

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِیْمِ

آزمایشگاه شیمی آلی (۱)

رشته صنایع شیمیایی

زمینه صنعت

شاخه آموزش فنی و حرفه‌ای

شماره درس ۲۴۰۶

خلخالی، مرتضی	۵۴۷
آزمایشگاه شیمی آلی (۱) / مؤلفان: مرتضی خلخالی، علی سیدی اصفهانی، عباس غلامی.	/۰۰۲۸
– [ویرایش دوم] / بازسازی و تجدیدنظر: کمیسیون برنامه‌ریزی و تألیف رشته صنایع شیمیایی.	آ ۶۷۳ خ
– تهران: شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران، ۱۳۹۴.	۱۳۹۴
۵۶ ص. : مصور. – (آموزش فنی و حرفه‌ای؛ شماره درس ۲۴۰۶)	
متون درسی رشته صنایع شیمیایی، زمینه صنعت.	
۱. شیمی آلی – آزمایشگاه. الف. سیدی اصفهانی، علی. ب. غلامی، عباس. ج. ایران.	
وزارت آموزش و پرورش. کمیسیون برنامه‌ریزی و تألیف رشته صنایع شیمیایی. د. عنوان.	
ه. فروست.	

همکاران محترم و دانش آموزان عزیز :

پیشنهادات و نظرات خود را درباره محتوای این کتاب به نشانی
تهران - صندوق پستی شماره ۴۸۷۴/۱۵ دفتر تألیف کتاب‌های درسی فنی و
حرفه‌ای و کار دانش، ارسال فرمایند.

info@tvoccd.sch.ir

پیام‌نگار (ایمیل)

www.tvoccd.sch.ir

وب‌گاه (وب‌سایت)

این کتاب در سال تحصیلی (۸۹ - ۱۳۸۸) بر اساس نظرها و پیشنهادهای هنرآموزان سراسر کشور
پس از بازنگری و اصلاح در کمیسیون تخصصی رشته صنایع شیمیایی تأیید شده است.

وزارت آموزش و پرورش

سازمان پژوهش و برنامه‌ریزی آموزشی

برنامه‌ریزی محتوا و نظارت بر تألیف : دفتر تألیف کتاب‌های درسی فنی و حرفه‌ای و کار دانش

نام کتاب : آزمایشگاه شیمی آلی (۱) - ۳۵۹/۸۶

مؤلفان : مرتضی خلخالی، علی سیدی اصفهانی و عباس غلامی

اعضای کمیسیون تخصصی : محمدرضا ارشدی، ساسان صدراپی‌نوری، اعظم صفاری‌آشتیانی، طیبه کنشلو و مرضیه‌گرد

آماده‌سازی و نظارت بر چاپ و توزیع : اداره کل نظارت بر نشر و توزیع مواد آموزشی

تهران : خیابان ایرانشهر شمالی - ساختمان شماره ۴ آموزش و پرورش (شهید موسوی)

تلفن : ۹ - ۸۸۸۳۱۱۶۱، دورنگار : ۹۲۶۶۰۸۸۳، کد پستی : ۱۵۸۴۷۴۷۳۵۹

وب‌سایت : www.chap.sch.ir

صفحه‌آرا : شهرزاد قنبری

طراح جلد : مریم کیوان

ناشر : شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران - تهران - کیلومتر ۱۷ جاده مخصوص کرج - خیابان ۶۱ (داروپخش)

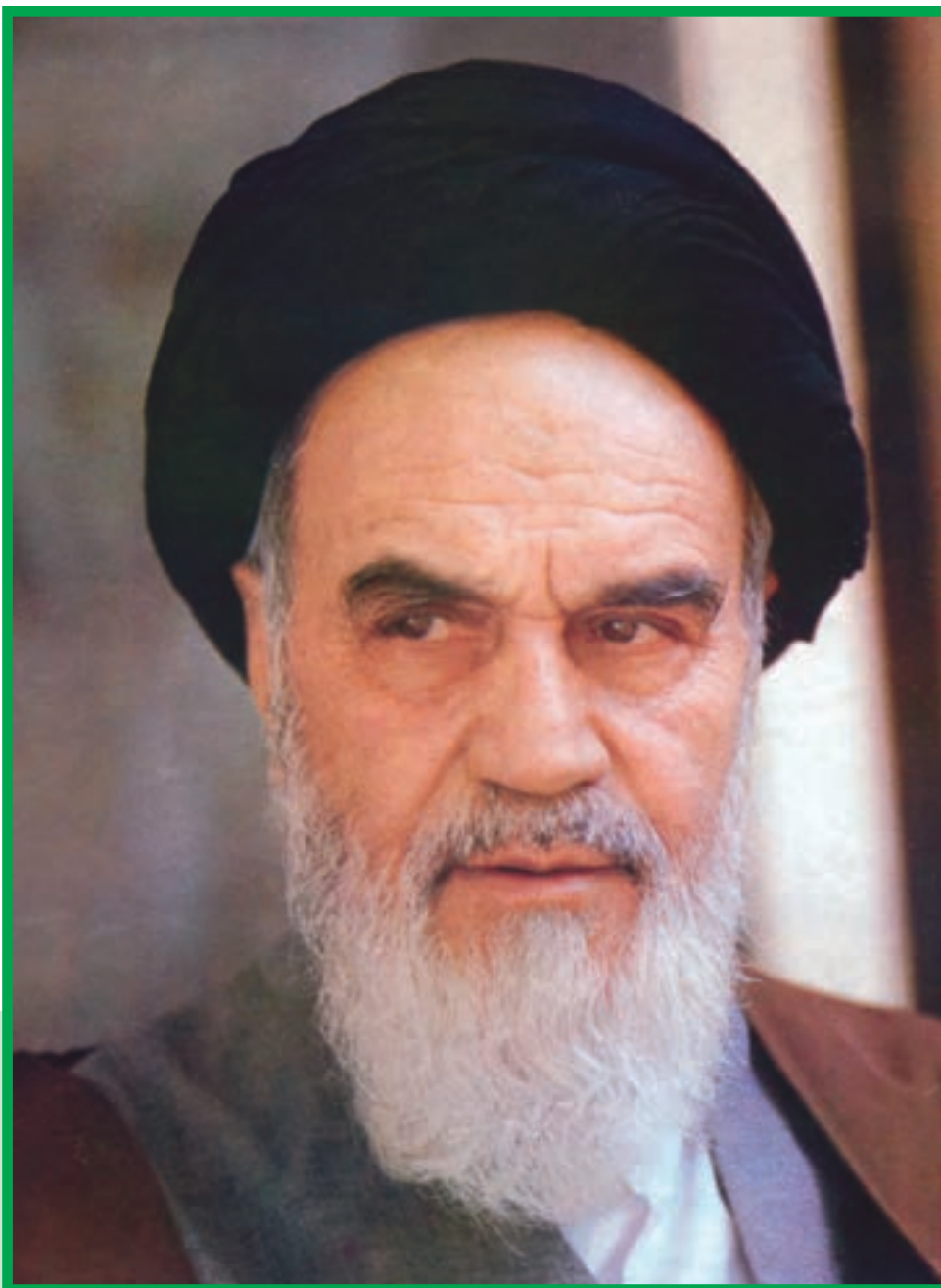
تلفن : ۵ - ۴۴۹۸۵۱۶۱، دورنگار : ۴۴۹۸۵۱۶۰، صندوق پستی : ۱۳۹ - ۳۷۵۱۵

چاپخانه : شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران «سهامی خاص»

سال انتشار و نوبت چاپ : چاپ پانزدهم ۱۳۹۴

حق چاپ محفوظ است.

شابک ۹۶۴-۰۵-۰۶۲۰-۶ ISBN 964-05-0620-6



شما عزیزان کوشش کنید که از این وابستگی بیرون آید و احتیاجات
کشور خودتان را برآورده سازید، از نیروی انسانی ایمانی خودتان غافل
نباشید و از اتکای به اجانب پرهیزید.

امام خمینی «قدس سرّه الشّریف»

فهرست

۳۹	فصل یازدهم : خالص سازی مواد به روش استخراج	۲	فصل اوّل : ایمنی در آزمایشگاه
۴۴	فصل دوازدهم : کروماتوگرافی	۸	فصل دوم : تشخیص ترکیبات آلی از معدنی
۴۵	فصل سیزدهم : تهیه متان	۱۰	فصل سوم : تجزیه کیفی ترکیبات آلی
۴۶	فصل چهاردهم : تهیه اتیلن	۱۲	فصل چهارم : اندازه گیری دمای ذوب
۴۸	فصل پانزدهم : تهیه سیکلوهگزن	۱۵	فصل پنجم : اندازه گیری دمای جوش
۵۰	فصل شانزدهم : تهیه استیلن	۱۷	فصل ششم : تبلور
۵۳	فصل هفدهم : تهیه بنزویک اسید	۲۱	فصل هفتم : جداسازی (استخراج)
۵۵	فصل هیجدهم : شناسایی الکل ها	۲۴	فصل هشتم : تقطیر
۵۶	فهرست منابع و مآخذ	۳۰	فصل نهم : تقطیر با بخار آب
		۳۵	فصل دهم : تقطیر در خلأ

این کتاب برای تدارک و پایه‌گذاری دوره‌ی آزمایشگاهی شیمی آلی تدوین شده است و نیز مختصری از جنبه‌های نظری و عملی برخی از فرآیندهای فیزیکی و شیمیایی با توجه به سن هنرجویان، فراهم آمده است. در ضمن سعی بر آن شده شیوه‌ی کارهای متداول و سنتزهای آزمایشگاهی که ارزش آن‌ها به اثبات رسیده است، آورده شود تا راهی برای تحقیق در آینده در ذهن هنرجو ایجاد شود. عملیات آزمایشگاهی مورد بحث تقریباً جواب‌گوی مسائلی است که هنرجو ضمن عمل، به اصول ایمنی، کاربرد صحیح وسایل آزمایشگاهی و کار در آزمایشگاه واقف می‌شود تا در آینده در فرآیندهای سنتزی شیمی آلی بتواند از آن‌ها استفاده کند؛ هم‌چنین با رتبه‌ی تکنسیین درجه‌ی ۲ در آزمایشگاه‌های شیمی آلی مشغول به کار شود.

مؤلفان

هدف کلی

توانایی انجام کارهای ساده‌ی آزمایشگاهی شیمی آلی

ایمنی در آزمایشگاه

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
 - نکات ایمنی را هنگام آزمایش رعایت کند.

۱-۱- ایمنی در آزمایشگاه

آزمایشگاه شیمی، محلی است که احتمال خطر در آن بسیار است. در این محل ظروف محتوی مایعات اشتعال پذیر، اشیای شیشه‌ای شکننده و مواد شیمیایی خورنده و سمی موجود است. با این حال، اگر پیش‌گیری‌های لازم به عمل آید و از دستور کارهای مطمئن پیروی شود، از آشپزخانه خطرناک‌تر نیست. نسبت حادثه در صنایع شیمیایی عملاً از بسیاری صنایع دیگر کم‌تر است، اما متأسفانه در آزمایشگاه‌های آموزشی کم‌تر از آزمایشگاه‌های صنعتی به اصول ایمنی توجه می‌شود.

ایمنی بیش‌تر، به آگاهی از خطرهای و روش‌های پیش‌گیری از آن‌ها بستگی دارد. پیش‌گیری‌های ویژه در محل‌های مناسبی از دستور کارهای تجربی ذکر خواهد شد. متداول‌ترین منابع خطر در آزمایشگاه شیمی آلی را می‌توان به سه دسته تقسیم کرد :

۱- آتش‌سوزی و انفجار، ۲- مواد شیمیایی، ۳- ظروف

شیشه‌ای.

چشمان شما نسبت به اعضای دیگر آسیب‌پذیری بیش‌تری دارند؛ بنابراین، باید همیشه در آزمایشگاه عینک ایمنی به چشم بزنید.

۱-۲- پیش‌گیری از آتش‌سوزی و انفجار

در صورت امکان از به کار بردن شعله در آزمایشگاه اجتناب کنید.

چنان‌چه از شعله استفاده می‌کنید، به کار بستن این

پیش‌گیری‌ها ضروری است.

الف) هرگز مایع اشتعال‌پذیر را در ظرف باز گرم نکنید. حلال‌های اشتعال‌پذیر که معمولاً در آزمایشگاه به کار می‌روند، عبارت‌اند از: دی‌اتیل‌اتر، کربن‌دی‌سولفید، هیدروکربن‌ها (پنتان، هگزان، بنزن، تولوئن و ...) الکل‌ها (متانول، اتانول)، (۲- پروپانول)، کتون‌ها (استون، بوتانول) و استرها (استات اتیل). در صورت امکان حمام بخار یا گرم‌کن الکتریکی به کار برید.

ب) هنگامی که مایع اشتعال‌پذیری را در حالت تقطیر یا رفلکس گرم می‌کنید، اطمینان حاصل کنید که تمام رابط‌ها محکم و بدون فشار در جای خود استوار شده باشند. هنگامی که مایع بسیار فرّاری را گرم می‌کنید، بهتر است یک لوله‌ی لاستیکی را به دهانه‌ی باز دستگاه متصل کنید و لوله را از لبه‌ی بالای میز کار بگذرانید و سرانجام آن را به نقطه‌ی امن و دورتری برسانید تا از چراغ گاز دور باشد.

پ) هرگز مایعات اشتعال‌پذیر را در کم‌تر از فاصله‌ی نیم‌متری شعله از ظرفی به ظرف دیگر منتقل نکنید.

ت) هیچ‌گاه نگذارید که محصول تقطیر اشتعال‌پذیر، آزادانه از خنک‌کننده به ظرف گیرنده‌ای بچکد که چند سانتی‌متر پایین‌تر از آن است، به خصوص اگر نزدیک به شعله نفر پهلویی شما باشد. برای هدایت محصول تقطیر به ظرف گیرنده، از رابط استفاده کنید.

ث) هرگز دستگاه بسته‌ای را، حتی اگر خنک‌کننده هم داشته باشد، گرم نکنید. افزایش فشاری که در اثر گرما به وجود

۴- اگر ماده‌ی شیمیایی روی میز بریزد فوراً میز را تمیز کنید. ممکن است زدودن این مواد و پاک کردن میز بر اثر ماندن مشکل‌تر شود.

۴-۱- کار با ظروف شیشه‌ای و مراقبت‌های لازم

اصل کلی در به کار بردن ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی آن است که هرگز نباید بر هیچ بخشی از ظروف شیشه‌ای فشار زیادی وارد کرد.

این اصل شامل وارد کردن دماسنج یا لوله‌ی شیشه‌ای در سوراخ درب لاستیکی، لوله‌ی لاستیکی یا چوب پنبه‌ی معمولی نیز می‌شود. چنان‌چه شیشه باید با فشار وارد چوب پنبه شود، لاستیک یا چوب پنبه را با کمی آب یا گلیسرین لغزنده کنید. هرگاه می‌خواهید شیشه‌ای را در داخل سوراخ یک لاستیک یا چوب پنبه وارد کنید، همیشه آن را با دستمال از ناحیه‌ای بگیرید که به لاستیک یا چوب پنبه نزدیک باشد.

با سرمایه‌گذاری بیش‌تر و استفاده از ظروف شیشه‌ای سمباده‌ای نیاز به رعایت این دستورها کم‌تر می‌شود. مواظب باشید که بر اثر بی‌توجهی در نصب اجزای دستگاه، فشاری ایجاد نشود. ظروف شیشه‌ای تحت فشار به هنگام گرم شدن می‌شکنند. چنان‌چه ظروف شیشه‌ای سمباده‌ای در دسترس باشد، باید رابطه‌ها را خوب چرب کنید تا به یک‌دیگر «جوش» نخورند و جدا کردن آن‌ها مشکل یا غیرممکن نشود. برای این که رابطه‌ها خوب چرب شوند، لایه‌ی نازکی از چرب‌کننده‌ی مخصوص (روغن سیلیکون) را بر روی جدار خارجی رابطه نر بگذارید و دو قسمت مربوط را به هم جفت کنید و بعد آن‌ها را با هم بچرخانید تا سطح رابطه‌ها با روکش نازکی از چرب‌کننده پوشیده شود. مقدار ماده‌ی چرب‌کننده‌ای که به کار می‌برید حائز اهمیت است، زیرا مقدار زیاد آن ممکن است در خاتمه‌ی عمل موجب آلودگی محصول‌های واکنش شود.

تمیز کردن ظروف شیشه‌ای بلافاصله پس از پایان کار آسان‌تر است. قسمت بیش‌تر مواد شیمیایی را که باقی می‌مانند، می‌توان به کمک شست‌وشوی ظرف با پاک‌کننده و آب یا حلال‌های آلی معمولی مانند تولوئن یا استون برطرف کرد. برای موادی که سخت‌تر جدا می‌شوند، ممکن است لازم

می‌آید، باعث ترکیدن یا انفجار دستگاه می‌شود و در صورت به کار بردن شعله، ممکن است مایع اشتعال‌پذیری که در دستگاه موجود است، مشتعل شود.

ج) هنگامی که واکنش گرم‌مازی را پدید می‌آورید حمام آب سرد یا آب یخ تهیه کنید و ظرف واکنش را به گونه‌ای قرار دهید که اگر واکنش از کنترل خارج شد، حمام را در اطراف آن بگذارید. ج) محل نزدیک‌ترین کپسول آتش‌نشانی را به خاطر بسپارید و طرز استفاده از آن را بیاموزید. مربی آزمایشگاه طرز کار آن را برای شما توضیح خواهد داد.

۳-۱- پیش‌گیری از خطر مواد شیمیایی

۱- از تماس مواد شیمیایی با پوست خودداری کنید. مواد جامد را به کمک کاردک‌های مخصوص یا وسایل مناسب دیگر جابه‌جا کنید. در صورتی که ماده‌ی شیمیایی بر روی پوست بریزد، فوراً آن ناحیه را با آب و صابون فراوان بشوید. اگر احتمال می‌دهید که ماده‌ی شیمیایی سمی است، موضوع را با مربی خود در میان بگذارید. بسیار مواظب باشید که خراش یا بریدگی‌های باز با مواد سمی تماس پیدا نکنند. هیچ‌گاه برای شست‌وشوی مواد شیمیایی آلی از روی پوست، از حلال‌های آلی مانند استون یا الکل استفاده نکنید. این حلال‌ها ممکن است سرعت جذب ماده‌ی شیمیایی را در پوست افزایش دهند. همیشه بعد از انجام کار آزمایشگاهی دست‌هایتان را بشوید.

۲- هرگز ماده‌ی شیمیایی را نجشید؛ مگر این که این کار از شما خواسته شده باشد.

۳- تا آن‌جا که ممکن است از استنشاق دود و بخارهای مواد شیمیایی و حلال‌ها اجتناب کنید. هوای آزمایشگاه باید خوب تهویه شود. هنگامی که با اجسام فرّار کار می‌کنید، از هود استفاده کنید. چنان‌چه در واکنش، گاز یا بخار زیان‌آوری (مثلاً گاز کربن‌تتراکلرید) تولید می‌شود، تله‌گاز مؤثری را به دستگاه متصل کنید. بوی ترکیب‌های آلی اغلب از نظر تشخیص نوع یا حتی هویت جسم سودمند است، اما در استشمام آن‌ها نهایت احتیاط را به کار بیندید. بعضی از این ترکیب‌ها بسیار محرّکند و ممکن است سمی هم باشند. اجسام مجهول را در حدود ۲۰ سانتی‌متری بینی نگه‌دارید و با دست بخار آن‌ها را به آرامی به طرف خود برانید.

باشد از محلول‌های تمیزکننده‌ی قوی‌تر مانند سولفو کرومیک، سولفوریک اسید، اسید غلیظ یا پتاسیم هیدروکسید در اتانول استفاده شود. معمولاً با گرم کردن ملایم حلال‌های آلی یا محلول تمیزکننده در حمام بخار عمل شست و شو سریع می‌شود. قبل از آن که جسم تمیزکننده‌ای غیر از پاک‌کننده و آب مصرف کنید، برای راهنمایی لازم درباره‌ی استفاده‌ی صحیح از آن‌ها با مربی خود، مشورت کنید.

گاهی ممکن است در ظروف شیشه‌ای با لکه‌های قهوه‌ای رنگ منگنز دی‌اکسید برخورد کنید. معمولاً می‌توان این لکه‌ها را به کمک شست‌وشوی ظرف با محلول آبی سدیم بی‌سولفیت ۳٪ برطرف کرد.

قبل از آن که ظروف سمباده‌ای را با پاک‌کننده و آب بشوید، بهتر است ماده‌ی چرب‌کننده‌ی آن را با حوله یا دستمالی پاک کنید که به حاللی مانند استون یا هگزان آغشته شده باشد. در غیر این صورت، ماده‌ی چرب‌کننده به قسمت‌های دیگر ظرف منتقل می‌شود.

۵-۱- آمادگی در برابر حوادث

آتش - اولین نکته‌ای که باید توجه کرد آن است که خود را از خطر برهانید؛ نه این که آتش را خاموش کنید. برای این کار ابتدا مربی خود را آگاه سازید و به منظور جلوگیری از گسترش آتش، ظروف محتوی حلال‌های اشتعال‌پذیر را از محوطه‌ی نزدیک آتش دور کنید و در صورت امکان چراغ‌های گاز را خاموش کنید. برای آن که اثر کپسول آتش‌نشانی بیش‌تر شود، سرلوله‌ی آن را به طرف پایه‌ی شعله بگیرید.

چنانچه لباس شما آتش گرفته باشد، ندوید. حرکت سریع شعله‌ی آتش را زیاد می‌کند. برای فرو نشاندن آتش و دور کردن شعله از سر خود در کف زمین بغلتید. افراد نزدیک شما می‌توانند برای خاموش کردن آتش از روکش‌های آتش‌نشانی، روپوش‌های آزمایشگاهی یا اشیای دیگری که در دسترس باشند، استفاده کنند. چنانچه نفر پهلویی شما در چنین حالت غیرمنتظره‌ای گرفتار شود، در کمک به او تردید نکنید، زیرا چند ثانیه تأخیر ممکن است به صدمه‌ی شدید منجر شود. چنانچه دوش ایمنی آزمایشگاه

نزدیک باشد، می‌توانید از آن برای خاموش کردن لباس مشتعل استفاده کنید. هم‌چنین اگر شعله در نزدیکی سر نباشد، می‌توانید کپسول کربن دی‌اکسید به کار ببرید، اما نباید از کپسول کربن تراکلرید استفاده کنید. چنانچه سوختگی سطحی و اندک باشد، پماد سوختگی به کار برید. در حالت سوختگی‌های شدید پماد سوختگی مصرف نکنید، بلکه بلافاصله برای معالجه به پزشک متخصص مراجعه نمایید.

سوختگی‌های شیمیایی - قسمت‌هایی از پوست را که مواد شیمیایی خورنده با آن تماس پیدا کرده‌اند، بلافاصله با آب و صابون به خوبی بشوید. چنانچه سوختگی سطحی و اندک باشد، پماد سوختگی به کار ببرید. برای معالجه‌ی سوختگی‌های شدید به پزشک مراجعه کنید. سوختگی ناشی از «برم» می‌تواند بسیار شدید باشد. این نوع سوختگی را باید ابتدا با آب و صابون شست‌وشو داد و بعد مدت سه ساعت با محلول ۱٪ سدیم تیوسولفات کاملاً خیس کرد. سپس پماد روغن ماهی به کار ببرید، پانسمان کنید و به پزشک مراجعه نمایید.

چنانچه مواد شیمیایی، بخصوص مواد خورنده یا گرم، با چشم تماس پیدا کنند، فوراً چشم را با آب نزدیک‌ترین شیر کاملاً شست‌وشو دهید. اگر در آزمایشگاه فواره‌ی شست‌وشوی چشم در دسترس باشد، از آن استفاده کنید. به چشم دست نزنید. پلک و کره‌ی چشم را باید برای چند دقیقه با آب شست‌وشو دهید. در صورت آسیب‌دیدگی شدید، هر چه زودتر به پزشک مراجعه کنید.

بریدگی‌ها - بریدگی‌های سطحی و اندک را می‌توان با روش‌هایی که در کمک‌های اولیه معمول است، معالجه کرد. در بریدگی‌های شدید به پزشک متخصص مراجعه کنید. چنانچه خونریزی شدید باشد، شریان‌بندی را درست در بالای محل آسیب‌دیده ببندید.

اگر آسیب‌دیدگی به حدی است که احتیاج به معالجه‌ی پزشک دارد، حتی اگر شخص آسیب‌دیده اظهار کند که سالم است، باید او را تا مطب پزشک یا درمانگاه همراهی کنید. اشخاص وحشت‌زده، بخصوص پس از سوختگی، اغلب بیش‌تر از آن‌چه به نظر می‌آید، آسیب دیده‌اند.

۶-۱- خشک کردن وسایل شیشه‌ای و مواد آلی

خشک کردن وسایل شیشه‌ای — پس از تمیز کردن وسایل شیشه‌ای، می‌توانید از «آون» استفاده کنید و برای خشک کردن سریع می‌توان هوای گرم را به وسیله‌ی یک ششوار به داخل ظرف موردنظر دمید. قبل از دمیدن هوای گرم ظرف را با کمی الکل یا استون «گُر» دهید.

خشک کردن جامدها — مواد جامد را به وسیله‌ی صاف کردن از محلول جدا کرده روی شیشه‌ی ساعت یا کاغذ صافی خشک می‌کنند. بهترین روش این است که جسم را در دسیکاتور (خشک‌کن) قرار دهید. دسیکاتور دارای ماده‌ای است که حلال را جذب می‌کند. برای آب بهترین جاذب CaCl_2 و برای حلال‌های آلی نظیر بنزن و کربن تتراکلراید یا هگزان، می‌توان از ایجاد خلأ استفاده کرد.

خشک کردن مایعات — یک راه برای گرفتن آب از مایعات، استفاده از مواد جاذب آب است. قدرت خشک‌کنندگی مواد جاذب آب، متفاوت است. هر چه یک ماده‌ی خشک‌کننده

مقدار آب بیش‌تری را به خود جذب کند، توان و گنجایش خشک‌کنندگی آن بیش‌تر است. مواد خشک‌کننده را باید قبل از عمل تقطیر از ماده‌ی مورد نظر جدا کرد. چون خشک‌کننده‌ای که آب جذب کرده است، آب خود را در اثر گرما دوباره از دست می‌دهد.

خشک کردن گازها — برای خشک کردن گازها، آن‌ها را از ستون‌های پر شده از مواد جاذب آب عبور می‌دهند. برای جلوگیری از به هم چسبیدن ذرات خشک‌کننده و سفت شدن آن در موقعی که آب به خود جذب می‌کند، می‌توان آن را با پنبه‌ی نسوز یا پنبه‌ی شیشه‌ای مخلوط کرد و در داخل ستون قرار داد. گازهای بی‌اثر را می‌توان از سولفوریک اسید غلیظ عبور داد.

گازهایی را که دمای جوش آن‌ها پایین باشد، می‌توان با سرد کردن، خشک کرد. این عمل را می‌توان به کمک سردکننده انجام داد. می‌توان مخلوطی از یخ خشک و متانول و یا هوای مایع را به‌عنوان سردکننده به کار برد. بدین طریق بخار آب ابتدا، مایع می‌شود، سپس یخ می‌زند و گاز موردنظر خارج می‌گردد.

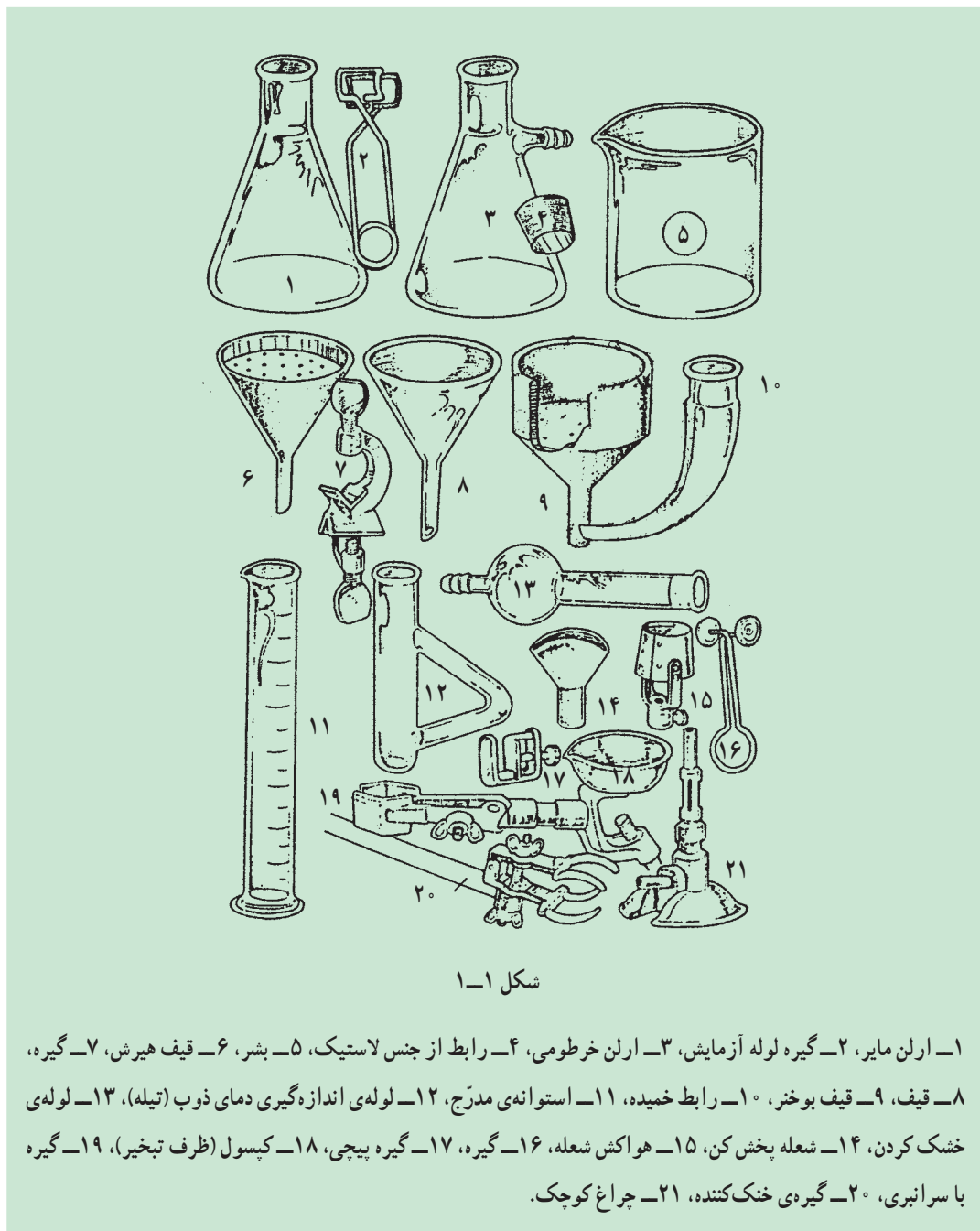
جدول ۱-۱- بعضی از مواد خشک‌کننده و موارد مصرف آن‌ها

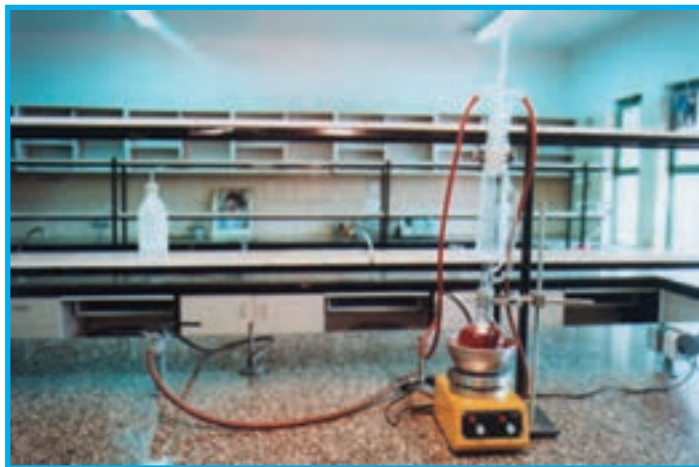
ماده‌ی خشک‌کننده	فشار بخار mmHg در ۲۰ C	کارآیی	سرعت	ملاحظات
CaCl_2	۰/۳	بالا	زیاد	استفاده در هیدروکربن‌ها، الکیل‌آرن‌ها، استن، اتر و گازهای خنثی.
CaSO_4	۰/۰۰۵	پایین	زیاد	غالباً مفید است، اما بهتر است اول جسم را با خشک‌کننده با کارآیی بالا خشک کرد.
MgSO_4	۱	پایین	زیاد	در اغلب موارد مفید است.
Na_2SO_4	۲۲	بالا	کم	شدت کم اما کارآیی زیاد دارد. بهتر است به‌صورت گرد (پودر) مصرف شود.
K_2CO_3	۱/۱	متوسط	کم	اسیدها
KOH NaOH	۰/۱ ۱/۵	پایین	زیاد	در مورد آمونیاک، آمین‌ها هیدرازین‌ها و اتر در دسیکاتور
Na				مورد استفاده در اتر، در مورد الکل‌ها و ترکیب‌هایی که با سدیم واکنش می‌دهند، نمی‌توان از آن استفاده کرد.
CaO	۰/۲			در مورد گازهای خنثی و بازی و آمین‌ها، الکل و اتر مصرف می‌شود، غیر قابل استفاده در آلدئیدها، کتون‌ها و ترکیب‌های اسیدی

وسایل متداول آزمایشگاهی

در سایر آزمایشگاه‌های شیمی با برخی از وسایل آزمایشگاهی و کاربرد آن‌ها آشنا شده‌اید. در این تصاویر و تصاویر

صفحات بعد تعدادی از رایج‌ترین وسایلی را که در آزمایشگاه شیمی آلی استفاده می‌شوند مشاهده می‌کنید.





شکل ۱-۲- دستگاہ‌هایی که با استفاده از چند وسیله آماده شده‌اند.

تشخیص ترکیبات آلی از معدنی

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
– ترکیب آلی را از سایر ترکیبات معدنی شناسایی کند و تشخیص دهد.

مواد لازم

سدیم کلرید ؛ نشاسته ؛ سدیم استات ؛ شناساگر فنل فتالین (الف) آزمایش سدیم کلرید یا نمک طعام (نوعی ماده معدنی): در این آزمایش مقدار کمی از نمک را در یک لوله آزمایش بریزید و به کمک گیره لوله‌ی آزمایش، آن را کم‌کم گرم کنید. چه اتفاقی روی می‌دهد؟ نتیجه‌ی آزمایش را پس از چند دقیقه یادداشت کنید.

(ب) از نشاسته به صورت یک ماده‌ی آلی می‌توان در این قسمت استفاده کرد. مقدار اندکی از نشاسته را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و همانند قبل آن را گرم کنید. مشاهده خواهید کرد که ابتدا لوله‌ی آزمایش سیاه می‌شود. دلیل این سیاهی را توضیح دهید.

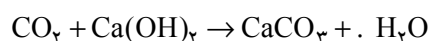
عمل حرارت دادن را ادامه دهید تا سوختن کامل صورت بگیرد و هیچ اثری از سیاهی در لوله‌ی آزمایش باقی نماند. مشاهدات خود را یادداشت کنید و دلیل اتفاقات را توضیح دهید. (ج) برخی از ترکیبات مانند سدیم استات با فرمول CH_3COONa از دو قسمت آلی و معدنی تشکیل شده است. مقدار کمی از این ترکیب را در لوله‌ی آزمایش بریزید و آن را کم‌کم گرم کنید. مشاهده خواهید کرد که مقداری سیاهی ایجاد می‌شود. این سیاهی به دلیل وجود کربن است، اما چون مقدار کربن کم است اگر عمل حرارت دادن ادامه یابد سیاهی از بین می‌رود، در حالی که همه‌ی جسم از بین نمی‌رود. چرا؟

هر ترکیب آلی معمولاً از کربن و هیدروژن و احتمالاً چند عنصر دیگر تشکیل شده است. این ترکیبات در اثر شعله می‌سوزند. محصول این عمل کربن دی‌اکسید (CO_2) و آب (H_2O) است؛ برای مثال، معادله‌ی شیمیایی سوختن کامل گاز متان به این صورت است:

$$\text{CH}_4(\text{g}) + 2\text{O}_2(\text{g}) \rightarrow \text{CO}_2(\text{g}) + 2\text{H}_2\text{O}$$

اگر نشاسته $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ یا قند معمولی $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ را گرم کنیم ابتدا جسم به صورت زغالی شکل در می‌آید و بخار آب از دست می‌دهد و بعد می‌سوزد.

چنانچه عمل سوختن به صورت کامل انجام شود می‌توان محصولات سوختن را به یک ظرف حاوی آب آهک هدایت کرد، کدر شدن آب آهک طبق واکنش زیر وجود کربن را در ساختار جسم آلی نشان می‌دهد.



اجسام معدنی دارای پیوندهای محکمی هستند؛ بنابراین به راحتی ذوب نمی‌شوند و اگر آن‌ها را گرم کنیم در دماهای پایین تغییری در آن‌ها مشاهده نمی‌شود؛ در حالی که اغلب اجسام آلی به سهولت ذوب می‌شوند. برای مقایسه‌ی ترکیبات آلی و معدنی این آزمایش را انجام دهید.

آزمایش اول

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش؛ گیره‌ی لوله‌ی آزمایش.

مشاهده می کنید؟ رنگ مشاهده شده نشانه‌ی چیست؟
فرمول‌های واکنش‌ها را بنویسید.
در این آزمایش ممکن است به جای تشکیل اکسید فلز سدیم
(Na_2O)، سدیم کربنات نیز تولید شود.
این آزمایش را می‌توانید با مواد مشابه تکرار کنید.

برای شناسایی، باقی مانده‌ی جسم لوله‌ی آزمایش را
خنک کنید و چند قطره آب به آن بیفزایید تا زمانی که جسم
باقی مانده در آب حل شود. با این عمل اکسید فلز را به هیدروکسید
آن فلز تبدیل نموده‌اید. برای شناسایی سدیم هیدروکسید کافی
است چند قطره فنل فتالئین به آن اضافه کنید. آیا تغییر رنگی

تجزیه‌ی کیفی ترکیبات آلی

هدف‌های رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که:

- ۱- یک ترکیب آلی را تجزیه کند.
- ۲- عناصر گوگرد، نیتروژن و هالوژن موجود در ترکیب آلی را شناسایی نماید.

مناسب از چراغ گاز بوتزن قرار گیرد. قبل از روشن کردن چراغ گاز ابتدا تکه‌ای فلز سدیم تمیز، به ابعاد تقریبی ۳ تا ۴ میلی‌متر، در لوله‌ی آزمایش قرار دهید؛ سپس به آرامی آن را گرم کنید تا سدیم ذوب شود و گاز آن تا ارتفاع یک سانتی‌متر متصاعد شود؛ آن‌گاه شعله را از آن دور کنید و با احتیاط کامل و رعایت اصول ایمنی حدود ۵ میلی‌گرم از ترکیب آلی ناشناخته را مستقیماً روی سدیم مذاب بریزید.

دوباره انتهای لوله را گرم کنید. پس از اندکی گرم کردن دوباره شعله را دور کنید و حدود ۵ میلی‌گرم دیگر از ترکیب آلی ناشناخته را به آن بیفزایید؛ سپس دوباره انتهای لوله را گرم کنید تا زمانی که به رنگ قرمز تیره درآید؛ آن‌گاه شعله را خاموش کنید و بگذارید تا لوله سرد شود. حدود دو میلی‌لیتر اتانول به لوله‌ی آزمایش اضافه کنید تا سدیم باقی‌مانده را کاملاً حل کند و سپس محتویات لوله را در یک بشر کوچک بریزید و 20°C آب مقطر به آن بیفزایید و آن را گرما دهید تا ذرات نامحلول حل شوند؛ آن‌گاه محلول را گرما گرم صاف کنید و محلول زیر صافی را برای آزمایش‌های زیر مورد استفاده قرار دهید. اکنون در اثر ذوب قلیایی با سدیم عناصر موجود در ماده‌ی آلی به صورت CN^- و S^{2-} یا CNS^- و X^- درآمده است.

تشخیص گوگرد

یک میلی‌لیتر از محلول صاف شده را با چند قطره استیک

برخی ترکیبات آلی علاوه بر کربن و هیدروژن دارای عناصری مانند S، N، O و L یا سایر هالوژن‌ها هستند. چنان‌چه یک ترکیب آلی ناشناخته را در اختیار داشته باشید آگاهی از وجود این عناصر برای شناسایی ماده بسیار مفید است. برای شناسایی اکسیژن روش ساده‌ی آزمایشگاهی وجود ندارد، اما برای عناصر دیگر در اثر ذوب ترکیب آلی با فلز سدیم می‌توان عناصر را به «بون» تبدیل کرد؛ سپس با آزمایش‌های ساده آن‌ها را شناسایی کرد.

مری آزمایشگاه در آزمایش‌های بعدی نمونه‌ای از ماده‌ی آلی ناشناخته را در اختیار شما قرار می‌دهد. با این آزمایش‌ها عناصر موجود در ترکیب آلی را شناسایی کنید.

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش پیرکس کوچک؛ کاغذ تورنسل؛ بشر؛ گیره؛ پایه.

مواد لازم

ترکیب آلی ناشناخته؛ سدیم؛ اتانول؛ آهن (III) کلرید؛ سولفوریک اسید؛ سرب استات؛ استیک اسید؛ آهن (II) سولفات؛ نیتریک اسید؛ نقره نترات؛ کربن تتراکلرید؛ سدیم هیدروکسید.

روش کار

ذوب با سدیم: یک لوله‌ی آزمایش پیرکس را به صورت عمودی به گیره و پایه وصل کنید؛ به گونه‌ای که با فاصله‌ی

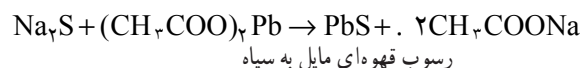
روبه‌رو شد، ۱ میلی‌لیتر محلول پتاسیم فلئوئورید ۵٪ به آن بیافزاید.

تشخیص هالوژن‌ها

حدود ۲ میلی‌لیتر از محلول صاف شده‌ی ذوب قلیایی با سدیم را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و به تدریج با نیتریک اسید، اسیدی کنید. برای مشاهده‌ی حالت اسیدی از کاغذ تورنسل استفاده کنید؛ سپس محلول را به آرامی چند دقیقه بجوشانید تا در صورت وجود هیدروژن سولفید به صورت گاز خارج شود؛ آن‌گاه محلول را سرد کنید و به آن حدود ۶ قطره نقره نترات ۵٪ اضافه کنید. رسوب سنگین نقره هالید دلالت بر وجود کلر، برم و ید در ترکیب آلی دارد. با توجه به رنگ این رسوب می‌توان نوع هالوژن را تشخیص داد.

رنگ سفید رسوب نشان‌دهنده‌ی عنصر کلر (Cl) است و رنگ زرد روشن بیانگر یون برم (Br) است و زرد پر رنگ نشان از وجود عنصر ید (I) دارد. رنگ رسوب را یادداشت کنید و گزارش دهید. کدام یک از هالوژن‌ها در ترکیب آلی ناشناخته وجود داشته است؟

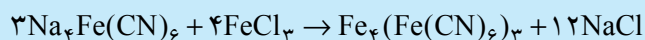
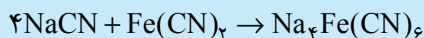
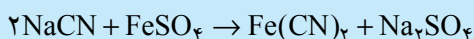
اسید، اسیدی کنید و بعد چند قطره سرب استات به آن اضافه نمایید. اگر رسوب قهوه‌ای مایل به سیاه تشکیل شود نشانه‌ی آن است که در ترکیب آلی گوگرد وجود دارد.



تشخیص نیتروژن

یک میلی‌لیتر از محلول صاف شده‌ی ذوب قلیایی را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. حدود ۵/۰ میلی‌لیتر محلول آهن (II) سولفات به آن اضافه کنید و حدود یک تا دو دقیقه آن را گرم کنید؛ سپس حدود دو الی سه قطره محلول آهن (III) کلرید به محتویات لوله‌ی آزمایش بیفزایید و دوباره آن را گرم کنید. پس از اندکی گرم کردن آن را سرد نموده و قطره‌قطره سولفوریک اسید رقیق به آن بیفزایید تا محلول اسیدی شود. اگر در ترکیب آلی ناشناخته نیتروژن وجود داشته باشد رنگ آبی مشاهده می‌شود که به «آبی پروس» مشهور است. نتیجه‌ی مشاهدات خود را یادداشت و گزارش کنید. در صورت رعایت نکات فوق اگر تشکیل آبی پروس با مشکل

مطالعه‌ی آزاد



اندازه‌گیری دمای ذوب

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
- دمای ذوب مواد مختلف را تعیین کند.

۱-۴- آزمایش اندازه‌گیری دمای ذوب

یکی از راه‌های شناسایی ترکیبات آلی اندازه‌گیری دمای ذوب آن‌هاست. هر جسم خالص همیشه دارای دمای ذوب مشخصی است؛ یعنی در محدوده‌ی بسیار کوچکی از دما به‌طور کامل ذوب می‌شود. تعیین دقیق دمای ذوب فقط از طریق رسم منحنی ذوب ممکن است. وجود مقداری - هر چند اندک - از ناخالصی حل شده در ترکیب، تغییر محسوسی در دمای ذوب شدن جسم ایجاد می‌کند. در این دما جسم جامد با مذاب آن در حال تعادل است. از روی دمای ذوب هر جسم می‌توان به درجه‌ی خلوص آن پی برد.

وسایل لازم

لوله‌ی موئین با قطر ۲ mm؛ بشر ۱۰۰ ml؛ دماسنج با دقت ۰/۱ °C؛ لوله‌ی تپله؛ همزن شیشه‌ای یا مغناطیسی؛ چوب پنبه‌ی سوراخ‌دار مناسب یا درپوش لاستیکی؛ چراغ بوزن.

مواد لازم

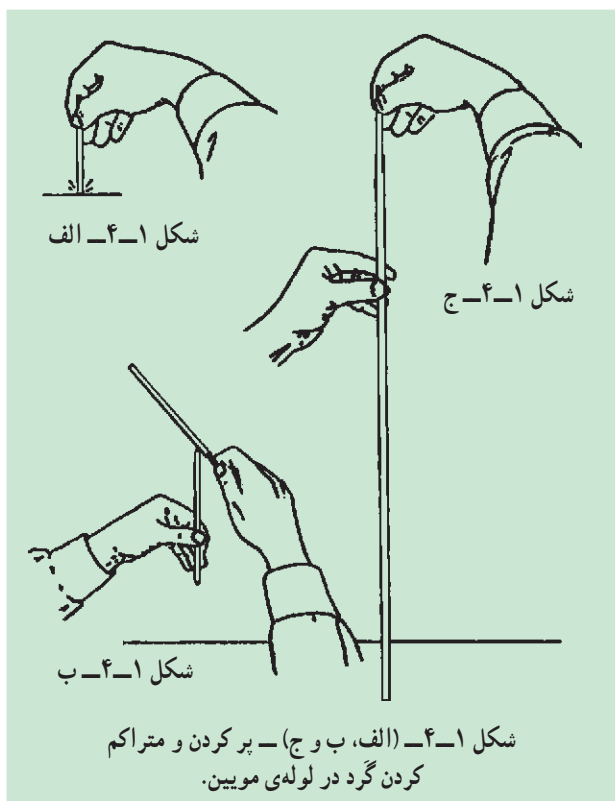
اوره، بنزویک اسید؛ سالیسیلیک اسید؛ استانیلید؛ گلیسرین؛ پارافین؛ وازلین؛ پتاسیم نترات؛ یخ.

روش کار

۱- برای تعیین دمای ذوب به روش لوله‌ی موئین لازم است که قطر لوله‌ی موئین حدود ۲ mm - ۱ و طول آن ۱۰-۵ cm باشد. برای تهیه‌ی این لوله از یک قطعه لوله‌ی شیشه‌ای استفاده کنید که قطر آن حدود ۵ cm / ۰ باشد. وسط لوله را روی شعله چراغ بوزن نرم کنید و از دو طرف بکشید. لوله‌ی موئین به دست آمده را به اندازه‌های ۶ cm قطع کرده و سپس انتهای هریک را از یک سر روی شعله چراغ تا حد سرخ شدن گرم کنید تا مسدود شود.
۲- حدود ۱/۰ °C گرم از نمونه‌ی جامد و خشک را در یک

ظرف شیشه‌ای یا چینی بریزید و آن را با دسته‌ی هاون کاملاً بسایید تا به صورت گرد نرم درآید؛ سپس گرد به دست آمده را روی هم انباشته کنید.

۳- لوله‌ی موئین را به‌طور قائم در پودر انباشته شده فروبرید (شکل ۱-۴-الف). با زدن ضربه یا خراش دادن سطح خارجی لوله به وسیله یک سوهان (شکل ۱-۴-ب) جسم را به انتهای بسته شده لوله انتقال دهید. برای افزایش تراکم گرد درون لوله‌ی موئین، آن را از سر بسته در یک لوله شیشه‌ای یک متری رها کنید که انتهای آن روی میز آزمایشگاه قرار دارد (شکل ۱-۴-ج). با تکرار این مراحل ارتفاع گرد درون لوله‌ی موئین را به ۲ mm برسانید.



سرد کنید و پس از سرد شدن حمام نمونه‌ی جسم جامد را همانند قبل آماده کنید و این بار دمای حمام را به آرامی بالا ببرید. دمایی را که ابتدای عمل ذوب مشاهده می‌کنید یادداشت کنید. برای تمرین بیشتر، دمای ذوب و تغییرات آن را برای اوره، بنزوئیک اسید و استانیلید و دو یا چند ماده‌ی معدنی اندازه بگیرید. از مقایسه‌ی دمای ذوب ماده‌ی آلی و معدنی چه نتیجه‌ای می‌گیرید؟

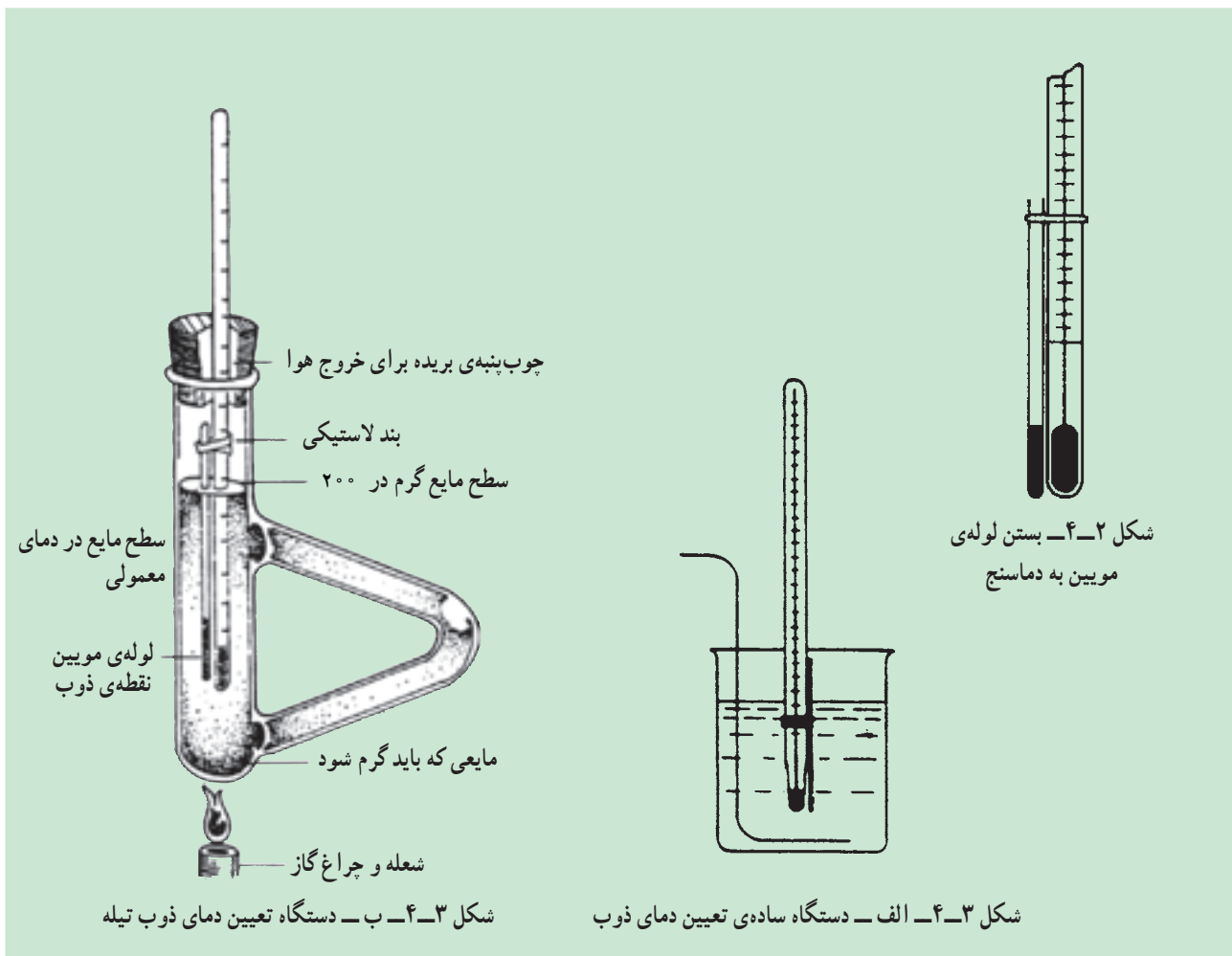
۲-۴- معرفی حمام مایع

برای گرم کردن یک نواخت لوله‌ی مویین، می‌توان از مایعاتی مانند گلیسرین، پارافین، اتیلن گلیکول و سولفوریک اسید غلیظ استفاده کرد. چنانچه مایعی که برای حمام به کار می‌برید، سولفوریک اسید باشد، باید در کار کردن با آن فوق‌العاده احتیاط کنید.

۴- لوله‌ی مویین را به وسیله یک نخ یا نوار لاستیکی باریک طوری به دماسنج متصل کنید که گرد موجود در لوله‌ی مویین در مجاورت حباب دماسنج قرار گیرد (شکل ۲-۴). (نخ یا نوار لاستیکی باید از جنسی باشد که بتواند دمای C ۲۰۰ را تحمل کند.)

پس از این مراحل، دماسنج را به کمک چوب پنبه‌ی سوراخ‌داری که یک طرف آن برای دیدن درجه‌های دماسنج و خروج هوا برش باریکی داده شده است، در داخل حمام یا دستگاه ذوب تپله، مطابق شکل ۳-۴ الف و ب قرار دهید. به کمک شعله‌ی کم یک چراغ بونزن و هم‌زدن متوالی مایع، به‌وسیله‌ی همزن، به آرامی دمای مایع حمام را بالا ببرید.

برای پیدا کردن دمای ذوب تقریبی ابتدا نمونه را با گرم کردن سریع ذوب کنید و دمای تقریبی ذوب را یادداشت کنید؛ سپس حمام را تا C ۱۵-۱۰ پایین‌تر از دمای ذوب تقریبی جسم



۳-۴- منحنی تصحیح دماسنج

برای کنترل دماسنج و تعیین دقت اندازه‌گیری آن

به این صورت عمل کنید :

۱- چند ماده‌ی جامد خالص که دمای ذوب آن‌ها با دقت معلوم است انتخاب کنید. با دماسنج موردنظر و به روش لوله‌ی موین دمای ذوب هر کدام را به دست آورید و داده‌های حاصل را در جدول ۴-۱ ثبت کنید.

جدول ۴-۱- دمای ذوب چند ماده

ماده‌ی مورد آزمایش	دمای ذوب واقعی	دمای ذوب خوانده شده
یخ	۰	
استانیلید	۱۱۴	
اوره	۱۳۲	
بنزویک اسید	۱۲۱	
سالیسیلیک اسید	۱۵۷	
استئاریک اسید	۷۰	

۲- با کشیدن دو خط عمود برهم، دمای ذوب واقعی هر کدام

را روی محور افقی و دمای ذوب مشاهده شده به وسیله دماسنج را روی محور عمودی انتقال دهید. از این نقاط (دمای واقعی و دمای خوانده شده) نمودار OA را مطابق شکل ۴-۴ به دست آورید.

دمای ذوب واقعی ترکیب مورد نظر را که با این دماسنج

اندازه‌گیری شده باشد، می‌توانید با استفاده از این نمودار محاسبه کنید.

برای این کار دمای ذوب جسم را روی محور عمودی

تعیین کنید و از آن خطی به موازات محور افقی رسم کنید تا

نمودار OA را قطع کند. از نقطه‌ی تقاطع خطی به موازات

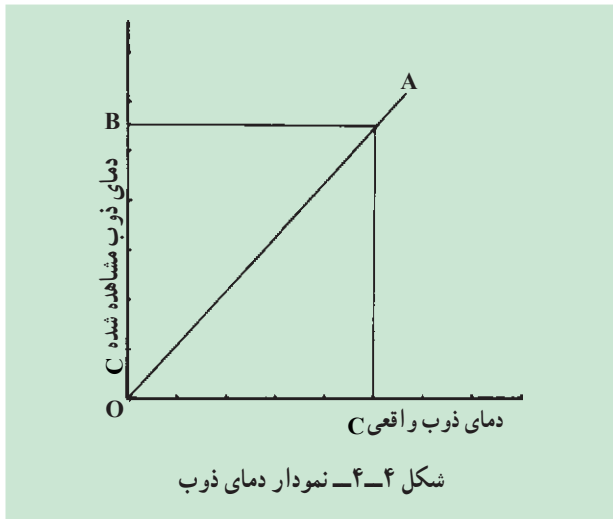
محور عمودی رسم کنید تا محور افقی را قطع کند. عدد مشاهده شده، دمای ذوب واقعی جامد مورد نظر است.

۴-۴- تعیین دمای ذوب به وسیله‌ی دستگاه‌های الکتریکی

اخیراً در آزمایشگاه‌ها برای اندازه‌گیری دمای ذوب از دستگاه‌های سنجش دمای ذوب استفاده می‌شود. معمولاً این دستگاه‌ها شامل یک گرم‌کننده‌ی الکتریکی که مجهز به همزن است تشکیل می‌شود و جسم به آرامی گرما داده می‌شود؛ هم‌چنین به کمک وسایل نوری و با بزرگ‌نمایی امکان مشاهده‌ی نمونه به راحتی فراهم می‌آید و دستگاه‌های پیش‌رفته‌تر نیز می‌توانند نمودار منحنی ذوب را رسم نمایند. برای انجام آزمایش به راهنمای همراه دستگاه مراجعه شود.

فعالیت: آزمایش فوق را به کمک دستگاه‌های الکتریکی تعیین

دمای ذوب تکرار نموده و نتایج حاصل را با یک‌دیگر مقایسه کنید.



پرسش‌ها

- ۱- چرا برای اندازه‌گیری دمای ذوب، جسم را باید به صورت گرد درآوریم؟
- ۲- اگر انتهای لوله‌ی موین خوب بسته نشده باشد، چه اشکالی پیش می‌آید؟
- ۳- چگونه می‌توان به وسیله‌ی آزمایش سریع بی‌برد که انتهای لوله‌ی موین بسته است؟
- ۴- چگونه از طریق تعیین دمای ذوب به خالص بودن ماده‌ی آلی پی می‌بریم؟
- ۵- علت تفاوت دمای ذوب واقعی و دمای ذوب مشاهده شده را بیان کنید.
- ۶- نتیجه‌ی مقایسه‌ی دمای ذوب ماده‌ی معدنی و آلی را شرح دهید.

اندازه‌گیری دمای جوش

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
- دمای جوش مواد مختلف را تعیین کند.

۱-۵- آزمایش اندازه‌گیری دمای جوش

هدف: اندازه‌گیری دمای جوش مایعات به روش

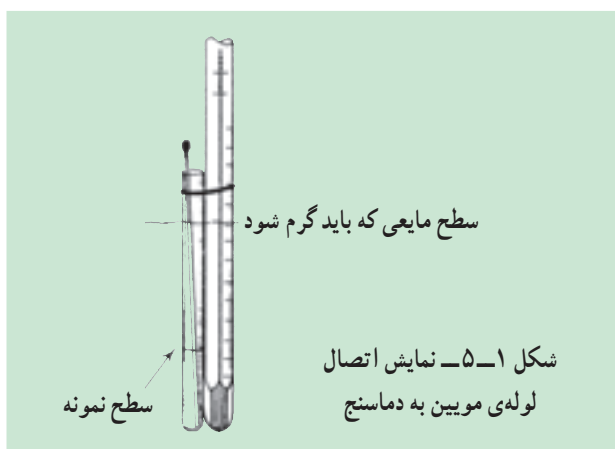
نیمه میکرو.

دمایی که در آن فشار بخار مایع برابر فشار محیط شود، دمای جوش آن مایع در آن فشار نامیده می‌شود. دمای جوش مایع خالص تا زمانی که تمام مایع تبخیر شود ثابت می‌ماند. در یک ظرف باز حداکثر فشار بخاری که هر مایع ممکن است داشته باشد فشار اتمسفری است. دمای جوش هر مایع با تغییر فشار خارجی تغییر می‌کند؛ برای مثال دمای جوش آب در فشار 70°C برابر $97/7$ و در فشار 80°mmHg برابر $101/4$ و در فشار 76°mmHg برابر 100 C است. دمای جوش استاندارد هر مایع، دمایی است که در آن فشار بخار مایع برابر 76°mmHg باشد. روش‌های اندازه‌گیری دمای جوش به مقدار نمونه‌ای که در اختیار داریم بستگی دارد. برای مقادیر کم از روش لوله‌ی موئین و برای مقادیر زیاد از روش تقطیر ساده استفاده می‌کنند که شرح آن بعداً خواهد آمد.

۲-۵- روش اندازه‌گیری دمای جوش برای مقادیر کم

وسایل و مواد لازم

بشر 25°mL ؛ لوله‌ی موئین؛ همزن شیشه‌ای؛ چراغ بوتزن یا گرم‌کن برقی؛ گلیسرین؛ پارافین مایع؛ استون؛ آب مقطر؛ اتانول.



روش کار

در این روش از لوله‌ی موئین و حمام پارافین یا گلیسرین مانند تعیین دمای ذوب استفاده کنید. یک لوله‌ی موئین را از یک سر روی شعله چراغ بوتزن قرار دهید تا سرخ و مسدود شود. سپس لوله‌ی موئین را به طور معکوس به وسیله‌ی نخ به دماسنج متصل کنید (سر باز لوله‌ی موئین مجاور مخزن جیوه قرار گیرد)؛ آن‌گاه دماسنج را در لوله‌ی آزمایش تمیز و خشک قرار دهید که شامل 2° قطره از مایعی که منظور اندازه‌گیری دمای جوش آن است؛ مثلاً اتیل الکل (اتانول) (سر باز لوله‌ی موئین در مایع ولی نخ در بالای مایع داخل لوله باشد). لوله‌ی آزمایش را در یک حمام پارافین یا گلیسرین وارد و آن را به وسیله‌ی یک گیره‌ی متصل به پایه ثابت کنید. مایع داخل حمام را به وسیله‌ی شعله چراغ بوتزن ضمن به هم زدن آن، گرم کنید تا از دهانه‌ی باز لوله‌ی موئین دیگر حبابی خارج نشود. در این حالت، شعله‌ی

را که از طرف مری آزمایشگاه در اختیار شما قرار می‌گیرد، اندازه بگیرید.

ذکر چند نکته - اگر فشار جو ۱ اتمسفر، 760 mmHg نباشد و بخواهید از روی دمای جوش خوانده شده به دمای جوش نرمال برسید، یک راه تقریبی آن است که به ازای هر 10 mmHg اختلاف فشار 3°C به دمای خوانده شده اضافه یا کم کنید. ارتباط دما و فشار چند مایع در جدول ۲-۵ نشان داده شده است.

چراغ را خاموش کنید و منتظر بمانید تا در اثر سرد شدن حمام، مایع در لوله‌ی موین بالا رود (چرا مایع در لوله بالا می‌رود؟).

پس از بالا رفتن مایع در لوله‌ی موین، بار دیگر مایع حمام را به آرامی گرم کنید تا خروج اولین حباب مشاهده شود. در این حالت، دمایی را که دماسنج نشان می‌دهد، دمای جوش مایع در آن فشار می‌نامند.

آزمایش ۱ - به طریق یاد شده، دمای جوش نمونه‌های معلوم مانند آب، اتانول، سپس دمای جوش یک نمونه‌ی ناشناخته

جدول ۱-۵- دمای جوش نرمال و ضریب تصحیح دمای جوش یا تغییر فشار چند مایع متداول برای کاربردهای بعدی

نمونه	دمای جوش نرمال (C)	تغییرات دما با تغییر فشار (C) / 10 mmHg . T
استون	۵۶/۱	۰/۳۹
آب	۱۰۰/۰	۰/۳۷
نیتروبنزن	۲۱۰/۹	۰/۴۸
کینولین	۲۳۷/۵	۰/۵۹
بنزوفنون	۳۰۵/۹	۰/۶

جدول ۲-۵- تغییر دمای جوش چند مایع بر حسب تغییر فشار روی آن‌ها

فشار روی مایع mmHg	دمای جوش (C)		
	اتانول	آب	آنیلین
۷۸۰	۷۹	۱۰۰/۷۳	۱۸۵/۶
۷۷۰	۷۸/۶	۱۰۰/۳۷	۱۸۴/۹
۷۶۰	۷۸/۳۲	۱۰۰/۰۰	۱۸۴/۴
۷۵۰	۷۸	۹۹/۶۳	۱۸۳/۳
۷۴۰	۷۷/۶	۹۹/۲۶	۱۸۳/۸
۱۰۰	۳۴/۳	۵۱/۵۸	۱۲۱
۲۰	۷/۱	۲۲/۱۴	۸۱/۹

پرسش‌ها

- ۱- دمای جوش را تعریف کنید. کاهش فشار محیط چه تأثیری روی دمای جوش دارد؟
- ۲- دمای جوش نرمال چه مفهومی دارد؟
- ۳- چه عواملی دمای جوش مایع را افزایش یا کاهش می‌دهد؟
- ۴- توضیح دهید چگونه از طریق دمای جوش به خالص بودن ماده‌ی آلی پی می‌بریم؟
- ۵- اثر فاصله‌ی جسم از سطح زمین بر روی دمای جوش را بیان کنید.
- ۶- در آزمایش نقطه جوش، دمای جوش مایعی 78°C اندازه‌گیری شده است. اگر فشار هوای آزمایشگاه، 740 mmHg باشد، دمای جوش استاندارد مایع فوق را به دست آورید.

تبلور

هدف‌های رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:

- ۱- آزمایش تبلور ساده با مواد مختلف را انجام دهد.
- ۲- آزمایش تبلور جزء به جزء را با استفاده از حلال مناسب انجام دهد.

۱-۶- تبلور

نخواهند بود. گاهی عمل خالص کردن در نتیجه‌ی یک بار تبلور کامل نمی‌شود و لازم است عمل تبلور را چندین بار تکرار کنید. عمل تبلور وقتی کامل است که حداکثر محصول به دست آید. در عمل تبلور، حلالیت معمولاً با افزایش دما، افزایش می‌یابد. برای بی‌رنگ کردن ماده‌ی مورد نظر از زغال حیوانی استفاده می‌شود. در این حالت، باید محلول را گرما گرم صاف کرد تا زغال از محلول جدا شود. معمولاً برای این که زودتر بلور تشکیل شود، چند دانه بلور کوچک از ماده‌ی مورد نظر را به محلول می‌افزایند یا این که دیواره‌ی ظرف محتوی محلول صاف شده را با همزن شیشه‌ای خراش می‌دهند.

یکی از روش‌های مهم برای خالص کردن مواد، عمل تبلور است. مفهوم تبلور، جدا کردن یک ماده به صورت بلور از ناخالصی‌های همراه آن است.

عمل تبلور به دو طریق صورت می‌پذیرد:

الف) در اثر سرد کردن ماده‌ی مایع ناخالص تا زیر دمای انجماد آن.

ب) در اثر حل کردن ماده‌ی جامد ناخالص در یک حلال گرم و سرد کردن محلول.

عمل تبلور با استفاده از حلال شامل چندین مرحله به ترتیب

زیر است:

۱- انتخاب حلال مناسب.

۲- حل کردن ماده‌ی جامد در یک حلال گرم.

۳- صاف کردن محلول گرم برای جدا کردن ناخالصی‌های

انحلال ناپذیر در حلال.

۴- سرد کردن محلول تا تبلور کامل

۵- عمل صاف کردن و جدا کردن بلورها

۶- شستن بلورها با حلال به مقدار کم و معمولاً به صورت

سرد.

۷- خشک کردن بلورها

اگر ماده‌ی جامد را در حلالی حل کنید و مجدداً حلال را

تبخیر کنید، امکان تشکیل بلور وجود دارد، اما بلورها خالص

۲-۶- ویژگی حلال تبلور

۱- حلال مناسب، حلالی است که در دمای پایین جسم را حل نکند و یا کم حل کند، اما در دمای بالا قسمت اعظم یا تمام ماده را حل کند.

۲- ناخالصی‌ها باید در هر دمایی به گونه‌ی حل ناپذیر یا کاملاً حل‌پذیر در حلال باشند.

۳- حلال باید دمای جوش پایین داشته باشد و به آسانی تبخیر شود.

۴- حلال و ماده‌ی حل شونده نباید با یکدیگر وارد واکنش

شیمیایی شوند. در عمل تبلور می‌توان از یک حلال خالص یا از مخلوط دو حلال برای خالص کردن مواد استفاده کرد.

۳-۶ - تبلور با یک حلال خالص

در عمل تبلور، مسأله‌ی قطبیت حلال بسیار مهم است؛ از این رو برای متبلور کردن ترکیب‌های غیرقطبی، باید از یک حلال غیر قطبی استفاده کرد. معمولاً باید از حلالی که کم‌ترین قطبیت را داراست شروع کرد و به حلال مناسب رسید. اغلب حلال‌های آلی آتش‌گیر هستند؛ بنابراین، ضمن گرم کردن محلول، بهتر است از وسایل گرم‌کننده‌ی برقی استفاده شود. حلال‌های معمولی عبارت‌اند از: آب، متانول، استیک اسید، اترنفت. حلال‌هایی که کم‌تر استفاده می‌شوند عبارت‌اند از: اتر، کلروفرم، اتیل استات و دی‌متیل فرم‌امید (به هنگام کار کردن با این حلال‌ها باید احتیاط‌های لازم رعایت گردد).

۴-۶ - تبلور با مخلوط دو حلال

اگر در آزمایشگاه حلال مناسبی برای ماده‌ی جامد مورد نظر پیدا نشود، باید از مخلوط دو حلال استفاده کرد. انتخاب این دو حلال بدین صورت است: یکی از آن‌ها باید کاملاً در سرما ماده را در خود حل کند، اما حلال دوم حتی در گرما هم آن را حل نکند. حال اگر این دو حلال با یک‌دیگر مخلوط شوند، می‌توان از روش زیر برای متبلور کردن ماده استفاده کرد:

ماده‌ی مورد نظر را در حلال اول در یک ارلن در سرما حل می‌کنند و بر روی گرم‌کن گرم می‌دهند. وقتی محلول به جوش آمد، حلال دوم را کم‌کم به آن می‌افزایند. با اضافه شدن هر قطره، محلول کدر می‌شود و با به هم زدن، کدری آن از بین می‌رود. آن قدر از حلال دوم اضافه می‌کنند تا با اضافه کردن یک قطره محلول به صورت کدر باقی بماند (مانند عمل تیتراسیون). حال در ارلن را می‌بندند و محلول را سرد می‌کنند. برای متبلور کردن با دو حلال، بیش‌تر از این حلال‌ها استفاده می‌شود:

آب و الکل، آب و استیک اسید، استون و آب، دی‌اکسان و آب، متیلن کلرید و متانول، اتر و اترنفت، اتر و متانول، متانول و آب.

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش متوسط پیرکس؛ گیره‌ی لوله‌گیر چوبی؛

چراغ بونزن.

مواد لازم

بنزوئیک اسید؛ استانیلید؛ نفتالن؛ اتانول؛ کلروفرم؛ استون؛ زغال حیوانی؛ سولفانیلیک اسید.

روش کار

برای تعیین حلال مناسب ۱/۰ گرم از ماده‌ی نرم شده را در لوله‌ی آزمایش می‌ریزند. قطره قطره از حلال به آن می‌افزایند و خوب به هم می‌زنند. هنگامی که حجم حلال به یک میلی‌لیتر رسید آن را تا نزدیکی دمای جوش گرم می‌کنند. (در مورد حلال‌های اشتعال‌پذیر باید دقت شود).

۱- اگر جسم حل شونده در یک میلی‌لیتر حلال سرد به آسانی یا کمی حل شود، حلال مناسب نیست.

۲- اگر جسم در یک میلی‌لیتر از حلال گرم حل نشود، مقدار بیش‌تری از حلال در حجم‌های ۵/۰ میلی‌لیتری به آن می‌افزایند و گرم می‌کنند. اگر تا ۳ میلی‌لیتر از حلال نتوانست در دمای نزدیک جوش جسم را حل کند، این حلال نیز مناسب نیست.

چنانچه جسم در این مقدار حلال گرم حل شود، لوله آزمایش را سرد می‌کنند تا بلورها تشکیل شوند. اگر بعد از چند دقیقه سرد کردن، بلور تشکیل نشد، آن را در حمام یخ قرار می‌دهند. در صورت عدم تشکیل بلور، حلال مناسب نیست. در صورت تشکیل بلور، باید به مقدار حلال و جسم توجه شود. همین آزمایش را با چند حلال دیگر نیز انجام دهید تا بهترین حلال به دست آید.

اگر جسم در یک حلال بسیار انحلال‌پذیر، و در حلال دیگر انحلال‌ناپذیر باشد، می‌توان از مخلوط این حلال‌ها استفاده کرد و نتیجه‌ی بهتری به دست آورد.

دو حلال باید در یک‌دیگر اختلاط‌پذیر باشند. ابتدا جسم را در حلالی که قابلیت حل‌کنندگی آن زیاد است حل می‌کنند و حلال دیگر را که جسم در آن کم حل می‌شود، به حالت گرم و کم‌کم اضافه می‌کنند تا محلول اندکی کدر شود. با افزودن یکی دو قطره از حلال اول کدر بودن را از بین می‌برند و مخلوط را در دمای معمولی سرد می‌کنند تا بلورها جدا شوند.

و با علامت (-) برای انحلال ناپذیر، مشخص کنید. برای هر کدام بهترین حلال را با توجه به مطالب بالا انتخاب کنید.

مطابق جدول ۶-۱ چند جسم ناشناخته را که از طرف متصدی آزمایشگاه داده می شود با علامت (+) برای انحلال پذیر

جدول ۶-۱- انتخاب مناسب ترین حلال

مناسب ترین حلال	حلالیت			ماده‌ی مورد نظر
	کلروفرم سرد گرم	اتانول سرد گرم	آب سرد گرم	
				A
				B
				C
				D

۲ تا ۳ میلی لیتر دیگر از حلال بیفزایید و گرم کنید تا جسم حل شود. اگر محلول حاصل، رنگی باشد آن را سرد کنید و به آن ۲/۰ تا ۳/۰ گرم زغال فعال بیفزایید. محلول را بجوشانید و سپس با قیف آب گرم صاف کنید. محلول صاف شده را سرد و با قیف بوختر صاف کنید. بلورها را خشک کنید و دمای ذوب آن‌ها را اندازه بگیرید.

۶-۷- متبلور کردن بنزوئیک اسید

۲/۵ گرم بنزوئیک اسید را در ۱۵mL متانول حل کنید و مطابق آزمایش بالا عمل نمایید. برای شستن بلورها در روی صافی بوختر از متانول ۵۰٪ استفاده کنید.

۶-۸- متبلور کردن سولفانیلیدک اسید

۲/۵ گرم سولفانیلیدک اسید ناخالص را به ۴۰mL آب بیفزایید و مطابق آزمایش «۱» عمل نمایید.

۶-۵- متبلور کردن استانیلید

۲ گرم استانیلید تجارته را در یک بشر ۲۰۰ میلی لیتری بریزید. به آن ۴۰mL آب بیفزایید و گرم کنید تا به جوش آید. در صورت لزوم، مقدار کمی آب اضافه کنید. در صورت رنگی بودن محلول ۳/۰ گرم زغال فعال به آن بیفزایید و با قیف آب جوش، محلول را صاف کنید؛ سپس محلول صاف شده را به مدت ۳۰ دقیقه سرد و با قیف بوختر صاف کنید. بلورهای حاصل را دوبار و هر بار با ۵ میلی لیتر آب مقطر بشوید؛ آن گاه در آن C ۱۰۰ خشک کنید و دمای ذوب آن را اندازه بگیرید.

۶-۶- متبلور کردن نفتالن

۲/۵ گرم نفتالن را در یک بالن تقطیر بریزید و به آن ۱۲/۵ میلی لیتر اتانول ۹۵٪ بیفزایید. چند عدد سنگ جوش (یا چینی شکسته) در داخل بالن بیندازید. خنک کننده را برای رفلاکس بر دهانه‌ی بالن نصب کنید و محلول را بجوشانید. در صورت لزوم

پرسش‌ها

- ۱- شرایط لازم برای حلال مناسب چیست؟
- ۲- آیا می‌توان مخلوط‌های زیر را از راه تبلور مجدد در آب از یک‌دیگر جدا کرد؟
 - الف) استامید از استانیلید
 - ب) نفتالن از استانیلید
 - ج) بنزوییک اسید از استانیلید
- ۳- حلال مناسب برای یک جسم آب است. آن را در مقدار زیادی آب گرم حل و سپس سرد می‌کنیم، بلور تشکیل نمی‌شود. علت را توضیح دهید.
- ۴- اثر حلال‌های زیر بر روی جسمی، به ترتیب آمده است. حلال مناسب این جسم را تعیین کنید.
 - اتانول (+)، آب (-)، کربن تتراکلرید (-)، کلروفرم (+)
- ۵- برای بی‌رنگ کردن محلول تبلور از چه ماده‌ای استفاده می‌کنیم؟
- ۶- چگونه می‌توان محلول تبلور را از سایر مواد جدا کرد؟
- ۷- در عمل تبلور سرعت سرد کردن محلول داغ چه تأثیری بر درجه خلوص بلورها دارد؟
- ۸- چرا محلول داغ را صاف می‌کنیم؟
- ۹- هر یک از موارد زیر چه اشکالی در عمل تبلور مجدد ایجاد می‌کند؟
 - الف) استفاده از حلال زیادی در تبلور
 - ب) استفاده از حلال کم در تبلور
 - ج) قرار دادن محلول داغ در حمام یخ
 - د) اگر بلورهای صاف شده در مرحله آخر شسته نشود

جداسازی (استخراج)

هدف

جداسازی شامل کلیه‌ی اعمالی است که به کمک آن‌ها می‌توان اجزای یک مخلوط همگن (یک‌نواخت) یا ناهمگن (غیریک‌نواخت) را بدون ایجاد تغییر شیمیایی در آن اجزا، از یک‌دیگر جدا کرد.

به منظور ساده شدن این بررسی، مخلوط‌های مهم را به سه دسته تقسیم می‌کنیم:

(الف) مخلوط جامد در جامد،

(ب) مخلوط جامد در مایع،

(ج) مخلوط مایع در مایع.

اکنون روش‌های جداسازی هر یک را بررسی می‌کنیم:

۱-۷- مخلوط جامد در جامد

برای جدا کردن اجزای چنین مخلوط‌هایی از هم، راه‌های متفاوتی وجود دارد که مهم‌ترین آن‌ها بدین شرح است:

(الف) شست‌وشو: در این عمل از اختلاف چگالی مواد استفاده می‌شود. ابتدا مخلوط را با آسیاب نرم می‌کنند و جریان آب را از روی آن به آرامی عبور می‌دهند. آب، مواد سبک وزن را به همراه خود می‌برد و مواد سنگین‌تر برجای می‌مانند. اما این روش کامل نیست و نیاز مجدد به خالص کردن مخلوط دارد.

(ب) استخراج: یکی از راه‌های استخراج شامل جدا کردن یک جامد از مخلوط آن به کمک یک حلال مناسب است. در این وضعیت، حلال، یکی از اجزای سازنده را در خود حل می‌کند و در شمار دیگر نامحلول باقی می‌ماند؛ به این وسیله، اجزا از هم جدا می‌شوند. این عمل، توسط دستگاه سوکسله، انجام می‌شود. در این آزمایش، مواد براساس تفاوت در قابلیت حل شدن اجزای جامد از مخلوط جدا می‌شوند.

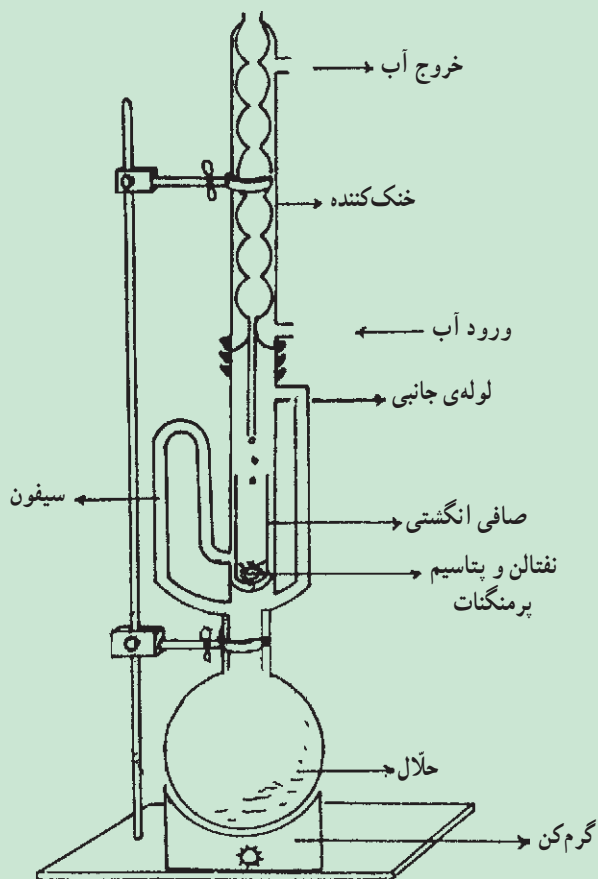
مواد و وسایل لازم

نفتالن ۳ گرم؛ پتاسیم پرمنگنات ۲ گرم؛ ۳۵۰ میلی‌لیتر تولوئن؛ دستگاه سوکسله؛ گرمکن؛ ترازو؛ پایه و گیره؛ بالن تقطیر؛ خنک‌کننده.

روش کار

مخلوطی از ۲ گرم پتاسیم پرمنگنات و ۳ گرم نفتالن را در صافی انگشتی دستگاه سوکسله قرار دهید و در داخل بالن نیز ۲۵۰ تا ۳۵۰ میلی‌لیتر تولوئن بریزید و دستگاه را مطابق شکل آماده کنید. خنک‌کننده را به صورت عمودی وصل کنید و ورودی و خروجی لوله‌های آب را به خنک‌کننده متصل کنید.

اکنون گرم‌کن را روشن کنید. تولوئن به تدریج گرم می‌شود و به جوش می‌آید. بخارهای حاصل از لوله‌ی جانبی، وارد خنک‌کننده و در آن‌جا مایع می‌شوند و به داخل استوانه و صافی انگشتی می‌ریزند. این حلال، نفتالن را در خود حل می‌کند و حجم محلول در ظرف استوانه‌ای، به تدریج افزایش می‌یابد. هنگامی که فشار به حد معینی رسید، سیفون، محلول موجود را به داخل بالن تخلیه، هدایت می‌کند و این عمل مجدداً تکرار می‌شود و حلال مسیر بسته‌ای را طی می‌کند؛ هم‌چنین هر بار قسمتی از نفتالن را در خود حل و به داخل بالن منتقل می‌کند. پس از چند بار تخلیه به وسیله‌ی سیفون، گرم‌کن را خاموش کنید و بدون بستن آب ورودی به خنک‌کننده، بگذارید تمامی بخارهای موجود در خنک‌کننده مایع شوند. پس از سرد شدن، دستگاه را با دقت باز کنید. صافی انگشتی را خارج کنید و زیر کلاهک قرار دهید تا حلال اضافی تبخیر شود. حال، پتاسیم پرمنگنات بر جای مانده را وزن کنید و با وزن اولیه‌ی آن مقایسه کنید. محتویات بالن را تقطیر و حلال را جدا سازید. وزن نفتالن به دست آمده را تعیین کنید.



شکل ۱-۷

پرسش‌ها

- ۱- یک حلال مناسب برای عمل جداسازی باید چگونه باشد؟
- ۲- چرا تولوئن، نفتالن را در خود حل می‌کند، در حالی که پتاسیم پرمنگنات را حل نمی‌کند؟
- ۳- چرا با تبخیر محلول داخل بالن، می‌توان نفتالن را جدا کرد؟

۷-۲- جدا کردن جامد از مایع

هدف: جدا کردن مخلوط‌های همگن (محلول) بر اساس

تغییر حالت فیزیکی

برای جدا کردن مواد جامد نامحلول در مایع از عمل صاف کردن با کاغذ صافی و گاهی از پشم شیشه و یا سفال استفاده می‌شود؛ هم‌چنین، جهت تسریع عمل، از قیف بوختر

همراه خرطوم آبی یا پمپ تخلیه، نیز در مخلوط‌های یک‌نواخت یا غیریک‌نواخت از اعمالی مانند سرریز کردن، تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء، تقطیر با بخار آب، تبلور یا کروماتوگرافی استفاده می‌شود. شما در این آزمایش، روش تبلور را به کار می‌برید.

مواد و وسایل لازم

مس II سولفات؛ بشر ۴۰۰ میلی لیتری؛ ارلن؛ شیشه‌ی ساعت؛ توری؛ سه پایه؛ قیف بوختر همراه با خرطوم آبی؛ خاک اره؛ کاغذ صافی؛ قیف شیشه‌ای.

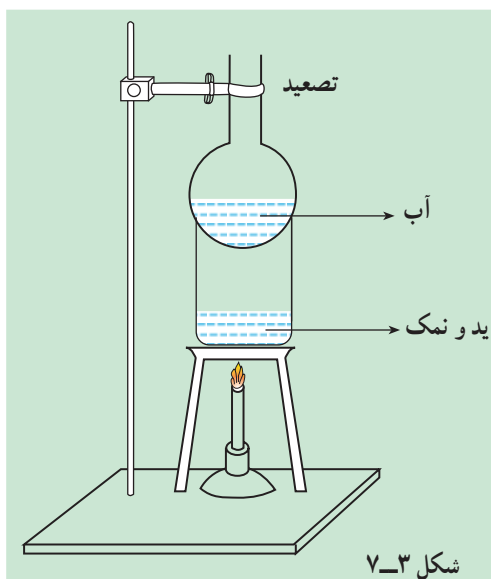
روش کار

محلول سیر شده‌ای از مس II سولفات را در گرما تهیه کنید و آن را روی قیف شیشه‌ای و ارلنی که هر دو قبلاً گرم شده‌اند، صاف کنید؛ سپس دهانه‌ی ارلن را با شیشه ساعت بپوشانید و ظرف را در یک بشر

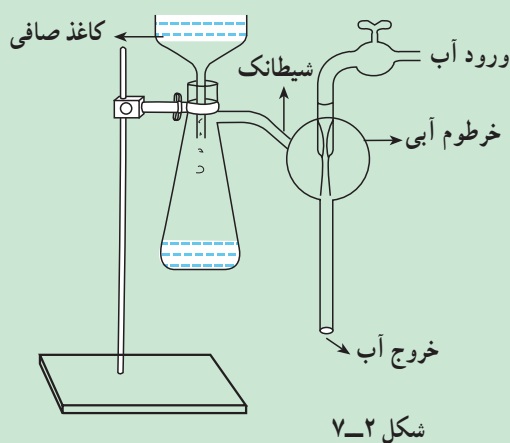
بزرگ قرار دهید و اطراف آن را از خاک اره پر کنید؛ آن‌گاه آن را برای ۲۴ ساعت ساکن بگذارید. پس از آن، با قیف بوختر، بلورها را از مایع اضافی جدا و بین دو لایه‌ی کاغذ صافی خشک کنید.

پرسش

۱- علت تسریع عمل صاف کردن به وسیله‌ی قیف بوختر را شرح دهید.



شکل ۷-۳



شکل ۷-۲

۷-۳- تصعید (تبدیل جامد به بخار)

هدف: وقتی در آزمایشگاه، حلال مناسب در اختیار نباشد یا آن که استفاده از حلال در نظر نباشد، می‌توان از فرآیند تصعید برای جدا کردن اجزای برخی از مخلوط‌ها استفاده کرد.

وسایل و مواد لازم

بشر؛ بالن ته‌گرد؛ گیره و پایه؛ سه پایه؛ توری نسوز؛ مخلوط ید و نمک طعام.

احتیاط: این آزمایش را زیر هود انجام دهید. بخار ید سمی است و بر سلول‌های بینایی به شدت اثر می‌کند.

روش کار

مقدار کمی ید و نمک طعام را در یک بشر بریزید و دهانه‌ی آن را با بالن ته‌گردی که دارای آب سرد و یخ است بپوشانید. بشر را به آرامی گرم کنید. ید متصاعد می‌شود و بخارهای آن در سطح بیرونی بالن سرد، می‌نشینند.

پرسش‌ها

- در چه وضعیتی می‌توان اجزای مخلوط جامد را از راه تصعید از هم جدا کرد؟
- چرا با گرم کردن ملایم، ید تصعید می‌شود، در حالی که نمک طعام تصعید نمی‌شود؟
- چند مخلوط دوتایی دیگر را نام ببرید که از راه تصعید بتوان اجزای آن‌ها را از هم جدا کرد.

۱- به جای ید بهتر است از بنزوئیک اسید استفاده شود.

تقطیر

هدف‌های رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:

- ۱- تقطیر ساده را انجام دهد.
- ۲- تقطیر جزء به جزء را انجام دهد.

۱-۸- تقطیر

طرق مختلف تخلیص ترکیب‌های آلی عبارتند از: تقطیر، استخراج (عصاره‌گیری به وسیله‌ی حلال‌ها) و تبلور (کریستالیزاسیون). اکنون به بررسی تقطیر می‌پردازیم:

نیروهای جاذبه‌ی موجود بین مولکول‌ها در مایع‌های آلی نسبتاً ضعیفند. از این رو مایع‌های آلی در دماهای نسبتاً پایین به جوش می‌آیند و چون دمای جوش آن‌ها پایین است، احتمال تجزیه شدن ماده‌ی آلی وجود دارد اگر بخارهای حاصل از جوشاندن یک مایع آلی را وارد خنک‌کننده کنیم به مایع تبدیل می‌شوند. به مجموعه‌ی اعمال بخار شدن از راه جوشش و مایع شدن بخارها در خنک‌کننده و جمع‌آوری مایع حاصل در یک ظرف، تقطیر می‌گویند.

چون جاذبه‌های بین مولکولی در ترکیب‌های مختلف متفاوت است، ترکیب‌های آلی مختلف در دماهای متفاوت تقطیر می‌شوند. بنابراین، عمل تقطیر را نه تنها برای جدا کردن ترکیب‌های آلی فرار از مواد غیر فرار مورد استفاده قرار می‌دهند، بلکه برای جدا کردن مخلوط ترکیب‌های آلی با دماهای جوش مختلف نیز به کار می‌برند.

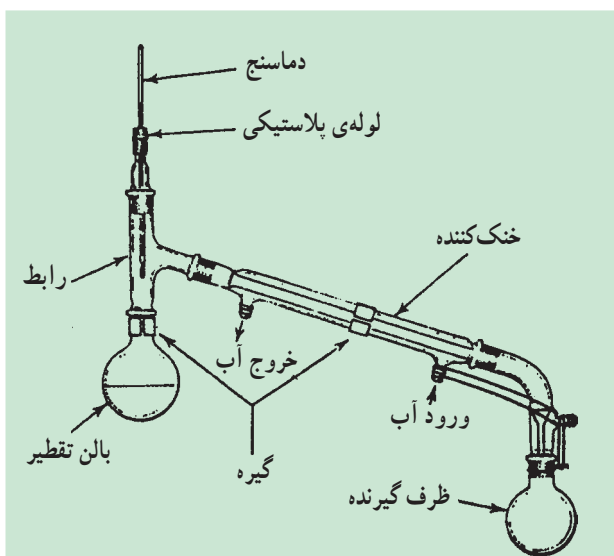
۲-۸- انواع تقطیر

انواع تقطیر عبارتند از: تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء، تقطیر در خلأ (فشار کم) و تقطیر با بخار آب.

در شکل ۱-۸ دستگاه تقطیر ساده را مشاهده می‌کنید.

در عمل تقطیر رعایت این نکات ضروری است:

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



شکل ۱-۸- دستگاه معمولی تقطیر ساده

۲- انداختن چند عدد سنگ جوش (یا چینی شکسته) در بالن تقطیر به منظور توزیع یک نواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع، الزامی است.

۳- برای پی بردن به دمای جوش مایع‌ها یا مخلوط چند مایع، مخزن جیوه‌ی دماسنج باید اندکی پایین‌تر از شاخه‌ی جانبی رابط قرار گیرد (محل جریان بخارها).

۴- اتصال لوله‌ی ورود و خروج آب به خنک‌کننده به‌گونه‌ی صحیح باشد (ورود آب از قسمت پایین و خروج آب از قسمت بالایی).

۵- برای گرم کردن بالن معمولاً از حمام‌های روغنی یا وسایل گرم‌کننده‌ی برقی استفاده می‌شود. اما چنان‌چه مجبور باشیم از شعله استفاده کنیم باید توجه داشت که با گذاردن یک توری فلزی روی سه پایه در زیر بالن، شعله‌ی چراغ گاز به طور گسترده به تمام نقاط بالن انتقال یابد تا بدین وسیله از گرم شدن موضعی بالن جلوگیری شود.

۶- محل ارتباط و تماس شیشه‌آلات باید با روغن مخصوص (روغن سیلیکون) قبل از نصب دستگاه، چرب شود. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل شدن رابط‌ها در اثر گرم‌است.

۷- برای مقادیر کم مایع نباید از بالن‌های تقطیر بزرگ استفاده کرد، زیرا سبب از بین رفتن بخشی از مایع می‌شود.

۸- انتخاب خنک‌کننده به نوع تقطیر، سرعت تقطیر و دمای جوش مایع مورد نظر بستگی دارد.

۹- قبل از انجام تقطیر، ترکیب مورد نظر را در بالن تقطیر می‌ریزیم و آن را توزین می‌کنیم و بعد از عمل تقطیر نیز مجدداً بالن را وزن می‌کنیم و به این ترتیب مقدار مایع تقطیر شده مشخص می‌شود.

۱۰- سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمای لازم) یک یا دو قطره در هر ثانیه است.

۱۱- هیچ‌گاه نباید بالن تقطیر را تا خشک شدن و از بین رفتن کامل مایع تقطیر شدنی گرما داد.

۳-۸- تقطیر ساده

هدف: اندازه‌گیری دمای جوش کربن‌تتراکلرید^۱ و

جداسازی تولوئن از کربن‌تتراکلرید.

اگر فقط یک جسم فرار داشته باشیم و تفاوت دمای جوش این جسم با ناخالصی‌های موجود در آن زیاد باشد (حدود C ۳۰) برای جدا کردن این ماده از ناخالصی‌ها از تقطیر ساده استفاده می‌شود. از تقطیر ساده معمولاً در جداسازی مخلوط مایعاتی که دمای جوشی بین C ۴۰ تا C ۱۵۰ دارند استفاده می‌شود، زیرا بالاتر از دمای C ۱۵۰ بسیاری از ترکیب‌های آلی تجزیه می‌شوند و در دمای جوش زیر C ۴۰ نیز نمی‌توان مایعی را در یک دستگاه ساده، بدون هدر رفتن مقدار زیادی از آن، تقطیر کرد. این نوع تقطیر در صنعت کاربرد زیادی ندارد؛ مگر برای مواردی که برای جداسازی، درجه‌ی خلوص بالا مورد نظر نباشد یا اندازه‌گیری دمای جوش ترکیب خالص در نظر باشد، زیرا همیشه فشار بخار جزء دارای دمای جوش پایین‌تر، بر فشار بخار جزء دیرجوش‌تر اثر می‌گذارد و پاره‌ای از مولکول‌های با دمای جوش بالاتر را نیز همراه خود می‌کشاند؛ برای مثال هنگامی که مخلوطی با مقادیر مساوی از اتانول که مایعی بی‌رنگ است، با دمای جوش C ۷۸ و آزوبنزن که جامدی است نارنجی رنگ، با دمای جوش C ۲۹۷ را در یک بالن تقطیر معمولی تقطیر می‌کنیم (به‌رغم اختلاف C ۲۱۹ در دمای جوش آن‌ها) حتی قطره‌های اولیه مایع جمع شده درگیرنده، در اثر وجود مولکول‌های آزوبنزن، رنگی هستند.

آزمایش اندازه‌گیری دمای جوش کربن‌تتراکلرید
به‌روش تقطیر ساده

توجه: «هیچ وقت دستگاه بسته را گرم نکنید.»

وسایل لازم

بالن ته‌گرد ۱۰۰mL؛ سه راهی تقطیر؛ دماسنج (C ۱۵۰-۰)؛ خنک‌کننده (مبرد)؛ رابط قطره‌گیر؛ بالن جمع‌آوری‌کننده؛ دو استوانه‌ی مدرج ۱۰۰mL؛ دو عدد پایه؛ دو عدد شاخک‌گیر؛ گیره‌ی بالن؛ گیره‌ی خنک‌کننده؛ سنگ‌جوش.

مواد لازم

کربن‌تتراکلرید

روش کار

۱- در یک بالن ته‌گرد ۱۰۰mL خشک، مقدار ۳۰mL

۱- کربن‌تتراکلرید در گروه مواد زیان‌آور (سمّی) طبقه‌بندی شده است؛ از تنفس بخارهای آن خودداری کنید.

آزمایش

جدا کردن بنزن^۱ از تولوئن.

هدف

جداسازی بنزن از تولوئن از راه تقطیر جزء به جزء.

وسایل لازم

سه عدد پایه؛ سه عدد شاخک گیره؛ دو عدد گیره‌ی بالن؛ گیره‌ی خنک‌کننده (مبرد)؛ منبع گرمایی (حمام روغنی یا گرم‌کن برقی یا چراغ بونزن و توری)؛ بالن تقطیر سمباده‌ای ۲۵۰ mL؛ ستون تقطیر؛ سه راه تقطیر؛ دماسنج؛ خنک‌کننده؛ قطره‌گیر؛ بالن جمع‌آوری کننده یا استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL.

مواد لازم

بنزن، تولوئن.

روش کار

دستگاهی مانند شکل ۲ - ۸ نصب کنید.

مخلوطی شامل ۵۰ میلی‌لیتر بنزن و ۵۰ میلی‌لیتر تولوئن تهیه نمایید. آن را در یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ mL مناسب بریزید. چند عدد سنگ جوش به آن بیفزایید و دستگاه تقطیر جزء به جزء را نصب کنید. دستگاه باید کاملاً خشک باشد. بالن را به ملایمت گرم کنید تا مخلوط به جوش آید. گرما دادن را طوری تنظیم کنید که مایع به آرامی و منظم تقطیر شود (۵۰ تا ۶۰ قطره در هر دقیقه). بهتر است که ستون تقطیر به وسیله‌ی پنبه‌ی نسوز یا پشم شیشه یا پارچه‌ی کتان پوشانده شود. مطمئن شوید که جریان آب از درون خنک‌کننده به طور منظم می‌گذرد و هیچ شعله‌ای در نزدیکی ظرف جمع‌کننده نیست. به علت این که تفاوت دمای جوش بنزن و تولوئن در حدود ۳۰ C است، بهتر این است که به تغییر دمای جوش مخلوط در سه گستره‌ی ۸۰ تا ۹۰ C، ۹۰ تا ۱۰۰ C، ۱۰۰ تا ۱۱۰ C توجه نماییم. برای این منظور، مایع حاصل از تقطیر در فاصله‌ی دمایی ۸۰ تا ۹۰ C را در استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL برچسب‌دار A، و مایع تقطیر شده در فاصله‌ی دمایی ۹۰ تا ۱۰۰ C را در استوانه‌ی مدرج B و مایع تقطیر شده در فاصله‌ی دمایی ۱۰۰ تا ۱۱۰ C را در یک استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL

کربن تتراکلرید خشک و خالص را با استفاده از یک قیف تمیز و خشک بریزید. چند قطعه سنگ جوش به آن بیفزایید و با رعایت نکات ضروری در تقطیر که قبلاً اشاره شد، دستگاه تقطیر را نصب و تمام اتصالات را محکم کنید (شکل ۱-۸).

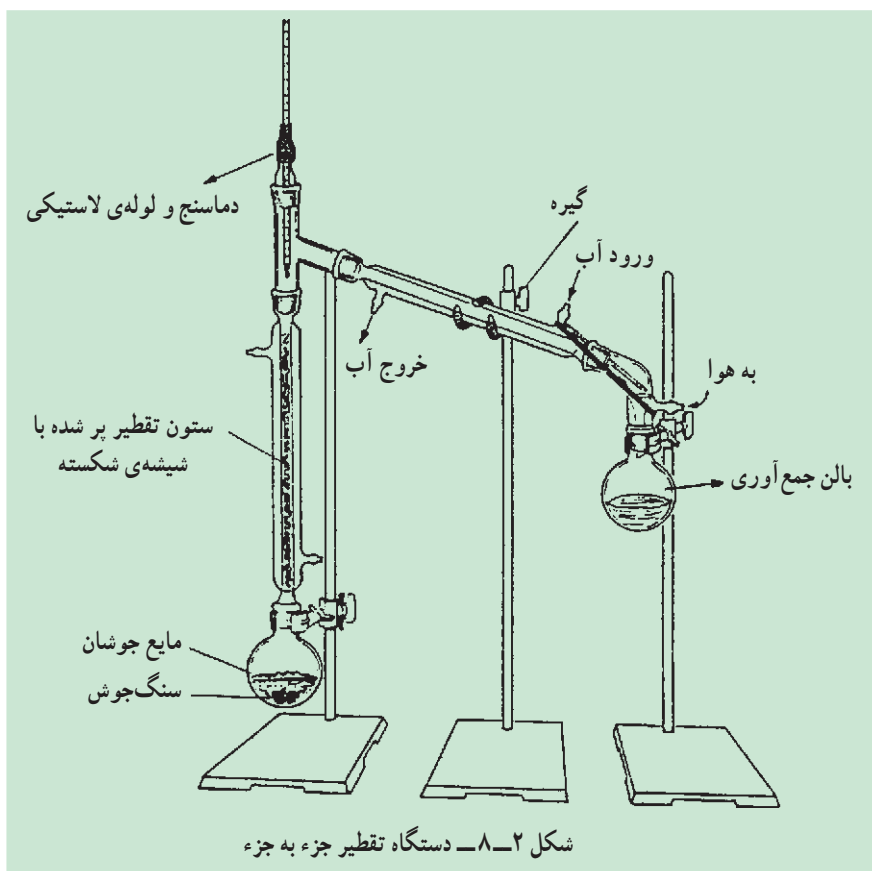
از یک استوانه‌ی مدرج به منظور بالن جمع‌آوری کننده استفاده کنید. بالن تقطیر را به آرامی گرم کنید تا این که مایع درون آن به جوش آید.

گرما دادن را به گونه‌ای تنظیم کنید که بخارها از دیواره‌ی بالن بالا روند و از دماسنج بگذرند و به خنک‌کننده (مبرد) برسند. هنگامی که اولین قطرات مایع تقطیر شده در خنک‌کننده ظاهر شد، دما را ثبت کنید. عمل تقطیر مایع را به آهستگی ادامه دهید و دمای تقطیر را به طور منظم نسبت به حجم ماده‌ی تقطیر شده - هنگامی که مقادیر تقطیر شده، ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ میلی‌لیتر و ... جمع‌آوری شد - یادداشت کنید. عمل تقطیر را هنگامی که ۲ تا ۳ میلی‌لیتر از مایع تقطیر شونده در ته بالن باقیمانده است، قطع کنید. اگر دمای جوش به دست آمده با دمای واقعی داده شده در کتاب مرجع تفاوت داشته باشد علت آن را بنویسید. کربن تتراکلرید مصرف شده را به شیشه‌ای بریزید که برای این منظور در اختیار شما گذاشته می‌شود. از روی اعداد به دست آمده نمودار تقریبی تقطیر را برای کربن تتراکلرید خالص (دماها روی محور عمودی و حجم تقطیر شده روی محور افقی) رسم کنید و درباره‌ی آن توضیح دهید.

۴-۸ - تقطیر جزء به جزء

منظور از تقطیر جزء به جزء، جدا کردن اجزای مخلوط براساس فرآر بودن آن‌هاست به عبارت دیگر، منظور جدا کردن چند مایع با دمای جوش متفاوت، از مخلوط است. برای جدا کردن دو مایع از راه تقطیر جزء به جزء لازم است از دمای جوش اجزای موجود در مخلوط یا فشار بخار هر یک از آن‌ها اطلاعاتی در دست داشته باشیم. با این اطلاعات می‌توان پیش‌بینی کرد که آیا عمل جدا کردن اجزای مخلوط از یک‌دیگر امکان‌پذیر است یا نه؟

۱- بنزن در گروه مواد زبان‌آور (سمی) طبقه‌بندی شده است؛ از تنفس بخارهای آن خودداری کنید. بنزن از راه پوست نیز جذب می‌شود. مراحل آزمایش زیر هوذا انجام گیرد. می‌توان از محلول اتانول و آب یا محلول استن و آب به جای محلول بنزن و تولوئن استفاده کرد.



جمع‌آوری کنید.

عمل تقطیر را هیچ‌گاه تا حد خشک شدن بالن ادامه ندهید. وقتی که ۲ تا ۳ میلی لیتر از مایع در بالن باقی ماند، تقطیر را متوقف کنید و باقی‌مانده را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. حجم مایع موجود در هر یک از استوانه‌ها و حجم باقی‌مانده در لوله‌ی آزمایش را اندازه بگیرید. حجم کل محصول را محاسبه کنید. نسبت حجم هر جزء به کل را برحسب درصد مشخص کنید.

دومین مرحله‌ی تقطیر

مایع جمع‌آوری شده در استوانه‌ی A را در بالن تقطیر خشک و تمیز بریزید و به آن چند عدد سنگ جوش بیفزایید. مجدداً دستگاه تقطیر جزء به جزء را نصب و عمل تقطیر را شروع کنید. هنگامی که دماسنج درجه‌ی ۹۰ را نشان دهد، تقطیر را متوقف کنید. بالن را کمی سرد نموده محتویات استوانه‌ی B را به آن بیفزایید. مجدداً بالن را گرم کنید و تقطیر را ادامه دهید. مایع جمع‌آوری شده در گستره‌ی ۸۰ تا ۹۰ C را در

استوانه‌ی A و مایع جمع‌آوری شده بین ۹۰ تا ۱۰۰ C را در استوانه‌ی B جمع‌آوری نمایید. هنگامی که دماسنج درجه ۱۰۰ را نشان داد، تقطیر را متوقف کنید. بالن را کمی سرد کنید و محتویات استوانه C را به آن بیفزایید. مجدداً تقطیر را ادامه دهید، مایع جمع‌آوری شده بین ۸۰ تا ۹۰ C را در استوانه‌ی A، مایع جمع‌آوری شده در گستره‌ی ۹۰ تا ۱۰۰ C را در استوانه‌ی B، مایع جمع‌آوری شده‌ی گستره‌ی ۱۰۰ تا C ۱۱۰/۶ را در استوانه‌ی C جمع‌آوری نمایید. هنگامی که دماسنج C ۱۱۰/۶ را نشان داد، تقطیر را متوقف و بالن را کمی سرد کنید. محتویات لوله‌ی آزمایش (باقی‌مانده‌ی تقطیر اول) را به آن بیفزایید و مجدداً تقطیر را ادامه دهید و اجزای A و B و C را جمع‌آوری کنید. بعد از جمع‌آوری مایع استوانه‌ی C، گرم کردن را قطع و بالن را سرد کنید و بگذارید ستون خنک شود، بالن را خارج کنید و باقی‌مانده‌ی آن را در لوله‌ی آزمایش معین بریزید. در این جا مرحله‌ی دوم تقطیر تمام شده است. مانند مرحله اول تقطیر، حجم نمونه در هر استوانه و لوله‌ی آزمایش را اندازه بگیرید و نسبت به حجم کل محلول محاسبه نمایید.

از تقطیر در فاصله‌ی ۸۰ تا ۹۰ C را افزایش داد به گونه‌ای که آخرین مایع حاصل از تقطیر در ۸۰ تا ۹۰ C به طور عمده بنزن باشد. با آزمایش شیمیایی می‌توان این موضوع را اثبات کرد.

چون دمای جوش بنزن (۸۰ C) پایین‌تر از دمای جوش تولوئن (۱۱۱ C) است، می‌توان انتظار داشت که مایع حاصل از تقطیر در فاصله‌ی ۸۰ تا ۹۰ C بیش‌تر محتوی بنزن باشد. با تکرار فرآیند تقطیر به شرح بالا، می‌توان نسبت درصد مایع حاصل

مطالعه‌ی آزاد

برخی از مخلوط‌های آلی مانند یک ترکیب خالص در فشار ثابت دمای جوش ثابتی دارند. به این مخلوط‌ها، مخلوط آزوتروپ گفته می‌شود.

جدا کردن مایع‌هایی که با هم مخلوط آزوتروپ می‌سازند آسان نیست، زیرا مخلوط آزوتروپ، مخلوطی از دو یا چند مایع است که در فشار ثابت دمای جوش ثابتی دارد. دلیل آن این است که غلظت اجزای تشکیل دهنده‌ی بخارهای متصاعد شده از مخلوط آزوتروپ در حال جوش با غلظت اجزای خود مخلوط یکسان است؛ از این رو، غلظت مخلوط آزوتروپ با جوشیدن تغییر نمی‌کند. و نمی‌توان این مخلوط‌ها را از طریق تقطیر جزء به جزء از هم جدا کرد. برای برطرف کردن این مشکل مایع دیگری به مخلوط اضافه می‌کنند تا آزوتروپ دیگری به دست آید. راه دیگر برای حل این مشکل، تغییر دادن فشار است؛ برای مثال، ۹۵٪ اتیل الکل و ۵٪ آب، آزوتروپ تشکیل می‌دهند که در ۷۸/۱۵ C می‌جوشد (دمای جوش اتیل الکل خالص ۷۸/۳ C است). برای از بین بردن این دمای آزوتروپی به آن بنزن اضافه می‌کنند. در نتیجه آزوتروپ دیگری (آزوتروپ سه‌تایی، ۷/۵٪ آب، ۱۸/۵٪ اتیل الکل و ۷۴٪ بنزن با دمای جوش ۶۴/۹ C) با درصد آب بیش‌تر ایجاد می‌شود. بدین ترتیب، قسمت اعظم آب خارج می‌شود و الکل و بنزن باقی می‌مانند که از راه تقطیر جزء به جزء به سادگی از هم جدا می‌شوند.

جدول ۱-۸- چند مخلوط آزوتروپ

ترکیب‌های مخلوط	درصد وزنی	دمای جوش اجزاء خالص (C)	دمای جوش آزوتروپ (C)
ایزوپروپیل الکل	۸۷/۴	۸۲/۳	۸۰/۴ {
آب	۱۲/۶	۱۰۰/۰	
اتیل الکل	۲۰/۰	۷۸/۳	۶۵/۰ {
کربن تتراکلرید	۸۰/۰	۷۶/۵	
اتیل استات	۶۹/۰	۷۷/۱	۷۱/۸ {
اتیل الکل (اتانول)	۳۱/۰	۷۸/۳	
فرمیک اسید	۲۲/۶	۱۰۰/۸	۱۰۷/۳ {
آب	۷۷/۴	۱۰۰/۰	

۱- معنای تقریبی کلمه‌ی آزوتروپ، «هم‌جوش» یا جوشش با دمای ثابت است.

پرسش‌ها

- ۱- تقطیر را تعریف کنید.
- ۲- چرا بالن تقطیر را در شروع عمل تقطیر نباید بیش از $\frac{2}{3}$ حجم آن از مایع پر کرد؟
- ۳- چرا گرما دادن مایع در دستگاه تقطیری که تمام اتصالات آن محکم بوده هیچ راه خروجی به جو نداشته باشد، خطرناک است؟
- ۴- آیا از راه تقطیر ساده می‌توان به ماده‌ی خالص دست یافت؟ چرا؟
- ۵- تفاوت تقطیر ساده و تقطیر جزء به جزء را شرح دهید.
- ۶- اگر دماسنج را بالاتر از شاخه جانبی سه‌راهی قرار دهیم، چه اشکالی در نتیجه آزمایش خواهد داشت؟
- ۷- اگر سرعت تقطیر خیلی بالا باشد، چه تأثیری در نتیجه آزمایش به وجود خواهد آمد؟

تقطیر با بخار آب

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
- تقطیر با بخار آب را انجام دهد.

۹-۱- تقطیر با بخار آب

اغلب برای جداسازی ماده‌ی خالص از ناخالصی‌های مخلوط با آن، از روش تقطیر با بخار آب استفاده می‌شود. در فصل قبل دانستید که فشار بخار یک مایع خالص به جنس مایع و دمای آن بستگی دارد. در دمای یکسان، فشار بخار الکل بیش از فشار بخار آب است؛ به همین دلیل، الکل زودتر از آب می‌جوشد. حال اگر مخلوطی از دو مایع امتزاج ناپذیر مانند آب و برموبزن را گرم کنیم، هریک از دو مایع به تدریج تبخیر می‌شوند و مخلوط بخار آن‌ها فضای بالای سطح مایع را فرا می‌گیرد که نسبت وزنی هریک به فشار بخار آن بستگی دارد. در این وضعیت اگر بتوان مخلوط این دو بخار را پی‌درپی از مجاورت سطح مایع دور و در جای دیگری سرد و متراکم کرد، مخلوطی از دو مایع مزبور به دست می‌آید که به علت عدم امتزاج، دو لایه تشکیل می‌دهند و از یکدیگر جدا می‌شوند. مطابق روش تقطیر با بخار آب، می‌توان یک ماده‌ی آلی خالص را از ناخالصی‌های غیر فرار آن جدا کرد؛ هم‌چنین می‌توان یک ماده‌ی آلی را که در دماهای بالا تجزیه می‌شود، در دمای پایین‌تر و نزدیک به دمای جوش آب تقطیر کرد.

در این گونه موارد که دو مایع در یکدیگر حل نمی‌شوند (خیلی کم حل می‌شوند) و با یکدیگر هیچ‌گونه واکنشی ندارند، فشار کلی مخلوط گازی در بالای سطح مایع ناهمگن آن‌ها، عبارت است از مجموع فشارهای جزئی هریک از بخارهای تشکیل دهنده‌ی آن:

$$P_T = P_1^0 + P_2^0 + \dots$$

منظور از « P_T » فشار کل^۱ مخلوط گازی در دمای معین است، « P_1^0 » فشار بخار مایع خالص اول و « P_2^0 » فشار بخار مایع خالص دوم است که هریک از آن‌ها در این جا به طور مستقل از یکدیگر تبخیر می‌شوند.

رابطه‌ی یاد شده می‌رساند که همواره و در هر دمایی، فشار بخار کل مخلوط برابر مجموع فشار بخارهای جزئی است. به دیگر سخن، مقدار فشار بخار کل بیش از هر یک از فشارهای جزئی است. براساس تجربه، بیش‌تر بودن فشار بخار کل مخلوط به معنی پایین‌تر بودن دمای جوش آن نسبت به دماهای جوش هریک از اجزاست؛ برای مثال، مخلوط آب (دمای جوش $C 100$) و برموبزن (دمای جوش $C 156$) که در یکدیگر حل نمی‌شوند، در فشار آتمسفر در دمای $C 95$ می‌جوشد که این دما از دمای جوش آب و از دمای جوش برموبزن پایین‌تر است.

تقطیر با بخار آب به دو روش صورت می‌گیرد:

۱- روش مستقیم،

۲- روش غیر مستقیم.

۹-۲- روش تقطیر با بخار آب به طور مستقیم

مخلوط آب و ماده‌ی آلی را در یک بالن ته‌گرد بزرگ گرم می‌کنند و بخارهای حاصل را به وسیله‌ی مبدل کلازن به خنک‌کننده‌ی (مبرد) مناسب انتقال می‌دهند و قطره‌های بخار سرد شده را در ظرف جمع‌آوری می‌کنند (شکل ۱-۹).

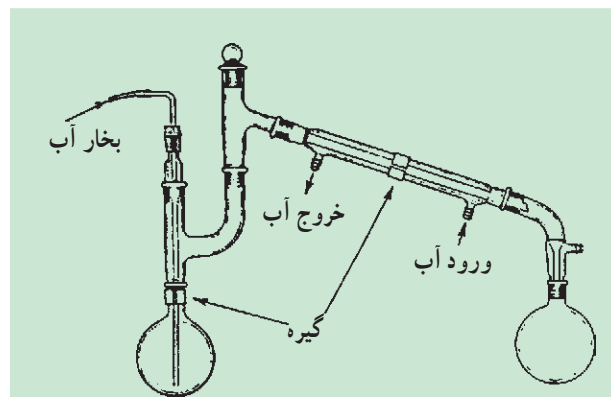
۱- «کل» معادل واژه‌ی «Total» است.

یک قیف جداکننده روی درلوله‌ی کلایزن (شکل ۲-۹) نصب کرد و آب مورد نیاز برای تقطیر را به وسیله‌ی این قیف اضافه کرد. ۴- در تقطیر با بخار آب به روش مستقیم، بخار آب در خود ظرف تولید می‌شود؛ از این رو الزاماً باید مخلوط موجود در ظرف تقطیر را با رعایت احتیاط، شدیداً به حالت جوش درآورد تا بخارهای دو فاز به خوبی در هم مخلوط شوند.

۵- برای جلوگیری از ترشح قطره‌های مایع موجود در بالن تقطیر به داخل خنک‌کننده، باید از مبدل کلایزن استفاده شود.

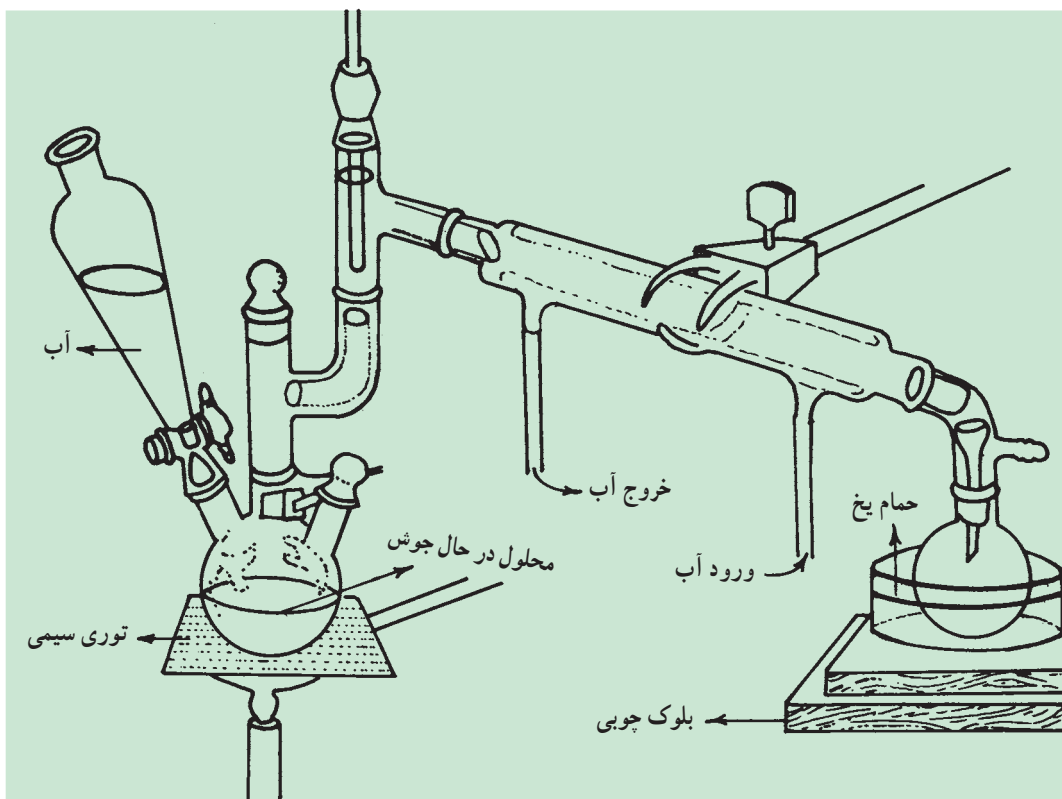
۶- در تقطیر با بخار آب موادی که در دمای اتاق جامد هستند، باید توجه داشت که در موقع تشکیل بلور حاصل از بخارهای تقطیر شده در لوله‌ی میانی خنک‌کننده، عبور جریان آب را موقتاً متوقف کرده آب خنک‌کننده را خالی می‌کنند. پس از ذوب شدن بلورها نیز به وسیله‌ی بخارهای داغ و شفاف شدن خنک‌کننده، جریان آب را دوباره در خنک‌کننده برقرار می‌کنند.

۷- استفاده از چند سنگ جوش در بالن تقطیر برای یک‌نواخت کردن جوشش مایع تقطیر ضروری است.



شکل ۱-۹- دستگاه تقطیر با بخار آب. اگر بخار آب در داخل خود ظرف تولید شود، به جای لوله‌ی طویل، چوب‌پنبه بگذارید.

- در روش مستقیم باید به این نکته‌ها توجه داشت:
- ۱- بالن تقطیر باید کم‌تر از نصف حجم آن از مخلوط پیر شود.
 - ۲- آب مورد نیاز دو برابر حجم آب پیش‌بینی شده باشد.
 - ۳- اگر بالن تقطیر به اندازه‌ی کافی بزرگ نباشد، می‌توان



شکل ۲-۹- تقطیر با بخار آب به روش مستقیم

شش و هشت میلی لیتری چند عدد؛ خنک کننده؛ ارلن ۲۵۰ میلی لیتری؛ سه پایه؛ لوله های باریک ۶۰ سانتی متر.

مواد لازم

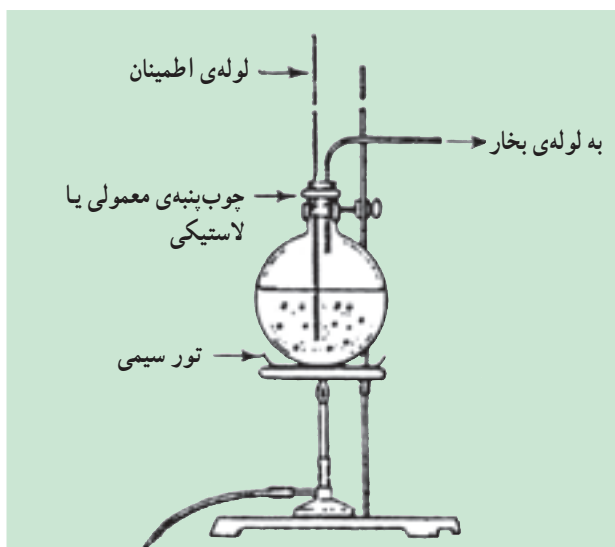
نفت سفید

روش کار

مخلوطی از پنج میلی لیتر آب و ده میلی لیتر نفت سفید در بالن و چهل میلی لیتر آب را در ارلن خرطومی بریزید. در حالی که آب را گرم می کنید به آرامی مخلوط داخل بالن را حرارت دهید تا این که آب اضافی در آن جمع نشود. لوله ای اطمینان بایستی تا زیر سطح آب فرو برده شود و لوله ی شیشه ای داخل نمونه در زیر سطح مایع قرار گیرد. ارلن خرطومی تولید کننده بخار آب را گرما دهید و تقطیر را شروع کنید تا این که تمام نفت سفید پانزده دقیقه تقطیر شود.

۵-۹- روش تقطیر با بخار آب به طور غیر مستقیم

در این روش آب و ماده ی آلی امتزاج ناپذیر با آب را در یک بالن ته گرد می ریزند و بخار آب را در ظرف دیگری تولید (شکل ۳-۹) و به وسیله ی رابط به بالن محتوی مخلوط انتقال می دهند.



شکل ۳-۹- مولد بخار، ظرف ته گرد را ابتدا تا نیمه با آب پر کنید و قبل از گرم کردن آن سنگ جوش بیفزایید. چنانچه بخار با سرعت بسیار زیادی تولید شود، لوله ای اطمینان فشار داخلی را کاهش می دهد.

۳-۹- تقطیر اسانس ترباتین به وسیله بخار آب (روش مستقیم)

وسایل لازم

بالن تقطیر ۲۵۰mL (در سمباده ای)؛ تبدیل کلایزن؛ دماسنج (C ۱۰۰ °)؛ قیف جدا کننده در سمباده ای؛ خنک کننده ی در سمباده ای؛ استوانه ی مدرج ۱۰۰mL؛ گیره ی خنک کننده؛ پایه ی گیره ی بالن؛ توری سیمی؛ چراغ بونزن؛ تشتک پلاستیکی.

مواد لازم

اسانس ترباتین.

روش کار

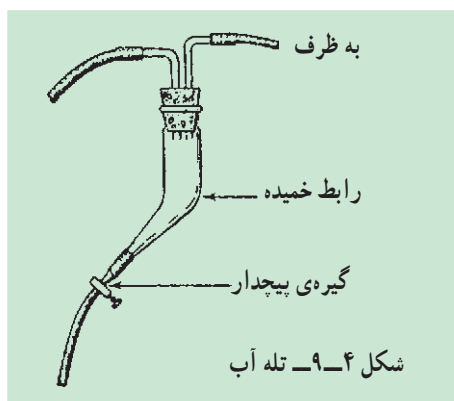
دستگاه تقطیر با بخار آب را مطابق شکل ۲-۹ با استفاده از بالن تقطیر ۲۵۰mL و یک استوانه ی مدرج ۱۰۰mL (ارلن جمع آوری کننده) نصب کنید. در بالن ۳۰mL معادل ۲۶ گرم اسانس ترباتین (دمای جوش آن در ۷۶۰mmHg بین ۱۵۶ تا C ۱۶۵ قرار دارد) و ۷۵mL آب بریزید. چند عدد سنگ جوش به مخلوط اضافه کنید و بالن را بر روی توری سیمی قرار دهید و آن را با شعله گرم کنید تا حالت جوش شدید در مخلوط به وجود آید. برای رسیدن به بازده بهتر در این آزمایش، مخلوط باید شدیداً در حال جوش باشد تا دو فاز به خوبی در هم مخلوط شوند. ۵۰mL اولیه ی مایع تقطیر شده را دور بریزید و ۳۰mL بعدی را جمع آوری کنید. در پایان حجم آب و اسانس ترباتین را مشخص و یادداشت کنید.

نسبت حجمی به دست آمده را بانسبت حجمی که می توان از قانون تقطیر با بخار آب به دست آورد، مقایسه کنید. با داشتن چگالی اسانس ترباتین می توانید به وزن مقدار تقطیر شده آن پی ببرید. فشار بخار اسانس ترباتین را می توان از جدول داده ها به دست آورد. دمای تقطیر مشاهده شده را با مقدار محاسبه شده مقایسه کنید.

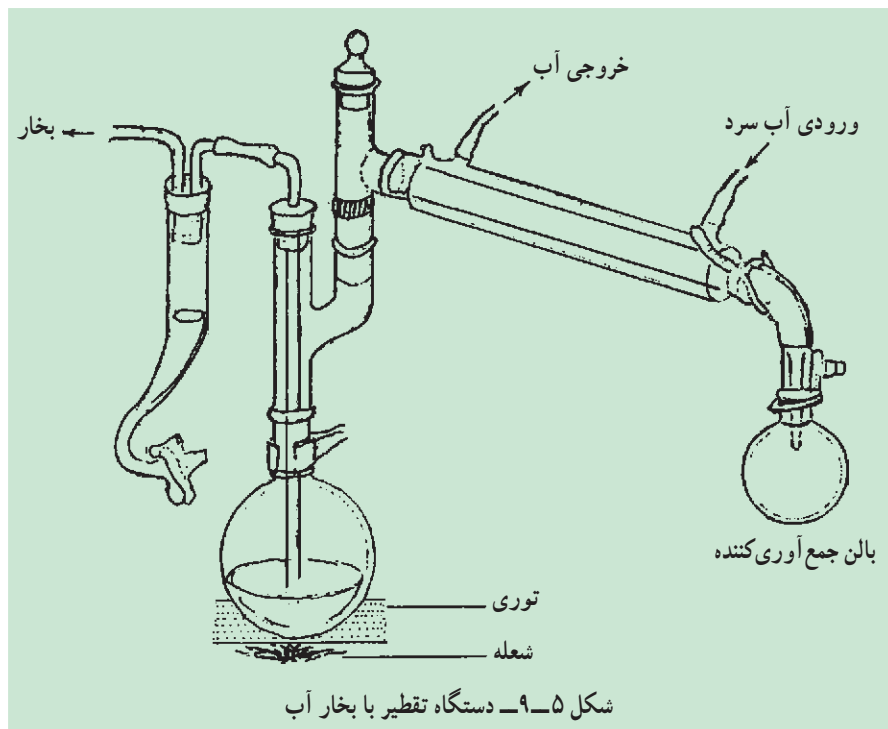
۴-۹- روش تقطیر نفت سفید با بخار آب

وسایل لازم

بالن ته گرد ۲۵۰ میلی لیتری؛ ارلن خرطومی؛ درب لاستیکی یا چوب پنبه ای یک سوراخه چند عدد؛ لوله ی شیشه ای



بخار حاصل از مولد را به وسیله‌ی یک لوله‌ی لاستیکی مطابق شکل ۹-۵ به انتهای بالن تقطیر متصل کنید. معمولاً هنگام استفاده از لوله‌ی بخار تله‌ای بین لوله و بالن تقطیر می‌گذارند (شکل ۹-۴) تا قطره‌های آب موجود در بخار آب جدا شود. برای جلوگیری از تراکم بخار آب در بالن تقطیر، بالن تقطیر را به وسیله‌ی شعله چراغ به ملایمت گرم می‌کنند.



رابط، بخار حاصل از منبع را به ظرف تقطیر مورد نظر وصل نمایید. عبور بخار آب باید به گونه‌ای باشد که قطره‌های مایع در حال تقطیر نتوانند از شاخه‌ی جانبی کلایزن وارد خنک‌کننده شوند. پس از جمع‌آوری مایع مقطر در استوانه‌ی مدرج ۵۰ میلی‌لیتری، حجم آب و برموبنزن را یادداشت کنید. این عمل را سه بار تکرار نموده با یادداشت کردن حجم دو لایه و چگالی برموبنزن و رابط وزنی موجود بین آن‌ها، درصد وزنی هر یک را در مخلوط پیدا کنید.

تقطیر برموبنزن با بخار آب به روش غیر مستقیم
دستگاه تقطیر با بخار آب را مانند شکل ۹-۵ نصب کنید.

روش کار

در بالن تقطیر ۴۰ میلی‌لیتر برموبنزن (دمای جوش در ۷۶۰ mmHg، ۱۵۶ C است) و ۲۰ میلی‌لیتر آب بریزید، چند عدد سنگ جوش به مخلوط اضافه کنید و بالن را روی توری سیمی که با شعله گرم می‌شود، به ملایمت گرم کنید. آن‌گاه به وسیله‌ی

پرسش‌ها

- ۱- برای تقطیر با بخار آب، ماده‌ی مورد نظر باید دارای چه ویژگی‌هایی باشد؟
- ۲- برای روش خالص‌سازی، چه مزایا و معایبی بر تقطیر با بخار آب متصور است؟

تقطیر در خلأ

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
 - تقطیر در خلأ را انجام دهد.

۱-۱- تقطیر در خلأ

از آن تجزیه می‌شود. در صورتی که می‌توان همین ماده را در دمای 180°C و فشار 12mmHg به جوش آورد و تقطیر کرد.
 در تقطیر با فشار کم، سه موضوع را باید در نظر گرفت:
 ۱- فشار مورد نظر که به دمای جوش مناسب قابل دست‌رسی باشد.

۲- نوع پمپ خلأ لازم برای رسیدن به فشار مورد نیاز و هم‌چنین وسایل مناسب برای اندازه‌گیری فشار
 ۳- منبع گرمایی و وسایل شیشه‌ای مناسب

دمای جوش هر مایع به نیروهای جاذبه‌ی بین مولکولی و هم‌چنین فشار خارجی روی سطح آن بستگی دارد؛ بنابراین، می‌توان در سیستم بسته با کاهش فشار، مایعی را در دمای پایین‌تری به جوش آورد و روش تقطیر در خلأ را برای خالص‌سازی مایعات (یا جامدات با دمای ذوب پایین) مفید دانست که در دمای جوش خود تجزیه می‌شوند، برای مثال گلیسرین $\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$ در فشار 76mmHg در دمای 290°C می‌جوشد که در این دما مقداری

مطالعه‌ی آزاد

تخمین دمای جوش

از معادله‌ی $\log_{10}\left(\frac{76}{P}\right) = \frac{5}{46} \cdot \frac{\text{دمای جوش معمولی}}{T}$ موجود بین فشار و دمای جوش بیشتر مواد آلی

غیر از اسیدها و الکل‌ها که توأم با خطا است، می‌توان استفاده کرد.

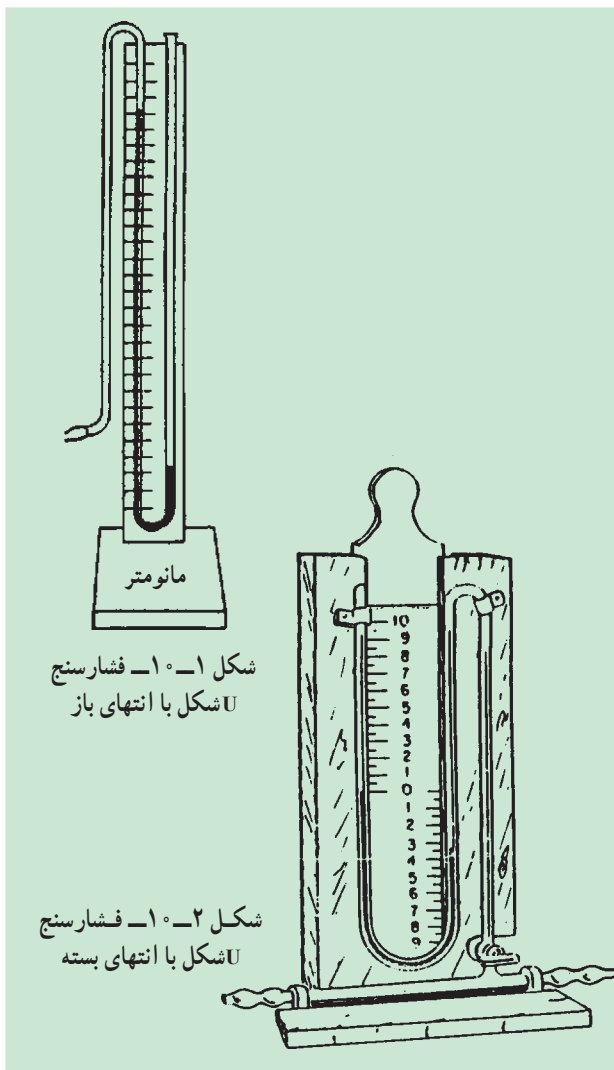
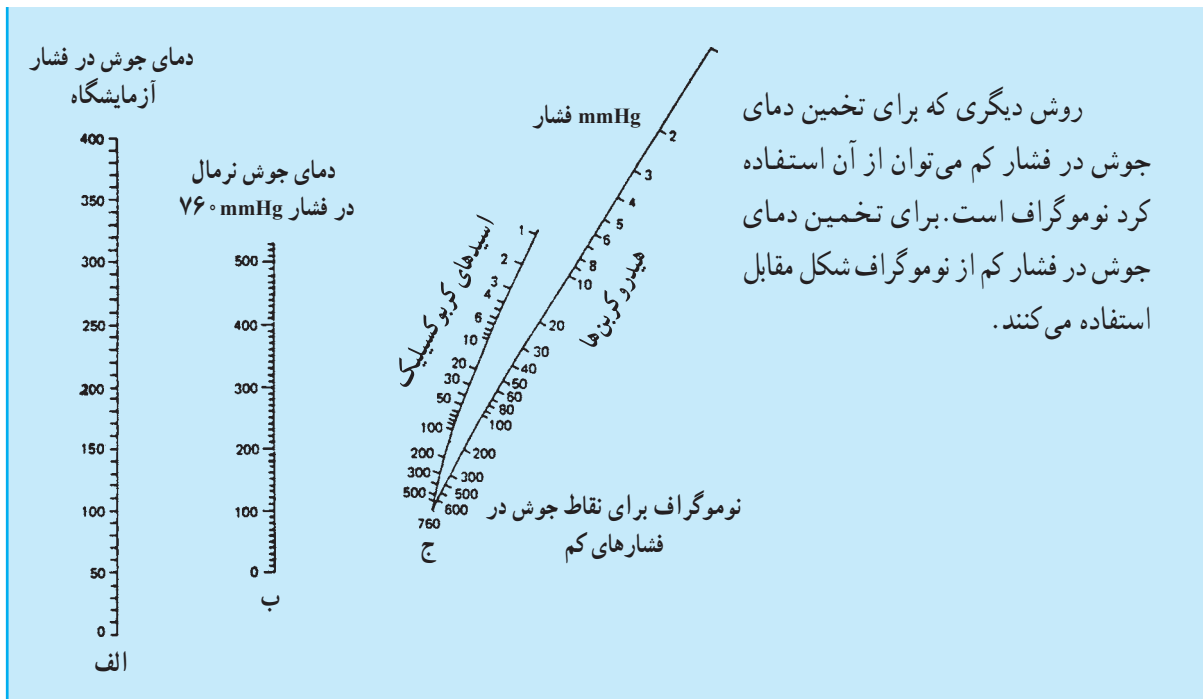
مثال: دمای جوش معمولی نیتروبنزن 211°C است. چنان‌چه بخواهیم این ماده در 100°C به جوش آید، فشار لازم بر روی این ماده باید چه مقدار باشد؟

$$T = 273 + 211 = 484\text{K} \quad \text{دمای جوش معمولی نیتروبنزن}$$

$$T = 273 + 100 = 373\text{K} \quad \text{دمای جوش مورد نظر}$$

$$\log_{10}\left(\frac{76}{P}\right) = \frac{5}{46} \left(\frac{483}{373} - 1\right) / 62$$

فشار به دست آمده از رابطه‌ی بالا 18mmHg (بیش‌بینی شده) است. در این فشار باید نیتروبنزن در 100°C بجوشد. ولی تجربه نشان می‌دهد که نیتروبنزن در فشار 18mmHg به جای 100°C در 98°C می‌جوشد.



۲-۱۰- پمپ خلأ

استفاده از پمپ خلأ بستگی به فشار خواسته شده دارد؛ مثلاً برای فشار ۲۵mmHg از پمپ روغن چرخان استفاده می‌شود که معمولاً محدوده‌ی کاهش فشار آن ۰/۰۲۵mmHg است. برای فشار زیر ۱mmHg ۰/۰۱ از پمپ دیفوزیون استفاده می‌کنند. پمپ پرده‌ی چرخان را برای فشارهای ۷۵ تا ۷۶۰mmHg به کار می‌برند که حمل‌پذیر است. در آزمایشگاه می‌توان برای ایجاد خلأ از خرطوم آبی استفاده کرد.

۳-۱۰- مانومتر (فشار سنج)

انواع مختلف مانومتر برای اندازه‌گیری فشار درون سیستم وجود دارد و متداول‌ترین آن‌ها در این مقطع مانومتر یا لوله‌ی U شکل جیوه‌ای است که یک سر آن مسدود است. در شکل ۱-۲ مانومتر جیوه‌ای را مشاهده می‌کنید. توجه: چنانچه از مانومتر یا لوله‌ی U شکل سرباز استفاده می‌کنید، ارتفاع ستون جیوه در مانومتر را از فشار اتمسفری کم کنید. نمونه‌ای از آن در شکل ۱-۱ نشان داده شده است.

روش کار

نباشد. سرعت حباب‌ها را با گیره‌ی A تنظیم کنید؛ در حالی که گیره‌ی C کاملاً بسته است.

۷- میزان فشار را بعد از چند دقیقه اندازه بگیرید. اگر لازم باشد، گیره‌ی A را دوباره تنظیم کنید. اگر به فشار مناسب دست نیافتید، تمام اتصالات را دوباره کنترل کنید و تا خلأ لازم را به دست نیاورده‌اید، آزمایش را شروع نکنید.

شروع تقطیر

۸- منبع گرمایی را روشن کنید.

۹- گرما دادن را زیاد کنید. تقطیر به تدریج شروع می‌شود. مواد تقطیر شده باید با سرعت یک قطره در ثانیه جمع‌آوری شوند. اگر سرعت تقطیر کم باشد لوله‌ی کلایزن را با پشم شیشه و یا ورقه‌ی آلومینیم بیوشانید تا هنگامی که فشار ثابت است، دمای جوش نیز باید ثابت بماند. افزایش ناگهانی فشار، به علت کاهش فشار آب در دستگاه خلأ آبی و یا تجزیه‌ی جسم مورد تقطیر، است.

۱- دستگاهی مطابق شکل ۳-۱۰ نصب کنید، حتماً عینک

به چشم داشته باشید. هریک از بالن‌های جمع‌آوری را وزن کنید. ۲- ماده‌ای را که باید تقطیر شود در ارلن مایر غلیظ کنید. برای این کار آن را زیر هود در حمام آب گرم نموده تا مایعات فرار مانند اتر تبخیر شوند. مایع تغلیظ شده را به بالن تقطیر منتقل کنید. بیش از نصف بالن را نباید پرکرد. بالن را به بقیه‌ی دستگاه متصل کنید و با گیره‌ی محکم در جای خود نگاه دارید.

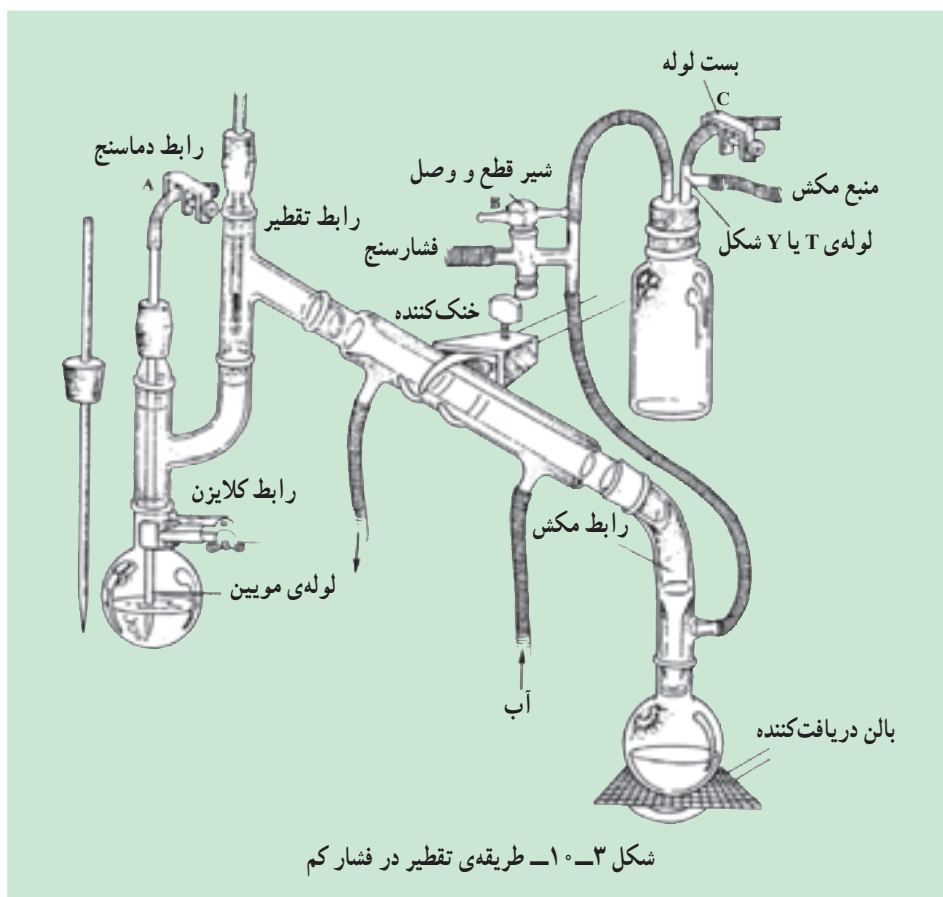
۳- شیر B را باز کنید.

۴- دستگاه خلأ آبی را تا حداکثر باز کنید.

۵- گیره‌ی A را محکم کنید تا لوله تقریباً بسته شود.

۶- به آهستگی گیره‌ی C را محکم کنید تا کاملاً بسته

شود. با توجه به حباب‌های تولید شده در مایع در نوک لوله‌ی هوا مطمئن شوید که سرعت تولید حباب خیلی زیاد یا خیلی کم



شکل ۳-۱۰- طریقه‌ی تقطیر در فشار کم

تعویض بالن جمع آوری نمونه

- ۱۰- برای تعویض ظرف جمع آوری نمونه گیره‌ی C را به آهستگی باز کنید (لوله‌ی هوا را کنترل کنید و در صورت لزوم گیره‌ی A را باز نمایید). سپس ظرف گیرنده را با ظرف دیگر تعویض کنید.
- ۱۱- گیره را دوباره ببندید و اجازه دهید دستگاه دوباره تنظیم شود.

- ۱۲- منبع گرمایی را دوباره زیر بالن تقطیر بگذارید و تقطیر را ادامه دهید. پایین آمدن درجه‌ی ترمومتر نشانه‌ی پایان تقطیر است.
- ۱۳- منبع گرمایی را دور کنید. گیره‌های A، B و C را به آرامی باز کنید. آب را قطع نموده ظرف نمونه را بردارید و قطعات دستگاه را از هم جدا و تمیز کنید.

پرسش‌ها

- ۱- موارد استفاده از روش تقطیر در خلأ، در آزمایشگاه و صنعت کدام است؟
- ۲- چرا هنگام کار با دستگاه خلأ استفاده از عینک ایمنی اجباری است؟
- ۳- به چه دلیل در تقطیر در خلأ از لوله‌ی مویین استفاده می‌شود؟
- ۴- به چه علت در تقطیر در خلأ از ظروف اطمینان استفاده می‌کنند؟
- ۵- چرا در تقطیر در خلأ ابتدا باید خلأ به وجود آورد و سپس بالن محتوی نمونه را گرم کرد؟

خالص سازی مواد به روش استخراج

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
- استخراج روغن از دانه‌های روغنی را با استفاده از حلال‌های مناسب انجام دهد.

۱۱-۱- استخراج

هرگاه بتوانیم مخلوطی از چند ماده‌ی شیمیایی را به وسیله حلال مناسبی از یک دیگر جدا کنیم، عمل استخراج را انجام داده‌ایم. روش استخراج با حلال در شیمی آلی برای جداسازی مواد از مخلوط‌هایی به کار می‌رود که در طبیعت وجود دارند؛ برای مثال، استخراج آلکالوئیدها از برگ و گل گیاهان و استخراج اسانس‌های غذایی از دانه‌ها و اسانس‌های معطر موجود در گل‌ها نمونه‌هایی از این نوع استخراج هستند. حلال‌هایی که برای این منظور به کار می‌روند، عبارت‌اند از: اتر، کلروفرم، متانول، متیلن کلرید، کربن دی‌سولفید، استون، آب و ...
شرح چند نوع استخراج در پی خواهد آمد:

استخراج از جامدات - استخراج از مایعات
آزمایش جداسازی روغن از دانه‌های روغنی
(گردو-بادام)

هدف: استخراج از جامدات به وسیله‌ی حلال مناسب

۱۱-۲- استخراج ساده

ترکیب را در یک بالن می‌ریزیم و به آن حلال اضافه می‌کنیم. پس از نصب خنک کننده بر روی آن، بالن را گرم نموده سپس محلول را در گرما صاف می‌کنیم و یا پس از ته‌نشستن رسوب، حلال را مستقیماً در ظرف دیگری می‌ریزیم (تیلور).

۱۱-۳- استخراج ساده و پی‌درپی

برای این که کاملاً ترکیب را استخراج کنیم باید طریقه‌ای که گفته شد (استخراج ساده) را به دفعات انجام دهیم. برای این کار از دستگاه‌های ویژه استفاده می‌شود. این دستگاه‌ها از یک بالن و مخزن استخراج و یک سرد کننده تشکیل می‌شوند. بدین ترتیب: در بالن حلال می‌ریزند و در مخزن استخراج صافی استوانه‌ای شکلی قرار می‌دهند که در آن ترکیب نمونه قرار داده می‌شود و بر روی مخزن استخراج سرد کننده قرار می‌گیرد. حال، اگر بالن را گرم کنیم، مقداری از مایع بخار می‌شود و در سرد کننده، دوباره به صورت مایع درمی‌آید و قطره‌قطره روی ترکیب می‌ریزد. پس از این که مخزن استخراج تا حد معین پر شد، از زیر آن تمام حلال از طریق سیفون خارج و وارد بالن می‌شود. بدین ترتیب، هر بار مقداری از ترکیب مورد نظر در حلال حل شده وارد بالن می‌شود. به این دستگاه «سوکسله» می‌گویند (شکل ۱۱-۱).

روش کار

مقدار ۱۰ گرم از یک ماده روغن دار (گردو - بادام) را که به قطعات بسیار ریز یا گرد نرم درآمده در لیوان کاغذی^۱ یا کاغذ صافی پر منفذ قرار دهید. مقداری پشم شیشه در بالای لیوان کاغذی بگذارید تا حلال به طور یک‌نواخت بر روی آن بچکد. مقدار ۱۲۵mL دی‌اتیل اتر را در بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید و دستگاه را مطابق شکل ۱۱-۱ نصب کنید.

می‌شود؛ به‌گونه‌ای که اگر CA غلظت ماده در لایه‌ی A و CB غلظت ماده در لایه‌ی B باشد، ضریب پخش، در حالت تعادل در یک دمای ثابت از رابطه‌ی زیر به‌دست می‌آید:

$$K = \frac{CA}{CB}$$

به‌عبارت دیگر، ضریب پخش یعنی: نسبت غلظت ماده‌ی حل شده در حلال اول، به غلظت همان ماده در حلال دوم که معمولاً حلال اول حلال آلی و حلال دوم آب است. حلالی که برای استخراج انتخاب می‌شود باید دارای این مشخصات باشد:

- ۱- با حلالی که دارای ماده‌ی مورد نظر است مخلوط نشود، بلکه سیستم دوفازی تشکیل دهد.

- ۲- ماده مورد نظر باید دارای ضریب پخش بزرگی برای حلال انتخاب شده باشد.

- ۳- حلال انتخاب شده نباید با ماده یا مواد مورد نظر ترکیب شود.

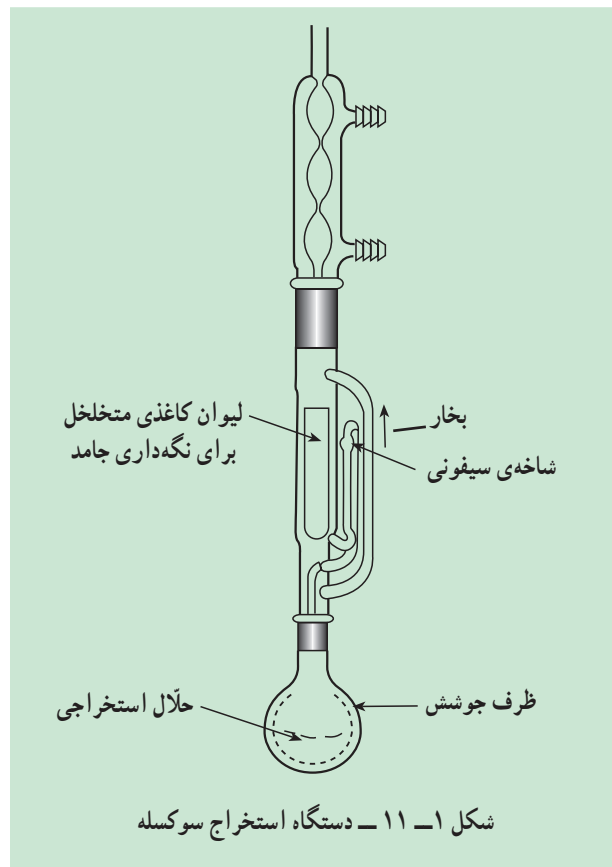
- ۴- پس از پایان عمل استخراج، حلال انتخابی باید به‌آسانی بخار شود.

- ۵- حلال نباید هیچ‌یک از ناخالصی‌ها را استخراج کند. هرچه قیف جداکننده درازتر باشد، زمان لازم برای جداسدن دو فاز مایع بیش‌تر می‌شود. هنگامی که دو مایع دارای چگالی‌های مشابهی باشند، بهتر است که قیف جداکننده پهن‌تر (کروی‌تر) باشد. در غیر این صورت، وقت بیهوده‌ای صرف جدا شدن فازها از هم می‌شود. در انتهای قیف جداکننده، شیری وجود دارد که می‌توان از آن محتویات قیف را خارج کرد (شکل ۲-۱۱).



شکل ۲-۱۱- قیف‌های جداکننده

گرم کن را روشن کنید و عمل ریفلاکس را برای مدت ۵ ساعت ادامه دهید؛ آن‌گاه حلال را به‌طور کامل به‌وسیله‌ی دستگاه تقطیر تبخیر کنید و ماده‌ی روغنی باقی‌مانده را تا دمای آزمایشگاه سرد کنید و وزن دقیق روغن را حساب و درصد روغن را تعیین کنید.



۴-۱۱- هدف: جداسازی جامدات آلی از محلول آن‌ها

آزمایش ۱- استخراج ادی‌بیک اسید از محلول آلی به‌وسیله‌ی اتر

آزمایش ۲- استخراج بنزوئیک اسید و استانیلید محلول در فاز آلی به‌وسیله‌ی حلال انحلال‌ناپذیر در آب
جداکردن مواد آلی حل شده در حلال، غالباً به‌وسیله‌ی استخراج با حلال انحلال‌ناپذیر انجام می‌شود. اساس این روش بر پایه‌ی قانون توزیع (پخش) استوار است. طبق قانون پخش، اگر به سیستمی که از دو فاز مایع انحلال‌ناپذیر تشکیل شده است، مقداری از یک ماده اضافه کنیم، این ماده بین دو فاز پخش

شدت تکان داده شود یک یا دو دقیقه کافی است) برای آخرین بار گاز قیف را خارج می‌کنند و آن را در روی حلقه‌ای قرار می‌دهند و می‌گذارند تا لایه‌ها از هم جدا شوند (شکل ۴-۱۱).



برای عمل استخراج، محلول را در قیف جداکننده می‌ریزند (در حالی که شیر بسته باشد). و مقداری از حلال استخراجی را به آن می‌افزایند. قیف نباید زیاد پر باشد (حداکثر $\frac{3}{4}$ ارتفاع قیف مناسب است). دهانه‌ی قیف جداکننده را با در لاستیکی یا با در سمباده‌ای می‌بندند که اکثر قیف‌های جداکننده دارند. قیف و محتویات آن را ابتدا به آرامی تکان می‌دهند تا دو مایع غیر قابل اختلاط ناپذیر تا حدی که ممکن است باهم تماس پیدا کنند (شکل ۳-۱۱). منظور از این تکان آن است که سطح تماس دو حلال، بیش‌تر افزایش یابد و جسم در زمان نسبتاً کوتاهی در بین دو فاز پخش شود و به حالت تعادل برسد. باید هر چند ثانیه یک بار قیف را برگرداند (شیر به طرف بالا) و شیر آن را با احتیاط باز کرد تا گاز قیف خارج شود و فشاری که در آن ایجاد شده از بین برود. این عمل هنگامی اهمیت دارد که حلال با دمای جوش کم به کار می‌رود یا یک محلول اسیدی با محلولی از سدیم بی‌کربنات استخراج می‌شود (در این حالت CO_2 آزاد می‌شود). اگر این کار انجام نشود، ممکن است قیف به شدت به بیرون پرتاب شود و محتویات آن از بین برود. چنان‌چه قیف به همان طریقی که بیان شد، نگهداری شود، با چرخش انگستانی که به دور شیر حلقه شده‌اند، می‌توان شیر را باز کرد و احتیاجی نیست که طرز گرفتن قیف دوباره تنظیم شود. پس از تکان دادن قیف (معمولاً اگر به



شکل ۴-۱۱

تذکر: بهتر است همیشه در ابتدای هر استخراج، عمل تکان دادن اولیه کوتاه و خروج گاز احتمالی سریع انجام گیرد. چون فعل و انفعال‌های اولیه معمولاً شدید هستند. چرا؟ پس از آن لایه‌ای تحتانی را به دقت از راه شیر به داخل ظرفی خالی و دولایه مایع را ازشم جدا می‌کنند. قاعدتاً لایه‌ها طوری جدا می‌شوند که حلال سنگین تر در قسمت پایین قرار می‌گیرد. بنابراین آگاهی از چگالی حلال‌های مصرفی برای تشخیص لایه‌ها مفید است. با این وجود این تشخیص بدون خطا نیست زیرا ممکن است ماهیت و غلظت جسم حل شده طوری باشد که چگالی نسبی دو حلال را معکوس کند. اشتباهی که معمولاً هنرجویان می‌کنند آن است که هویت دو لایه‌ی موجود در قیف را عوضی می‌گیرند. گاهی لایه‌ای را به دور می‌ریزند و پس از مدتی متوجه می‌شوند که یک لایه‌ی عوضی را نگه داشته‌اند. پیشنهاد می‌شود که از نظر احتیاط همیشه هر دو لایه را تا زمانی که دیگر تردیدی در هویت آن‌ها نباشد نگهداری کنید. گاهی دو مایع غیر قابل اختلاط، پس از تکان دادن کامل به دو لایه تفکیک نمی‌شوند بلکه به شکل امولسیون درمی‌آیند. در بعضی موارد، اگر یکی از لایه‌ها آب باشد می‌توان کمی اسید، باز یا محلول آلی و اشباع سدیم کلرید به مخلوط اضافه کرد و آن را مجدداً به آرامی تکان داد و امولسیون را از بین برد. این عمل کشتش سطحی آب را کم می‌کند و باعث می‌شود که قطره‌های ریز به لایه‌های جداگانه‌ای تفکیک شوند. برای اطمینان از این که فاز پایینی در قیف جداکننده فاز آبی است یا آلی، این آزمایش را انجام دهید:

در یک لوله‌ی آزمایش ۵mL آب بریزید. سپس با باز کردن شیر قیف جداکننده ۳mL از فاز پایینی را به محلول لوله اضافه کنید. اگر دو محلول در یک دیگر حل شوند فاز پایینی آبی و در غیر این صورت فاز پایینی آلی است.

وسایل لازم

قیف جداکننده ۱۵۰mL، بشر ۲۵۰mL، ارلن ۲۵۰mL، پیپت حباب‌دار ۲۵mL، استوانه‌ی مدرج ۵۰mL، بورت ۲۵mL، قیف کوچک.

مواد لازم

ادیپیک اسید ۱٪ (در آب)؛ سدیم هیدروکسید ۲۵mL/۰؛ محلول فنول فتالین؛ دی اتیل اتر؛ متیلن کلرید؛ بنزویک اسید؛

استانیلید.

روش کار

۱- جدا کردن ادیپیک اسید از محلول آبی با اتر به وسیله پیپت حباب‌دار ۲۵mL - محلول ادیپیک اسید ۱٪ در آب را در یک ارلن تمیز بریزید و یک قطره فنول فتالین به آن اضافه کنید. حال این محلول را با محلول ۲۵mL / سدیم هیدروکسید سنجش کنید. نتیجه را یادداشت کنید. وزن اسید در محلول را محاسبه کنید. سپس ۲۵mL از همان اسید را به وسیله پیپت حباب‌دار بردارید و در یک قیف جداکننده بریزید و ۳۰mL اتر به وسیله‌ی استوانه به قیف جداکننده اضافه و استخراج کنید (قبلاً شرح استخراج آمده است). بعد از جدا کردن، فاز آلی را با همان محلول سدیم هیدروکسید سنجش کنید. وزن اسید باقی مانده در محلول آبی را محاسبه کنید. مجدداً ۲۵mL از همان اسید را انتخاب کنید و دوبار و هر بار با ۱۵mL اتر استخراج کنید. سپس فاز آبی را با همان محلول سدیم هیدروکسید سنجش کنید. اولاً: ضریب توزیع ادیپیک اسید در دو فاز آب و اتر را حساب کنید.

ثانیاً: استخراج یک مرحله‌ای را با استخراج چند مرحله‌ای مقایسه کنید و اختلاف را شرح دهید.

۲- جداسازی با حلالهای فعال شیمیایی (جداسازی بنزویک اسید و استانیلید در محلول) پس از دو خطا برای وسایل و مواد.

از کارشناس آزمایشگاه ۶۰mL از محلولی که حاوی ۵g بنزویک اسید باشد و ۵g استانیلید حل شده در متیلن کلرید را دریافت کنید. مقدار حجم محلول آبی سدیم هیدروکسید ۲N را که برای واکنش دادن کامل با بنزویک اسید لازم است محاسبه کنید. (حدود ۴۰mL) و سپس به وسیله‌ی یک قیف جداکننده ۲۵۰mL استخراج محلول متیلن کلرید را دوباره و هر بار با حجم سدیم هیدروکسید محاسبه شده (هر مرحله با ۴۰mL محلول سدیم هیدروکسید ۲N) انجام دهید. عمل استخراج را با شستن محلول کلرید متیلن به وسیله‌ی ۵۰mL آب کامل کنید. محلول‌های آبی را درون بشر ۲۵۰mL به صورت ادغام شده نگهداری کنید. محلول متیلن کلرید را به یک ارلن مایر ۲۵۰mL منتقل کنید و به آن حدوداً ۱g منیزیم سولفات خشک بیفزایید. بالن محتوی محلول

اندازه بگیرید و در دفتر آزمایشگاه ثبت کنید. دستگاه تقطیر ساده‌ای را (شکل ۱-۸) با استفاده از یک بالن ته‌گرد ۲۵۰mL به عنوان بالن تقطیر سوار کنید و محلول متیلن کلرید را ضمن صاف کردن بر روی کاغذ صافی چین‌دار، به درون بالن تقطیر بریزید و تقطیر را انجام دهید. همین که حجم داخل بالن تقطیر به حدود ۱۰mL رسید، تقطیر را متوقف و محلول داخل بالن را به درون یک بشر کوچک که قبلاً توزین کرده‌اید، منتقل و بالن تقطیر را با ۵ تا ۱۰ میلی‌لیتر از حلال بازیابی شده بشوید و به داخل بشر اضافه کنید. به منظور کسب مهارت بیش‌تر آزمایش‌های فوق را برای موادی مانند چای، قهوه و اسفناج تکرار کنید.

را در گوشه‌ای به حال خود بگذارید تا آب باقی مانده در محلول متیلن کلرید جذب شود. مجموعه‌ی استخراج‌های آبی را درون حمام یخ سرد کنید و ضمن به هم زدن مقدار کافی هیدروکلریک اسید غلیظ (۱۲N) به منظور خنثی کردن باز موجود در آن بیفزایید. قدرت اسیدی محلول را با کاغذ pH آزمایش کنید و اگر حالت اسیدی برای کاغذ بیش‌نیامد مقدار بیش‌تری از اسید را به صورت قطره‌قطره اضافه کنید تا به حالت اسیدی درآید. رسوب اسید بنزویک را به وسیله‌ی قیف بوختر جمع‌آوری کنید و آن را برای جلسه‌ی بعد خشک کنید. نمونه‌ی خشک شده را درون شیشه‌ای که از قبل توزین شده است، منتقل کنید و وزن بنزویک اسید بازیابی شده را به دست آورید. دمای ذوب نمونه را

پرسش‌ها

- ۱- وزن اسید در لایه‌ی اتری و آبی چه قدر است؟
- ۲- درصد اسید در لایه‌ی اتری و آبی چه قدر است؟
- ۳- بازده استخراج چه قدر است؟
- ۴- حجم کل اسید داده شده در مجهول اولیه چه قدر بوده است؟
- ۵- آیا می‌توانید K را محاسبه کنید؟ چگونه؟

کروماتوگرافی

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
 - روش جداسازی را به کمک کروماتوگرافی بیاموزد.

شکل تراشه مداد ببرید ؛ سپس با قطره‌چکان لکه‌ای به قطر ۱ تا ۲ میلی‌متر از دو محلول جوهر آبی و سیاه به‌طور جداگانه قرار دهید (هر لکه از کناره‌ی کاغذ حدود ۵ میلی‌متر فاصله داشته باشد) نوار کاغذی را از شکاف یک تکه کاغذ ضخیم عبور دهید و نوار را در داخل یک شیشه‌ی دهان‌گشاد یا استوانه‌ی مدرج ۲۵۰ میلی‌لیتری (که محتوی یک لایه‌ی یک سانتی‌متری آب یا حلال دیگر باشد) به حالت عمود آویزان نمایید. این تکه کاغذ مقوایی باید دهانه‌ی ظرف را بپوشاند و تا حد امکان آن را از نفوذ هوا محفوظ نگه‌دارد.

نوار کاغذی نباید به جدار داخلی ظرف تماس پیدا کند، بلکه انتهای نوار آن‌جایی که لکه جوهر دارد، باید با حلال تماس داشته باشد ؛ هم‌چنین لکه‌ها در بالای سطح آب قرار گیرد و با آن برخورد نکنند. سپس اندکی صبر کرده تا حلال به حدود یک‌سانتی‌متری از انتهای کاغذ برسد. پس از آن نوار را خارج کنید و بر روی آن خط پیشرفت حلال را با مداد مشخص کنید. بگذارید تا کاغذ خشک شود. حاصل کار باید چندین لکه‌ی رنگین باشد. هر یک از این لکه‌ها به رنگ آبی است و به یکی از اجزای دو جوهر مربوط می‌شود.

کروماتوگرافی روشی است که از طریق آن می‌توان ترکیبات را به اجزای سازنده‌ی آن جدا نمود. این عمل به‌وسیله‌ی یک فاز متحرک مایع یا گاز و یک فاز ثابت مایع یا جامد صورت می‌گیرد. در این روش جریان فاز از کنار یا داخل فاز ساکن عبور می‌کند. سرعت عبور هر جزء در ترکیب با جزء دیگر تفاوت دارد ؛ در نتیجه، هر جزء در قسمت‌های مختلف فاز ساکن منتقل می‌شود و عمل جداسازی صورت می‌گیرد. و کروماتوگرافی انواع مختلفی دارد. امروزه پیشرفته‌ترین دستگاه‌های کروماتوگرافی ساخته شده و در اختیار آزمایشگاه‌های تحقیقاتی قرار گرفته است. در این آزمایش فقط با یک روش کروماتوگرافی به نام «کروماتوگرافی لایه‌ی نازک» (TLC) آشنا می‌شوید.

وسایل لازم

کاغذ صافی واتمن نمره‌ی یک ؛ قطره‌چکان خیلی باریک یا لوله‌ی موئین ؛ کاغذ مقوایی.

مواد لازم

جوهر آبی و سیاه یا مخلوط آبی متیلن و فلورسئین ؛ حلال ؛ آب مقطر و اتانول به نسبت یک به یک.

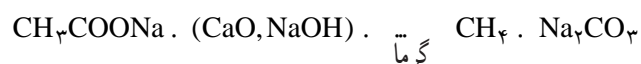
روش کار

یک نوار ۱۳×۵/۳ سانتی‌متری از کاغذ صافی واتمن به

تهیه متان

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
 - در آزمایشگاه متان را تهیه کند.

خروجی گاز داخل تشتک پر آب قرار دهید و مطابق شکل ۱-۱۳ بالن را گرما دهید. متان از تجزیه سدیم استات با سدیم هیدروکسید تولید می‌شود و در زیر لوله‌ی آزمایش جمع می‌گردد.



بدین ترتیب دو تا سه لوله را از گاز متان پر کنید و هر یک را با قرار دادن انگشت شست در دهانه‌ی لوله از آب خارج کنید و فوراً دهانه‌ی آن را ببندید و در جای لوله‌ی آزمایش قرار دهید. لوله‌ی اول مقداری هوا دارد؛ بنابراین لوله‌ی دوم را در پارچه‌ای مرطوب پیچید و به زیر هواکش ببرید. در هنگام باز کردن دهانه‌ی آن سریعاً یک کبریت روشن را به آن نزدیک کنید که در نتیجه، گاز منفجر می‌شود و کربن دی‌اکسید و بخار آب تولید می‌کند.



متان ساده‌ترین هیدروکربن با فرمول CH_4 و یکی از ترکیبات آلی است که در صنعت کاربرد بسیاری دارد. در این آزمایش می‌توان به راحتی متان را تهیه نمود.

وسایل لازم

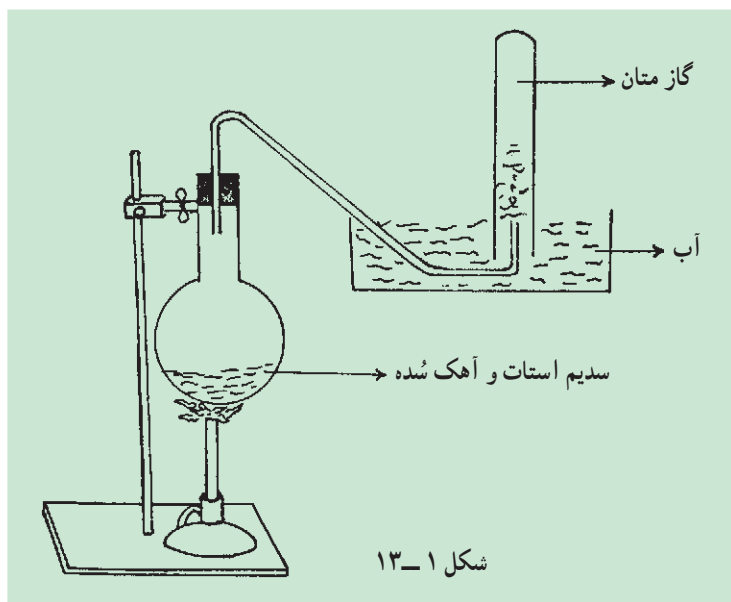
بالن؛ پایه و گیره؛ ارلن؛ لوله‌ی شیشه‌ای؛ لوله‌ی آزمایش؛ سه پایه؛ توری نسوز؛ کپسول چینی؛ تشتک؛ هاون چینی.

مواد لازم

سدیم استات؛ سدیم هیدروکسید؛ کلسیم اکسید.

روش کار

ابتدا سدیم استات را در کپسول چینی گرم کنید تا آب تبلور خود را از دست دهد. ۱۰ گرم از آن را نرم کنید، همراه ۳۰ گرم آهک سده در بالن بریزید و لوله‌ی آزمایشی را معکوس روی انتهای



تهیه‌ی اتیلن

هدف‌های رفتاری : پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :

- ۱- آزمایش تهیه‌ی اتیلن را از اتانول انجام دهد.
- ۲- آزمایش اثر برم بر اتیلن را انجام دهد.
- ۳- آزمایش اثر پتاسیم پرمنگنات بر اتیلن را انجام دهد.

پیرکس به طول ۳cm^{۳۰} ؛ پنبه ؛ چراغ بونزن ؛ درپوش لاستیکی ؛ لوله‌ی شیشه‌ای رابط ؛ دو لوله‌ی آزمایش معمولی .

مواد لازم

الکل ؛ گرد Al_2O_3 ؛ برم مایع و آب برم ؛ پتاسیم پرمنگنات ۳/۰٪ .

روش کار

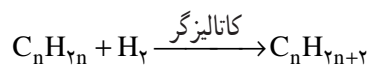
یکی از روش‌های تهیه‌ی اتیلن، آب‌گیری از اتیل الکل است. برای این کار می‌توان از Al_2O_3 یا سولفوریک اسید غلیظ استفاده کرد. دستگاهی مطابق شکل ۱-۱۴ سوار کنید. این دستگاه شامل یک لوله‌ی شیشه‌ای از جنس پیرکس است که ابتدا و انتهای آن باز است. لوله‌ی شیشه‌ای به‌طور افقی به دو‌گیره متصل است. در قسمت میانی لوله گرد شیشه یا گرد آلومینیم اکسید قرار دهید. پنبه‌ای را به الکل آغشته کرده وارد دهانه‌ی لوله کنید ؛ سپس دهانه را با درپوش لاستیکی مسدود کنید. با احتیاط قسمت میانی لوله را گرما دهید تا Al_2O_3 کاملاً گرم شود. گاهی نیز شعله را به‌طرف پنبه ببرید و مواظب باشید که آتش نگیرد و فقط گرم شود تا بخار الکل متصاعد شود و به قسمت میانی لوله برسد. اگر لوله‌ی خروجی را در لوله‌ی آزمایش معمولی محتوی آب وارد کنید، کم‌کم خروج محصول را به‌صورت حباب مشاهده می‌کنید. برای شناسایی گاز اتیلن می‌توانید درون لوله‌ی آزمایش ۲mL محلول آب برم رقیق (زردرنگ) بریزید و گاز اتیلن را به‌درون

۱-۱۴-۱ آزمایش: تهیه‌ی اتیلن و بررسی خواص آن

هدف: تهیه‌ی اتیلن و بررسی برخی واکنش‌های آن

آلکن‌ها، هیدروکربن‌های اشباع‌نشده‌ای هستند که فرمول کلی آن‌ها C_nH_{2n} است. سرگروه این ترکیب‌ها $(n=2)$ ، اتیلن با فرمول $CH_2=CH_2$ است. اتیلن گازی بی‌رنگ، با طعم و بوی شیرین، دمای جوش $C \ 3/9-103$ ، چگالی $0/61$ در حالت مایع در $C \ 0$ است. در الکل و دی‌اتیل اتر حل می‌شود. در آب نیز اندکی حل می‌شود، بسیار آتش‌گیر و انفجارپذیر است.

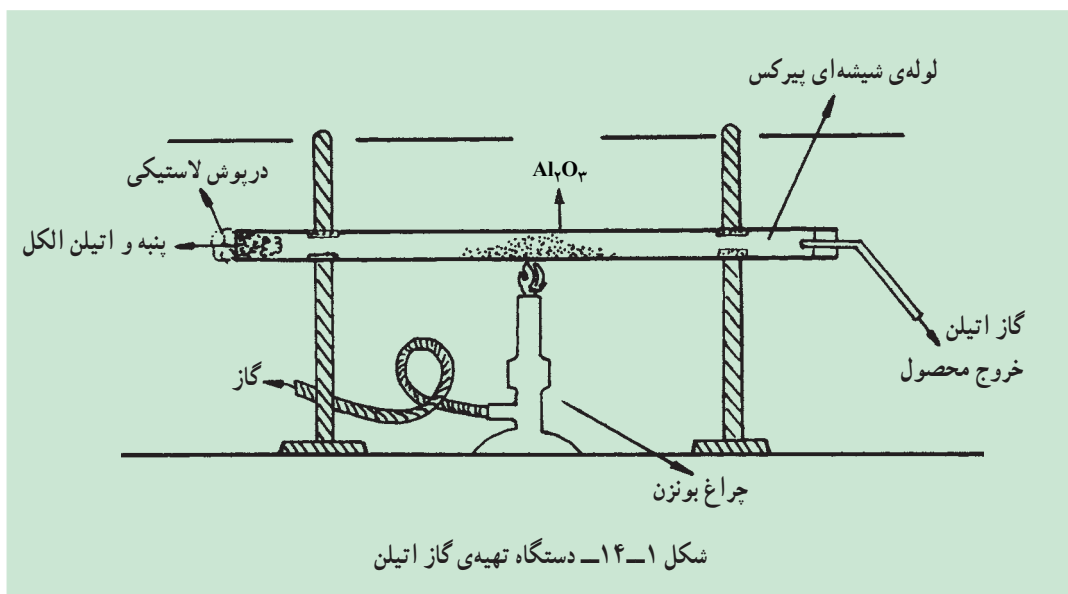
آلکن‌ها نسبت به آلکان‌ها به‌ازای هر اتم کربن، دو اتم هیدروژن کم‌تر دارند و می‌توان با افزایش هیدروژن، آن‌ها را به آلکان‌ها تبدیل کرد :



آلکن‌های با کم‌تر از پنج اتم کربن گازهایی بی‌رنگ، و بقیه مایع هستند. برخی از آلکن‌ها که تعداد کربن آن‌ها خیلی زیاد است، ممکن است جامد باشند. به‌طورکلی هیدروکربنهای اشباع نشده (آلکن‌ها و آلکین‌ها) غیرحلقوی هستند و بوی تیز و تا حدودی ناخوشایند دارند. این ترکیب‌ها و محصول ناشی از واکنش آنها، از طریق گاز آگروز ماشین‌ها خارج و موجب آلودگی هوا می‌شوند.

وسایل لازم

دو عدد پایه ؛ دو عدد شاخک گیره ؛ دو عدد گیره ؛ لوله‌ی

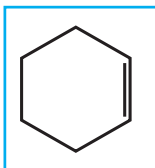


اسید رقیق بریزید و گاز اتیلن را به درون آن هدایت کنید. چه تغییری در این محلول روی می‌دهد؟ در انتها می‌توانید با احتیاط گاز خروجی را آتش بزنید. آیا گاز شعله‌ور می‌شود؟

آن هدایت کنید. بی‌رنگ شدن آب برم از مشخصات ترکیب‌های سیر نشده است. در لوله‌ی آزمایش دیگری ۲mL محلول پتاسیم پرمنگنات رقیق ۰/۳٪ (صورتی رنگ) و دو قطره سولفوریک

پرسش‌ها

- ۱- معادله‌ی واکنش‌های آب برم و پتاسیم پرمنگنات را با اتیلن در مجاورت سولفوریک اسید بنویسید.
- ۲- آیا وجود Al_2O_3 در این آزمایش ضروری است؟ چرا؟
- ۳- به جای Al_2O_3 می‌توان از گرد شیشه استفاده کرد؛ چرا؟
- ۴- معادله‌ی واکنش آب‌گیری از اتیل الکل را بنویسید.
- ۵- واکنش سوختن اتیلن را بنویسید.
- ۶- موارد استفاده‌ی اتیلن در صنعت را بیان کنید.



تهیه سیكلوهگزن

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:

– سیكلوهگزن را از سیكلوهگزانول تهیه کند و خواص سیكلوهگزان و سیكلوهگزن را مقایسه کند.

۱-۱۵- آزمایش تهیه سیكلوهگزن

هدف: تهیه سیكلوهگزن از سیكلوهگزانول (واکنش

حذفی)

یکی از روش‌های تهیه آلکن‌ها، آب‌گیری از الکل‌ها است. کاتالیزگر واکنش آب‌گیری از الکل‌ها معمولاً یک اسید معدنی است. نقش اسید، پروتون‌دار کردن گروه هیدروکسیل (OH) است، زیرا گروه هیدروکسیل گروه ترک‌کننده‌ی مناسبی نیست؛ اما هرگاه پروتون‌دار شود، به یون اکسونیوم تبدیل می‌شود. آب‌گیری از الکل‌های نوع اول به سختی انجام پذیر است حال آن‌که با الکل‌های نوع دوم و سوم این فرآیند سریع انجام می‌پذیرد.

وسایل لازم

بالن ته‌گرد ۱۰۰mL سمباده‌ای؛ تبدیل‌سره‌راه؛ خنک‌کننده (مبرد)؛ بالن جمع‌آوری‌کننده ۱۰۰mL؛ تشتک پلاستیکی؛ پایه؛ شاخک‌گیره؛ بالن؛ گیره‌ی خنک‌کننده؛ سنگ جوش؛ چراغ‌گاز؛ توری نسوز؛ قیف جداکننده؛ استوانه‌ی مدرج ۵۰mL؛ ارلن ۵۰mL؛ بالن تقطیر ۵۰mL؛ دو عدد لوله آزمایش متوسط.

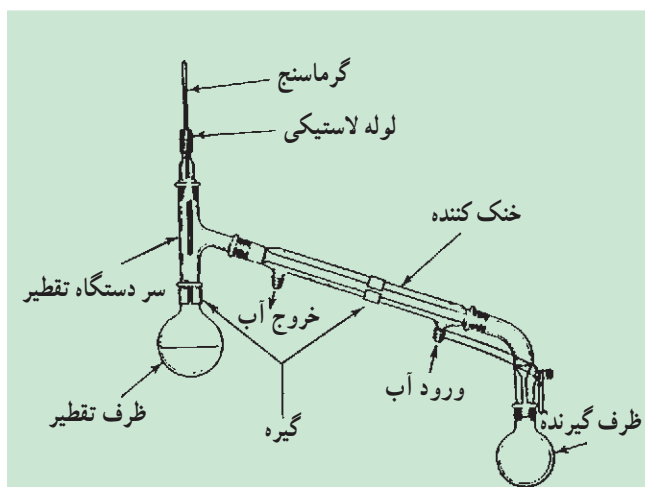
مواد لازم

سیكلوهگزانول؛ سولفوریک اسید؛ یخ؛ سیكلوهگزان.

روش کار

دستگاهی مطابق شکل ۱-۱۵ نصب کنید. در یک بالن

ته‌گرد ۱۰۰mL، ۰/۲ مول (۲۱/۲ میلی‌لیتر یا ۲۰ گرم) سیكلوهگزانول به‌وسیله‌ی یک استوانه مدرج بریزید. به‌وسیله‌ی استوانه مدرج تمیز ۵mL سولفوریک اسید غلیظ به‌آرامی به بالن اضافه کنید و بالن را تکان دهید تا اسید و الکل کاملاً مخلوط شوند. چند سنگ جوش (چینی یا سفال شکسته) را به مخلوط داخل بالن اضافه و دستگاه تقطیر را مطابق شکل ۱-۱۵ نصب کنید (بالن دریافت‌کننده در تشتک یخ قرار گیرد) و با گرمای ملایم، بالن تقطیر به‌وسیله‌ی گرم‌کن برقی یا شعله‌ی چراغ بونزن – به‌طوری‌که بالن روی توری نسوز باشد – عمل تقطیر آهسته را، در حدود دو قطره در



شکل ۱-۱۵- دستگاه معمولی تقطیر ساده در فشار اتمسفری یا خلأ

در این دامنه‌ی دمایی را جمع‌آوری و توزین کنید؛ سپس آزمایش زیر را برای صحت وجود بند دوگانه در محصول به‌دست آمده، به‌وسیله آب برم انجام دهید.

۲-۱۵- آزمایش شناسایی سیکلوهگزن

هدف: شناسایی بند دوگانه

روش کار

۱- در یک لوله‌ی آزمایش ۲ میلی‌لیتر از محلول ۲٪ برم در کربن تتراکلرید بریزید و به وسیله‌ی قطره‌چکان ۵ قطره سیکلوهگزن تقطیرشده از آزمایش قبل اضافه کنید. ناپدید شدن سریع رنگ برم به دلیل انجام واکنش بین پیوند دوگانه و آب برم است. فرمول معادله‌ی واکنش را بنویسید.

۲- در یک لوله‌ی آزمایش تمیز دیگر دو میلی‌لیتر از محلول ۲٪ برم در کربن تتراکلرید بریزید و در تاریکی به آن ۵ قطره سیکلوهگزانول اضافه کنید. نتیجه‌ی مشاهدات خود را بنویسید.

ثانیه، انجام دهید. همین‌که حجم مایع درون بالن تقطیر به حدود ۵mL رسید با خاموش کردن چراغ گاز یا گرم‌کن برقی عمل تقطیر را متوقف کنید و مایع تقطیرشده در بالن جمع‌آوری‌کننده را در یک قیف جداکننده (گلابی شکل) بریزید و به آن ۱۰mL محلول سدیم هیدروکسید ۱۰٪ اضافه کنید؛ سپس چند دقیقه تکان دهید. قیف را در حلقه‌ی آهنی مناسب، مدتی به حالت خود بگذارید تا لایه‌ی آلی و لایه‌ی آبی از یک‌دیگر جدا شوند (چگونه به کمک یک آزمایش ساده به وجود لایه‌ی آبی یا آلی پی می‌برید؟)

لایه‌ی (فاز) آلی را جدا و به داخل یک ارلن ۵۰mL خشک و تمیز بریزید. به آن ۱ تا ۲ گرم سدیم سولفات خشک (بدون آب) اضافه کنید. چند دقیقه آرام ارلن را تکان دهید. مایع ارلن را پس از عبوردادن از کاغذ صافی که در یک قیف کوچک تعبیه شده، به داخل بالن تقطیر ۵۰mL خشک انتقال دهید و عمل تقطیر را در دمای ۸۰ تا ۸۵ C انجام دهید و مایع تقطیرشده

پرسش‌ها

- ۱- معادله‌ی واکنش را بنویسید.
- ۲- مقدار محصول تئوری واکنش را محاسبه کنید.
- ۳- بازده‌ی تجربی واکنش را محاسبه کنید.

تهیه‌ی استیلن

هدف‌های رفتاری : پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :

- ۱- استیلن را از واکنش آب بر کلسیم کربید تهیه کند.
- ۲- آزمایش اثر پتاسیم پرمنگنات بر استیلن را انجام دهد.
- ۳- به وسیله‌ی واکنش نقره نیترات آمونیاکی و مس (I) کلرید آمونیاکی بر استیلن، آلکین‌ها را از آلکن‌ها شناسایی کند.

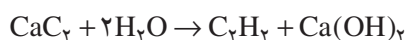
۱۶-۱- آزمایش تهیه‌ی استیلن و بررسی خواص آن

هدف: تهیه‌ی استیلن و بررسی برخی واکنش‌های آن در دسته‌ی هیدروکربن‌های اشباع نشده آلیفاتیک غیر از آلکن‌ها، آلکین‌ها نیز قرار می‌گیرند. اولین عضو این خانواده استیلن به فرمول C_2H_2 است که نسبت به آلکن هم کربن خود اتیلن ۲ اتم هیدروژن کم‌تر دارد.

این گاز در طبیعت موجود نیست، اما از سوختن ناقص مواد آلی نظیر نفت به دست می‌آید، گازی بی‌رنگ و از هوا سبک‌تر است. اگر خالص باشد، بی‌بو است. استیلن ناخالص، به علت وجود PH_3 و H_2S بوی سیر می‌دهد و به مقدار کم در آب حل می‌شود. در استون به خوبی انحلال‌پذیر است؛ به طوری که در تجارت برای حمل و نقل آن از محلول استیلن در استون استفاده می‌شود که تحت فشار 10 kg/cm^2 در ظرف‌های فولادی پر شده است. استیلن را به سهولت می‌توان مایع کرد، اما مایع آن با کم‌ترین ضربه منفجر می‌شود و بدین سبب نباید آن را مایع کرد.

از گرمای سوختن گاز استیلن در اکسیژن که حدود 3000 C است، برای ذوب کردن، بریدن و جوش دادن فولاد در صنعت استفاده می‌شود. از آن در تهیه‌ی کائوچوی مصنوعی و هم‌چنین ماده‌ی اولیه‌ی سنتز تعداد زیادی از مواد مهم آلی از جمله استیک اسید استفاده می‌شود. در آزمایشگاه آن را از اثر

آب بر کلسیم کربید که بهتر است «کلسیم استیلید» نامیده شود، به دست می‌آورند.



برای از بین بردن گازهای بدبو مانند PH_3 و H_2S که از تجزیه‌ی فسفیدها و سولفیدهای موجود در کلسیم کربید ناخالص به دست می‌آید، باید گازها را از ظرف محلول مس سولفات عبور داد.

وسایل لازم

شاخک گیره‌ی بالن؛ پایه؛ بالن ته گرد 250° میلی‌لیتری؛ قیف شیردار؛ لوله‌ی شیشه‌ای باریک؛ تشتک؛ ۶ عدد لوله‌ی آزمایش متوسط؛ شیشه‌ی دودخانه؛ در پلاستیکی دوسوراخه؛ دو عدد در لاستیکی یک‌سوراخه.

مواد لازم

کلسیم کربید؛ نقره نیترات ۱/۰ مولار؛ محلول آمونیاکی مس (I) کلرید؛ محلول مس سولفات یک مولار؛ محلول پتاسیم پرمنگنات ۰/۰۱ مولار اسیدی؛ سولفوریک اسید رقیق.

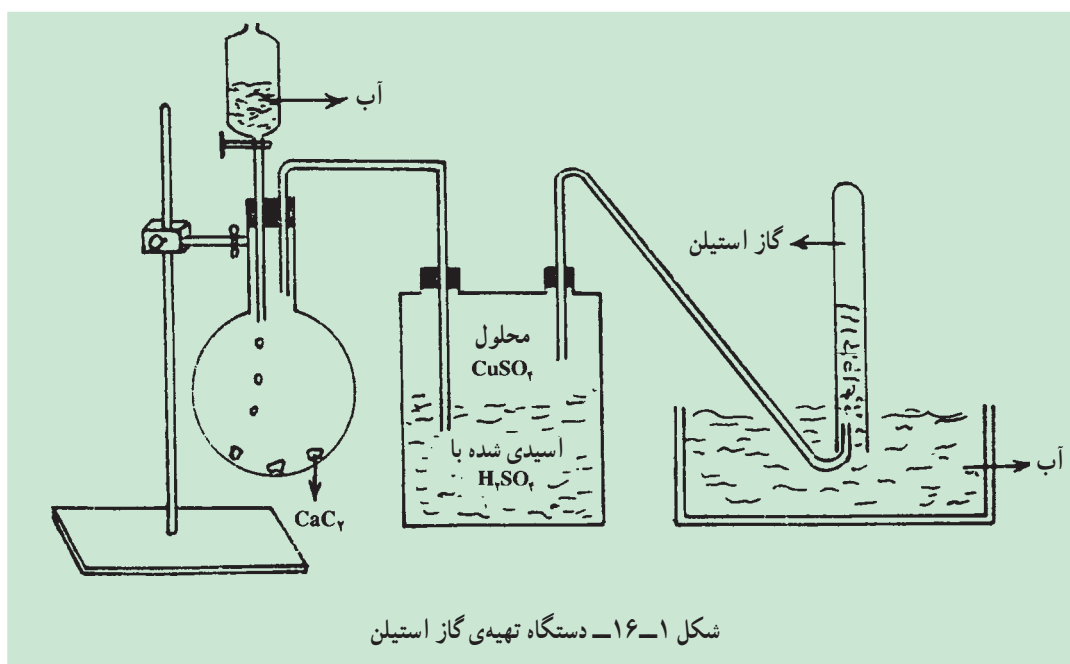
روش کار

قبل از تهیه‌ی استیلن محلول‌های نقره نیترات آمونیاکی و مس (I) کلرید آمونیاکی، پتاسیم پرمنگنات که روش تهیه‌ی آن در متن آزمایش آمده است، را آماده کنید. دستگاهی مانند شکل ۱۶-۱ نصب کنید. دو یا سه تکه

لوله‌ی گاز استیلین را به داخل دهانه‌ی لوله‌ی آزمایش واژگون هدایت کنید و پس از خالی شدن آب آن، در همان حالت در زیر آب تشتک، در لوله را به وسیله‌ی چوب پنبه محکم ببندید و به این طریق شش لوله‌ی آزمایش را که قبلاً شماره‌گذاری کرده‌اید، از گاز استیلین پر کنید و برای آزمایش‌های زیر به کار ببرید.

توجه: لوله‌ی اول را به علت وجود هوای همراه گاز استیلین کنار بگذارید، چون استیلین با هوا در اثر شعله منفجر می‌شود.

کوچک کلسیم کرید را به داخل بالن اضافه قرار دهید و با باز کردن شیر قیف، قطره قطره آب بر روی آن بیفزایید. با شدید شدن واکنش، افزایش آب را قطع کنید. گاز استیلین تولیدی را (پس از عبور از محلول مس (II) سولفات اسیدی داخل شیشه‌ی دودهانه برای جذب ناخالصی‌ها PH_3 و H_2S) - به وسیله‌ی لوله‌ی رابط - به زیر آب داخل تشتک انتقال دهید. لوله‌ی آزمایش معمولی را از آب پر کنید به وسیله‌ی چوب پنبه (کف دست) مسدود و به‌طور واژگون در آب تشتک فرو برید و در زیر آب در آن را باز کنید.



شکل ۱-۱۶ - دستگاه تهیه‌ی گاز استیلین

کنید تا رسوب در آمونیاک حل شود.

آزمایش ۱- در لوله‌ی محتوی گاز استیلین شماره‌ی ۲ را باز و به آن ۲mL نقره نیترات آمونیاکی اضافه کنید و با بستن دهانه‌ی لوله به وسیله‌ی چوب پنبه، لوله را تکان دهید. رسوب سفید ایجاد شده نقره استیلید است. معادله‌ی واکنش را بنویسید و نوع واکنش را مشخص کنید. استیلیدهای فلزی مانند استیلیدهای نقره و مس را پس از تهیه در ظرف مخصوص بریزید، زیرا خشک شده‌ی آن‌ها در اثر ضربه، گرما یا شعله منفجر می‌شود.

آزمایش ۲- در لوله‌ی گاز استیلین شماره ۳ را باز و به آن ۲mL از مس کلرید آمونیاکی اضافه کنید و همانند آزمایش قبل عمل نمایید. رنگ رسوب و فرمول معادله‌ی واکنش را بنویسید.

۱۶-۲ - شناسایی استیلین به وسیله‌ی محلول نقره نیترات آمونیاکی و مس (II) کلرید آمونیاکی (تفاوت استیلین و اتیلین)

تهیه‌ی محلول نقره نیترات آمونیاکی: ۲mL نقره نیترات ۰/۸ مولار را در یک لوله‌ی آزمایش تمیز بریزید و به آن با قطره‌چکان محلول آمونیاک رقیق (۴N) اضافه کنید. رسوب قهوه‌ای رنگی تشکیل می‌شود؛ سپس اضافه کردن قطره‌های محلول آمونیاک را تا انحلال رسوب ادامه دهید (از ریختن محلول آمونیاک اضافی پس از انحلال رسوب خودداری کنید).

تهیه‌ی محلول مس (II) کلرید آمونیاکی: مقدار کمی، در حدود ۰/۸ گرم مس (II) کلرید را در یک لوله‌ی آزمایش تمیز بریزید و به آن با قطره‌چکان محلول آمونیاک رقیق (۴N) اضافه

آن اطمینان دارید در یک پارچه‌ی مرطوب بپیچید و با باز کردن در لوله با احتیاط کبریت مشتعلی را به آن نزدیک کنید. استیلن با شعله دوددار و روشنی می‌سوزد. معادله‌ی واکنش سوختن کامل استیلن را بنویسید.

توجه: در اثر نزدیک کردن شعله به مخلوط گاز استیلن و هوا، سوختن با انفجار همراه است.

آزمایش ۳— در لوله‌ی گاز استیلن شماره ۴ را باز نموده به آن ۵mL محلول رقیق اسیدی پتاسیم پرمنگنات ۱/۰٪ مولار اضافه کنید و پس از بستن در لوله، آن را تکان دهید. آیا رنگ محلول پتاسیم پرمنگنات زایل می‌شود؟ در صورت زایل شدن رنگ پتاسیم پرمنگنات معادله‌ی واکنش را بنویسید.

آزمایش ۴— لوله‌ی گاز شماره ۵ را که از نبودن هوادر

پرسش‌ها

- ۱— واکنش سوختن استیلن را در هوا بنویسید. چرا در این واکنش دود تولید می‌شود؟
- ۲— چرا گاز استیلن را بعد از آزاد شدن از ظرف واکنش از محلول مس (II) سولفات عبور می‌دهید؟
- ۳— چرا استیلیدهای مس و نقره را باید در ظرف مخصوص نگه‌داری کنید و از ریختن آن در ظرف زباله خودداری کنید؟
- ۴— واکنش شناسایی استیلن را با نقره نترات آمونیاکی و مس (I) کلرید آمونیاکی بنویسید.

تهیه بنزویک اسید

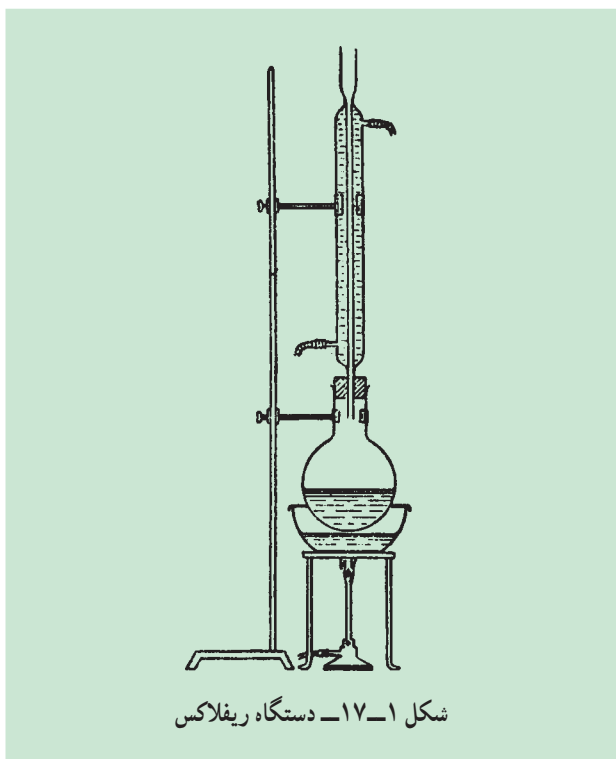
هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
- بنزویک اسید را از تولوئن یا بنزیل الکل تهیه کند.

مواد لازم

تولوئن؛ پتاسیم پرمنگنات (نرم شده)؛ سدیم سولفیت؛
سولفوریک اسید غلیظ؛ سدیم کربنات؛ سدیم هیدروکسید.

روش کار

دستگاهی مطابق شکل ۱۷-۱ نصب کنید. سه گرم پتاسیم پرمنگنات و ۲ mL تولوئن، ۵ mL آب و ۱ mL محلول قلیایی ۱٪ و چند دانه سنگ جوش را در یک بالن ته گرد ۲۵۰ تا ۵۰۰ mL بریزید. بر دهانه‌ی بالن یک خنک کننده‌ی عمودی نصب کنید و به مدت ۶۰ تا ۹۰ دقیقه این مخلوط را بجوشانید. واکنش

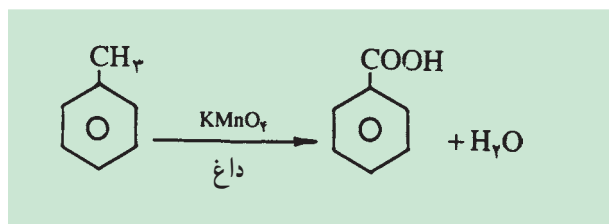


۱۷-۱- آزمایش تهیه بنزویک اسید

هدف: اکسایش آلکیل بنزن - تهیه بنزویک اسید از

تولوئن

آلکان‌ها نسبت به واکنش‌گرهای اکسنده KMnO_4 و $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ کاملاً واکنش‌ناپذیر هستند، اما در آلکیل بنزن‌ها، حلقه‌ی بنزنی، زنجیر جانبی آلیفاتیک را نسبت به اکسایش کاملاً حساس می‌کند. زنجیر جانبی تا آخرین کربن متصل به حلقه‌ی بنزنی اکسید می‌شود و فقط گروه کربوکسیل ($-\text{COOH}$) باقی می‌ماند که محل زنجیر جانبی اولیه را نشان می‌دهد. برای این منظور عموماً از پتاسیم پرمنگنات استفاده می‌شود. از پتاسیم دی‌کرومات یا نیتریک اسید رقیق نیز می‌توان استفاده کرد؛ با وجود این، اکسایش زنجیر جانبی دشوارتر از اکسایش یک آلکن است و به تماس طولانی ترکیب با KMnO_4 داغ نیاز دارد.



وسایل لازم

بالن سمباده‌ای ۲۵۰ mL؛ خنک کننده‌ی حباب‌دار (افقی)؛ بالن ژورنه ۱۰۰ mL؛ سنگ جوش (یا چینی شکسته)؛ ترازو؛ پیپت ۵ mL؛ استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL؛ کاغذ تورنسل قرمز؛ کاغذ صافی؛ بشر ۲۵۰ mL.

رسوب حل شود. مایع به دست آمده را در یک ارلن یا بشر بریزید و گرما دهید تا حجم آن به نصف برسد. باقی مانده را سرد کنید (۳۰ تا ۶۰ دقیقه) و بلورها را به وسیله‌ی صافی جدا کنید. در نتیجه، بنزویک اسید به دست می‌آید که برای خالص کردن باید آن را در آب حل و دوباره متبلور کنید.

وقتی کامل می‌شود که قطرات تولوئن در سطح خنک کننده و یا جدار ظرف آزمایش مشاهده نشود. در این صورت، مخلوط را سرد کنید؛ سپس با سولفوریک اسید رقیق اسیدی کنید (کاغذ آبی - تورنسل قرمز شود)؛ آن‌گاه به آن سدیم سولفیت جامد یا محلول غلیظی از آن اضافه کنید تا رنگ محلول از بین برود و

پرسش‌ها

- ۱- از اکسایش آلکیل بنزن در مجاورت اکسنده‌های قوی مانند پتاسیم پرمنگنات اسیدی یا پتاسیم دی کرومات اسیدی چه ماده‌ای به دست می‌آید؟
- ۲- آیا بنزن به وسیله‌ی پتاسیم پرمنگنات اکسید می‌شود؟
- ۳- دو مورد استفاده از اکسایش آلکیل بنزن‌ها را بنویسید.

شناسایی الکل‌ها

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:
– الکل‌های نوع اول، دوم و سوم را از یک‌دیگر بازشناسد.

در هر لوله از یک نوع نمونه‌ی ناشناخته حدود ۲ یا ۳ قطره بریزید و به ترتیب به هر کدام یک یا دو قطره واکنشگر کرومیک انیدرید اضافه کنید و نتیجه را بعد از ۲ ثانیه مشاهده نمایید.

الکل‌های نوع اول و دوم در کنار این واکنشگر رسوب سبز مایل به آبی ایجاد می‌کنند، اما الکل‌های نوع سوم تغییری نمی‌کنند. نتایج را گزارش کنید.

ب) آزمایش لوکاس: با این آزمایش می‌توان الکل‌های نوع اول و دوم و سوم را از یک‌دیگر شناسایی کرد. واکنشگر لوکاس مخلوطی از هیدروکلریک اسید غلیظ و روی کلرید است که در اختیار شما قرار می‌گیرد. این واکنشگر برای الکل‌هایی به کار می‌رود که تا ۵ کربن دارند.

در یک لوله‌ی آزمایش، از نمونه‌ی الکل ناشناخته حدود یک میلی‌لیتر بریزید و به آن ۵ میلی‌لیتر واکنشگر لوکاس اضافه کنید؛ سپس مخلوط را تا حدود ۲۷-۲۶°C گرم کنید و بعد مخلوط را به شدت تکان دهید.

در صورتی که پس از این مراحل مخلوط به صورت دولایه درآید نشانه‌ی مثبت بودن آزمایش است (تشکیل دو لایه قبل از این مرحله مربوط به آزمایش نیست). الکل‌های نوع اول به این واکنش پاسخ نمی‌دهند، اما الکل‌های نوع دوم پس از زمان کوتاهی دولایه می‌شوند و به این آزمایش پاسخ مثبت می‌دهد. حال آن‌که الکل‌های نوع سوم خیلی سریع وارد واکنش می‌شوند و در نتیجه دولایه تشکیل می‌شود.

مشاهدات خود را یادداشت کنید و برای نمونه‌های ناشناخته دیگر آزمایش را تکرار کنید.

همان‌گونه که می‌دانید هرگاه، گروه هیدروکسید (OH^-) به یک زنجیر هیدروکربنی متصل باشد ماده‌ی موردنظر «الکل» نامیده می‌شود. اگر OH به کربنی متصل باشد که کربن آن نوع اول است (کربن فقط با یک کربن دیگر پیوند دارد) به آن الکل نوع اول گفته می‌شود و اگر OH به کربنی متصل باشد که کربن آن نوع دوم است (کربن با دو کربن دیگر پیوند دارد) به الکل نوع دوم موسوم است و اگر OH به کربن نوع سوم (کربنی که با سه کربن دیگر پیوند دارد) الکل نوع سوم نامیده می‌شود. در این فصل با آزمایش‌های زیر می‌توانید نوع الکل‌های مختلف را شناسایی کنید.

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش

مواد لازم

۳ الکل ناشناخته؛ کرومیک انیدرید؛ واکنشگر لوکاس

روش کار

الف) آزمایش کرومیک انیدرید: در این آزمایش واکنش اکسایش – کاهش روی می‌دهد و کُرم (VI) (زرد رنگ) به کُرم (III) (سبز رنگ) تبدیل می‌شود و الکل نیز به الدهید یا کتون تبدیل می‌گردد. اگر عمل اکسایش ادامه یابد سرانجام الکل نوع اول به کربوکسیلیک اسید تبدیل می‌شود.

باید توجه داشت که به جز الکل با برخی ترکیبات آلی دیگر نیز می‌توان در این آزمایش به جواب مثبت دست پیدا کرد؛ بنابراین، لازم است از آزمایش‌های دیگری نیز برای اطمینان استفاده کرد. مری در این آزمایش سه نمونه‌ی ناشناخته در اختیار شما قرار می‌دهد. سه لوله‌ی آزمایش را به ترتیب شماره‌گذاری کنید و

طرز تهیه معرف کرومیک انیدرید:

۲۵g کرومیک انیدرید (CrO₃) را به ۲۵ml سولفوریک اسید غلیظ اضافه کرده و مخلوط را به هم بزنید تا خمیر یکنواختی به دست آید. این خمیر را به ۷۵mL آب مقطر با احتیاط اضافه کنید و آن را به طور مداوم به هم بزنید تا محلول نارنجی یکسان به دست آید.
[لازم به ذکر است که از محلول پتاسیم دی کرومات

اسیدی شده نیز به جای معرف کرومیک انیدرید می توان استفاده نمود.]

روش تهیه معرف لوکاس: در یک ارلن ۵/۰ مول هیدروکلریک اسید غلیظ را ریخته و در ظرف یخ قرار می دهیم سپس ۵/۰ مول روی کلرید را به آرامی به اسید افزوده و هم بزنید تا کامل حل شود.

فهرست منابع و مآخذ

۱- شیمی آلی تجربی نوین؛ رابرتی، گیلبرت - ردوالد، وینگرو؛ ترجمه: هوشنگ پیرالهی، انتشارات مرکز نشر دانشگاهی؛ جلد

اول

۲- شیمی آلی آزمایشگاهی؛ شوئلیگ؛ ترجمه: محمدرضا یزدانبخش، انتشارات مرکز نشر دانشگاهی؛ جلد اول.

۳- شیمی آلی عملی؛ دکتر مهندس یحیی عبده؛ انتشارات دهخدا؛ چاپ سوم

۴- شیمی آلی آزمایشگاهی؛ چارلز.اف. ویل کاکس، ج.ار؛ ترجمه: جلیل لاری - کاظم سعیدی، انتشارات جهاد دانشگاهی

کرمان

۵- آزمایشگاه شیمی سال دوم هنرستان؛ محمدهادی صنعتی

۶- INTRODUCTION ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES

Thrid Edition

Pavia

Lampman

Kriz

۷- CHEMICAL TECHNICIANS' READY REFERENCE

HANDBOOK

third Edition

Mcgraw - Hill Publication

ISBN 0.07.057183 - x

۸- LABORATORY MANUAL OF ORGANIC SYNTHESIS

FIRST Edition 1980

M.N. KHRAMKINA

Translated From the Russian

by Nicholas Bobror

