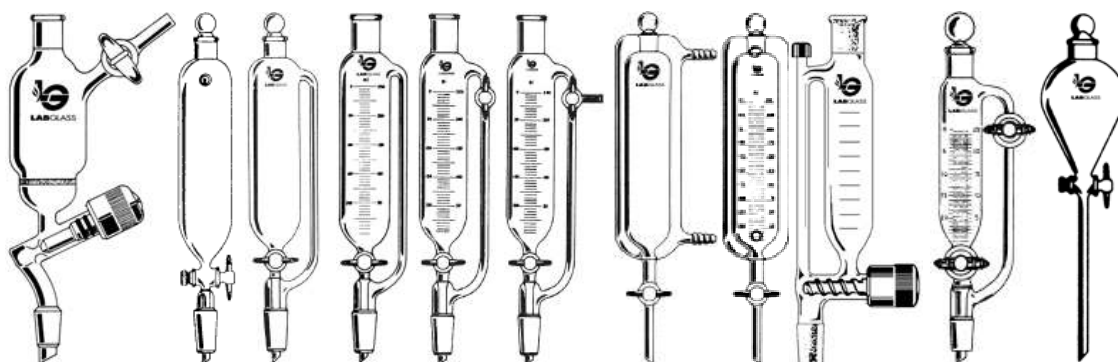
Hình 1. 15. Ống đong và bình định mức

1.10.14. Phễu nhỏ giọt và phễu chiết

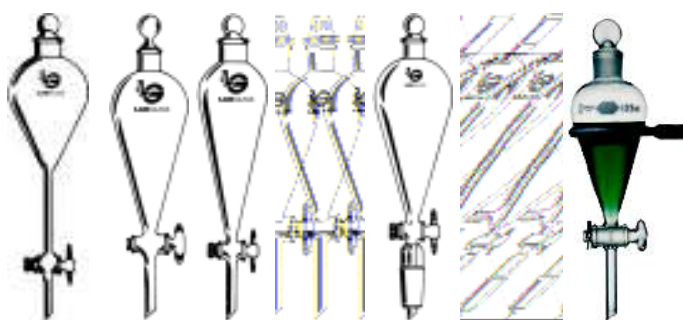
Phễu nhỏ giọt (hay phễu brom) dùng để cho hóa chất vào bình phản ứng.

Phễu chiết dùng để tách biệt hai chất lỏng không trộn lẫn vào nhau.

Có nhiều loại phễu nhỏ giọt và phễu chiết khác nhau.



Hình 1. 16. Các loại phễu nhỏ giọt



Hình 1. 17. Các loại phễu chiết

1.10.15. Phễu lọc: có nhiều loại phễu khác nhau về hình dạng và kích thước. Phễu dùng để sang lấy hóa chất hoặc để lọc.



Hình 1. 18. Các loại phễu thông thường



Các loại phễu lọc xóp ở áp suất thường và áp suất thấp



Phễu Bucne

Hình 1. 19. Các loại phễu lọc ở áp suất thường và áp suất thấp

1.10.16. Máy khuấy và que khuấy

Khi tiến hành phản ứng với các hệ không hòa tan vào nhau để hệ phản ứng nóng đều và tăng khả năng tiếp xúc cần phải khuấy liên tục. Để khuấy, người ta dùng máy khuấy. Máy khuấy có thể là một mô tơ quay gắn với que khuấy hoặc máy khuấy từ.



Máy khuấy có gắn que khuấy

Mô tơ khuấy

Que khuấy



Máy khuấy từ có bếp đun nóng



Máy lắc kết hợp đun nóng

Hình 1. 20. Các loại máy khuấy, máy lắc có và không có gia nhiệt

1.10.17. Đèn cồn, đèn khí và bếp đun nóng: là các dụng cụ dùng để đun nóng



Đèn cồn

Tiêm đèn cồn

Đèn khí butan



Đèn khí

kiềng ba chân

Hình 1. 21. Đèn cồn, đèn khí và kiềng ba chân

1.10.18. Bếp điện và bếp cách thủy



Bếp điện đun nóng bình cầu đáy tròn

Bếp điện đun nóng cốc thủy tinh

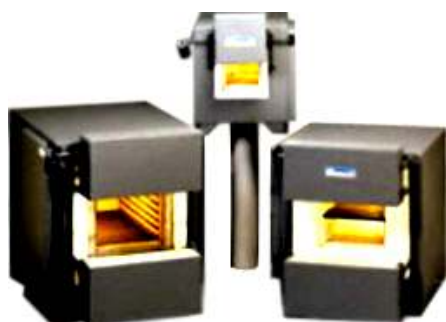


Bếp điện đun nóng trực tiếp

Bếp đun nóng cách thủy

Hình 1. 22. Các loại bếp điện và bếp cách thủy

1.10.19. Lò nung và tủ sấy



Lò nung



Tủ sấy ở áp suất thường hoặc áp suất thấp

Hình 1. 23. Lò nung và tủ sấy

1.10.20. Cân



Cân một đĩa và hai đĩa kỹ thuật



Cân điện tử kỹ thuật

Cân phân tích

Hình 1. 24. Các loại cân

1.10.21. Bơm hút chân không



Hình 1. 25. Một số loại bơm hút chân không và dầu máy bơm



Hình 1. 26. Dụng cụ tạo áp suất thấp bằng dòng nước

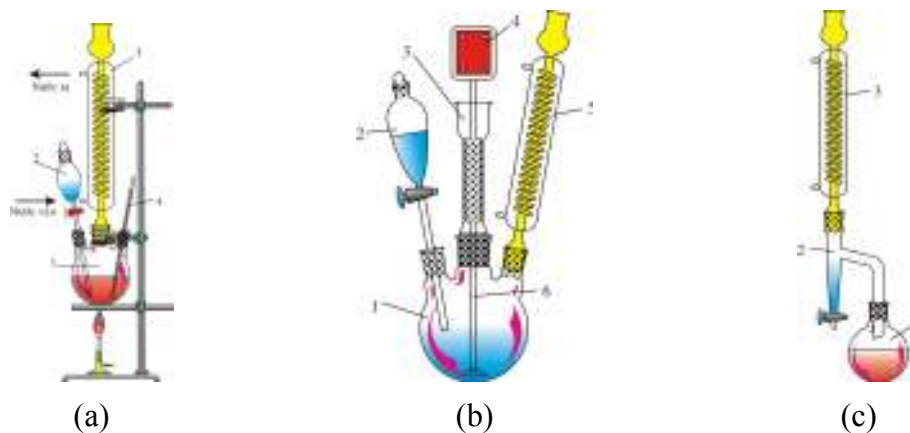
1.10.22. Áp kế: dùng để đo áp suất khí.



Hình 1. 27. Một số loại áp kế

1.10.23. Một số hệ thống dụng cụ dùng trong tổng hợp hữu cơ

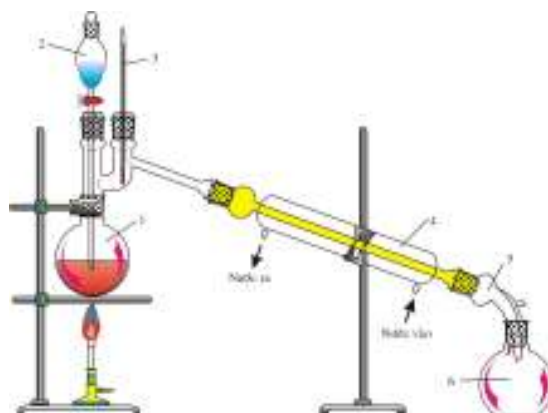
1.10.23.1. Hệ thống sinh hàn hồi lưu (sinh hàn nước lấp ngược)



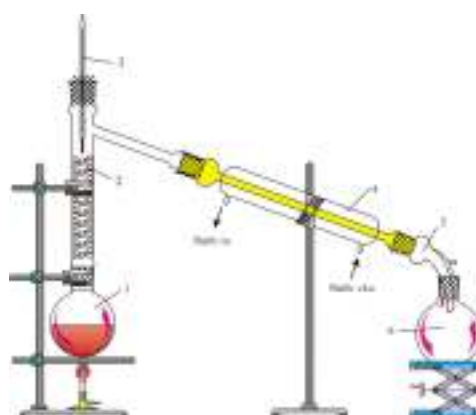
Hình 1. 28. Hệ thống tổng hợp có sinh hàn hồi lưu làm lạnh bằng nước

- Hình (a): 1: bình phản ứng, 2: phễu nhỏ giọt, 3: sinh hàn xoắn, 4: nhiệt kế
Hình (b): 1: bình phản ứng, 2: phễu nhỏ giọt, 3: bộ phận lắp kín que khuấy,
4: mô tơ, 5: sinh hàn xoắn, 6: que khuấy
Hình (c): 1: bình phản ứng, 2: dụng cụ tách nước, 3: sinh hàn xoắn

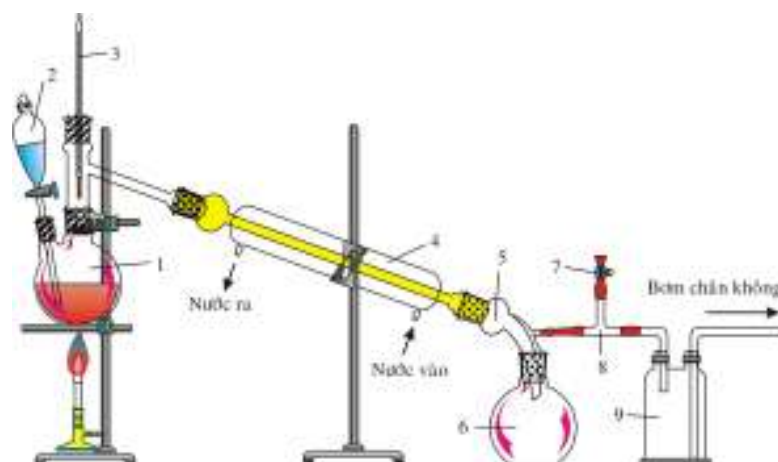
1.10.23.2. Hệ thống sinh hàn xuôi (sinh hàn nước lắp xuôi)



Hình 1. 29. Hệ thống tổng hợp với sinh hàn làm lạnh bằng nước lắp xuôi
(1: bình phản ứng, 2: phễu nhỏ giọt, 3: nhiệt kế, 4: sinh hàn thẳng, 5: ống nối cong, 6: bình hứng)

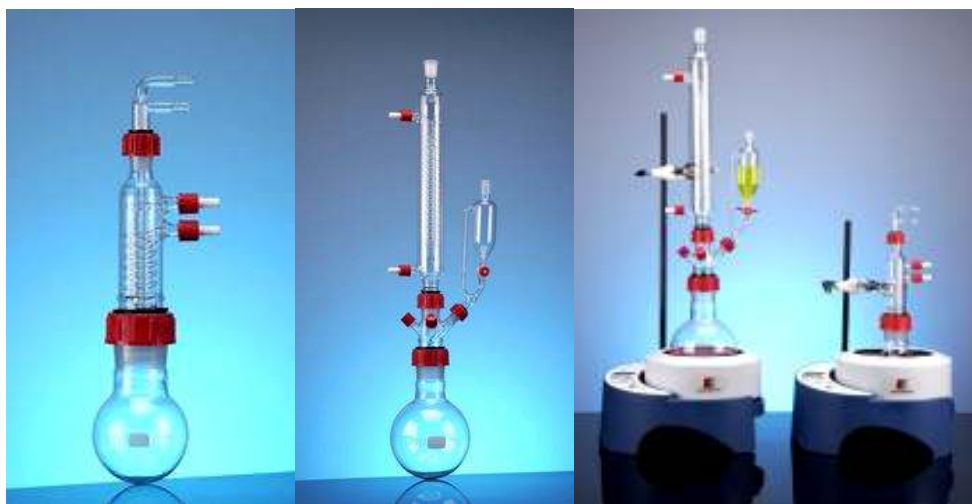


Hình 1. 30. Hệ thống tổng hợp có chưng cất phân đoạn
(1: bình phản ứng, 2: cột chưng cất phân đoạn, 3: nhiệt kế, 4: sinh hàn thẳng, 5: ống nối cong, 6: bình hứng)



Hình 1. 31. Hệ thống tổng hợp ở áp suất thấp có lắp sinh hàn xuôi
(1: bình phản ứng, 2: phễu nhỏ giọt, 3: nhiệt kế, 4: sinh hàn thẳng, 5: ống nối, 6: bình hứng, 7: van thông với khí quyển, 8: ống chữ T, 9: bình bảo hiểm)

1.10.23.3. Một số hệ thống dụng cụ thực tế



Hình 1. 32. Hệ thống tổng hợp với sinh hàn lắp ngược



Hình 1. 33. Hệ thống tổng hợp với sinh hàn lắp xuôi

1.10.23.4. Một số bộ dụng cụ thí nghiệm hiện đại



Hình 1. 34. Các dạng máy chung cất-quay hiện đại



*Hình 1. 35. Mô tả máy chưng cất-quay hiện đại
(1: bếp cách thủy, 2: bình phản ứng, 3: bộ phận quay, 4: mô tơ quay,
5: ống sinh hàn nước, 6: bình hứng)*

Chương 2 NHỮNG KỸ NĂNG THÍ NGHIỆM CẦN THIẾT

2.1. Rửa và làm khô dụng cụ

Để đảm bảo tính trung thực và chính xác trong các thí nghiệm, thì các dụng cụ thí nghiệm phải được sạch và khô. Có nhiều phương pháp rửa dụng cụ tùy thuộc vào bản chất của chất bẩn bám trên nó.

- Nếu dụng cụ bẩn không phải do nhựa, mỡ và các chất không tan trong nước thì rửa bằng nước nóng và dùng chổi lông.

- Nếu chất bẩn là mỡ thì rửa bằng xà phòng và nước nóng.

- Đối với các chất bẩn khó rửa, dùng hỗn hợp sunfocromic, dung dịch kali pemangat, hỗn hợp HCl-H₂O₂-H₂SO₄, dung dịch kiềm đặc. Hỗn hợp sunfocromic gồm 5% K₂Cr₂O₇ nghiền nhỏ hòa tan trong dung dịch axit sunfuric đậm đặc là chất oxi hóa mạnh, dùng để rửa các hóa chất nhựa và các chất không tan trong nước, không dùng để rửa các chất dầu mỡ và các muối của bari. Tốt nhất là dùng dung dịch ở nhiệt độ 40 - 50°C. Sau khi rửa xong bằng hỗn hợp này, rửa lại bằng nước nóng nhiều lần. Dung dịch kali pemanganat 5% ở 50 - 60°C cũng là chất oxi hóa mạnh dùng để rửa dụng cụ tuy nhiên khả năng oxi hóa không bằng hỗn hợp trên. Sau khi rửa bằng dung dịch kali pemanganat tráng bình bằng dung dịch NaHSO₄, FeSO₄ hay axit oxalic 5%. Hỗn hợp hai thể tích bằng nhau của axit clohidric hay axit axetic và axit H₂SO₄ 5% ở 30 - 40°C cũng tẩy được các chất bẩn không tan trong nước.

- Ống sinh hàn bẩn vì oxit sắt thì rửa bằng axit HCl, axit H₂SO₄. Sau khi rửa dụng cụ xong, tráng bằng nước cất, úp vào giá cho khô ở ngoài không khí rồi sau đó cho vào tủ sấy ở nhiệt độ 80 - 100°C để sấy khô. Nếu không có tủ sấy thì làm khô bằng cách hơi trên ngọn lửa và xoay đều dụng cụ và phải để nguội từ từ tránh ngưng tụ hơi nước trở lại. Tốt nhất trước khi sấy, tráng trước dụng cụ bằng một lượng nhỏ axeton hoặc ancolylic khan để loại bớt nước.

2.2. Lắc và khuấy

Khi tiến hành thí nghiệm hòa tan hay phản ứng với các chất khác pha nhau chủ yếu là chất rắn và chất lỏng thì cần phải thực hiện lắc hay khuấy.

Khi thực hiện thí nghiệm trong bình hở với lượng nhỏ chất và phản ứng xảy ra nhanh thì có thể lắc.

Khi thực hiện phản ứng với thời gian lâu và yêu cầu cần phải lắc, thì phải dùng máy lắc hay máy khuấy. Máy khuấy có thể là một mô tơ quay có lắp que khuấy hay máy khuấy bằng từ trường (máy khuấy từ). Khi cần đun nóng và đòi hỏi hệ thống kín thì có thể dùng máy khuấy từ có bếp đun nóng nhưng thiết bị này thường có hạn chế là đun nóng trong khoảng nhiệt độ không cao lắm. Do đó cần phải lắp máy khuấy cơ với bộ phận làm kín tiếp nối giữ que khuấy bình phản ứng và mô tơ quay. Sau đây là một số bộ phận tiếp nối này.



Hình 2. 1. Các bộ phận làm kín que khuấy

2.3. Gạn, ép, lọc và li tâm

Khi tách chất rắn ra khỏi dung môi, trong trường hợp đơn giản nhất, người ta dùng phương pháp gạn. Bằng cách để chất rắn lắng thành kết tủa sau đó tiến hành gạn.

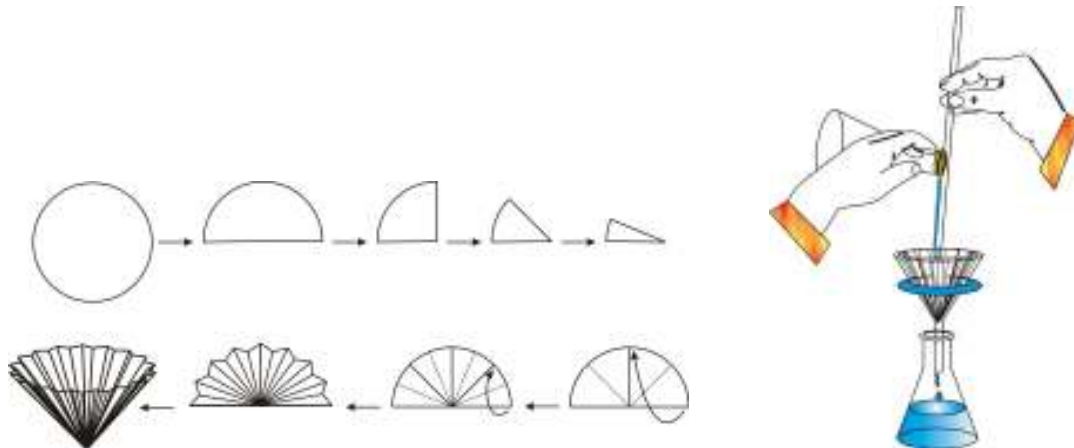
Thông thường để tách chất rắn ra khỏi chất lỏng người ta dùng phương pháp lọc.

Lọc là cho chất lỏng đi qua màng lọc. Màng lọc có thể là giấy lọc với độ mịn khác nhau, vải lọc, bông, có thể là thủy tinh xốp với các kích cỡ khác nhau.

Lọc ở áp suất thường: xếp giấy lọc sau đó cho vào phễu lọc và tiến hành lọc ở áp suất bình thường.

Chú ý: khi đổ dung dịch lọc vào phễu lọc phải đổ cẩn thận và từ từ theo đũa thủy tinh để tránh làm rách giấy lọc.

Cách xếp giấy lọc và thao tác lọc như hình 2.2.



Hình 2. 2. Cách xếp giấy lọc và cách lọc ở áp suất thường

Một số các phễu lọc thường, phễu Bucne, phễu thường lọc nóng, phễu xốp lọc nóng, phễu Bucne lọc nóng, phễu xốp lọc lạnh, bình Bunzen dùng cho lọc dưới áp suất thấp.



Hình 2. 3. Một số loại phễu lọc

Hệ thống lọc dưới áp suất thấp lượng nhỏ dùng phễu xóp, hoặc phễu Bucne: Khi lọc bằng phễu Bucne, cần phải chọn giấy lọc hoặc cát giấy lọc vừa với vòng tròn bên trong của phễu. Sau đó ráp hệ thống như hình 2.4, mở máy bơm hút nhẹ để áp sát giấy lọc vào phễu, hoặc có thể dùng một ít dung môi để tẩm ướt giấy cho giấy lọc bám chặt vào phễu. Cho chất vào phễu và mở máy bơm hút ở áp suất vừa phải đến khi hết dung dịch; tắt máy bơm, cho dịch rửa ngấm hết tinh thể, mở máy hút đến khô, dùng nút thủy tinh bằng nén khô tinh thể.



Hình 2. 4. Hệ thống lọc dưới áp suất thấp dùng phễu xóp, hoặc phễu Bucne

2.4. Đun nóng và làm lạnh

2.4.1. Đun nóng

Đun nóng để xúc tiến phản ứng, để tách và tinh chế các chất cũng như khi xác định các hằng số vật lí.

Trong phòng thí nghiệm, các dụng cụ thường dùng để đun nóng đó là: đèn cồn, đèn khí, bếp điện, bếp cách thủy, bếp cách cát, bếp cách dầu, hơi nước, tủ sấy, lò nung,...

- Khi đun nóng bằng ngọn lửa, không đun nóng một chỗ của bình mà phải ho đều thành bình. Phương pháp này chỉ dùng cho các dụng cụ chịu nhiệt.

- Nếu cần đun nóng ở nhiệt độ thấp hơn 100°C thì dùng bếp cách thủy hay bếp cách không khí, nếu cao hơn 100°C thì dùng bếp điện trần có lưới amiăng hay dùng bếp cách cát, cách dầu, bếp glixerin, hay parafin tùy thuộc vào nhiệt độ cần đun. Ở nhiệt độ 200°C dùng bếp parafin hay glixerin, ở 220°C dùng bếp cách dầu, từ 250 - 300°C dùng axit H₂SO₄ đậm đặc, ở 400 - 500°C dùng bếp cách muối như hỗn hợp NaNO₃ (48,7%) và KNO₃ (51,3%).

- Khi đun nóng bằng bếp cách chất lỏng, phải cho mức chất lỏng ở ngoài cao hơn chất lỏng trong bình và giữ nhiệt độ của bếp cao hơn nhiệt độ phản ứng khoảng 30 - 40°C.

- Nếu đun nóng ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ sôi thì phải thêm đá bọt hay ống mao quản hàn kín một đầu đầu hở nhúng vào trong chất lỏng. Chú ý không cho đá bọt vào bình trong lúc đang sôi vì sẽ làm cho chất lỏng trong bình sôi trào lên, chỉ cho lúc bình đang nguội. Nếu đang đun nóng mà dừng lại thì phải thay đá bọt mới vì đá bọt cũ đã mất tác dụng.

2.4.2. Làm lạnh

Khi tiến hành các phản ứng phát nhiệt mà lượng nhiệt làm thay đổi hướng phản ứng, hoặc muốn làm nguội bớt bình hay tiến hành các phản ứng ở nhiệt độ thấp thì tiến hành làm lạnh. Tùy theo khoảng nhiệt độ cần làm lạnh mà sử dụng các chất làm lạnh khác nhau.

- Nếu làm lạnh trong khoảng nhiệt độ không thấp lắm thì sử dụng nước đá lạnh hoặc đá lạnh.

- Nếu muốn làm lạnh ở nhiệt độ thấp hơn 0°C thì dùng nước đá nghiền nhỏ trộn với muối vô cơ. Giá trị nhiệt độ tùy thuộc vào bản chất của các muối cho ở bảng 2.

Bảng 2. Bảng hỗn hợp sinh hàn của nước đá với muối vô cơ

Muối	Lượng tương đối (gam)		Giới hạn thấp của nhiệt độ, °C
	Nước đá	Muối	
NaCl	100	33	-21,5
KCl	100	30	-11
NH ₄ Cl	100	25	-15
NH ₄ NO ₃	100	50	-17
NaNO ₃	100	50	-18
NH ₄ Cl + NaNO ₃	100	13 - 38	-31

CaCl ₂ .6H ₂ O	49	100	-19,5
	61	100	-39
	70	100	-54,9

- Muốn làm lạnh ở nhiệt độ thấp hơn thì dùng không khí lỏng hay nitơ lỏng,... có thể làm lạnh đến -180°C.

- Trong phòng thí nghiệm, thường dùng tủ lạnh để giữ nhiệt độ đến -5°C hoặc các thiết bị làm lạnh riêng khác.

2.5. Cô cạn hay cho bay hơi dung môi

Cô cạn hay cho bay hơi dung môi là loại bớt dung môi ra khỏi dung dịch hay làm tăng nồng độ của chất tan trong dung dịch. Phương pháp thực hiện được khi tính bay hơi của dung môi phải khác với tính bay hơi của chất tan (chủ yếu là nhỏ hơn), sự khác nhau càng lớn thì sự hao hụt chất tan càng nhỏ.

2.6. Làm khô và chất làm khô

Làm khô là quá trình loại trừ các chất phụ là chất lỏng hay hơi nước ra khỏi chất nghiên cứu, thường là loại nước và dung môi hữu cơ. Chất nghiên cứu có thể là chất rắn, lỏng hay hỗn hợp.

Một chất làm khô được gọi là tốt khi cường độ làm khô của nó mạnh và khả năng làm khô của nó lớn

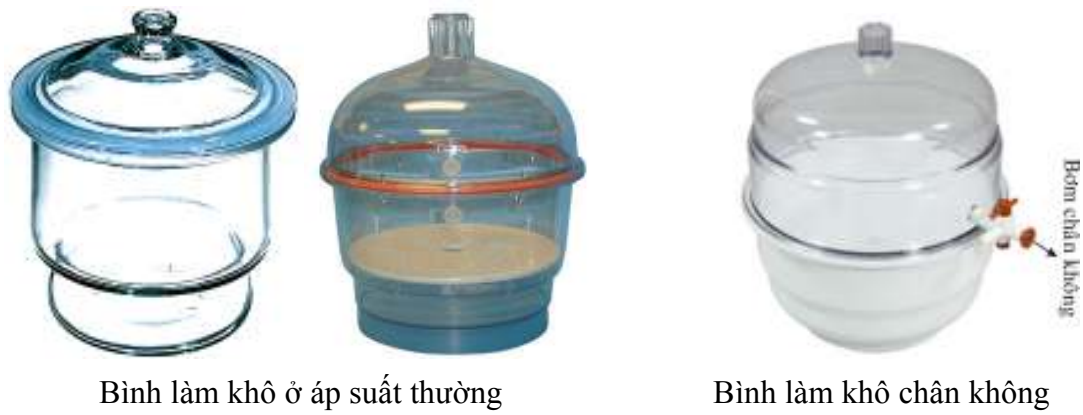
2.6.1. Làm khô

2.6.1.1. Làm khô chất rắn

Quá trình làm khô chất rắn dựa trên sự bay hơi nước hay dung môi ở nhiệt độ thường, khi đun nóng hay ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ đông đặc của nước hay dung môi.

Các chất rắn không hút nước có thể làm khô ngay ở trên giấy lọc để trong không khí, hoặc làm khô ngay trên phễu xốp có gắn hệ thống hút không khí (giống lọc chân không).

Các chất bền với nhiệt, không bay hơi ở nhiệt độ thường có thể làm khô trong tủ sấy ở nhiệt độ thích hợp nhưng phải thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của chúng. Hoặc có thể làm khô trong bình làm khô, phía dưới bình có để chất làm khô.



Bình làm khô ở áp suất thường

Bình làm khô chân không

Hình 2. 5. Các loại bình làm khô



Hình 2. 6. Mô tả bình làm khô ở áp suất thường

(1: nơi chứa chất làm khô, 2: tấm sứ có khoan lỗ, 3: nơi để chất cần làm khô)

Các chất không bền với nhiệt, để làm khô thì cho vào bình làm khô có hệ thống hút chân không và có chất làm khô, hoặc có thể cho vào tủ làm khô chân không.



Hình 2. 7. Các loại Tủ sấy làm khô ở áp suất thường hoặc trong chân không

2.6.1.2. Làm khô chất lỏng

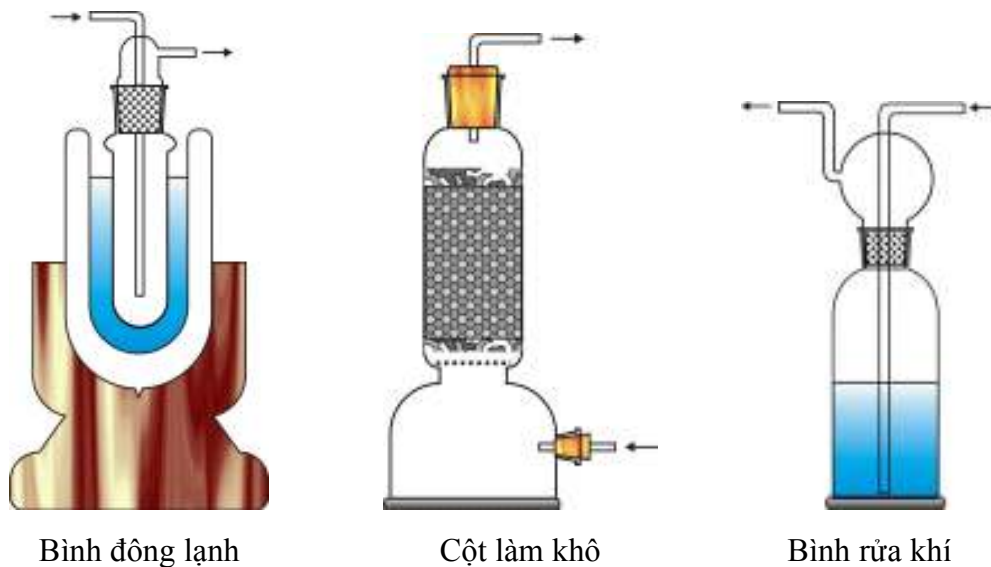
Thông thường cho chất làm khô vào trong chất lỏng cần làm khô và thường xuyên lắc cho tới khi hết tác dụng của chất làm khô.

Các chất làm khô phải thỏa mãn điều kiện:

- Không tác dụng hóa học với chất cần làm khô.
- Không có khả năng tự xúc tác các quá trình tự oxy hóa, trùng hợp hay ngưng tụ.
- Không hòa tan nhiều trong chất cần làm khô
- Có tác dụng làm khô nhanh, rẻ và sẵn có.

2.6.1.3. Làm khô chất khí

Chất khí thường được làm khô bằng cách cho đi qua cột hay ô chứa chất làm khô. Trong phòng thí nghiệm, thường làm khô chất khí bằng cách cho khí cần làm khô đi qua bình rửa khí chứa chất làm khô.



Hình 2. 8. Hệ thống làm khô chất khí

2.6.2. Các chất làm khô

Các chất làm khô được chia ra làm 3 loại:

- Chất làm khô háo nước tạo thành hidrat: đó là các muối khan hay các hidrat thấp chuyển thành các hidrat cao. Các chất loại này thường dùng là: CaCl_2 , MgSO_4 , Na_2SO_4 , K_2CO_3 , CuSO_4 , H_2SO_4 đặc, KOH , NaOH ,...

- Chất làm khô có tác dụng với nước do phản ứng hóa học: loại này thường dùng là các oxit kim loại, hay các oxit axit, hoặc các kim loại mạnh như: CaO , BaO , P_2O_5 , Na , K , Ca ,...

- Chất làm khô liên kết với nước bằng lực hấp phụ: các chất loại này thường dùng: silicagel, zeolit,...

2.7. Dung môi và tinh chế dung môi

Dung môi hữu cơ được dùng rộng rãi trong tổng hợp hữu cơ, hoặc để tiến hành phản ứng (làm cho môi trường đồng thể, để thay đổi tốc độ hay chiều hướng phản ứng) hoặc để tách biệt và tinh chế hợp chất hữu cơ (chiết, kết tinh, rửa để loại các chất phụ). Dung môi dùng cho phản ứng phải tinh khiết nên cần phải tinh chế bằng các phương pháp khác nhau phụ thuộc tính chất của dung môi. Mặt khác, dung môi dễ cháy và độc vì thế phải tuân theo các quy tắc kỹ thuật bảo hiểm.

Trong tổng hợp hữu cơ, thường dùng các dung môi với cách tinh chế sau đây:

2.7.1. Benzen (C_6H_6): là chất dễ cháy, sôi ở $80^\circ C$, hơi benzen tạo hỗn hợp nổ với không khí. Hơi benzen là chất độc với hệ thần kinh (nhức đầu, nôn, mê) và là chất độc đối với máu và niêm mạc (làm chảy máu niêm mạc, mũi).

Benzen kỹ thuật thường chứa một lượng nhỏ thiofen. Muốn tách thiofen thường rửa bằng axit sunfuric hay cho tác dụng với thủy ngân axetat.

Phương pháp đơn giản là đun sôi benzen với 10 gam niken Ranay. Thông thường người ta tinh chế benzen bằng cách làm khô với $CaCl_2$, lọc và cất trên Na ở nhiệt độ $79,5-80^\circ C$ sau đó đựng trong bình có chứa Na và lắp ống $CaCl_2$.

2.7.2. Toluen ($C_6H_5CH_3$): Toluen là chất dễ cháy, sôi ở $110^\circ C$, có tính độc như benzen. Tinh chế bằng cách làm khô trên $CaCl_2$, lọc, cất trên Na và giữ trong bình chứa Na và có lắp ống $CaCl_2$.

2.7.3. Cloroform ($CHCl_3$): Cloroform sôi ở $61^\circ C$, thường được ổn định bằng cách cho thêm 1% ancol etylic để liên kết với photgen hình thành từ cloroform. Để loại ancol, lắc cloroform với axit sunfuric đặc (5% thể tích), rửa bằng nước, làm khô bằng KOH khan và chưng cất trên P_2O_5 ở nhiệt độ $61^\circ C$. Cloroform được giữ trong lọ có màu để tránh ánh sáng xúc tiến quá trình oxi hóa thành photgen.

Cloroform có tác dụng làm mê, có tác dụng lên quá trình trao đổi chất và cơ quan nội tạng.

2.7.4. Cacbon tetraclorea (CCl_4): sôi ở $76,7^\circ C$, tạo hỗn hợp đẳng phí với nước với hàm lượng 95,9%. CCl_4 sôi ở $66^\circ C/760mmHg$. Ở $25^\circ C$ CCl_4 hòa tan được 0,077g/100ml nước và 0,01g nước hòa tan được trong 100ml CCl_4 . CCl_4 thường chứa 4% CS_2 . Tinh chế loại cacbonsunfua bằng cách lắc vài lần với hỗn hợp dung dịch ancol và kiềm đặc ở $60^\circ C$, rửa bằng nước rồi bằng axit sunfuric đặc tới khi mất màu, rửa bằng nước, làm khô bằng $CaCl_2$ và chưng cất lại. CCl_4 không cháy, có tác dụng làm mê nặng nề hơn cloroform.

2.7.5. Ete etylic ($C_2H_5OC_2H_5$): ete etylic là dung môi dễ cháy (không được chưng cất bằng đèn hay bếp điện trần), có tác dụng gây mê và kích thích đường hô hấp.

Ete etylic sôi ở $34,5^\circ C$, sản phẩm thường chứa 2,5-4% ancol, một lượng nhỏ nước và andehit. Trong ete này có chứa hợp chất peoxit do quá trình oxi hóa ete bởi oxi không khí

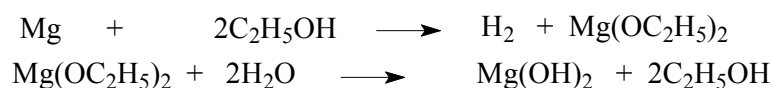
Để loại bỏ peoxit: lắc ete với dung dịch sunfat trong 3 ngày, lọc, làm khô bằng CaCl_2 rồi cất, hoặc lắc với dung dịch KMnO_4 rồi bằng dung dịch kiềm 5%, rửa bằng nước, làm khô bằng CaCl_2 và cất.

Ete được tinh chế bằng cách lắc nhiều lần với dung dịch CaCl_2 đặc, để yên trong hai ngày trên CaCl_2 , lọc, làm khô bằng Na và chưng cất trên Na. Ete thu được chứa trong bình chứa một ít Na.

2.7.6. Axeton (CH_3COCH_3): Axeton là chất bay hơi mạnh, sôi ở $55,2^\circ\text{C}$, thường chứa một lượng nhỏ nước, ancol và axit axetic. Axeton được tinh chế bằng KMnO_4 trên cách thủy trong 5-6 giờ rồi cất axeton ra, làm khô bằng CaCl_2 trong 5 giờ ở nhiệt độ sôi sau đó chưng cất ở nhiệt độ $52,2^\circ\text{C}$. Axeton là chất dễ cháy, có tác dụng độc kích thích đường hô hấp.

2.7.7. Ancol etylic ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): Ancol etylic sôi ở nhiệt độ 78°C , có khả năng hòa tan với nhiều dung môi và hòa tan không giới hạn với nước. Cần tuyệt đối kỹ thuật chứa lượng nhỏ benzen và nước. Trong phòng thí nghiệm cần còn tuyệt đối cao hơn phải tinh chế bằng cách đun ancol 95% với CaO hay BaO , CuSO_4 khan trên bếp cách thủy trong 6 giờ, cất ancol ra sẽ thu được ancol 99,5%. Tiếp tục tinh chế ancol 99,5% với Na hay Mg, thường dùng Mg.

Trong bình cầu có lắp ống sinh hàn ngược, cho 5gam sợi Mg, thêm 50-75ml ancol 99,5% và 0,5 g I_2 . Đun nóng hỗn hợp cho tới khi phản ứng phát nhiệt, sau đó đun tiếp cho hòa tan nốt Mg. Cho thêm 900ml ancol 99,5%, đun nóng trong 30 phút với ống sinh hàn ngược có lắp ống CaCl_2 để tránh hơi nước thâm nhập vào, sau đó cất thường (loại một ít phần đầu), thu lấy ancol tuyệt đối. Phản ứng xảy ra như sau:



Cần tuyệt đối rất háo nước vì thế phải giữ trong bình có nút kín. Ancol etylic có tính làm mê, khi tác dụng lâu sẽ làm tổn thương tới hệ cơ tim và hệ tiêu hóa.

2.8. Cách xử lý hóa chất dư hay phế thải

- Những bình thủy tinh vỡ hay những vật có đầu nhọn, không được bỏ vào thùng rác hay thùng đựng giấy mà bỏ vào những thùng riêng.

- Những chất phế thải độc và dễ cháy còn lại sau phản ứng, không được đổ vào thùng rác hay nơi rửa, cần phải khử độc chúng bằng xử lý hóa học hay đốt cháy ở những chỗ riêng biệt ngoài phạm vi phòng thí nghiệm

- Khi đổ những chất dễ cháy hay những chất có tính ăn mòn khác trộn lẫn với nước vào nơi rửa thì phải cho dòng nước chảy thật mạnh.

- Natri, kali dư phải huỷ bằng cách hòa tan với một lượng nhỏ ancol và phải đeo kính bảo hiểm.

2.9. Cách viết tường trình (báo cáo) bài thí nghiệm hữu cơ

Sau khi làm thí nghiệm xong, sinh viên phải viết tường trình kết quả thực hành. Bài tường trình cần viết ngắn gọn để cho người đọc có thể dễ dàng theo dõi và hiểu được mục đích, đối tượng nghiên cứu, phương pháp sử dụng, điều kiện thí nghiệm và kết quả đạt được.

Mẫu bài tường trình gồm những phần sau:

- **Tên thí nghiệm**

- **Mục đích thí nghiệm:** Nêu rõ yêu cầu về nội dung và những kỹ năng phải đạt được.

- **Nguyên tắc:** Mô tả tóm tắt nguyên tắc của phương pháp thực nghiệm, không trình bày dài dòng về lý thuyết hoặc quá chi tiết về cách tiến hành vì những điều đó đã sẵn có trong giáo trình thực hành. Nếu có sự thay đổi thiết bị sử dụng, đối tượng nghiên cứu, trình tự thí nghiệm so với giáo trình này cần ghi rõ.

- **Các số liệu thực nghiệm**

- **Các kết quả:** Dựa trên các số liệu thực nghiệm thu được để tính toán kết quả đưa ra dưới dạng bảng số, đồ thị.

- **Bàn luận:** Đưa ra các phương pháp tính toán, tính sai số, tìm hiểu những nguyên nhân sai số và ý nghĩa của các kết quả nhận được (cách lập bảng, vẽ đồ thị, tính sai số được nêu trong phần phụ lục).

- **Câu hỏi:** Sinh viên phải trả lời và giải đáp tất cả các câu hỏi và bài tập đã đưa ra trong bài thí nghiệm bao gồm các câu hỏi và bài tập trước khi đến phòng thí nghiệm và sau khi làm thí nghiệm.

Vì thời gian làm việc ở phòng thí nghiệm có hạn nên hầu hết các phần của bài tường trình sinh viên phải viết ở nhà. Phần (1), (2), (3) sinh viên phải chuẩn bị trước khi đến phòng thí nghiệm. Trong thời gian làm thí nghiệm chỉ có thể hoàn thành phần (4): ghi chép các số liệu thực nghiệm vào vở. Các phần (5), (6), (7) sẽ phải hoàn thành ở nhà, sau khi đã làm thí nghiệm xong.

3.1. Phương pháp chưng cất

Chưng cất là quá trình chuyển chất lỏng thành hơi rồi ngưng tụ thành lỏng. Để chuyển chất lỏng thành hơi, tiến hành đun sôi chất lỏng đó. Chất lỏng sôi khi áp suất hơi của nó bằng áp suất bên ngoài. Khi áp suất bên ngoài giảm thì nhiệt độ sôi của chất giảm. Với một chất tinh khiết thì nhiệt độ sôi không đổi trong quá trình đun, nếu không có hiện tượng hơi quá nhiệt do đun mạnh.

Nếu nhiệt độ sôi của chất thấp hơn nhiệt độ chất đó bị phân hủy thì có thể tiến hành chưng cất ở áp suất thường. Còn nếu nhiệt độ sôi của chất cao hơn nhiệt độ phân hủy thì phải tiến hành chưng cất ở áp suất thấp.

Phương pháp chưng cất thường dùng để tách biệt (tinh chế) các chất có nhiệt độ sôi khác nhau ra khỏi hỗn hợp của nó. Có nhiều phương pháp chưng cất khác nhau tùy thuộc vào tính chất của hỗn hợp chất lỏng.

- Với các chất có nhiệt độ sôi xa nhau thường chọn phương pháp cất đơn hay cất thường.

- Với các chất có nhiệt độ sôi gần nhau thường chọn phương pháp chưng cất phân đoạn.

- Phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước dùng để tách biệt các chất trong hỗn hợp, trong đó có một chất không tan trong nước và dễ bay hơi với hơi nước. Thông thường phương pháp này được lựa chọn khi thỏa mãn các điều kiện trên và không thực hiện được với hai phương pháp trên.

Các phương pháp chưng cất trên có thể tiến hành ở áp suất bình thường hoặc ở áp suất thấp tùy vào đặc điểm tính chất của hỗn hợp chưng cất.

Dụng cụ dùng để chuyển từ dạng hơi sang dạng lỏng trong quá trình chưng cất được gọi là ống sinh hàn. Có nhiều loại ống sinh hàn: ống sinh hàn không khí, ống sinh hàn nước; ống sinh hàn thẳng, xoắn, bầu,... tùy vào bản chất của các chất và tùy vào mục đích sử dụng. Với chất lỏng sôi ở nhiệt độ thấp hơn 80°C thì dùng ống sinh hàn nước, nếu cao hơn 150°C thì dùng sinh hàn không khí, còn trong giới hạn $200\text{-}300^{\circ}\text{C}$ thì hứng trực tiếp ở nhánh bình cất.

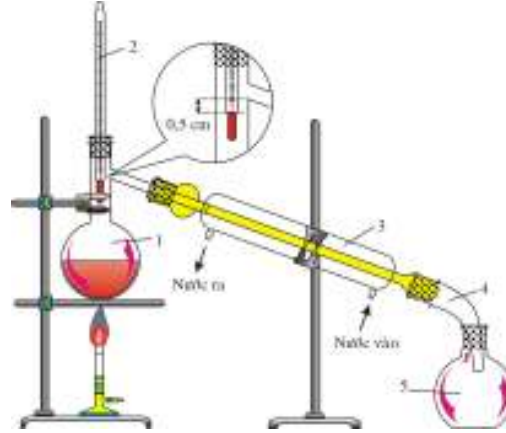
3.1.1. Chưng cất thường (chưng cất đơn giản, chưng cất đơn)

Chưng cất đơn giản ở áp suất thường dùng để tách biệt chất đủ bền khi đun nóng và thực tế không bị phân hủy ở nhiệt độ sôi. Phương pháp này thường dùng với các chất có nhiệt độ sôi cao hơn 40°C và thấp hơn 160°C vì những chất lỏng sôi thấp hơn 40°C sẽ mất đi nhiều sau khi chưng cất nên không có hiệu quả.

Nếu chưng cất sử dụng ống sinh hàn, thì các ống sinh hàn này thường được lắp xuôi để chất ngưng tụ thu được ở bình hứng. Tốc độ cất thường từ 1-2 giọt chất lỏng rơi vào bình hứng trong một giây. Để chất lỏng sôi đều và tránh hiện tượng quá lửa sẽ

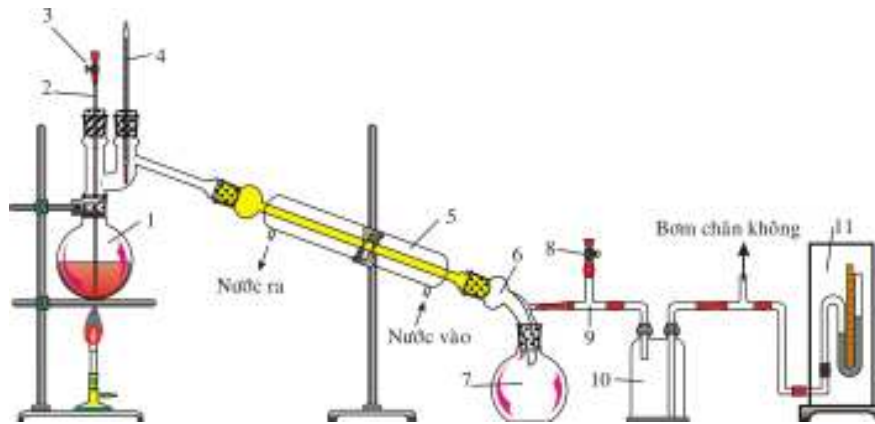
không có hiện tượng sôi với biểu hiện các hạt chất lỏng chuyển động trên bề mặt chất lỏng, dẫn đến hiện tượng thỉnh thoảng chất lỏng sôi trào mạnh và tràn sang bình hứng, cần phải cho vào bình cất một ít đá bọt, hay ống mao quản hàn kín một đầu vào ngay khi bắt đầu đun nóng.

Chú ý không được cho đá bọt vào bình cất khi đang sôi.



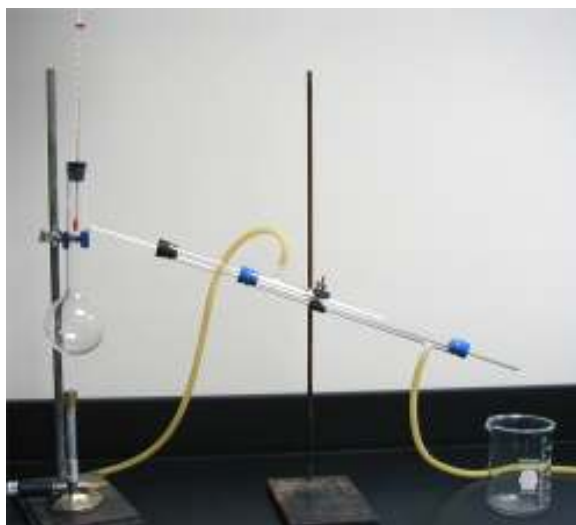
Hình 3. 1. Hệ thống chưng cất đơn giản ở áp suất thường

(1: bình chứa mẫu chưng cất, 2: nhiệt kế, 3: ống sinh hàn lắp xuôi, 4: ống nối cong, 5: bình hứng)



Hình 3. 2. Hệ thống chưng cất đơn giản ở áp suất thấp

(1: bình chứa mẫu chưng cất, 2: ống mao quản, 3: van, 4: nhiệt kế, 5: ống sinh hàn lắp xuôi, 6: ống nối cong, 7: bình hứng, 8: van thông với áp suất khí quyển, 9: ống chữ T, 10: bình bảo hiểm, 11: áp kế)



Hình 3. 3. Hệ thống chưng cất đơn giản ở áp suất thường trong phòng thí nghiệm



Hình 3. 4. Hệ thống chưng cất hiện đại

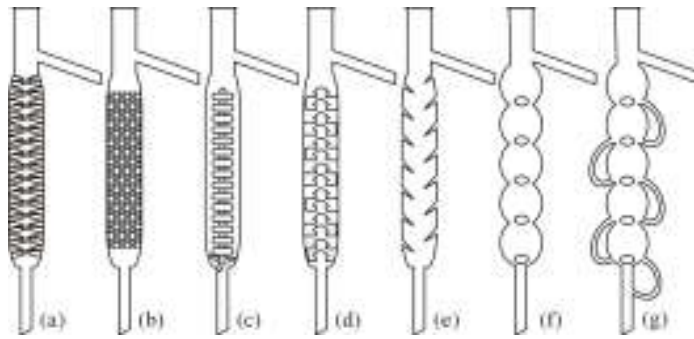
3.1.2. Chưng cất phân đoạn

Chưng cất phân đoạn dùng để tách biệt hỗn hợp các chất lỏng hòa tan vào nhau.

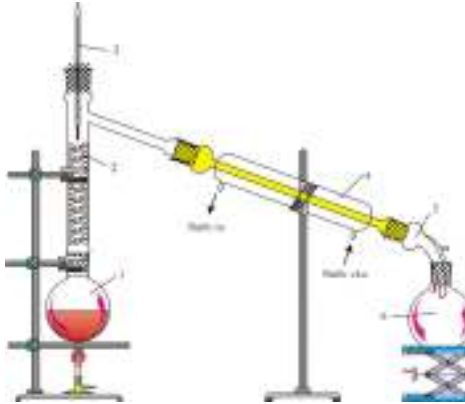
Để tách các chất khác nhau khỏi hỗn hợp chất lỏng có thể dùng phương pháp chưng cất thường nhiều lần thường gọi là chưng cất “thuận dòng”. Tuy nhiên để tăng hiệu suất chưng cất và giảm số lần chưng cất, người ta dùng cột cất phân đoạn.

Bản chất tác dụng của cột cất phân đoạn là ngưng tụ từng phần hỗn hợp hơi và cho bay hơi từng phần chất ngưng tụ lại một cách liên tục. Hơi bay lên cột cất phân đoạn càng cao sẽ càng giàu cấu tử có nhiệt độ sôi thấp, còn chất lỏng chảy trở lại vào bình sẽ giàu cấu tử có nhiệt độ sôi cao.

Cấu tạo của cột cất đảm bảo tiếp xúc tốt giữa chất lỏng chảy xuống và hơi đi lên trên, nên gọi là chưng cất “ngược dòng”. Trong cột cất, nếu số mắt hay đĩa càng nhiều thì sự tách biệt càng hoàn toàn hơn nhưng tốc độ cất càng nhỏ, vì mỗi mắt hay đĩa có tác dụng như một lần cất thường.



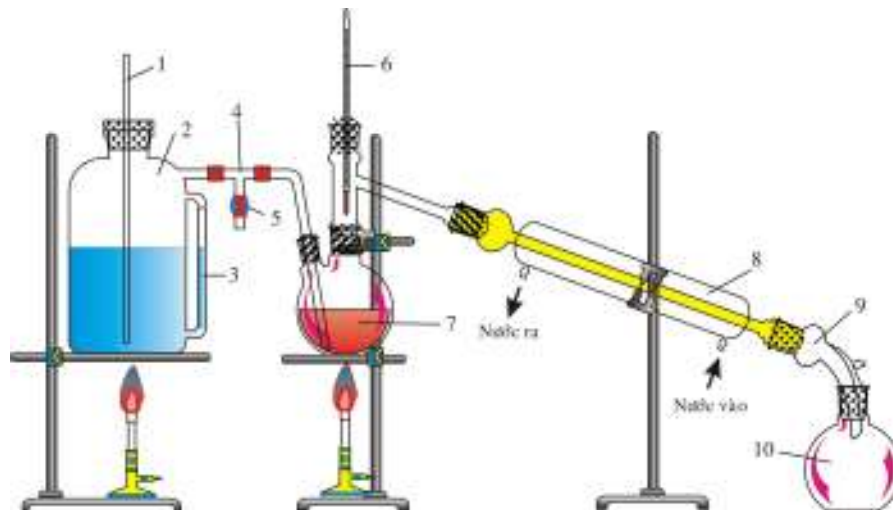
Hình 3. 5. Một số dạng cột chưng cất phân đoạn



Hình 3. 6. Hệ thống dụng cụ chưng cất phân đoạn

(1: bình chứa mẫu chưng cất, 2: cột cất phân đoạn, 3: nhiệt kế, 4: ống sinh hàn lắp xuôi, 5: ống nối cong, 6: bình hứng)

3.1.3. Chưng cất lôi cuốn hơi nước



Hình 3. 7. Hệ thống dụng cụ chưng cất lôi cuốn hơi nước

(1: ống mao quản, 2: bình đun nước, 3: ống thủy tinh quan sát mức nước trong bình, 4: ống chữ T, 5: van thông với áp suất khí quyển, 6: nhiệt kế, 7: bình chứa mẫu, 8: ống sinh hàn, 9: ống nối cong, 10: bình hứng)



Hình 3. 8. Hệ thống chưng cất phân đoạn với 4 điểm xác định nhiệt độ

3.2. Phương pháp kết tinh (phương pháp kết tinh lại)

Kết tinh là quá trình hình thành và phát triển của tinh thể từ trạng nóng chảy, dung dịch hay khí.

Phương pháp kết tinh lại là phương pháp tinh chế quan trọng dựa trên tính bão hòa của chất rắn cần tinh chế khi đun nóng trong dung môi thích hợp, loại bỏ chất phụ và chất kết tinh trở lại khi làm lạnh.

Quá trình kết tinh lại gồm các giai đoạn sau:

- Hòa tan mẫu chất rắn không tinh khiết trong dung môi thích hợp
- Lọc nóng dung dịch trên để loại bỏ chất phụ không tan
- Làm lạnh dung dịch hoặc đui bột dung môi để tạo dung dịch bão hòa và gây mầm kết tinh
- Làm khô tinh thể.

Quy trình này có thể làm lại nhiều lần để thu được chất tinh khiết.

3.3. Phương pháp chiết

Phương pháp chiết là phương pháp tách chất từ hỗn hợp bằng dung môi thích hợp. Có các phương pháp chiết sau.

Có thể chiết từ hỗn hợp dung dịch hay từ chất rắn.

Tùy theo bản chất của chất bị chiết và môi trường chúng đang tồn tại để chọn dung môi chiết cho thích hợp, nghĩa là dung môi đó chỉ hòa tan hoặc hòa tan nhiều chất định chiết mà không hòa tan hay ít hòa tan các chất khác trong hỗn hợp. Quá trình chiết kết thúc khi đã chiết hết chất cần chiết. Điều này có thể kiểm tra bằng màu hay sắc kí.

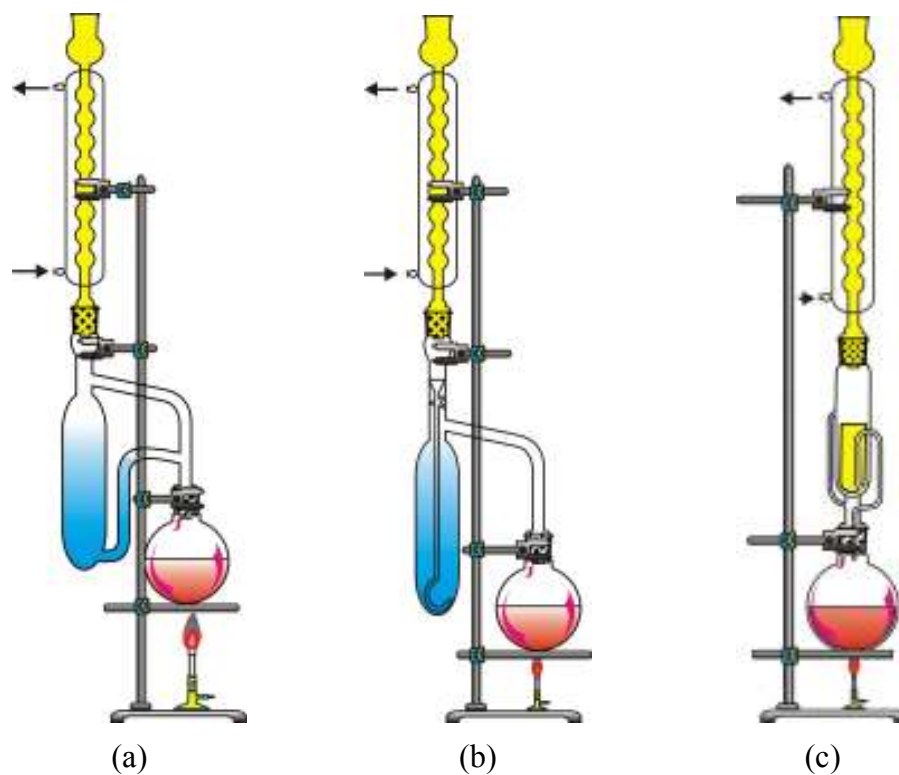
3.3.1. Chiết trong hệ chất rắn - lỏng

Hiệu suất chiết chất rắn bằng chất lỏng phụ thuộc trước hết vào độ hòa tan, và tốc độ chuyển từ trạng này sang trạng khác. Tính tan phụ thuộc vào dung môi và tốc độ hòa tan phụ thuộc vào bề mặt tiếp xúc.

Thường chất rắn được chiết liên tục trên máy chiết soxlet. Nguyên tắc như sau: đun nóng dung môi trong bình cầu cho hơi dung môi đi lên bình chiết chứa chất qua ống sinh hàn ngược rồi ngưng tụ chảy trở lại vào bình chiết. Dung môi lựa chọn là phải hòa tan chất nghiên cứu hoặc phải hòa tan chất phụ rồi qua ống nhánh chảy trở lại bình cầu. Nếu dung môi hòa tan chất phụ thì chất hữu cơ nghiên cứu còn lại trên bình chiết, còn nếu dung môi hòa tan chất nghiên cứu thì thu được chất hữu cơ trong bình cầu và chất nghiên cứu được tách ra khỏi dung môi bằng các phương pháp khác.

3.3.2. Chiết trong hệ chất lỏng - lỏng

Chiết chất hữu cơ từ dung dịch (phần lớn là từ nước) là lắc dung dịch đó với dung môi thích hợp không trộn lẫn với dung môi cũ và có khả năng hòa tan tốt chất cần chiết hơn dung môi cũ. Trong trường hợp chất cần chiết tan trong dung môi cũ (nước) nhiều hơn các dung môi mới hay không chọn được dung môi mới thì không dùng phương pháp chiết thường như trên, mà phải dùng phương pháp chiết liên tục. Để lắp ráp dụng cụ cho phương pháp chiết liên tục cần phải biết được tỉ khối của dung môi cao hay thấp so với chất cần chiết, vì tỉ khối này khác thì dụng cụ lắp ráp sẽ khác.



Hệ thống chiết liên tục chất lỏng với chất lỏng

Hệ thống chiết Soxlet

Hình 3. 9. Hệ thống chiết liên tục

(Hình (a): hệ thống chiết chất lỏng với dung môi có tỉ khối cao

Hình (b): hệ thống chiết chất lỏng với dung môi có tỉ khối thấp

Hình (c): hệ thống chiết chất lỏng với chất rắn)



Dụng cụ chiết rắn



Dụng cụ chiết lỏng

Hình 3. 10. Hệ thống chiết rắn và lỏng

3.4. Phương pháp thăng hoa

Thăng hoa là quá trình làm bay hơi chất rắn thành hơi rồi ngưng tụ lại thành trạng thái rắn, không qua trạng thái lỏng.

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

Sự thăng hoa xảy ra ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ nóng chảy và nhiệt độ sôi.

Phương pháp thăng hoa có ưu điểm hơn các phương pháp khác là thu được chất tinh khiết hơn và có thể dùng một lượng nhỏ chất. Ngược lại phương pháp này cũng có nhược điểm là các chất bản phải có tính bay hơi khác nhiều so với chất tinh chế, quá trình thăng hoa thường chậm và hao phí nhiều chất hơn các phương pháp khác.

Tốc độ thăng hoa tỉ lệ thuận với áp suất hơi của chất ở nhiệt độ xác định, tỉ lệ với độ lớn bề mặt chất bay hơi và tỉ lệ nghịch với áp suất trong bình.

Phương pháp tiến hành thăng hoa ở áp suất thường:

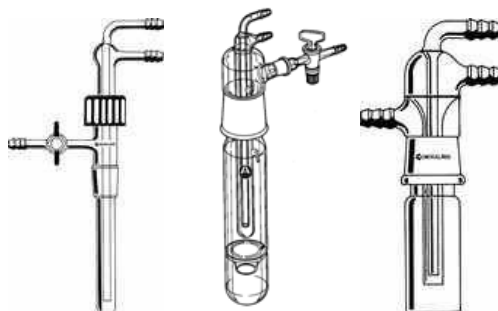
Với dụng cụ đơn giản lượng nhỏ là cho chất cần thăng hoa vào bát sứ, phủ bằng giấy lọc có chọc thủng nhiều lỗ nhỏ rồi đặt bát bằng phễu thủy tinh có bọc giấy tẩm ướt hay vải ướt ở bên ngoài, có đặt cuộn phễu bằng một ít bông. Sau đó đun nóng bát sứ trên ngọn lửa đèn cồn hay trên bếp điện qua lưới amiăng hay trên bếp cách cát một cách cẩn thận vì nếu đun nóng quá sẽ phân hủy chất thăng hoa. Với lượng lớn hơn có thể lắp ráp dụng cụ theo hình sau.

Những chất không hoặc khó thăng hoa ở áp suất thường thì có thể thăng hoa ở áp suất thấp bằng các dụng cụ như hình sau.



Dụng cụ thăng hoa ở áp suất thường

Dụng cụ thăng hoa ở áp suất thấp



Hệ thống thăng hoa áp suất thấp lượng nhỏ

Hình 3. 11. Các hệ thống thăng hoa

3.5. Phương pháp sắc kí

Phương pháp sắc kí dùng để tách biệt một lượng chất gần giống nhau về thành phần và tính chất. Dùng để tinh chế các chất có nhiệt độ sôi cao và không bền với nhiệt, hoặc để tách biệt các chất từ tinh dầu, các chất màu tự nhiên, các aminoaxit,... hoặc để xác định tính đồng nhất và độ tinh khiết của chất.

Có nhiều phương pháp sắc kí: sắc kí phân bố, sắc kí hấp phụ và sắc kí trao đổi ion, hoặc có thể phân loại phương pháp sắc kí như sau: sắc kí cột, sắc kí lớp mỏng, sắc kí giấy,...

Chương 4 PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CÁC HẰNG SỐ VẬT LÝ CỦA CÁC HỢP CHẤT HỮU CƠ

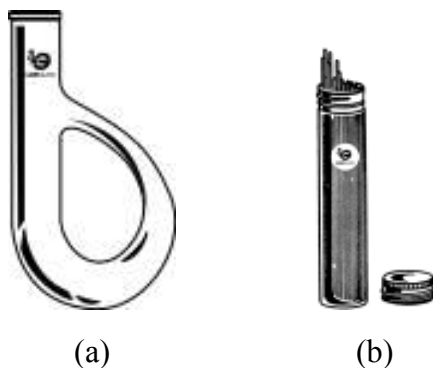
4.1. Xác định nhiệt độ nóng chảy của chất rắn

Nhiệt độ nóng chảy của một chất (t_{nc}°) là nhiệt độ tại đó pha rắn và pha lỏng cân bằng nhau. Các chất tinh khiết có nhiệt độ nóng chảy xác định, khoảng nhiệt độ từ khi bắt đầu nóng chảy đến khi nóng chảy hoàn toàn thường chỉ khác nhau khoảng $0,5^{\circ}\text{C}$.

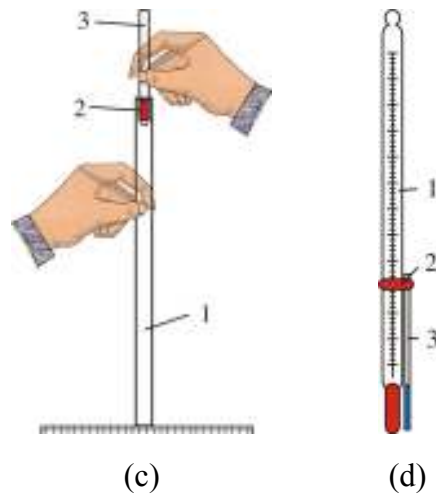
Nhiệt độ nóng chảy của chất rắn là nhiệt độ đọc được khi chất rắn vừa nóng chảy hoàn toàn cho chất lỏng trong suốt, sai số của phương pháp này là $0,5^{\circ}\text{C}$. Một lượng nhỏ tạp chất cũng làm thay đổi đáng kể nhiệt độ nóng chảy và khoảng nhiệt độ từ lúc bắt đầu nóng chảy đến khi nóng chảy hoàn toàn thường rộng.

Như vậy, có thể xem nhiệt độ nóng chảy đặc trưng cho độ tinh khiết của chất rắn nghiên cứu. Nhưng cũng cần chú ý rằng khi đun nóng nhiều hợp chất hữu cơ bị phân hủy, hoặc thăng hoa.

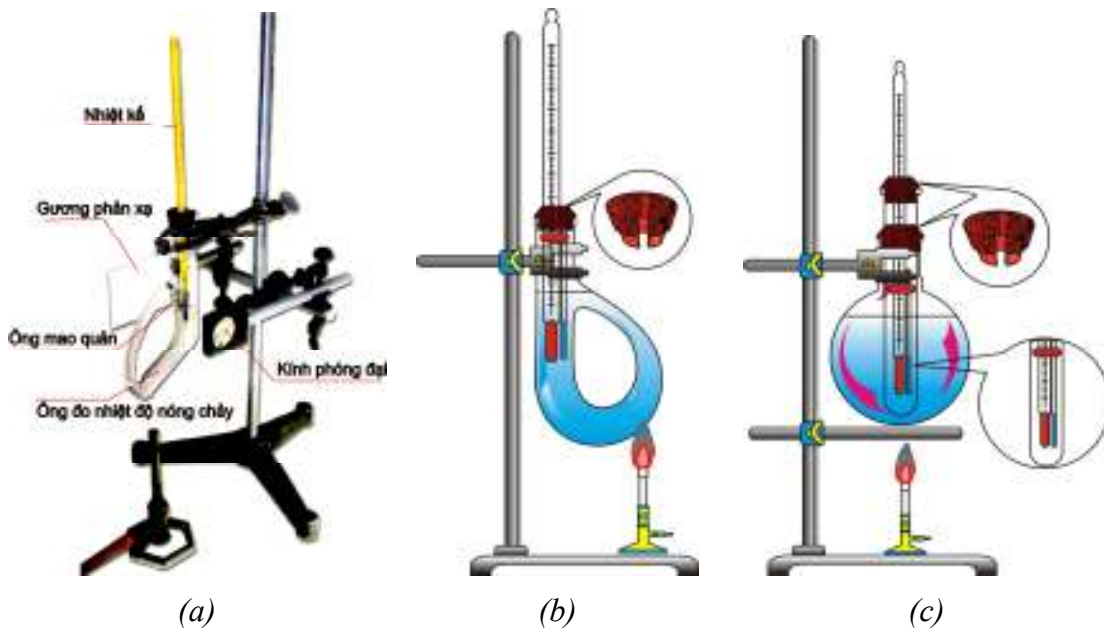
Trong phòng thí nghiệm, thường xác định nhiệt độ nóng chảy của chất hữu cơ rắn trong ống mao quản. Cho chất rắn cần đo nhiệt độ nóng chảy vào trong ống mao quản với tiết diện 0,8-1 mm, dài 35-40 mm đã được bịt kín một đầu. Để đưa chất rắn vào được đầu cuối của ống mao quản cần phải thả rơi nhiều lần ống mao quản trong một ống thủy tinh dài 40-60 cm hờ cả hai đầu được đặt thẳng đứng với mặt bàn (hình (c)). Nếu chất dễ thăng hoa thì sau đó hàn kín ống mao quản lại.



Hình 4. 1. (a): Ống chứa chất lỏng (glixerol, hay H_2SO_4 đậm đặc,...) dùng để đun nóng chảy chất nghiên cứu trong ống mao quản (b): Ống chứa ống mao quản



Hình 4. 2. (c): Cách cho mẫu đo vào ống mao quản (1: ống thủy tinh dài 50-60cm; 2: mẫu đo; 3: ống mao quản)(d): Cách kẹp ống mao quản chứa mẫu đo vào nhiệt kế (1: nhiệt kế; 2: vòng cao su; 3: ống mao quản chứa mẫu đo)



Hình 4. 3. Hệ thống đo nhiệt độ nóng chảy đơn giản

Có thể sử dụng các dụng cụ đơn giản sẵn có trong phòng thí nghiệm để tạo thiết bị đo nhiệt độ nóng chảy như hình (c): gồm bình cầu đáy tròn chứa chất lỏng để đun nóng, ống nghiệm được gắn nhiệt kế có kẹp ống mao quản chứa chất nghiên cứu.

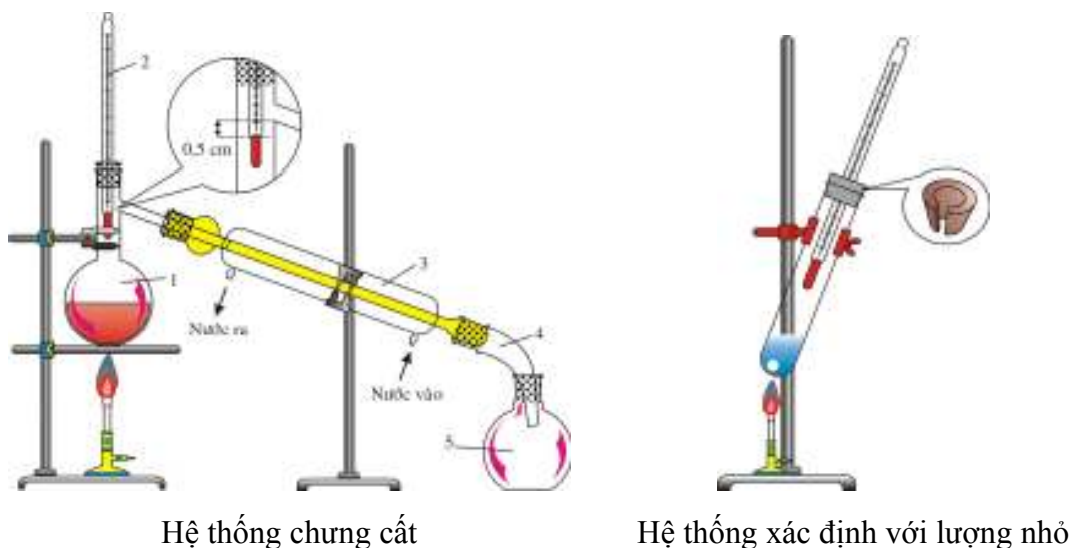
Muốn chính xác hơn người ta xác định nhiệt độ nóng chảy bằng máy xác định nhiệt độ nóng chảy hoặc chính xác hơn nữa là đo bằng máy xác định nhiệt độ nóng chảy vi phân (xác định nhiệt độ nóng chảy trong kính hiển vi).



Hình 4. 4. Máy đo nhiệt độ nóng chảy

4.2. Xác định nhiệt độ sôi

Một chất lỏng tinh khiết có nhiệt độ sôi (t_s°) xác định ở một áp suất xác định. Người ta thường lấy nhiệt độ chưng cất của chất lỏng làm nhiệt độ sôi. Phương pháp này có sai số lớn khi lắp nhiệt kế không đúng vị trí, hoặc đun quá lửa làm cho hơi quá nhiệt.



Hình 4. 5. Hệ thống xác định nhiệt độ sôi

4.3. Xác định tỉ khối

Tỉ khối ρ của chất là tỉ lệ của khối lượng (m) đối với thể tích (V) của chất

$$\rho = \frac{m}{V} (\text{g/cm}^3)$$

Trong phòng thí nghiệm, thường xác định tỉ khối tương đối d là tỉ khối của chất ρ_c so với tỉ khối của chất khác ở cùng điều kiện xác định. Thường so với tỉ khối của nước tinh khiết ρ_n ở 4°C .

$$d = \frac{\rho_c}{\rho_n}$$

Giá trị d cũng có thể xác định bằng khối lượng của chất so với khối lượng của nước tinh khiết ở cùng nhiệt độ.

Tỉ khối tương đối d phụ thuộc vào nhiệt độ vì thế trong kí hiệu luôn có ghi giá trị nhiệt độ. Ví dụ d_4^{20} có nghĩa là tỉ khối xác định ở 20°C so với nước ở 4°C .

Để đo tỉ khối, dùng tỉ khối kế. Cách đo: nhúng tỉ khối kế vào chất lỏng và tỉ khối được xác định bằng vạch mà mực nước của chất lỏng chỉ trên thang chia độ của tỉ khối kế.

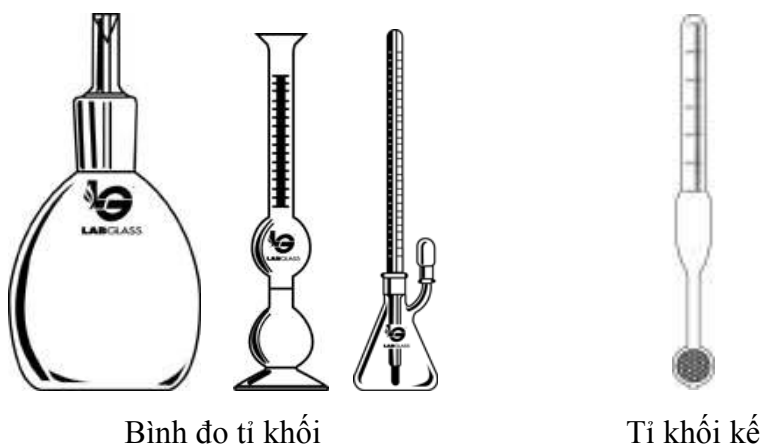
Một cách khác để xác định tỉ khối, người ta dùng bình đo tỉ khối. Đây là những bình thủy tinh hình dáng khác nhau và có dung tích chính xác cho trước, cũng có khi nhiệt kế đi kèm với bình tỉ khối.

Trước khi đo tỉ khối, bình phải được rửa sạch và làm khô. Sau đó đem cân bình bằng cân phân tích chính xác đến 4 số sau dấu phẩy. Ta đổ nước cất vào bình đã cân cho đến vạch và đặt và tủ sấy với nhiệt độ là 20°C trong thời gian không ít hơn 30 phút, sau đó lấy bình ra và xác định khối lượng. Đổ nước cất trong bình ra, làm khô bình rồi làm tương tự với chất lỏng cần đo tỉ khối.

Tỉ khối tương đối được tính theo công thức:

$$d = \frac{m_{bc} - m_b}{m_{bn} - m_b} = \frac{m_c}{m_n}$$

Trong đó: m_b : trọng lượng bình rỗng (g)
 m_{bn} : trọng lượng bình có nước cất (g)
 m_{bc} : trọng lượng bình có chất nghiên cứu (g)
 m_c : khối lượng chất nghiên cứu (g)
 m_n : khối lượng nước (g)



Hình 4. 6. Hệ thống đo tỉ khối

4.4. Xác định năng suất quay cực



Hình 4. 7. Máy đo năng suất quay cực α

Nhằm xác định khả năng hoạt động quang học của các chất hữu cơ người ta đo năng suất quay cực của chúng. Để xác định giá trị này, ta dùng máy đo năng suất quay cực.

PHẦN II

A. THÍ NGHIỆM LƯỢNG NHỎ

Chương 1 PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH CÁC NGUYÊN TỐ TRONG HỢP CHẤT HỮU CƠ

Thí nghiệm 1. Xác định cacbon bằng phương pháp cacbon hóa.

Hóa chất: saccarozơ (hoặc tinh bột), benzen

Dụng cụ: chén sứ.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho khoảng 0,1gam saccarozơ (hoặc tinh bột)vào chén sứ. Đun nóng cẩn thận trên ngọn lửa đèn cồn cho đến khi saccarozơ chuyển thành than.

- Rót vào chén sứ khoảng 0,5ml benzen, dùng que diêm đang cháy để đốt benzen trong chén (làm trong tủ hút).

Câu hỏi:

1. Dự đoán màu của màu ngọn lửa
2. Viết phương trình phản ứng cháy

Thí nghiệm 2. Xác định cacbon và hydro.

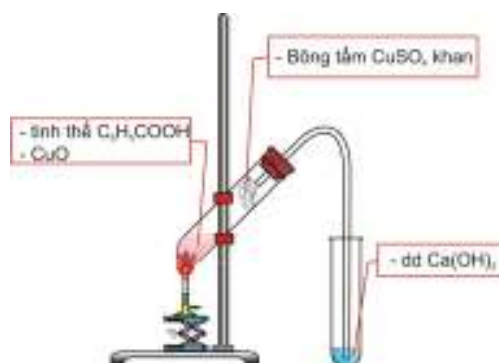
Hóa chất: Saccarozơ hoặc axit benzoic, bột CuO, dung dịch bão hòa Ca(OH)₂, CuSO₄ khan

Dụng cụ: ống nghiệm, bông gòn, ống dẫn khí

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Trộn đều khoảng 0,2-0,3 gam axit benzoic với 1-2 gam CuO. Cho hỗn hợp vào ống nghiệm khô.

- Cho tiếp thêm khoảng 1 gam CuO để phủ kín hỗn hợp. Dùng một nhúm bông có rắc một ít bột CuSO₄ khan cho vào phần trên ống nghiệm. Đậy ống nghiệm bằng nút cao su có ống dẫn khí sục vào ống nghiệm khác có chứa dung dịch Ca(OH)₂. Đun nóng ống nghiệm chứa hỗn hợp phản ứng.



Câu hỏi:

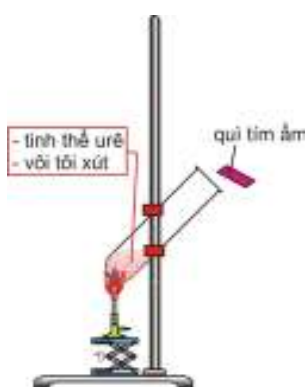
1. Nêu nguyên tắc phân tích định tính các nguyên tố trong hợp chất hữu cơ.
2. Những hiện tượng gì đã xảy ra trong hai ống nghiệm? Giải thích và viết các phương trình phản ứng đã xảy ra.

Thí nghiệm 3. Xác định nitơ

Hóa chất: Ure khan, Na, dung dịch FeSO_4 1%, dung dịch FeCl_3 1%, dung dịch HCl đặc, dung dịch HCl 10%, hỗn hợp vôi tôi xút, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 96°.

Dụng cụ: Ống nghiệm, đĩa thủy tinh.

Cách tiến hành thí nghiệm:



a) Trường hợp riêng: Hợp chất có N liên kết trực tiếp với C và H

- Trộn đều khoảng 0,1 gam urê và 1 gam vôi tôi xút rồi cho vào ống nghiệm khô. Đun nóng ống nghiệm. Nhận xét kết quả thí nghiệm bằng các cách sau:

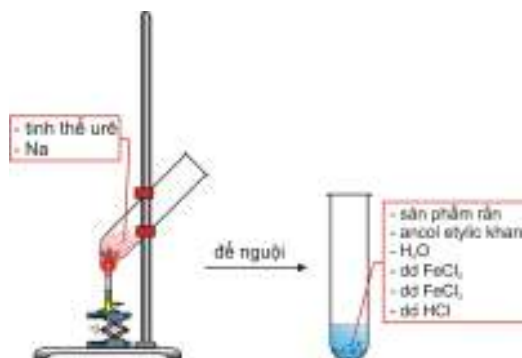
- Ngửi mùi khí thoát ra ở miệng ống nghiệm.
- đặt mẫu quỳ đỏ đã tẩm ướt lên miệng ống nghiệm.
- đưa đầu thủy tinh có tẩm dung dịch axit HCl đặc vào

miệng ống nghiệm.

b) Trường hợp chung:

- Lấy khoảng 0,5 gam urê (hoặc hợp chất hữu cơ khác có chứa N như anilin, axetamid,...) và chia thành 2 phần bằng nhau. Phần thứ nhất được cho vào đáy ống nghiệm khô. Cho tiếp vào một mẫu Na (đã được cạo sạch lớp ngoài và ép khô giữa hai mảnh giấy lọc). Phần urê còn lại cho tiếp vào ống nghiệm để phủ kín mẫu Na.

- Đun nóng cẩn thận ống nghiệm trên đèn cồn. Để nguội, nhỏ từ từ vào ống nghiệm khoảng 1ml etanol khan để phân huỷ Na còn dư. Cho thêm 2ml nước cất, khuấy đều, lọc hỗn hợp để thu lấy dung dịch trong. Nhỏ 2-3 giọt dung dịch FeSO_4 1% và 1-2 giọt dung dịch FeCl_3 1% vào dung dịch thu được. Axit hóa hỗn hợp bằng vài giọt dung dịch HCl 10% cho đến khi xuất hiện kết tủa màu xanh da trời.



Câu hỏi:

1. Hãy giải thích các kết quả thí nghiệm ở câu a.
2. Viết các phương trình phản ứng để tạo ra kết tủa xanh.
3. Vì sao phải dùng axit HCl để axit hóa hỗn hợp phản ứng?

Thí nghiệm 4. Xác định lưu huỳnh

Hóa chất: Axit sunfanilic hoặc thioure, anbumin (lòng trắng trứng gà), Na, etanol, dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,1N, dung dịch NaOH 1N, dung dịch HCl 10%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phương pháp 1:

- Với axit sunfanilic tiến hành thí nghiệm như trường hợp chung trong thí nghiệm 3. Lọc nhiều lần để lấy dung dịch trong. Cho dung dịch thu được làm hai phần để làm các thí nghiệm tiếp theo.

- Lấy ống nghiệm khác đã có chứa 0,5ml dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, nhỏ từ từ vào đó từng giọt dung dịch NaOH cho đến khi hòa tan hoàn toàn chì hidroxít.

- Rót từ từ dung dịch muối chì vừa thu được vào dung dịch lọc ở trên (phần thứ nhất).

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

- Nhỏ từ từ dung dịch HCl 10% vào phần thứ hai.

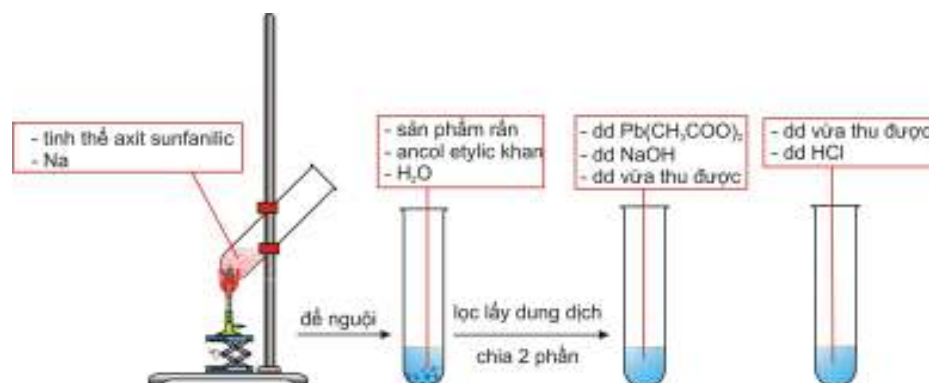
- Nhận xét mùi đặc trưng của khí thoát ra.

b) Phương pháp 2:

- Lấy 2ml anbumin cho vào ống nghiệm, nhỏ vào đó 0,5ml NaOH, lắc đều và đun nóng nhẹ ống nghiệm trên ngọn lửa đèn cồn (ống nghiệm 1).

- Chuẩn bị dung dịch muối chì như ở trên (ống nghiệm 2).

- Rót từ từ ống nghiệm 1 vào ống nghiệm 2, quan sát hiện tượng xảy ra.



Câu hỏi:

1. Nêu các hiện tượng xảy ra ở thí nghiệm trên
2. Giải thích bằng phương trình phản ứng.

Thí nghiệm 5. Xác định halogen

Hóa chất: Cloroform hoặc tetracloruacacbon, dung dịch AgNO_3 1%, dung dịch NH_3 , etanol.



Dụng cụ: Dây đồng, phễu thủy tinh.

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phương pháp 1:

- Lấy sợi dây đồng uốn thành hình lò xo và buộc vào đầu đĩa thủy tinh.

- Đốt dây đồng trên ngọn lửa đèn cồn cho đến khi không còn ngọn lửa màu xanh của tạp chất.

- Nhúng dây đồng vào hợp chất hữu cơ có chứa halogen, đem đốt trên ngọn lửa đèn cồn. Quan sát màu của ngọn lửa.

b) Phương pháp 2:



- Lấy một mảnh giấy nhỏ, tẩm etanol và nhỏ thêm vài giọt hợp chất hữu cơ có chứa halogen.

- Chuẩn bị một phễu thủy tinh, nhỏ vào thành phía trong của phễu mấy giọt dung dịch AgNO_3 , úp phễu lên phía trên mảnh giấy, rồi đốt cháy giấy. Nhận xét hiện tượng xảy ra trên

thành phễu.

- Nhỏ vài giọt dung dịch NH_3 lên thành phễu, tiếp tục theo dõi hiện tượng.

Câu hỏi:

1. Giải thích các hiện tượng xảy ra ở phương pháp 1 và 2
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Chương 2 HYDROCACBON NO, KHÔNG NO, THƠM

I. HYDROCACBON NO

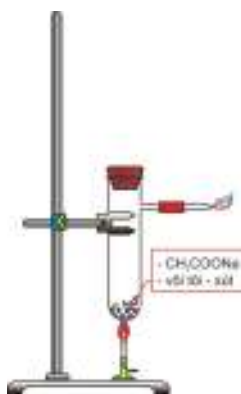
Thí nghiệm 1. Điều chế và tính chất của metan

Hóa chất: CH_3COONa hoặc CH_3COOK , vôi tôi xút khan, nước brom bão hòa, dung dịch KMnO_4 loãng, dung dịch Na_2CO_3 5%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Điều chế và đốt cháy metan:



- Cho vào ống nghiệm khô có nút và ống dẫn khí cong khoảng 4-5 gam hỗn hợp CH_3COONa khan và vôi tôi xút (theo tỉ lệ 1:2 về khối lượng) đã được nghiền nhỏ và trộn đều trong cối sứ.

- Kẹp ống nghiệm trên giá sắt và đun nóng trên ngọn lửa đèn cồn.

- Đốt khí metan thoát ra ở đầu ống dẫn khí, quan sát màu ngọn lửa.

- Đưa nắp chén sứ chạm vào ngọn lửa metan đang cháy, quan sát màu sắc của nắp chén sứ trước và sau thí nghiệm.

b) Tính chất của metan:

- Chuẩn bị hai ống nghiệm: ống thứ nhất chứa 2ml nước brom, ống thứ hai chứa 2ml KMnO_4 loãng và 1ml Na_2CO_3 5%.

- Dẫn khí metan thu được ở thí nghiệm a lần lượt vào hai ống nghiệm chứa nước brom và KMnO_4 . Quan sát màu của dung dịch.



Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng điều chế và đốt cháy metan.
2. Ngọn lửa khi metan cháy có màu gì? Màu sắc trên nắp chén sứ có thay đổi không, giải thích?
3. Nêu hiện tượng xảy ra ở hai ống nghiệm chứa nước brom và KMnO_4 .

- **Chú ý:**

• Dùng CH_3COOK là tốt nhất vì CH_4 tạo ra nhanh, quá trình phản ứng êm dịu và hầu như không có bất kỳ sản phẩm phụ nào. Mặc khác CH_3COOK là tinh thể khan và thường không cần làm khô.

• CH_3COONa là tinh thể ngậm nước ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) nên cần được làm khô.

Thí nghiệm 2. Phản ứng brom hoá hydrocarbon no

Hóa chất: n-hexan hoặc hydrocarbon no, dung dịch Br_2 trong CCl_4 , dung dịch NH_3 25%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Rót vào ống nghiệm khô khoảng 1ml hydrocarbon no, nhỏ thêm vài giọt dung dịch Br_2 trong CCl_4 , lắc nhẹ hỗn hợp phản ứng, quan sát màu của dung dịch brom.

- Đun hỗn hợp trong nồi nước nóng, theo dõi kết quả thí nghiệm bằng các cách sau:

- Quan sát màu của dung dịch Br_2
- Đưa mẫu giấy quỳ tím ướt vào miệng ống nghiệm.
- Đưa đầu đũa thủy tinh tím dung dịch NH_3 vào miệng ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Nêu hiện tượng xảy ra khi cho brom tác dụng với hydrocarbon no ở điều kiện chưa đun nóng và sau khi đun nóng?

2. Viết phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 3. Tác dụng của hydrocarbon no với H_2SO_4 đặc, HNO_3 đặc

Hóa chất: n-hexan, axit H_2SO_4 đặc, axit HNO_3 đặc.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào hai ống nghiệm khô mỗi ống 0,5ml n-hexan
- Thêm vào ống thứ nhất 0,5ml H_2SO_4 đặc, và ống thứ hai 0,5ml HNO_3 đặc.
- Lắc nhẹ và quan sát hỗn hợp phản ứng.

Câu hỏi:

1. Kết luận gì được rút ra từ thí nghiệm trên.

II. HYDROCACBON KHÔNG NO

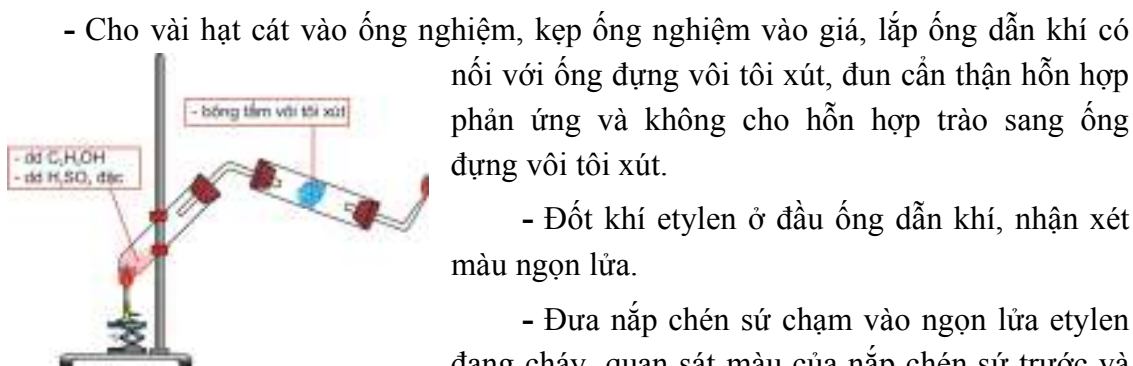
Thí nghiệm 4. Điều chế etylen

Hóa chất: Etanol 96°, axit H_2SO_4 đặc, vôi tôi xút,

Dụng cụ: Ống nghiệm, ống dẫn khí, cát sạch.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 2ml etanol vào ống nghiệm khô, cẩn thận nhỏ thêm từng giọt 4ml H_2SO_4 đặc đồng thời lắc đều.



- Cho vài hạt cát vào ống nghiệm, kẹp ống nghiệm vào giá, lắp ống dẫn khí có nối với ống đựng vôi tôi xút, đun cẩn thận hỗn hợp phản ứng và không cho hỗn hợp trào sang ống đựng vôi tôi xút.

- Đốt khí etylen ở đầu ống dẫn khí, nhận xét màu ngọn lửa.

- Đưa nắp chén sứ chạm vào ngọn lửa etylen đang cháy, quan sát màu của nắp chén sứ trước và

sau thí nghiệm.

Câu hỏi:

1. Tại sao phải cho thêm vài hạt cát vào hỗn hợp phản ứng?
2. Tại sao phải nối ống dẫn khí với ống đựng vôi tôi xút?
3. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
4. Tại sao hỗn hợp phản ứng sau thí nghiệm có màu đen?

Thí nghiệm 5. Phản ứng cộng và oxi hóa của etylen.

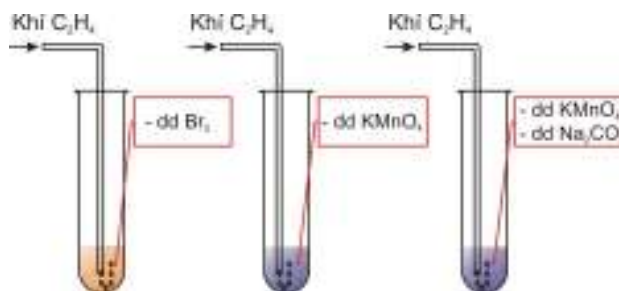
Hóa chất: Khí etylen, dung dịch nước brom bão hòa., dung dịch $KMnO_4$ 2%, dung dịch Na_2CO_3 10%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Lấy 3 ống nghiệm: ống thứ nhất chứa 1ml dung dịch nước brom bão hòa, ống thứ hai chứa 2ml $KMnO_4$ 2%, ống thứ ba chứa 2ml $KMnO_4$ và 0,5ml Na_2CO_3 10%.

- Dẫn khí etylen vừa điều chế ở thí nghiệm 1 lần lượt vào ba ống nghiệm. Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch trong ba ống nghiệm đó.



Câu hỏi:

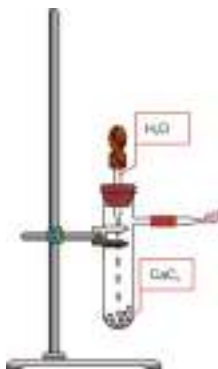
1. Màu của dung dịch trong ba ống nghiệm biến đổi như thế nào. Viết phương trình phản ứng.
2. Cho biết sản phẩm phụ ở ống nghiệm 1.

Thí nghiệm 6. Điều chế axetylen

Hóa chất: Canxi cacbua,

Dụng cụ: ống dẫn khí, ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào ống nghiệm vài viên CaC_2 , rót nhanh khoảng 2ml nước vào ống nghiệm (hoặc có thể dùng ống hút như hình vẽ) và đậy nhanh bằng nút có ống dẫn khí với đầu vuốt nhọn.

- Đốt khí axetylen ở đầu ống dẫn khí. Nhận xét màu ngọn lửa.

- Đưa nắp sứ chạm vào ngọn lửa, quan sát màu của nắp chén sứ trước và sau thí nghiệm.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng điều chế và đốt cháy axetylen.
2. Khí sinh ra khi điều chế etylen có mùi khó ngửi. Giải thích.

Thí nghiệm 7. Phản ứng cộng và oxi hóa của axetylen

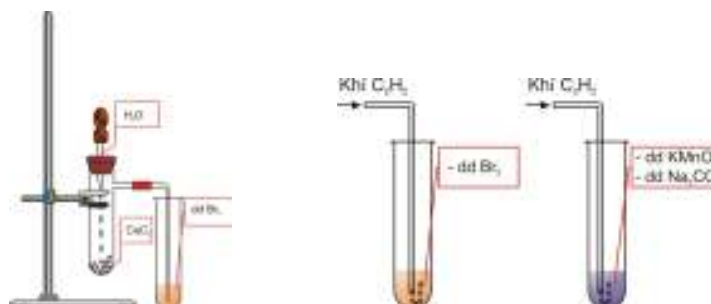
Hóa chất: Dung dịch nước brom bão hòa, dung dịch KMnO_4 1%, dung dịch Na_2CO_3 10%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Lấy hai ống nghiệm: ống thứ nhất chứa 1ml dung dịch nước brom bão hòa, ống thứ hai chứa 1ml KMnO_4 1% và Na_2CO_3 10%.

- Dẫn khí axetylen vào hai ống nghiệm trên. Quan sát màu của dung dịch.



Câu hỏi:

1. Nêu hiện tượng của phản ứng
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 8. Phản ứng tạo thành bạc axetilua

Hóa chất: dung dịch AgNO_3 1%, dung dịch NH_3 5%

Dụng cụ:

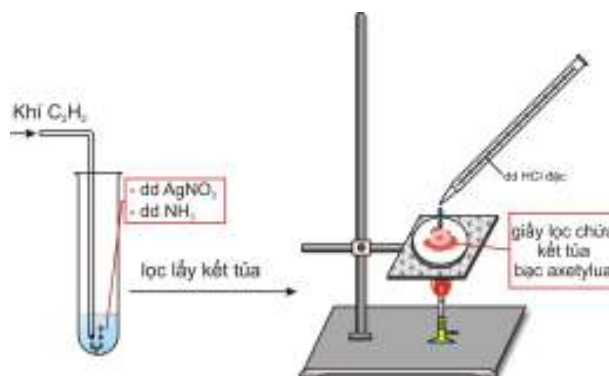
Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 2ml dung dịch AgNO_3 1% vào ống nghiệm, nhỏ thêm từng giọt dung dịch NH_3 5% cho đến khi hòa tan hoàn toàn kết tủa Ag_2O vừa sinh ra.

- Dẫn khí axetylen vào hỗn hợp, quan sát sự xuất hiện kết tủa bạc axetilua và màu sắc kết tủa.

- Lọc lấy kết tủa, rửa kết tủa bằng lượng nhỏ nước, ép kết tủa trong tờ giấy lọc. Nung nóng cẩn thận kết tủa trên tấm lưới amiăng bằng đèn cồn.

- Giấy lọc và những vết bạc axetilua còn lại được phân hủy bằng axit HCl đặc hoặc axit HNO_3 đặc.



Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra.
2. Thí nghiệm trên có xảy ra với CH_4 hoặc C_2H_4 không, vì sao?

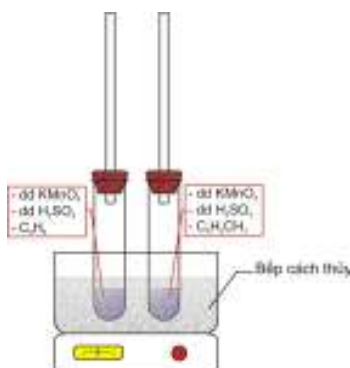
III. HYDROCACBON THƠM

Thí nghiệm 9. Phản ứng oxi hóa benzen và toluen

Hóa chất: Benzen, toluen, dung dịch KMnO_4 5%, dung dịch H_2SO_4 2N.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho hai ống nghiệm, mỗi ống chứa 1ml KMnO_4 5% và 1ml H_2SO_4 2N

- Cho tiếp vào ống thứ nhất 0,5ml benzen, ống thứ hai 0,5ml toluen. Cả hai ống đều được đậy bằng nút có ống thủy tinh thẳng đứng.

- Lắc nhẹ và đun nóng cả hai ống nghiệm trên nồi nước nóng. Quan sát hiện tượng xảy ra trong cả hai ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra.
2. Giải thích nguyên nhân sự khác nhau về tính chất của benzen và toluen đối với KMnO_4 ?

Thí nghiệm 10. Phản ứng brom hóa benzen và toluen

Hóa chất: Benzen, dung dịch brom trong CCl_4 (tỉ lệ 1:5 theo thể tích), bột sắt

Dụng cụ: Ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Lấy hai ống nghiệm khô, cho 1ml benzen vào ống nghiệm thứ nhất và 1ml toluen vào ống nghiệm thứ hai. Cho tiếp vào mỗi ống 1ml dung dịch brom rồi lắc đều.

- Chia dung dịch trong mỗi ống ra làm 2 phần bằng nhau. Phần thứ nhất được đặt trên giá. Phần thứ hai đun nóng đến sôi nhẹ trên nồi nước (nên đậy ống nghiệm bằng nút có lắp ống thủy tinh thẳng đứng). Quan sát và so sánh màu dung dịch của phần thứ nhất và phần thứ hai của từng hidrocarbon.

- Cho một ít bột sắt (bằng hạt đậu xanh), 1ml benzen và 1ml dung dịch brom vào ống nghiệm khô. Lắc nhẹ và đun nóng hỗn hợp đến sôi nhẹ trên nồi nước.

- Đưa mẫu giấy quỳ tím ướt vào miệng ống nghiệm. Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch và màu của giấy quỳ.

Câu hỏi:

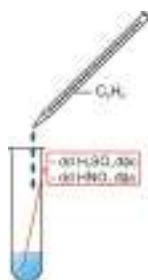
1. Viết các phương trình phản ứng và giải thích các hiện tượng xảy ra.
2. Vai trò của bột sắt? Có thể thay bột sắt bằng chất nào?

Thí nghiệm 11. Phản ứng nitro hóa benzen

Hóa chất: Benzen, axit H_2SO_4 đặc ($d=1,84$ g/ml), axit HNO_3 đặc ($d=1,42$ g/ml)

Dụng cụ: Ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Rót từ từ 2ml H_2SO_4 vào ống nghiệm đã chứa sẵn 1,5ml HNO_3 và làm lạnh trong chậu nước.

- Nhỏ từ từ 1ml benzen vào hỗn hợp axit đồng thời lắc mạnh ống nghiệm trong chậu nước trong vòng 6-10 phút.

- Rót từ từ hỗn hợp vào cốc chứa 20-30ml nước lạnh, dùng đũa thủy tinh khuấy đều hỗn hợp, sau đó để yên.

- Quan sát sự phân lớp của hỗn hợp, nhận xét màu và mùi đặc trưng của lớp chất hữu cơ ở dưới.

Câu hỏi:

1. Vai trò của axit H_2SO_4 trong phản ứng là gì?
2. Viết phương trình phản ứng xảy ra.
3. Tại sao phải làm lạnh hỗn hợp phản ứng?

Thí nghiệm 12. Phản ứng sunfo hóa benzen

Hóa chất: Benzen, toluen, axit H_2SO_4 đặc ($d=1,84$ g/ml)

Dụng cụ: Ống nghiệm có nút lắp với ống thủy tinh thẳng, cốc thủy tinh.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml benzen vào ống nghiệm thứ nhất, 0,5ml toluen vào ống nghiệm thứ hai. Cho tiếp thêm vào mỗi ống 2ml H_2SO_4 . Cả hai ống nghiệm đều được đậy bằng nút có ống thủy tinh thẳng đứng. Đun nóng hai ống nghiệm trên nồi nước sôi và đồng thời lắc đều cho đến khi được hỗn hợp đồng nhất. Để nguội, rót từng ống nghiệm vào mỗi cốc riêng có chứa sẵn 20ml nước. Nhận xét khả năng hòa tan của hỗn hợp phản ứng.

Câu hỏi:

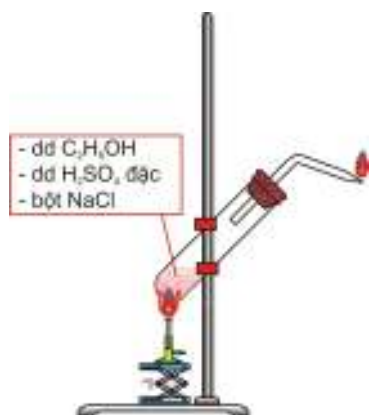
1. Viết phương trình phản ứng.
2. Giải thích tại sao hỗn hợp phản ứng tan được trong nước?

Thí nghiệm 1. Điều chế etylclorua

Hóa chất: Etanol, axit H_2SO_4 đặc, NaCl (dạng bột)

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào ống nghiệm 2ml etanol, 1ml H_2SO_4 đặc và 0,1ml NaCl. Đậy ống nghiệm bằng nút có lắp ống thủy tinh thẳng có đầu vuốt nhọn.

- Lắc nhẹ và đun cẩn thận trên ngọn lửa đèn cồn.

- Đốt khí etyl clorua thoát ra ở đầu ống dẫn khí. Quan sát màu ngọn lửa.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

2. Giải thích màu của ngọn lửa?

Thí nghiệm 2. Điều chế iodoform từ ancol etylic và axeton.

Hóa chất: Etanol, axeton, dung dịch I_2 trong KI, dung dịch NaOH 2N.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Điều chế iodoform từ etanol:

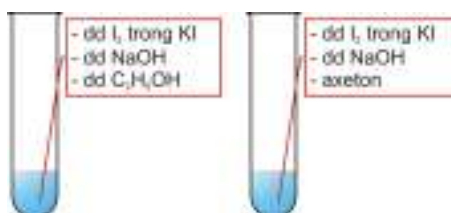
- Cho vào ống nghiệm 0,5ml etanol, 1,5ml dung dịch I_2 trong KI và 1,5ml NaOH 2N.

- Lắc đều ống nghiệm và đun nhẹ cho đến khi dung dịch xuất hiện kết tủa vẩn đục (lưu ý không được đun sôi), làm lạnh ống nghiệm bằng nước lạnh, quan sát màu chất kết tủa.

b) Điều chế iodoform từ axeton:

- Cho vào ống nghiệm 2ml dung dịch I_2 trong KI và 2ml NaOH 2N.

- Rót 0,5ml axeton vào hỗn hợp trên và lắc nhẹ. Quan sát màu của chất kết tủa.



Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng điều chế iodoform từ ancol etylic và từ axeton.
2. Tại sao không được đun sôi hỗn hợp phản ứng?
3. Cho biết đặc điểm của các hợp chất có khả năng phản ứng với I_2 để tạo iodoform.

Thí nghiệm 3. Phản ứng của dẫn xuất halogen với dung dịch kiềm.

Hóa chất: Dẫn xuất halogen mạch hở (C_2H_5Cl , C_2H_5Br), dung dịch NaOH 10%, dung dịch HNO_3 20%, dung dịch $AgNO_3$ 1%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml dẫn xuất halogen và 2-3ml nước cất vào ống nghiệm rồi lắc đều. Để hỗn hợp tách làm hai lớp, gạn bỏ lớp nước ở trên sang ống nghiệm khác đã chứa sẵn vài giọt dung dịch $AgNO_3$. Nếu thấy có kết tủa bạc halogenua, tiếp tục tiến hành như trên đến khi thử nước rửa thấy không còn ion halogen.

- Sau đó cho 2ml dung dịch NaOH 10% vào ống nghiệm chứa dẫn xuất halogen.

- Lắc nhẹ và đun hỗn hợp phản ứng đến sôi.

- Để nguội, gạn lớp nước ở trên sang ống nghiệm khác, axit hoá lớp nước này bằng HNO_3 20% và nhỏ thêm vài giọt dung dịch $AgNO_3$. Nhận xét hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Nêu mục đích của thí nghiệm.
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
3. Nêu dự kiến kết quả thí nghiệm thu được khi thay NaOH trong nước bằng NaOH trong ancol.
4. Vì sao phải axit hóa hỗn hợp trước khi cho $AgNO_3$ vào.

Thí nghiệm 4. Phản ứng của $CHCl_3$ với dung dịch kiềm NaOH

Hóa chất: $CHCl_3$, dung dịch NaOH 10%, dung dịch HNO_3 20%, dung dịch $AgNO_3$ 1%, dung dịch NH_3 10%, dung dịch $KMnO_4$ 1%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1ml $CHCl_3$ đã rửa sạch ion halogen (xem thí nghiệm 3) và 3ml dung dịch NaOH vào ống nghiệm.

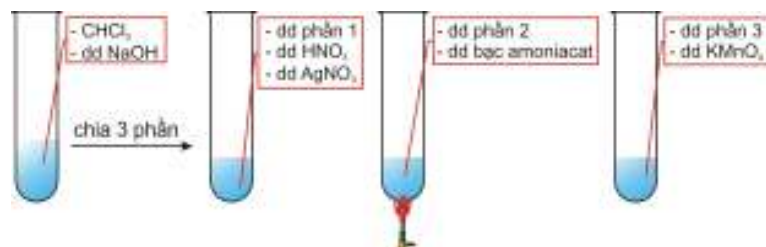
- Lắc đều và cẩn thận đun sôi hỗn hợp phản ứng.

- Làm lạnh hỗn hợp phản ứng, gạn lấy phần dung dịch trong ở trên rồi chia thành 3 phần:

• Phần thứ nhất được axit hoá bằng HNO_3 , sau đó nhỏ thêm vài giọt dung dịch $AgNO_3$ 1%. Nhận xét hiện tượng xảy ra.

• Cho 1ml dung dịch bạc amoniacat (được điều chế từ AgNO_3 và dung dịch NH_3) vào phần thứ hai và đun nóng nhẹ. Quan sát hiện tượng.

• Nhỏ vài giọt dung dịch KMnO_4 vào phần thứ ba. Nhận xét hiện tượng biến đổi màu của hỗn hợp.



Câu hỏi:

1. Giải thích các hiện tượng thí nghiệm bằng các phương trình phản ứng.

Thí nghiệm 5. Khả năng phản ứng của các dẫn xuất halogen.

Hóa chất: Clobenzen, benzyl clorua, dung dịch NaOH 10%, dung dịch HNO_3 10%, dung dịch AgNO_3 1%.

Dụng cụ:

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml clobenzen đã loại hết ion halogen và 1-2ml dung dịch NaOH 10% vào ống nghiệm.

- Lắc đều và đun hỗn hợp đến sôi.

- Làm lạnh hỗn hợp, gạn lấy phần dung dịch ở phía trên.

- Axit hóa phần đó bằng dung dịch HNO_3 20%, nhỏ thêm vài giọt dung dịch AgNO_3 1%. Quan sát có hiện tượng kết tủa hay không?

- Làm tương tự như vậy với benzyl clorua. Nhận xét hiện tượng.

- Cho 0,5ml benzyl clorua đã loại hết ion halogen và 1-2ml nước cất vào ống nghiệm

- Lắc đều và đun cẩn thận hỗn hợp trên đến sôi.

- Làm lạnh hỗn hợp và gạn lấy phần dung dịch trong ở trên.

- Nhỏ vào phần dung dịch trong đó 1-2 giọt dung dịch AgNO_3 1%. Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Từ các kết quả thí nghiệm 5 hãy rút ra nhận xét về khả năng phản ứng của các dẫn xuất halogen.

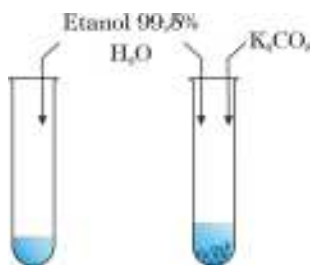
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 1. Thử tính tan của etanol

Hóa chất: etanol 99,5%, nước cất, bột K_2CO_3 (hoặc tinh thể $NaCl$)

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào 2 ống nghiệm, mỗi ống 2ml etanol 99,5% và 2ml nước cất.

- Lắc và quan sát hiện tượng.

- Sau đó thêm vào 1 ống nghiệm 2 gam K_2CO_3 bột (có thể đun nóng nhẹ).

- Lắc, quan sát, so sánh hiện tượng ở 2 ống nghiệm

và kết luận.

Câu hỏi:

1. Cho biết vai trò của K_2CO_3 trong thí nghiệm.
2. Dự đoán hiện tượng xảy ra ở 2 ống nghiệm.

Thí nghiệm 2. Nhận biết nước có lẫn trong ancol

Hóa chất: etanol 95%, bột $CuSO_4$ khan

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn hoặc đèn khí, cặp ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Nhận biết bằng $CuSO_4$.

- Đun nóng 1,5 - 2 gam bột $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ trong chén sứ trên ngọn lửa đèn cồn mãi đến khi mất hoàn toàn màu xanh, rồi để nguội trong bình làm khô.

- Sau đó, cho toàn bộ chất rắn này vào ống nghiệm đã chứa sẵn 2 - 3ml dung dịch etanol 95%.

- Lắc đều ống nghiệm và đun nóng nhẹ một thời gian, để lắng và quan sát sự biến đổi màu sắc của bột $CuSO_4$.

- Làm tương tự với etanol khan để đối chứng.

- Lọc tách lấy ancol khan này để dùng cho thí nghiệm sau.

b) Nhận biết bằng canxi cacbua:

- Đun nóng nhẹ mẫu CaC_2 cỡ bằng hạt đậu xanh trên ngọn lửa đèn cồn để đuổi hết hơi ẩm, sau đó cho ngay vào ống nghiệm đã chứa sẵn 5ml etanol 95%.

- Làm tương tự với etanol khan.

- Quan sát, so sánh hiện tượng và kết luận.

- Chú ý nếu chưa thấy sự khác nhau sau 10 phút thì lấy nút đậy chặt miệng ống nghiệm lại và để sau khoảng 1 giờ quan sát lại.

c) Nhận biết bằng dầu parafin:

- Cho 1 giọt dầu parafin vào lần lượt 2 ống nghiệm chứa 5ml etanol 95% và etanol khan.

- Quan sát, so sánh và kết luận.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra ở các ống nghiệm.
2. Cho biết mục đích của thí nghiệm này trong thực tế.

Thí nghiệm 3. Hình thành và thủy phân natri etylat

Hóa chất: etanol khan trong thí nghiệm 2, etanol 99,5%, natri kim loại, phenolphthalein, nước cất.

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn hoặc đèn khí, cặp ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cắt lấy một mẫu kim loại natri cỡ bằng hạt đậu xanh lau sạch lớp dầu bảo vệ, cho vào ống nghiệm khô đã chứa dung dịch etanol khan ở thí nghiệm 2 rồi bịt miệng ống nghiệm bằng ngón tay. Để đảm bảo an toàn thí nghiệm có thể dùng khăn ướt quấn quanh ống nghiệm.

- Sau khi phản ứng kết thúc, đưa ống nghiệm lại gần ngọn lửa đèn cồn và nhấc ngón tay ra, quan sát màu ngọn lửa ở gần miệng ống nghiệm.

- Phần còn lại trong ống nghiệm, được lắc với từng giọt dung dịch etanol 99,5%, nếu thấy không còn khí bay ra thì dừng lại.

- Sau đó, chất rắn trong ống nghiệm được hòa tan hoàn toàn bằng 3ml nước cất rồi nhỏ thêm vào vài giọt dung dịch phenolphthalein.

- Quan sát màu của dung dịch.



Câu hỏi:

1. Cho biết mục đích của việc bịt miệng ống nghiệm, và sau đó thử gần ngọn lửa trong quá trình thí nghiệm
2. Để thí nghiệm đảm bảo chính xác cần chú ý đến vấn đề gì.
3. So sánh khả năng phản ứng của etanol và H₂O với Na, giải thích. Cho biết ứng dụng của phản ứng C₂H₅OH với Na trong an toàn ở phòng thí nghiệm

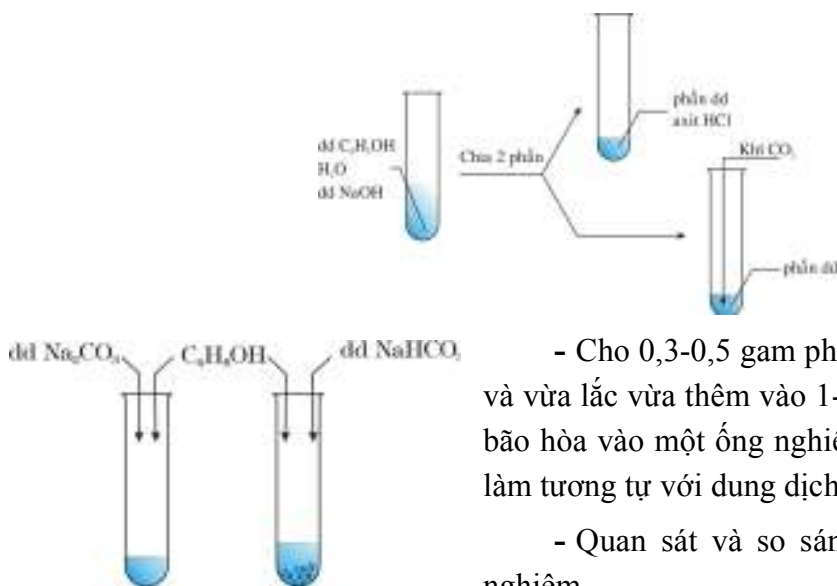
Thí nghiệm 4. Hình thành và phân giải natri phenolat

Hóa chất: dung dịch bão hòa phenol trong nước, dung dịch NaOH 7%, dung dịch HCl 7%, khí CO₂ (hoặc CaCO₃ để điều chế CO₂).

Dụng cụ: ống nghiệm, bình kíp, ống dẫn khí.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 0,3-0,5 gam phenol và 1ml nước.
- Sau đó thêm từ từ từng giọt dung dịch NaOH 7% đồng thời lắc nhẹ, đến khi dung dịch trong suốt.
- Chia dung dịch thành 2 phần để làm tiếp các thí nghiệm sau.
- Phần 1: axit hóa hoàn toàn bằng dung dịch HCl 7%, quan sát hiện tượng biến đổi trong dung dịch.
- Phần 2: Cho dòng khí CO₂ sục vào dung dịch một thời gian, quan sát hiện tượng biến đổi trong dung dịch.



- Cho 0,3-0,5 gam phenol vào 2 ống nghiệm, và vừa lắc vừa thêm vào 1-2ml dung dịch Na₂CO₃ bão hòa vào một ống nghiệm, ống nghiệm còn lại làm tương tự với dung dịch NaHCO₃ bão hòa.
- Quan sát và so sánh hiện tượng ở 2 ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng và viết các phương trình phản ứng xảy ra.
2. Trong quá trình thí nghiệm, nếu phenol tiếp xúc với da thì có biểu hiện gì. Nêu cách xử lý trong trường hợp đó.

Thí nghiệm 5. Phản ứng oxi hóa etanol

Hóa chất: etanol, dung dịch K₂Cr₂O₇, dung dịch H₂SO₄, axit fucsin, dung dịch KMnO₄

Dụng cụ: ống nghiệm, nút cao su, ống dẫn khí, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- a) Oxi hóa etanol bằng dung dịch K₂Cr₂O₇ trong môi trường axit

- Cho vào ống nghiệm 0,5 gam tinh thể $K_2Cr_2O_7$, 2ml dung dịch H_2SO_4 15% và 2ml dung dịch etanol 98%.

- Lắc và đun nhẹ hỗn hợp

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Ứng dụng:

Trong thực tế, để đo hàm lượng rượu trong máu nhằm hạn chế tai nạn giao thông người ta đã tạo ra bộ test nhanh thông qua hiện tượng chuyển màu của Cr^{6+} thành Cr^{3+} . Hàm lượng rượu được xác định thông qua tốc độ chuyển màu và khoảng chuyển màu trong ống test.



b) Oxi hóa etanol bằng dung dịch $KMnO_4$ trong môi trường axit

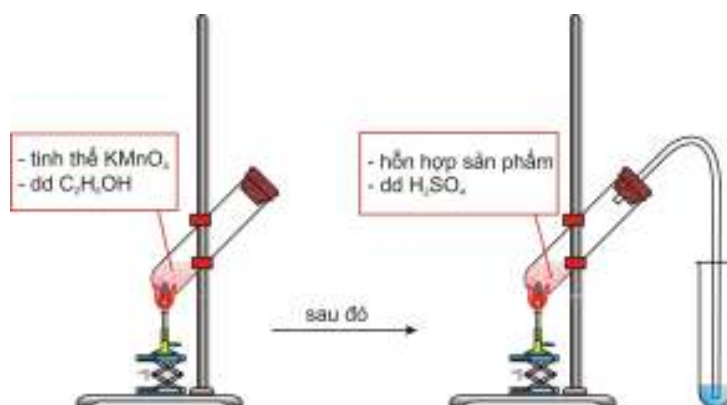
- Cho vào ống nghiệm 0,5 gam $KMnO_4$, 3ml nước và 0,5ml dung dịch etanol 98%. Đậy ống nghiệm bằng nút cao su.

- Lúc đầu đun nhẹ ống nghiệm phản ứng để cho phản ứng xảy ra hoàn toàn.

- Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch.

- Làm lạnh hỗn hợp, sau đó thêm vào 3ml dung dịch H_2SO_4 15%, đậy nút có ống dẫn khí được cắm sâu vào 1 ống nghiệm khác có chứa sẵn 1ml nước lạnh rồi tiến hành đun sôi hỗn hợp trong khoảng 1 - 2 phút.

- Lấy dung dịch trong ống nghiệm hứng nhận biết mùi và thử phản ứng đặc trưng của axit axetic. Rút ra kết luận.



Câu hỏi:

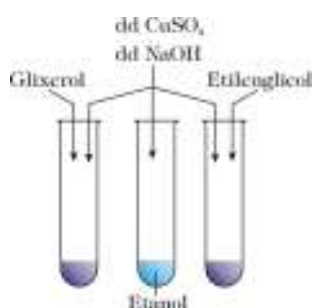
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
3. Cho biết ứng dụng của phản ứng oxi hóa etanol bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ trong thực tế.

Thí nghiệm 6. Phản ứng của etylenglicol và glixerol với đồng (II) hidroxit

Hóa chất: Etilenglicol, glixerol, etanol, dung dịch CuSO_4 5%, dung dịch NaOH 7%, dung dịch HCl 7%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



a) Cho vào 1 ống nghiệm 10ml dung dịch CuSO_4 5% và 5ml dung dịch NaOH 7%. Lọc tách lấy chất rắn, rồi chia thành 3 phần cho vào 3 ống nghiệm.

- Ống nghiệm 1: tiếp tục nhỏ vào 1ml glixerol.
- Ống nghiệm 2: tiếp tục nhỏ vào 1ml dung dịch etanol.
- Ống nghiệm 3: tiếp tục nhỏ vào 1ml etilenglicol.

- Lắc nhẹ cả ba ống nghiệm, quan sát hiện tượng và so sánh sự biến đổi màu của các dung dịch.

b) Axít hóa dung dịch trong các ống nghiệm sau thí nghiệm ở phần a bằng dung dịch HCl 7%, quan sát màu dung dịch và rút ra kết luận.

Câu hỏi:

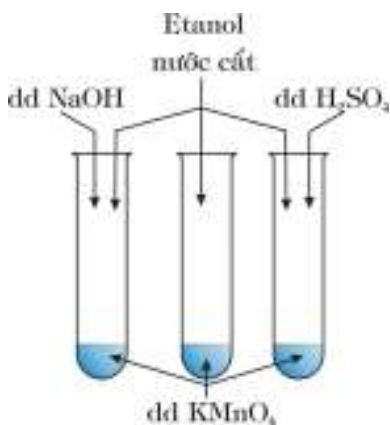
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 7. Phản ứng oxi hóa ancol bằng kali pemanganat ở các môi trường khác nhau

Hóa chất: etanol, dung dịch NaOH , dung dịch H_2SO_4 , dung dịch KMnO_4

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Hòa tan 5ml etanol vào 45ml nước cất trong cốc thủy tinh

- Sau đó lấy 5ml dung dịch ancol này lần lượt cho vào 3 ống nghiệm. Rồi tiến hành thí nghiệm theo trình tự sau.

- Ống nghiệm 1 cho vào 1 giọt dung dịch NaOH 10%, ống nghiệm 2 cho vào 1 giọt dung dịch H_2SO_4 10%, ống nghiệm 3 giữ nguyên.

- Tiếp tục cho vào mỗi ống nghiệm 2 giọt dung dịch KMnO_4 0,3%. Lắc và để yên trong 2 phút có thể đun nóng nhẹ nếu không thấy hiện tượng.

- Quan sát và kết luận.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 8. Nhận biết bậc ancol bằng thuốc thử Lucas

Hóa chất: ancol n-butylic, ancol sec-butylic, ancol tert-butylic, thuốc thử Lucas

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 1ml ancol và 10ml thuốc thử Lucas. Ankyl clorua hình thành được tách ra thông qua hiện tượng phân thành 2 lớp chất lỏng. Dựa vào hiện tượng và thời gian phân lớp để nhận biết bậc của ancol. Ancol bậc ba phân làm hai lớp sau khoảng 1 phút, ancol bậc hai phân lớp lâu hơn, khoảng 5 - 10 phút, còn ancol bậc một gần như không có hiện tượng phân lớp ở nhiệt độ thường.

- Thí nghiệm được thực hiện với 3 ancol: ancol n-butylic, ancol sec-butylic và ancol tert-butylic. Các thí nghiệm được tiến hành đồng thời để so sánh.

- Chuẩn bị thuốc thử Lucas: Hòa tan cẩn thận 136 gam $ZnCl_2$ khan trong 105 gam axit HCl đặc, đồng thời làm lạnh.

- *Chú ý:* Nhận biết bậc ancol bằng thuốc thử Lucas chỉ dùng cho các ancol có từ 5 nguyên tử cacbon trở xuống, vì các ancol có số cacbon cao hơn đa số không tan nên không dùng sự phân lớp để nhận biết.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
3. Tại sao có thể nhận biết được ancol đơn chức có bậc khác nhau bằng thuốc thử Lucas?

Thí nghiệm 9. Nhận biết metanol có lẫn trong dung dịch etanol

Hóa chất: etanol nguyên chất, dung dịch etanol có pha 5% metanol dung dịch, $KMnO_4$, dung dịch H_2SO_4 , tinh thể Na_2SO_3 hoặc $NaHSO_3$, dung dịch axit fucsinsunfuro

Dụng cụ: ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Thí nghiệm tiến hành song song với etanol nguyên chất và dung dịch etanol có pha 5% metanol.

- Cho vào mỗi ống nghiệm 2 giọt ancol (ống thứ nhất là etanol nguyên chất và ống thứ hai là dung dịch etanol có pha 5% metanol)

- 2 giọt dung dịch KMnO_4 và 5-10 giọt dung dịch H_2SO_4 .

- Lắc nhẹ ống nghiệm cho đến khi mất màu tím của dung dịch KMnO_4 , nếu sau một thời gian lắc mà vẫn còn màu thì thêm vào đó một ít tinh thể Na_2SO_3 hoặc NaHSO_3 .

- Nhỏ vào 2 ống nghiệm đó những lượng bằng nhau dung dịch axit fucsinsunfuro (khoảng 3-5 giọt). Sau 5-10 phút so sánh màu sắc ở 2 ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 10. Phản ứng tách nước của glixerol

Hóa chất: glixerol, bột KHSO_4

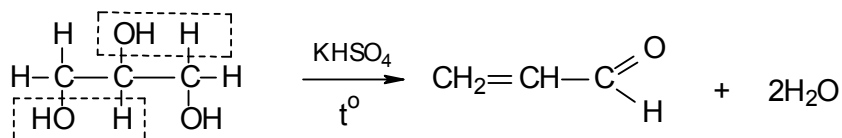
Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 6 giọt glixerol và 1gam KHSO_4 vào ống nghiệm khô, đun nóng mạnh hỗn hợp, chú ý mùi thoát ra. Viết phương trình phản ứng.

- Nếu không có KHSO_4 có thể thay bằng K_2SO_4 với cách tiến hành như sau: cho vào ống nghiệm khô 0,5 - 0,6 gam bột K_2SO_4 và 5 - 6 giọt dung dịch H_2SO_4 đặc, sau đó thêm 6 giọt glixerol, rồi tiến hành đun mạnh ống nghiệm.

- Gợi ý:



Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 11. Phản ứng màu của phenol với sắt (III) clorua

Hóa chất: phenol, dung dịch FeCl_3

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm đã chứa sẵn 25ml nước 1 giọt phenol
- Chia dung dịch thành 2 phần.

- Một phần cho thêm vào đó 1 vài giọt dung dịch FeCl_3 .
- So sánh và quan sát sự thay đổi màu của dung dịch. Rút ra kết luận.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 12. Phản ứng của phenol với dung dịch brom

Hóa chất: phenol, dung dịch brom bão hòa trong nước, dung dịch NaHSO_3 bão hòa

Dụng cụ: ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Hòa tan 1 - 2 giọt phenol vào một ít nước trong ống nghiệm
- Thêm vào từ từ từng giọt dung dịch brom bão hòa trong nước
- Quan sát hiện tượng
- Tiếp tục cho từ từ lượng brom đến dư
- Quan sát hiện tượng.
- *Chú ý:* phương pháp trên không những dùng để xác định định tính mà còn dùng để xác định định lượng sự có mặt của phenol trong mẫu nghiên cứu.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 13. Phản ứng điều chế phenolphthalein

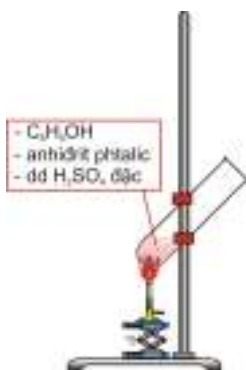
Hóa chất: phenol, anhidrit phtalic, dung dịch H_2SO_4 98%, dung dịch NaOH 2N, dung dịch HCl 2N, nước cất.

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, cặp ống nghiệm, giấy lọc.

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Thí nghiệm điều chế phenolphthalein:

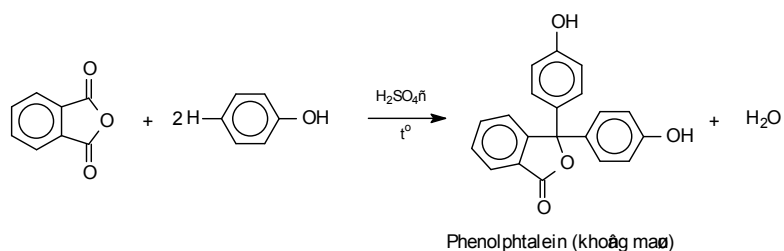
- Cho vào ống nghiệm khô 0,2 - 0,3 gam phenol
- 0,2 gam tinh thể anhidrit phtalic
- 3 - 4 giọt dung dịch H_2SO_4 98%
- Cẩn thận đun nóng hỗn hợp ở nhiệt độ 160°C trên ngọn lửa đèn cồn trong 2 - 3 phút.
- Ngừng đun, làm nguội hỗn hợp



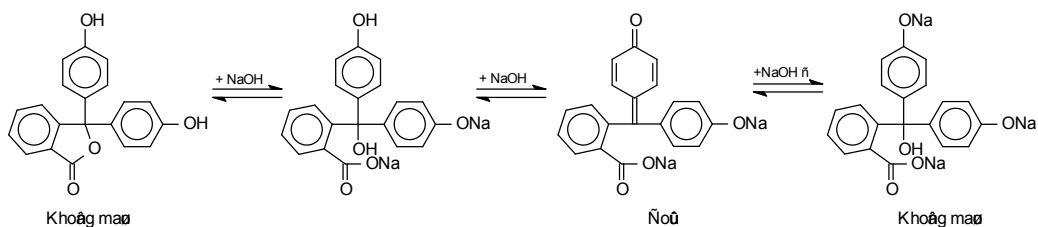
- Thêm vào ống nghiệm 50 - 60ml nước cất
- Lắc ống nghiệm.

b) Thử sự biến đổi màu của phenolphthalein:

- Lấy 1 giọt dung dịch trong ống nghiệm nhỏ lên tờ giấy lọc,
- Sau khi giọt chất lỏng đã thấm hết vào giấy, nhỏ thêm vào giữa vết thấm dung dịch NaOH 2N.
- Quan sát sự chuyển màu của vết dung dịch.
- Tiếp tục nhỏ lên vết thấm dung dịch HCl 2N
- Quan sát sự biến đổi màu.
- Lại tiếp tục nhỏ lên vết thấm dung dịch NaOH 2N
- Quan sát sự biến đổi màu.
- Rút ra nhận xét.
- Gợi ý phương trình phản ứng:



Sơ đồ chuyển màu của phenolphthalein trong môi trường bazơ và ngược lại



Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 14. Điều chế ete etylic

Hóa chất: etanol, nước cất, axit H₂SO₄ đặc

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm khô 2 giọt etanol và 2 giọt axit H₂SO₄ đặc.
- Cẩn thận đun nóng hỗn hợp trên ngọn lửa đèn cồn đến khi dung dịch có màu thẫm.

- Nhỏ rất cẩn thận 2 giọt etanol nữa vào hỗn hợp nóng ở trên sẽ nhận thấy mùi đặc trưng của ete etylic.

-

Thí nghiệm 15. Thử tính tan của ete etylic

Hóa chất: ete etylic, nước cất, NaCl

Dụng cụ: ống nghiệm.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho từ từ nước cất vào ống nghiệm đã chứa sẵn 5ml ete etylic
- Vừa cho vào vừa lắc đến khi ete không tan thì dừng lại.
- Xác định thể tích nước cất cho vào.
- Sau đó tiếp tục cho từ từ khoảng 15 gam NaCl vào và lắc mãi đến khi NaCl không tan thì dừng lại.
- Quan sát chất lỏng trong ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Nêu vai trò của NaCl.

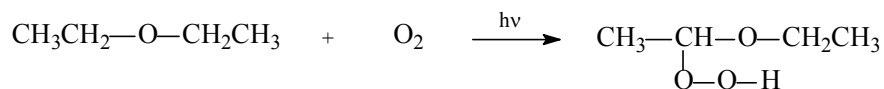
Thí nghiệm 16. Nhận biết sự có mặt của peroxit trong ete etylic

Hóa chất: ete etylic để lâu trong không khí, dung dịch KI 5%, dung dịch axit H₂SO₄ 15%, hồ tinh bột, nước cất.

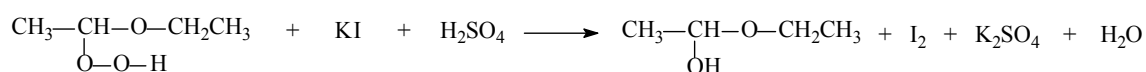
Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 1ml dung dịch KI 5% và 10ml nước cất.
- Axit hóa dung dịch bằng 1 vài giọt dung dịch axit H₂SO₄ 15%
- Rồi thêm từ từ vào dung dịch 1ml ete etylic đồng thời lắc ống nghiệm.
- Sau đó, nhỏ 1 vài giọt chất chỉ thị hồ tinh bột. Quan sát sự biến đổi màu.
- Gợi ý: khi để trong không khí có mặt ánh sáng với thời gian dài, các ete bị oxi hóa thành các hợp chất hữu cơ là dẫn xuất của hidroperoxit gọi là các peroxit hữu cơ.

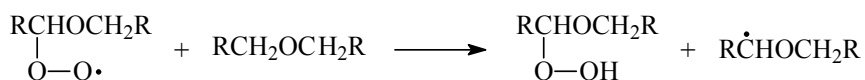
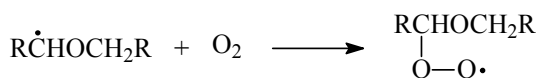
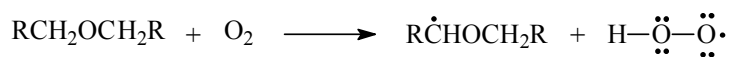


- Các peroxit hữu cơ này là các chất oxi hóa mạnh, có thể oxi hóa iodua trong axit thành iot, hoặc có thể oxi hóa ion Fe²⁺ thành ion Fe³⁺.



- Các ete có mặt hidropoxit nếu chung cất có thể gây nổ, do đó trước khi chưng cất ete cần loại bỏ hidropoxit. Để loại hidropoxit cho vào ete không tinh khiết một lượng dung dịch FeSO₄ hoặc dung dịch KI trong H₂SO₄.

- Cơ chế của phản ứng oxi hóa ete trong không khí như sau:



Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
3. Cho biết ứng dụng của việc nhận biết sự có mặt của peoxit trong ete trong việc an toàn ở phòng thí nghiệm.

Thí nghiệm 1. Hình thành axetanđehit bằng phương pháp oxy hóa ancol etylic bởi đồng (II) oxit.

Hóa chất: Etanol, axit fucsinsunfuro.

Dụng cụ: ống nghiệm, dây đồng (uốn thành vòng xoắn)

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 2ml C_2H_5OH vào ống nghiệm khô.
- Đốt nóng dây đồng (phần vòng xoắn) trên ngọn lửa đèn cồn cho đến khi hình thành lớp đồng oxit màu đen.
- Nhúng ngay dây đồng đang nóng vào ống nghiệm chứa ancol.
- Quan sát sự thay đổi màu trên dây đồng.
- Tiếp tục nhỏ vào ống nghiệm 6 giọt dung dịch axit fucsinsunfuro và theo dõi sự đổi màu của dung dịch.

Câu hỏi:

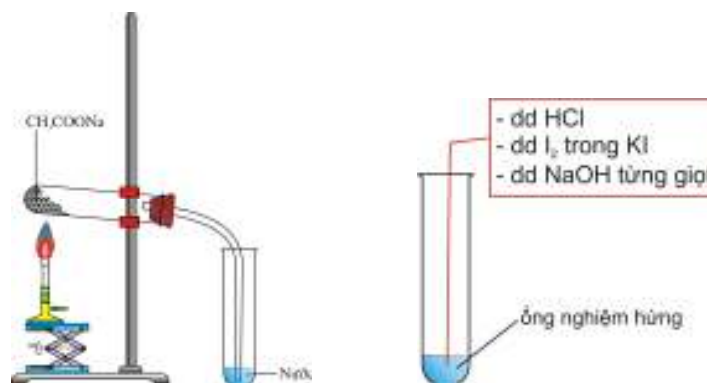
1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Khi nhúng dây đồng đã đốt nóng vào ancol thì có hiện tượng gì xảy ra?
3. Thêm axit fucsinsunfuro vào ống nghiệm để làm gì?

Thí nghiệm 2. Điều chế axeton từ natri axetat

Hóa chất: natri axetat (khan), dung dịch HCl đặc ($d = 1,19g/ml$), dung dịch bão hòa I_2 trong KI, dung dịch NaOH 10%.

Dụng cụ: ống dẫn khí.

Cách tiến hành thí nghiệm:



a) Cho 0,2 – 0,5gam CH_3COONa vào ống nghiệm khô.

- Kẹp ống nghiệm nằm nghiêng trên giá và đậy bằng nút có ống dẫn khí cong.
- Đầu cuối ống dẫn khí được đưa vào đáy ống nghiệm chứa 6-8 giọt nước.

- Đun nóng ống nghiệm chứa CH_3COONa .
- Sau khi phản ứng kết thúc, quan sát sự tăng thể tích ở ống nghiệm hứng sản phẩm.

b) Tiếp tục thực hiện thí nghiệm sau:

- Nhỏ vào ống nghiệm phản ứng (đã được làm lạnh) một giọt dung dịch HCl.
- Nhỏ 5 giọt I_2/KI vào ống nghiệm hứng sản phẩm và lắc đều.
- Thêm từ từ dung dịch NaOH 10% vào ống nghiệm có chứa I_2 ở trên cho đến khi xuất hiện kết tủa.
- Quan sát hiện tượng xảy ra ở hai ống nghiệm.

Câu hỏi:

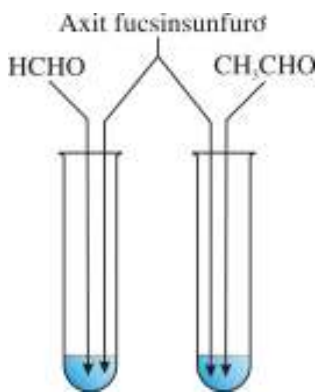
1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
 2. Mục đích của thí nghiệm cho HCl vào ống nghiệm phản ứng?
 3. Mục đích của thí nghiệm cho dung dịch I_2/KI và dung dịch NaOH vào ống nghiệm hứng sản phẩm?
- **Chú ý:** có thể dùng $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca}$.

Thí nghiệm 3. Phản ứng màu của andehit với axit fucsinsunfuro.

Hóa chất: dung dịch fomandehit 40%, dung dịch axetandehit 20%, dung dịch HCl đặc ($d = 1,19\text{g/ml}$), dung dịch axit fucsinsunfuro.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Lấy hai ống nghiệm, mỗi ống đựng 2 giọt dung dịch axit fucsinsunfuro.
- Nhỏ 5 giọt dung dịch HCHO 40% vào ống thứ nhất.
- Nhỏ 5 giọt CH_3CHO 20% vào ống thứ hai.
- Quan sát sự xuất hiện màu trong hai ống nghiệm trên.
- Tiếp tục nhỏ vào mỗi ống nghiệm ở trên 5 giọt dung dịch HCl đặc.

- Quan sát sự biến đổi màu trong 2 ống nghiệm.

Câu hỏi:

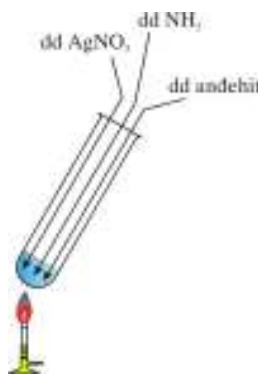
1. Vì sao có sự xuất hiện màu trong hai ống nghiệm?
2. Viết phương trình phản ứng xảy ra.
3. Nhận xét màu khi cho dung dịch HCl vào 2 ống nghiệm?

Thí nghiệm 4. Oxy hóa anđehit bằng hợp chất phức của bạc (thuốc thử Tollens).

Hóa chất: Dung dịch fomandehit 40%, dung dịch NH_3 5%, dung dịch AgNO_3 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 1ml dung dịch AgNO_3 1% vào ống nghiệm.
- Nhỏ từ từ từng giọt dung dịch NH_3 5% cho đến khi xuất hiện kết tủa.
- Nhỏ thêm 1-2 giọt dung dịch NH_3 5% cho đến khi kết tủa tan.
- Nhỏ tiếp 1-2 giọt dung dịch anđehit vào ống nghiệm trên.
- Đun nóng ống nghiệm trên nồi nước (60°C - 70°C).

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Lưu ý: Các ống nghiệm cần rửa thật sạch bằng cách nhỏ vào vài giọt dung dịch kiềm rồi đun nóng nhẹ, tráng đều, sau đó đổ đi và tráng lại ống nghiệm bằng nước cất.

Câu hỏi:

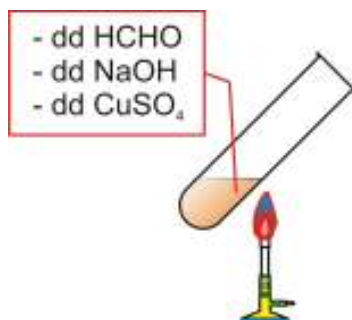
1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Khi điều chế phức bạc, tại sao không làm theo trình tự ngược lại (nghĩa là cho NH_3 vào ống nghiệm trước rồi mới cho AgNO_3 ?)

Thí nghiệm 5. Oxy hóa anđehit bằng đồng (II) hidroxit

Hóa chất: Dung dịch fomandehit 40% trong nước, dung dịch axetanđehit, dung dịch CuSO_4 2%, dung dịch NaOH 10%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 1ml dung dịch HCHO 40%, 1ml dung dịch NaOH 10% vào ống nghiệm.
- Lắc đều hỗn hợp.
- Nhỏ từng giọt dung dịch CuSO_4 2% vào ống nghiệm trên cho đến khi xuất hiện huyền phù.
- Đun nóng phần trên của dung dịch trong ống nghiệm đến sôi.

- Quan sát sự biến đổi màu trong ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Ở phần trên của dung dịch (phần được đun nóng) có sự biến đổi màu như thế nào? Vì sao?
3. Sự biến đổi màu sắc trong ống nghiệm tương ứng với sự có mặt của những hợp chất nào?

Thí nghiệm 6. Phản ứng oxi hóa andehit bằng dung dịch nước Br₂

Hóa chất: Dung dịch CH₃CHO, NaOH 2M, nước Brom và FeCl₃ 3%

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành:

- Cho vào ống nghiệm 1ml dung dịch nước brom, nhỏ tiếp 1ml CH₃CHO, quan sát hiện tượng xảy ra trong ống nghiệm.
- Thêm tiếp vào ống nghiệm một vài giọt NaOH, sau đó là vài giọt dung dịch FeCl₃ 3%, dung dịch nhuộm màu đỏ sẫm của hợp chất phức tan trong dung dịch.
- Đun sôi dung dịch, hợp chất phức tan của sắt bị thủy phân, tạo ra muối bazơ của sắt ở dạng kết tủa bông màu nâu đỏ.

Câu hỏi:

1. Nêu hiện tượng xảy ra trong ống nghiệm, viết các phương trình phản ứng xảy ra.
2. Mục đích của việc sử dụng dung dịch NaOH và dung dịch FeCl₃.

Thí nghiệm 7. Phản ứng của andehit và xeton với NaHSO₃

Hóa chất: axeton, andehit benzoic, dung dịch bão hòa NaHSO₃, dung dịch HCl 10%, dung dịch Na₂CO₃ 10%.

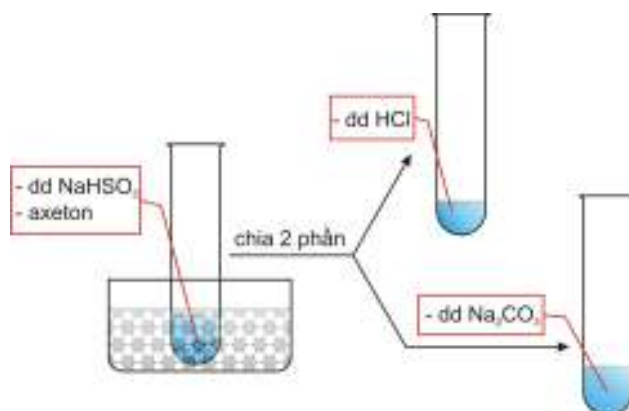
Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phản ứng của axeton với NaHSO₃

- Cho 3ml dung dịch bão hòa NaHSO₃ vào ống nghiệm và lắc mạnh.
- Cho tiếp 1ml dung dịch axeton vào ống nghiệm trên và tiếp tục lắc (3-5 phút).
- Đặt ống nghiệm vào cốc nước đá cho đến khi không còn kết tủa tách ra.
- Lọc kết tủa và chia thành 2 phần rồi cho vào 2 ống nghiệm.
- Cho 1ml dung dịch HCl vào ống nghiệm thứ nhất.
- Cho 1ml dung dịch Na₂CO₃ vào ống nghiệm thứ hai.
- Đun nhẹ cả hai ống nghiệm.

- Quan sát hiện tượng xảy ra.



b) Phản ứng của anđehit benzoic

- Cho 0,5ml anđehit benzoic, 2ml dung dịch NaHSO_3 vào ống nghiệm.
- Lắc mạnh hỗn hợp cho đến khi lượng kết tủa không tăng nữa.
- Cho 6-8ml nước vào ống nghiệm trên.
- Đặt ống nghiệm vào nồi nước nóng.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

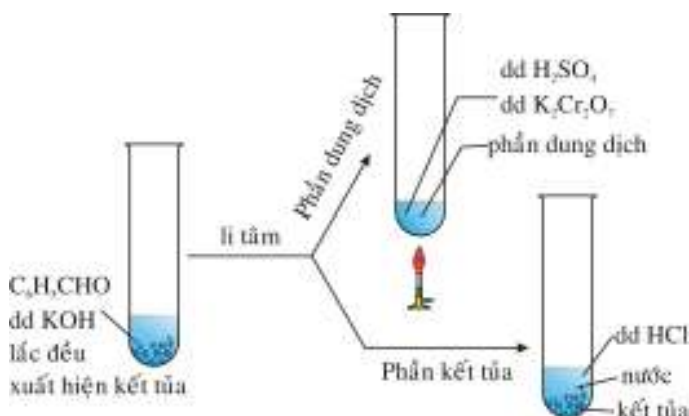
1. Mục đích của việc cho dung dịch HCl , dung dịch Na_2CO_3 vào ống nghiệm?
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
3. Nếu thay axeton trong thí nghiệm trên bằng metyl etyl xeton hoặc đietyl xeton thì phản ứng cộng có xảy ra không?

Thí nghiệm 8. Tương tác của anđehit benzoic với kiềm

Hóa chất: Anđehit benzoic, dung dịch KOH 10% trong etanol, kali bicromat bão hòa và dung dịch H_2SO_4 ($d = 1,84\text{g/ml}$), dung dịch HCl 10%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 1ml anđehit benzoic, 5ml dung dịch KOH/ancol vào ống nghiệm.
- Lắc đều hỗn hợp cho đến khi xuất hiện các tinh thể.
- Tách lấy kết tủa và phần dung dịch lọc.
- Cho 4-5ml nước vào phần kết tủa (lắc cho tan kết tủa) rồi thêm vào 1ml dung dịch HCl.
- Cho 1 giọt dung dịch H₂SO₄, 2 giọt dung dịch kali bicromat bão hòa vào ống nghiệm chứa dung dịch lọc.
- Đun sôi hỗn hợp trên đèn cồn.
- Quan sát hiện tượng xảy ra ở các ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Những anđehit nào có thể tham gia phản ứng trên?
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
3. Sau khi ly tâm chia sản phẩm thành 2 phần rồi làm tiếp thí nghiệm nhằm mục đích gì?

Thí nghiệm 9. Phản ứng ngưng tụ anđol và croton của anđehit axetic

Hóa chất: anđehit axetic, dung dịch NaOH 10%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Rót 3ml dung dịch NaOH 10% vào ống nghiệm, cho thêm 5g giọt anđehit axetic và đun nhẹ hỗn hợp.
- Cần thận ngửi mùi sản phẩm hình thành.
- Tiếp tục đun nóng lâu hơn, quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
2. Giải thích hiện tượng xảy ra khi tiếp tục đun hỗn hợp phản ứng?

Thí nghiệm 10. Brom hóa axeton.

Hóa chất: axeton tinh khiết, dung dịch Br₂/CCl₄.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml dung dịch Br₂/CCl₄ vào ống nghiệm khô và thêm vào đó một giọt axeton.
- Đun nóng cẩn thận ống nghiệm cho đến khi dung dịch mất màu.

- Lấy tờ giấy lọc tẩm ướt dung dịch không màu vừa tạo ra ở trên rồi để cho dung môi bay hơi hoàn toàn.

Chú ý:

- Hơi của brom axeton dễ làm chảy nước mắt.
- Phân hủy bromaxeton còn lại bằng dung dịch kiềm.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra và nêu mục đích của thí nghiệm?
2. Nếu dùng metyletylxeton thì sự thế halogen xảy ra ở nguyên tử cacbon nào?

Thí nghiệm 11. Hình thành iodoform từ andehit và xeton.

Hóa chất: axeton, axetanđehit, fomandehit, dung dịch I_2 , dung dịch NaOH 10%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Lấy ba ống nghiệm, cho vào mỗi ống 1-2ml dung dịch mỗi chất sau: axeton, axetanđehit, fomandehit.

- Thêm vào mỗi ống nghiệm 1ml dung dịch I_2 rồi nhỏ tiếp vài giọt dung dịch NaOH cho đến khi mất màu.

- Quan sát hiện tượng xảy ra ở cả ba ống.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Những hợp chất cacbonyl nào có thể tạo được iodoform theo phương pháp trên?

Thí nghiệm 12. Polime hóa fomandehit.

Hóa chất: dung dịch fomalin, dung dịch H_2SO_4 đặc.

Dụng cụ: ống nghiệm, cốc thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cân một cốc thủy tinh.

- Cho vào cốc 3ml fomalin và làm bay hơi trong nồi nước sôi (làm trong tủ hốt).

- Sau một thời gian lấy cốc ra, làm lạnh và cân lại.

- Cho 3ml fomalin vào ống nghiệm, làm lạnh trong nước và lắc.

- Thêm vào đó 1ml dung dịch H_2SO_4 đặc, kết tủa trắng sẽ tách ra.

- So sánh khả năng hòa tan của các polime tạo ra ở 1 và 2 trong nước ở nhiệt độ phòng và khi đun nóng.

Câu hỏi:

1. Cho biết công thức cấu tạo của kết tủa trắng thu được?

2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 13. Phản ứng trime hóa andehit axetic.

Hóa chất: andehit axetic mới chưng cất, axit H_2SO_4 đặc, dung dịch axit fucsinsunfuro.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1ml CH_3CHO và 0,1ml H_2SO_4 đặc vào ống nghiệm rồi lắc nhẹ hỗn hợp (phản ứng toả nhiệt).

- Sau 2-3 phút rửa parandehit bằng nước: cho 1ml nước vào hỗn hợp và lắc nhẹ, để yên hỗn hợp, dùng pipet hút lấy lớp parandehit ở trên.

- Rửa vài lần như trên, sau đó nhỏ 1ml dung dịch axit fucsinsunfuro vào parandehit.

- Nhận xét màu của hỗn hợp.

Câu hỏi:

1. Sản phẩm parandehit có cho phản ứng màu với axit fucsinsunfuro hay không?
2. Giải thích hiện tượng xảy ra nếu cho vài giọt dung dịch H_2SO_4 vào parandehit, đun nóng rồi nhỏ vào vài giọt axit fucsinsunfuro?

Chương 6 AXIT CACBOXYLIC VÀ SẢN PHẨM CỦA NÓ

Thí nghiệm 1. Tính chất của axit cacboxylic

Hóa chất: Dung dịch CH_3COOH 10%, axit axetic kết tinh (axit axetic nguyên chất), dung dịch Na_2CO_3 10%, Mg bột, dung dịch methyl da cam, giấy quỳ, dung dịch phenolphthalein 1%, CuO .

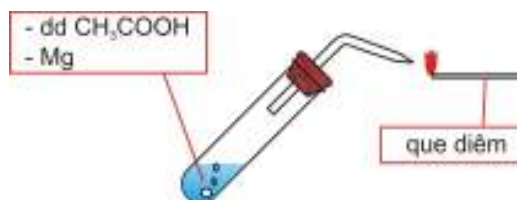
Dụng cụ: ống nghiệm, ống dẫn khí thủy tinh vuốt nhọn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Nhỏ vào 3 ống nghiệm, mỗi ống 1-2 giọt dung dịch CH_3COOH 10%. Thêm vào ống thứ nhất 1 giọt methyl da cam, ống thứ hai một giọt quỳ, ống thứ ba một giọt phenolphthalein. Theo dõi sự biến đổi màu trong cả ba ống nghiệm.

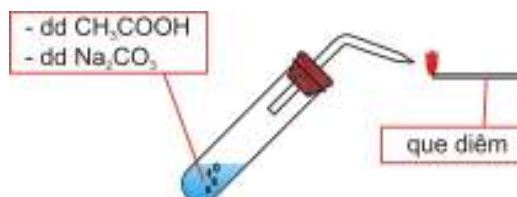


- Rót 1-2ml axit axetic nguyên chất vào ống nghiệm, cho thêm ít bột Mg (bằng hạt đậu xanh). Đậy ống nghiệm bằng nút có ống dẫn khí có gắn ống thủy tinh vuốt nhỏ. Đưa đầu que diêm đang cháy vào đầu vuốt nhỏ của ống dẫn khí. Quan sát hiện tượng xảy ra.



- Cho khoảng 0,1-0,2 gam CuO vào ống nghiệm. Rót tiếp vào đó 2-3ml CH_3COOH và đun nhẹ hỗn hợp trên ngọn lửa đèn cồn. Quan sát màu của dung dịch.

- Rót 1-2ml axit axetic nguyên chất vào ống nghiệm đã chứa sẵn 1-2ml dung dịch Na_2CO_3 10%. Đưa que diêm đang cháy vào miệng ống nghiệm. Quan sát hiện tượng xảy ra trong dung dịch và ngọn lửa ở đầu que diêm.



Câu hỏi:

1. Nêu các hiện tượng xảy ra trong quá trình thí nghiệm và giải thích.
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.
3. Những kết luận nào được rút ra từ các kết quả thí nghiệm trên.

Thí nghiệm 2. Phản ứng oxi hóa axit focmic

Hóa chất: Axit focmic, dung dịch NaOH 10%, dung dịch AgNO₃ 1%, dung dịch NH₃ 5%, dung dịch H₂SO₄ 10%, dung dịch KMnO₄ 5%, dung dịch nước vôi trong.

Dụng cụ: ống nghiệm, ống dẫn khí thủy tinh vuốt nhọn

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Oxi hóa axit focmic bằng thuốc thử Tollens

- Cho vào ống nghiệm thứ nhất 1-2ml dung dịch AgNO₃ 1%, cho tiếp khoảng 1-2 giọt dung dịch NaOH 10% tới khi thấy kết tủa xuất hiện. Nhỏ thêm từng giọt dung dịch NH₃ 5% để vừa hòa tan kết tủa.

- Cho vào ống nghiệm thứ hai 0,5ml axit focmic, nhỏ thêm từng giọt dung dịch NaOH 10% cho tới khi đạt môi trường trung tính.

- Rót hỗn hợp trong ống nghiệm hai vào hỗn hợp trong ống nghiệm 1. Đun nóng hỗn hợp phản ứng trong nồi nước nóng 60-70 °C. Nhận xét hiện tượng xảy ra trong ống nghiệm.

b) Oxi hóa axit focmic bằng dung dịch KMnO₄

- Cho 0,5ml axit focmic, 0,5ml dung dịch H₂SO₄ 10% và 1ml dung dịch KMnO₄ vào ống nghiệm.

- Đậy ống nghiệm bằng nút có ống dẫn khí cong, đầu cuối của ống dẫn khí nhúng vào ống nghiệm chứa sẵn 2ml dung dịch nước vôi trong.

- Đun nóng ống nghiệm chứa hỗn hợp phản ứng. Quan sát hiện tượng trong ống nghiệm chứa hỗn hợp phản ứng và trong ống nghiệm đựng nước vôi trong.

Câu hỏi:

1. Nêu các hiện tượng xảy ra trong quá trình thí nghiệm.
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 3. Phản ứng oxi hóa axit oxalic

Hóa chất: Dung dịch axit oxalic bão hòa, dung dịch KMnO₄ 5%, dung dịch H₂SO₄ 10%, dung dịch nước vôi trong.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 3-4ml dung dịch KMnO₄ 5%, 1-2ml dung dịch H₂SO₄ 10% và 1ml dung dịch axit oxalic bão hòa.

- Đậy ống nghiệm bằng nút có ống dẫn khí được dẫn vào ống nghiệm khác có chứa sẵn 1-2ml dung dịch nước vôi trong.

- Đun nóng cẩn thận hỗn hợp phản ứng. Nhận xét sự biến đổi màu trong ống nghiệm chứa hỗn hợp phản ứng và trong ống nghiệm chứa nước vôi trong.

Câu hỏi:

Nêu các hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm và viết phương trình phản ứng.

Thí nghiệm 4. Tính chất của axit oleic

Hóa chất: Axit oleic, nước brom bão hòa, dung dịch KMnO_4 2%, dung dịch Na_2CO_3 10%

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phản ứng của axit oleic với nước brom

- Cho vào ống nghiệm khoảng 0,5ml axit oleic và 1ml nước brom.
- Lắc mạnh hỗn hợp. Theo dõi sự biến đổi màu của nước brom

b) Phản ứng của axit oleic với dung dịch KMnO_4

- Cho khoảng 0,5ml axit oleic, 1ml dung dịch KMnO_4 5% và 1ml dung dịch Na_2CO_3 10% vào ống nghiệm.
- Lắc mạnh hỗn hợp phản ứng. Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch KMnO_4 .

Câu hỏi:

Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 5. Điều chế và thủy phân sắt (III) axetat

Hóa chất: Dung dịch CH_3COONa 10%, dung dịch FeCl_3 3%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Nhỏ 2-3 giọt dung dịch CH_3COONa 10% vào ống nghiệm, nhỏ thêm vài giọt dung dịch FeCl_3 3%. Dung dịch nhuộm màu đỏ sẫm của phức (tan trong dung dịch).
- Đun sôi dung dịch. Hợp chất phức của sắt bị thủy phân, tạo ra muối bazơ của sắt ở dạng kết tủa bông màu nâu đỏ.

Câu hỏi:

Viết phương trình phản ứng điều chế và thủy phân sắt (III) axetat

Thí nghiệm 6. Tính chất của anhidrit axetic.

Hoá chất: Anhidrit axetic, dung dịch NaOH 1%, ancol etylic (tuyệt đối), dung dịch NaHCO_3 10%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phản ứng của anhidrit axetic với nước:

- Cho 1ml anhidrit axetic và 2ml nước vào ống nghiệm.
- Lắc mạnh hỗn hợp sau đó để yên. Hỗn hợp phân lớp, lớp dưới là anhidrit axetic. Tiếp tục lắc, đồng thời đun hỗn hợp trong nồi nước sôi cho đến khi được hỗn hợp đồng nhất.

b) *Phản ứng của anhidrit axetic với dung dịch kiềm:*

- Cho 0,5ml anhidrit axetic và 1ml dung dịch NaOH 1% vào ống nghiệm.
- Lắc đều hỗn hợp cho đến khi được dung dịch đồng nhất.

c) *Phản ứng của anhidrit axetic với etanol:*

- Cho 2ml etanol và 1ml anhidrit axetic vào ống nghiệm khô.
- Đun nóng hỗn hợp phản ứng trong nồi nước nóng 65-75°C khoảng vài phút.
- Để nguội, rót 1-2ml nước vào hỗn hợp sản phẩm, lắc nhẹ và nhỏ thêm từng giọt dung dịch NaHCO₃ cho đến khi ngừng tách ra bọt khí.
- Theo dõi sự phân lớp của chất lỏng và mùi của sản phẩm.

Câu hỏi:

- Viết các phương trình phản ứng của anhidrit axetic với nước, dung dịch kiềm, etanol.
- So sánh tốc độ xảy ra phản ứng ở cả 3 thí nghiệm a, b, c. Giải thích.
- Tại sao sau khi kết thúc thí nghiệm giữa anhidrit axetic với etanol phải cho thêm dung dịch NaHCO₃?

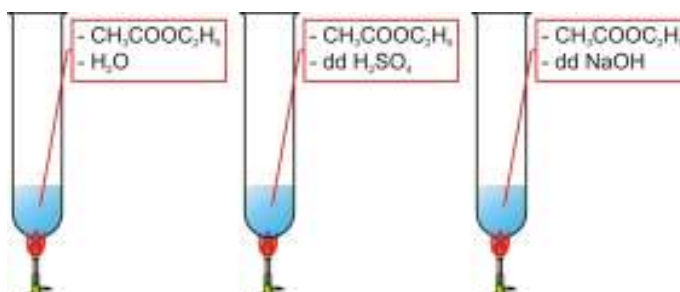
Thí nghiệm 17. Phản ứng thủy phân este

Hóa chất: Etyl xetat, dung dịch H₂SO₄ 20%, dung dịch NaOH 30%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào 3 ống nghiệm, mỗi ống 2ml etylaxetat. Cho thêm vào ống thứ nhất 1ml nước, ống thứ hai 1ml dung dịch H₂SO₄, ống thứ ba 1ml dung dịch NaOH.
- Lắc đều cả 3 ống nghiệm, đồng thời đun nóng 5-10 phút trong nồi nước nóng 65-75°C.
- Sau khi ngừng đun, so sánh lớp este còn lại trong cả 3 ống nghiệm.



Câu hỏi:

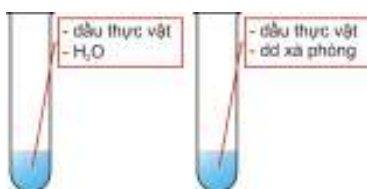
1. Viết phương trình phản ứng thủy phân etyl axetat trong 3 môi trường.
2. Những nhận xét nào được rút ra từ các kết quả thí nghiệm. Giải thích.

Thí nghiệm 18. Tính chất nhũ tương hóa của xà phòng.

Hóa chất: Dầu thực vật, dung dịch xà phòng 1%

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Nhỏ vào hai ống nghiệm, mỗi ống 2-3 giọt dầu thực vật. Cho thêm vào ống nghiệm thứ nhất 2ml nước cất, ống nghiệm thứ hai 2ml dung dịch xà phòng 1%.

- Lắc mạnh cả hai ống nghiệm, quan sát hiện tượng xảy ra trong hai ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Nêu hiện tượng xảy ra trong hai ống nghiệm
2. Giải thích hiện tượng xảy ra trong hai ống nghiệm

Thí nghiệm 19. Phản ứng tạo thành các muối không tan của axit béo cao

Hoá chất: Xà phòng natri, nước cất, dung dịch CaCl_2 5%, dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 5%, dung dịch CuSO_4 5%.

Dụng cụ: Cốc thủy tinh, ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Hòa tan 1 gam xà phòng natri trong 10ml nước cất chứa trong cốc thủy tinh. Chia dung dịch xà phòng ra làm 3 phần.

- Cho 1ml dung dịch CaCl_2 vào ống thứ nhất, 1ml dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ vào ống thứ hai, 1ml dung dịch CuSO_4 vào ống thứ ba.

- Nhận xét hiện tượng xảy ra trong cả 3 ống nghiệm.

- Đun nóng đến sôi ống nghiệm thứ ba, quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Nêu các hiện tượng xảy ra trong quá trình thí nghiệm.
2. Viết các phương trình phản ứng tạo ra muối không tan của các axit béo cao.

Thí nghiệm 20. Tách hỗn hợp axit béo cao từ xà phòng natri

Hóa chất: Xà phòng natri, dung dịch H_2SO_4 10%, nước cất.

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Hòa tan hoàn toàn 0,2g xà phòng natri trong ống nghiệm chứa 2ml nước cất.
- Cho 2ml H₂SO₄ 10% vào dung dịch xà phòng vừa thu được và lắc đều.
- Đun hỗn hợp đến sôi, sau đó để nguội. Nhận xét các hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra
2. Viết phương trình phản ứng.

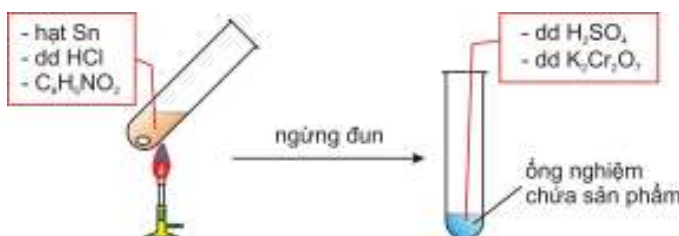
Thí nghiệm 1. Điều chế anilin

Hóa chất: nitrobenzen, axit clohidric đặc ($d = 1,19\text{g/ml}$), Sn, dung dịch NaOH 20%, dung dịch H_2SO_4 đặc ($d = 1,84\text{g/ml}$), dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 15%, giấy quỳ.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1 hạt thiếc, 5 giọt dung dịch HCl đặc, 1 giọt nitrobenzen vào ống nghiệm.
- Đun nhẹ ống nghiệm trên đèn cồn và thường xuyên lắc ống nghiệm (nếu phản ứng xảy ra mạnh thì ngừng đun).
- Làm lạnh hỗn hợp.
- Thêm vào hỗn hợp trên từng giọt dung dịch NaOH 20% cho đến môi trường kiềm (thử bằng giấy quỳ).
- Nhỏ tiếp 1 giọt dung dịch H_2SO_4 , 1 giọt dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 15% vào ống nghiệm chứa sản phẩm thu được.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

**Câu hỏi:**

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra ở thí nghiệm điều chế anilin?
2. Vì sao sau khi kết thúc phản ứng phải cho kiềm vào hỗn hợp sản phẩm?
3. Thực hiện thí nghiệm tiếp theo đối với sản phẩm thu được nhằm mục đích gì?

Thí nghiệm 2. Điều chế metylamin từ axetamid

Hóa chất: axetamid, Br_2 , dung dịch NaOH đặc.

Dụng cụ: bình cầu có nhánh, sinh hàn.

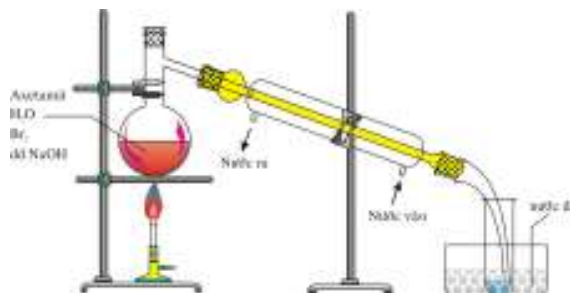
Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1 gam axetamid, 3-5ml nước và 1ml Br_2 vào bình cầu có nhánh.
- Làm lạnh bình cầu và lắc nhẹ.
- Nhỏ từ từ dung dịch NaOH vào cho đến khi mất màu Br_2 .

- Thêm tiếp dung dịch NaOH bằng thể tích dung dịch NaOH đã cho vào trước đó.

- Sau 10 đến 15 phút, cho vào bình cầu vài viên đá bọt rồi tiếp tục tiến hành thí nghiệm như hình vẽ.

- Khi thể tích chất lỏng trong ống nghiệm hứng tăng gấp 3- 4 lần so với thể tích nước ban đầu thì dừng thí nghiệm.



Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng điều chế metylamin?
2. Vì sao phải ngâm ống nghiệm hứng sản phẩm vào nước đá?
3. Vì sao phải làm lạnh bình cầu trước khi cho NaOH vào?

Thí nghiệm 3. Tính chất của amin mạch hở.

Hoá chất: Dung dịch metylamin (thu được ở thí nghiệm 2), dung dịch phenolphthalein 1% trong ancol, dung dịch CuSO_4 5%, dung dịch FeCl_3 3%, giấy quỳ.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) *Phản ứng với phenolphthalein.*

- Cho 2 giọt dung dịch metylamin vào ống nghiệm.
- Thêm 1 giọt dung dịch phenolphthalein.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

b) *Phản ứng với dung dịch CuSO_4 .*

- Cho 5 giọt dung dịch CuSO_4 5% vào ống nghiệm.
- Nhỏ từ từ từng giọt dung dịch metylamin cho đến khi xuất hiện kết tủa rồi nhỏ tiếp cho đến khi kết tủa tan.
- Nhận xét màu kết tủa và màu dung dịch tạo thành.

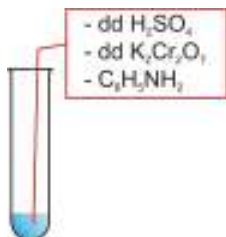
c) *Phản ứng với dung dịch FeCl_3 .*

- Cho 5 giọt dung dịch FeCl_3 vào ống nghiệm.
- Nhỏ từ từ từng giọt metylamin vào cho đến khi xuất hiện kết tủa.
- Nhận xét màu của kết tủa.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng?
2. Giải thích sự xuất hiện màu trong các ống nghiệm?

Thí nghiệm 4. Phản ứng màu của anilin.



Hóa chất: Anilin (dung dịch loãng), dung dịch $K_2Cr_2O_7$ bão hòa, dung dịch H_2SO_4 loãng.

Dụng cụ: ống nghiệm

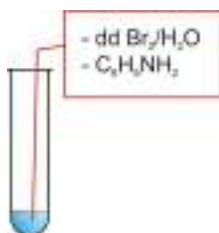
Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1 giọt dung dịch anilin vào ống nghiệm.
- Thêm vào 1 giọt dung dịch $K_2Cr_2O_7$ và 1 giọt dung dịch H_2SO_4 loãng.
- Lắc nhẹ ống nghiệm.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Màu sắc trong ống nghiệm thay đổi như thế nào?
2. Nguyên nhân của sự biến đổi màu sắc?

Thí nghiệm 5. Brom hóa anilin.



Hóa chất: Dung dịch anilin (trong nước), dung dịch Br_2 bão hòa (trong nước).

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml dung dịch anilin vào ống nghiệm.
- Thêm vào 1-2ml dung dịch brom.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

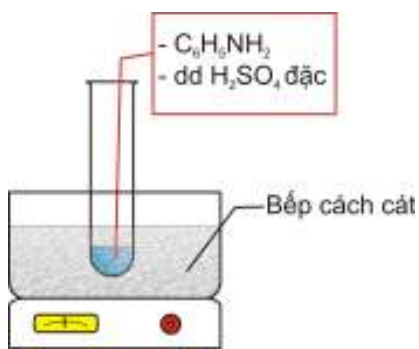
1. Viết phương trình phản ứng.
2. So sánh khả năng phản ứng brom hóa anilin và brom hóa benzen.

Thí nghiệm 6. Điều chế axit sunfanilic.

Hóa chất: Anilin, dung dịch H_2SO_4 ($d = 1,84g/ml$)

Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách cát

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 5 giọt dung dịch anilin, 5 giọt dung dịch H_2SO_4 đặc vào ống nghiệm.

- Lắc đều hỗn hợp.

- Đặt ống nghiệm vào nồi cách cát được đun nóng đến 180°C (phần hỗn hợp phản ứng nằm dưới cát).

- Giữ hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ này 2 – 3 phút rồi lấy ống nghiệm ra.

- Làm lạnh ống nghiệm cho đến khi axit sunfanilic bắt đầu đông lại.

- Kết tinh lại axit sunfanilic.

Câu hỏi:

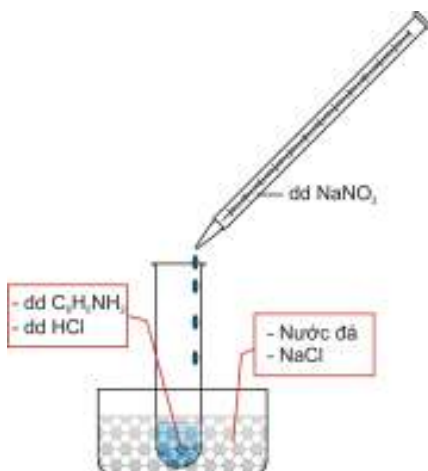
1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
2. Vì sao phải giữ hỗn hợp phản ứng ở 180°C ?

Thí nghiệm 7. Diazo hóa anilin.

Hóa chất: Anilin, dung dịch HCl 7%, dung dịch NaNO_2 25%, giấy iot hồ tinh bột.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Chuẩn bị giấy hồ tinh bột: hòa tan 0,1-0,2 gam KI trong 100ml dung dịch hồ tinh bột (loãng) nguội. Tẩm dung dịch vừa thu được lên giấy lọc, để khô, cắt thành từng mảnh nhỏ và bảo quản trong bình đậy kín.

- Cho 5 giọt anilin, 25 giọt dung dịch HCl và vài viên đá nhỏ vào ống nghiệm.

- Lắc nhẹ ống nghiệm và nhúng vào nước đá (để nhiệt độ khoảng 0°C).

- Nhỏ từ từ từng giọt dung dịch NaNO_2 vào

(25 giọt).

Lưu ý: Khi nhỏ được hơn một nửa lượng NaNO_2 , lắc nhẹ ống nghiệm 1-2 phút và dùng đũa thủy tinh nhúng vào các chất trong ống nghiệm rồi tẩm lên giấy iot hồ tinh bột. Nếu giấy chưa xuất hiện màu xanh thì tiếp tục nhỏ thêm dung dịch NaNO_2 vào và thử lại cho đến khi giấy xuất hiện màu xanh thì dừng lại.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?

2. Vì sao khi xuất hiện màu xanh trên giấy iot hồ tinh bột thì không cho NaNO_2 vào nữa?

3. Vì sao khi cho anilin và HCl vào ống nghiệm phải nhúng ống nghiệm vào nước đá rồi mới cho tiếp NaNO_2 ?

Thí nghiệm 8. Phản ứng axyl hóa anilin.

Hóa chất: anilin, anhidrit axetic.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 1ml anilin và 3ml nước. Lắc mạnh hỗn hợp.
- Cho 1ml anhidrit axetic vào ống nghiệm trên.
- Đậy ống nghiệm bằng nút và lắc mạnh hỗn hợp. Mở nút sau đó lại đậy nút và tiếp tục lắc mạnh, cho đến khi hỗn hợp bắt đầu đông đặc.
- Lọc sản phẩm và kết tinh lại trong nước.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
2. Ngoài anđehit axetic có thể dùng tác nhân nào để axyl hóa anilin

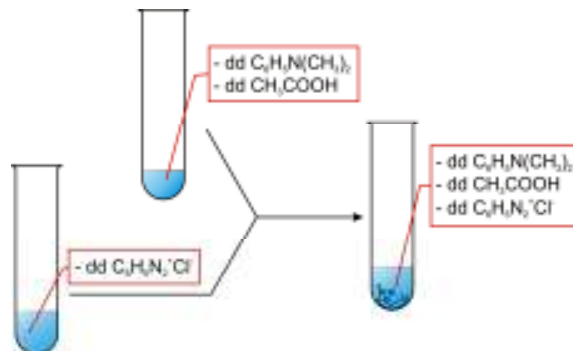
Thí nghiệm 9. Điều chế đimetylaminobenzen (chất màu azo)

Hóa chất: muối phenyldiazoniclorua (điều chế được ở thí nghiệm 7), N,N-đimetylanilin, CH_3COOH nguyên chất.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành:

- Cho 3 giọt N,N-đimetylanilin và 5 giọt axit axetic vào ống nghiệm.
- Lắc đều hỗn hợp.
- Cho 1 giọt dung dịch ở ống nghiệm trên vào ống nghiệm đã chứa sẵn 1-2 giọt phenyldiazoni clorua.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.



Câu hỏi:

1. Màu của sản phẩm tạo thành?
2. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
3. Vì sao phản ứng được tiến hành với sự có mặt của CH_3COOH ?

Thí nghiệm 10. Điều chế phenol từ phenyldiazoni clorua

Hóa chất: Muối phenyldiazoni clorua (điều chế được ở thí nghiệm 7), dung dịch FeCl_3 5%.

Dụng cụ: ống dẫn khí cong.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 5ml dung dịch muối phenyldiazoni clorua vào ống nghiệm.
- Đặt ống nghiệm vào nồi nước nóng và đun nhẹ cho đến khi ngừng thoát ra những bọt khí. Nhận xét trạng thái chất lỏng, mùi.
- Đậy ống nghiệm bằng nút có ống dẫn khí cong, đầu cuối của ống dẫn khí được dẫn vào ống nghiệm hứng.
- Đun nóng ống nghiệm chứa dung dịch bằng đèn cồn.
- Nhỏ thêm vào ống nghiệm hứng vài giọt nước và 1 giọt dung dịch FeCl_3 5%.
- Quan sát hiện tượng màu trong ống nghiệm hứng.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Giải thích sự xuất hiện màu trong ống nghiệm hứng?
3. Hãy giải thích sự tạo thành sản phẩm phụ p-hydroxydiphenyl ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-C}_6\text{H}_4\text{-OH}$) trong quá trình điều chế phenol từ phenyldiazoni clorua.

Thí nghiệm 11. Điều chế iotbenzen từ phenyldiazoni clorua

Hóa chất: dung dịch phenyldiazoni clorua (được điều chế ở thí nghiệm 7), KI tinh thể, dung dịch NaHSO_3 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1 gam KI, 2ml nước vào ống nghiệm, lắc đều.
- Cho 5ml dung dịch phenyldiazoni clorua vào ống nghiệm trên và lắc đều.
- Đun ống nghiệm trong nồi nước cho đến khi ngừng tách ra những bọt khí.
- Tách lấy những giọt dầu (iotbenzen) nhuộm màu nâu (màu của iot) ở dưới đáy ống nghiệm bằng phễu chiết.
- Lắc iotbenzen với 2-3 giọt dung dịch NaHSO_3 1%, sau đó lắc với 2-3ml nước.

Câu hỏi:

1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Mục đích của việc lắc sản phẩm với dung dịch NaHSO_3 1%?

Thí nghiệm 1. Hình thành furan và pirol

Hóa chất: Axit muxic, dung dịch NH₃ đặc, dung dịch HCl đặc (d=1,19g/ml), gỗ thông.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành:

a) Sự hình thành furan



- Cho 0,3-0,5 gam axit muxic vào ống nghiệm, đun cho đến khi bắt đầu phân hủy.

- Vừa đun vừa đưa vào miệng ống nghiệm một que thông đã được tẩm dung dịch HCl đặc.

- Quan sát sự chuyển màu trên que thông.

Câu hỏi:

- Giải thích hiện tượng xảy ra?
- Viết các phương trình phản ứng xảy ra?

b) Sự hình thành pirol

- Cho 0,1- 0,3 gam axit muxic và 0,5ml dung dịch NH₃ đặc vào ống nghiệm.

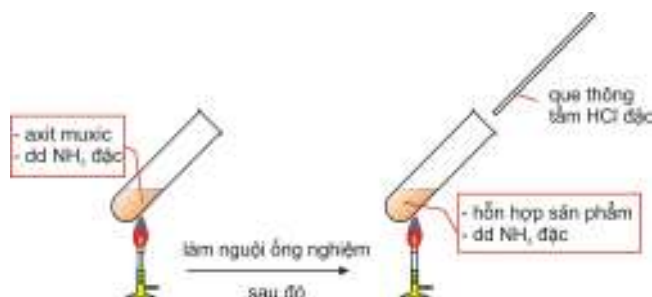
- Vừa đun vừa lắc đều ống nghiệm cho đến khi hỗn hợp khô hoàn toàn.

- Làm nguội ống nghiệm.

- Cho tiếp 0,5-1ml dung dịch NH₃ đặc vào ống nghiệm rồi đun đến khô.

- Trong khi đun, đưa vào miệng ống nghiệm một que thông đã được tẩm HCl đặc.

- Quan sát hiện tượng xảy ra.



Câu hỏi:

- Giải thích hiện tượng xảy ra?
- Viết các phương trình phản ứng xảy ra?

Các phản ứng của piridin

Hóa chất: Piridin, dung dịch FeCl_3 3%, dung dịch axit picric bão hòa, giấy quỳ đỏ, dung dịch CuSO_4 5%, dung dịch Na_2CO_3 5%, dung dịch KMnO_4 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Độ hòa tan của piridin trong nước.

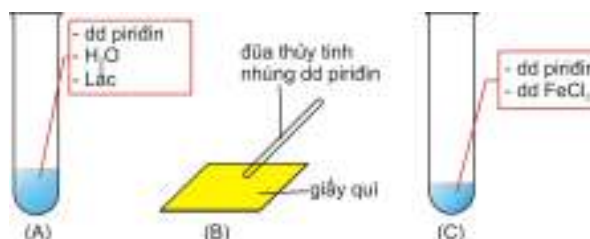
- Cho 1 giọt piridin vào ống nghiệm.
- Thêm vào 5 giọt nước và lắc nhẹ.
- Nhận xét độ tan của piridin trong nước. Giữ dung dịch để dùng cho các thí nghiệm sau.

b) Tính bazơ của piridin.

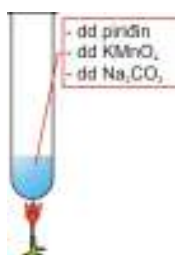
- Lấy đũa thủy tinh nhúng vào dung dịch piridin.
- Chấm đũa lên mẫu giấy quỳ đỏ.
- Nhận xét sự biến đổi màu của giấy quỳ.

c) Hình thành kết tủa $\text{Fe}(\text{OH})_3$ bằng dung dịch piridin.

- Cho 2 giọt dung dịch piridin vào ống nghiệm.
- Nhỏ tiếp 1 giọt dung dịch FeCl_3 .
- Nhận xét sự biến đổi màu trong ống nghiệm.

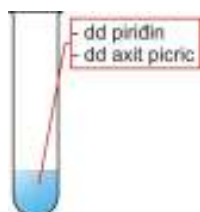


d) Tính bền của piridin đối với tác nhân oxi hóa.



- Cho 1 giọt dung dịch piridin, 1 giọt dung dịch KMnO_4 và 1 giọt dung dịch Na_2CO_3 vào ống nghiệm.
- Lắc và đun nóng ống nghiệm trên ngọn lửa đèn cồn.
- Nhận xét màu của dung dịch.

e) Hình thành picrat của piridin.



- Cho 1 giọt dung dịch piridin vào ống nghiệm
- Nhỏ tiếp 4-5 giọt dung dịch bão hòa axit picric.
- Lắc ống nghiệm.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

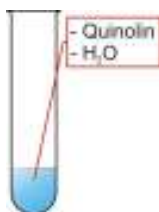
1. Giải thích hiện tượng?
2. Viết phương trình phản ứng?

Thí nghiệm 2. Các phản ứng của quinolin

Hóa chất: Quinolin, dung dịch KMnO_4 1%, dung dịch HCl đặc ($d=1,19\text{g/ml}$), dung dịch Na_2CO_3 5%, dung dịch NaOH 10%, dung dịch axit picric bão hòa.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

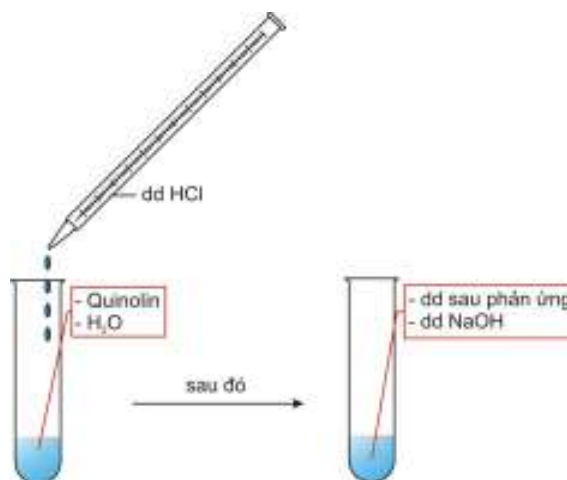


a) Độ tan của quinolin trong nước.

- Cho 1 giọt dung dịch quinolin vào ống nghiệm.
- Thêm tiếp 5 giọt nước và lắc nhẹ.
- Nhận xét độ hòa tan của quinolin. Giữ ống nghiệm đứng yên rồi gạn lấy dung dịch trong ở trên để dùng cho các thí nghiệm sau.

b) Tính bazơ của quinolin.

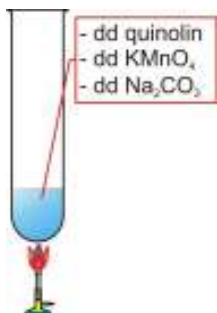
- Cho 2 giọt quinolin, 3-4 giọt nước vào ống nghiệm.
- Nhỏ từng giọt (3-4 giọt) dung dịch HCl đặc vào cho đến khi quinolin tan hoàn toàn.
- Cho tiếp 2-3 giọt dung dịch NaOH.
- Quan sát hiện tượng.



Câu hỏi:

- Mục đích của việc cho NaOH vào hỗn hợp?
- Viết phương trình phản ứng xảy ra?

c) Tác dụng với chất oxy hóa



- Cho 1 giọt dung dịch quinolin, 1 giọt dung dịch KMnO_4 và 1 giọt dung dịch Na_2CO_3 vào ống nghiệm.

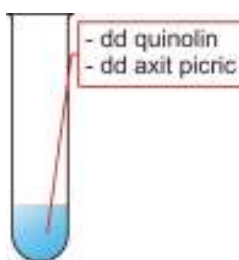
- Đun nóng ống nghiệm trên ngọn lửa đèn cồn.
- Nhận xét màu của dung dịch trong ống nghiệm.

Câu hỏi:

- Giải thích hiện tượng xảy ra?
- So sánh độ bền vững của piridin và quinolin dưới tác dụng

của chất oxy hóa?

d) Hình thành picrat của quinolin.



- Cho 1 giọt dung dịch quinolin vào ống nghiệm.
- Thêm tiếp 4 giọt dung dịch bão hòa axit picric.
- Lắc ống nghiệm và quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

- Giải thích các hiện tượng xảy ra?
- Viết các phương trình phản ứng?

Thí nghiệm 3. Hình thành dẫn xuất amoni bậc bốn của piridin và quinolin, khảo sát tính chất của chúng.

Hóa chất: piridin, quinolin, metyl và etyliođua, bạc oxit.

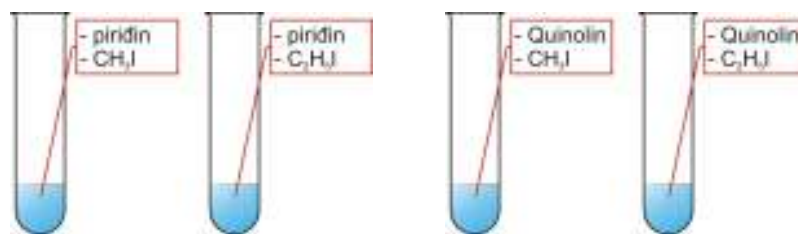
Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Bạc oxit được điều chế bằng cách cho một lượng dư kiềm vào 2-3ml dung dịch AgNO_3 . Lọc kết tủa nâu xám và rửa ngay trên giấy lọc bằng nước cất cho đến khi nước lọc bắt đầu đục.

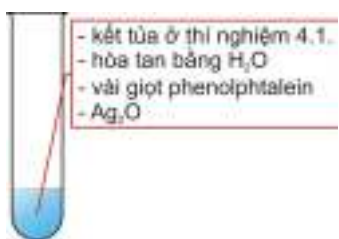
a) Hình thành dẫn xuất amoni bậc 4.

- Lấy hai ống nghiệm, cho vào mỗi ống vài giọt piridin.
- Cho vào ống thứ nhất một lượng CH_3I (với thể tích tương đương).
- Cho vào ống thứ hai một lượng $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ (với thể tích tương đương).
- Đun nóng nhẹ hai ống nghiệm (có thể không cần đun).
- Quan sát sự xuất hiện kết tủa và rửa sạch kết tủa bằng benzen để dùng cho thí nghiệm sau.



- Tiến hành hoàn toàn tương tự đối với quinolin.

b) Tính chất của muối amoni bậc 4.



- Lấy kết tủa thu được ở thí nghiệm 4.a. hòa tan vào nước rồi cho vào ống nghiệm.
- Thêm vào vài giọt dung dịch phenolphthalein, thêm tiếp một ít Ag_2O , và lắc ống nghiệm.
- Quan sát sự xuất hiện kết tủa và sự đổi màu của dung dịch.

Câu hỏi:

1. Giải thích các hiện tượng xảy ra?
2. Viết các phương trình phản ứng?

Thí nghiệm 5. Các phản ứng của fufural

Hoá chất: fufural (mới cất lại), dung dịch $AgNO_3$ 1%, dung dịch NH_3 5%, axit fucsinsunfuro, anilin, dung dịch HCl đặc ($d=1,19g/ml$), axit axetic.

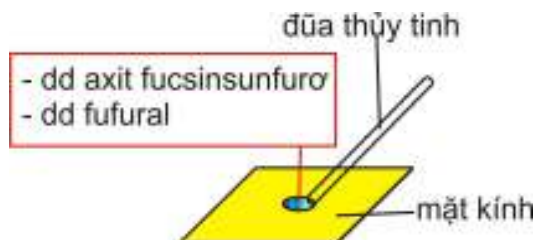
Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 2 giọt fufural và 8 giọt H_2O vào ống nghiệm, lắc cho đến khi hòa tan hoàn toàn fufural. Dung dịch thu được dùng cho các thí nghiệm sau.

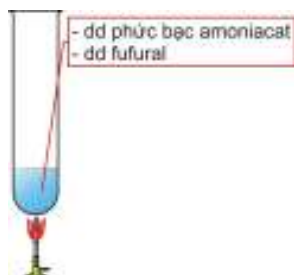
- *Phản ứng với axit fucsinsunfuro*

- Nhỏ 4 giọt dung dịch axit fucsinsunfuro và 1 giọt dung dịch fufural lên mặt kính thủy tinh.
- Trộn đều hỗn hợp bằng đũa thủy tinh.
- Quan sát hiện tượng xảy ra và giải thích.



- *Phản ứng với phức bạc amoniacat*

- Cho 0,5ml dung dịch AgNO_3 1% vào ống nghiệm.



- Nhỏ từ từ dung dịch NH_3 cho đến khi xuất hiện kết tủa.

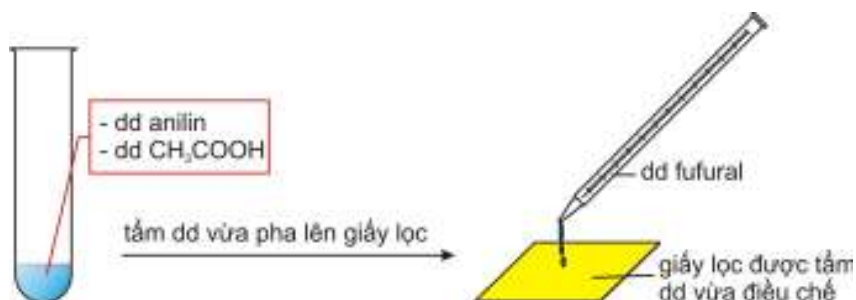
- Nhỏ thêm vài giọt dung dịch NH_3 để thu được dung dịch trong suốt (phức bạc).

- Thêm vào 0,5ml dung dịch fufural, lắc và đun nhẹ ống nghiệm.

- Quan sát hiện tượng xảy ra và giải thích.

- *Phản ứng với anilin*

- Cho 4 giọt anilin, 4 giọt CH_3COOH vào ống nghiệm và lắc đều hỗn hợp.
- Tẩm ướt mảnh giấy lọc bằng dung dịch vừa điều chế (dùng đũa thủy tinh).
- Nhỏ 1-2 giọt dung dịch fufural (chưa pha loãng lên mảnh giấy đó).
- Nhận xét màu của mảnh giấy lọc.



Câu hỏi:

1. Giải thích các hiện tượng xảy ra?
2. Viết các phương trình phản ứng?

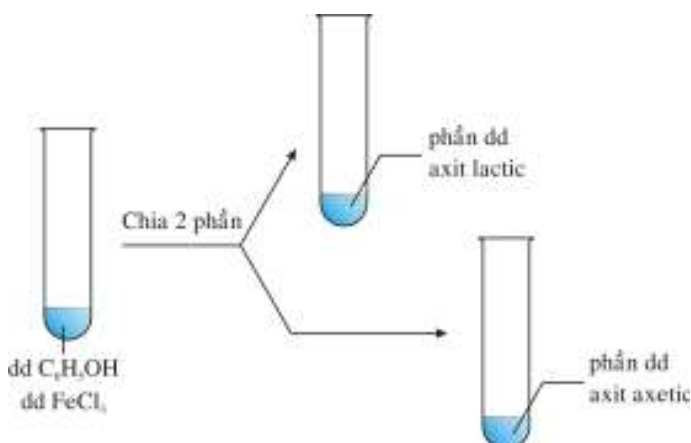
Thí nghiệm 1. Phản ứng của α -hidroxiacid với sắt (III) clorua.

Hóa chất: Axit lactic, axit axetic, dung dịch phenol 1%, dung dịch FeCl_3 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 2-3ml dung dịch $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ 1% vào ống nghiệm rồi thêm vào vài giọt FeCl_3 1%.
- Chia dung dịch thành 2 phần rồi cho vào 2 ống nghiệm.
- Thêm 0,5ml axit lactic vào ống nghiệm thứ nhất và thêm 0,5ml axit axetic vào ống nghiệm thứ hai.
- Nhận xét màu của dung dịch trong ống nghiệm ban đầu và sự thay đổi màu của dung dịch khi thêm các axit vào.



Câu hỏi:

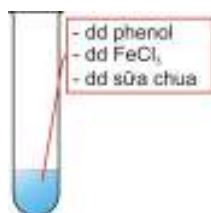
1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?
2. Giải thích sự biến đổi màu của dung dịch trong các ống nghiệm?

Thí nghiệm 2. Phản ứng nhận biết axit lactic trong sữa.

Hóa chất: Dung dịch sữa chua, dung dịch phenol 1%, dung dịch FeCl_3 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 1ml dung dịch phenol 1% vào ống nghiệm và thêm vào vài giọt dung dịch FeCl_3 1%.
- Rót 0,5ml dung dịch sữa chua vào hỗn hợp trên và lắc nhẹ.
- Theo dõi sự biến đổi màu trong quá trình thí nghiệm.

Thí nghiệm 3. Phản ứng phân hủy axit lactic

Hoá chất: Axit lactic, dung dịch H_2SO_4 đặc ($d=1,84g/ml$), dung dịch H_2SO_4 loãng, ($H_2SO_4: H_2O=1:2$), axit fucsinsunfuro.

Dụng cụ: ống dẫn khí, ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phân hủy bởi H_2SO_4 đặc.

- Cho 0,5ml axit lactic, 1ml dung dịch H_2SO_4 đặc và vài viên đá bọt vào ống nghiệm có lắp ống dẫn khí.

- Đun sôi hỗn hợp và đồng thời đưa que diêm đang cháy vào phía trên của ống dẫn khí.

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

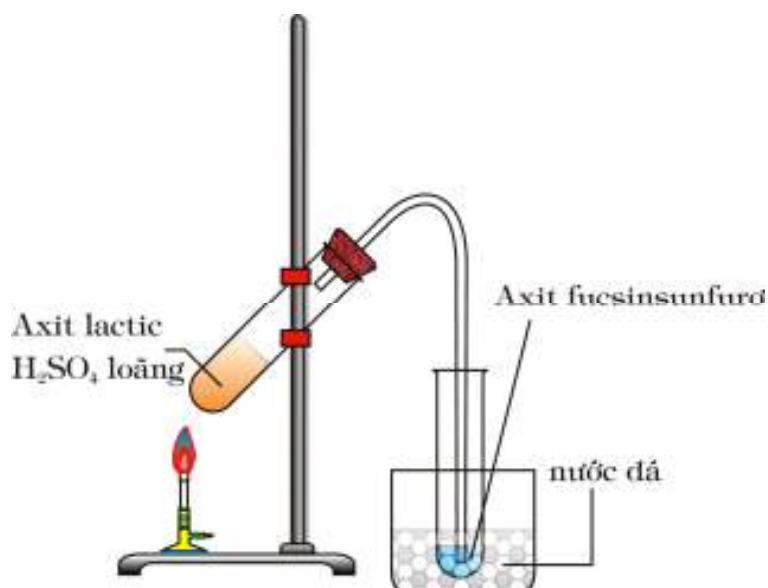
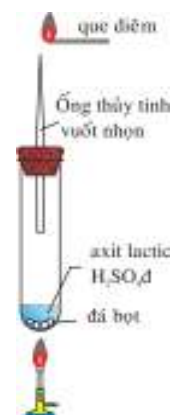
b) Phân hủy bởi H_2SO_4 loãng.

- Cho 1ml axit lactic, 1ml dung dịch H_2SO_4 loãng vào ống nghiệm có nối ống dẫn khí cong.

- Đưa đầu cuối ống dẫn khí nhúng vào ống nghiệm có chứa 2ml axit fucsinsunfuro (ống nghiệm này được đặt trong nước đá).

- Đun sôi hỗn hợp phản ứng.

- Quan sát sự biến đổi màu trong ống nghiệm chứa axit fucsinsunfuro.



Câu hỏi:

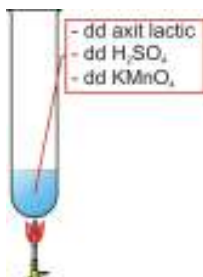
1. Viết các phương trình phản ứng xảy ra trong các thí nghiệm trên?
2. Nếu dẫn khí thoát ra ở 1 và cho vào dung dịch axit fucsinsunfuro thì hiện tượng xảy ra có giống như ở thí nghiệm 2 không?

Thí nghiệm 4. Oxy hóa axit lactic bằng kalipemanganat.

Hóa chất: Axit lactic, dung dịch H_2SO_4 loãng (H_2SO_4 : $H_2O = 1: 2$), dung dịch $KMnO_4$ 5%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 0,5ml axit lactic, 0,5ml dung dịch H_2SO_4 và 1ml dung dịch $KMnO_4$ 5% vào ống nghiệm.

- Lắc nhẹ ống nghiệm và đun nóng cẩn thận.

- Nhận xét sự thay đổi màu của dung dịch.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
2. Mục đích của thí nghiệm?

Thí nghiệm 5. Phản ứng của natrikalitactrat với đồng (II) hidroxit

Hóa chất: Dung dịch natrikalitactrat, dung dịch $CuSO_4$ 5%, dung dịch $NaOH$ 5%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho 0,5ml dung dịch $CuSO_4$ 5% và 1ml dung dịch $NaOH$ 5% vào ống nghiệm rồi lắc nhẹ hỗn hợp.

- Tiếp tục cho từ từ dung dịch natrikalitactrat vào hỗn hợp trên.

- Lắc nhẹ cho tới khi kết tủa tan.

- Nhận xét sự đổi màu của dung dịch.

Câu hỏi:

1. Viết phương trình phản ứng xảy ra?
2. Ứng dụng của thuốc thử fehlinh?
3. Thuốc thử fehlinh bền trong môi trường axit hay bazơ?

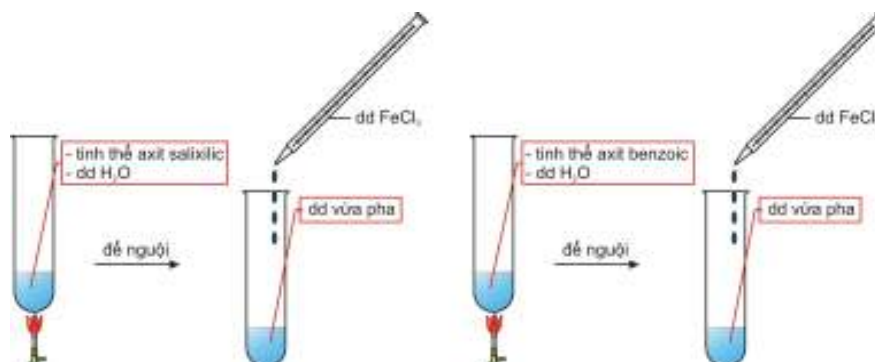
Thí nghiệm 6. Phản ứng của axit salixilic với sắt (III) clorua.

Hóa chất: Axit salixilic, axit benzoic, dung dịch $FeCl_3$ 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vài tinh thể axit salixilic vào ống nghiệm thứ nhất và vài tinh thể axit benzoic vào ống nghiệm thứ hai.
- Nhỏ vào mỗi ống nghiệm vài giọt nước.
- Đun nóng nhẹ cả hai ống nghiệm.
- Để nguội 2 ống nghiệm rồi nhỏ vào mỗi ống vài giọt dung dịch FeCl_3 .
- Quan sát hiện tượng xảy ra trong ống nghiệm.



Câu hỏi:

1. Tại sao phải đun nhẹ ống nghiệm chứa các tinh thể axit?
2. Viết phương trình phản ứng xảy ra và giải thích hiện tượng?

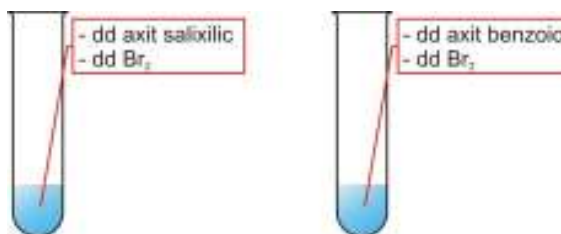
Thí nghiệm 7. Phản ứng của axit salixilic với nước brom.

Hóa chất: Dung dịch axit salixilic bão hòa, dung dịch axit benzoic bão hòa, nước Br_2 .

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 1ml dung dịch axit salixilic vào ống nghiệm thứ nhất và 1ml dung dịch axit benzoic vào ống nghiệm thứ hai.
- Nhỏ vào mỗi ống nghiệm vài giọt nước brom.
- Quan sát hiện tượng xảy ra ở hai ống nghiệm.



Câu hỏi:

1. Giải thích các hiện tượng xảy ra?
2. Viết phương trình phản ứng?

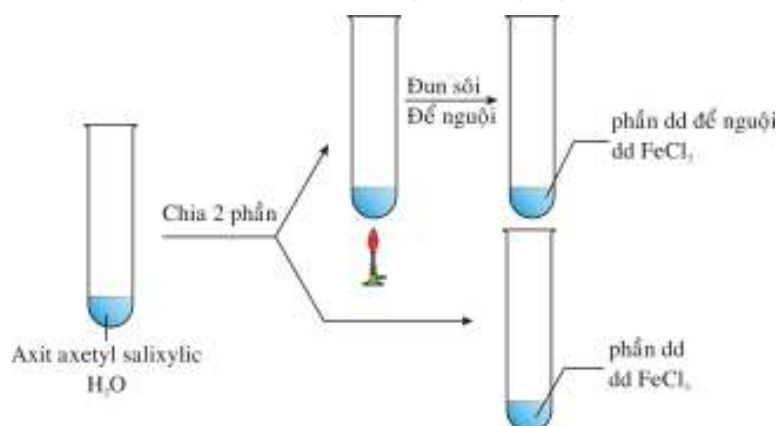
Thí nghiệm 8. Thủy phân axit axetylsalixilic (aspirin)

Hóa chất: axit axetyl salixilic, dung dịch FeCl_3 1%.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,1- 0,2 gam axit axetylsalixilic vào ống nghiệm rồi thêm 3- 5ml nước để hòa tan axit.
- Chia dung dịch làm hai phần rồi cho vào hai ống nghiệm.
- Đun sôi ống thứ nhất (khoảng 2- 3 phút), để nguội.
- Nhỏ vào hai ống nghiệm trên mỗi ống 1- 2 giọt dung dịch FeCl_3 1%.
- Quan sát sự xuất hiện màu ở một trong hai ống nghiệm.



Câu hỏi:

1. Mục đích của việc chia hỗn hợp thành 2 phần rồi tiếp tục thí nghiệm?
2. Mục đích của việc dùng dung dịch FeCl_3 trong thí nghiệm trên?
3. Viết phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 9. Phản ứng của etyl axetoaxetat với dung dịch natri hidroxit.

Hóa chất: etyl axetoaxetat, dung dịch NaOH 2%, dung dịch HCl 10%, giấy chỉ thị công gô.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho 0,5ml etyl axetoaxetat vào ống nghiệm.
- Vừa lắc vừa nhỏ từng giọt dung dịch NaOH 2% vào ống nghiệm trên cho đến khi etyl axetoaxetat tan hết.
- Nhỏ từ từ từng giọt dung dịch HCl 10% vào dung dịch trong suốt trên cho đến khi đạt môi trường axit (thử bằng giấy chỉ thị).
- Nhận xét hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Nêu mục đích của thí nghiệm?
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra?

Thí nghiệm 10. Phản ứng của etyl axetoacetat với sắt (III) clorua.

Hóa chất: etyl axetoacetat, dung dịch FeCl₃ 2%, nước brom bão hòa.

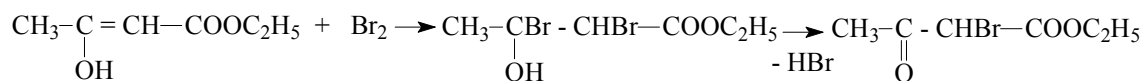
Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

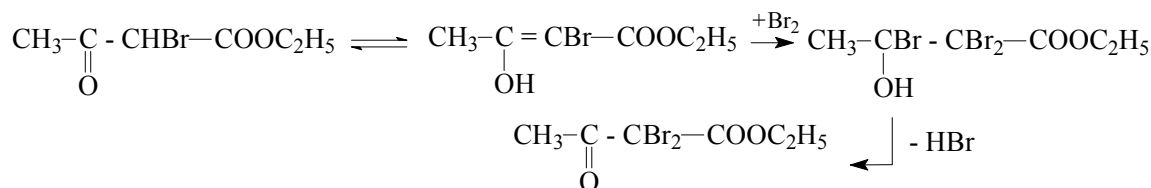
- Cho 2ml nước và 1-2 giọt etylaxetoacetat vào ống nghiệm, lắc đều.
- Nhỏ thêm 1 giọt dung dịch FeCl₃ 2%. Quan sát sự xuất hiện màu.
- Nhỏ thêm 1 vài giọt nước brom bão hòa, quan sát màu sắc của dung dịch
- Tiếp tục nhỏ thêm nước brom vào lần nữa, theo dõi sự biến đổi màu của dung dịch.

Gợi ý:

Dạng enol của etyl axetoacetat phản ứng với Fe³⁺ cho hợp chất phức màu xanh tím. Khi phản ứng với brom hợp chất phức bị phá hủy, màu tím bị mất, do brom cộng vào liên kết đôi C=C trong phối tử ở dạng enol và tạo thành hợp chất monobrom:



Sau vài giây, màu tím lại xuất hiện, vì hợp chất monobrom có khả năng chuyển thành dạng enol và lại tạo phức với Fe³⁺. Nếu nhỏ tiếp nước brom, màu tím lại biến mất, do chuyển thành hợp chất dibrom:



Câu hỏi:

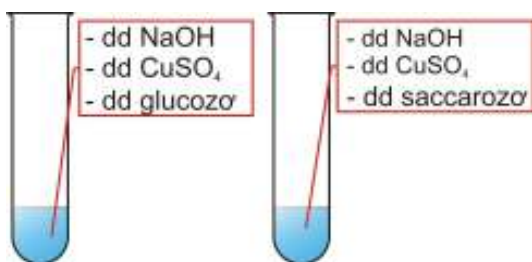
1. Nêu mục đích của thí nghiệm?
2. Giải thích các hiện tượng xảy ra?

Thí nghiệm 1. Chứng minh sự có mặt của các nhóm hidroxyl trong phân tử glucozơ và saccarozơ

Hóa chất: dung dịch NaOH 7%, dung dịch CuSO₄ 5%, dung dịch glucozơ 2%, dung dịch saccarozơ 2%

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào 2 ống nghiệm mỗi ống 5 giọt dung dịch NaOH 7% và 1 giọt dung dịch CuSO₄ 5% lắc đều.

- Sau đó cho vào ống nghiệm thứ nhất 1 giọt dung dịch glucozơ 2%, ống nghiệm thứ hai 1 giọt dung dịch saccarozơ 2%.

- Quan sát hiện tượng sự biến đổi màu của dung dịch.
- Sau thí nghiệm dung dịch được giữ lại cho thí nghiệm 2.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

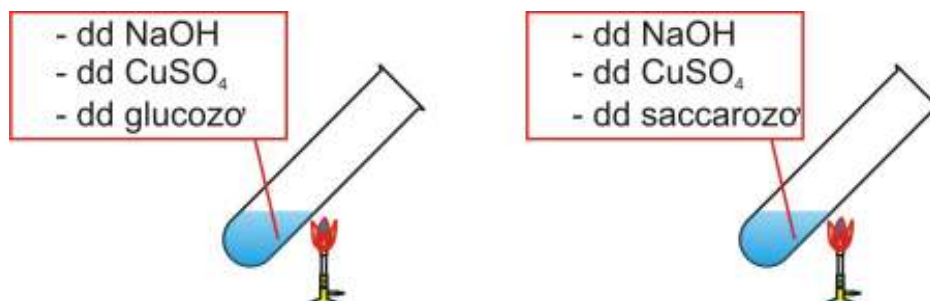
Thí nghiệm 2. Oxi hóa glucozơ bằng đồng (II) hidroxit đun nóng

Hóa chất: dung dịch ở thí nghiệm 1

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào dung dịch của mỗi ống nghiệm sau thí nghiệm 1 ở trên 5-6 giọt nước.
- Sau đó, đun nóng nhẹ phần trên của dung dịch, phần dưới để so sánh không đun.
- Quan sát hiện tượng và rút ra kết luận.



Câu hỏi:

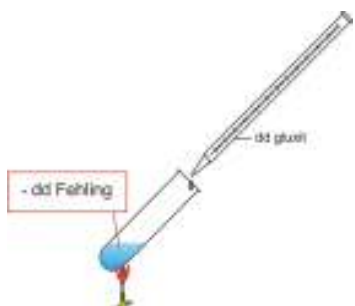
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 3. Phản ứng của glucozơ, fructozơ và saccarozơ với dung dịch Fehling

Hóa chất: dung dịch glucozơ 2%, dung dịch fructozơ 2%, dung dịch saccarozơ 2%, dung dịch Fehling A, dung dịch Fehling B

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Thực hiện đồng thời thí nghiệm với các gluxit khác nhau: glucozơ, fructozơ và saccarozơ.

- Đun nóng ống nghiệm đã chứa sẵn 2ml dung dịch Fehling (gồm 1ml dung dịch Fehling A và 1ml dung dịch Fehling B) đến khi chất lỏng bắt đầu sôi.

- Thêm vào từng giọt khoảng 0,5 - 1,5ml dung dịch gluxit.

- Quan sát (tập trung vào phần phía trên của chất lỏng) và ghi lại sự biến đổi màu trong ống nghiệm.

- So sánh hiện tượng thí nghiệm với các gluxit khác nhau, rút ra kết luận.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 4. Oxi hóa glucozơ bằng thuốc thử Tollens

Hóa chất: dung dịch glucozơ 2%, dung dịch saccarozơ 2%, dung dịch NH_3 , dung dịch AgNO_3 1%, dung dịch NaOH 7%.

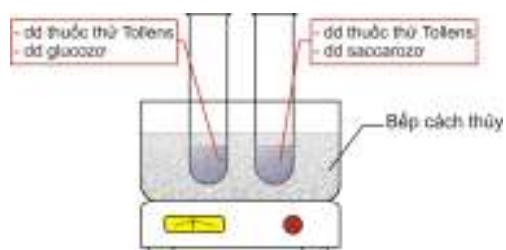
Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách thủy.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Chuẩn bị thuốc thử Tollens: Cho vào ống nghiệm sạch 1ml dung dịch AgNO_3 1% rồi vừa lắc vừa thêm vào từ từ từng giọt dung dịch NH_3 đến khi vừa thu được dung dịch trong suốt thì dừng lại, sau đó thêm vào 1/10 thể tích dung dịch NaOH 7%.

- Cho vào 2 ống nghiệm mỗi ống 0,5ml dung dịch thuốc thử Tollens.

- Cho vào ống nghiệm 1 dung dịch glucozơ, ống nghiệm 2 dung dịch saccarozơ. Đun nóng nhẹ các ống nghiệm trên bếp cách thủy ($60 - 80^\circ\text{C}$).



- Quan sát và so sánh hiện tượng ở 2 ống nghiệm, rút ra kết luận. Chú ý quan sát bề mặt thành của ống nghiệm thủy tinh và để thí nghiệm có được lớp gương đẹp, do Ag bám trên bề mặt thành ống nghiệm, thì ống nghiệm phải thật sạch.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

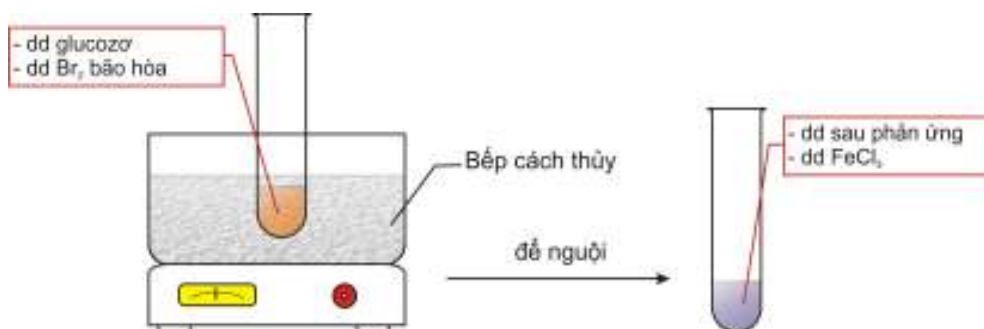
Thí nghiệm 5. Oxi hóa monosaccarit bằng dung dịch nước brom

Hóa chất: dung dịch glucozo 2%, dung dịch fructozo 2%, dung dịch Br₂ bão hòa trong nước, dung dịch FeCl₃ 0,3N.

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, bếp cách thủy

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Thí nghiệm được làm tương tự đối với glucozo và fructozo.
- Cho 1ml dung dịch glucozo 2% và 6ml dung dịch brom bão hòa trong nước vào ống nghiệm.
- Đun nóng ống nghiệm trên bếp cách thủy (sôi) trong 15 phút. Nếu sau đó màu của dung dịch còn thì có thể tiếp tục đun sôi trên ngọn lửa đèn cồn đến khi mất màu.
- Làm lạnh dung dịch đến nhiệt độ phòng.
- Sau đó thêm vài giọt dung dịch FeCl₃ 0,3N.
- Quan sát màu của dung dịch, rút ra kết luận.



- Làm thí nghiệm tương tự đối với fructozo, so sánh với thí nghiệm trước. Rút ra kết luận.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

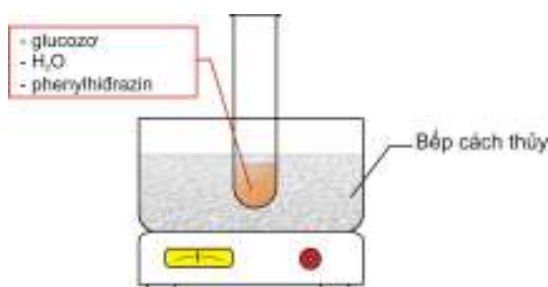
Thí nghiệm 6. Phản ứng của glucozơ với phenylhidrazin tạo thành glucozơ ozazon

Hóa chất: glucozơ, nước cất, natri axetat, muối phenylhidrazin clorua

Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách thủy

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Hòa tan 0,2 gam glucozơ vào 4ml nước trong ống nghiệm.
- Thêm tiếp 1 gam hỗn hợp muối gồm 2 phần khối lượng tinh thể muối phenylhidrazin clorua và 3 phần khối lượng tinh thể muối natri axetat.
- Đun nóng và lắc nhẹ ống nghiệm trong bếp cách thủy đang sôi khoảng 5 - 10 phút, khi thấy xuất hiện tinh thể màu vàng tách ra thì ngừng lắc và làm lạnh từ từ ống nghiệm.
- Ghi lại hiện tượng và giải thích.



Câu hỏi:

1. Những monosaccarit nào khi phản ứng với $C_6H_5NHNH_2$ cho cùng một osazon?
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

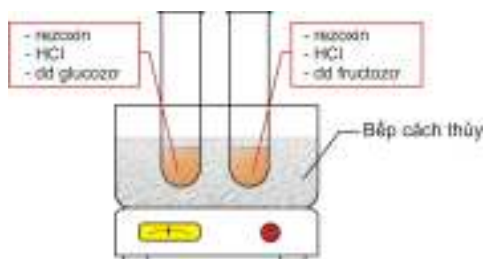
Thí nghiệm 7. Phản ứng Selivanov với các xetohexozơ

Hóa chất: rezoxin, dd HCl, dd fructozơ, dd glucozơ

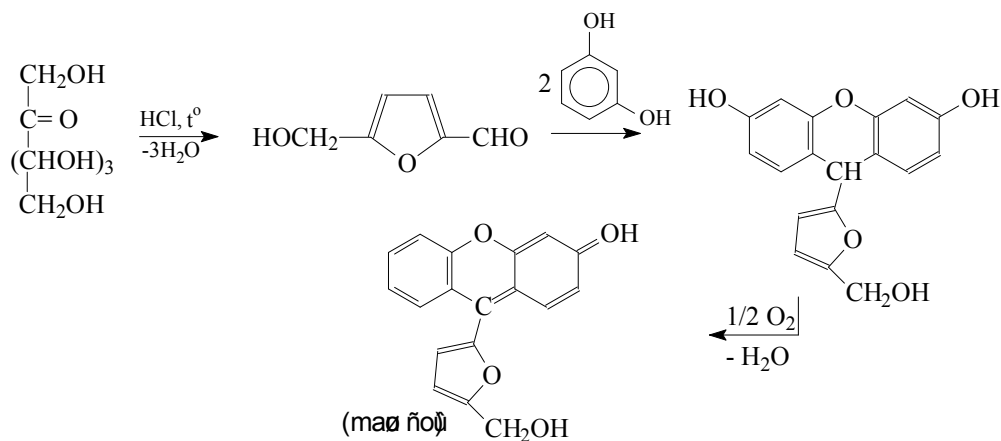
Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách thủy, nhiệt kế

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm một vài tinh thể rezoxin và 4 giọt axit HCl. Lắc ống nghiệm để hòa tan rezoxin và chia thành 2 phần bằng nhau.
- Nhỏ vào phần thứ nhất 2 giọt dung dịch fructozơ, vào phần thứ hai 2 giọt dung dịch glucozơ.
- Đun nóng cả 2 trên bếp cách thủy ở khoảng $80^{\circ}C$ và giữ ở nhiệt độ này trong 7-8 phút.
- Theo dõi và so sánh tốc độ xuất hiện màu đỏ ở cả 2 ống nghiệm.



Gợi ý:



Câu hỏi:

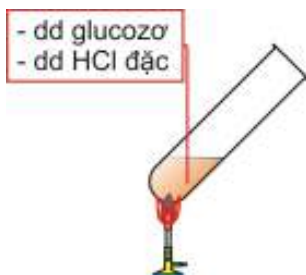
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 8. Hình thành axit levulinic từ các hexozơ

Hóa chất: dung dịch đường 5% (glucozơ, saccarozơ), dung dịch HCl đặc, dung dịch NaOH, dung dịch I₂

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:



a) Thí nghiệm với dung dịch HCl đặc đun sôi

- Cho 1ml dung dịch đường và 2ml dung dịch HCl đặc vào ống nghiệm.
- Đun sôi hỗn hợp trên ngọn lửa đèn cồn trong 1-2 phút, dung dịch chuyển sang màu nâu đậm.
- Làm lạnh hỗn hợp, lấy 0,5ml sang một ống nghiệm khác

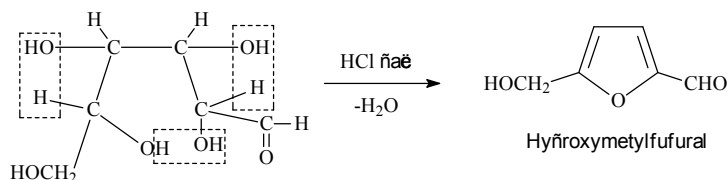
- Pha loãng với 10-12ml nước cất
- Thêm 0,5-1ml dung dịch I₂
- Thêm từ từ từng giọt dung dịch NaOH đến dư

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

b) Làm tương tự thí nghiệm như trên nhưng không đun sôi với dung dịch axit HCl đặc.

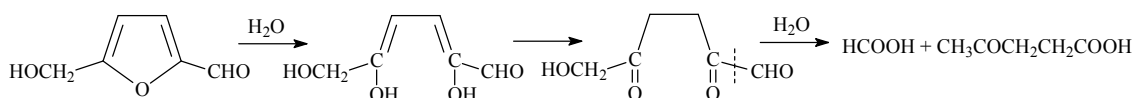
- So sánh hiện tượng ở 2 ống nghiệm.

- Gợi ý:



- Đối với các xetohexozơ, trong điều kiện này đầu tiên bị đồng phân hóa thành các andohexozơ, sau đó tách nước cho hidrometylfulfural.

- Hidrometylfulfural phản ứng với H₂O trong axit bị mở vòng furan cho sản phẩm andehit-ancol không no có dạng dienol, sản phẩm này bị tautome hóa và cuối cùng phân hủy cho axit levulinic.



- Nhận biết axit levulinic bằng phản ứng iđofom.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

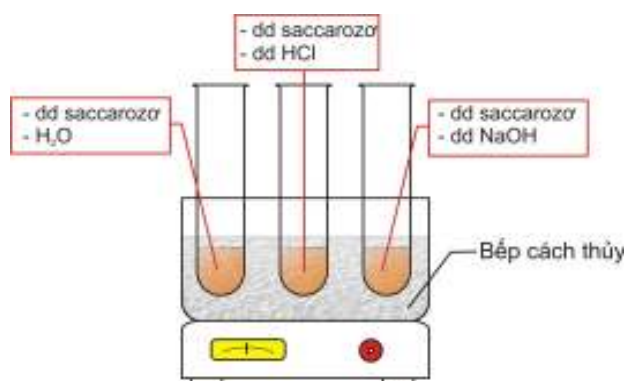
Thí nghiệm 9. Thủy phân saccarozơ

Hóa chất: dd saccarozơ 5%, dd HCl 10%, dd NaOH 10%, thuốc thử Fehling

Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách thủy

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào 3 ống nghiệm, mỗi ống 1ml dd saccarozơ 5%
- Cho vào ống nghiệm thứ nhất, 1ml H₂O
- Cho vào ống nghiệm thứ hai, 1ml dd HCl 10%
- Cho vào ống nghiệm thứ ba, 1ml dd NaOH 10%
- Đun nóng 3 ống nghiệm trên bếp cách thủy trong 5 phút
- Thử sản phẩm sau phản ứng của từng ống nghiệm với thuốc thử Fehling.
- Quan sát, so sánh và rút ra kết luận



Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 10. Sự xuất hiện màu của tinh bột với dung dịch I_2

Hóa chất: dung dịch hồ tinh bột, dung dịch I_2 trong KI, nước cất, dung dịch $Na_2S_2O_3$

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 1 giọt dung dịch I_2 trong KI, 1ml nước và vài giọt dung dịch hồ tinh bột.
- Quan sát sự xuất hiện màu của dung dịch.
- Đun nóng đến sôi dung dịch, quan sát màu.
- Để nguội, quan sát màu của dung dịch.
- Thêm vào dung dịch đã để nguội 1 vài giọt dung dịch $Na_2S_2O_3$.
- Quan sát kết quả và giải thích.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Giải thích hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm.

Thí nghiệm 11. Thủy phân tinh bột

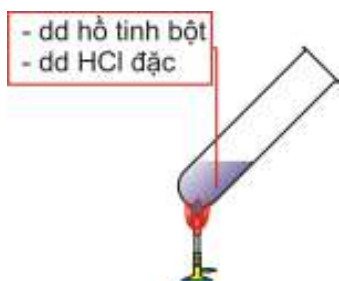
Hóa chất: dung dịch HCl đặc, dung dịch hồ tinh bột, dung dịch I_2 trong KI, thuốc thử Fehling, dung dịch NaOH 10%

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 0,5ml dung dịch HCl đặc và 12ml dung dịch hồ tinh bột.
- Đun sôi dung dịch.

- Sau 1 thời gian, lấy ra một giọt dung dịch thử với dung dịch I_2 trong KI, nếu dung dịch có màu xanh thì vẫn tiếp tục đun và thử lại đến khi không còn màu, thì ngừng đun.



- Trung hòa dung dịch sau phản ứng rồi lấy 1ml dung dịch này thử với thuốc thử Fehling.

- Quan sát hiện tượng. Viết công thức cấu tạo của sản phẩm thủy phân tinh bột cuối cùng (gồm 1 đisaccarit và 1 monosaccarit).

- Làm lại thí nghiệm tương tự, nhưng thay dung dịch HCl bằng 5ml dung dịch NaOH 10%. So sánh hiện tượng của 2 lần thí nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

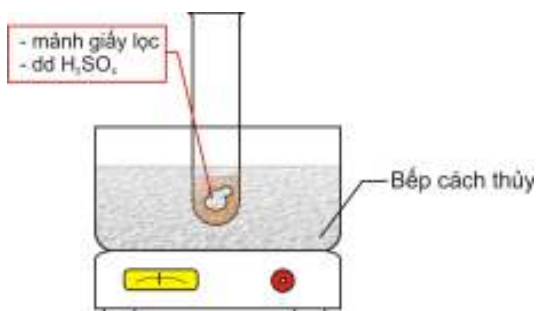
Thí nghiệm 12. Thủy phân xenlulozơ trong môi trường axit

Hóa chất: mẫu xenlulozơ (giấy lọc, hoặc bông gòn), dung dịch H_2SO_4 70%, dung dịch NaOH, dung dịch Fehling

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, bếp cách thủy

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm một mẫu xenlulozơ, 4 giọt dung dịch H_2SO_4 70%



- Khuấy hỗn hợp bằng đũa thủy tinh đến khi mẫu xenlulozơ tan hết thành dung dịch sánh không màu.

- Đun cách thủy ống nghiệm trong vài phút, sau đó để nguội.

- Thử sản phẩm:

• Lấy 2 giọt dung dịch này cho vào một ống nghiệm khác cho thêm 6 giọt dung dịch NaOH vào để trung hòa hết axit, rồi thêm 1 giọt dung dịch Fehling.

• Lắc đều ống nghiệm và đun nhẹ trên ngọn lửa đèn cồn.

• Quan sát hiện tượng biến đổi trong ống nghiệm.

- Rút ra kết luận

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 13. Điều chế xenlulozơ nitrat

Hóa chất: dung dịch HNO_3 đặc, dung dịch H_2SO_4 đặc, xenlulozơ (bông gòn), dung dịch hỗn hợp ancol và ete

Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách thủy, đèn cồn, đĩa thủy tinh, mặt kính thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 4 giọt dung dịch HNO_3 đặc và 8 giọt dung dịch H_2SO_4 đặc
- Lắc và làm lạnh hỗn hợp.
- Thêm vào hỗn hợp 1 ít xenlulozơ (bông gòn)
- Đun nóng ống nghiệm trên bếp cách thủy ở nhiệt độ 70°C đồng thời khuấy nhẹ bằng đĩa thủy tinh.
- Sau 3-4 phút lấy chất rắn ra khỏi dung dịch, rửa sạch bằng nước, ép khô rồi thử tính chất.
- Thử sản phẩm:
 - Lấy 1 phần chất rắn đốt trên ngọn lửa đèn cồn, quan sát hiện tượng
 - Lấy 1 phần khác cho vào ống nghiệm, rồi cho thêm 1 ít dung dịch hỗn hợp ancol và ete với tỉ lệ 1:1, khuấy đều đến khi tạo ra một dung dịch keo.
 - Nhỏ 1 vài giọt dung dịch keo lên mặt kính thủy tinh, để cho dung môi bay hơi hết, tách lấy lớp màng mỏng và đốt trên ngọn lửa đèn cồn.
 - Quan sát hiện tượng và so sánh với sự đốt cháy ở phần đầu.

Câu hỏi:

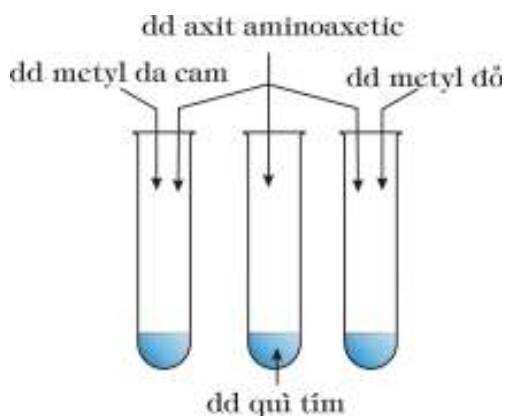
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra.

Thí nghiệm 1. Tác dụng của amino axit với thuốc thử axit-bazo

Hóa chất: axit aminoaxetic, dung dịch metyl da cam, dung dịch metyl đỏ, dung dịch quì tím hoặc giấy quì tím

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào 3 ống nghiệm mỗi ống 2 giọt dung dịch axit aminoaxetic

- Sau đó lần lượt cho vào mỗi ống nghiệm:

- 1 giọt dung dịch metyl da cam
- 1 giọt dung dịch quì tím (hoặc giấy quì tím)
- 1 giọt dung dịch metyl đỏ.

- Quan sát sự biến đổi màu trong các ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 2. Phản ứng của axit aminoaxetic với oxit đồng (II)

Hóa chất: bột CuO, dung dịch axit aminoaxetic, dung dịch NaOH

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm một ít bột CuO
- 4 giọt dung dịch axit aminoaxetic
- Đun nóng, đồng thời lắc nhẹ.
- Đặt ống nghiệm đứng yên trên giá để phần CuO còn dư màu đen lắng hết xuống dưới đáy ống nghiệm.
- Quan sát màu của dung dịch.
- Cho từ từ dung dịch NaOH vào phần dung dịch trong ống nghiệm, quan sát màu của dung dịch.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 3. Phản ứng của axit aminoaxetic với axit nitơ

Hóa chất: axit aminoaxetic, dung dịch NaNO_2 , dung dịch HCl

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch axit aminoaxetic
- 2 giọt dung dịch NaNO_2 và 2 giọt dung dịch HCl .
- Lắc nhẹ ống nghiệm, quan sát hiện tượng.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 4. Tính chất đệm của dung dịch protein

Hóa chất: dung dịch HCl , dung dịch đỏ công gô, dung dịch protein, dung dịch NaOH , nước cất, dung dịch phenolphtalein.

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Nhỏ vào ống nghiệm 1 giọt dung dịch HCl , 15 giọt nước, lắc cẩn thận
 - Lấy 1 giọt dung dịch ở trên qua ống nghiệm khác và thêm vào 15 giọt nước
 - Nhỏ 2-3 giọt dung dịch đỏ công gô
 - Quan sát hiện tượng
 - Lấy 1 ống nghiệm khác cho 3 giọt dung dịch protein và 1 giọt dung dịch vừa pha.
 - Quan sát hiện tượng
- Lấy 1 ống nghiệm sạch cho vào 1 giọt dd NaOH , 15 giọt nước, lắc cẩn thận
 - Lấy 1 giọt dung dịch ở trên qua ống nghiệm khác và thêm vào 15 giọt nước
 - Nhỏ 2-3 giọt dung dịch phenolphtalein
 - Quan sát hiện tượng
 - Lấy 1 ống nghiệm khác cho 3 giọt dung dịch protein và 1 giọt dung dịch vừa pha.
 - Quan sát hiện tượng
- Rút ra kết luận

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 5. Phản ứng màu của protein

Hóa chất: dung dịch protein, dung dịch CuSO_4 , dung dịch thuốc thử ninhydrin, dung dịch NaOH đặc, thuốc thử Milon

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, đĩa thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Phản ứng Biure

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein, 1 giọt dung dịch NaOH và 1 giọt dung dịch CuSO_4 .

- Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch.

- Gợi ý: Phản ứng biure dùng để nhận biết sự có mặt của liên kết peptit $-\text{CO}-\text{NH}-$ trong phân tử protein. Màu sắc của phức đồng phụ thuộc vào số lượng và kiểu liên kết peptit của các aminoaxit trong phân tử protein. Thông thường, các dipeptit cho màu xanh, tripeptit cho màu tím, tetrapeptit và các peptit phức tạp khác cho màu đỏ. Lượng CuSO_4 dùng cho phản ứng không được lấy dư, vì nếu dư sẽ tạo ra kết tủa $\text{Cu}(\text{OH})_2$ làm che mất màu của phức tạo ra.

b) Phản ứng với ninhydrin

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein, 2 giọt dung dịch thuốc thử ninhydrin.

- Lắc nhẹ, đun sôi vài phút. Quan sát sự biến đổi màu của dung dịch

c) Phản ứng Xantoprotein

- Cho vào ống nghiệm 3 giọt dung dịch protein, 1 giọt dung dịch axit nitric.

- Quan sát hiện tượng xuất hiện trong ống nghiệm.

- Đun nóng nhẹ để hỗn hợp phản ứng chuyển sang màu vàng sáng.

- Làm lạnh hỗn hợp và cho thêm vào 1-2 giọt dung dịch NaOH đặc.

- Quan sát sự chuyển màu vàng sáng của hỗn hợp phản ứng.

d) Phản ứng với thuốc thử Milon

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein, 2 giọt thuốc thử Milon

- Đun nóng hỗn hợp (không lắc) trong nồi nước sôi.

- Quan sát hiện tượng.

e) Phản ứng nhận biết lưu huỳnh có trong protein

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein

- 2 giọt dung dịch NaOH

- Đun sôi hỗn hợp từ 2-3 phút.

- Quan sát sự hiện tượng và mùi khí thoát ra.

- Tiếp tục cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch muối chì và đun sôi hỗn hợp.

- Quan sát hiện tượng xảy ra.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 6. Kết tủa thuận nghịch của protein

Hóa chất: dung dịch protein, dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, nước cất

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein, 2 giọt dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ bão hòa.
- Lắc nhẹ ống nghiệm.
- Quan sát hiện tượng xảy ra.
- Lấy 1 phần các chất sau phản ứng qua một ống nghiệm khác rồi cho vào 3 giọt nước cất và lắc.
- Quan sát hiện tượng và so sánh 2 ống nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 7. Sự đông tụ của protein khi đun nóng

Hóa chất: dung dịch protein, dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, nước cất

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 4 giọt dung dịch protein
- Đun nóng trên ngọn lửa đèn cồn đến sôi trong vòng 1 phút.
- Quan sát hiện tượng protein tách thành kết tủa dạng bông xốp.
- Làm lạnh dung dịch, rồi nhỏ thêm vào đó 1 giọt dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ và đun nóng đến sôi.
- Quan sát lượng protein kết tủa và so sánh với lúc đầu.
- Làm lạnh dung dịch, cho thêm vào đó một lượng nước tương đương với thể tích ban đầu, lắc.
- Quan sát khả năng hòa tan của protein và so sánh với ban đầu.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 8. Kết tủa của protein với các axit vô cơ đặc

Hóa chất: axit HNO_3 đặc, dung dịch protein

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào 2 ống nghiệm 2 giọt axit HNO_3 đặc, nghiêng ống nghiệm và nhỏ cẩn thận theo thành ống nghiệm 2 giọt dung dịch protein, không lắc.
- Quan sát hiện tượng vùng ranh giới của 2 dung dịch.
- Lắc, quan sát và so sánh hiện tượng keo tụ của protein.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 9. Kết tủa của protein với các muối kim loại nặng

Hóa chất: dung dịch CuSO_4 , dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, dung dịch protein

Dụng cụ: ống nghiệm

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào 2 ống nghiệm mỗi ống 3 giọt dung dịch protein.
- Nhỏ thêm vào ống thứ nhất 1 giọt dung dịch CuSO_4 , vào ống thứ hai 1 giọt dung dịch $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.
- Quan sát hiện tượng ở 2 ống nghiệm.
- Tiếp tục cho từ từ đến dư vào ống nghiệm các dung dịch muối ban đầu.
- Quan sát hiện tượng.

Câu hỏi:

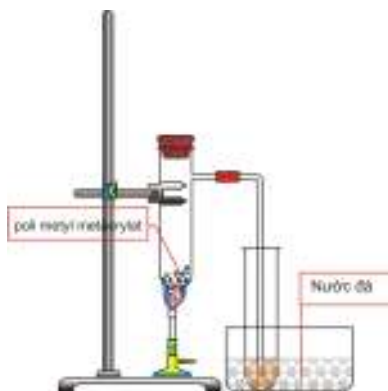
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có
3. Hãy cho biết ứng dụng của sự kết tủa protein với các kim loại nặng trong thực tế.

Thí nghiệm 1. Điều chế metyl metacrylat từ nhựa polimetyl metacrylat (giải trùng hợp polimetyl metacrylat)

Hóa chất: polimetyl metacrylat hoặc các dụng cụ làm từ loại nhựa này, nước đá

Dụng cụ: ống nghiệm có nhánh, ống nghiệm, ống thủy tinh dài 25-30 cm, đèn cồn, chậu thủy tinh, nhiệt kế.

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào ống nghiệm có nhánh 5-6 gam hạt polimetyl metacrylat, đậy miệng ống nghiệm bằng nút. Đầu cuối của nhánh ống nghiệm được nối với 1 ống thủy tinh dài 25-30 cm để làm ống sinh hàn không khí, đầu cuối của ống thủy tinh được đưa tới đáy của ống nghiệm hứng nhúng trong chậu nước đá.

- Đun nóng ống nghiệm phản ứng trên ngọn lửa đèn cồn, lúc đầu đun nhẹ sau đó đun mạnh dần. Khi đun polimetyl metacrylat bị chảy mềm, từ từ bay hơi và ngưng tụ thành chất lỏng màu vàng ở ống nghiệm hứng. Tiếp tục đun đến khi polime bay hơi hết. Hiệu suất monome thu được khoảng 90-95% so với khối lượng của polime.

- Để thu được metyl metacrylat tinh khiết, cần chưng cất lại dung dịch trong ống nghiệm hứng ở nhiệt độ 98-101°C.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 2. Điều chế polimetyl metacrylat (plexiglas)

Hóa chất: metyl metacrylat điều chế ở thí nghiệm 1, benzoyl peroxit hoặc NaOH, H₂O₂, nước cất hoặc H₂O₂.

Dụng cụ: ống nghiệm, chậu thủy tinh, đèn cồn, nhiệt kế, bếp cách thủy.

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 2-3ml metyl metacrylat điều chế ở thí nghiệm 1
- 1 vài hạt benzoyl peroxit.
- Lắc để hòa tan hỗn hợp.
- Đun nóng ống nghiệm trên bếp cách thủy ở nhiệt độ 80-90°C trong 40-50 phút, hỗn hợp trong ống nghiệm trở nên quánh sệt.

- Lấy ống nghiệm ra khỏi bếp, lau khô rồi đun nóng nhẹ trên ngọn lửa đèn cồn để đuổi hết phần monome còn dư.

- Làm lạnh ống nghiệm, thu được cột chất rắn mờ trong ống nghiệm.

- Nếu không có benzoyl peroxit có thể thay thế bằng cách: hòa tan 1 gam NaOH trong 8ml nước, làm lạnh hỗn hợp đến 0-5°C, rồi cho từ từ từng giọt đến 2,5ml H₂O₂ sau đó thêm tiếp 2ml benzoyl clorua. Hoặc có thể thay thế benzoyl peroxit bằng H₂O₂ với tỉ lệ 2-3 giọt trên 1ml monome. Tuy nhiên với sự thay thế này thì quá trình phản ứng xảy ra với tốc độ chậm hơn và cần phải lắc đồng thời đun nóng mạnh hơn.

Câu hỏi:

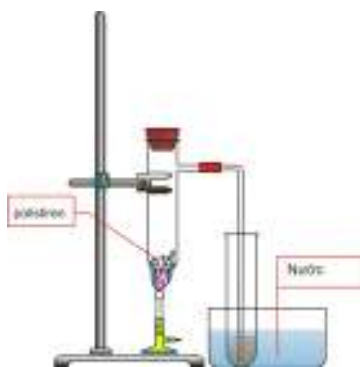
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 3. Điều chế stiren (giải trùng hợp polistiren)

Hóa chất: hạt polistiren hoặc vật liệu làm bằng polistiren

Dụng cụ: ống nghiệm, chậu thủy tinh, đèn cồn, nhiệt kế

Cách tiến hành thí nghiệm:



- Cho vào ống nghiệm 5-6 gam polistiren, đậy miệng ống nghiệm bằng nút có ống dẫn khí. Đầu cuối của ống dẫn khí được đưa tới đáy của ống nghiệm hứng được đặt trong chậu nước. Phần trên của ống nghiệm phản ứng và phần cong của ống dẫn khí nên bọc kín bằng vải để giữ nhiệt.

- Đun nóng ống nghiệm phản ứng trên ngọn lửa đèn cồn, lúc đầu đun nhẹ sau đó đun mạnh dần. Khi đun polistiren bị chảy mềm, từ từ bay hơi và ngưng tụ ở ống nghiệm hứng. Ngừng đun khi phần còn lại trên ống nghiệm phản ứng biến thành chất lỏng sệt màu đen. Phần cất được có màu vàng trong ống nghiệm hứng chiếm khoảng 70-80% so với khối lượng của polime.

- Để thu được stiren tinh khiết, không màu cần chưng cất lại và thu lấy sản phẩm ở nhiệt độ 140-145°C. hiệu suất cất khoảng 50%.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 4. Điều chế nhựa polistiren

Hóa chất: stiren thu được ở thí nghiệm 3, benzoyl peroxit hoặc NaOH, H₂O₂, nước cất hoặc H₂O₂, benzen, etanol

Dụng cụ: ống nghiệm, bếp cách cát, mặt kính thủy tinh, đũa thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

- Cho vào ống nghiệm 3-4ml stiren và một vài hạt benzoyl peroxit. Lắc hòa tan hỗn hợp. Đặt ống nghiệm trên mặt cát của bếp cách cát và đun nóng đến sôi nhẹ trong 25-35 phút. Khi chất lỏng trong ống nghiệm chuyển sang quánh sệt, lấy ống nghiệm ra khỏi bếp, giữ nghiêng rồi đun nóng nhẹ trên ngọn lửa đèn cồn để đuổi phần monome dư. Chú ý hơi này có thể bắt lửa và cháy cho khói màu đen nên cẩn thận.

- Làm lạnh ống nghiệm, polime đóng cứng và trong suốt. Vì có độ giãn nở lớn khi đóng rắn và có độ bám dính cao vào thủy tinh nên thường quan sát thấy polime và thành ống nghiệm bị rạn nứt.

- Nếu không có benzoyl peroxit, có thể thay bằng H_2O_2 với tỉ lệ 2-3 giọt H_2O_2 trong 1ml monome stiren. Tuy nhiên sự thay thế này làm cho tốc độ phản ứng polime hóa chậm đi và hỗn hợp sủi bọt mạnh khi đun nóng.

- Cho 1-2ml benzen vào ống nghiệm ở phần A, đun nóng để hòa tan polime. Rót một nửa dung dịch ra mặt kính thủy tinh sau đó làm bay hơi dung môi sẽ thu được lớp nhựa trong suốt. Để dễ tách lớp nhựa này, cho một ít nước lên trên mặt kính thủy tinh và giữ trong 1-2 phút.

- Thêm 1-2ml dung dịch etanol vào ống nghiệm chứa một nửa phần còn lại, polime kết tủa ở dạng nhựa dính màu trắng. Có thể lấy nhựa ra khỏi dung dịch bằng cách dùng đũa thủy tinh vờ tròn thành viên. Nhựa thu được rất đàn hồi, nhưng khi để lâu trong không khí trở nên giòn và khi bóp bị vỡ vụn thành bột.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 5. Điều chế nhựa phenol-fomanđehit

Hóa chất: phenol, fomanđehit, dung dịch HCl đặc, dung dịch NH_3 đặc, nước cất

Dụng cụ: ống nghiệm, mặt kính thủy tinh, bếp cách thủy, đèn cồn, chậu thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Điều chế nhựa novolac

- Cho vào ống nghiệm 2,5 gam phenol và 5ml fomanđehit.
- Đun nóng ống nghiệm đến trên bếp cách thủy đến khi được dung dịch đồng nhất,
- Thêm 0,2 -0,3ml dung dịch HCl đặc và lắc.
- Tiếp tục đun sôi dung dịch đến khi dung dịch phân lớp: lớp trên là nước, lớp dưới đặc sánh màu nâu sáng. Nếu dung dịch không sôi có thể đun nhẹ trên ngọn lửa đèn cồn.

- Để nguội và làm lạnh ống nghiệm trong chậu nước lạnh.

- Gạn bỏ lớp nước phía trên, rót nhanh phần nhựa ra mặt kính thủy tinh. Rửa lớp nhựa đến trung tính, sau đó làm khô sản phẩm.

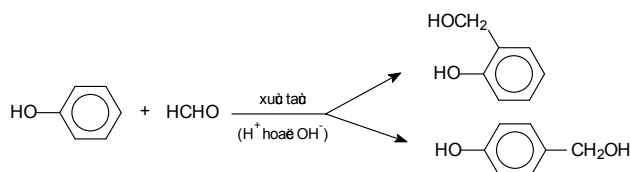
b) Điều chế nhựa rezol

- Làm thí nghiệm tương tự như phần A, nhưng thay thế dung dịch HCl đặc bằng 1,5ml dung dịch NH₃ đặc.

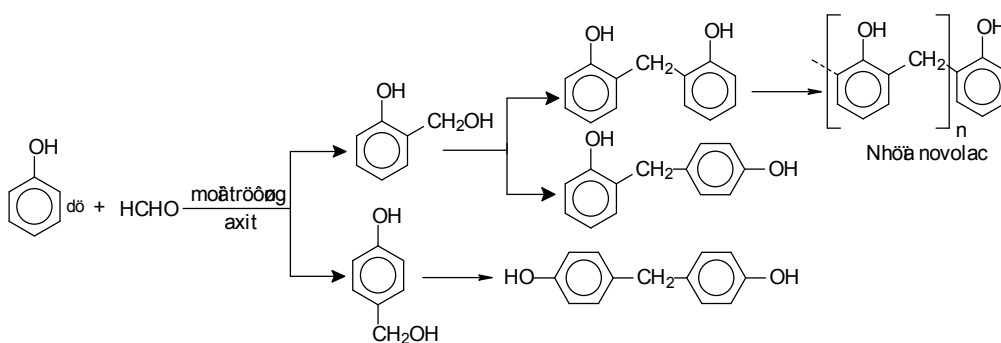
- Nhựa thu được có màu vàng nâu.

• Nếu hỗn hợp phản ứng trong ống nghiệm ở phần A và B đun không đủ lâu thì nhựa tạo ra rất dính và không bị đóng rắn.

- Gợi ý: phenol phản ứng với fomandehit khi có mặt axit hoặc bazơ làm xúc tác tạo thành các hợp chất cao phân tử được gọi là nhựa phenolfomandehit. Tùy theo chất xúc tác là axit hay bazơ mà phản ứng ở giai đoạn đầu là phản ứng thế electrophin vào nhân thơm (xúc tác axit) hay phản ứng cộng nucleophin (xúc tác bazơ) của inon phenoxi vào nhóm cacbonyl tạo ra các sản phẩm trung gian là ancol *o*- và *p*-hidroxibenzyllic

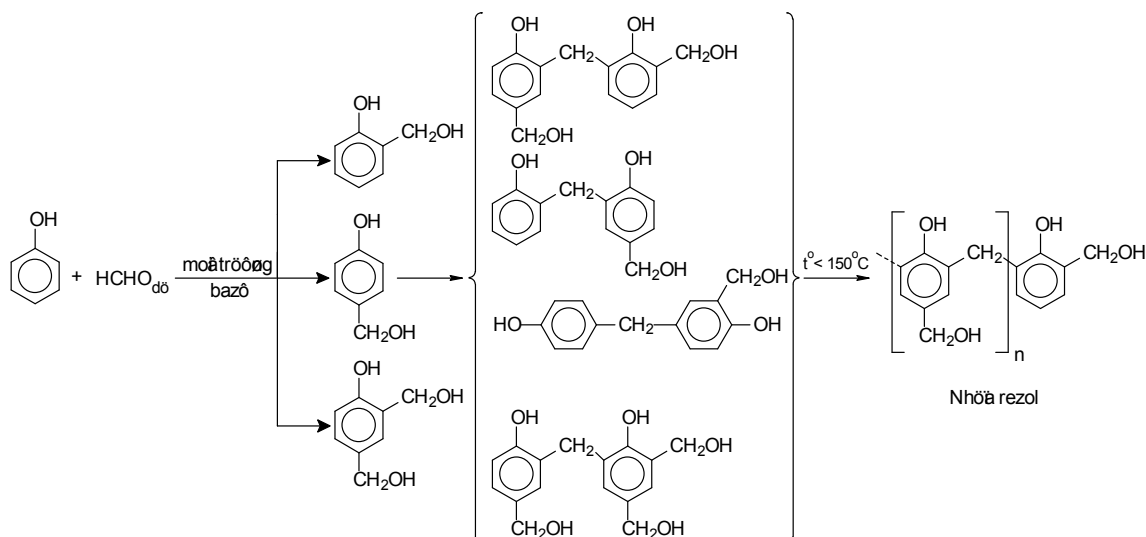


• Trong môi trường axit và có dư phenol, các ancol trên ngưng tụ, tách nước cho nhựa phenol-fomandehit (nhựa novolac).



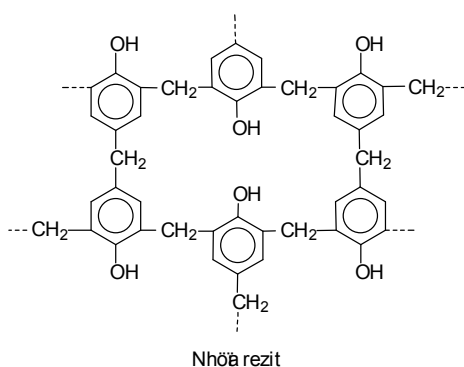
• Nhựa novolac có khối lượng phân tử không lớn (khoảng 1000-2000), dễ nóng chảy, dễ hòa tan trong nhiều dung môi hữu cơ và trong dung dịch kiềm. Ứng dụng dùng để pha sơn vecni.

• Khi phản ứng có mặt bazơ (NH₃, NaOH,...) và có dư fomandehit, quá trình ngưng tụ tách nước cho nhựa rezol.



• Rezol là loại nhựa nhiệt dẻo, khi đun nóng bị chảy mềm và có thể định hình. Rezol hòa tan được trong nhiều dung môi hữu cơ.

• Khi đun nóng đến 150-160°C, nhựa rezol chuyển thành nhựa rezit có cấu tạo không gian ba chiều.



Nhựa rezit có khối lượng phân tử lớn hơn nhựa rezol, không nóng chảy và không bị hòa tan trong các dung môi.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 6. Điều chế nhựa Anilin-fomandehit

Hóa chất: anilin, nước cất, dung dịch HCl đặc, fomandehit, axit CH₃COOH nguyên chất

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, đá bọt, kính thủy tinh, giấy lọc

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Cho 1 giọt anilin và 6ml nước vào ống nghiệm, lắc để hòa tan hỗn hợp rồi chia thành 2 phần ở 2 ống nghiệm. Cho vào phần thứ nhất 1 giọt dung dịch HCl đặc. Sau

đó, cho vào cả 2 phần 3-5 giọt dung dịch fomandehit. Lắc 5-10 phút, rồi để yên. So sánh hiện tượng ở 2 ống nghiệm.

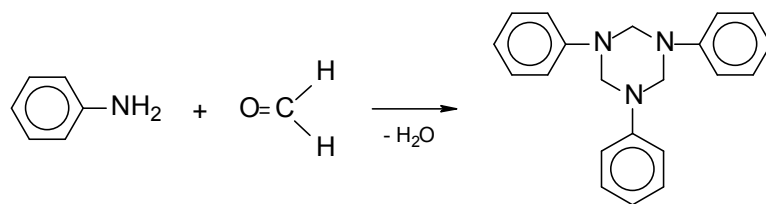
- Gợi ý: Ống nghiệm không có axit sinh ra kết tủa vô định hình màu trắng. Ống nghiệm có axit hình thành kết tủa màu đỏ gạch.

b) Cho vào ống nghiệm 1ml anilin, 2ml nước và thêm vào từ từ từng giọt dung dịch HCl đặc đến khi anilin hòa tan hoàn toàn. Sau đó, thêm vào dung dịch một thể tích dung dịch fomandehit đúng bằng thể tích của dung dịch trong ống nghiệm và lắc đều hỗn hợp. Phản ứng xảy ra nhanh và tỏa nhiều nhiệt. Nhựa thu được có màu đỏ, không tan trong nước và không nóng chảy khi đun nóng.

c) Cho vào ống nghiệm 1ml anilin, 1ml dung dịch fomandehit và 0,2ml axit CH_3COOH nguyên chất. Lắc mạnh hỗn hợp khoảng 1-2 phút. Sau khoảng 3-5 phút, gạn bỏ phần chất lỏng, cho phần nhựa ra giấy lọc, ép và làm khô. Nhựa thu được ở dạng bột.

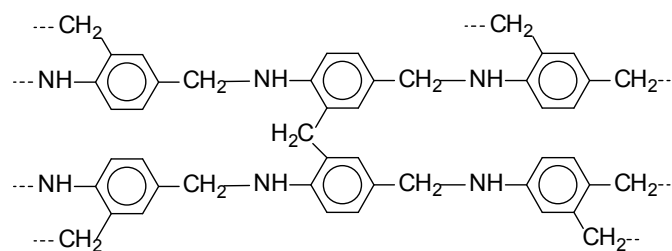
d) Cho vào ống nghiệm khô bột nhựa ở phần c, 3-5 giọt axit CH_3COOH nguyên chất và viên đá bọt rồi đun ống nghiệm trên ngọn lửa đèn cồn khoảng 4-5 phút. Nhựa bắt đầu sủi bọt mạnh và chảy mềm thu được chất lỏng trong suốt. Đem chất lỏng này đổ vào cốc nước lạnh thu được nhựa rắn màu vàng trong.

- Gợi ý: Đặc tính của phản ứng giữa anilin và fomandehit phụ thuộc vào điều kiện phản ứng. Trong môi trường trung tính hoặc bazơ yếu tạo ra hợp chất vòng triphenylhexahydrotriazin ($t_{nc} = 143^\circ\text{C}$) là chất rắn vô định hình màu trắng.



- Trong môi trường axit yếu (thí nghiệm c), fomandehit kết hợp với anilin tạo các nhóm $-\text{CH}_2\text{OH}$ đính vào nguyên tử nitơ ($\text{C}_6\text{H}_5-\text{NH}-\text{CH}_2\text{OH}$) và vào nguyên tử cacbon của nhân benzen ($\text{HOCH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$). Khi đun nóng các nhóm này ngưng tụ và tách nước thành các đại phân tử mạch dài có cấu tạo khác nhau. Nhựa thu được trong trường hợp này dễ nóng chảy.

- Trong môi trường axit mạnh (thí nghiệm b, và ống nghiệm chứa HCl ở thí nghiệm a), các đại phân tử mạch thẳng liên kết với nhau bởi các nhóm $-\text{CH}_2-$ (chủ yếu ở vị trí *ortho*) tạo ra sản phẩm có màu với cấu tạo không gian hai và ba chiều, không nóng chảy và không bị hòa tan.



Câu hỏi:

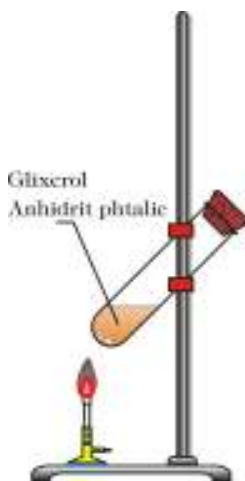
1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 7. Điều chế nhựa gliphtalic

Hóa chất: anhidrit phtalic, glixerol, dung dịch etanol hoặc axeton

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, đá bọt, kính thủy tinh

Cách tiến hành thí nghiệm:

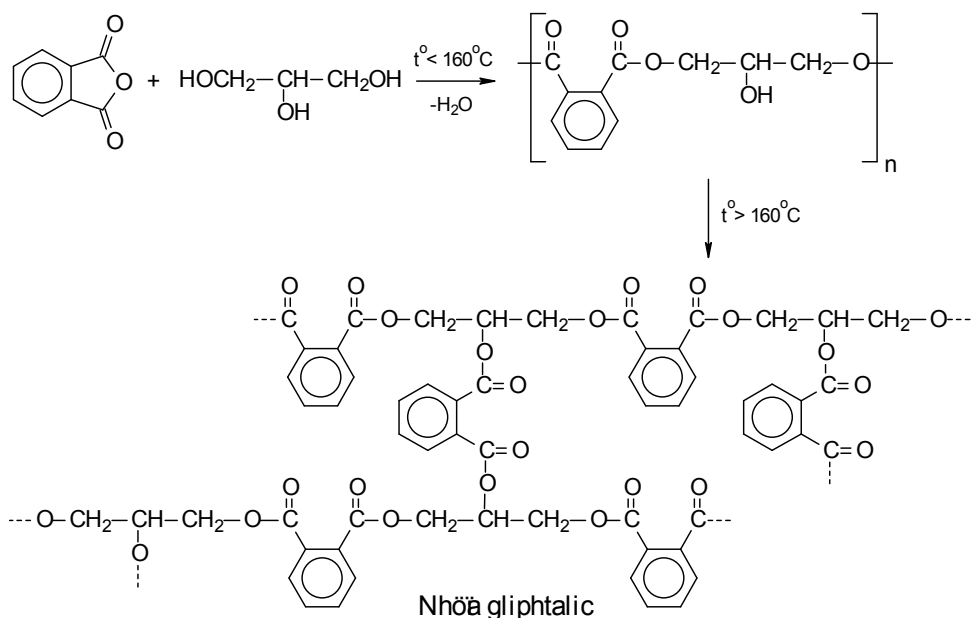


- Cho vào ống nghiệm 2 gam anhidrit phtalic, 0,5-1ml glixerol và viên đá bọt. Kẹp nghiêng ống nghiệm trên giá và đun sôi trên ngọn lửa đèn cồn khoảng 6-10 phút. Chất lỏng trong ống nghiệm dần dần sánh lại và chuyển thành màu vàng. Hơi bay ra có mùi đặc trưng của acrolein.

- Để so sánh tính chất của nhựa theo thời gian đun, thì cứ 2-3 phút đun sôi ở trên lấy ra 1-2 giọt cho trên mặt kính thủy tinh ở các chỗ khác nhau rồi so sánh tính chất của các nhựa này.

- Thêm 2-3ml dung dịch etanol hoặc axeton và nhựa còn lại trong ống nghiệm. Lắc đều ở nhiệt độ phòng, quan sát độ tan. Sau đó đun nóng, quan sát độ tan. So sánh cả hai trường hợp.

- *Gợi ý:* khi đun nóng anhidrit phtalic và glixerol đầu tiên cho polieste mạch thẳng. Đây là một loại nhựa mềm hòa tan được trong ancol và trong clorofom. Tiếp tục đun nóng (lớn hơn 160°C) thu được nhựa gliphtalic có cấu tạo không gian ba chiều.



Nhựa gliptalic không bị chảy mềm khi đun nóng, giòn, dễ vỡ và hòa tan kém.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

Thí nghiệm 8. Điều chế nhựa urê-fomandehit

Hóa chất: urê, fomandehit, dung dịch NH₃ đặc, axit oxalic, dung dịch HCl đặc

Dụng cụ: ống nghiệm, đèn cồn, bếp cách thủy

Cách tiến hành thí nghiệm:

a) Điều chế nhựa urê-fomandehit trong môi trường bazơ

- Cho vào ống nghiệm 2 gam urê
- 8ml fomandehit
- 1ml dung dịch NH₃ đặc
- Đun sôi ống nghiệm trên ngọn lửa đèn cồn khoảng 10-15 phút sao cho thể tích dung dịch còn khoảng 1/3 so với ban đầu.
- Ngừng đun, làm nguội hoàn toàn hỗn hợp
- Lấy một nửa hỗn hợp qua ống nghiệm khác, thêm vào 2-3 giọt axit oxalic, đun ống nghiệm trên bếp cách thủy (nhiệt độ 50-60°C) khoảng 5-10 phút. Làm lạnh ống nghiệm.
- Thêm vào cả 2 ống nghiệm 3-4ml nước cất.
- Quan sát khả năng hòa tan của sản phẩm ở 2 ống nghiệm.

b) Điều chế nhựa urê-fomandehit trong môi trường axit

- Cho vào ống nghiệm 2 gam urê
- 3ml fomandehit
- Chia hỗn hợp thành 2 phần vào 2 ống nghiệm.
- ống nghiệm 1 cho 1 giọt dung dịch HCl đặc
- ống nghiệm 2 cho 2-3 giọt dung dịch axit oxalic
- đun sôi 2 ống nghiệm
- quan sát hiện tượng ở 2 ống nghiệm.

c) Điều chế nhựa urê-fomandehit không có xúc tác

- Cho vào ống nghiệm 1 gam urê
- 1,5ml fomandehit
- 10ml nước cất
- Chia hỗn hợp thành 2 phần ở 2 ống nghiệm
- Cho vào 1 ống nghiệm 0,5ml dung dịch HCl đặc
- Đun nóng 2 ống nghiệm trên bếp cách thủy trong vài phút
- Quan sát đồng thời so sánh hiện tượng xảy ra và tốc độ phản ứng ở 2 ống

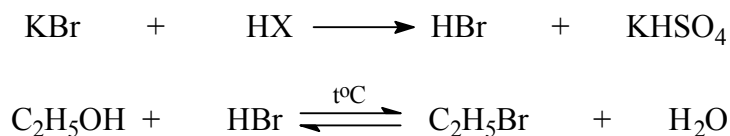
nghiệm.

Câu hỏi:

1. Dự đoán hiện tượng xảy ra trong thí nghiệm
2. Viết các phương trình phản ứng xảy ra, nếu có

1.2. Tổng hợp Etyl bromua

Phản ứng chính:



1.2.1. Hoá chất:

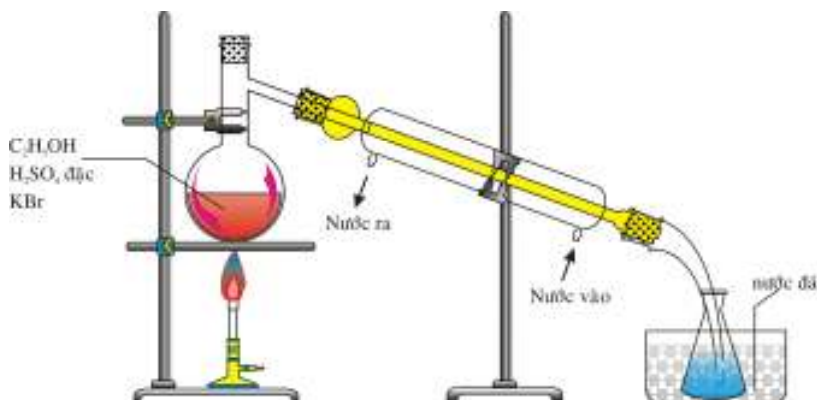
- C₂H₅OH 96% 16ml
- KBr 15g
- H₂SO₄ đặc (d=1,84) 16ml

1.2.2. Dụng cụ:

- Bình cầu đáy tròn 250ml
- Ống sinh hàn thẳng
- Ống nối
- Nhiệt kế
- Phễu nhỏ giọt
- Phễu chiết
- Bình nón
- Bếp điện
- Bếp cách thủy.

1.2.3. Cách tiến hành thí nghiệm:

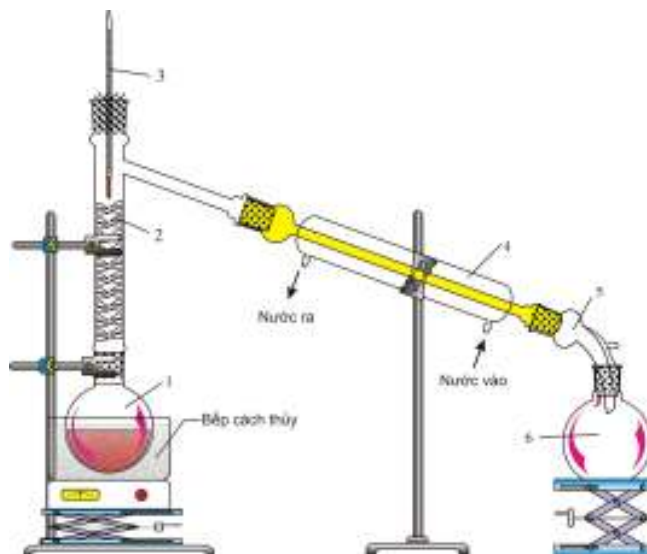
Cho vào bình cầu đáy tròn 250ml hỗn hợp của 16ml ancol C₂H₅OH và 10ml nước. Vừa làm lạnh vừa lắc đều và thêm dần dần 16ml H₂SO₄ đặc vào. Làm lạnh bình đến nhiệt độ phòng rồi thêm từ từ vào đó 15g KBr đã nghiền mịn.



Lắp bình cầu với ống sinh hàn xuôi qua ống nối uốn cong. Lắp ống nối và bình hình nón được đặt trong chậu nước lạnh có thêm đá. Cho vào bình hình nón một ít nước đá và để ống nối nhúng ngập trong nước.

Đun sôi đều hỗn hợp phản ứng và thu C_2H_5Br cho đến khi nào không còn giọt dầu rơi xuống bình hứng nữa. Nếu hỗn hợp phản ứng trong bình sủi bọt mạnh thì phải đun nhẹ bớt hoặc có thể ngừng đun một lúc.

Sau khi phản ứng kết thúc, đổ chất lỏng trong bình vào phễu chiết, chiết lấy C_2H_5Br ở dưới vào bình nón đặt trong nước đá. Sau đó cho từng giọt axit H_2SO_4 vào bình nón đó, đồng thời lắc đều cho đến khi chất lỏng phân chia thành hai lớp. Dùng phễu chiết chiết lấy lớp C_2H_5Br ở trên rồi chưng cất phân đoạn trên bếp cách thủy và thu lấy C_2H_5Br ở nhiệt độ $35-40^\circ C$.



1.3. Câu hỏi:

- Vì sao phải thêm 10ml nước vào hỗn hợp phản ứng?
- Vì sao phải cho ít nước đá vào bình hình nón?
- Sau khi thu được C_2H_5Br người ta dùng H_2SO_4 đặc để làm gì?
- Ngoài tác nhân HX người ta có thể dùng những tác nhân nào để điều chế RX đi từ ancol ROH?
- Nêu những phương pháp đã dùng để làm chuyển dịch cân bằng phản ứng nhằm tăng hiệu suất etyl bromua.

Chương 2 PHẢN ỨNG SUNFO HÓA HIDROCACBON THƠM

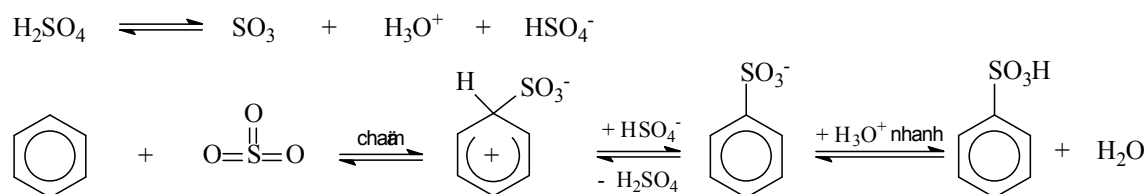
TỔNG HỢP NATRI BENZENSUNFONAT

2.1. Cơ sở lý thuyết

Phản ứng sunfo hóa là phản ứng thuận nghịch:



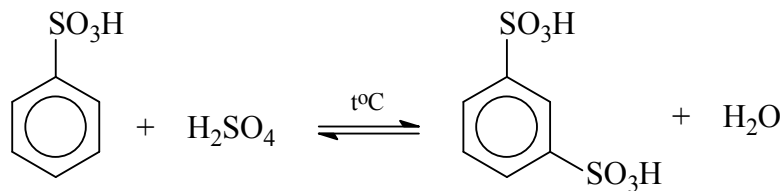
Phản ứng xảy ra theo cơ chế $\text{S}_{\text{E}}\text{Ar}$ với tác nhân electrophin là SO_3 , nếu dùng H_2SO_4 để sunfo hóa thì SO_3 được tạo thành theo phản ứng:



Tác nhân sunfo hóa có thể là axit sunfuric với nồng độ khác nhau (từ 92-100%), oleum (dung dịch SO_3 trong H_2SO_4 100% hay còn gọi là axit sunfuric bốc khói), anhidrit sunfuric, anhidrit sunfuro và oxi, anhidrit sunfuro và clo...

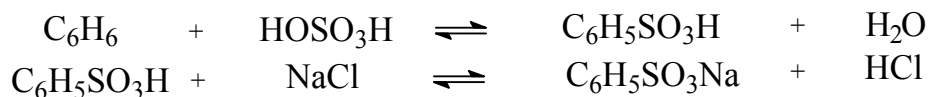
Phản ứng sunfo hóa là phản ứng thuận nghịch, nước tách ra trong quá trình phản ứng làm giảm nồng độ H_2SO_4 , làm mất khả năng sunfo hóa của axit và làm tăng khả năng thủy phân của sunfoaxit tạo thành.

Phản ứng monosunfo hóa xảy ra ở nhiệt độ thấp, nếu nhiệt độ khoảng $80-90^\circ\text{C}$ thì sẽ có phản ứng phụ:



2.2. Tổng hợp natri benzensunfonat

Phản ứng chính:



2.2.1. Hoá chất:

- Benzen 5ml
- Axit sunfuric bốc khói 10ml
- Dung dịch NaCl bão hòa 35-40ml
- Ancol etylic

2.2.2. Dụng cụ:

- Bình cầu đáy tròn 250ml
- Cốc thuỷ tinh 100ml
- Đũa thuỷ tinh
- Phễu lọc sứ.

2.2.3. Cách tiến hành:

Cho 10ml H_2SO_4 đặc vào bình cầu, làm lạnh, cho thêm cẩn thận từng phần nhỏ của 5ml benzen. Lắc bình, mỗi lần cho thêm benzen cần lắc sao cho benzen hòa tan hết rồi mới cho phần khác. Nếu phản ứng quá mạnh phải làm lạnh bình bằng nước đá. Sau khi cho hết benzen vào, làm lạnh dung dịch rồi đổ từng phần một vào cốc chứa dung dịch NaCl bão hòa và làm lạnh bằng nước đá. Sau một thời gian làm lạnh, dùng đũa thuỷ tinh cạo vào thành cốc sẽ tách ra muối natri benzenesulfonat ở dạng kết tủa đặc. Lọc bằng phễu sứ, rửa bằng một lượng nhỏ dung dịch bão hòa NaCl. Để loại hết muối NaCl, sản phẩm được kết tinh lại bằng ancol etylic tuyệt đối. Làm khô trong không khí rồi trong tủ sấy ở 110°C .



2.3. Câu hỏi:

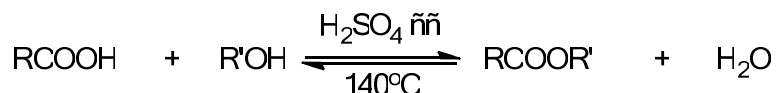
- Vì sao phải lấy dư H_2SO_4 so với C_6H_6 ?
- Vì sao phải làm lạnh trong quá trình phản ứng tạo ra $\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_3\text{H}$?
- Vì sao phải dùng dung dịch NaCl bão hòa với lượng dư?

Chương 3

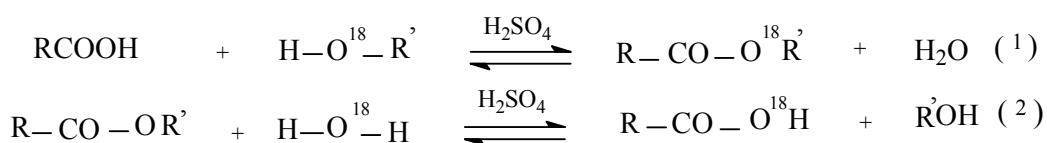
PHẢN ỨNG ESTE HÓA TỔNG HỢP ESTE ETYL AXETAT

3.1. Cơ sở lý thuyết

Phản ứng axyl hóa ancol bằng axit được gọi là phản ứng este hóa.



Phân tử nước hình thành sau phản ứng là do nhóm OH của axit cacboxylic kết hợp với nguyên tử H của ancol. Bằng phương pháp đánh dấu đồng vị, điều này đã được chứng minh:



Ở phản ứng (1): nguyên tử O^{18} trong ancol đã đi vào thành phần cấu tạo của este tạo thành, còn trong phân tử nước không có mặt O^{18} .

Ở phản ứng (2): khi thủy phân este bằng nước có chứa nguyên tử O^{18} thì nguyên tử này xuất hiện trong thành phần cấu tạo của axit cacboxylic.

Phản ứng este hoá là phản ứng thuận nghịch. Ban đầu, tốc độ tạo thành este và nước lớn, còn tốc độ phản ứng nghịch nhỏ. Khi lượng este và nước tăng lên, tốc độ phản ứng nghịch tăng cho đến khi thiết lập được cân bằng động học. Ở đó trong 1 đơn vị thời gian, lượng este và nước tạo thành sẽ bằng lượng ancol và axit tạo thành do sự thủy phân este. Do đó, chỉ có khoảng 2/3 lượng axit và ancol phản ứng tạo thành este và nước. Nghĩa là, khi đạt tới trạng thái cân bằng, hiệu suất este không vượt quá 66,7%. Tuy vậy, có thể thúc đẩy cân bằng phản ứng chuyển dịch theo chiều thuận bằng các cách sau:

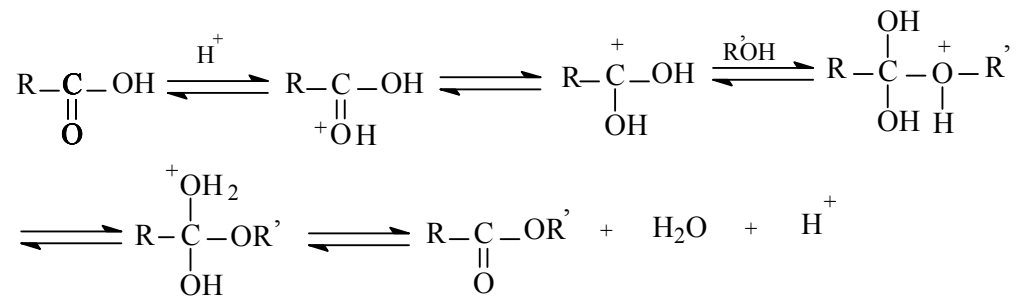
- Dùng dư một trong các chất tham gia phản ứng, tức tăng nồng độ của chất phản ứng. Tỷ lệ nồng độ hai chất trong hỗn hợp phản ứng phải gấp hơn nhau khoảng 8 lần (thường dùng dư ancol).

- Giảm nồng độ các chất tạo thành sau phản ứng. Nếu sản phẩm este có nhiệt độ sôi thấp thì cất lấy este ngay trong quá trình phản ứng. Trường hợp este có nhiệt độ sôi cao hơn nhiều so với nhiệt độ sôi của nước thì đuổi nước ra khỏi môi trường phản ứng. Đối với những chất kém bền thường loại nước bằng hỗn hợp đẳng phí với dung môi CHCl_3 , CCl_4 , C_6H_6 , $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$. Cũng có thể loại nước bằng các muối khan như amoni sunfat, canxi clorua.

- Phản ứng xảy ra thuận lợi khi đun nóng hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ sôi thích hợp (thông thường là từ $100-150^\circ\text{C}$).

- Mặt khác, tốc độ phản ứng tạo este sẽ được tăng cường hơn nếu trong hệ phản ứng có mặt của chất xúc tác. Yếu tố quan trọng thúc đẩy sự thiết lập trạng thái cân bằng động là H^+ . Tuy nhiên, yếu tố này khi thúc đẩy tiến trình phản ứng không làm ảnh hưởng đến tỉ lượng các chất ở trạng thái cân bằng. Việc lựa chọn axit làm xúc tác, lượng axit và cách dịch chuyển cân bằng đều phụ thuộc vào bản chất của axit cacboxylic và ancol ban đầu.

Sự tham gia của ion H^+ vào quá trình phản ứng đã cho thấy rất rõ việc lựa chọn axit và lượng axit thêm vào là một yếu tố quan trọng trong quá trình tổng hợp este:



Thông thường, axit sunfuric được dùng làm xúc tác cho phản ứng este hóa. Chỉ một lượng nhỏ axit được thêm vào hệ phản ứng đã có tác dụng làm xúc tác, còn khi đưa thêm một lượng axit lớn hơn vào phản ứng thì nó còn đóng vai trò hấp thu nước tạo thành làm thuận lợi cho quá trình tổng hợp este. Tuy nhiên, nếu nồng độ axit quá cao thì có thể làm giảm khả năng phản ứng, vì lúc này xảy ra quá trình tạo ion oxoni của ancol.



Khuynh hướng này sẽ dẫn đến sự hình thành ete và olefin từ ancol. Chính vì vậy, lượng axit sunfuric thường chỉ được đưa vào khoảng 5%-10% so với lượng ancol.

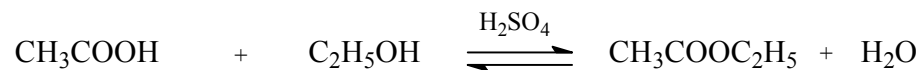
Trong một số trường hợp, người ta thay axit dung dịch H_2SO_4 đặc bằng hidroclorua khan.

Ngoài những yếu tố thực nghiệm trên, phản ứng este hóa còn chịu ảnh hưởng lớn của yếu tố không gian. Khi các gốc hidrocacbon trong axit và trong ancol càng cồng kềnh thì khả năng phản ứng este hóa càng giảm.

Phản ứng este hóa cũng có thể được thực hiện ở pha khí bằng cách cho hơi của ancol và axit cacboxylic đi qua ống đựng xúc tác thorioxit, titanoxit ở nhiệt độ $280^\circ C - 300^\circ C$.

3.2. Tổng hợp este etyl axetat

Phương trình phản ứng:



3.2.1. Hóa chất:

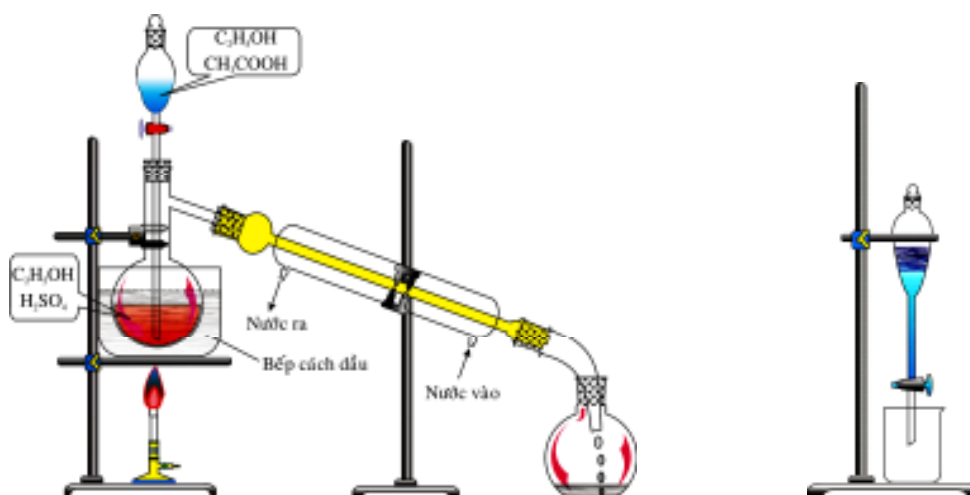
- Ancol etylic 95%: 11,5ml
- Axit axetic băng: 10ml
- Axit sunfuric đặc ($d = 1,84\text{g/ml}$): 1,3ml
- Dung dịch CaCl_2 bão hòa,
- CaCl_2 khan
- Dung dịch Na_2CO_3 10-20%.

3.2.2. Dụng cụ:

- Bình Vuyéc cỡ 100ml
- Sinh hàn thẳng
- Nhiệt kế
- Nồi cách thủy
- Phễu nhỏ giọt
- Phễu chiết
- Bình hứng.

3.3.3. Cách tiến hành thí nghiệm:

Cho vào bình Vuyéc 2ml ancol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Làm lạnh bên ngoài bình bằng nước đá, rồi cho từ từ 1,3ml H_2SO_4 vào. Cổ bình lắp phễu nhỏ giọt (cắm đuôi của phễu xuống tận chất lỏng) chứa hỗn hợp 9,5ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ và 10ml CH_3COOH . Nhánh bên của bình lắp sinh hàn xuôi, qua ống nối cong cuối sinh hàn đặt bình hứng sản phẩm.



Đặt bình phản ứng trên bếp cách dầu hoặc cát rồi đun đến 140°C . Nhỏ từ từ hỗn hợp ancol và axit ở phễu nhỏ giọt vào bình phản ứng sao cho tốc độ nhỏ giọt bằng tốc độ este được cất ra bình hứng. Trong suốt thời gian phản ứng phải luôn duy trì nhiệt độ ở 140°C .

Sau khi kết thúc phản ứng (khoảng 2 giờ), cho chất lỏng cất được ở bình hứng vào phễu chiết rồi trung hòa axit còn lại trong hỗn hợp sản phẩm bằng dung dịch Na_2CO_3 cho đến khi có phản ứng trung hòa (thử bằng giấy quỳ). Tách lấy lớp este ở trên rồi đem lắc với dung dịch CaCl_2 . Tiếp tục tách lấy lớp este ở trên rồi làm khô bằng CaCl_2 khan. Loại bỏ CaCl_2 , cho este vào bình cất phân đoạn trên nồi cách thủy và thu este ở nhiệt độ từ 75-78°C.

Este etyl axetat là chất lỏng không màu, có mùi thơm của quả chín. Etyl axetat tinh khiết sôi ở 77,15°C, $d_4^{20} = 0,901$ & $n_D^{20} = 1,3724$.

3.3. Câu hỏi:

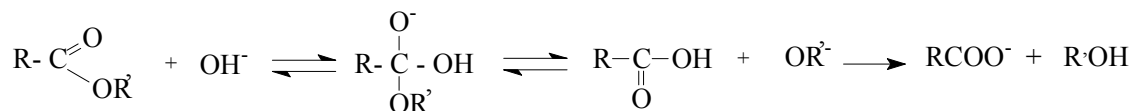
- Vì sao phải cho Na_2CO_3 vào chất lỏng được cất ra ở bình hứng?
- Tác dụng của việc dùng dung dịch CaCl_2 và CaCl_2 khan trong quá trình tổng hợp este?
- Vì sao phải điều chỉnh tốc độ nhỏ giọt của các chất tham gia phản ứng bằng tốc độ este được cất ra?

Chương 4

PHẢN ỨNG THỦY PHÂN ESTE TỔNG HỢP XÀ PHÒNG

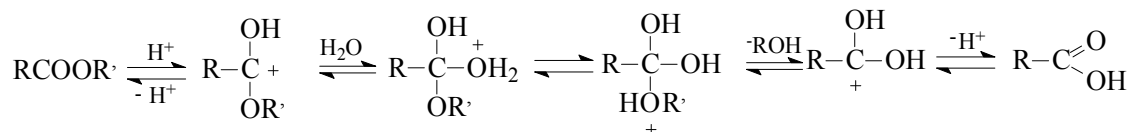
4.1. Cơ sở lý thuyết:

Phản ứng thủy phân este được xúc tác bởi axit hoặc kiềm. Cơ chế xúc tác kiềm như sau:



Ở đây anion ancolat RO^- là bazơ mạnh, tác dụng nhanh và bất thuận nghịch, vì vậy chỉ có thể thủy phân este trong môi trường kiềm, chứ không thể este hóa trong môi trường kiềm

Phản ứng thủy phân este còn được xúc tác bởi axit, cơ chế như sau:

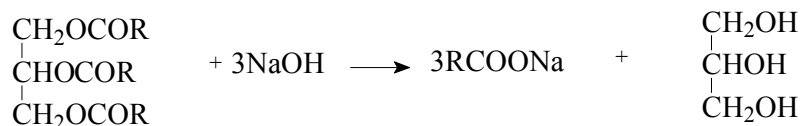


Toàn bộ quá trình này là thuận nghịch, nghĩa là H^+ vừa xúc tác cho sự thủy phân este vừa xúc tác cho sự este hóa. Vì vậy, sự thủy phân este trong môi trường kiềm tốt hơn trong môi trường axit.

Phản ứng thủy phân este được dùng làm cơ sở lý thuyết cho quá trình sản xuất xà phòng từ dầu, mỡ. Do vậy phản ứng thủy phân este còn gọi là phản ứng xà phòng hóa.

4.2. Tổng hợp xà phòng:

Phương trình phản ứng:



4.2.1. Hoá chất:

- Dầu dừa : 15g
- Ancol etylic : 25ml
- Dung dịch NaOH 25% : 8ml
- Dung dịch NaCl bão hòa

4.2.2. Dụng cụ:

- Bình nón 250ml, nồi cách thủy
- Sinh hàn không khí
- Phễu Bucne và bình lọc hút

4.2.3. Cách tiến hành:

Cho 15g dầu dừa vào bình nón cỡ 250ml. Thêm vào đó 25ml ancol etylic. Lắp sinh hàn không khí và đun cách thủy đến khi hỗn hợp tan đều. Thêm vào đó 10ml dung dịch NaOH 25% và đun sôi trên nồi cách 30 phút nữa cho đến khi được dung dịch đồng nhất và trong suốt.

Đổ toàn bộ hỗn hợp vào 100ml dung dịch muối ăn bão hoà nóng (35 gam NaCl trong 100ml nước). Khuấy đều rồi để nguội, muối natri của axit béo (tức xà phòng) sẽ tách ra ở dạng kết tủa. Lọc hút trên phễu Bucne. Nếu xà phòng còn nhiều nước (ở dạng sền sệt) thì cho vào bát sứ đun cách thủy cho bay bớt hơi nước, vừa đun vừa trộn đều cho đến khi được một khối dẻo quánh. Đóng bánh, để nguội, xà phòng sẽ rắn lại. Cân, tính hiệu suất.

4.3. Câu hỏi:

- RCO- trong chất béo là gốc axyl của những axit nào?
- Phản ứng thủy phân este bằng xúc tác bazơ là phản ứng thuận nghịch hay phản ứng một chiều. Giải thích.
- Cho thêm dung dịch NaCl vào để làm gì?

Chương 5 PHẢN ỨNG OXY HÓA HIDROCACBON THƠM

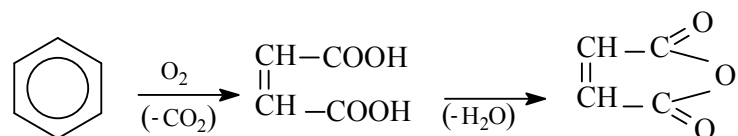
TỔNG HỢP AXIT BENZOIC

5.1. Cơ sở lý thuyết:

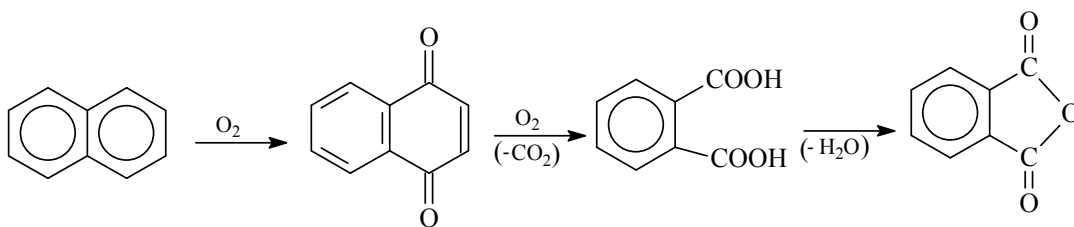
Oxy hóa là một quá trình tương tác của hợp chất hữu cơ với các tác nhân oxy hóa như: oxy, ozon, peoxit, Cl_2 , Br_2 , HNO_3 , KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, MnO_2 , CrO_3 , SeO_2 ,...

Benzen là một hợp chất bền vững dưới tác nhân oxy hóa như axit cromic, axit HNO_3 , KMnO_4 . Như vậy, benzen khó bị oxy hóa hơn so với hidrocacbon no.

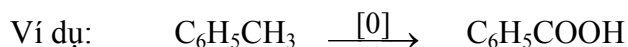
Vòng thơm sẽ bị phá vỡ khi tiến hành oxy hóa bởi oxy không khí có mặt xúc tác V_2O_5 ở nhiệt độ 450°C - 500°C và phản ứng được thực hiện ở pha khí.



Naphtalen cũng bị oxy hóa bằng O_2 không khí với sự có mặt của V_2O_5 nhưng nhiệt độ phản ứng thấp hơn (325°C - 450°C)



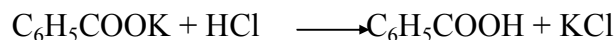
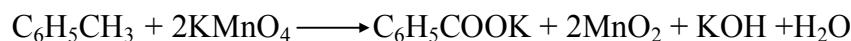
Các đồng đẳng của benzen dễ bị oxy hóa hơn so với benzen. Dưới tác dụng của các chất oxy hóa thông thường thì mạch nhánh bị oxy hóa còn vòng thơm vẫn giữ nguyên.



Khi oxy hóa hidrocacbon thơm có mạch nhánh dài thì chỉ nguyên tử cacbon đính trực tiếp với nhân bị giữ lại và tạo thành nhóm cacboxyl, phần còn lại tạo axit cacboxylic tương ứng.

5.2. Tổng hợp axit benzoic (oxy hóa toluen):

Phương trình phản ứng:



5.2.1. Hóa chất:

- Toluene: 1ml
- KMnO_4 : 2,75gam
- Dung dịch HCl

5.2.2. Dụng cụ:

- Bình cầu đáy tròn cỡ 250ml
- Sinh hàn
- Cốc thủy tinh
- Phễu Bucne, nồi cách thủy

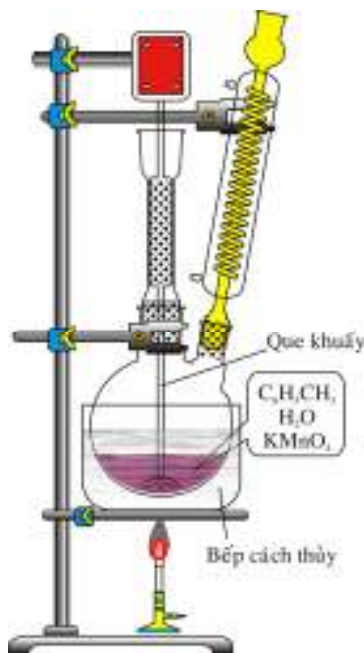
5.2.3. Cách tiến hành:

Cho 1ml toluen và 50ml nước vào bình cầu đáy tròn cỡ 250ml có lắp sinh hàn ngược. Đun nóng bình cầu trên nồi cách thủy. Qua ống sinh hàn cho vào bình phản ứng từng phần 2,75gam KMnO_4 đã được nghiền nhỏ (cho vào trong vòng 1 giờ) đồng thời lắc mạnh. Đun sôi hỗn hợp phản ứng trong 3 giờ cho đến khi dung dịch mất màu của KMnO_4 và phải thường xuyên lắc bình phản ứng hoặc khuấy.

Nếu sau phản ứng, dung dịch còn có màu hồng thì thêm vài giọt ancol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ hoặc một ít tinh thể axit oxalic cho đến khi dung dịch mất màu hoàn toàn.

Để nguội hỗn hợp phản ứng. Lọc bỏ MnO_2 bằng phễu Bucne, rửa kết tủa bằng nước nóng (2 lần, mỗi lần 10ml). Nước lọc thu được cho vào cốc rồi cho bay hơi (trên nồi cách thủy) đến thể tích còn lại khoảng 15-20ml.

Để nguội dung dịch đã cô, axit hóa bằng dung dịch HCl loãng (tỷ lệ 1:1) cho tới phản ứng axit (thử bằng chất chỉ thị). Các tinh thể axit benzoic sẽ tách ra dưới dạng hình vảy. Lọc lấy axit benzoic tách ra bằng phễu Bucne, rửa bằng nước lạnh và làm khô trong không khí. Cân sản phẩm và thử nhiệt độ nóng chảy.



Axit benzoic là chất rắn kết tinh, có nhiệt độ nóng chảy 122°C , ít tan trong nước lạnh, tan tốt trong nước nóng và một số dung môi hữu cơ như benzen, clorofom, axeton, metanol.

5.3. Câu hỏi:

- Vì sao phải thường xuyên lắc bình phản ứng trong quá trình thực nghiệm?
- Sau khi kết thúc phản ứng, nếu dung dịch còn màu hồng, tại sao phải cho C_2H_5OH hoặc axit oxalic vào?
- Có thể tinh chế axit benzoic bằng những cách nào?
- Vì sao khi rửa MnO_2 phải dùng nước nóng, còn khi lọc C_6H_5COOH lại rửa bằng nước lạnh?

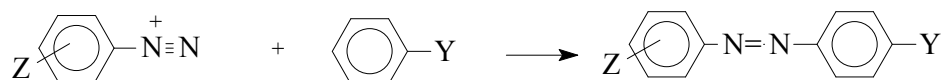
Chương 6

PHẢN ỨNG GHÉP AZO

TỔNG HỢP β -NAPHTOL DA CAM

6.1. Cơ sở lý thuyết:

Phản ứng ghép azo là sự tương tác giữa muối diazoni (gọi là hợp phần diazo) và những hợp chất thơm như amin hoặc phenol (gọi là hợp phần azo) theo cơ chế thể electrophin vào nhân benzen.

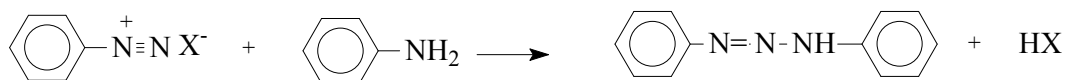


Hợp phần diazo Hợp phần azo

Tốc độ phản ứng ghép azo tăng khi trong hợp chất diazo có nhóm thế hút electron, trong amin hay phenol có nhóm thế đẩy electron và ngược lại.

Phản ứng ghép azo phụ thuộc vào giá trị pH của môi trường: trong môi trường axit mạnh nói chung, phản ứng ghép không xảy ra giữa amin và muối diazoni cũng như phenol. Môi trường bazơ (pH>9) cũng không thích hợp cho phản ứng ghép vì muối diazoni chuyển thành cation diazotat không có khả năng tham gia vào phản ứng ghép. Thực tế phản ứng ghép chỉ xảy ra trong môi trường axit yếu hay trung tính đối với amin (pH=5-7), và trong môi trường bazơ yếu đối với phenol (pH=8-9).

Khi thực hiện phản ứng ghép trong môi trường trung tính hoặc kiềm với hợp phần azo là amin bậc 1 hoặc amin bậc 2 thì sản phẩm tạo thành là hợp chất diazoamino chứ không phải là hợp chất azo:

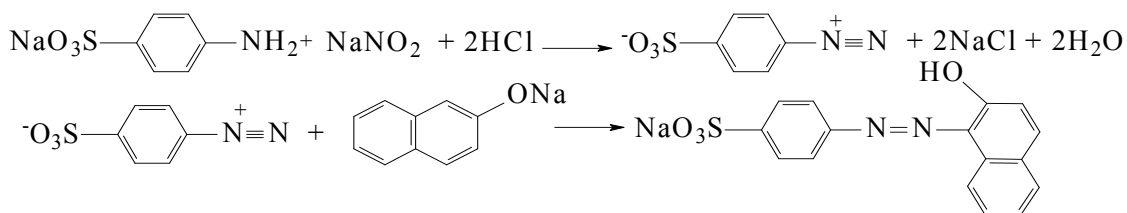


Diazoamonibenzen

Khi có xúc tác axit hoặc đun nóng ở nhiệt độ 30-40°C, phản ứng tạo thành diazoamonibenzen là phản ứng thuận nghịch, đồng phân hóa thành p-aminoazobenzen.

6.2. Tổng hợp β -naphтол da cam:

Phương trình phản ứng



6.2.1. Hóa chất:

- Axit sunfanilic : 2g
- Natri nitrit : 1g

- β -naphtol : 1,8g
- Axit sunfuric đặc : 5ml
- Muối ăn : 15g
- Ancol etylic : 10ml
- Dung dịch NaOH 10% và dung dịch Na_2CO_3 10%

6.2.2. Dụng cụ:

- Cốc thủy tinh cỡ 100ml và 250ml
- Phễu nhỏ giọt, phễu lọc Bucne

6.2.3. Cách tiến hành:

Hòa tan 2g axit sunfanilic vào 4,5ml dung dịch NaOH 10% trong cốc thủy tinh dung tích 100ml (có thể đun nhẹ cho đến khi tan hòa toàn). Pha loãng dung dịch bằng 15ml nước, vừa khuấy, vừa nhỏ từ từ dung dịch gồm 1g NaNO_2 trong 5ml nước. Trong quá trình cho dung dịch NaNO_2 cần phải kiểm tra độ axit của môi trường (pH=1-2) và giữ nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng ở 10-13°C.

Hòa tan ở cốc khác dung tích 250ml 1,8g β -naphtol trong 6ml dung dịch NaOH 10%. Đun nóng nhẹ để β -naphtol tan hoàn toàn, thêm vào đó 20ml nước và làm lạnh toàn bộ dung dịch đến 10°C. Trung hoà dung dịch muối diazoni của axit sunfanilic bằng dung dịch Na_2CO_3 10% đến pH= 4-5.

Sau đó vừa khuấy dung dịch β -naphtolat lạnh vừa cho từ từ dung dịch muối diazoni lạnh vào, đồng thời giữ nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng < 15°C. Trong quá trình phản ứng ghép cần duy trì môi trường kiềm yếu (pH=8,5-9). Nếu pH thấp hơn thì cần điều chỉnh bằng dung dịch NaOH 10%, kết thúc phản ứng hỗn hợp cần dư một ít β -naphtolat.

Khuấy hỗn hợp phản ứng thêm 15 phút để hoàn thành phản ứng ghép đôi. Sau đó toàn bộ khối phản ứng được đun trên nồi cách thủy ở 60 °C để được một dung dịch đồng thể. Lọc nóng dung dịch và cho vào dịch lọc 15g muối ăn tinh khiết, khuấy đều và làm lạnh bằng nước đá. Sau thời gian kết tủa sẽ tách ra, lọc lấy sản phẩm bằng phễu Bucne, ép khô và để khô ngoài không khí.

Sản phẩm được kết tinh lại bằng nước-etanol: hoà tan sản phẩm thô với một lượng vừa đủ nước sôi, lọc nóng, để dịch lọc nguội dần đến 70-80 °C, cho thêm vào đó 10ml ancol etylic và làm lạnh hỗn hợp, sản phẩm sẽ tách ra dưới dạng tinh thể màu da cam.

6.2.4. Chú ý:

- Khi thêm gần hết dung dịch NaNO_2 cần phải kiểm tra sự kết thúc của phản ứng diazo hóa: lấy một giọt hỗn hợp phản ứng và thử bằng giấy KI/hồ tinh bột, nếu trên giấy không xuất hiện màu xanh thì phải tiếp tục thêm dung dịch NaNO_2 vào đến khi thử thấy dư một lượng nhỏ axit nitro.

- Kết thúc phản ứng ghép cần phải dư một ít β -naphtolat bằng cách: nhỏ một giọt dung dịch muối diazoni của p-nitroanilin, nếu vùng giao nhau của hai vệt loang có màu da cam chứng tỏ hỗn hợp phản ứng đã có dư β -naphtolat.

6.3. Câu hỏi:

- Vì sao phải hòa tan axit sunfanilic, β -naphtol vào NaOH?
- Để thử NaNO_2 dư phải dùng giấy KI/hồ tinh bột, hiện tượng nào để nhận biết, viết phương trình phản ứng.
- Vì sao phải thực hiện phản ứng ghép ở pH= 8,5-9?

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Văn Tòng, *Thực hành Hóa hữu cơ -Tập 2*, NXB Giáo dục, năm 1996.
2. Ngô Thị Thuận (chủ biên), *Thực tập Hóa học hữu cơ*, NXB Đại học Quốc Gia Hà Nội, năm 1999.
3. Sách Đại học Sư phạm, *Thực hành Hóa học hữu cơ- Tập 1, Tập 2*.
4. Ray Q. Brewster, Calvin A. Vanderwerf, William E. McEwen, *Unitized Experiments in Organic Chemistry*, D. Van Nostrand Company.
5. John C. Gibert, Stephen F. Martin, *Experimental Organic Chemistry*, Saunders College Publishing- 1998.