

بسمه تعالی



دانشکده فنی و مهندسی علی آباد کتول

گروه مهندسی شیمی

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی

فهرست مطالب

عنوان

مقررات آزمایشگاه	
دفتر یادداشت و ارائه گزارش کار	
شکلهای وسایل آزمایشگاهی	
آزمایش شماره (۱) تعیین نقطه ذوب	
آزمایش شماره (۲) تعیین نقطه جوش	
آزمایش شماره (۳) تقطیر	
آزمایش شماره (۴) تصعید	
آزمایش شماره (۵) تبلور مجدد	
آزمایش شماره (۶) استخراج به وسیله حلال	
آزمایش شماره (۷) تهیه آسپیرین	
آزمایش شماره (۸) شناسایی الکلها	
منابع مورد استفاده	

مقررات آزمایشگاه

قبل از هر چیز با محیط آزمایشگاه و از تسهیلاتی که وجود دارد مطلع شوید. سر ساعت مقرر به آزمایشگاه وارد شوید. تمام وسیله ارتباطی مثل موبایل را خاموش نمایند و از قرار گذاشتن با دوستان خود در ساعات آزمایشگاه خود داری نمایید. پوشیدن روپوش آزمایشگاه برای تمام مدتی که در آزمایشگاه هستید، اجباری است. در مواردی که با اسید و بازهای غلیظ کار می کنید حتماً دستکش لاستیکی پوشیده باشید. در ابتدای وقت آزمایشگاه یک امتحان کتبی (کوئیز) از آزمایش آن جلسه و تئوری و نحوه کار به عمل می آید.

هر جلسه غیبت به منزله نمره صفر برای آن جلسه می باشد. خروج از آزمایشگاه بدون اجازه مسئول آزمایشگاه ممنوع است. تمام مسائل و اشکالات مربوط به کار خود را با کارشناس آزمایشگاه در میان بگذارید. در آزمایشگاه با شعله، ظروف شیشه ای و مواد شیمیایی که روی آنها برچسب سوزاننده (oxidizing)، قابل اشتعال (Highly Flammable)، خورنده (corrosive) زیان آور (Harmful)، خراش دهنده و سمی (Irritant Toxic) دارد کار خواهید کرد.

لذا لازم است با آگاهی و احتیاط کامل آزمایشهای خود را انجام دهید. از حرارت دادن حلالهای آلی (اتر، بنزن، الکل، کلروفرم، و غیره) با شعله جداً خود داری کنید. از چشیدن، بوییدن و دست زدن به مواد ناشناخته باید پرهیز کرد، زیرا خطر مرگ یا ضایعات جبران نشدنی دیگری در بر دارد.

قبل از آمدن به آزمایشگاه، دستور العمل را به دقت مطالعه کنید و کارهایی که باید انجام دهید را به خاطر بسپارید و در آزمایشگاه به دقت آنها اجرا کنید. هنگام ترک آزمایشگاه باید میز کار خود را تمیز کرده، شیشه های محتوی مواد را در جای خود قرار دهید.

در مورد خراش و بریدگی ابتدا موضع را با کمی اتانول تمیز و سپس از باند و پانسمان استفاده نمایید. برای رقیق کردن اسیدها، هرگز آب را به اسید اضافه نکنید بلکه در حالیکه به هم می زنید اسید را به آب به آرامی اضافه کنید. هر گاه محتویات یک لوله آزمایش را حرارت می دهید دهانه آنرا به طرف خود و یا دانشجویان کنار خود نگیرید. چنانچه روی پوست اسید ریخت ابتدا آنرا با مقدار زیادی آب بشوید. سپس موضع سوختگی را با محلول ۳٪ بی کربنات سدیم بشوید.

در تماس پوست با مواد قلیایی ابتدا آنرا با مقدار زیادی آب بشوید و سپس موضع را با محلول ۱٪ استیک اسید شست و شو دهید. چنانچه چشم آلوده به مواد شیمیایی شد از فواره چشم شویی استفاده کنید و چشم را چند بار باز و بسته کنید. در آزمایشگاه برای اجتناب از ورود مواد شیمیایی سمی به داخل بدن از جویدن آدامس و خوردن خوراکی خود داری نمایید.

بی توجه به ظرفهای داغ دست نزنید. شیشه خیلی آهسته سرد می شود و شیشه سرد و داغ از نظر ظاهری با هم تفاوتی ندارند. آزمایش را عمدتاً زیر هود انجام دهید و مخصوصاً وقتی بخارات سمی و مضر در آزمایش ایجاد می شود. برای دور ریختن مواد زاید حتماً از محل مخصوص که برای آن پیش بینی شده است استفاده کنید.

دفتر یادداشت و ارائه گزارش کار

مواردی که در دفترچه یادداشت شما باید رعایت شود به شرح زیر است:

- ۱- تاریخ انجام آزمایش
- ۲- نام آزمایش
- ۳- نوشتن واکنشهای اصلی
- ۴- روش جدا نمودن محصول از مواد جانبی و تخلیص آن
- ۵- اندازه گیری ثابتهای فیزیکی نظیر نقطه ذوب و نقطه جوش و در صورت لزوم مقایسه آنها با آنچه در کتاب های مرجع برای ترکیب ذکر شده است.

۶- برای محاسبه بهره تئوری و بهره واقعی واکنش، معادله واکنش اصلی را موازنه کنید و وزن مولکولی هر یک را در دفتر بنویسید.

$$\text{در صد} = \frac{\text{بهره واقعی}}{\text{بهره تئوری}} \times 100$$

۷- گزارش کار هر آزمایش را در جلسه بعد به کارشناس آزمایشگاه خود تحویل دهید.
گزارش کار شامل موارد زیر باید باشد:

الف- عنوان آزمایش ب- هدف آزمایش ج- اصول تئوری آزمایش

د- نتایج و محاسبات آزمایش ه- خطاهای آزمایش ی- جواب به سولات در دستور کار آزمایش

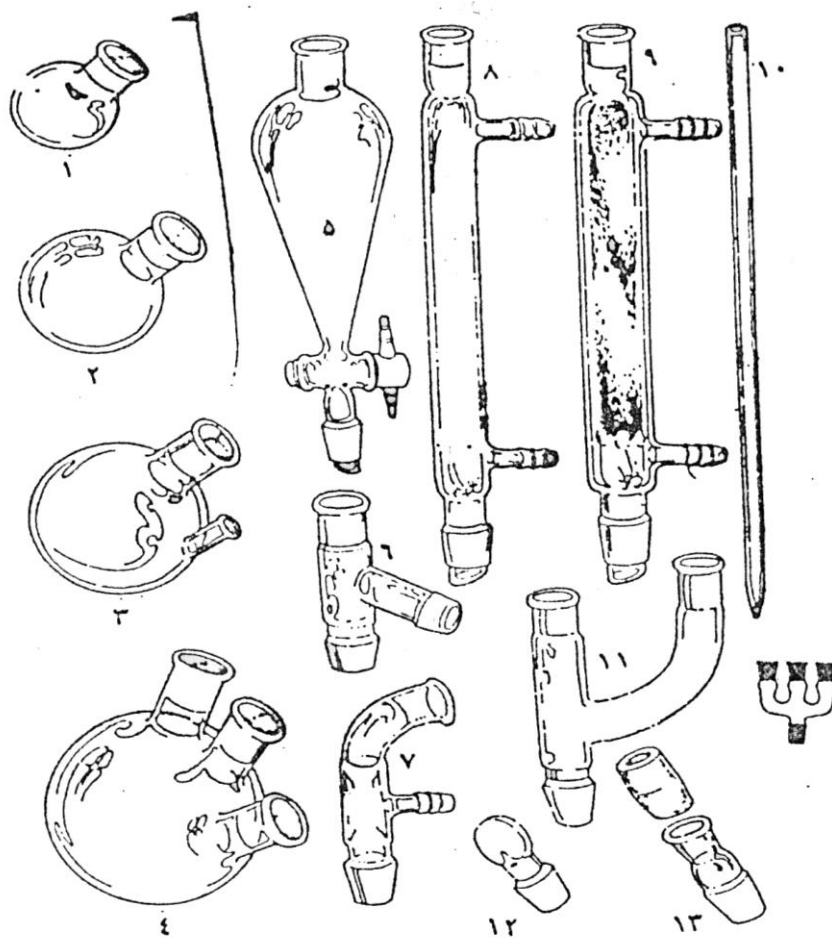
۸- نمرات کل آزمایشگاه به صورت زیر محاسبه می گردد:

۲۵٪ امتحانات مربوط به کوئیز، ۳۵٪ گزارش کار، ۱۰٪ روش کار و رعایت مقررات ایمنی، ۳۰٪ امتحان آخر

ترم.

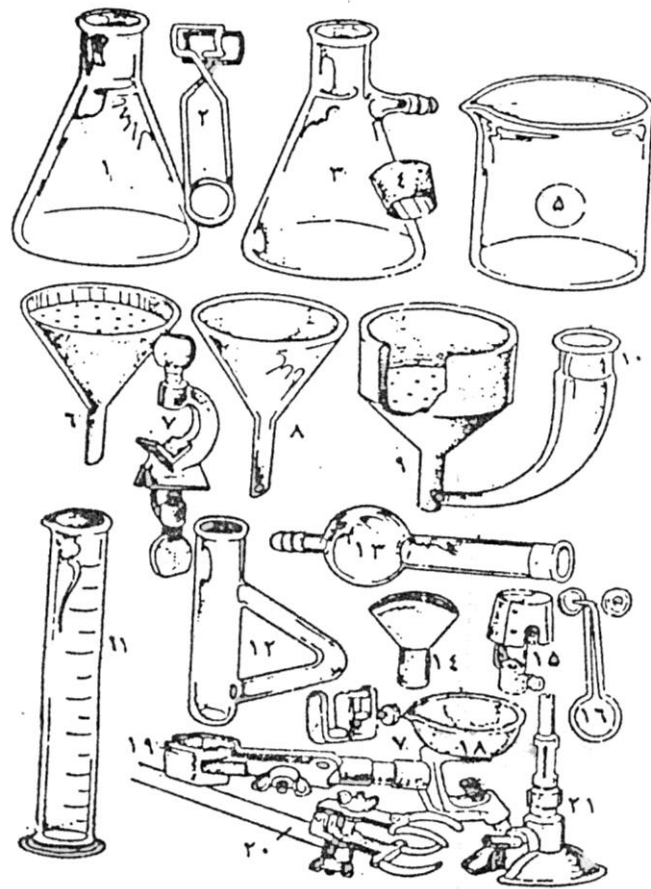
شکل‌های وسایل آزمایشگاهی

تصاویر که در زیر می بینید رایجترین وسیله های است که در آزمایشگاه آلی مورد استفاده قرار می گیرد.



شرح شکل ۱:

۱ و ۲- فلاسک (بالن) تقطیر ۵۰ و ۱۰۰ میلی لیتر ، ۳- فلاسک دو دهانه ، ۴- فلاسک سه دهانه ، ۵- قیف جدا کننده (دکانتور)، ۶- رابط دو راهی (تقطیر) ، ۷- رابط تقطیر در فشار کم (رابط دو راهی خلاء) ، ۸- مبرد ، ۹- ستون تقطیر ، ۱۰- لوله جوش ، ۱۱- رابط های کلینز ، ۱۲- درب شیشه ای ، ۱۳- رابط دماسنج



شرح شکل: ۲

۱- ارلن مایر ، ۲- گیره لوله آزمایش ، ۳- ارلن صاف کن ، ۴- رابط از جنس لاستیک ، ۵- بشر ، ۶- قیف هیرش ، ۷- گیره ، ۸- قیف ، ۹- قیف بوختر ، ۱۰- رابط خمیده ، ۱۱- استوانه مدرج ، ۱۲- لوله اندازه گیری نقطه ذوب (تیل) ، ۱۳- لوله خشک کردن ، ۱۴- شعله پخش کن ، ۱۵- هود کش شعله ، ۱۶- گیره ، ۱۷- گیره پیچی ، ۱۸- ظرف تبلور ، ۱۹- گیره با سرانبری ، ۲۰- گیره مبرد ، ۲۱- چراغ کوچک

آزمایش

۱

تعیین خواص فیزیکی

نقطه ذوب

نقطه ذوب یک ماده محدود دمایی را نشان می دهد که در آن فاز جامد به فاز مایع تغییر پیدا می کند .
نقطه ذوب نرمال، دمایی است که مایع و جامد در فشار یک اتمسفر (1 atm) با هم در حال تعادل هستند. در دمای ذوب فشار بخار مایع با فشار بخار جامد برابر است.

- تغییر حجم در حین فرایند ذوب شدن یک جامد خیلی کم است از این رو نقطه ذوب یک جامد، بر خلاف نقطه جوش یک مایع ، بطور عملی به تغییر فشار به طور معمول بستگی ندارد.
- به دلیل آنکه نقطه ذوب یک جامد به آسانی و بطور دقیق تعیین می شود و به مقادیر کم ماده نیاز دارد ، یکی از روشهای بسیار مناسب برای شناسایی مواد جامد به شمار می رود.
- اگر دو نمونه دارای نقطه ذوب متفاوت باشند، بایستی مولکول هایشان دارای ساختار یا کونفیگوراسیون متفاوت باشند، آنها همچنین می توانند ایزومر همدیگر یا دیااستریومر هم باشند.

- اگر نقطه ذوب دو نمونه یکسان باشد، بنابراین بایستی دارای ساختار یکسان باشند، اگر چه ممکن است آنها دارای کونفیگوراسیون آنانتیومری باشند. این حالتها فقط در مورد مواد خالص و موادی که از لحاظ ساختار بلوری یکسان باشند صادق است.
- مخلوط مواد مختلف به طور معمول در یک محدوده دمایی ذوب می شوند.
- اگر چه نقطه ذوب به طور معمول با افزایش وزن مولکولی افزایش می یابد، ولی در بعضی موارد تفاوتهایی نیز مشاهده می شود. و این حالت مربوط به زوج یا فرد بودن تعداد اتمهای کربنهای مولکول تشکیل دهنده می شود.
- ترکیبات دارای گروههای عاملی قطبی به طور معمول نسبت به ترکیبات دارای گروههای عاملی غیر قطبی، دارای نقطه ذوب بیشتری هستند.
- در ساختمان یک کریستال، یونها و یا مولکول ها بطور کاملاً منظم قرار گرفته اند. و نیروهای نگه دارنده این کریستالها شامل:

۱- نیروی قوی کولومبیک

۲- نیروی واندروالس

می باشد.

این نیروها انرژی شبکه کریستال را تشکیل می دهند. در درجه حرارت معینی که بستگی به نوع کریستال دارد انرژی حرارتی داده شده به انرژی شبکه کریستال غلبه کرده و آرایش منظم ذرات به آرایش نامنظم مایع تبدیل می شود.

نقطه ذوب و آنتالپی و آنتروپی مذاب

دمای مطلق که در آن ماده ذوب می شود معادل با گرمای ذوب ΔH_f تقسیم به آنتروپی ذوب ΔS_f می باشد.

$$T_f = \frac{\Delta H_f}{\Delta S_f}$$

در نقطه ذوب فازهای مایع و جامد در حال تعادلند و این بدان معنی است که در این دما تغییر انرژی آزاد برای تبدیل مایع به جامد یا بلعکس صورت نمی پذیرد، $\Delta G_f = 0$ بنابراین به عبارت دیگر دمایی که در آن H_f Δ بتواند برابر با ΔS_f شود (ΔG_f برابر با صفر و دو فاز می توانند در حال تعادل باشند) را نقطه ذوب نامند.

$$\Delta G_f = \Delta H_f - T_f \Delta S_f = 0 \rightarrow \Delta H_f = T_f \Delta S_f$$

آنتالپی و آنتروپی مذاب و ساختار مولکولی

اثر ΔH نقطه ذوب بالای n - بوتیل الکل در مقایسه با دی اتیل اتر در نتیجه بزرگتر بودن گرمای مذاب الکل قطبی تر می باشد. به طور مشابه بالاتر بودن نقطه ذوب پارا بنزن دواستخلافی در مقایسه با ایزومرهای اورتو و متا بدلیل بزرگتر بودن گرمای مذاب ایزومر پارا نسبت به اورتو و متا می باشد.

n - Butyl alcohol $\Delta H_f(\text{cal / mol}) 2.130 \text{ m.p} = -87.3^\circ\text{C}$

Diethyl ether $\Delta H_f(\text{cal / mol}) 1.649 \text{ m.p} = -116.2^\circ\text{C}$

p- Dichlorobenzen $\Delta H_f(\text{cal / mol}) 4.340$ m.p = 53 °C

o – Dichlorobenzen $\Delta H_f(\text{cal / mol}) 2.030$ m.p = 1.8 °C

m – Dichlorobenzen $\Delta H_f(\text{cal / mol}) 3.150$ m.p = -6.9 °C

اثر ΔS

نقطه ذوب بالای غیرعادی سیکلو هگزان در مقایسه با متیل سیکلو هگزان در ابتدا بدلیل آنتروپی مذاب کم غیر عادی برای سیکلو هگزان می باشد .

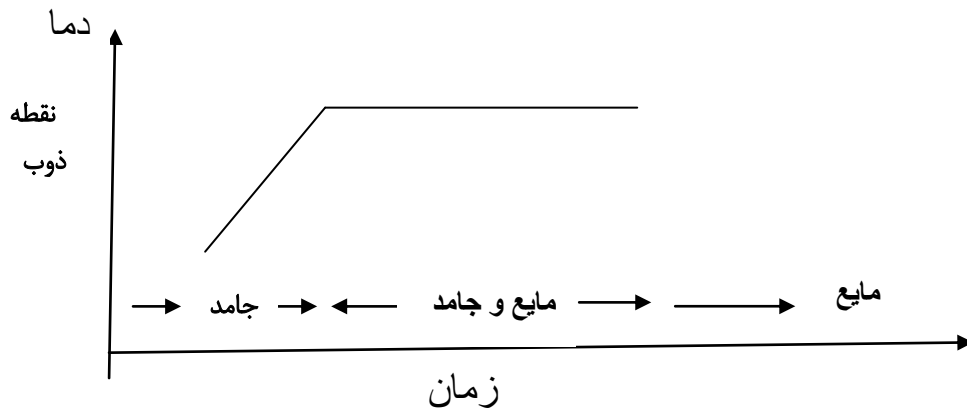
به طور مثال، نقطه ذوب نسبتاً بالای ترشیو – بوتیل الکل در مقایسه با ایزومر های آن در نتیجه آنتروپی مذاب تقریباً کم آن می باشد. آنتروپی مذاب در ابتدا در نتیجه افزایش درجه آزادی چرخشی مولکول یا بخشهایی از مولکول نسبت به بخش های دیگر آن در فاز مایع نسبت به فاز جامد می باشد.

افزایش آنتروپی ارتعاشی و انتقالی در نقطه ذوب نسبتاً کوچک است. یک آنتروپی مذاب کوچک، دلالت کننده آن است که مولکول آزادی چرخشی کم هم در فاز مایع و جامد از خودشان می دهد (مثل مولکولهای حلقوی، چند حلقوی)

	$m.p^{\circ}C$	$\Delta S_f (\text{cal / mole} - \text{deg})$
cyclohexane	2.28	6.6
Methylcyclohexane	11.01	-126.6

در اندازه گیری نقطه ذوب معمولاً دو عدد را در نظر می گیرند، یکی مربوط به ذوب شدن اولیه ذرات و ظاهر شدن قطره مایع در میان بلورها و دیگری مربوط به زمانی است که تمام توده بلور ذوب می گردد فاصله این

دو دما را حدود یا دامنه نقطه ذوب گویند. وجود یک ناخالصی غالباً سبب کاهش نقطه ذوب می گردد وقتی دما به جایی برسد که انرژی گرمایی ذرات به اندازه کافی زیاد باشد و بتواند بر نیروهای درون بلوری، که آنها را در خود نگه می دارد، فایق آید ذوب رخ میدهد.



منحنی ذوب جسم جامد ایده آل

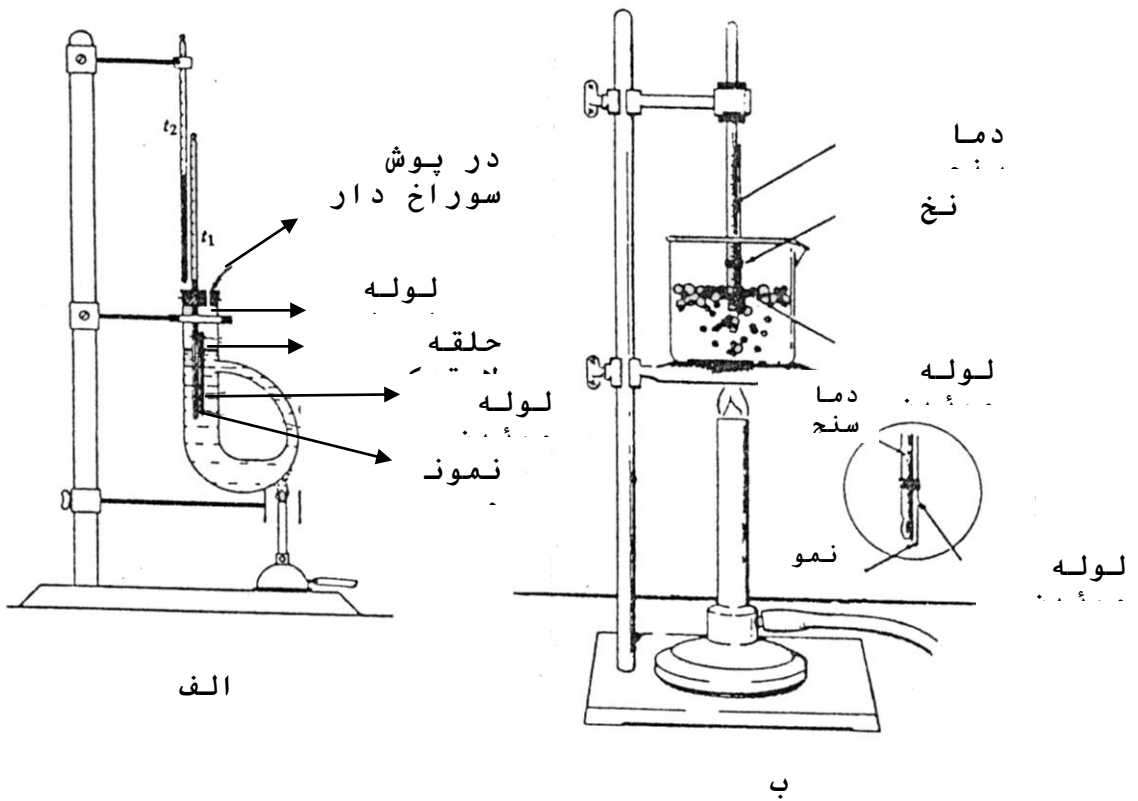
روشهای اندازه گیری نقطه ذوب

۱- لوله تیل (روش میکرو).

۲- دستگاه های اندازه گیری دقیق میکروسکوپی.

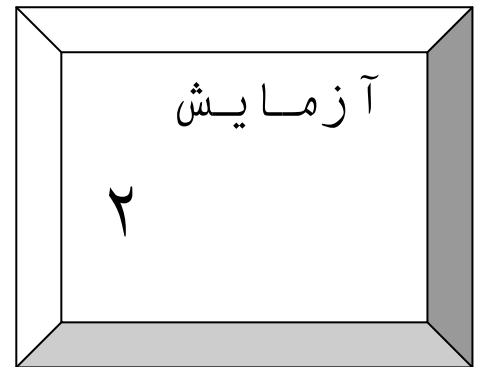
چنانچه لوله تیل در دسترس نباشد از یک بشر کوچک $50-100\text{ ml}$ نیز می توان به عنوان حمام روغن استفاده نمود.

روش کار: ابتدا یک طرف لوله موئینه را بسته و سپس نمونه جامد را حدود 2 mm (وارد لوله موئین نموده) و با استفاده از یک لوله بلند سرباز چند بار بالا و پایین می اندازید سپس آن را به دماسنج متصل کرده و به آن به آرامی حرارت می دهیم. دمای آغاز و پایان ذوب شدن را یادداشت می کنید (آزمایش ۲ بار تکرار شود).



شکل (۱-۱) الف - اندازه گیری نقطه ذوب با استفاده از لوله تیل.

ب- با استفاده از بشر (حمام روغن).



تعیین نقطه جوش

دمایی که در آن، فشار بخار مایع با فشار جو برابر می شود را نقطه جوش گویند. مقدار فشار بخار یک مایع به میزان جاذبه های بین مولکولی در آن مایع و دما بستگی دارد. هر چه جاذبه بین مولکولی کاهش یابد فشار بخار مایع افزایش می یابد جدا شدن مولکولها از فاز مایع به فاز بخار آسانتر می شود و هر چه فشار خارجی کاهش می یابد نقطه جوش نیز کاهش خواهد یافت.

		نقطه جوش نرمال	
	1 atm	→	100 °C
{	0/95 atm	→	98/6 °C
	0/012 atm	→	10 °C

پرای

عوامل موثر روی نقطه جوش :

۱- وزن مولکولی

۲- ماهیت گروه عاملی

۳- درجه شاخه دار شدن مولکول

با افزایش وزن مولکولی، نقطه جوش نیز افزایش می یابد. (وقتی که ماهیت گروه عاملی و درجه

شاخه دار شدن ثابت بماند) و این به دلیل افزایش نیروهای واند والاسی بین مولکولهای سنگین تر است .

	b.p °C
$\left. \begin{array}{l} \text{C-C-C-C} \\ \text{C-C-C-C-C} \end{array} \right\}$	36.07
	68.74

هر چه گروه عامل قطبی تر باشد نقطه جوش افزایش می یابد (به دلیل افزایش ممان دو قطبی و نیروهای

دو قطبی - دو قطبی و افزایش نیروهای جاذبه بین مولکولی)

	وزن مولکولی	b.p °C
$\left. \begin{array}{l} \text{C-C-C-C-C} \\ \text{C-C-O-C} \\ \text{C-C-C-OH} \end{array} \right\}$	۷۲	36.57
	۷۴	34.3
	۷۴	117.6

هرچه درجه شاخه دار شدن بیشتر شود سطح تماس مولکول کاهش می یابد و در نتیجه نیروهای جاذبه بین

مولکولی واندوالاسی کاهش می یابد و در نتیجه نقطه جوش کاهش می یابد.

b.p⁰C

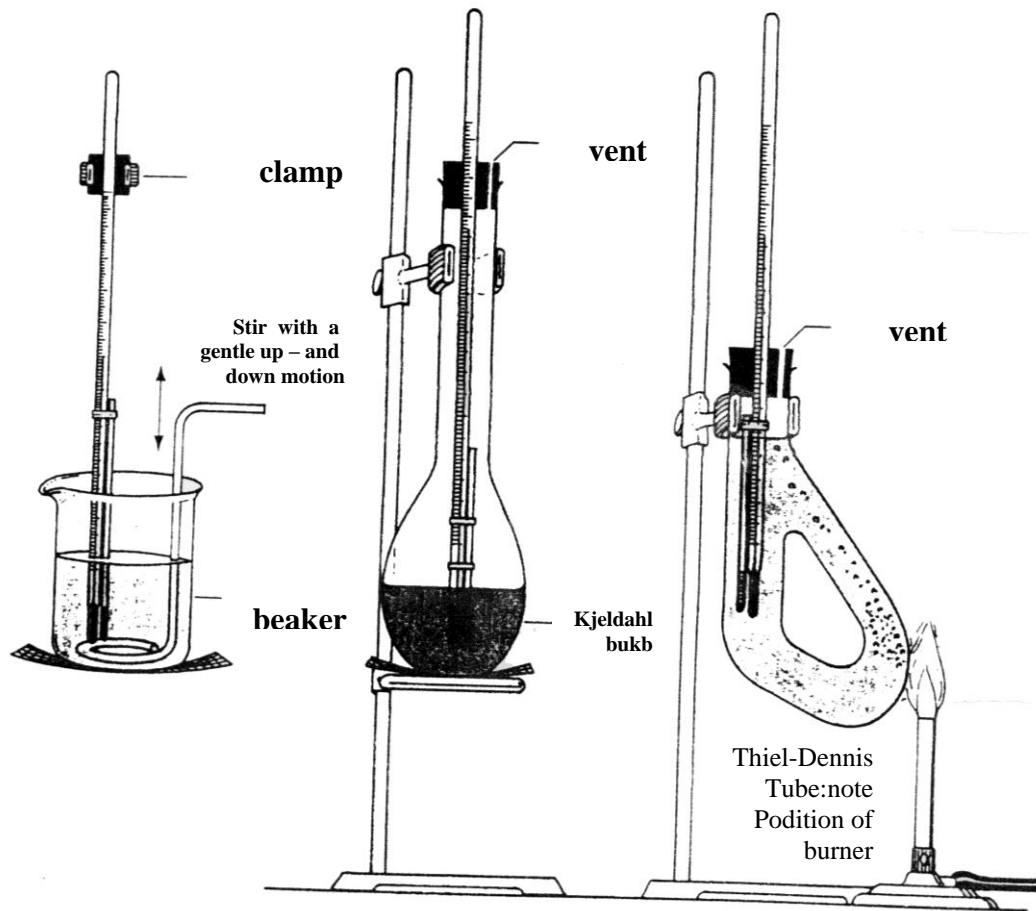
$\left. \begin{array}{l} \text{C-C-C-C-C-Cl} \\ \\ \text{C} \\ \\ \text{C-C-C-C-Cl} \\ \\ \text{C} \\ \\ \text{C-C-C-C-Cl} \\ \\ \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C-C-C-Cl} \\ \\ \text{C} \\ \\ \text{C-C-C-Cl} \\ \\ \text{C} \end{array} \right\}$	108
	100
	98
	91
	84

اندازه گیری نقطه جوش به روش میکرو

لوله موئین را توسط شعله حرارت دهید و از انتها کاملاً مسدود نمایید. سپس ۵-۲ قطره از مایع مورد آزمایش را درون یکی از لوله های آزمایش توسط قطره چکان ریخته و سپس لوله موئین را طوری وارد کنید که قسمت مسدود آن در بالا قرار گیرد.

حال لوله را توسط نوار لاستیکی به دماسنج ببندید همانند آنچه که در اندازه گیری نقطه ذوب عمل کردید. دقت کنید انتهای لوله در دماسنج باید در یک سطح باشند. این مجموعه را در حمام روغن قرار دهید. طبق

شکل شماره (۱-۲)



شکل (۱-۲) حمام گرما برای تعیین نقطه جوش با نقطه ذوب

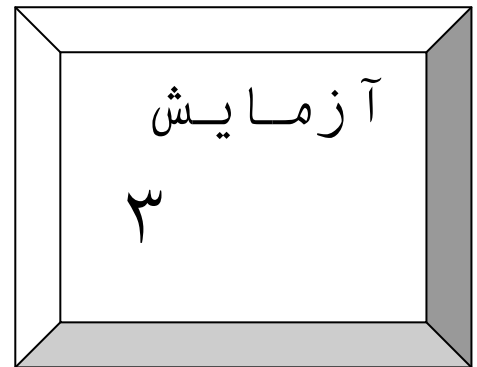
سپس نمونه را به آرامی حرارت دهید پس از حرارت دادن جریان منظم و یکنواختی از حباب هوا از انتهای لوله موئین خارج می شود در این مرحله حرارت را قطع کنید و درجه حرارتی که در آن تشکیل حباب ها متوقف می شود و مایع شروع به بالا رفتن از لوله موئین می کند را یادداشت کنید این درجه حرارت نقطه جوش برای آن مایع می باشد.

در طول عمل حرارت دادن اولیه هوای موجود در لوله موئین منبسط شده و در لحظه ای فشار بخار مایع با فشار هوا به تعادل می رسد ، هوای لوله موئین به صورت حبابهای منظم از آن خارج می شود و مایع به نقطه

جوش رسیده است و به محض اینکه حرارت را قطع کنیم فشار بخار مایع می رود که کمتر از فشار هوا گردد و دقیقاً در همین مرحله مقداری از مایع، درون لوله موئین وارد می شود و نقطه جوش را می خوانیم. اشکالات روش میکرو

۱- چون مقدار مایع کم است در صورت افزایش ناگهانی گرما، احتمال بخار شدن آن می رود و یا اینکه نقطه جوش به دست آمده از مقدار واقعی می باشد.

۲- در صورتیکه حرارت دادن کافی نباشد در نزدیکی نقطه جوش با قطع حرارت ممکن است مایع از لوله موئین بالا برود و نقطه جوش کمتر از مقدار واقعی آن است.



تقطیر

در تقطیر یک مایع تا دمایی که به بخار تبدیل شود حرارت داده می شود. بخار سپس سرد شده و در قسمت دیگر دستگاه میعان می شود. جدا سازی اجزاء یک مخلوط به وسیله تقطیر بر اساس اختلاف درجه بخار شدن آن اجزاء در مخلوط تحت شرایط آزمایش می باشد. بنابراین تقطیر یک روش اساسی برای تخلیص یک مایع است.

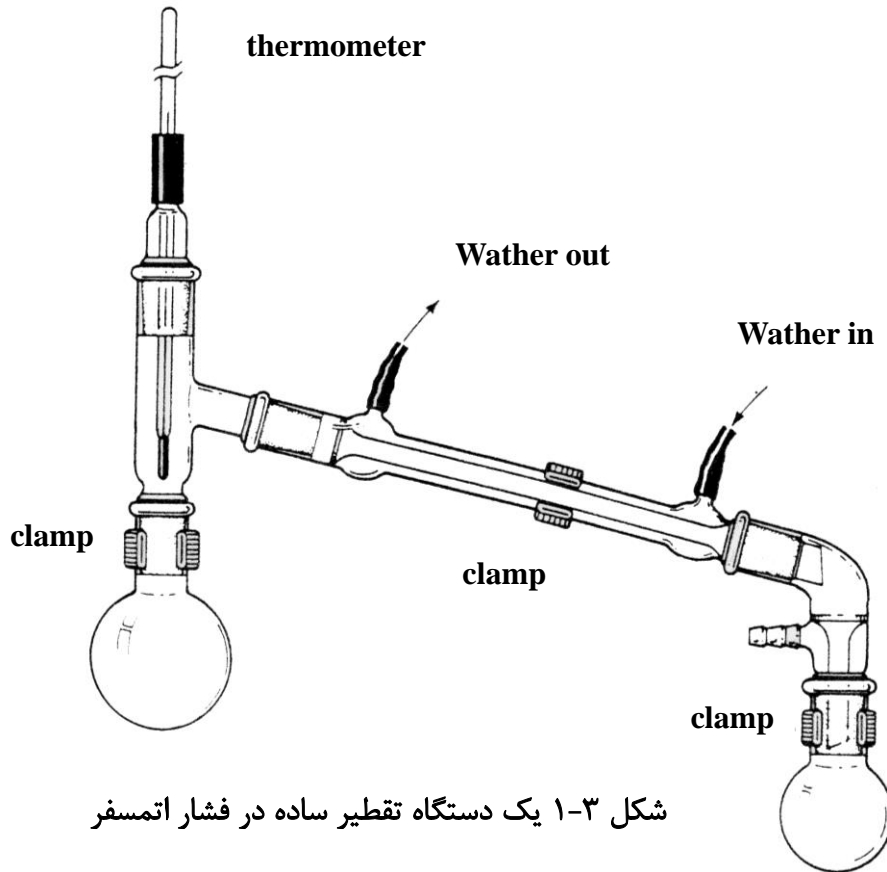
اگر یک نمونه از مایع در یک فضای خالی قرار داده شود، مقداری از مایع بخار می شود در این شرایط، فشار فضای بالای مایع افزایش پیدا می کند و در نهایت به یک مقدار ثابت می رسد. به فشاری که تحت این شرایط به واسطه تبخیر مایع به وجود می آید اصطلاحاً فشار بخار تعادلی گویند.

تقطیر یک مایع خالص

اگر یک مایع خالص که به یک بالن متصل به متراکم کننده، که از انتهای دیگر به هوای اتمسفر باز است طبق شکل (۳-۱)، حرارت داده شود، فشار بخار آن افزایش خواهد یافت.

زمانی که دمای مایع به اندازه کافی افزایش یابد، فشار بخار مایع بتدریج افزایش می یابد تا به فشار اتمسفر برسد در این شرایط مایع شروع به جوشیدن می کند و بخار تولید شده از بالن خارج شده و وارد متراکم کننده می شود سپس بخار وارد شده به متراکم کننده توسط آب سرد شده و به مایع تبدیل می شود در

شرایط تقطیر، متراکم کننده طوری قرار می گیرد که بخار مایع شده بر خلاف مبرد رفلاکس دوباره به بالن اولیه هدایت نشود (شکل ۱-۳). دمایی که در آن مایع در فشار یک اتمسفر تقطیر شود را اصطلاحاً نقطه جوش نرمال آن مایع نامند.



شکل ۱-۳ یک دستگاه تقطیر ساده در فشار اتمسفر

مایعات امتزاج پذیر

وقتی دو مایع که کاملاً در یکدیگر محلول هستند مخلوط شوند، فشار بخار هر مایع در یک دمای خاص توسط حضور مایع دیگر کاهش می یابد. یک زوج مایع امتزاج پذیر دارای رفتار ایده ال هستند اگر سهم هر جزء در فشار بخار کل مستقیماً به کسر مولی آنها وابسته باشد. بنابراین،

$$P_B = X_B P_B^0 \quad P_A = X_A P_A^0$$

$$P_{total} = P_A + P_B = X_A P_A^0 + X_B P_B^0$$

P_A و P_B فشار بخار A و B بالای محلول می باشد. X_A و X_B کسر مولی و P_A^0 و P_B^0 فشار بخار مایع خالص A و B در دمای ویژه می باشد مایعاتی مثل مخلوط، بنزن / تولوئن، n- هگزان / n- هپتان و n- بوتیل برماید n- بوتیل کلراید، که ترکیب مولکولی آنها دارای اندازه مشابه و بر همکنش بین مولکولی یکسان می باشد دارای رفتار ایده ال هستند.

وقتی تقطیر یک مخلوط مایع امتزاج پذیر ادامه می یابد، مخلوط به تدریج از جزء فرارتر تخلیه می شود. بنابراین عامل مهمی که تقطیر یک زوج مایع امتزاج پذیر را از تقطیر یک مایع خالص تمایز قائل می شود عبارتند از :

۱- ترکیب اجزاء مایع و بخار در تقطیر یکسان نیست.

۲- نقطه جوش یک مایع بتدریج در طول فرایند تقطیر افزایش می یابد به جزء در موارد یکه تشکیل آزنوتروپ می دهند.

تقطیر ساده

چنانچه مخلوطی از دو یا چند مایع داشته باشیم و دمای جوش آنها بحد کافی با هم اختلاف داشته باشد جدا کردن آنها از طریق ساده امکان پذیر است و در این شرایط ابتدا مایعی که فقط نقطه جوش کمتری دارد تقطیر می شود و سپس اجزا دیگر مخلوط به تناسب افزایش نقطه جوششان تقطیر می شوند و بدین ترتیب می توان آنها را از یکدیگر جدا نمود.

برای تقطیر ساده، بالن تقطیر، مبرد، رابط، دماسنج و ظرف دریافت کننده لازم است .

رعایت نکات زیر در انجام تقطیر ضروری است :

۱. حجم مایع تقطیر شدنی از $\frac{2}{3}$ حجم بالن نباید بیشتر باشد.

۲. انداختن چند عدد سنگ جوش (دو یا سه) در بالون تقطیر به منظور توزیع یکنواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع لازم است.
۳. اتصال لوله ورود و خروج آب به مبرد به طور صحیح باشد.
۴. محل ارتباط و تماس شیشه آلات باید توسط گریس قبل از سوار شدن دستگاه چرب شود ، این امر جهت اجتناب از چسبندگی و قفل شدن آنها در اثر حرارت باید رعایت شود.
۵. مخزن جیوه دماسنج باید پایینتر از شاخه جانبی رابط قرار گیرد.
۶. از بالن های تقطیر بزرگ نباید استفاده کرد زیرا سبب از بین رفتن مایع می گردد.
۷. انتخاب مبرد به نوع تقطیر و نقطه جوش مایع بستگی دارد.
۸. بالن تقطیر را هیچگاه نباید تا خشک شدن و از بین رفتن مایع تقطیر شدنی حرارت داد.

روش کار :

به یک حجم مشخصی از متانول . چند میلی لیتر آب مقطر اضافه می کنیم این مقدار حجم محلول باید اندازه مشخصی داشته باشد . بیش از $\frac{2}{3}$ و کمتر از $\frac{1}{3}$ حجم بالون نباشد . سپس یک تا دو عدد سنگ جوش داخل بالن می اندازیم و ابتدا بالن توسط گیره به پایه متصل شده و سپس مبرد را می بندیم (رابط ها گریس کاری شود) . سپس شلنگ ها را وصل می کنیم به طوری که از قسمت پایین آب وارد شود و از قسمت بالا خارج شود.

دماسنج را به سیستم متصل می کنیم و هیتر را روشن می نماییم. به ازاء هر ۱ml حجمی که جمع آوری می شود دما را خوانده و منحنی دما بر حسب حجم را تشکیل داده و رسم کنید. این کار را تا وقتی ادامه می دهیم که حجم مایع درون بالن به حدود $\frac{1}{3}$ کاهش یابد و حجم متانول جمع آوری شده را گزارش کنید. در تقطیر خوب دما باید طوری تنظیم شود که هر ۱ تا ۲ ثانیه یک قطره مایع خارج شود.

تقطیر جزء به جزء

در صورتیکه تفاوت نقطه جوش اجزاء موجود در مخلوط زیاد نباشد از روش تقطیر جزء به جزء استفاده می شود. در این روش یک ستون تقطیر بین بالن تقطیر و مبرد قرار می گیرد که در طول ستون بار عمل تقطیر (تبدیل بخار به مایع) صورت می گیرد و هر بار بخار از ترکیبی که دارای نقطه جوش کمتری است غنی می گردد و وقتی بخار به انتهای ستون می رسد و وارد مبرد میشود فقط بخارات یک جزء است که در اثر میعان به قطرات مایع تبدیل می گردد.

شکل (۴-۱) یک ستون جزء به جزء را نشان می دهد. این ستون دارای برجستگی های خار مانند شیشه ای در سطح داخلی است که در اثر سطح زیاد سبب بیشتر شدن مراحل بخار - میعان می شود. اکنون مخلوطی شامل بنزن ($bp=80^{\circ}C$) و تولوئن ($bp=110^{\circ}C$) را در نظر می گیریم. تقطیر ساده روش مناسبی برای جدا کردن آنها نخواهد بود. چنانچه از تقطیر جزء به جزء استفاده کنیم.

به علت ارتفاع نسبتاً بلند ستون، مخلوط بخارهای بنزن و تولوئن به طور مداوم از پائین به بالا چندین بار بخار و به مایع تبدیل می شود و بخار تولوئن که نقطه جوش بالاتری دارد به بالن تقطیر بر می گردد و در بالای ستون ترکیب بخار غنی از بنزن وارد مبرد می گردد. زمانیکه تقریباً تمامی بنزن تقطیر گردید درجه حرارت دما سنج رو به افزایش می گذارد و کمی از باقیمانده بنزن در مخلوط به همراه تولوئن امکان ورود به ظرف جمع آوری جزء اول (بنزن) را دارد.

لذا برای اجتناب از این امر، به محض شروع افزایش درجه حرارت دما سنج، بالن دریافت کننده را بر داشته و بالن دیگری قرار می دهیم تا بین دو تقطیر، بصورت جدا جمع آوری گردد. هنگامی که دماسنج در دمای $110^{\circ}C$ یعنی نقطه جوش تولوئن تثبیت گردید بالن سوم را جهت جمع آوری تولوئن تقطیر شده جایگزین می نمائیم.



شکل (۴-۱): یک ستون جزء به جزء

کارآیی جدا سازی دو مایع توسط عمل تقطیر به عوامل زیر بستگی دارد:

۱. اختلاف در فشارهای بخار اجزاء..

۲. اختلاف در حرارت تبخیر دو جزء. مثلاً بنزن با نقطه جوش $80^{\circ}C$ $\Delta H_v = 7/35 \text{ kcal/mol}$

و تولوئن با نقطه جوش $110^{\circ}C$ $\Delta H_v = 7/07 \text{ kcal/mol}$ به سختی از هم جدا می شوند در

حالیکه استون با $\Delta H_v = 7/22 \text{ kcal/mol}$ به آسانی با تقطیر ساده از آب با

$\Delta H_v = 9/72 \text{ kcal/mol}$ جدا می شود.

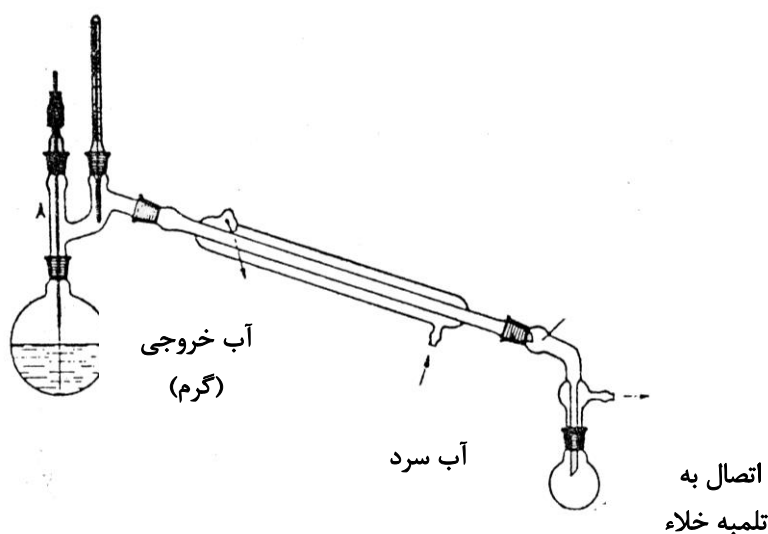
۳. ستون تقطیر

۴. طول و نوع ستون و ماده پرکننده داخل ستون.

تقطیر در فشار کم

یک مایع زمانی می جوشد که فشار بخار آن با فشار جو معادل شود. بنابراین، شما می توانید یک ماده را در دمای پایین تر از نقطه جوش نرمال آن به وسیله تقطیر در فشار کم به جوش آورید. به دلیل آنکه تعدادی از مواد با افزایش دما تخریب می شوند تقطیر تحت فشار کم برای کاهش تخریب آنها مناسب می باشد.

تقطیر تحت فشار کم معمولاً برای موادی که دارای نقطه جوش بالاتر از ۱۲۵-۱۷۵ درجه سانتی گراد می باشند استفاده می شود. برای کم کردن فشار از خرطوم آبی، پمپ آبی و یا پمپ روغنی استفاده می شود که مقدار کاهش فشار در هریک از وسایل فوق به شرایط آنها و دستگاه تقطیر بستگی دارد. خرطوم یا پمپ آبی معمولاً حدود ۱۰-۲۰ mmHg فشار را کاهش می دهند و پمپ روغنی کاهش فشار را حدوداً کمتر از ۱ mmHg تامین می نماید (طبق شکل ۱-۲).

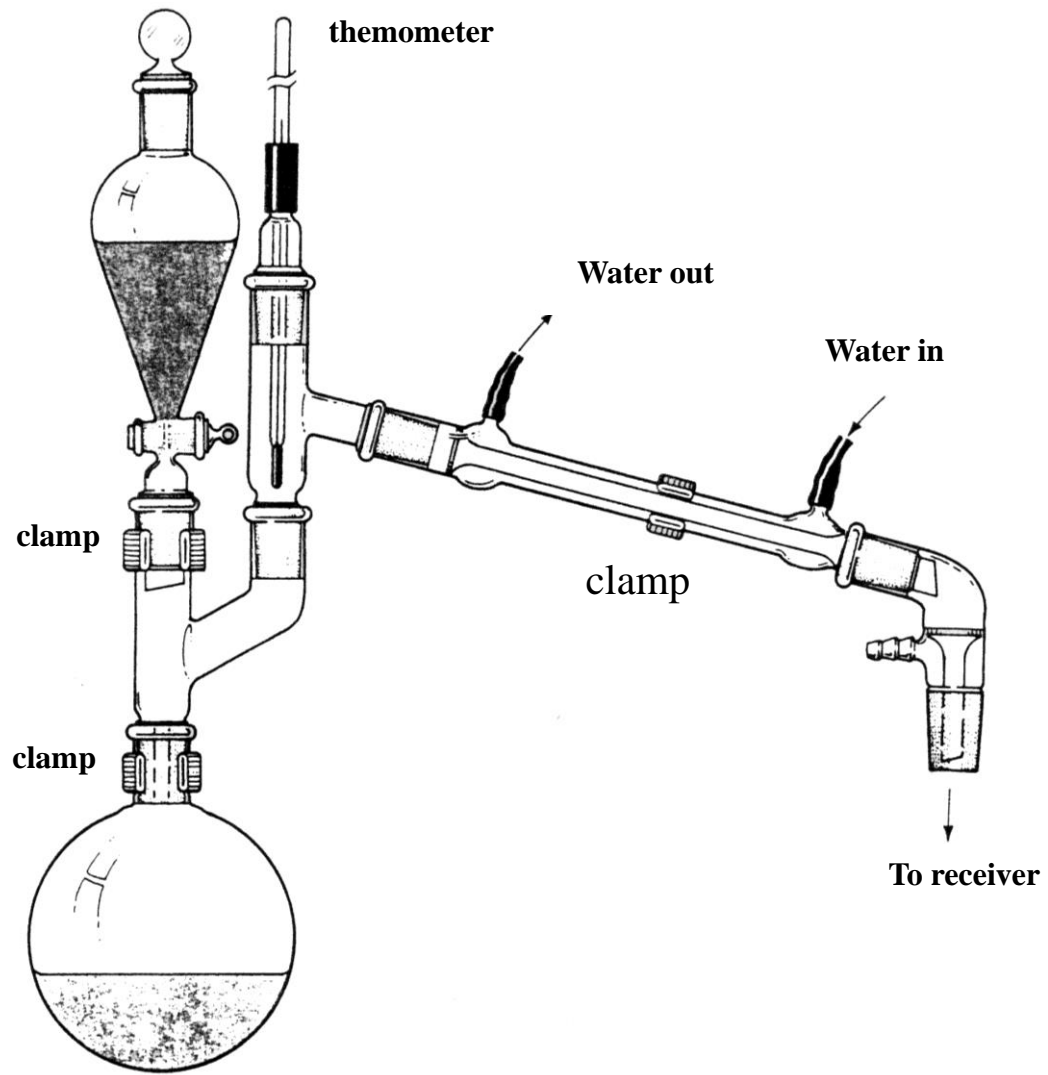


شکل ۱-۲: دستگاه تقطیر در فشار کم (تقطیر در خلاء)

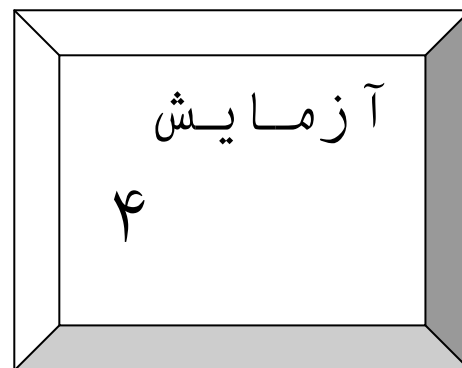
تقطیر به وسیله بخار آب

در مخلوط دو تا مایع به طور کامل امتزاج ناپذیر، فشار بخار هر جزء مستقل از دیگری می باشد. وقتی دمای مخلوط افزایش می یابد، فشار بخار هر ماده افزایش می یابد تا آنکه فشار بخار کل با فشار اتمسفر برابر شود. به دلیل آنکه فشار بخار کل مجموع فشارهای بخار انفرادی هر جزء می باشد، فشار بخار کل با فشار اتمسفر در دمای پایین تر از نقطه جوش هر کدام از ماده خالص برابر می شود. بنابراین مخلوط در دمای پایین تر از نقطه جوش هر جزء خالص تقطیر می شود.

اگر یکی از دو مایع آب باشد و عمل تقطیر انجام گیرد آنرا تقطیر با بخار آب گویند. بنابراین مایع مورد نظر در پایین ۱۰۰ درجه سانتی گراد تقطیر می گردد و لذا یک ترکیب که در آب بسیار نامحلول است در مخلوط با آب تقطیر می شود و موادی که نقطه جوششان بالاتر از ۱۰۰°C است براحتی می توان با این روش تقطیر نمود همچنین این روش را می توان در مورد جداسازی ترکیبات طبیعی از بافتها، روغنهای اسانس گیاهان و به طور کلی موادی که با آب پیوند هیدروژنی تشکیل می دهند مورد استفاده قرار دارد (طبق شکل ۱-۳).



شکل ۱-۳ دستگاه تقطیر با
بخار آب



تصعید

بعضی جامدها، دارای فشار بخار به اندازه کافی بالا هستند که می توانند تبخیر شوند، بدون آنکه ذوب شوند، که به این رفتار تصعید گویند.

تصعید یک روش مفید برای خالص سازی بعضی ترکیبات جامد می باشد اگر ناخالصی ها غیر فرار باشند. در این روش، جسم ناخالص در درجه حرارت پایین تر از نقطه ذوب خود تبخیر می شود و بخارات حاصل در اثر برخورد با یک سطح سرد جامد می شوند. در این عمل جسم جامد بدون عبور از حالت مایع به بخار تبدیل می شود. برای آنکه در این روش، تخلیص به خوبی صورت پذیرد باید دو اصل زیر رعایت شود :

۱. جسم مورد نظر باید فشار بخار نسبتاً زیادی داشته باشد.

۲. فشار بخار ناخالصی ها باید اختلاف زیادی با فشار بخار جسم اصلی داشته باشد.

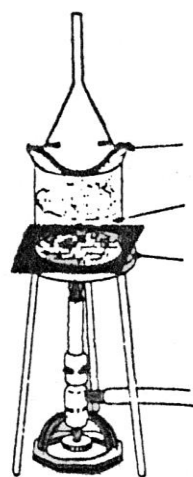
به طور کلی روش تصعید به موادی اختصاص دارد که تقریباً قطبی نیستند در این صورت نیروی جاذبه بین بلورها کمتر است و فشار بخار آنها زیادتر می باشد.

روش کار

دستگاهی مطابق شکل الف آماده نمایید به این صورت که یک شیشه ساعت پیرکس بر دارید و مقدار (۱gI) از جسم بنزوئیک اسید یا نفتالین را در وسط آن بریزید و روی شیشه ساعت را با یک کاغذ صافی که به اندازه

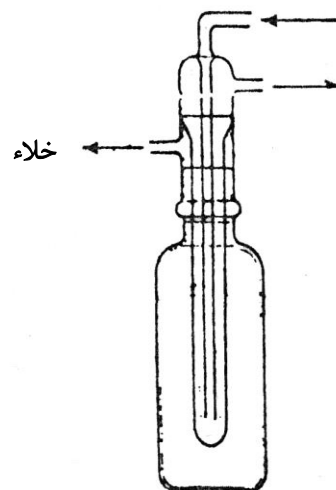
قطر شیشه ساعت بریده اند و سوراخ کوچکی در وسط آن ایجاد کرده اید . بپوشانید و یک قیف را به طور واژگون روی کاغذ قرار دهید و انتهای قیف را با پنبه مسدود نمایید.

پس شیشه ساعت را به ملایمت حرارت دهید بهتر است برای حرارت از حمام بخار استفاده شود در نتیجه حرارت ملایم، بخارات جسم مورد نظر متصاعد شده و روی دیواره قیف که سرد می باشد می نشیند و پس از سرد شدن ، مقدار قابل ملاحظه ای رسوب جسم روی دیواره قیف تشکیل می شود، سپس قیف را جدا کرده و بلورهای جسم را از روی قیف با اسپاتول جدا کرده و وزن نموده و در صد جسم در مخلوط را تعیین کنید .



ساعت شیشه
آب جوش
توری سیمی

الف



آب سرد کننده

خلاء

ب

اشکال دستگاههای تصعید (الف و ب)

آزمایش

۵

تبلور

یکی از مفیدترین روش برای خالص سازی یک جسم جامد آلی، تبلور مجدد می باشد خالص سازی یک جامد به وسیله تبلور مجدد از حلال، بر این واقعیت استوار است که مواد مختلف دارای حلالیت متفاوت در حلالهای مختلف می باشند. در ساده ترین حالت مواد نا خواسته خیلی محلول نسبت به مواد مورد نظر می باشند. در این حالت، نمونه در یک حلال داغ حل شده، سپس محلول سرد شده و بلورها که در اثر سرد شدن تشکیل شده اند توسط صاف کردن جمع آوری می شوند. ناخالصی های محلول در محلول بعد از سرد شدن باقی می ماند و توسط کاغذ صافی عبور داده می شوند.

اگر ناخالصی ها نامحلول در نمونه وجود داشته باشند آنها را توسط صاف کردن از محلول داغ جدا سازی نموده و سپس محلول را سرد می نماییم. این فرایند ها در الگوی زیر خلاصه شده است.

ترکیب دارای ناخالصیهای نا محلول و محلول

ترکیب را در حلال داغ حل نموده و
داغ داغ توسط جاذبه زمین صاف می
کنیم.

مواد نامحلول روی صافی باقی
می ماند و کنار گذاشته می
شوند.
ترکیب زیر صافی که شامل
ناخالصی محلول است ذخیره می
شود.

ترکیب را تا بلوری شدن در گوشه ای
قرار می دهیم و بلورها را توسط
کاغذ صافی جمع آوری می کنیم.

بلورهای مورد نظر
خشک شده و
نقطه ذوب آنها
گزارش می شود.
محلول زیر صافی که
شامل ناخالصی
محلول است کنار
گذاشته می شود.

تبلور مجدد با استفاده از حلال شامل مراحل زیر است :

۱. انتخاب حلال :

انتخاب حلال در تبلور مجدد یک امر تعیین کننده است ، ولی دانستن اینکه کدام حلال بهترین می باشد امر آسانی
نیست. اگر شما می خواهید یک ترکیب شناخته شده را تبلور مجدد نمایید، دست نوشته های آزمایشگاهی و شیمیایی

می تواند شما را در یافتن حلال مناسب یاری نماید. در بعضی موارد به هر حال شما باید حلال مناسب مورد نظرتان را تعیین نماید.

یک حلال مناسب، حلالی است که نمونه شما را در حالت داغ حل نماید ولی در حالت سرد شده حل نکند. بهترین روش برای یافتن حلال مناسب آن است که شما مقدار کمی از نمونه خود را در حلالهای متفاوت در یک لوله آزمایش تست نمایید تا بهترین نتیجه را ملاحظه کنید. اگر نمونه شما قطبی است، الکلها و سایر حلالها محلول در آب می توانند مناسب باشند. اگر نمونه شما، غیر قطبی است، هگزان و سایر حلالهای غیر قطبی و نامحلول در آب می تواند مورد آزمایش قرار گیرد.

در انتخاب حلال مناسب نکات زیر بایستی مورد توجه قرار گیرد:

۱. در دمای معمولی ترکیب را حل نکند ولی در گرما قسمت اعظم یا تمام ماده را حل نماید.
 ۲. حلال و جسم حل شونده نباید وارد واکنش شیمیایی شوند.
 ۳. ناخالصی ها باید به طور کامل غیر قابل حل و یا کاملاً قابل حل در حلالهای گرم و سرد و یا توسط ذغال فعال جذب شوند.
 ۴. نقطه جوش حلال باید پایین باشد تا به آسانی تبخیر شود.
 ۵. نقطه جوش حلال از نقطه ذوب جسم نباید بیشتر باشد چون در این صورت قبل از رسیدن به نقطه جوش حلال جسم در حلال ذوب می شود در حالیکه جسم باید در حلال حل شود.
- در تبلور مجدد ضمن حرارت دادن و گرم کردن در محلول بهتر است از وسایل گرم کننده مثل حمام بخار آب و هیتر استفاده شود چون اغلب حلالها آتشگیر هستند.

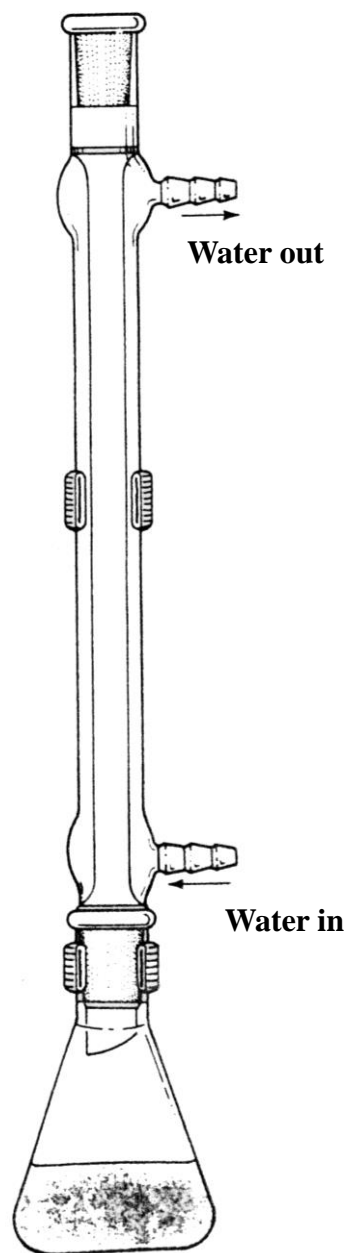
۲. حل نمودن نمونه :

بعد از یافتن حلال مناسب، محلول نمونه شما در حلال داغ بایستی تهیه شود. (شکل ۲-۲ یک دستگاه

برای این فرایند را نشان می دهد)

۳. رنگبری از محلول :

حضور ناخالصی های رنگی در نمونه یا در محلول بی رنگ مشاهده می شود اغلب موارد مواد رنگی روی بلورها جذب سطحی شده و منجر به ناخالصی قابل مشاهده می شود برای رفع این مشکل زغال فعال رنگبر به مقدار کمی به نمونه اضافه می شود (۲-۱٪ وزنی) یا (۱mg به ازای ۱ml از محلول) و سپس نمونه به صورت داغ داغ توسط جاذبه زمین صاف می شود. در این شرایط مواد رنگی ناخالصی روی سطح کربن فعال جذب سطحی شده و توسط کاغذ صافی جدا سازی می شوند. دقت شود که کربن بایستی وقتی اضافه شود که محلول زیر نقطه جوش خود سرد شده باشد.



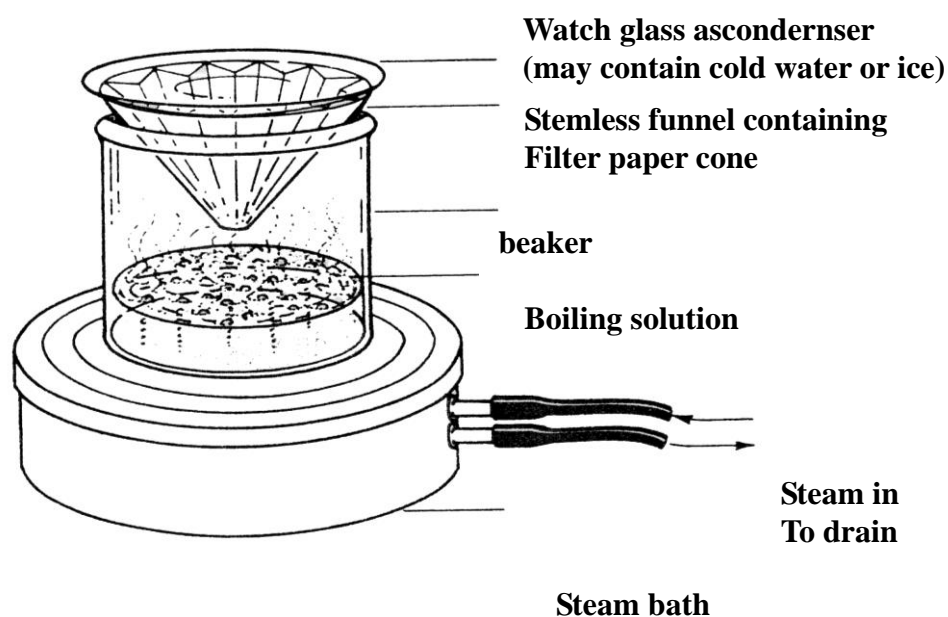
شکل ۲-۲: دستگاه برای حل نمودن نمونه برای تبلور مجدد.

۴. صاف کردن به صورت داغ :

وقتی ماده مورد نظر در محلول در حلال داغ قرار دارد ناخالصی های نا محلول (شامل گرد و غبار، تکه های کاغذ صافی، خرده شیشه و ...) و کرین رنگبر، اگر مورد استفاده قرار گرفته است، توسط جاذبه زمین صاف و جداسازی می شوند. صاف کردن در خلاء نمی تواند مورد استفاده قرار گیرد، به دلیل آنکه کاهش فشار باعث می شود مواد محلول در دیواره های بالن ته نشین بشوند. مهم ترین مسئله در صاف کردن به صورت داغ آن است که محلول داغ در طی فرایند صاف کردن مقداری سرد می شود. این بدان معنی است که مقداری بلور در روی کاغذ صافی تشکیل می شود. شما برای جلوگیری از این امر می توانید قیف صاف کننده را گرم نمایید (به وسیله بخار یا با شعله) و تنها مقداری از محلول را کم کم روی صافی بریزید و آن را همواره در نقطه جوش نگه دارید.

شکل (۲-۳) یک روش مناسب برای انجام تبلور مجدد در ست، ترکیب روی کاغذ صافی را نشان می دهد. بعد از صاف کردن، محلول زیر صافی را به یک بالن ارلن مایر برای بلوری کردن انتقال دهید.

اگر حلال مازاد استفاده شود برای کمتر کردن مشکل بلوری شدن روی کاغذ صافی ، مقداری حلال توسط حرارت دادن می توان خارج نمود. زمانی که محلول داغ زیر صافی در بالن به آهستگی سرد شود بلورها تشکیل می شوند.



شکل (۲-۳) یک راه حل برای جلوگیری از بلوری شدن روی قیف در طول صاف کردن.

۵. سرد کردن برای بلوری کردن :

سرعت سرد کردن تعیین کننده اندازه بلور می باشد. سرد کردن آهسته منجر به وجود آمدن تعداد کمی بلورهای بزرگ می شود و سرد کردن سریع منجر به وجود آمدن تعداد زیادی بلورهای کوچک می شود. بلورهای خیلی بزرگ باعث حبس کردن حلال و ناخالصی محلول در داخل بلور می شوند. بلورهای خیلی کوچک نیز نا مناسب می باشند به دلیل آنکه شستشوی آنها برای خارج کردن حلال و ناخالصیهای محلول مشکل می شود و آنها مدت طولانی تری برای خشک نیاز دارند.

بلورهایی با اندازه $10-2\text{ mm}$ مناسب می باشند. اگر بلورها سریعاً جمع آوری شوند، مقداری از مواد از دست داده می شود. معمولاً برای بلوری شدن بین نیم تا یک ساعت زمان کافی است.

۶. صاف کردن در حالت سرد :

وقتی بلوری شدن کامل شد، محصول توسط صاف کردن یا با استفاده از قیف بوختر جمع آوری می شود. بلورها اغلب باقی می مانند درون بالن بعد از آنکه همه حلالها ریخته شدند. در این حالت مقداری از حلال سرد را وارد ظرف نموده و بلورها را جمع آوری می کنیم.

۷. شستشوی بلورها :

بعد از آنکه بلورها روی کاغذ صافی جمع آوری شدند مقداری حلال تازه برای شستشوی ناخالصی ها محلول نیاز است. اگر محصول شما تقریباً در حلال سرد محلول است یک بار شستشو کافی است و در کمترین مقدار حلال که قبلاً در حمام یخ سرد شده است این کار صورت می پذیرد.

۸. خشک کردن بلورها :

بعد از آنکه بلورها توسط کاغذ صافی جمع آوری شدند و عمده حلالها خارج شدند، برای خشک کردن بلورها می توان بلورها را روی کاغذ صافی در معرض هوا قرار داد.

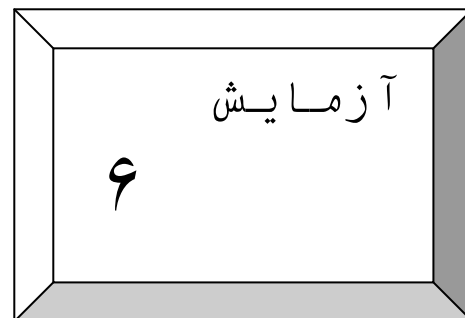
روش کار

استانیلید ناخالص را در یک بشر ۲۵۰ ml بریزید و ۲۰ ml آب روی آن بیفزائید و مخلوط را تا جوش حرارت دهید تا استانیلید در آب حل شود در صورتیکه محلول کاملاً بی رنگ نباشد آن را کمی سرد کنید و سپس حدود ۰.۵٪ گرم زغال فعال به آن بیفزائید و مجدداً محلول را بجوشانید و قیف حاوی صافی را روی ارلن ۲۵۰ ml که حدود ۵ ml آب در آن ریخته اید قرار دهید و آب داخل ارلن را بجوشانید تا بخار حاصل قیف و کاغذ صافی را گرم نگه دارد.

سپس عمل صاف کردن را داغ داغ انجام دهید. سپس محلول زیر صافی را داخل بشر ریخته و داخل حمام آب و یخ سرد نمائید و حدود نیم ساعت محلول را داخل حمام قرار داده تا بلورها کاملاً تشکیل شوند. سپس بلورها استانیلید را با قیف بوختر در خرطوم آبی جمع آوری نمایید و آن را در آون در دمای ۵۰°C قرارداده تا کاملاً خشک شود سپس استانیلید حاصل را توزین نموده و نقطه ذوب آن را تعیین کنید.

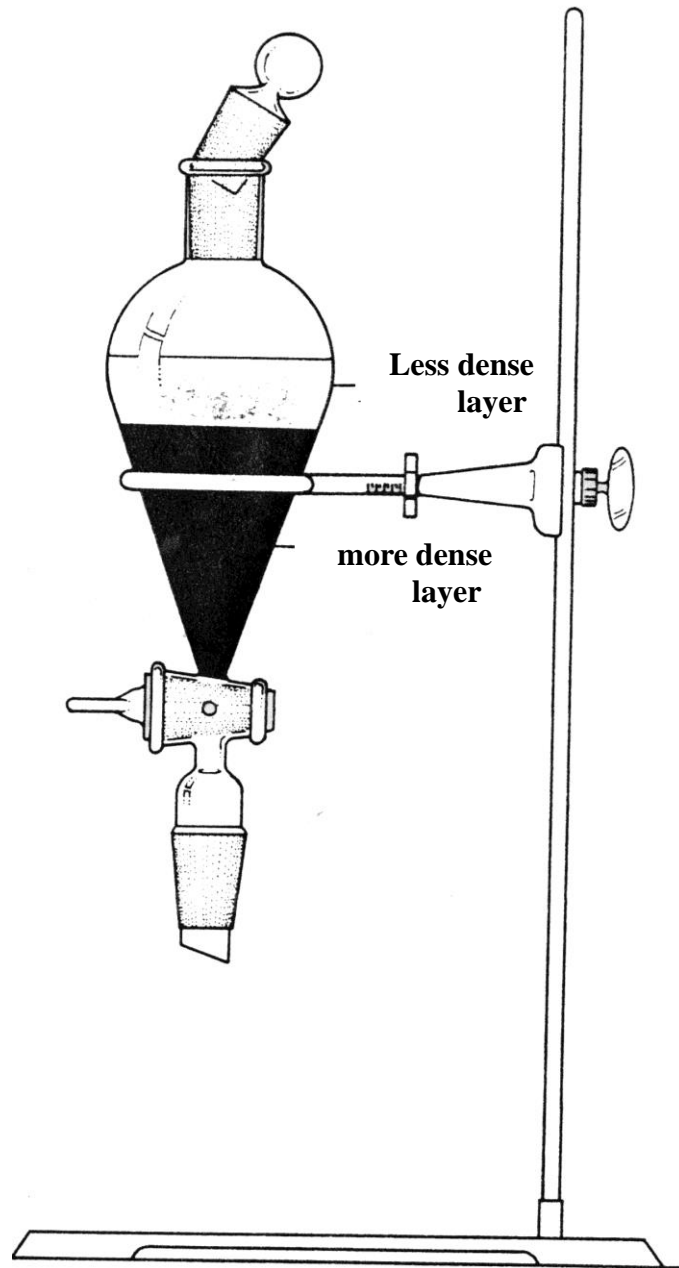
سوالات :

۱. در تبلور مجدد چه حلالی مناسب است؟
۲. مزایا و معایب تبلور کند و سریع چیست؟
۳. اگر در تبلور مجدد، مقدار حلال را بیش از مقدار لازم بیفزائیم چه مشکلی به وجود می آید؟
۴. علت جذب رنگ توسط زغال فعال چیست؟



استخراج به وسیله حلال

انتقال یا جدا کردن ترکیب از یک حلال توسط حلال مخلوط نشدنی دیگر را استخراج گویند. اگر یک مخلوط از مواد، مثلاً A و B، در حلال آلی، مثل دی اتیل اتر، حل شود و محلول کاملاً با یک حلال امتزاج ناپذیر مثل آب مخلوط شود، جدا سازی A و B زمانی امکان پذیر خواهد بود که یکی از مواد مثلاً A، در حلال آب بیشتر از اتر محلول باشد و ماده B، بیشتر در اتر نسبت به آب حل شود. جدا سازی در چنین مواردی به وسیله قیف جدا کننده که در شکل (۲-۴) نشان داده شده است صورت می پذیرد در چنین مواردی یک فاز در قسمت پایین و فاز دیگر در قسمت بالای قیف قرار می گیرد.



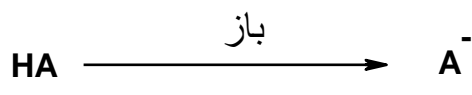
شکل (۲-۴) . استخراج به وسیله یک قف جدا کننده .

استخراج اسیدها و بازها

جدا سازی مولکولهای ی خنثی به وسیله استخراج اغلب موارد به دلیل آنکه بیشتر مولکولهای آلی به طور کلی در حلالهای آلی نسبت به آب بیشتر محلول اند، موفقیت آمیز نیست. به هر حال، اسیدها و بازها وقتی که به یونهای محلول در آب تبدیل می شوند اغلب می توان آنها را به طور کلی از محلولهای آلی خارج نمود.

اسیدها به وسیله بازها استخراج می شوند

استخراج یک ماده اسیدی از محلول آلی در آب را می توان به وسیله مخلوط کردن (تکان دادن) محلول آلی با یک محلول آبی بازی در قیف جدا سازی انجام داد.

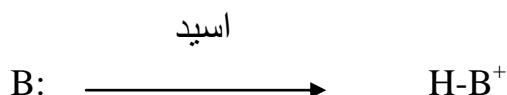


ماده اسیدی محلول
در حلال آبی و نا
محلول در آب

یون باز مزدوج ماده
اسیدی نامحلول در
حلالهای آلی و محلول در
آب

فرم یونی خیلی محلول تر در آب نسبت به حلال آلی می باشد و بنابراین یون ها هرگز به لایه آلی بر نمی گردند.
بازها به وسیله اسیدها استخراج می شوند

بلعکس، استخراج یک ماده بازی از محلول آلی در آب می تواند به وسیله مخلوط کردن (تکان دادن) محلول آلی در قیف جدا کننده با یک محلول آبی اسیدی صورت پذیرد :



ماده بازی محلول در حلال
و نامحلول در آب

یون اسید مزدوج ماده
بازی نامحلول در حلالهای
آلی و محلول در آب .

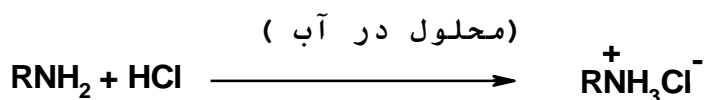
در این حالت، فرم یونی اسید مزدوج بسیار محلول تر در آب، نسبت به حلال آلی می باشد و بنابراین یون ها هرگز به لایه آلی بر نمی گردند.

برای آنکه استخراج یک ماده اسیدی از محلول آلی در آب، موفقیت آمیز باشد، محلول آلی بایستی به اندازه کافی بازی باشد تا آنکه اسید به باز مزدوج خود تبدیل شود. یک راهنمای مفید آن است که pH محلول آبی مورد استفاده برای استخراج یک اسید از حلال آلی حداقل ۴ واحد pH از pK_a اسید مورد استخراج بازی تر باشد و بنابراین محلول کربنات سدیم آبی (pH=11) می تواند برای استخراج اسیدهای قوی تر نسبت به $pK_a=7$ مورد استفاده قرار گیرد.

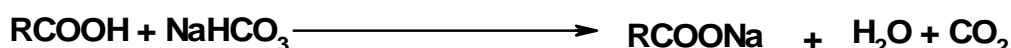
به طور مشابه، استخراج یک بار از حلال آلی، نیازمند استفاده از یک محلول آبی می باشد که pH آن حداقل ۴ واحد اسیدی تر از pK_a اسید مزدوج آمین باشد.

دسته بندی حلالها برای عمل استخراج

۱. استخراج به وسیله محلول اسیدی رقیق که معمولاً کلرید اسید ۵ تا ۱۰٪ می باشد و برای استخراج ترکیبات قلیایی مثل آمینهای آلی مورد استفاده قرار می گیرد. که آمین به نمک اسید تبدیل می شود و محلول در آب است.



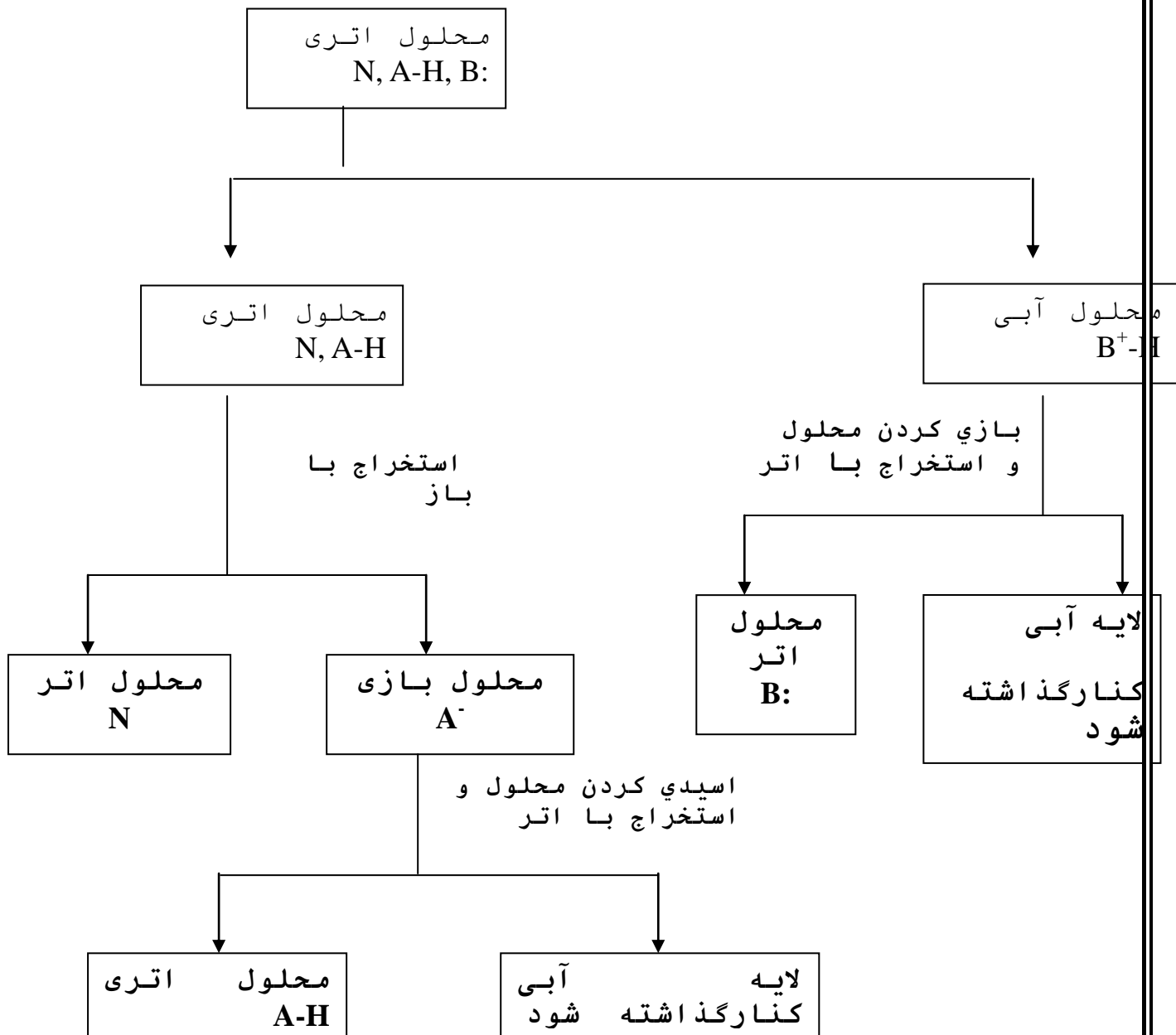
۲. استخراج توسط محلول بازی رقیق معمولاً سدیم بی کربنات ۵٪ و برای استخراج اسیدهای آلی به کار می رود.



در مواردی که با جدا شدن فنل مواجه باشیم با توجه به قدرت اسیدی کمتر آن از کربوکسیلیک اسیدها، به جای سدیم بی کربنات از محلول باز قوی تر مثل سود استفاده می شود. بدین ترتیب فنل به نمک سدیم فنو کسید محلول در آب تبدیل می شود که می توان آن را توسط حلال جدا کرد.

مواد آلی در محلولهای نمکی نسبت به آب خالص کم محلول تر می باشند و بنابراین، اضافه کردن مقداری نمک مثل سدیم کلرید، سدیم سولفات یا پتاسیم کربنات به لایه آبی اجازه می دهد که مواد آلی مورد نظر کاملاً استخراج شوند.

دیاگرام برای جدا سازی مخلوط مواد
خنثی، اسیدی و بازی



روش کار استخراج جامدات

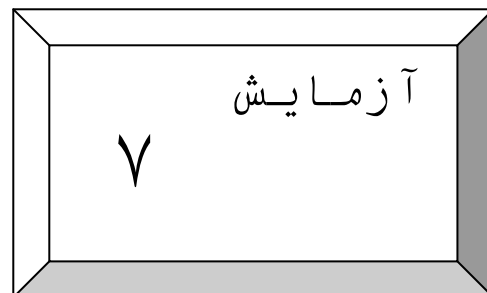
۲ گرم از ترکیبات بنزوئیک اسید، پارانیتر و آنیلین و نفتالین تهیه کنید و آن را در ۵۰ml دی کلرومتان حل کنید و محلول را در دکانتور بریزید و سپس ۳۰ml از $HCl(6M)$ به دکانتور بیفزایید و قیف جدا کننده را به شدت تکان دهید. هر چند ثانیه قیف را برگردانید و شیر را به طرف بالا بگیرید و شیر آنرا با احتیاط باز کنید تا گاز داخل قیف خارج شود و فشار ایجاد شده در آن از بین برود.

در صورتیکه این کار انجام نشود ممکن است در قیف به شدت پرت شود و محتویات آن از بین برود. بعد از انجام این کار و خارج کردن گاز داخل قیف، آن را روی حلقه ای قرار دهید و صبر کنید 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 را از هم جدا کنید. یک بار دیگر عمل افزایش ۳۰ml از محلول $HCl(6M)$ به دکانتور را تکرار کنید سپس محصول های آبی استخراج شده را روی هم ریخته و در ظرفی بر چسب دار نگه دارید (ظرف A) لایه آلی را مجدداً دو بار با قسمت های ۳۰ml از محلول سود (۳M) در دکانتور همانند روش بالا استخراج کنید و دو قسمت آبی را به هم اضافه کنید و در ظرف (B) نگه دارید. لایه آلی را در ارلن مایر بریزید و با افزایش ۴ گرم سدیم سولفات بدون آب آنرا خشک کنید و مخلوط را نیم ساعت کنار بگذارید.

در این فرصت، محصول استخراج شده آبی ظرف A را با محلول $NaOH(6M)$ و محصول استخراج شده آبی ظرف B را با $HCl(6M)$ خنثی کنید. پس از خنثی شدن محلولها، رسوب هایی در آنها مشاهده میشود، آنها را در حمام یخ سرد کنید و سپس به کمک خلاء صاف کنید و رسوب روی قیف بوختر را با آب مقطر سرد شستشو دهید و در شیشه ساعت داخل دکانتور قرار دهید تا خشک شود.

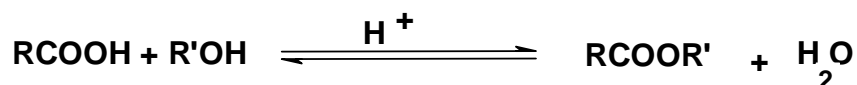
لایه آلی را که در مجاورت سدیم سولفات خشک کرده با صافی معمولی صاف کنید و حلال آنرا تبخیر و جسم جامد را جمع آوری نمایید و بگذارید خشک شود. هر سه جسم را توزیع کنید و نقطه ذوب آنها را تعیین کنید و به اجسام اولیه نسبت دهید.



تهیه آسپیرین (استیل سالیسیک اسید)

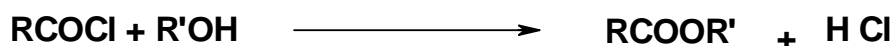
واکنش تهیه آسپیرین، از نوع واکنشهای استری شدن است. روش های مختلفی برای تهیه استر وجود دارد در اینجا به ذکر چند مثال در تهیه استر می پردازیم.

۱. سنتز استر به روش فیشر :



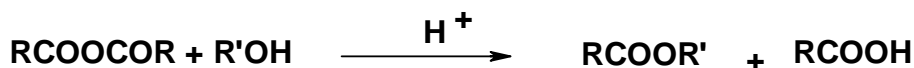
این واکنش تعادلی است و جهت افزایش راندمان واکنش می توان یا آب را تقطیر از مخلوط خارج کرد و یا یکی از مواد واکنشگر مثلاً الکل را به مقدار اضافی به کار برد.

۲. واکنش اسید کلرید با الکل :



این واکنش با راندمان بالاتری نسبت به واکنش اول انجام می گیرد.

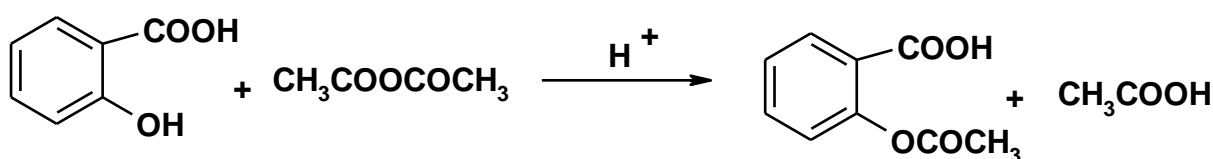
۳. واکنش اسید انیدرید با الکل:



این واکنش نیز از راندمان نسبتاً بالایی برخوردار است و نحوه کار با این روش نسبت به روش دوم، آسانتر و ایمن تر است.

واکنش تهیه آسپیرین

از واکنش سالیسیلیک اسید با استیک انیدرید، به آسپیرین می انجامد.



آسپیرین بهترین ماده ضد درد است و به عنوان مسکن درد، ضد تب و ضد التهاب مورد استفاده قرار می گیرد.
روش کار

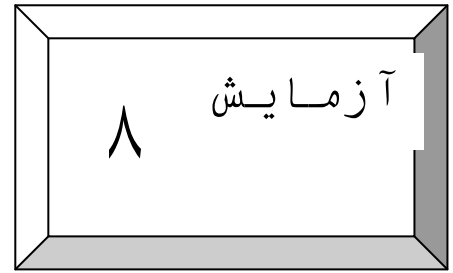
۱/۵gr سالیسیلیک اسید خشک و ۲ml انیدرید استیک را در یک ارلن مایر بریزید و ۲ قطره سولفوریک اسید غلیظ به آن افزوده و ارلن را تکان دهید تا کاملاً مخلوط شود. ارلن را روی حمام بخار آب با دمای حدود ۶۰-۵۰ C به مدت ۱۵ دقیقه همراه با همزدن گرم کنید.

مخلوط را بگذارید تا خنک شود و سپس ۴۰ میلی لیتر آب به آن افزوده و خوب به هم بزنید و مخلوط را به کمک قیف بوختر صاف کنید جسم جامد را در حدود ۴-۵ml اتانول داغ حل کرده و محلول را در حدود ۳۰ میلی لیتر آب گرم بریزید در صورت جدا شدن جسم جامد در این نقطه، محلول را گرم کنید تا عمل انحلال کامل شود. سپس محلول شفاف را بگذارید تا به آرامی خنک شود. بلورهای سوزنی شکل جدا خواهد شد. رسوب را خشک کرده و توزین نمایید و راندمان واکنش را تعیین کنید.

سوالات :

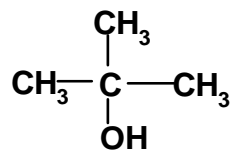
۱. مکانیسم واکنش تهیه آسپیرین را بنویسید؟

۲. نقش هر یک از واکنشگرها چیست؟



شناسایی

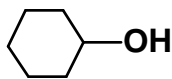
فرمول عمومی الکلها R-OH است که در آن R یک گروه آلکیل یا آلکیل استخلاف شده می باشد. این گروه می تواند نوع اول، دوم یا سوم باشد می تواند زنجیری یا حلقوی باشد. می تواند دارای پیوند دوگانه، اتم هالوژن، حلقه اروماتیکی یا گروههای هیدروکسیل باشد.



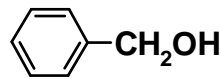
t - بوتیل الکل



آلیل الکل

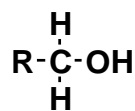


سیکلو هگزانول

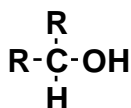


بنزیل الکل

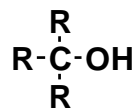
یک اتم کربن وابسته به تعداد اتمهای کربن دیگری که به آن متصل اند به کربن نوع اول ، دوم یا سوم طبقه بندی می کنیم .



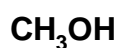
نوع اول



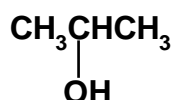
نوع دوم



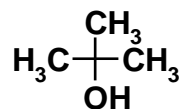
نوع سوم



متان



ایزوپروپیل الکل



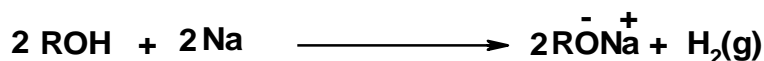
t - بوتیل الکل

چندین روش برای شناسایی گروه هیدروکسیل، گروه عاملی موجود در الکلها وجود دارد.

۱. تست سدیم فلزی :

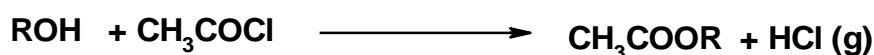
فلز سدیم با گروههای هیدروکسیل بسیاری از الکلها واکنش می دهد و گاز هیدروژن آزاد می کند و ضمناً نمک

الکل نیز تشکیل می شود.



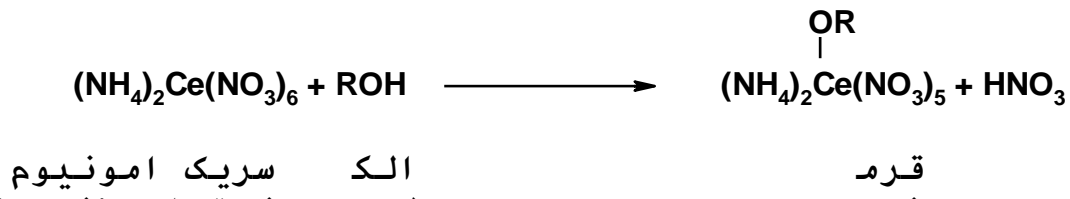
۲. تست استیل کلراید :

استیل کلرید با الکل تشکیل استر می دهد که چگالی آن از لایه آبی کمتر است.



۳. تست سرب آمونیوم نترات :

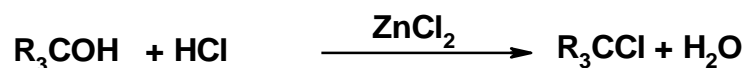
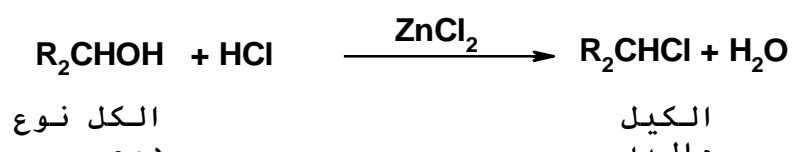
سرب آمونیوم نترات با الکلها یک کمپلکس آلی فلزی قرمز تشکیل می دهد.



این آزمون با الکلها دارای ده اتم کربن یا کمتر جواب مثبت می دهد.

۳. تست لوکاس :

این تست نوع الکل مربوطه را مشخص می کند. موادی که به آسانی در کربن حامل گروه هیدروکسیل خصلت کاتیونی ایجاد می کنند، به سادگی به آزمون لوکاس پاسخ می دهند این آزمون مبتنی بر تفاوت فعالیت سه نوع الکل در واکنش با هیدروژن هالیدها است. الکل سوم فوراً با معرف لوکاس وارد واکنش می شود. الکل نوع دوم پس از مدتی زمان کوتاهی (۵ تا ۱۰ دقیقه) وارد واکنش می شود. الکل های نوع اول در دمای معمولی واکنش قابل توجهی ندارند. تشکیل کلرید از الکل با تیره شدن و کدر شدن محلول مشخص می شود، بنابراین زمان لازم برای ظاهر شدن حالت کدري معیاری از فعالیت الکل است.



الکل نوع سوم

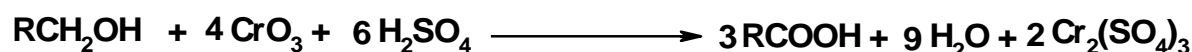
الکیل هالید

روش کار :

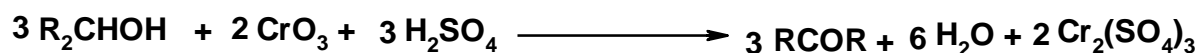
در یک لوله آزمایش ۱ ml از الکل مورد نظر را ریخته و به آن ۱۰ ml معرف لوکاس اضافه کنید مخلوط را به شدت تکان دهید و بگذارید برای مدتی در دمای محیط بماند زمان لازم برای تشکیل الکیل کلراید یادداشت شود (به صورت امولسیون یا کدر شدن محلول).

۴. تست انیدرید کرومیک (معرف جونز):

اکسایش جونز فقط حضور گروه هیدروکسیلی را بر ملا می سازد که در آن گروه هیدروکسیل به کربنی متصل باشد که حداقل دارای یک اتم هیدروژن باشد. بنابراین تنها الکل های نوع اول و دوم به آن جواب می دهد و الکل نوع سوم به این تست جواب نمی دهد.



الکل نوع اول (قرمز - نارنجی) اسید کربوکسیلیک رنگ آبی تا سبز تند



الکل نوع دوم (قرمز تا نارنجی) (رنگ آبی تا سبز تند)

روس دار :

در یک لوله آزمایش ۱ تا ۲ قطره یا ۰/۱ گرم جسم جامد را ریخته و به آن حدود ۱ تا ۲ قطره معرف انیدرید کرومیک اضافه کنید و نتیجه را بعد از چند ثانیه گزارش دهید در صورتیکه رسوب سبز مایل به آبی تشکیل شد دلیل مثبت بودن تست است

منابع

1. Techniques and Experiments for Organic Chemistry, Addison Ault, Cornell College, 1998.
2. The systematic Identification of Organic Compounds, R.L. Shriner, R.C. Fuson, D.Y. Curtin, T. C. Morrill and K. F. Hermann, 1997.