



دانشکده علوم پایه

دستور کار

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

تهیه و تنظیم: ملیحه کسری

مهرماه ۱۳۹۵

مقررات آزمایشگاه شیمی آلی

- 1) سر ساعت مقرر به آزمایشگاه وارد شوید.
- 2) بدون روپوش وارد آزمایشگاه نشوید.
- 3) در صورت غیبت در آزمایشگاه، نمره‌ی آن جلسه صفر در نظر گرفته می‌شود.

- (4) از گذاردن هر گونه وسیله‌ی شخصی از قبیل دفتر یادداشت و روپوش در آزمایشگاه خودداری کنید.
- (5) به نکته‌هایی که در رابطه با انجام آزمایش به شما تذکر داده می‌شود، توجه ویژه‌ای مبذول دارید.
- (6) کار کردن با مواد شیمیایی را شوخی نگیرید.
- (7) از دهانه‌ی لوله‌ای که در حال جوشیدن است، هیچ‌گاه به درون لوله نگاه نکنید و دهانه‌ی لوله را نیز به طرف دیگران نگه ندارید.
- (8) از تبخیر محلول دارای اتر، به وسیله‌ی حرارت مستقیم خودداری نمایید.
- (9) هیچ وقت درب شیشه‌ی اتر و حلال‌های قابل اشتعال را باز نگذارید.
- (10) محلول سیانور را با پیپت نکشید و همیشه برای برداشتن از پوار استفاده کنید.
- (11) اثر سوزندگی فنل را بر پوست بدن با مالش آمونیاک برطرف کنید.
- (12) چنانچه اسیدی به دهان یا بدن شما رسید، آن را با سدیم بی کربنات یا آب آهک، فوراً بی اثر کنید.
- (13) در این قبیل موارد و سایر موارد، فوراً به مسئول آزمایشگاه مراجعه نمایید.
- (14) محتویات لوله‌های آزمایش و ظرف‌های دیگر را در سینک داخل هود بریزید.
- (15) آزمایشگاه را جدی بگیرید. هرگز در آزمایشگاه با دوستان خود شوخی نکنید.
- (16) هر دانشجو در هنگام کار آزمایشگاهی، نباید مزاحم دانشجویان دیگر شود.
- (17) در مواقع ضروری حتماً از عینک ایمنی استفاده کنید.
- (18) هنگام کار کردن با مواد شیمیایی، از دستکش ایمنی استفاده کنید. در صورتی که به پوست شما آسیب رسید، فقط خودتان مقصر هستید. دستکش ایمنی مورد نیاز را هر دانشجو باید تهیه نماید.
- (19) هنگام حادثه (از قبیل آتش سوزی، تماس بدن با مواد سمی و سوزنده) خود را نبازید.
- (20) رعایت نکات ایمنی از اصول اولیه در آزمایشگاه است.
- (21) به دوستان خود گوشزد نمایید که وقتی مشغول آزمایش هستید، به سراغ شما نیایند؛ زیرا نظم آزمایشگاه مختل و وقت شما گرفته می‌شود.
- (22) برای رسیدن به نتیجه‌ای درست و دقیق، مرتب و تمیزکار باشید.
- (23) قبل از شروع هر آزمایش، آزمون گرفته می‌شود.

24) هنگام ترک آزمایشگاه میز کار خود را تمیز و شیشه های محتوی مواد را در جای خود بگذارید.

25) نظم و نظافت، نشانه‌ی شخصیت شما است.

مفاهیم اساسی و پیش نیاز ایمنی در آزمایشگاه

تمامی افرادی که در آزمایشگاه های شیمی کار می کنند، باید همواره نکته های مهم زیر را به خاطر داشته باشند و موارد ایمنی را به دقت رعایت کنند. لازم به توضیح است که موارد زیر کلی و عمومی می باشد و رعایت نکته های ایمنی دیگری نیز لازم خواهد بود.

1) دانستن احتیاط های ایمنی لازم در آزمایشگاه و کمک های اولیه در موارد آسیب دیدگی.

2) دانستن جای قفسه ی کمک های اولیه ، شماره ی تلفن اورژانس و آتش نشانی.

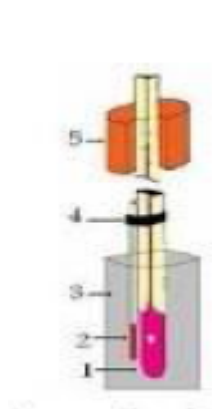
- (3) دانستن طرز استفاده ی صحیح از ماسک های گازی و دستکش های لاستیکی.
- (4) استفاده از عینک ایمنی در آزمایشگاه و هنگام کار.
- (5) استفاده از روپوش آزمایشگاهی در هنگام کار.
- (6) دانستن جای کپسول های آتش نشانی و نحوه ی کار با آن ها.
- (7) چراغ های گاز باید دارای لوله و اتصالات مطمئن بوده، دور از دسترس نباشند و روشن نگه داشته شوند.
- (8) سیلندرهای گاز در مواقع غیر لازم از محل شیر اصلی سرسیلندر بسته شود.
- (9) آگاهی و رعایت مقررات به کارگیری مواد قابل اشتعال ، سمی ، سرطان زا و موادی که دارای پراکسید است.
- (10) اگر ماده ای را نمی شناسید، به آن دست ننزید ، رعایت دقت را در موقع استفاده از مواد به کار ببرید.
- (11) عدم انجام آزمایش های خطرناک در تعطیلات و یا اوقات غیر رسمی و در زمان هایی که کسی در آزمایشگاه حضور ندارد . هرگز نباید در آزمایشگاه به تنهایی کار کرد.
- (12) در هنگام استفاده از مواد آتش گیر، نهایت دقت، به کار برده شود.
- (13) اگر قرار است یک آزمایش به حال خود رها وآزمایشگاه ترک شود، برای جلوگیری از سررفتن مایعات ، پارگی شیلنگ آب در اثر تغییر فشار، هم چنین آتش سوزی که ممکن است در اثر قطع برق روی دهد، احتیاط های لازم را به عمل آورید.
- (14) منظم و مرتب بودن در هر شرایطی بسیار مهم است . تمیزبودن و گذاشتن هر چیز سر جای خود، باعث کاهش حوادث احتمالی در آزمایشگاه می شود.
- (15) برای برداشتن مواد از داخل شیشه، همیشه آن را از جهت مخالف برچسب کج کنید، تا اگر قطره هایی از محلول به پشت شیشه بریزد، به نوشته های روی شیشه صدمه ای نزند. برچسب های شیشه باید به دقت خوانده شوند تا به طور اشتباهی موادی که ممکن است تولید گرمای زیاد و انفجار کنند، روی هم ریخته نشوند.
- (16) در موقع بازکردن در شیشه های محتوی مواد فرآر، صورت خود را مقابل دهانه ی شیشه نگیرید و بلافاصله در آن ها را ببندید تا فضای آزمایشگاه آلوده نگردد.
- (17) برای بررسی اثر شناساگر بر روی مواد مورد آزمایش، همیشه بر روی مقدار کم از ماده انجام دهید.

- 18) هیچ گاه بیش از دو سوم لوله ی آزمایش را مایع نریزید .در موقع حرارت دادن لوله ی آزمایش، باید آن را به وسیله ی گیره بگیرید و به طور مایل روی شعله نگاه دارید .به طور مرتب چرخانده و کمی بالا و پایین بیاورید .عدم رعایت دستور فوق، باعث جهش مایع از داخل لوله به بیرون می شود.
- 19) دقت کنید روی لوله ی آزمایش و یا هر ظرف دیگری را که می خواهید حرارت دهید، مرطوب نباشد .بشر و ارلن را برای حرارت دادن روی توری فلزی قرار دهید.
- 20) هیچ وقت محلول سدیم هیدروکسید، پتاسیم هیدروکسید، کربنات های قلیایی یا جامد آنها را در ظرف های شیشه ای حرارت ندهید؛ زیرا این عمل باعث حل شدن تدریجی شیشه و سرانجام سوراخ شدن می شود؛ برای نگهداری این مواد از شیشه هایی با در پلاستیکی استفاده نمایید.
- 21) هیچ وقت محلولی را در ظرف سر بسته حرارت ندهید .در موقع حرارت در ظرف را بردارید.
- 22- برای حرارت دادن اسید، تیزاب، مواد سمی و کار با سیانید در محیط اسید، حتماً باید از هود استفاده شود.
- 23) نمک های جیوه و آمونیم را هیچ وقت خشک حرارت ندهید؛ زیرا به علت فرآر بودن متصاعد خواهند شد.
- 24) همیشه برای رقیق کردن اسیدها، به ویژه سولفوریک اسید که با حرارت زیاد توأم است ، باید اسید را قطره قطره و با احتیاط بر روی آب ریخت . در ضمن احتیاط شود ظرف اسید در داخل یخ قرار گیرد و در هنگام افزایش اسید، محلول به طور مرتب هم زده شود.
- 25) در موقع جوشاندن محلول ها برای جلوگیری از بیرون پاشیدن ناگهانی مواد، از تعدادی سنگ جوش در داخل ظرف استفاده کنید.
- 26) برای استفاده از چراغ گاز، ابتدا باید کبریت یا فندک روشن شود و سپس با باز کردن تدریجی شیر گاز و تنظیم دریچه ی هوا، چراغ گاز را روشن کرد .دریچه باید طوری تنظیم شود که رنگ شعله آبی باشد و از روشن گذاشتن چراغ گاز برای مدت طولانی خودداری گردد.
- 27) اگر چراغ گاز خاموش شود و شیر گاز باز بماند، بسیار خطرناک است .زیرا علاوه بر وجود ترکیب های سمی در گاز، مانند کربن دی اکسید که باعث سر درد و مسمومیت می شود، با رسیدن شعله یا جرقه ی الکتریکی انفجار صورت خواهد گرفت . در این صورت بلافاصله شیر گاز اصلی را ببندید.

- (28) مایعاتی را که دارای دمای جوش پایین هستند، مانند اتر و کربن دی سولفید، به وسیله ی حمام بخار آب حرارت دهید و هیچ گاه مستقیم حرارت ندهید چون باعث انفجار می شود.
- (29) اگر پرکلریک اسید غلیظ بر روی مواد آلی یا چرب بریزد، امکان دارد باعث اشتعال شود. بنابراین لازم است شیشه ی محتوی این اسید دور از مواد آلی قرار داده شود.
- (30) در موقع کار با دستگاه های اندازه گیری دقیق و دستگاه های الکتریکی، دقت زیاد لازم است. توجه کامل داشته باشید که اگر یکی از کوچک ترین اجزای این دستگاه ها شکسته شوند، دیگر قابل استفاده نیستند و این گونه دستگاه ها نباید زیاد به برق متصل باشند.
- (31) موادی که در اثر ماندن در آن ها پراکسید ایجاد می شود، باید دور از نور و در شیشه های قهوه ای رنگ نگهداری شوند.
- (32) در موقع کار با پیپت مواظب باشید مواد اسیدی یا سمی و خطرناک وارد دهان شما نشود، بلکه برای برداشتن این گونه مواد می توان از استوانه ی مدرج، بورت و یا پوآر استفاده نمود.
- (33) مواد شیمیایی خطرهای زیانباری می رسانند. پس کار کردن با مواد شیمیایی را هرگز شوخی نگیرید و به فکر سلامتی خود باشید که آسیب های آن غیر قابل جبران می باشد.
- (34) هنگامی که با مواد شیمیایی کار می کنید، چیزی نخورید و نیاشامید. از کشیدن سیگار در محیط آزمایشگاه به طور جدی خودداری نمایید و هرگاه کوچک ترین علامت بیماری در خود مشاهده کردید، فوراً به پزشک مراجعه کنید.
- (35) اگر در هنگام کار موادی روی زمین ریخته شد و یا وسیله ی شیشه ای شکسته شد یا در هنگام کار با دستگاه مشکلی به وجود آمد، به سرعت موضوع را با شجاعت و درایت تمام با مسئول آزمایشگاه در میان بگذارید تا از بروز خطرهای احتمالی جلوگیری به عمل آید.

تعیین نقطه ذوب (MELTING POINT)

آزمایش اول



تئوری:

تعیین نقطه ذوب یکی از ثابت های فیزیکی ترکیبات آلی است که برای تشخیص و تعیین درجه خلوص مواد آلی جامد مورد استفاده قرار می گیرد زیرا هر ترکیب آلی جامد در شرایط متعارفی نقطه ذوب مشخصی دارد و ندرتاً دو ترکیب پیدا می شوند که نقطه ذوب یکسان داشته باشند. اگر یک ترکیب جامد حرارت داده شود بسته به نوع بلور در دمای معینی انرژی حرارتی داده شده بر انرژی شبکه ای بلور غلبه کرده و باعث ذوب شدن ترکیب می شود. نقطه ذوب یک جسم درجه حرارتی است که در آن فازهای جامد و مایع تغییر درجه حرارت با هم در تعادلند. چنانچه در نقطه ذوب به مخلوط فازهای جامد و مایع یک جسم خالص حرارت داده شود ازدیاد درجه حرارت صورت نمی گیرد تا تمام جامد به مایع تبدیل شود و چنانچه از این مخلوط حرارت گرفته شود درجه حرارت کاهش نمی یابد تا تمام مایع به جامد تبدیل شود. بنابراین نقطه ذوب و انجماد یک جسم خالص یکسان است.

دامنه نقطه ذوب

دمایی است که ترکیب شروع به مایع شدن می کند تا دمایی که کاملاً بصورت مایع در می آید. دامنه ذوب ترکیبات خالص معمولاً بین ۱ تا ۲ درجه سانتیگراد می باشد و ترکیب خیلی خالص دامنه ذوب ۰/۵ یا کمتر دارد. باید توجه داشت که بعضی از ترکیبات بطور استثناء حتی اگر چه خالص باشند ممکن است دامنه ذوب وسیعی داشته باشند، اما عمومیت ندارد.

نمونه های ناخالص از یک ترکیب در دماهای پایینتر و در یک دامنه دمایی وسیع تر ذوب می گردند. مثلاً اگر A خالص در ۱۵۰ و B خالص در ۱۲۰ ذوب می شوند مخلوط هایی از A با مقادیر جزئی B در دمای کمتر از ۱۵۰ و مخلوط هایی از B حاوی مقدار کمی از A در زیر ۱۲۰ ذوب خواهند شد. افزایش یک ناخالص به جسم ذوب شده باعث کاهش کسر مولی آن گردیده و فشار بخار بالای جسم را کاهش می دهد. عوامل متعددی باعث ایجاد خطا در تعیین نقطه ذوب می گردند که عبارتند از سریع حرارت دادن، دقیق نبودن دماسنج و اثرات ناخالصی. در حرارت های بالا خطای حاصل از تصعید ممکن است عملاً خطای بسیار زیادی را سبب شود.

محدوده نقطه ذوب

- اولین نقطه (دمای پایین) دمایی است که اولین قطره مایع در بین کریستالها تشکیل می شود.
- نقطه دوم (دمای بالا) دمایی است که کل توده جامد به مایع شفاف تبدیل می شود.

کاربرد نقطه ذوب

- شناسایی مواد
- اثبات خلوص ماده

دو ترکیب که نقطه ذوب یکسان داشته باشند، احتمالاً یک ترکیب هستند. از این رو با اندازه گیری نقطه ذوب یک ترکیب خالص مجهول و مراجعه به کتب مرجع می توان ترکیب مجهول را شناسایی کرد. تغییرات فشار محیط بر روی نقطه ذوب، تأثیر قابل ملاحظه ای ندارد، زیرا مواد جامد دارای فشار بخار ناچیزی می باشند. ناخالصی های فرار و غیر فرار، سبب پایین آمدن دمای ذوب می شوند. لذا از این خصوصیت می توان برای تعیین خلوص مواد جامد معلوم، استفاده کرد

تصحیح دمای ذوب ناشی از خطای دماسنج

به طور معمول انتظار می رود دمای ذوب به دست آمده ی یک ترکیب با دمای ذوب آن جسم که در جدول ها و کتاب های مرجع. (Hand Book) موجود است، مطابقت داشته باشد. چنانچه تفاوت در حدود 2-1 درجه باشد، قابل قبول است نمی توان گفت خطای بیش از این مقدار، حتماً به علت انجام نادرست آزمایش تعیین دمای ذوب است (اگرچه یکی از خطاهای مهم در تعیین دمای ذوب، خطای شخص آزمایش کننده است). بلکه ممکن است به دو دلیل این خطا ناشی از دماسنج باشد؛ یکی این که درجه را درست نخوانده باشید و دیگر این که دماسنج، دمای واقعی را به درستی نشان ندهد.

به منظور حصول اطمینان از صحت کار دماسنج، بهتر است دماسنج را قبل از آزمایش تنظیم کنید (کالیبره کردن دماسنج)؛ به این ترتیب که: مخلوطی از آب مقطر و یخ خرد شده را در یک بشر بریزید و خوب بهم بزنید سپس دماسنج را درون مخلوط قرار دهید و تا رسیدن به دمای ثابت به همین حال نگه دارید و دمای ثابت را یادداشت کنید که باید صفر (0) باشد.

دمای ذوب را عمدتاً به دو طریق زیر تعیین می کنند:

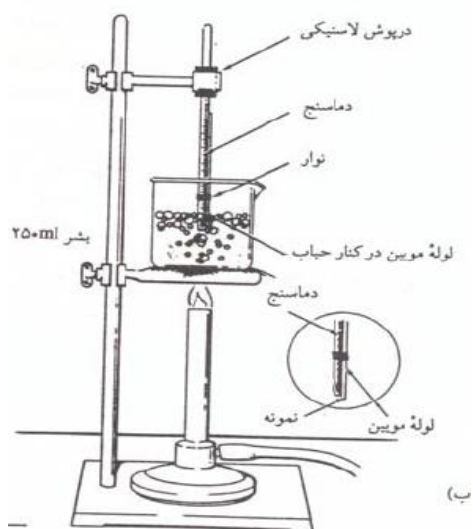
(1) لوله موئین (2) دستگاههای اندازه گیری دقیق میکروسکوپ

وسایل آزمایش: لوله موئین - دماسنج - حمام روغن - نخ - گیره و پایه - ماده جامد

روش کار تعیین نقطه ذوب با استفاده از لوله موئین:

برای اندازه گیری نقطه ذوب با لوله موئین از گرم کن های گوناگونی استفاده می شود. این گرم کن ها از یک بشر ساده که محتوی مایعی با نقطه جوش بالا است (در مواردی که مواد نقطه ذوبشان بالاتر از نقطه جوش آب است از حمام آب استفاده نکرده و از حمام پارافین استفاده می کنیم) و با چراغ گاز گرم و با دست همزده میشود، درون یک بشر 250 میلی لیتری به اندازه $\frac{2}{3}$ حجم آن

روغن گلیسرول یا پارافین بریزید و در مرحله بعد یک لوله موئین برداشته و یک طرف آن را بر اثر حرارت ببندید. مطمئن شوید که حتماً بسته شده است. حدود 0/1 گرم از جسم جامدی را که می خواهید نقطه ذوب آن را اندازه بگیرید بصورت پودر درآورده و وارد لوله موئین کنید. برای وارد کردن پودر جسم مورد آزمایش، لوله موئین را به صورت معکوس و عمودی در پودر جسم وارد کنید و برای اینکه جسم به خوبی به ته لوله موئین برسد لازم است چند بار انتهای بسته آن را روی میز بزنید. می توانید از یک لوله شیشه ای استفاده کنید و آن را بطور عمودی روی میز گرفته و لوله موئین را از بالای این لوله رها کنید در این صورت جسم به ته لوله موئین رفته و زمانی که ارتفاع پودر حدود 3 میلی متر یا کمی بیشتر شد آن را طوری به ترموتر ببندید که قسمت حاوی پودر با مخزن جیوه ای در تماس باشد. ترموتر را در حمامی که به این منظور آماده کرده اید قرار دهید.



محل بسته شدن لوله موئین باید خارج از سطح مایع حمام باشد و مخزن جیوه ای با ته یا جدار حمام در تماس نباشد. حمام را حرارت دهید تا دمای آن به سرعت بالا رفته و جسم داخل لوله موئین ذوب شود. نقطه ذوب را یادداشت نمایید. این نقطه ذوب، دقیق نیست و برای تعیین دقیق آن، یکبار دیگر از این جسم نقطه ذوب بگیرید، این بار حمام را حرارت داده تا دمای آن به سرعت بالا رفته و به حدود 15 درجه قبل از دمای ذوب که رسید شعله را طوری تنظیم کنید که در هر دقیقه 2 درجه، دما افزایش یابد. دمایی که جسم شروع به ذوب شدن می کند و نیز درجه حرارتی را که ماده کاملاً ذوب می شود. و بصورت مایع درآید را یادداشت کنید. یعنی حدود نقطه ذوب را بدست آورید برای یک جسم خالص شده یا گازی از آن خارج شده حدود نقطه ذوب 0/5 تا 1 درجه است. اگر تفاوت از این مقدار بیشتر باشد جسم در اثر حرارت تجزیه هر دانشجو، ابتدا نقطه ذوب 2 نمونه معلوم را

اندازه گیری کرده و سپس، نقطه ذوب یک جسم مجهول را نیز تعیین می‌کند. دمای بدست آمده را با اعداد جدول مقایسه کنید نام جسم و نقطه ذوب بدست آمده را گزارش نمایید. برای اطمینان از اینکه مجهول شما همان ترکیب معلوم جدول می‌باشد، یک نقطه ذوب مخلوط بگیرید. بدین ترتیب که مقدار کمی از بلورهای مجهول خود را بر روی کاغذی تمیز بریزید سپس به همان اندازه از جسم معلومی که حدس می‌زنید جسم مورد نظر باشد به آن اضافه کرده و خوب مخلوط کنید و از آن نقطه ذوب بگیرید. اگر نقطه ذوب تغییر نکرد جسم پیش بینی شده مورد تایید قرار می‌گیرد.

(نقطه ذوب تعدادی از اجسام آلی)

نام ترکیب	نقطه ذوب ($^{\circ}\text{C}$)
آسپرین	۱۳۵-۱۳۶
آنترانیلک اسید	۱۴۴-۱۴۵
بی فنیل	۶۹-۷۰
بنزوفنون	۴۰-۵۰
بنزوئیک اسید	۱۲۰-۱۲۲
بنزوئین	۱۳۶-۱۳۷
مندلیک اسید	۱۱۷-۱۱۸
پالمیتیک اسید	۵/۵-۶۳/۶۲
رزوسینول	۱۱۰-۱۱۱
سوکسینامید	۱۲۴-۱۲۶
سینامیک اسید	۱۳۲-۱۳۳
اوره	۵/۷-۱۳۲/۱۳۲
استانیلید	۱۱۳-۱۱۴
β -نفتول	۱۲۱-۱۲۲
نفتالین	۸۰-۸۲
سالیسیلیک اسید	۱۵۶-۱۵۸

سوالات:

(۱) منظور از کالبره کردن دماسنج چیست؟

(۲) نمونه جامد را قبل از ورود به لوله مویین روی شیء مناسبی بصورت پودر در می آورند ، چرا کاغذ صافی برای این کار مناسب نیست؟

(۳) سه لوله آزمایش دارای بر چسب های A , B , C حاوی موادی با نقاط ذوب تقریباً یکسان هستند چگونه می توان ثابت کرد که این لوله ها حاوی ۳ ترکیب شیمیایی متفاوتند ؟

(۴) نقطه اوتکتیک چه نقطه ای است توضیح دهید؟

boiling point

تعیین نقطه جوش (bp)

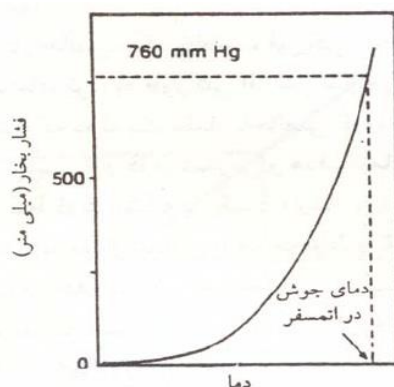
آزمایش دوم

تئوری:

فشار بخار مایعات، بر اثر گرم شدن آنها زیاد می شود تا حدی که فشار بخار مایع برابر فشار محیط می شود. در این حالت جوشیدن مایع قابل رؤیت است. این دما را نقطه جوش یا دمای جوش می نامند. معمولاً نقطه جوش در فشار 760 mmHg (یک اتمسفر) اندازه گیری می شود. هر گونه تغییر در فشار سبب تغییر نقطه جوش می شود. با کاهش فشار، نقطه جوش نیز پایین می آید زیرا انرژی گرمایی کمتری برای برقراری تعادل بین فشار بخار مایع و فشار محیط (که کم شده) لازم است، نقطه جوش در فشار یک اتمسفر را نقطه جوش عادی (نرمال) می گویند.

چون نقطه جوش متناسب با فشار است، بنابراین چنانچه نقطه جوش در فشارهای غیر از یک اتمسفر تعیین شده باشد، باید فشار ذکر شود. فشار بخار به درجه حرارت بستگی دارد. با توجه به منحنی فشار بخار برحسب دما برای آب (شکل 3) ، آب در دمای انجمادش فشار بخار کمی دارد.

(4-6) میلی متر جیوه؛ ولی با افزایش درجه حرارت، فشار بخار نیز افزایش می یابد



نقطه جوش مایع خالصی که در طول عمل جوشیدن تجزیه نمی‌شود، دقیق و در تمام مدت جوش ثابت است. تعیین نقطه جوش (bp) با دو روش به آسانی امکان پذیر است. استفاده از این دو روش به مقدار ماده موجود بستگی دارد.

(۱) چنانچه مایع به مقدار کافی یا زیاد در دسترس باشد، نقطه جوش آن را می‌توان به روش تقطیر ساده و به کمک دماسنج تعیین کرد.

(۲) در صورتی که مقدار مایع کم باشد، از روش نقطه جوش میکرو استفاده می‌شود.

عوامل مؤثر بر دمای جوش به طور خلاصه عبارتند از:

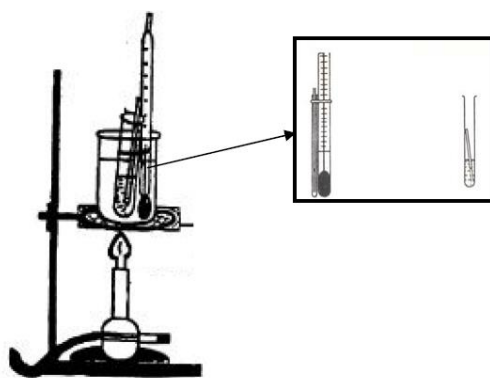
- (1) فشار وارد بر سطح مایع که با دمای جوش نسبت مستقیم دارد.
- (2) جرم مولکولی که در مورد هر دسته از ترکیب‌ها با افزایش جرم مولکولی، دمای جوش نیز افزایش می‌یابد.
- (3) ایجاد پیوندهای بین مولکولی مانند پیوند هیدروژنی که سبب افزایش دمای جوش می‌گردد.
- (4) استخلاف اتم یا گروه‌های اتمی به جای هیدروژن، سبب افزایش دمای جوش می‌گردد.
- (5) وجود شاخه در ترکیب‌ها، به طور معمول سبب کاهش دمای جوش نسبت به ترکیب بدون شاخه می‌گردد.
- (6) اثر ناخالصی‌ها روی دمای جوش به شدت تابع نوع ماده‌ی آلوده‌کننده است. اگر باقی‌مانده‌ی حلال‌های زود فرآر موجود باشند، اثرهای قابل ملاحظه‌ای مشاهده می‌شود. برعکس اضافه کردن ماده‌ای با همان دمای جوش (در حالت ایده‌آل) هیچ تأثیری ندارد. اغلب مقدار جزیی ناخالصی روی دمای جوش کم‌تر از دمای ذوب اثر می‌گذارد.

تصحیح دمای جوش

دمای جوش، یک ثابت فیزیکی مشخص است که در شناسایی مایعات استفاده‌ی زیادی دارد. اگرچه ناخالصی موجود، موجب کاهش یا افزایش دمای جوش مشاهده شده‌ی مایع می‌گردد، اما اندازه‌گیری دمای جوش برای تخمین خلوص مایع به دلیل وابستگی آن با تغییرات فشار و حساسیت متناوب هر مایع نسبت به ناخالصی، در مقایسه با نقش اندازه‌گیری دمای ذوب جامد برای تخمین خلوص آن، ناچیز و از اهمیت کم تری برخوردار است. به دلیل وابستگی شدید دمای جوش با فشار محیط در اندازه‌گیری دمای جوش، فشار محیط نیز باید ثبت گردد. دمای جوش مایعات در متون شیمی در فشار 760 میلی‌متر جیوه گزارش می‌شود؛ بنابراین لازم است تا با توجه به میزان اختلاف فشار نسبت به فشار استاندارد دمای جوش اندازه‌گیری شده تصحیح شود.

روش کار تعیین نقطه جوش به روش میکرو

در این روش از لوله آزمایشی به قطر داخلی 5 میلی‌متر و طول تقریبی 12 سانتی متر استفاده می‌شود. مقداری از مایع مورد نظر (0/2 تا 0/5 میلی لیتر) را به وسیله پی پت یا قطره چکان به درون لوله آزمایش می‌ریزیم. سپس لوله موئینی را که یک انتهای آن مسدود شده است بطور واژگون از انتهای باز آن به درون لوله آزمایش انداخته و بعد این لوله را به وسیله ی نخ یا نوار لاستیکی به دماسنج به نحوی می‌بندیم که انتهای لوله و دماسنج در یک سطح باشند.



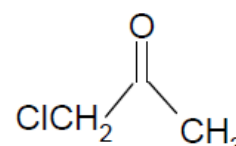
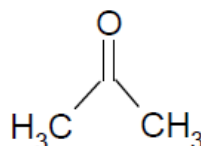
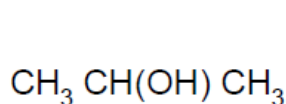
این مجموعه را در حمام روغن قرار می‌دهیم و به آرامی گرم می‌کنیم. پس از مدتی گرم کردن، جریان منظم و یکنواختی از حباب هوا از انتهای لوله موئین خارج می‌شود. در این مرحله حرارت را قطع می‌کنیم و ملاحظه می‌شود که جریان حباب هوا قطع

می‌شود و سپس مقداری از مایع وارد لوله ی مویین می‌شود. در این لحظه عدد دما را خوانده و ثبت می‌کنیم. این دما نقطه جوش مایع است. در توضیح این فرایند باید گفت که در طول عمل گرم کردن اولیه ، هوای موجود درون لوله ی مویین منبسط می‌شود و در صورت افزایش فشار بخار مایع به مقدار کافی ، مایع شروع به جوشیدن می‌کند ، که بر اثر آن ، هوای لوله مویین به صورت حباب های منظم از آن خارج می‌شود. به محض اینکه گرما را قطع کنیم ، فشار بخار مایع پایین می‌آید ، بطوری که بتدریج از فشار محیط کمتر می‌شود ، و دقیقاً در همین مرحله مقداری از مایع به درون لوله ی مویین کشیده می‌شود ؛ دمایی که در این لحظه می‌خوانیم ، دمای جوش مایع است. در تعیین نقطه جوش به روش میکرو مشکلاتی به شرح ذیل پیش می‌آید : ۱- چون مقدار مایع اندک است ، در صورت افزایش ناگهانی گرما احتمال بخار شدن آن وجود دارد ، و یا اینکه ممکن است نقطه جوش بدست آمده بیشتر از مقدار واقعی باشد. ۲- اگر گرم کردن کافی نباشد، در نزدیکی نقطه جوش، در صورت گرما ، ممکن است مایع از لوله آزمایش ، وارد لوله مویین شود ، زیرا در این لحظه فشار بخار مایع پایین تر از فشار هواست. نقطه جوش بدست آمده در این روش ، به علت تجربه ناکافی آزمایش کننده و خطای چشم ، تقریبی و غالباً کمتر از مقدار واقعی است.

سوالات:

- ۱) توضیح دهید که چرا با فرا رسیدن نقطه جوش ازدیاد مشخصی در سرعت خروج حباب از انتهای لوله مویین مشاهده می‌شود؟
- ۲) اثر یک ماده محلول غیر فرار مانند نمک در نقطه جوش محلول چیست؟ اثر یک ماده نامحلول نظیر ماسه یا ذغال فعال چطور؟
- ۳) به منظور تعیین دمای جوش به روش میکرو، دمای دقیق چه هنگامی خوانده می‌شود؟ بحث کنید.
- ۴) هر یک از این موارد چگونه بر دمای جوش اثر می‌گذارد؟ جرم مولکولی، استخلاف و ناخالصی غیرفرار
- ۵) دمای جوش مایعی در کنار دریا 270 درجه ی سانتیگراد است .اگر فشار به یک پنجم کاهش یابد، دمای جوش این مایع چه تغییری می‌کند؟

۶) مایعات زیر را به ترتیب افزایش دمای جوش مرتب کنید و دلایل خود را توضیح دهید



- ۷) دانشجویی قصد داشت دمای جوش یک مایع مجهول را اندازه گیری نماید .در هنگام انجام آزمایش، در حالی که مایع مجهول داخل لوله ی آزمایش در حال جوشیدن بود، هیچ حبابی از انتهای لوله ی مویین خارج نمی‌شد .این نتیجه را توجیه کنید.

۸) یک مایع مشخصی در دمای ثابتی می جوشد؛ آیا می توان گفت به دلیل ثابت بودن دمای جوش، این مایع خالص است؟ توضیح دهید.

تعیین محدوده PH

آزمایش سوم

تئوری:

برای بیان خاصیت اسیدی یا بازی یک محلول به جای اینکه غلظت واقعی یون H^+ را به کار ببریم از Log غلظت با علامت منفی استفاده می کنیم که PH نامیده می شود. بنابراین PH منفی لگاریتم غلظت یون هیدروژن است.

$$PH = -\log [H^+]$$

می دانید که آب به مقدار بسیار کم یونیزه می شود. $H_2O \rightleftharpoons H^+ + OH^-$ با استفاده از قانون اثر غلظت و با ثابت فرض کردن غلظت آب، خواهیم داشت.

$$K_{H_2O} = \frac{[H^+][OH^-]}{[H_2O]} [H^+][OH^-] = K_{H_2O} = 10^{-14}$$

و چون مقدار یون های H^+ و OH^- حاصل از تجزیه جزئی آب برابر است، داریم:

$$[H^+] = [OH^-] = 10^{-7}$$

$$PH = -\log[H^+] = -\log(10^{-7}) = -(-7) \quad PH = 7$$

اگر $PH < 7$ باشد محیط اسیدی و چنان چه $PH > 7$ باشد، محیط بازی خواهد بود. تعیین PH در بسیاری از صنایع به عنوان یک عامل کنترل کننده برای محصول واسطه یا محصول نهایی نقش مهمی دارد.

برای تعیین PH محلولها می توان از دستگاه PH متر، کاغذ شناساگر و محلول شناساگرهای رنگین (اندیکاتورها) استفاده کرد.

دستگاه PH متر : دستگاهی است الکتریکی که با قرار دادن الکترودهای آن در محلول می توان PH را روی صفحه مدرج دستگاه خواند.

کاغذ شناساگر : نوار کاغذی باریکی است که به محلول یکی از شناساگرها مانند تورنسل (لیتموس) و یا محلول مخلوطی از چند شناساگر رنگی (مانند کاغذ یونیورسال ، universal) آغشته شده و با قرار دادن آن در محلولها با PH های مختلف به رنگ های متفاوت در می آید. از مقایسه رنگ حاصل با جدول رنگی همراه کاغذ می باشد ، می توان حدود PH محلول را تعیین کرد. کاغذهای PH انواع مختلفی دارند که نشان دهند. محدوده هایی متفاوت از PH می باشند.

محلول های شناساگر : شناساگرهای رنگی اسیدهای ضعیف و یا بازهای ضعیف با ساختمان پیچیده هستند ، که در محلول با تغییر PH تغییر رنگ می دهند.

با افزایش اسید یا باز به این مواد، نسبت دو فرم رنگی آن ها تغییر می کند و موجب تغییر رنگ محلول می شود. بنابراین یا تغییر غلظت H^+ ، شناساگرها به رنگ های متفاوت در می آیند و براساس همین تغییر رنگ می توان غلظت H^+ و در نتیجه PH محلول را تعیین کرد . چنان چه علامت HIn را برای شناساگری مانند فنل فتالئین در نظر بگیریم ، واکنش تعادلی یونیزاسیون آن بصورت زیر است .



فرم رنگی فرم بی رنگ

حال با توجه به اصل لوشاتلیه، افزایش غلظت H^+ این تعادل را سمت چپ (واکنش 2) جابجا می کند. در نتیجه غلظت فرم بی رنگ افزایش می یابد و رنگ فرم بی رنگ مشاهده می شود. از طرف دیگر، کاهش غلظت H^+ (افزایش غلظت OH^-) واکنش را به سمت راست (واکنش 1) جابجا می کند، در نتیجه فرم رنگی افزایش می یابد و محلول قرمز می شود. هر شناساگر دارای یک محدوده (دامنه) مشخص PH برای تغییر رنگ است که به غلظت فرم مولکولی و فرم یونی شناساگر یا به عبارت دیگر به PH محیط بستگی دارد. شناساگرها، اسید و یا باز ضعیف هستند و چون شدیداً رنگی هستند در هر اندازه گیری لازم است بیش از چند

قطره از محلول رقیق آنها بکار برده نشود. از این رو ، با افزودن یک شناساگر قدرت اسیدی محلول مورد آزمایش بطور موثر تغییر نخواهد کرد.

در جدول زیر ، تعدادی از شناساگرهای رنگی ، با محدوده تغییر رنگ آن ذکر شده است.

شناساگرها	رنگ اسیدی	محدوده PH برای تغییر رنگ	رنگ بازی
متیل اورانژ	قرمز	۴/۳-۵/۱	زرد
قرمز متیل	قرمز	۶/۴-۳/۲	زرد
تورنسل	صورتی	۸/۵-۰/۰	آبی
آبی برموتیمول	زرد	۸/۶-۶/۰	آبی
آبی تیمول	زرد	۹/۸-۶/۰	آبی
فنل فتالئین	بی رنگ	۱۰/۸-۰/۳	قرمز
زرد آلیزارین	زرد	۱۲/۱۰-۱/۰	ارغوانی

با استفاده از شناساگرهای رنگی می توان حدود PH محلول های اسید ، باز ، نمک را بدست آورد. محلول نمک ها بسته به قدرت و ضعف اسید و باز سازنده آنها می توانند ، اسیدی ، بازی و یا خنثی باشند.

روش آزمایش:

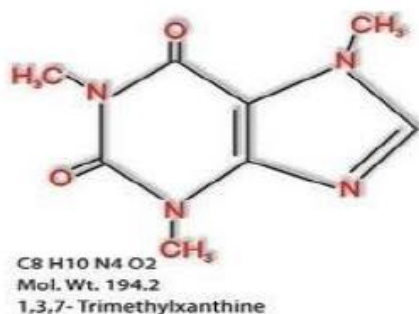
ابتدا محلول های HCL و NaOH، 1N را تعیین کنید همچنین محلول های نمک NH_4Cl و CH_3COONa ، 1N را تهیه کنید. پس در سه لوله آزمایش ، ابتدا حدود 2ml از یکی از محلول های تهیه شده را بریزید و به هر کدام 2 تا 3 قطره از سه معرف رنگی (با توجه به امکانات آزمایشگاه) بیفزائید و رنگ آن را در جدولی یادداشت کنید دقت کنید هر کدام از این رنگ ها مربوط به رنگ معرف در محدوده معینی از PH می باشد. همین آزمایش را برای سایر محلول های تهیه شده نیز انجام دهید و حدود PH محلول ها را تشخیص دهید.

نکته : در مواردی که PH محلول در ناحیه ای است نمی توانید حدود PH آن را مستقیماً تشخیص دهید از روش مقایسه استفاده کنید. به این ترتیب دو لوله آزمایش بردارید در یکی آب مقطر و در دیگری به همان حجم از محلول مورد آزمایش بریزد به هر کدام از دو لوله دو قطره از یک معرف بیافزائید و رنگ ها را با هم مقایسه کنید. اگر رنگ لوله آزمایش به رنگ محلول اسیدی معرف نزدیک بود محلول اسید است و اگر نبود باز است. برای این کار مقایسه راحت تر انجام شود زیرلوله آزمایش کاغذ سفید قرار دهید و از بالا به لوله ها نگاه کنید.

نتیجه گیری ها را در یک جدول به طور مرتب بنویسید و اگر در آزمایشی از روش مقایسه استفاده کرده اید چگونگی نتیجه گیری را ذکر کنید.

آزمایش چهارم

استخراج کافئین از چای



تئوری:

استخراج روشی است برای جداسازی که مستلزم انتقال جسمی از یک فاز به فاز دیگر می باشد. در بعضی مواقع لازم است برای بازیابی یک جسم آلی از محلول آبی از راههایی غیر از **تقطیر** استفاده شود. یکی از این راهها تماس دادن محلول آبی با یک حلال غیر قابل امتزاج با آب است. اگر حلال خاصیت جداسازی را داشته باشد بیشتر مواد آلی از لایه آبی به حلال آلی (حلال غیر قابل امتزاج با آب) انتقال پیدا می کند. روش **استخراج** مایع - مایع در جدا کردن ترکیبهای آلی از مخلوط مصرف بسیار زیادی دارد. یکی از خواص حلال که برای **استخراج** به کار برده می شود این است که قابلیت حل شدن آن در آب و یا هر ماده دیگری که جسم آلی را در خود حل کرده کم باشد و یا بهتر از آن اینکه اصلاً حل نشود.

همچنین باید فرار باشد تا براحتی بتوان آنرا از ترکیب یا ترکیبات آلی استخراج شده، **تقطیر** نمود. با توجه به مطالب فوق جسم استخراج شونده باید در حلال استخراج کننده به خوبی حل شود و قابلیت انحلال در این حلال خیلی بیشتر از آب باشد. همچنین حلال استخراج کننده هیچ نوع واکنشی با آب یا مواد قابل استخراج نباید بدهد. مهمترین حلالی که در استخراج به کار گرفته می شود **دی اتیل اتر** است

که توانایی حل کردن تعداد زیادی از ترکیبات را در خود دارد. **دی اتیل اتر** نسبت به اکثر ترکیبات بی اثر بوده و به راحتی به وسیله یک **تقطیر ساده** از مخلوط بازیابی می شود. اما اشکال مهم آن این است که آتشگیر بوده و خیلی زود در هوا محترق می شود از نظر کمی پخش یک جسم بین دو حلال غیر قابل امتزاج را بر حسب ضریب پخش (ضریب تفکیک) بدیهی است برای این که A در یکی از دو مایع غیر قابل اختلاط کاملاً حل شود باید مقدار K بینهایت یا صفر باشد. عملاً هیچ یک از این دو مقدار به دست نمی آید با این حال تا زمانی که مقدار K بزرگتر از 1 و حجم حلال S برابر یا بزرگتر از حلال S باشد. مقدار جسم در حلال S بیشتر خواهد بود. یکی دیگر از نتایج قانون پخش (معادله بالا) این است که چنانچه برای جدا کردن جسم از محلول آن در S باید جمعا حجم معینی از حلال S به کار رود، میتوان نشان داد که انجام چند استخراج متوالی با قسمتهایی از آن حجم بهتر از یک استخراج با تمام آن حجم است. مثلاً در **استخراج** محلول آبی بوتیریک اسید، مقدار اسیدی که به کمک دو استخراج متوالی با قسمتهای 50 میلی لیتری اتر به دست می آید، بیشتر از اسیدی است که به کمک یک استخراج با 100 میلی لیتر اتر خارج می شود.

با این حال سه **استخراج** متوالی با قسمتهای 33 میلی لیتری بهتر خواهد بود. با این حال حدی وجود دارد که بعد از آن دیگر استخراج اضافی بازده قابل ملاحظه ای نداد. واضح است هرچه ضریب پخش بزرگتر باشد تعداد استخراج مکرری که برای جدا کردن کامل جسم لازم است کمتر می شود

هنگام انتخاب حلال جهت استخراج یک جزء از محلول باید چند اصل کلی را به خاطر سپرد.

- (1) حلال استخراج با حلال محلول اصلی باید غیر قابل اختلاط باشند.
- (2) حلال انتخابی باید برای جزء مورد نظر مناسبترین ضریب پخش و برای ناخالصیها یا اجزای دیگر ضرایب نامناسبی داشته باشد.
- (3) حلال انتخابی باید مانند **تیلور مجدد** از نظر شیمیایی با اجزای مخلوط، واکنش نامناسبی ندهد.
- (4) پس از استخراج باید بتوان حلال را به آسانی از جسم حل شده جدا کرد. معمولاً حلال را با **تقطیر** جدا می کنند.

هنگامی که یکی از حلالها آب باشد، ضرایب پخش اسیدها و بازهای آلی به مقدار زیادی تحت تاثیر pH قرار می‌گیرد. اسید آلی که در pH برابر 7 در آب نامحلول باشد ممکن است در محلول آبی رقیق **سدیم هیدروکسید** یا سدیم بی کربنات کاملاً حل شود. در چنین حالی خروج پروتون از اسید، باز مزدوج مربوط را ایجاد می‌کند و این باز به علت خاصیت یونی خود در آب که حلالی قطبی است بیشتر حل میشود.

باز مزدوج اسید آلی به همین روش باز آلی که در (pH برابر 7) در آب نامحلول باشد، ممکن است در محیط اسیدی (pH کمتر از 7) مانند **کلریدریک اسید** کاملاً حل شود. در این حالت افزایش حلالیت به علت پروتوندار شدن باز آلی به وسیله اسید آبی و ایجاد اسید مزدوج قطبی است که در آب بیشتر محلول است. بنابراین اسیدها و بازهای آلی را میتوان به طور انتخابی از حلالهای آلی غیر قطبی مانند اتر، **دی کلرومتان**، **بنزن** و غیره به کمک **استخراج** با محلول آبی که pH مناسبی داشته باشد جدا کرد با خنثی کردن محلول آبی می‌توان اسید یا باز آلی اولیه را دوباره از آن به دست آورد افزایش باز آبی به محلول اسیدی باعث آزاد شدن باز آلی می‌شود، در حالی که افزایش اسید آبی به محلول بازی، اسید آلی را آزاد می‌کند برای انجام استخراج محلول را در **قیف جدا کننده** می‌ریزند (توجه کنید شیر بسته باشد) و به آن مقداری حلال استخراجی اضافه می‌کنند (قیف نباید بیش از سه چهارم پر شود). دهانه بالای قیف جدا کننده را با در لاستیکی یا سنباده ای که اکثر قیفها دارا هستند می‌بندند. هنگام تکان دادن قیف آنرا به نحو به خصوصی نگه می‌دارند

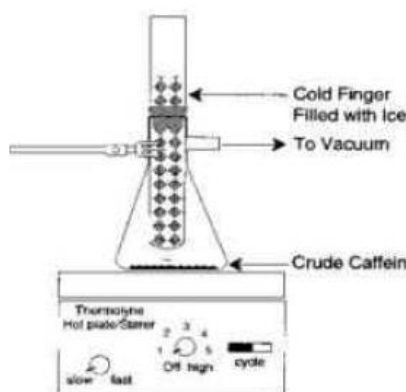


قیف و محتویات آنرا به شدت تکان می‌دهند تا دو مایع غیر قابل اختلاط تا حد ممکن با هم تماس پیدا کنند. منظور از این تکان آن است که سطح تماس دو حلال افزایش بیشتری یابد تا جسم در زمان نسبتاً کمتری در بین آنها پخش شود و به حالت تعادل

برسد. باید هر چند ثانیه قیف را برگرداند (شیر به طرف بالا) و با احتیاط شیر آنرا باز کرد تا گاز قیف خارج شود و فشاری که در آن ایجاد شده از بین برود.

این عمل مخصوصا وقتی حلالی با نقطه جوش کم به کار می‌رود و یا یک محلول اسیدی با سدیم بی کربنات استخراج می‌شود (گاز CO_2 آزاد می‌شود) اهمیت پیدا می‌کند. در صورتی که این کار انجام نشود ممکن است در قیف و محتویات آن به شدت به بیرون بپرد. پس از تکان دادن کافی (حدود 2 دقیقه تکان شدید) برای آخرین بار گاز قیف را خارج می‌کنند و آنرا در روی حلقه ای قرار می‌دهند و می‌گذارند تا لایه ها از هم جدا شوند. پس از آن لایه پایینی را به دقت از راه شیر به داخل ظرفی ریخته و دو لایه مایع را از هم جدا می‌کنند.

قاعدتا لایه ها طوری جدا می‌شوند که حلال سنگینتر در قسمت پایین قرار می‌گیرد. بنابراین، آگاهی از دانسیته حلالهای مصرفی برای تشخیص لایه ها مفید است. با وجود این، این تشخیص بدون خطا نیست زیرا ممکن است ماهیت و غلظت جسم حل شده طوری باشد که دانسیته نسبی دو حلال را معکوس کند.



هدف: استخراج کافئین از چای

وسایل و مواد مورد نیاز: بشر - استوانه مدرج - ارلن - پایه - گیره - هیتر -ترازو - قیف - قیف جدا کننده - کاغذ صافی - آب مقطر - چای خشک - Ca(OH)_2 - کلرو فرم CHCl_3

روش کار:

20 گرم چای خشک و 20 گرم Ca(OH)_2 را در یک بشر یک لیتری ریخته و با 150 میلی لیتر آب حدود 20-25 دقیقه جوشاندهیم. در یک بشر دیگر به وسیله قیف و کاغذ صافی آنرا صاف نمودیم و در همان حال ظرف محلول صاف شده را روی هیتر گذاشتیم تا محلول سرد نشود. سپس محلول را وارد یک قیف جدا کننده کردیم 10-15 میلی لیتر CHCl_3 کلروفرم به آن

اضافه نمودیم درب قیف را بسته و مانند توضیحات در مقدمه آنرا هم زدیم و گاز حاصله را خارج نمودیم این کار را به دفعات انجام دادیم حال قیف را به یک پایه به وسیله ی گیره متصل نمودیم و عمل استخراج را در مرحله اول انجام دادیم.



توضیح آنکه در قیف جدا کننده محلول یا ماده ای که چگالی بیشتری دارد پایین تر و محلول یا ماده ای که چگالی کمتر دارد بالا قرار می گیرد که در این آزمایش محلول آلی که شامل کلروفرم و کافئین حل شده در آن می باشد پایین و محلول آبی که شامل آب مقطر و بقیه ی مواد شرکت کننده در واکنش در بالا قرار گرفته است . حال محلول کلروفرم و کافئین را در بشری که زیر قیف جدا کننده قرار دارد به دقت وارد می کنیم برای اینکه دقت آزمایش بالا برود و کافئین بیشتری از چای استخراج کنیم 10-15 میلی لیتر دیگر CHCl_3 قیف افزوده و عمل همزدن را تکرار می کنیم و همچنین عمل استخراج را نیز دوباره تکرار می کنیم حال بشر مورد نظر را روی هیتر حرارت می دهیم تا کلروفرم تبخیر شده و کافئین به صورت بلور زرد رنگ رسوب کند

عوامل ایجاد خطا

- (1) تمیز نبودن وسایل آزمایش
- (2) کم دقتی در اندازه گیری مواد مورد نیاز
- (3) وجود آب املاح دار درون وسایل شسته شده

تقطیر ساده

آزمایش پنجم

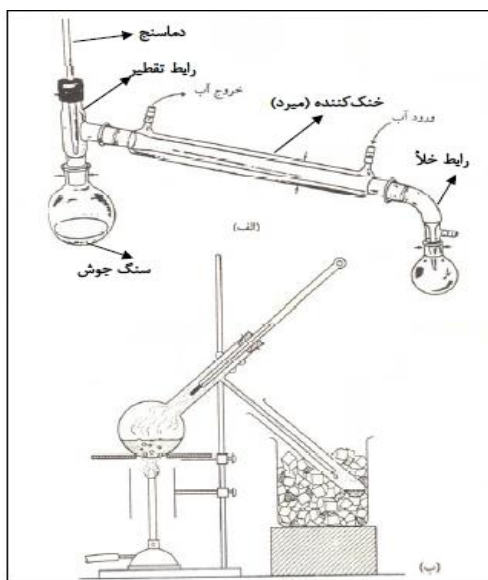
تئوری:

در آزمایشگاه شیمی آلی، تقطیر به معنای جدا سازی مواد از هم یکی از روشهای اساسی برای خالص سازی مایعات فرار است که مواد به وسیله ی حرارت، تبخیر شده و پس از سرد شدن، متراکم می شوند (عبارت از دو عمل تبخیر و میعان ابتدا با استفاده از حرارت حلال را بخار کرده و سپس با عمل سرد کردن حلال تبخیر شده را مایع می کنیم).

با آن که روشهای متفاوتی برای تقطیر وجود دارد، ولی انتخاب یک روش مناسب بستگی به ویژگی های مایع تقطیرشونده و ناخالصیهای موجود دارد. معمولی ترین روش های تقطیر عبارتند از: تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء، تقطیر با بخار آب، تقطیر

تقطیر در خلا (فشار کاهش یافته). وجود ناخالصی های غیر فرار در مایع، سبب کاهش فشار بخار مایع می شود؛ زیرا وجود جزء غیر فرار به مقدار زیاد، غلظت جزء اصلی فرار را پایین می آورد و قابلیت تبخیر مایع کم می شود. این جزء پس از تقطیر در باقی مانده ی تقطیر باقی می ماند. به طور کلی، جزء اصلی بخارهای سطح مایع را، جسم فرار تشکیل میدهد (قانون راولت و دالتون).
تقطیر ساده: اگر مخلوطی از دو یا چند مایع وجود داشته باشد که دمای جوش آنها به حد کافی متفاوت باشند، جدا کردن آنها از طریق تقطیر ساده امکان پذیر است. ابتدا مایعی که دمای جوش کم تری دارد، تقطیر می شود، سپس اجزای دیگر مخلوط، به تناسب افزایش دمای جوش آنها تقطیر و از هم جدا می شوند. حداقل اختلاف دما برای تقطیر ساده 80 درجه سیلیسیوس می باشد.

برای انجام یک تقطیر ساده، بالن تقطیر، خنک کننده، رابط تقطیر، دماسنج و ظرف دریافت کننده لازم است. نحوه ی آماده کردن دستگاه مطابق شکل 6 می باشد.



رعایت نکته های زیر در انجام تقطیر لازم است:

- 1) حجم مایع تقطیرشدنی، نباید از دوسوم حجم بالن بیش تر باشد.
- 2) انداختن چند عدد سنگ جوش (دو یا سه عدد) در بالن تقطیر، به منظور توزیع یکنواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع لازم است.

(3) مخزن جیوه ی دماسنج باید پایین تر از شاخه ی جانبی رابط، در محل جریان بخارها قرار گیرد تا دمای جوش یک مایع به دقت تعیین شود

(4) اتصال صحیح لوله ی ورود و خروج آب به خنک کننده باید مورد توجه قرار گیرد.

(5) باید محل ارتباط و تماس شیشه آلات را با گریس، روغن کاری کرد. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل شدن وسایل شیشه ای بر اثر گرما ضروری است.

(6) سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمای لازم) یک تا دو قطره در هر ثانیه باشد

(7) بالن تقطیر را هیچگاه نباید تا خشک شدن کامل گرم کرد.

روش کار تقطیر ساده:

در یک بالن ته گرد 250 میلی لیتری، 30 میلی لیترالکل، 30 میلی لیتر آب و 3 عدد سنگ جوش بیفزایید. پنج ظرف کوچک (بشر یا ارلن تمیز و خشک) را برای جمع آوری اجزای گوناگون اختصاص دهید و شماره گذاری نمایید. سپس دستگاه تقطیر ساده را سوار کنید. محل اتصالات را کمی چرب کرده تا بعد از پایان کار اجزای دستگاه به راحتی از یک دیگر جدا شود. گیره های اتصال را امتحان کنید تا سست نباشند. به محل قرار گرفتن حباب دماسنج که اهمیت ویژه ای دارد، توجه کنید. پس از اطمینان از محکم بودن رابط ها و دستگاه، جریان آرامی از آب سرد را برقرار سازید. سپس بالن را با چراغ گاز حرارت دهید؛ به طوری که نوک شعله درست زیر توری سیمی و در تماس با آن باشد. شعله را از جریان هوا محفوظ نگه دارید تا بتوانید حرارت را تنظیم نمایید. به محض شروع جوشش، بخارهای برگشت شده به دماسنج می رسد، در این لحظه شعله را طوری تنظیم نمایید که تقطیر با سرعت یک قطره در ثانیه به طور یکنواخت ادامه یابد. ظرف گیرنده را به ترتیب زیر در قسمت انتهایی خنک کننده قرار داده، مقطره را جمع آوری کنید:

(1) 54- 60 درجه ی سانتی گراد

(2) 60- 70 درجه ی سانتی گراد

(3) 70- 80 درجه ی سانتی گراد

(4) 80- 93 درجه ی سانتی گراد

(5) باقی مانده

در دماهای ذکر شده ، ظرف گردآورنده را تعویض کنید . هنگامی که دماسنج دمای 95 درجه ی سانتی گراد را نشان می دهد، تقطیر را قطع و بالن تقطیر را سرد نمایید . اجازه دهید تا قطرات از داخل خنک کننده به ظرف انتقال یابد. باقی مانده را به ظرف منتقل نمایید . حجم ها را ثبت و منحنی دمای تقطیر را بر حسب حجم مقطره، رسم نمایید.

سوالات:

- 1) در دمای 100 درجه ی سانتی گراد، فشار بخار آب، متانول و اتانول به ترتیب 760، 2625 و 1694 است. ترتیب خروج مواد از دستگاه تقطیر را بنویسید.
 - 2) دانشجویی دمای جوش ترکیب ناشناخته ای را 124 درجه ی سانتی گراد گزارش کرد .بعد از تقطیر ساده، ترکیب دمای جوش 116-117 درجه ی سانتی گراد داشت .در صورت خالص بودن ترکیب و استاندارد بودن دماسنج، دانشجو چه خطایی در نصب دستگاه تقطیر انجام داده است؟
 - 3) فرض کنید بالن تقطیری به حجم 250 میلی لیتر در اختیار دارید و حجم مایع مورد تقطیر 35 میلی لیتر است .با وجود رسیدن مایع به دمای جوش، خروج مقطره از سردکننده مشاهده نمی شود؟ چرا؟
 - 4) ورودی آب سرد و خروجی آب گرم در دستگاه تقطیر چگونه است؟ توضیح دهید.
 - 5) در جریان هم تقطیری دمای جوش مخلوط تقطیرشونده، همیشه کمتر از دمای جوش فرآرترین جزء موجود در مخلوط است . این نتیجه را چگونه را توجیه می کنید؟
 - 6) چرا در تقطیر وقتی دمای مایع به جوش می رسد، تمام مخلوط یک باره تبخیر نمی شود؟
 - 7) در آزمایش تقطیر ساده ی مخلوط آب و استون:
- الف. اگر به جای استون، از اتانول استفاده شود، در شکل منحنی چه تغییری حاصل میشود؟ توضیح دهید.
- ب. اگر حجم آب دو برابر استون انتخاب شود (60 به 30) ، در شکل منحنی تقطیر چه تغییری حاصل می شود؟ در این مورد بحث کنید و چگونگی تفکیک استون از آب را بررسی نمایید

آزمایش ششم

تقطیر به وسیله ی بخار آب

تئوری:

می‌دانیم که مجموع دو مایع مخلوط نشدنی، از هر کدام از دو مایع، به صورت تنها (مجزا) در دمای پایین تری می‌جوشد. چنانچه یکی از دو مایع آب باشد و فرایند تقطیر انجام شود، آن را تقطیر همراه با بخار آب می‌گویند. بنابراین مایع مورد نظر زیر 100 درجه ی سانتی گراد تقطیر می‌شود. بدین ترتیب ، یک ترکیب که در آب بسیار نامحلول است ، به صورت مخلوط با آب تقطیر می‌شود و موادی را که دمای جوش آن ها خیلی بالاتر از 100 درجه ی سانتی گراد است ، به راحتی می‌توان تقطیر کرد . در آزمایشگاه آلی، آب یک جزء بسیار معمول و مفید می‌باشد با عبور مستقیم بخار آب از درون بالن تقطیر، می‌توان بسیاری از ترکیب ها را تقطیر کرد. بنابراین، اگر ماده ی مورد نظر در دماهای بالا ناپایدار باشد و یا تجزیه شود، با این روش می‌توان آن را تقطیر نمود. این روش را می‌توان در مورد جداسازی ترکیب های طبیعی از بافت ها، سلو لها، روغنهای اسانسی گیاهان و به طور کلی موادی که با آب پیوند هیدروژنی تشکیل می‌دهند، مورد استفاده قرار داد این روش برای جداسازی محصول یک واکنش در مخلوط های قیر مانند نیز مفید می باشد. بدیهی است که این روش، برای موادی که در اثر تماس زیاد با بخار آب تجزیه می‌شوند یا با آب واکنش می‌دهند، مناسب نیست.

روش کار تقطیر با بخار آب (تقطیر با بخار آب مستقیم):

بالن 250 میلی لیتری تمیزی فراهم کنید. مقدار 5-10 گرم از گل برگ گل محمدی (موارد دیگر به دلخواه) و 175 میلی لیتر آب را به بالن بیفزایید. مخلوط را حرارت داده، تقطیر را شروع کنید. وقتی در حدود 120 میلی لیتر مقطره به دست آمد، تقطیر را متوقف کنید. در صورتی که مقطره کدر و دارای قطره‌های روغنی باشد، این روغن اسانسی عطر موجود در گل و محلول شفاف شامل مواد محلول در آب (گلاب) می باشد.

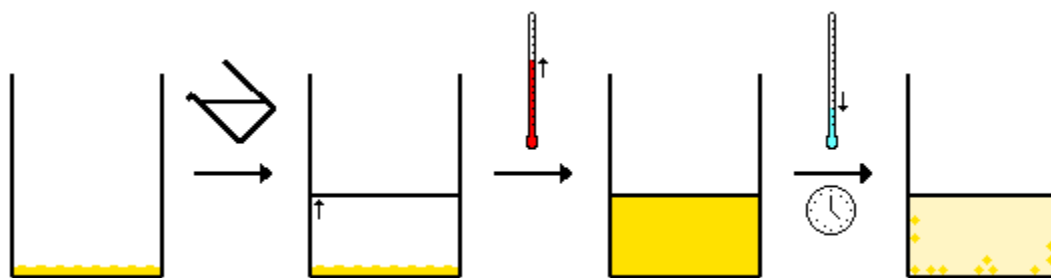
سوالات:

- (1) یک دانشجو می خواهد دمای جوش مایعی را که تقریباً بالا است، به دست آورد. دمای تقطیر مشاهده شده در نوسان است. دلیل آن را توجیه کنید و راه کاری پیشنهاد نمایید.
- (2) در واکنش نیترو دار کردن فنل، مخلوطی از محصول ها تشکیل می شود. چگونه با استفاده از تقطیر با بخار آب، می توان آن ها را از یک دیگر جدا کرد؟
- (3) فشار بخار آب در دمای 50 درجه ی سانتی گراد، 93 میلی متر جیوه و برای برموبنزن 17 میلی متر جیوه است. مقدار ترکیب حاصل از تقطیر با بخار آب برموبنزن در فشار کاهش یافته ی 110 میلی متر جیوه چه قدر است. این مقدار را با مقدار حاصل از تقطیر با بخار آب در فشار اتمسفر مقایسه نمایید.
- (4) در تقطیر معمولی یک مایع را در بالن می ریزند و در فشار معمولی یا فشار کم گرم می کنند تا تقطیر کامل شود. در روش تقطیر اصلاح شده که آن را تقطیر لحظه ای می نامند، مایع را با همان سرعتی که تقطیر میشود، به داخل بالن تقطیر می چکانند. به طوری که در هر لحظه مقدار کمی مایع در بالن وجود داشته باشد. تقطیر لحظه ای چه امتیازی ممکن است داشته باشد و در چه شرایطی استفاده می شود؟
- (5) به نظر شما چه تفاوت ها و شباهت هایی در گلاب گیری سنتی و آزمایشگاهی وجود دارد؟
- (6) اسانس گل محمدی را چگونه از محلول گلاب جدا می کنند؟

آزمایش هفتم

(تبلور مجدد) نوبلور سازی (Recrystallization)

تئوری:



از روشهای جداسازی می توان ته نشینی، نوبلورسازی، انجماد، تبخیر، تقطیر، استخراج مایع-مایع، استخراج فاز جامد، استخراج قطره‌ای، میکرواستخراج با فاز جامد، استخراج با گاز، مبادله ی یونی، جذب سطحی، کروماتوگرافی، الکتروکروماتوگرافی، الکترودیالیز، دیالیز و ... نام برد.

در واکنشهای آلی محصولات بندرت به صورت خالص به دست می‌آیند. به منظور دستیابی به درجه ی خلوص مناسب ، نیاز به انجام فرآیندهای خالص سازی است . تبلور مجدد یکی از روشهای معمولی برای خالص سازی است . این روش شامل حل نمودن بلورهای ناخالص در یک حلال مناسب داغ و سپس سرد نمودن محلول می‌باشد . سرد نمودن باعث تشکیل بلورهای محصول با شکل ها و آرایشهای بسیار جالب و زیبا می‌شود و ناخالصی ها در حلال سرد به صورت محلول باقی می ماند. این عمل را تبلور مجدد می‌نامند

ترکیبی که می‌خواهیم متبلور کنیم را باید در یک حلال یا مخلوطی از حلالهای داغ، محلول بوده و در حالت سرد همان حلالها نامحلول باشد . عمل تخلیص در صورتی انجام می‌شود که ناخالصی، یا در حلال سرد محلول باشد و یا در حلال داغ نامحلول باشد . در حالت دوم محلول را بصورت داغ صاف می‌کنیم تا ناخالصیهای محلول جدا شوند . اگر محلول رنگی باشد و ما بدانیم که جسم مورد نظر بیرنگ است مقدار کمی از زغال رنگبر به محلول سرد اضافه نموده سپس آنرا حرارت داده، بصورت داغ صاف می‌کنیم . زغال رنگبر، ناخالصیهای رنگی را جذب می‌کند.

انتخاب محیط تبلور کار ساده ای نیست، رفتار حلالیت ترکیب یا باید شناخته شده باشد و یا باید به طریق تجربی مشخص گردد . مثلاً وقتی که تبلور پارا دی بروموبنزن مورد نظر باشد مخلوطی از اتانل و آب به کار میرود . ترکیب هم در اتانول سرد و هم در اتانول داغ محلول است : از این رو اتانول تنها، برای این کار مفید نیست . از طرف دیگر این ترکیب چه در آب سرد و چه در آب داغ

کم محلول است بنابراین آب تنها نیز برای این کار مفید نیست. اما مخلوط مساوی از الکل و آب در حالت داغ حلال خوبی برای جسم است و در حالت سرد حلالیت آن جزئی است

تبلور مجدد به روش انحلال شامل مراحل زیر است:

- (1) انتخاب حلال مناسب
- (2) انحلال جسم مورد نظر در دمای جوش حلال یا نزدیک آن
- (3) افزودن زغال رنگ بر برای جذب ناخالصی های رنگی
- (4) صاف کردن محلول داغ برای جدا کردن ناخالصی های نامحلول
- (5) تبلور از محلولی که در حال سرد شدن است.
- (6) جدا کردن بلورها از محلولی که در آن شناور هستند.
- (7) شست و شوی بلورها برای خارج کردن محلولی که به آن ها آغشته است.
- (8) خشک کردن بلورها

انتخاب حلال

یک حلال باید دارای ویژگی های معینی باشد تا بتوان از آن به عنوان حلال در تبلور مجدد استفاده کرد:

- (1) باید ضریب حرارتی آن برای ترکیب مربوط و ناخالصی ها مناسب باشد؛ یعنی باید ترکیبی که خالص می شود به طور ایده آل و کامل در حلال داغ حل شود، ولی در سرما به نسبت نامحلول باشد و حداقل باید ناخالصی ها در حلال سرد به صورت محلول باقی بمانند. امکان دیگر آن است که ناخالصی ها در محلول داغ حل نشوند؛ از چنین محلولی می توان ناخالصی ها را جدا کرد.
 - (2) دمای جوش حلال باید به حد کافی پایین باشد تا در مرحله نهایی که جسم خشک می شود، بتوان حلال را به آسانی از بلورها خارج کرد.
 - (3) بهتر است که دمای جوش حلال کم تر از دمای ذوب جسم باشد.
 - (4) از نظر شیمیایی نباید حلال با ترکیبی که خالص میشود، واکنشی بدهد.
- می توان با مراجعه به منابع و مراجع شیمی، اطلاعات مربوط به حلال مناسب را به دست آورد. در غیر این صورت باید به کار بردن مقدار کمی از ماده، از راه تجربی حلال مناسب را پیدا کرد. در صورتی که انجام این کار لازم باشد، باید برخی از اصول کلی

انحلال را در نظر داشته باشید: به طور معمول ترکیب های قطبی در حلال غیر قطبی نامحلول هستند و در حلالهای قطبی حل می شوند؛ برعکس، ترکیب های غیر قطبی محلول هستند. این روابط حلالیت را در خلاصه می کنند.

بنابراین بعید است که یک ترکیب بسیار قطبی در (اجسام هم جنس یک دیگر را حل می کنند) عبارت یک حلال داغ غیر قطبی حل شود، ولی ممکن است به خوبی در یک حلال سرد بسیار قطبی حل گردد و در نتیجه با قطبیت متوسط خواهد بود. در بعضی موارد مخلوط حلال ها به خوبی عمل می کنند. در این حالت، قابلیت انحلال جسم در یک حلال با افزایش حلال دیگری که جسم در آن خیلی کم تر محلول باشد، کاهش داده می شود. تعدادی از زوج حلال های مخلوط که اغلب مورد استفاده قرار می گیرند؛ عبارتند از: آب الکل، اترنفت بنزین، استیک اسید آب، اتر الکل، اتر نفت، مخلوط حلال هایی مانند بنزن الکل، به ندرت مصرف دارند. جدول زیر بر حسب کاهش قطبیت حلال ها تدوین شده است:

فرمول	نوع ترکیب	کاهش قطبی بودن
H_2O	آب	
$RCOOH$	اسیدهای آلی (استیک اسید)	
$RCON(Me)_2$	آمیدها (N,N -دی متیل فرمامید)	
ROH	الکل ها (متانول و اتانول)	
R_2N	آمین ها (تری متیل آمین)	
$RCOH$	آلدییدها و کتون ها	
$RCOOR$	استرها (اتیل استات)	
RX	$CHCl_3 > CH_2Cl_2 > CCl_4$	
ROR	اترها (دی اتیل اتر)	
ArH	آروماتیک ها (بنزن و تولوئن)	

اضافه کردن زغال رنگ بر چنانچه در محلول ناخالصی های رنگین موجود باشد، اغلب با افزایش کمی زغال رنگ بر به محلول داغ (نه در حال جوش)، می توان آن ها را خارج کرد. کربن رنگ بر یک زغال پودر با سطح وسیع بیش از 2000 متر مربع به ازای هر گرم زغال می باشد. زغال شامل پیوندهای چندگانه ی زیاد و تعداد ی اتم ناجور میباشد. به ویژه اکسیژن به صورت گروه هیدروکسیل وجود دارد که ناخالصی ها به وسیله ی پیوندهای هیدروژنی به آن متصل می شود. جاذب ترین زغال از چوب ساخته

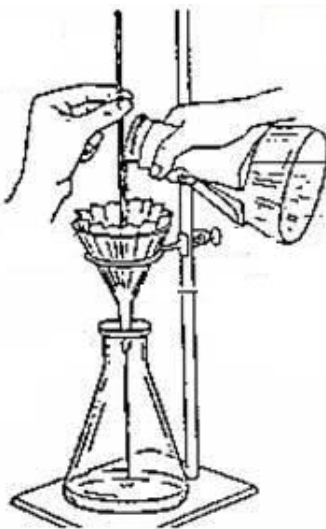
شده است. زغال حیوانی شامل مقادیر قابل توجهی از فسفر و کلسیم می باشد که اثر کمی دارند برخی از زغال چوب هایی که در دسترس هستند از Nuchar و Darco، Norit تهیه شده است

مقدار زغال رنگ بر مورد احتیاج به ندرت بیش از مقداری است که می تواند در نوک یک کاردک کوچک جای گیرد. ناخالصی ها به خصوص ناخالصی های رنگین در سطح ذرات زغال جذب و هنگام گذراندن محلول از صافی خارج می شوند. در صورتی که زغال به مقدار بسیار زیاد مصرف شود، مقداری از جسم مورد نظر جذب می گردد. در نتیجه در این مرحله از بین می رود. پس از افزایش زغال، باید محلول را برای چند دقیقه در حال جوش حرارت داد. در این حال مخلوط جوشان را به صورت دایم هم زد یا چرخاند تا از جهش جلوگیری شود.

صاف کردن محلول داغ

برای خارج کردن ناخالصی های نامحلول (هم چنین گرد و خاک و کربن رنگبر در صورت مصرف) محلول داغ را به کمک جاذبه ی زمین صاف می کنند. اغلب می توان این مرحله را در صورت عدم وجود ناخالصی های نامحلول و شفاف بودن محلول حذف کرد. صافی مکنده مطلوب نیست؛ زیرا تبخیر حلال داغ در فشار کم باعث سرد شدن و همچنین تغلیظ محلول و منجر به تبلور نابهنگام می شود. برای صاف کردن محلول در یک ارلن دیگر، باید از قیف شیشه ای ساقه کوتاه یا بدون ساقه و کاغذ صافی چین دار استفاده نمود. مصرف کاغذ صافی چین دار برای آن است که صاف کردن سریع تر انجام شود. قسمت بالایی کاغذ صافی نباید از بالای قیف تجاوز کند. برای افزایش میزان کارایی صافی، مایع داغ را در قسمت بالایی کاغذ صافی بریزید؛ بدین ترتیب محلول با سطح بیش تری از کاغذ صافی تماس پیدا می کند و در نتیجه سریع تر صاف می شود.

ولی مواظب باشید تا محلولی بین لبه ی دو کاغذ و قیف عبور نکند. گاهی محلول در کاغذ صافی یا در سطح شیشه ی قیف متبلور می شود؛ راحت ترین راه جلوگیری از این عمل آن است که 2 تا 3 میلی لیتر حلال متبلور در ظرف گیرنده بریزید و تا جوش حرارت دهید



تبلور

محلول داغ زیر صافی را در حرارت معمولی می‌گذارند تا آهسته سرد شود؛ در این حال تبلور صورت می‌گیرد. سرد کردن سریع محلول (به کمک فروبردن آن در آب یا به روش دیگر) مناسب نیست؛ زیرا بلورهای حاصل بسیار کوچک می‌شوند در این حال سطح زیاد بلورها، جذب سطحی ناخالصی‌های محلول را آسان می‌کند. به طور معمول نباید هنگام سرد کردن محلول را هم زد؛ چون این عمل نیز باعث تشکیل بلورهای کوچک می‌شود. بر عکس، تشکیل بلورهای بسیار بزرگ (تقریباً بزرگ تر از دو میلی متر) ممکن است موجب محبوس شدن (به دام افتادن) محلول در داخل بلورها شود خشک کردن چنین بلورهایی مشکل است و بعد از خشک شدن مقداری از ناخالصی‌ها را در خود نگه می‌دارند. چنانچه تشکیل بلورهای بزرگ مشاهده شود، برای کاهش اندازه‌ی متوسط آن‌ها، می‌توان محلول را هم زد. اندازه‌ی مناسب بلورها را می‌توان در نتیجه‌ی تجربه، آسان تر تشخیص داد. چنانچه پس از سرد کردن محلول، تبلور صورت نگیرد

، می‌توان با افزایش بلور محلول سیر شده تهیه کرد و تبلور را شروع نمود. برای این کار بلور کوچکی از جسم جامد اصلی را به محلول سرد می‌افزایند؛ با این عمل بلورها به سرعت تشکیل می‌شوند. روش دیگری که برای شروع تبلور به کار می‌رود، آن است که با یک میله‌ی شیشه‌ای سطح داخل ظرف را در داخل محلول یا درست بالای آن خراش می‌دهند.

صاف کردن سرد

در این مرحله مخلوط سرد بلورها و محلول را به کمک خلأ صاف می‌کنند. برای این کار از قیف بوختر و ارلن مخروطی که از راه تله به خرطوم آبی متصل شده باشد، استفاده می‌کنند. خرطوم آبی دارای مصرف آب زیادی است. در صورت وجود فشار آب لازم، فشاری بین 8 ر 0 تا 15 میلی متر جیوه به دست می‌آید. در صورت کاهش فشار آب، تله از برگشت آب خرطوم آبی به داخل ارلن خرطومی جلوگیری می‌کند.

شست و شوی بلورها

بلورها را بشوید تا مایع اصلی که دارای ناخالصی است و بلورها را آغشته کرده، خارج شود. برای این کار به قیف آنقدر حلال تازه ی سرد اضافه کنید تا بلورها را بپوشاند. دوباره خلأ را ایجاد کنید و حلال شست و شو را از بلورها خارج نمایید. بلورها را در روی قیف تحت خلأ با چوب پنبه یا کاردک فشار دهید تا سر حد امکان خشک شوند.

خشک کردن بلورها

قسمت بیش تر حلال را می‌توان با خرطوم آبی تبخیر کرد. برای این کار می‌گذارند تا خرطوم آبی، هوا را برای چند دقیقه از توده ی بلورهای موجود در قیف عبور دهد. پس از آن بلورها را به وسیله ی کاردک به شیشه ساعت تمیزی منتقل می‌کنند. در صورت لزوم می‌توان فرایند خشک کردن را با گذاشتن شیشه ساعت در اتو (احتیاط: درجه ی حرارت اتو باید حداقل 10 درجه ی سانتی گراد پایین تر از دمای ذوب بلورها باشد) یا گذاشتن بلورها در دسیکاتور خلأ (خشکانه) تسریع کرد. بلورهایی را که به آسانی در فشار جو تصعید می‌شوند، نمی‌توان با حرارت خشک کرد.

روش کار:

۱ گرم بنزوئیک اسید ناخالص را توزین و به یک بشر 250 میلی لیتری منتقل کنید 30 میلی لیتر آب به این جامد بیفزایید و مخلوط را تا دمای جوش حرارت دهید. محلول نباید بجوشد. در قسمت های چند میلی لیتری به آن آب داغ اضافه کنید تا تمامی جامد سفید رنگ حل شود. در حین افزودن آب داغ، دمای محلول را بالاتر از 90 درجه ی سانتی گراد نگه دارید. چه مقدار بیش تری آب مورد نیاز است؟ حجم آب استفاده شده را ثبت کنید. اگر تمام جامد سفید رنگ حل شد ولی مخلوط حاصل رنگی است، مقدار کمی زغال رنگ بر افزوده و به مدت دو دقیقه بجوشانید. مخلوط داغ را از یک صافی عبور داده، به یک ارلن منتقل نمایید.

اگر بلورها در قیف و به هنگام صاف کردن تشکیل شد، در همان حال که مایع را بر روی صافی اضافه می‌کنید، محلول زیر صافی را حرارت دهید. پس از صاف شدن، محتویات ارلن را برداشته، باقی مانده ی روی صافی را دور بریزید. محتویات ارلن را به دو بخش تقسیم کنید؛ بخشی را در حمام یخ به سرعت سرد کرده، به بخش دیگر اجازه دهید تا به آرامی سرد شود. چه تفاوتی در شکل و اندازه ی بلورها مشاهده می‌کنید؟ پس از سرد شدن، هر دو بخش را در یخ سرد قرار دهید و پس از ده دقیقه صاف کنید (قبل از صاف کردن، کاغذ صافی را توسط چند قطره حلال خیس کنید).

سوالات:

1) هدف از تبلور مجدد، به دست آوردن ماده ی خالص با حداکثر بازدهی است. هر یک از موارد زیر چه تأثیری در رسیدن به این هدف دارند:

الف. مصرف حجم زیاد غیر ضروری از حلال در مرحله ی انحلال

ب. تسریع تبلور با قرار دادن ظرف حاوی محلول داغ در آب یخ

ج. استفاده از حداقل حلال جوشان

2) در تبلور مجدد یک جسم ناخالص:

الف. استفاده از حلال سرد به هنگام حل نمودن ماده ی ناخالص چه تأثیری دارد؟

ب. حذف مرحله ی شست و شوی بلورها با حلال تازه ی سرد قبل از خشک کردن آنها، چه تأثیری در میزان بازیابی ماده ی خالص در تبلور مجدد دارد؟

3) حلالیت متا نیتروبنزوئیک اسید و پارا نیتروبنزوئیک اسید در اتانول به ترتیب 330 و 22 گرم بر لیتر است. آیا خالص سازی متا نیتروبنزوئیک اسید حاوی 20 درصد ایزومر پارا (به عنوان ناخالصی) به روش تبلور مجدد در اتانول عملی به نظر می‌رسد؟ جواب خود را توجیه کنید.

4) چگونه عد از نو بلور کردن به خلوص ترکیب پی می‌برید؟

5) دانشجویی سعی داشت به وسیله ی تبلور، یک جامد را از محلول داغ 70 درصدی اتانول – آب جدا کند. پس از خنک شدن یک ترکیب روغنی به دست آمد. آن را در حمام یخ قرار داد تا جامد شود و سعی کرد تا دوباره نو بلور کند. آیا در مرحله ی دوم امکان موفقیت بیش تری دارد؟

6) هر یک از خطاهای زیر چه اثری در انجام یک فرایند تبلور مجدد موفق خواهد داشت؟

الف. برای حل کردن جامد مورد نظر، حلال اضافی به کار برده شود.

ب. برای حل کردن جسم، حلال بسیار کم استفاده شود.

ج. بلورهای به دست آمده هرگز شسته نشوند.

د. کرین رنگ بر توسط صاف کردن به طور کامل جدا نشود.

(7) الف. چرا کشیدن میله ی شیشه ای به کف یا دیواره ی ظرف، سبب شروع فرایند بلوری شدن خواهد شد؟

ب. چرا شست و شوی بلورهای روی کاغذ، در بازدهی بلوری شدن مؤثر نیست؟ چرا هر چه بلور درشت تر باشد، امکان داشتن ناخالصی آن نیز بیش تر است؟

(8) دانشجویی از واکنش اسید و الکل، محصول استری را تهیه کرد که اسید اولیه به صورت ناخالصی با محصول وجود داشت. یک روش برای جدا کردن اسید قبل از تبلور مجدد پیشنهاد کنید.

(9) در استفاده از قیف بوخنر:

الف. چرا باید قیف بوخنر در جای خود محکم شود؟

ب. کاغذ صافی مورد استفاده در قیف بوخنر چه اندازه ای باید داشته باشد؟

ج. چرا باید کاغذ صافی را قبل از شروع به کار مرطوب کرد؟

تصفید

آزمایش هشتم

تئوری:

فشار بخار یک ماده جامد با دما تغییر می کند. به همین دلیل برخی ترکیب های جامد، بدون اینکه از حالت مایع عبور کنند، به آسانی و به صورت مستقیم به بخار آب تبدیل می شوند. این فرایند تصفید نامیده می شود. چون بخار را میتوان دوباره جامد کرد از این تبدیل میتوان به عنوان روشی برای خالص سازی مواد استفاده نمود. پ

فرایند خالص سازی وقتی به خوبی انجام پذیر است که فشار بخار ناخالصی ها به صورت مشخصی کمتر از فشار بخار ماده ی تصعید شدنی باشد.

تصعید خاصیتی است که معمولا در موارد نسبتا غیر قطبی با ساختمان بسیار متقارن دیده می شود. ترکیبات متقارن غالبا نقطه ذوب و فشار بخار بالایی دارند، تبخیر پذیری آسان این مواد از سطح جامد را معلول ضعیف بودن نیروهای بین مولکولی می دانند.

روش تصعید را می توان به جای تبلور برای تخلیص بعضی از جامدات به کار برد. در این روش از اختلاف فشار بخار اجسام جامد استفاده می شود و این عمل از جهتی به تقطیر ساده شباهت دارد. نمونه ناخالص در درجه حرارتی پایین تر از نقطه ذوب آن گرم می شود و مستقیما از حالت جامد به صورت بخار در می آید و سپس بخار حاصله بلافاصله در سطح سردی به حالت جامد متراکم می شود (متبلور می شود) این دو مرحله بدون مداخله حالت مایع صورت می گیرد.

تصعید به تبدیل مستقیم ماده جامد به گاز، بدون ورود به حالت مایع گفته می شود.

نقطه انجماد مواد معمولا در هوا اندازه گیری می شود ولی در هر حال تغییر انجماد مواد ناشی از وجود هوا عموما بسیار ناچیز است

آنتالپی مولی تصعید

مقدار گرمایی است که بایستی به یک مول از ماده جامد داده شود تا مستقیما به گاز تبدیل شود

فشار بخار یک جامد و فرآیند تصعید

مولکول ها در یک بلور حول محور خود در شبکه نوسان می کنند. توزیع انرژی جنبشی بین این مولکولها نظیر توزیع انرژی جنبشی بین مولکولهای مایع و گاز است. در یک بلور انرژی جنبشی از مولکولی به مولکول دیگر منتقل می شود و از این رو انرژی هیچ مولکولی ثابت نیست. مولکولهای پر انرژی در سطح بلور می توانند بر نیروهای جاذبه بلور غلبه کرده به فاز بخار بگریزند. اگر بلور در یک ظرف سر بسته باشد سرانجام حالت تعادلی برقرار می شود که در آن حالت سرعت جداسدن مولکول ها از جامد با سرعت بازگشت مولکول های بخار به بلور برابری می کند. فشار بخار یک جامد در دمای معین معیاری از تعداد مولکولها در حجم معینی از بخار در حالت تعادل است.

ارتباط فشار با نیروهای جاذبه

گرچه فشار بخار برخی از جامدات بسیار کم است ولی هر جامدی دارای فشار بخار است. مقدار فشار بخار با قدرت نیروهای جاذبه نسبت عکس دارد به همین دلیل فشار بخار بلورهای یونی بسیار کم است.

ارتباط فشار بخار جامد با دما

توانایی مولکولها برای غلبه بر نیروهای جاذبه بین مولکولها به انرژی جنبشی آنها بستگی دارد. از این رو فشار بخار جامدات با افزایش دما زیاد می‌شود.

وسایل مورد نیاز: بشر ۲۵۰ میلی لیتری، شیشه ساعت، کاغذ صافی، قیف بوخنر و پنبه

مواد مورد نیاز: آب مقطر، بنزوئیک اسید

روش کار:

دستگاه تصعید ساده را مطابق شکل سوار کنید. مقدار ۱g از بنزوئیک اسید را در وسط شیشه ساعت بریزید و روی آن را با یک کاغذ صافی هم قطر با شیشه ساعت که در وسط آن سوراخ های کوچکی ایجاد شده، بپوشانید. یک قیف را بصورت واژگون روی کاغذ قرار دهید. انتهای قیف را با پنبه مسدود کنید سپس ۲/۳ بشر را از آب پر کنید و شیشه ساعت و قیف را روی آن قرار دهید و آب را به ملایمت حرارت دهید. تا ماده‌ی مورد نظر تصعید شود بلورهای جامد مورد نظر در جدار داخلی قیف می‌نشیند. پس از آنکه مقدار ماده‌ی متصاعد شده قابل ملاحظه گردید، حرارت را قطع کرده و قیف را به آرامی از روی شیشه ساعت برداشته؛ محتویات آن را جمع آوری و توزین نمایید. درجه‌ی خلوص نمونه‌ی اولیه را گزارش کنید.



آزمایش نهم

واکنش صابونی شدن

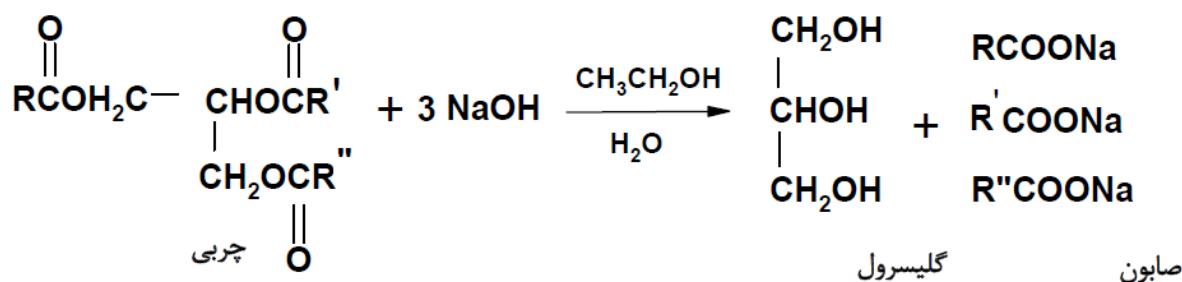
تئوری:

عبارت صابونی شدن از هنر صابون سازی دوران باستان می‌آید که توسط حرارت دادن چربی‌ها و روغن‌های چرب با محلول پتاسیم هیدروکسید حاصل از خاکستر چوب و محلول آب آهک به دست می‌آید. اکنون این عبارت به فرایند آب‌کافت (هیدرولیز) یک استر با قلیاهای قوی گفته می‌شود. چربی‌های حیوانی و روغن‌های گیاهی، استر کربوکسیلیک اسیدهایی با وزن مولکولی

زیاد و گلیسرول هستند. از نظر شیمیایی این چربیها و روغن ها را تری آسیل گلیسرول می نامند و به تری گلیسرید یا چربی های خنثی نیز معروف هستند. پیوند استری در تری آسیل گلیسرول ها به آسانی با مواد قلیایی آب کافت می شود؛ اگر چربی و یا روغن را به روشی (به وسیله ی قلیا آب کافت کنند) صابونی کنند تولید گلیسرول و نمک سدیم یا پتاسیم آن چربی را خواهد داد. این نمک قلیایی اسید چرب را صابون می نامند. رایج ترین چربی ها و روغن هایی که در تهیه ی صابون استفاده می شوند، چربی های حیوانی و پیه ی آب کرده از منابع حیوانی و روغن زیتون، نخل و نارگیل از منابع گیاهی هستند.

طول زنجیر هیدروکربن و تعداد پیوندهای دوگانه در قسمت کربوکسیلیک اسید چربی یا روغن، ویژگی های صابون را تعیین می کند. برای مثال نمک اسید با زنجیر طویل اشباع شده، صابون نامحلول تر و سخت تر ایجاد می کند. طول زنجیر نیز در حلالیت آن اثر می گذارد. مولکول صابون دارای انتهای قطبی است که در آب حل می شود (نمک کربوکسیلات) و انتهای طویل هیدروکربن نیز دارد که در روغن محلول است. سر هیدروکربنی صابون، در ماده ی روغنی حل می شود و انتهای یونی خود را خارج از سطح روغن نگاه می دارد؛ به همین دلیل توانایی حلالیت و تمیز کردن لکه های چربی را دارد

تهیه ی صابون



روش کار:

2.5 گرم سدیم هیدروکسید را در 5 میلی لیتر آب مقطر و 10 میلی لیتر اتانول حل کنید و حرارت دهید تا به طور کامل مخلوط شوند. سپس آن را در یک بشر که محتوی 2.5 گرم روغن می باشد، بریزید و به مدت نیم ساعت حرارت دهید. در صورتی که حجم مخلوط کاهش پیدا کند، اتانول 50 درصد به آن بیفزایید (2.5 میلی لیتر آب مقطر + 2.5 میلی لیتر اتانول). واکنش زمانی کامل می گردد که مخلوط حاصل یکنواخت شود. به صابون 15 میلی لیتر آب بیفزایید

این مخلوط را در ظرفی که محتوی 15 گرم سدیم کلرید در 100 میلی لیتر آب است، بریزید و مرتب هم بزنید. صابون جامد را بر روی پارچه ی تمیزی صاف کنید و محصول را قالب گیری نمایید

سوالات:

- 1) ساز و کار تهیه ی صابون را به طور کامل بنویسید.
- 2) در تهیه ی صابون:
 - الف. نقش اتانول در واکنش صابونی شدن چیست؟
 - ب. چرا باید از اتانول 50 درصد استفاده کرد؟
 - ج. چرا سدیم کلرید در انتهای واکنش افزوده می شود؟
 - د. صابونی شدن جزء کدام دسته از واکنش های شیمیایی است؟
- 3) چرا برای تهیه ی صابون، از محیط قلیایی استفاده می شود؟ در محیط اسیدی چه واکنشی روی می دهد؟
- 4) الف. تفاوت صابون پتاسیم و سدیم چیست؟
 - ب. چگونه می توان صابون پتاسیمی را به صابون سدیمی تبدیل کرد؟
- 5) چرا صابون در آبهای سخت کف نمی کند؟ برای رفع مشکل چه راهی را پیشنهاد می کنید؟
- 6) اف. چربی ها جزء کدام دسته از ترکیب ها هستند و فرمول عمومی آن ها چیست؟
 - ب. تفاوت بین چربی و روغن را بیان کنید؟
- ۷) مشاهدات زیر را توجیه کنید:

اگر صابون با محلول برم در کربن تتراکلرید مجاور شود، (Br_2/CCl_4)

 - الف. بی رنگ شدن لایه ی آلی
 - ب. عدم تغییر رنگ لایه ی آلی

کروماتوگرافی

آزمایش یازدهم

تئوری:

یکی از روشهای جالب و دقیق جداسازی یک مخلوط، کروماتوگرافی است. کروماتوگرافی براساس جدا کردن مخلوط دو یا چند جسم به وسیله انتشار مخلوط روی دو فاز مختلف است. مخلوط مواد در مجاورت یک فاز ثابت قرار می گیرند. فاز ثابت، جاذبی است که دارای میل ترکیبی درون مولکولی نه تنها با مولکول حلال، بلکه با مواد موجود در فاز متحرک نیز می باشد. فاز متحرک، محلول شوینده است (معمولا مخلوطی از حلال ها با قطبیت های متفاوت است) و حاوی مواد مخلوط می باشد. در حالی که فاز متحرک از روی فاز جامد عبور می کند. بعضی اجزای مخلوط، قوی تر از بقیه جذب فاز ثابت شده و بنابراین عقب می مانند. در حالی که بقیه اجزای مخلوط به حرکت خود در امتداد مسیر ادامه داده و به این ترتیب جداسازی اجزا صورت می گیرد.

کروماتوگرافی را به چند نوع تقسیم بندی می کنند ولی تمام این تقسیم بندی ها بر دو اصل استوار است به این معنی که در تمام انواع مختلف کروماتوگرافی فاز متحرک و فاز ثابت وجود دارد. انواع معمول کروماتوگرافی عبارتند از:

- 1) کروماتوگرافی گاز - مایع: فاز متحرک آن گاز و فاز ثابت آن مایع است.
- 2) کروماتوگرافی مایع - مایع: فاز متحرک آن مایع و فاز ثابت آن نیز مایع است.
- 3) کروماتوگرافی گاز - جامد: فاز متحرک آن گاز و فاز ثابت آن نیز جامد است.
- 4) کروماتوگرافی مایع - جامد: فاز متحرک آن مایع و فاز ثابت آن نیز جامد است.

بحث در این آزمایش کروماتوگرافی روی کاغذ است که از انواع کروماتوگرافی مایع - جامد است در این جا فاز ثابت کاغذ کروماتوگرافی و فاز متحرک یک حلال است. حلال ها با توجه به قطبیتشان از صفحه کاغذ بالا می روند. حالایی که قطبیت آن بیشتر است توسط کاغذ بیشتر جذب می شود و حالایی که کمتر قطبی است سریع تر از صفحه کاغذ بالا می رود. اجسامی که باید از یکدیگر جدا شوند با توجه به قطبیتشان در حلال های مختلف حل می شوند و هر یک با توجه به سرعت حرکت شان از یکدیگر جدا می شوند.

مواد مورد نیاز: فنول فتالئین، نارنجی متیل، آبی برموفنول، n بوتانول، اتانول و آمونیاک 2N (درصد حجمی ۲۰ : ۲۰ : ۶۰)، HCL غلیظ و NH_3 غلیظ

وسایل مورد نیاز: بشر 500 ml، کاغذ کروماتوگرافی (کاغذ صافی)، خط کش، مداد، لوله موئین، درپوش برای بشر (ورقه آلومینیوم)، پوآر و پی پت ۱۰ ml و 20 ml

روش کار:

در دو سانتیمتری انتهای کاغذ (در عرض کاغذ) خط کم‌رنگی با مداد بکشید (خط مبنا) کاغذ را در محل صاف و تمیزی بگذارید و حتی الامکان از تماس دست با آن اجتناب کنید. سپس از هر نمونه مخلوط، به وسیله یک لوله موئین و به طور مجزا روی خط کشیده شده لکه گذاری کنید قطر لکه ها نباید بیش از ۵ میلی متر باشد. هرلکه از لکه دیگر باید ۳-۲/۵ سانتیمتر فاصله داشته باشد. پس از لکه گذاری صبر کنید تا لکه ها خشک شوند، وبعد کاغذ را بصورت استوانه ای در داخل ظرف حلال قرار دهید. سطح حلال باید پایین تر از لکه ها قرار داشته باشد. درپوش ظرف حلال را ببندید حدود ۴۵ تا ۶۰ دقیقه طول می کشد تا حلال بالا بیاید. وقتی حلال به حدود ۱/۵ سانتی متری انتهای کاغذ رسید، کاغذ را خارج کنید و حد پیشرفت حلال را با مداد روی کاغذ مشخص کنید و صبر کنید کاغذ خشک شود.

وقتی کاغذ خشک شد، محل هر لکه و مسیر بالا رفتن آن را روی دهانه شیشه آمونیاک غلیظ قرار دهید و به رنگ آن توجه کنید. سپس محل هر لکه و مسیر بالا رفتن آن را روی دهانه شیشه HCL غلیظ بگیرید و به رنگ آن توجه کنید. اکنون می توانید R_f ترکیبهای شناخته شده، نوع آن را تعیین کنید.

در یک سیستم با حلال معین، فاز ساکن و در دمای ثابت، هر جزء را پس از آشکار شدن می توان به وسیله مقدار ثابت R_f مشخص کرد که به صورت زیر تعریف می شود.

$$R_f = \frac{\text{فاصله طی شده توسط نمونه نسبت به خط مبدا}}{\text{فاصله طی شده توسط حلال نسبت به خط مبدا}}$$

R_f برای هر جزء مقدار معینی است که به نوع کاغذ ، حلال، دما، ضخامت فاز ساکن، رطوبت فاز ساکن و متحرک، اندازه ی نمونه و مقدار اشباع شدن محفظه انجام آزمایش یا بخار فاز متحرک بستگی دارد. مقدار R_f بین 0 و 1 تغییر می کند . صفر برای لکه یا جزیی است که در همان محل لکه گذاری (خط مبدا) باقی مانده و اصلاً حرکتی نکرده است و 1 برای لکه یا جزیی است که همراه حلال حرکت کرده و تا خط حلال رسیده است R_f بقیه اجزا بین این دو حد قرار می گیرد.

آزمایش دهم سرعت تشکیل الکیل کلریدها

تئوری:

فرمول عمومی الکلها ، ROH است که در آن ، R یک گروه آلکیل یا آلکیل استخلاف شده است. این گروه می تواند نوع اول ، دوم یا سوم باشد. ممکن است زنجیر باز یا حلقه ای باشد؛ ممکن است دارای یک اتم هالوژن.

همه الکلها ، دارای گروه هیدروکسیل (OH⁻) هستند که به عنوان گروه عاملی ، خواص مشخصه این خانواده از ترکیبها را تعیین می کند. تغییر و تنوع در ساختار R می تواند بر سرعت واکنشهای الکلها و حتی در موارد معدودی ، بر نوع واکنشها تاثیر گذارد. باید

توجه داشت که ترکیباتی که در آنها گروه هیدروکسیل مستقیماً به یک حلقه آروماتیک متصل است، الکل نیستند؛ آنها فنل هستند و با الکلها تفاوت فاحشی دارند .

تست های شناسایی الکل ها:

برای شناسایی الکل ها ، آزمون های مختلفی وجود دارد که می توان از آنها به آزمون ؛ تشخیص هیدروژن فعال یا تست فلز سدیم ، آزمون آمونیوم هگزا نیتراتو سربم (IV) یا تست سربک آمونیوم نیترات ، تشخیص OH الکلی به وسیله استری شدن یا تست استیل کلرید ، آزمون کرومیک اسید یا جونز ، تشکیل گزانتات ، آزمون لوکاس ، آزمون N-برمو سوکسین ایمید (NBS) و آزمون پریدیک اسید اشاره کرد .

مواد مورد نیاز: الکل های نوع اول، دوم، سوم، روی کلرید (خشک) و هیدروکلریک اسید غلیظ

روش کار:

معرف لوکاس (Lucas Reagent):

معرف لوکاس برای تشخیص الکل های نوع سوم ، آللیلی و بنزیلی از الکل های نوع اول و دوم می باشد . برای تهیه معرف لوکاس ۴ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) را در یک بشر ریخته و در حمام یخ سرد کنید سپس همرا با هم زدن ۳ گرم کلرید روی ($ZnCl_2$) خشک را در اسید مربوطه حل کنید. معرف لوکاس باعث می گردد که الکل به آلکیل کلرید تبدیل شود. چون آلکیل کلرید در مقایسه با الکل حلالیت کمتری در آب دارد بنابراین به راحتی می توان با کدر شدن محلول آن را تشخیص دهیم. الکل های نوع سوم این عمل را سریعتر انجام می دهند. بنابراین تقریباً می توان گفت که طی چند ثانیه باعث کدر شدن محلول می شوند. در صورتی که الکل های نوع دوم پس از ۵ دقیقه عمل حرارت دهی به طور غیر مستقیم این واکنش را انجام می دهند و الکل های نوع اول به حرارت دهی بیش از ۵ دقیقه نیاز دارند

ابتدا ۳ قطره الکل را در یک لوله آزمایش ریخته و به آن حدود ۶ قطره معرف لوکاس اضافه می کنیم. اگر مخلوط کدر شد الکل نوع سوم می باشد. اگر هم پس از حداکثر ۵ دقیقه حرارت توسط بخار آب کدر شد نوع دوم است و در غیر این صورت نوع اول می باشد.

سوالات:

(۱) دلیل کدر شدن محیط را در این تست توضیح دهید؟

(۲) به چه دلیل الکل نوع اول دیرتر کدر می شود؟

(۳) نقش $ZnCl_2$ در این واکنش چیست؟

سنتز استانیلید از آنیلین و استیک انیدرید

آزمایش دوازدهم

تئوری:

استانیلید یا فنیل استامید نرمال یا استانیلین نرمال یک ماده ورقه‌ای (پرکی شکل) سفید یا کرم رنگ می‌باشد. این ماده در انواع بی رنگ و کریستالی براق نیز موجود است. از این ماده به عنوان تب بر و ضد درد استفاده می‌گردد. هم چنین استانیلید به عنوان یک ماده میانی در ساخت رنگینه‌ها نقش حیاتی ایفا می‌کند. مصرف اصلی استانیلید به قرار زیر می‌باشد:

(۱) دارویی

(۲) مواد میانی و ساخت رنگهای نساجی

(۳) به عنوان تسریع کننده در صنایع لاستیک سازی

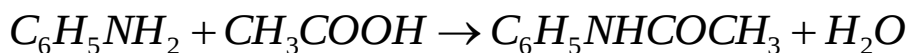
۴) پایدار کننده پراسید

روش تولید

دو روش عمده جهت تولید استانیلید وجود دارد.

(۱) از آنیلین و اسید استیک:

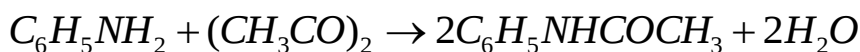
فرمول واکنش: (بازده ۹۰ درصد)



آنیلین اسید استیک استانیلید آب

(۲) از آنیلین و انیدرید استیک:

فرمول واکنش:



آنیلین انیدرید استیک استانیلید آب

اگر یک گروه OH به استانیلید اضافه شود استامینوفن تولید می شود.

وسایل مورد نیاز: ارلن-استوانه مدرج-پیت-چراغ بونزن-ترازو-کاغذ صافی-قیف شیشه ای

مواد مورد نیاز: آنیلین-استیک انیدرید-آب مقطر

روش کار:

ابتدا ۳ میلی لیتر آنیلین را درون یک ارلن بریزید و به آن ۳ میلی لیتر استیک انیدرید اضافه کنید. واکنش بسیار شدیدی بین آنها صورت می گیرد. مخلوط را به شدت هم بزنید تا رسوب کرم رنگی تشکیل شود. سپس ۳ میلی لیتر آب به محتویات ارلن اضافه کنید و آن را درون حمام بخار گذاشته تا تمام مراحل حل شود سپس به درون حمام یخ منتقل کرده تا کریستال ها شروع به تشکیل کنند پس از تشکیل رسوب کریستال ها را توسط کاغذ صافی از محلول جدا کنید و بگذارید تا کاملاً خشک شود. استانیلید به دست آمده را وزن کنید و راندمان را محاسبه کنید.

سوالات:

(۱) خاصیت بازی استانیلید و آنیلین را باهم مقایسه کنید؟

آزمایش سیزدهم

واکنش جانشینی هسته دوستی یک مولکولی (SN 1)

تئوری:

آلکیل هالیدها با روش ها و شناساگرهای گوناگونی تهیه می شوند. هالوژن دار کردن مستقیم آلکان ها برای ایجاد آلکیل کلرید و برمید، موجب تشکیل مخلوطی از ایزومرها می شود که جدا کردن آن با تجهیزات آزمایشگاهی معمولی مشکل است. تهیه ی آلکیل هالید به وسیله ی واکنش های جانشینی هسته دوستی امکان پذیر است. دو ساز و کار برای این گونه واکنش ها وجود دارد. واکنش جانشینی هسته دوستی یک مولکولی (SN 1) و دومولکولی و (SN 2) تهیه ی ترشیو بوتیل کلرید:



روش کار:

۴۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ را در یک ارلن ریخته سپس ۱۰ میلی لیتر ترشیو بوتیل الکل را در یک قیف جداکننده بریزید. محتویات قیف را قطره قطره به هیدروکلریک اسید غلیظ را به ارلن بیفزایید. و بعد محلول را به قیف جدا کننده برگردانید قیف جداکننده را چرخانده تا لایه ها مخلوط شوند. دهانه ی قیف را ببندید و به مدت 2-3 دقیقه آن را به شدت تکان دهید. درپوش را بردارید تا فشار داخل قیف کم شود. دوباره درپوش قیف را بسته، به 10 مدت دقیقه به شدت تکان دهید. قیف را در محل مناسبی قرار دهید و بگذارید لایه های آلی و آبی جدا شود (درپوش قیف را بردارید) لایه ی آلی و آبی را جدا کنید. لایه آلی را با دو مرحله استخراج، هربار با 15 میلی لیتر محلول 5 درصد سدیم بی کربنات بشویید (در هربار شست وشو و تکان دادن قیف به خروج گاز توجه داشته باشید). لایه ی آلی را به وسیله ی 2 گرم کلسیم کلرید به مدت 10 دقیقه خشک نمایید. بازده ی واکنش را گزارش نمایید.

سوالات:

1) در شستن ترشیو بوتیل کلرید با محلول سدیم بی کربنات، چرا محلول باید در حال جوشیدن باشد؟

(2) فعالیت نسبی ایزوبوتیل کلرید در واکنش های چگونه است؟ الف؟ SN_1 ب - SN_2

(۳) آیا n بوتیل الکل می تواند مانند ترشیو بوتیل الکل تنها با تکان دادن با هیدروکلریک اسید غلیظ به کلریدهای مربوطه تبدیل شود؟ توضیح دهید.

(4) سازوکار واکنش تهیه ی ترشیو بوتیل کلرید را شرح دهید.

(5) شرایط واکنش های SN_1 و SN_2 را با هم مقایسه کنید

آزمایش چهاردهم تهیه پاراتولون سولفونات

تئوری:

یکی از مناسب ترین حلال های شیمیایی جایگزین بنزن، ماده ای آلی با نام تولون Toluene است. این ماده در کنار شباهت های فیزیکی و شیمیایی، سمیت و خاصیت تبخیر شونده کمی کمتری نسبت به بنزن دارد ولی خاصیت خواب آوری آن قوی تر است. محصول شیمیایی تولون مایعی شفاف، قابل اشتعال با انحلال پذیری کم در آب است که بعنوان ماده اولیه و یا حلال شیمیایی در صنایع شیمیایی کاربرد بسیاری دارد. از اسامی دیگر تولون می توان متیل بنزن، متیل بنزول، فنیل متان را نام برد.

این ماده بطور طبیعی در نفت خام وجود دارد اما در شرایط آزمایشگاهی می توان با واکنش یدید متیل با بنزن و آلومینیوم کلراید، تولون تولید نمود. در حال حاضر بطور کامل از نفت و همچنین بعنوان یک محصول جانبی هنگام تولید استایرن، تولید می گردد. سدیم پارا - تولون سولفونات به عنوان الکترولیت محافظ برای غشاهای پلی پیرول استفاده می گردد. همچنین سدیم پارا- تولون سولفونات به عنوان حلال برای مطالعه عملکرد ذرات رزین مورد استفاده قرار می گیرد.

مواد مورد نیاز: تولون، سولفوریک اسید غلیظ ، سدیم کلرید

احتیاط: تولون یک ترکیب آروماتیکی است که باید از تماس آن با پوست بدن و استنشاق آن به مدت طولانی اجتناب کرد.

روش کار:

در یک فلاسک ته گرد (۱۰۰ میلی لیتری) ۵,۵ میلی لیتر تولوئن و حدود ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بریزید و چند سنگ جوش در آن بیندازید. با قرار دادن مبرد، مخلوط را روی شعله ملایم رفلاکس (بازروانی) کنید. چنانچه دما زیاد باشد، واکنش در مرحله مونوسولفوردار شدن متوقف نمی شود و دی سولفوندار می شود. پس از آنکه محلول زلال شد گرما را قطع کنید و صبر کنید که مخلوط به دمای عادی برسد.

مخلوط را آهسته درون بشر محتوی ۵۰ میلی لیتر آب بریزید. بعد ۱۲/۵ گرم سدیم کلرید ساییده نرم به مخلوط بیفزایید. برای انحلال نمک، مخلوط را روی حمام بخار گرم کنید. چنانچه پس از گرم کردن رسوبی باقی مانده بود، محلول داغ را صاف کنید. محلول صاف شده را بگذارید سرد شود تا بلورهای تولوئن سولفونات رسوب کند. پس از حدود نیم ساعت، که راسب شدن بلورها خاتمه می یابد، آنها را با استفاده از قیف بوختر صاف کنید. برای تخلیص و تبلور از آب گرم، به عنوان حلال، استفاده کنید و در صورت رنگین بودن محلول، برای گرفتن ناخالصیها و زایل کردن رنگ بلورها در هنگام تبلور از زغال استفاده کنید. بلورها را پس از صاف و خشک کردن توزین، و نقطه ذوب آنها را تعیین کنید. بهره نظری و عملی واکنش را محاسبه و گزارش کنید.