



.....
سرشناسه :
عنوان و پدیدار آور :
مشخصات نشر : تهران : دعوت،
۱۳۸۷.
مشخصات ظاهري :
شابك :
وضعیت فهرستنویسی : فیپا .
موضوع :
موضوع :
شناسه افزوده :
رده بندي کنگره :
رده بندي دیویی :
شماره کتابخانه ملي :
.....



آزمایشگاه شیمی آلی ۱



آزمایشگاه شیمی آلی ۱
جواد صفری

آماده‌سازی: مهندس زهره زرنگار
ناظر چاپ: محمدعلی حیدری
چاپ و صحافی: الهادی
چاپ اول: ۱۳۸۸
شمارگان: ۱۰۰۰ نسخه
قیمت: ۳۵۰۰ تومان

جواد صفری
(عضو هیأت علمی دانشگاه کاشان)

شابک: ۹۷۸-۹۶۴-۲۹۰۹-۲۷-۸
© حقوق چاپ و نشر محفوظ است
نشر دعوت؛ تهران ۰۹۴۰۳۳۴۸۸۳ کاشان ۰۳۴۵۵۸۰۳ همراه ۰۹۱۳۲۷۶۳۶۶۸
www.davatpub.com Email: info@davatpub.com

پیش‌گفتار

کار آزمایشگاهی در شیمی، هسته‌ی مرکزی و اساس آموزش این علم را تشکیل می‌دهد. یادگیری از طریق کار در آزمایشگاه، باعث درک واقعی از آموزش بخش نظری شیمی می‌شود. در فضای آزمایشگاه است که دانشجویان مشاهدات و یافته‌های خود را تعبیر و تفسیر می‌نمایند. به مصداق ضرب‌المثلی که می‌گوید: "شنیدم، فراموش کردم؛ دیدم؛ به خاطر آوردم و عمل کردم، آموختم." بدون انجام آزمایش، یادگیری به آسانی حاصل نمی‌شود. البته اهمیت کار آزمایشگاه‌ها و نتایج به‌دست‌آمده از آزمایش‌هایی که در آن انجام می‌گیرد، ارتباط مستقیم با پشتکار و جدیت هر دانشجو دارد.

در این کتاب سعی شده است اصول پایه و مهم آزمایشگاه شیمی آلی ۱ با بیانی ساده و روشن ارائه گردد تا دانشجویان بحث‌های نظری را با تجربیات عملی درهم آمیزند و با شکوفایی روحیه‌ی خلاقیت و نوآوری، در سطح‌های بالاتر به کشف قانون یا ارائه‌ی نظریه بپردازند.

در پایان پروردگار یکتا را که توفیق تدوین این مجموعه را ارزانی نموده است، سپاس می‌گویم و شایسته است از همه‌ی عزیزانی که در تهیه‌ی این مجموعه نهایت همکاری و مساعدت را داشته‌اند، سپاسگزاری نمایم. از معاونت پژوهشی و فن‌آوری دانشگاه کاشان که در چاپ این کتاب همکاری لازم را نمودند، قدردانی و تشکر می‌نمایم.

جواد صفری

عضو هیأت علمی دانشگاه کاشان

فهرست

۶	پیش‌گفتار
۷	مقدمه
۸	مقررات آزمایشگاه شیمی آلی
۱۰	مفاهیم ایمنی و پیش‌نیاز ایمنی در آزمایشگاه
۱۴	تقسیم‌بندی نمره‌ها در آزمایشگاه
۱۵	چگونگی ارائه‌ی گزارش کار
۱۶	سرفصل آزمایش‌ها
۱۹	آزمایش ۱: تعیین دمای ذوب
۲۵	آزمایش ۲: تعیین دمای جوش
۳۴	آزمایش ۳: تقطیر ساده
۳۸	آزمایش ۴: تقطیر جزءبه‌جزء
۴۲	آزمایش ۵: تقطیر با بخار آب
۴۴	آزمایش ۶: تبلور مجدد (نوبلور کردن)
۵۷	آزمایش ۷: تصعید
۶۱	آزمایش ۸: استخراج
۷۳	آزمایش ۹: کروماتوگرافی
۸۸	آزمایش ۱۰: شناسایی کیفی عنصرها در ترکیب‌های آلی
۹۹	آزمایش ۱۱: واکنش جاننشینی هسته‌دوستی یک‌مولکولی
۹۹	تهیه‌ی ترشیو - بوتیل کلرید
۱۰۱	آزمایش ۱۲: واکنش صابونی‌شدن
۱۰۲	تهیه‌ی صابون
۱۰۴	پرسش‌های چهارگزینه‌ای
۱۱۴	نکته‌های ایمنی و هشدارهای R و S
۱۱۹	فهرست منابع
۱۲۰	کتاب‌های منتشر شده

آماده باشید، نه تنها در آزمایشگاه بهتر کار می‌کنید، بلکه از نظر دانسته‌ها و هم‌چنین نمره نیز بهره‌ی بیش‌تری خواهید برد.

پاکیزگی قسمت مهمی از فن خوب است. عدم توجه در به کاربردن مواد شیمیایی، نه تنها ممکن است به نتایج ناچیز و بی‌ثمری منجر شود، بلکه اغلب مطمئن هم نیست. هم‌چنین بی‌دقتی در سوارکردن دستگاه‌ها نه تنها به ظاهر خوشایند نیست، بلکه خطرناک هم هست. دقت، مشاهده و ثبت کامل، شرط‌های اساسی یک توصیف تجربی خوب است. به‌طور معمول باید نتایج را خلاصه کرد و از هر آزمایش نتیجه‌گیری نمود. چنانچه نتایج غیر قابل انتظار باشند، باید تفسیری ارائه شود.

دستور کارهایی که در این کتاب داده شده است، باید به دقت دنبال شود. ان‌شاء... دانشجویان گرامی با اجرای دقیق روش‌های عملی ارائه‌شده، بتوانند با اصول آزمایش‌های شیمی آلی بیش‌تر آشنا شوند؛ چون آموخته‌های شما در این آزمایشگاه، می‌تواند پایه و اساس یادگیری درس‌های آزمایشگاه‌های دیگر و حتی طرح‌های پژوهشی شود.

مقررات آزمایشگاه شیمی آلی

- ۱- سرساعت مقرر به آزمایشگاه وارد شوید.
- ۲- بدون روپوش وارد آزمایشگاه نشوید.
- ۳- در صورت غیبت در آزمایشگاه، نمره‌ی آن جلسه صفر در نظر گرفته می‌شود.
- ۴- از گذاردن هرگونه وسیله‌ی شخصی از قبیل خودکار، دفتر یادداشت و روپوش در آزمایشگاه خودداری کنید.
- ۵- به نکته‌هایی که در رابطه با انجام آزمایش به شما تذکر داده می‌شود، توجه ویژه‌ای مبذول دارید.
- ۶- کارکردن با مواد شیمیایی را شوخی نگیرید.

مقدمه

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعِ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَ مِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ.

شیمی علمی تجربی است و قسمت اصلی و مهم هر روش شیمیایی، کار آزمایشگاهی می‌باشد. ترکیب‌ها و واکنش‌هایی که در کلاس درس مورد بحث و بررسی قرار می‌گیرند، توسط مشاهده‌های عملی به‌دست آمده‌اند. ترکیب‌های آلی به‌صورت‌های گاز، مایع و جامد با خواص فیزیکی ویژه‌ای وجود دارند. این ترکیب‌ها به‌وسیله‌ی تقطیر، تبلور و کروماتوگرافی قابل تهیه هستند. برای آموختن و کسب مهارت‌های مورد نظر در فراگرفتن این درس آزمایشگاهی، جدیت و تلاش شما شرط اصلی است. برای رسیدن به این هدف لازم است:

۱. دستور کارهای آزمایشگاهی و چگونگی استفاده‌ی مؤثر از آن‌ها را بدانید و به‌کار ببندید.
۲. اهداف و اصولی را که برای هر آزمایش در نظر گرفته شده، درک کنید.
۳. برای حداکثر استفاده از وقت، در هر جلسه آزمایش آن را به شیوه‌ی مناسبی تنظیم کنید.

رعایت نکته‌های ایمنی از اصول مهم کار در آزمایشگاه است. زیرا هر آزمایشگاه شیمی، به ویژه آزمایشگاه شیمی آلی، می‌تواند محل خطرناکی باشد. دانستن این‌که چه کاری را باید انجام داد و از انجام چه کارهایی دوری کرد، خطر را به حداقل می‌رساند. اگر مطلبی را متوجه نشده‌اید، از مسؤول آزمایشگاه سؤال کنید. خودتان فکر کنید و فقط به فکر دیگران متکی نباشید. به بیان دیگر اگر خودتان برای رفع مشکلات تلاش کنید، بیش‌تر فرا خواهید گرفت. در صورتی که خوب

- ۷- از دهانه‌ی لوله‌ای که در حال جوشیدن است، هیچ‌گاه به درون لوله نگاه نکنید و دهانه‌ی لوله را نیز به طرف دیگران نگه ندارید.
- ۸- از تبخیر محلول دارای اتر، به‌وسیله‌ی حرارت مستقیم خوداری نمایید.
- ۹- هیچ وقت در شیشه‌ی اتر و حلال‌های قابل اشتعال را باز نگذارید.
- ۱۰- محلول سیانور را با پی‌پت نکشید و همیشه برای برداشتن، از بورت استفاده کنید.
- ۱۱- اثر سوزندگی فنل را بر پوست بدن، با مالش آمونیاک برطرف کنید.
- ۱۲- چنانچه اسیدی به دهان یا بدن شما رسید، آن را با سدیم بی‌کربنات یا آب آهک، فوراً بی‌اثر کنید.
- ۱۳- در این قبیل موارد و سایر موارد، فوراً به مسؤول آزمایشگاه مراجعه نمایید.
- ۱۴- محتویات لوله‌های آزمایش و ظرف‌های دیگر را در دست‌شویی داخل هود بریزید.
- ۱۵- آزمایشگاه را جدی بگیرید. هرگز در آزمایشگاه با دوستان خود شوخی نکنید.
- ۱۶- هر دانشجو هنگام انجام آزمایش، نباید مزاحم دانشجویان دیگر شود.
- ۱۷- در مواقع ضروری حتماً از عینک ایمنی استفاده کنید.
- ۱۸- هنگام کارکردن با مواد شیمیایی، از دستکش ایمنی استفاده نمایید.
- ۱۹- هنگام حادثه (از قبیل آتش‌سوزی، تماس بدن با مواد سمی و سوزنده) خود را نبازید.
- ۲۰- رعایت نکته‌های ایمنی از اصول اولیه در آزمایشگاه است.

- ۲۱- به دوستان خود گوشزد نمایید که وقتی مشغول آزمایش هستید، به سراغ شما نیایند؛ زیرا نظم آزمایشگاه مختل و وقت شما گرفته می‌شود.
- ۲۲- برای رسیدن به نتیجه‌ای درست و دقیق، مرتب و تمیز کار باشید.
- ۲۳- قبل از شروع هر آزمایش، آزمون گرفته می‌شود.
- ۲۴- گزارش کارهای آزمایشگاه شیمی آلی، در پایان هر جلسه تحویل گرفته می‌شود. با توجه به این‌که هر گونه عذری در رابطه با عدم تحویل گزارش کار، پذیرفته نبوده و گزارش کارها به شما برگردانده نمی‌شود.
- ۲۵- هنگام ترک آزمایشگاه، میز کار خود را تمیز و شیشه‌های محتوی مواد را در جای خود بگذارید.
- ۲۶- نظم و نظافت، نشانه‌ی شخصیت شما است.

مفاهیم اساسی و پیش‌نیاز ایمنی در آزمایشگاه

- تمامی افرادی که در آزمایشگاه‌های شیمی کار می‌کنند، باید همواره نکته‌های مهم زیر را به خاطر داشته باشند و موارد ایمنی را به دقت رعایت کنند. لازم به توضیح است که موارد زیر کلی و عمومی می‌باشد و رعایت نکته‌های ایمنی دیگری نیز لازم خواهد بود.
- ۱- دانستن احتیاط‌های ایمنی لازم در آزمایشگاه و کمک‌های اولیه در موارد آسیب‌دیدگی.
 - ۲- دانستن جای قفسه‌ی کمک‌های اولیه، شماره‌ی تلفن اورژانس و آتش‌نشانی.
 - ۳- دانستن طرز استفاده‌ی صحیح از ماسک‌های گازی و دستکش‌های لاستیکی.
 - ۴- استفاده از عینک ایمنی در آزمایشگاه و هنگام کار.
 - ۵- استفاده از روپوش آزمایشگاهی در هنگام کار.

- ۱۶- در موقع بازکردن در شیشه‌های محتوی مواد فرّار، صورت خود را مقابل دهانه‌ی شیشه نگیرید و بلافاصله در آن‌ها را ببندید تا فضای آزمایشگاه آلوده نگردد.
- ۱۷- برای بررسی اثر شناساگر بر روی مواد مورد آزمایش، همیشه بر روی مقدار کم از ماده انجام دهید.
- ۱۸- هیچ‌گاه بیش از دوسوم لوله‌ی آزمایش را مایع نریزید. در موقع حرارت‌دادن لوله‌ی آزمایش، باید آن را به‌وسیله‌ی گیره بگیرید و به‌طور مایل روی شعله نگاه دارید. به‌طور مرتب چرخانده و کمی بالا و پایین بیاورید. عدم رعایت دستور فوق، باعث جهش مایع از داخل لوله به بیرون می‌شود.
- ۱۹- دقت کنید روی لوله‌ی آزمایش و یا هر ظرف دیگری را که می‌خواهید حرارت دهید، مرطوب نباشد. بشر و ارلن را برای حرارت‌دادن روی توری فلزی قرار دهید.
- ۲۰- هیچ‌وقت محلول سدیم‌هیدروکسید، پتاسیم‌هیدروکسید، کربنات‌های قلیایی یا جامد آن‌ها را در ظرف‌های شیشه‌ای حرارت ندهید؛ زیرا این عمل باعث حل‌شدن تدریجی شیشه و سرانجام سوراخ شدن می‌شود؛ برای نگهداری این مواد، از شیشه‌هایی با در پلاستیکی استفاده نمایید.
- ۲۱- هیچ‌وقت محلولی را در ظرف سربسته حرارت ندهید؛ در موقع حرارت در ظرف را بردارید.
- ۲۲- برای حرارت دادن اسید، تیزاب، مواد سمی و کار با سیانید در محیط اسید، حتماً باید از هود استفاده شود.
- ۲۳- نمک‌های جیوه و آمونیم را هیچ وقت خشک حرارت ندهید؛ زیرا به علت فرّار بودن متصاعد می‌شوند.
- ۲۴- همیشه برای رقیق کردن اسیدها، به‌ویژه سولفوریک‌اسید که با حرارت زیاد توأم است، باید اسید را قطره قطره و با احتیاط بر روی آب

- ۶- دانستن جای کپسول‌های آتش‌نشانی و نحوه‌ی کار با آن‌ها.
- ۷- چراغ‌های گاز باید دارای لوله‌ی و اتصالات مطمئن بوده، دور از دسترس نباشند و روشن نگه داشته شوند.
- ۸- سیلندرهای گاز در مواقع غیر لازم، از محل شیر اصلی سرسیلندر بسته شود.
- ۹- آگاهی و رعایت مقررات به‌کارگیری مواد قابل اشتعال، سمی، سرطان‌زا و موادی که دارای پراکسید است.
- ۱۰- اگر ماده‌ای را نمی‌شناسید، به آن دست نزنید. رعایت دقت را در موقع استفاده از مواد به‌کار ببرید.
- ۱۱- عدم انجام آزمایش‌های خطرناک در تعطیلات و یا اوقات غیر رسمی و در زمان‌هایی که کسی در آزمایشگاه حضور ندارد. هرگز نباید در آزمایشگاه به تنهایی کار کرد.
- ۱۲- در هنگام کار با مواد آتش‌گیر، نهایت دقت لازم است.
- ۱۳- اگر قرار است یک آزمایش به حال خود رها و آزمایشگاه ترک شود، برای جلوگیری از سررفتن مایعات، پارگی شیلنگ آب در اثر تغییر فشار، هم‌چنین آتش‌سوزی که ممکن است در اثر قطع برق روی دهد، احتیاط‌های لازم را به عمل آورید.
- ۱۴- منظم و مرتب بودن در هر شرایطی بسیار مهم است. تمیزبودن و گذاشتن هر چیز سر جای خود، باعث کاهش حوادث احتمالی در آزمایشگاه می‌شود.
- ۱۵- برای برداشتن مواد از داخل شیشه، همیشه آن را از جهت مخالف برچسب کج کنید، تا اگر قطره‌ای از محلول به پشت شیشه بریزد، به نوشته‌های روی شیشه صدمه‌ای نزند. برچسب‌های شیشه باید به دقت خوانده شوند تا به‌طور اشتباهی موادی که ممکن است تولید گرمای زیاد و انفجار کنند، روی هم ریخته نشوند.

ریخت. در ضمن احتیاط شود ظرف اسید در داخل یخ قرار گیرد و در هنگام افزایش اسید، محلول به‌طور مرتب هم زده شود.

۲۵- در موقع جوشاندن محلول‌ها، برای جلوگیری از بیرون پاشیدن ناگهانی مواد، از تعدادی سنگ جوش در داخل ظرف استفاده کنید.

۲۶- برای استفاده از چراغ گاز، ابتدا باید کبریت یا فندک روشن شود و سپس با بازکردن تدریجی شیر گاز و تنظیم دریچه‌ی هوا، چراغ گاز را روشن کرد. دریچه باید طوری تنظیم شود که رنگ شعله‌ی آبی باشد و از روشن گذاشتن چراغ گاز برای مدت طولانی خودداری گردد.

۲۷- اگر چراغ گاز خاموش شود و شیر گاز باز بماند، بسیار خطرناک است؛ زیرا علاوه بر وجود ترکیب‌های سمی در گاز، مانند کربن دی‌اکسید که باعث سردرد و مسمومیت می‌شود، با رسیدن شعله یا جرقه‌ی الکتریکی انفجار صورت خواهد گرفت. در این صورت بلافاصله شیر گاز اصلی را ببندید.

۲۸- مایعاتی را که دارای دمای جوش پایین هستند، مانند اتر و کربن‌دی‌سولفید، به‌وسیله‌ی حمام بخار آب حرارت دهید و هیچ‌گاه مستقیم حرارت ندهید؛ چون باعث انفجار می‌شود.

۲۹- اگر پرکلریداسید غلیظ بر روی مواد آلی یا چرب بریزد، امکان دارد باعث اشتعال شود؛ بنابراین لازم است شیشه‌ی محتوی این اسید دور از مواد آلی قرار داده شود.

۳۰- در موقع کار با دستگاه‌های اندازه‌گیری دقیق و دستگاه‌های الکتریکی، دقت زیاد لازم است. توجه کامل داشته باشید که اگر یکی از کوچک‌ترین اجزای این دستگاه‌ها شکسته شوند، دیگر قابل استفاده نیستند و این‌گونه دستگاه‌ها نباید زیاد به برق باشند.

۳۱- موادی که در اثر ماندن در آن‌ها پراکسید ایجاد می‌شود، باید دور از نور و در شیشه‌های قهوه‌ای‌رنگ نگهداری شوند.

۳۲- در موقع کار با پی‌پت مواظب باشید مواد اسیدی یا سمی و خطرناک وارد دهان شما نشود، بلکه برای برداشتن این‌گونه مواد می‌توان از استوانه‌ی مدرج، بورت و یا پوآر استفاده نمود.

۳۳- مواد شیمیایی خطرهای زیانباری می‌رسانند. پس کارکردن با مواد شیمیایی را هرگز شوخی نگیرید و به فکر سلامتی خود باشید که آسیب‌های آن غیر قابل جبران می‌باشد.

۳۴- هنگامی که با مواد شیمیایی کار می‌کنید، چیزی نخورید و نیاشامید. از کشیدن سیگار در محیط آزمایشگاه به‌طور جدی خودداری نمایید و هرگاه کوچک‌ترین علامت بیماری در خود مشاهده نمودید، فوراً به پزشک مراجعه کنید.

۳۵- اگر در هنگام آزمایش، موادی روی زمین ریخته شد و یا وسیله‌ی شیشه‌ای شکست یا در هنگام کار با دستگاه مشکلی به وجود آمد، به سرعت موضوع را با شجاعت و درایت تمام با مسؤول آزمایشگاه در میان بگذارید تا از بروز خطرهای احتمالی جلوگیری شود.

۳۶- دانشجو باید توجه داشته باشد که رأس ساعت مقرر به آزمایشگاه مراجعه کند و از آوردن وسایل اضافی و غیر ضروری خودداری نموده، تابع مقررات خاص آزمایشگاه باشد.

تقسیم‌بندی نمره‌ها در آزمایشگاه شیمی آلی

گزارش کار	۳۰ درصد
امتحان هر جلسه	۳۰ درصد
امتحان پایان ترم	۴۰ درصد
	۱۰۰ درصد

سرفصل آزمایش‌های آزمایشگاه شیمی آلی ۱

تعداد واحد: ۱

نوع واحد: عملی

پیش‌نیاز: شیمی آلی ۱ یا هم‌زمان

هدف: کسب تجربیاتی در زمینه‌ی تعیین ثابت‌های فیزیکی، جداسازی

و تهیه‌ی ترکیب‌های آلی

- تعیین دمای ذوب و دمای جوش به روش میکرو همراه با آماده‌کردن

دستگاه‌های مربوط به هر آزمایش و میزان کردن دماسنج

- تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء

- تقطیر با بخار آب، تقطیر در فشار کاهش یافته

- استخراج از مایعات و جامدات، تصعید

- نوبلور کردن تک‌حلالی و دو حلالی با تعیین نوع حلال

- کروماتوگرافی کاغذی، ستونی و لایه‌ی نازک

- تجزیه‌ی کیفی هالوژن، نیتروژن و گوگرد در جسم آلی

- تهیه‌ی ترشیو - بوتیل‌الکل، n - بوتیل‌برمید، تهیه‌ی سیکلوهگزن از

سیکلوهگزانول و تهیه‌ی اتیل‌استات

این آزمایش‌ها برای یازده جلسه‌ی سه ساعتی در نظر گرفته شده

است.

چگونگی ارایه‌ی گزارش کار

۱. مواردی که باید در بالای صفحه‌ی اول گزارش کار ذکر شود:

(الف) اسامی گروه آزمایش‌کننده

(ب) شماره‌ی دانشجویی

(ج) گروه آزمایشی و تاریخ انجام آن

(د) نام و هدف آزمایش

۲. تمیزبودن گزارش کارها و نوشتن جمله‌های بامفهوم

۳. بخش نظری گزارش کار که قبل از شروع آزمایش تهیه شده باشد.

به منظور نوشتن بخش نظری آزمایش، به کتاب‌های شیمی آلی و

مراجع آخر کتاب مراجعه کنید.

۴. شرح روش کار انجام‌شده و نوشتن مشاهده‌ها به‌طور کامل و بدون

نقص.

۵. ذکر دلایل هر یک از کارهای انجام‌شده در روش کار و محاسبات

مربوط به بازدهی واکنش.

۶. ارایه‌ی همه‌ی ثابت‌های فیزیکی مربوط به مواد اولیه و محصول‌ها.

۷. ذکر وسایل و مواد مورد نیاز قبل از نوشتن روش کار.

۸. ارایه‌ی نکته‌های ایمنی مربوط به مواد مورد استفاده در بخش نظری

آزمایش.

۹. منابع و مراجع

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

آزمایش ۱: تعیین دمای ذوب

یک بلور، شامل مولکول‌هایی است که به‌طور منظم، به‌واسطه‌ی نیروهای بین مولکولی در کنار هم آرایش یافته‌اند. هنگامی که به بلور حرارت داده می‌شود، انرژی ملکول‌ها افزایش می‌یابد و در نتیجه‌ی آن، ارتعاشات مولکولی زیاد می‌شود، سرانجام در یک دمای خاص، جنبش مولکول‌ها و نیروهایی که آن را وادار به حرکت می‌کند، از نیروهایی که آن‌ها را در کنار هم نگه می‌دارد، بیش‌تر شده، شبکه‌ی بلوری فرو می‌پاشد؛ یعنی بلور ذوب می‌شود. هنگامی که دمای ذوب فرا می‌رسد، اولین مقدار جزئی مایع ظاهر می‌شود. در این حالت بین مایع و جامد، تعادل برقرار می‌شود. به بیان دیگر، دمای ذوب دمایی است که در آن حالت‌های جامد و مایع یک جسم در تعادل هستند.

دمایی که در آن شبکه‌ی بلوری فرو می‌پاشد (بلور ذوب می‌شود)، در واقع یک ثابت فیزیکی ارزشمند برای یک ترکیب است و این ویژگی می‌تواند جهت شناسایی آن به کار رود. اگرچه باید توجه داشت که این خاصیت فیزیکی، به تنهایی برای شناسایی ترکیب کافی نیست. اگر ماده‌ای به‌طور کامل خالص باشد، تفاوتی بین دمای ذوب ابتدایی و نهایی وجود ندارد؛ به عبارت‌دیگر ترکیب دارای دمای ذوب تیز است. دامنه‌ی ذوب^۱، اختلاف دمای آغاز مایع‌شدن ترکیب است تا زمانی که به‌طور کامل تبدیل به مایع شود. بسیاری از ترکیب‌هایی که خالص در نظر گرفته می‌شوند، دارای دامنه‌ی ذوب یک درجه یا کم‌تر می‌باشند.

برخی از ترکیب‌ها وجود دارند که در دو وضعیت و آرایش بلوری می‌باشند که در هر کدام مولکول‌ها با ترتیبی متفاوت با حالت دیگر آرایش یافته‌اند. از آنجا که دمای ذوب به نیروهایی بین مولکولی در شبکه‌ی بلوری وابسته است، تعجب‌آور نیست که چنین ترکیبی دارای

دو دمای ذوب متفاوت باشد. به هنگام تعیین دمای ذوب، بلور ترکیب با دمای ذوب پایین‌تر، پس از ذوب‌شدن، دوباره جامد می‌شود و بلورهایی با دمای ذوب بالاتر به‌دست می‌آید.

تصحیح دمای ذوب ناشی از خطای دماسنج

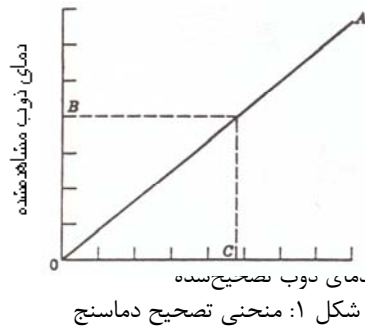
به‌طور معمول انتظار می‌رود دمای ذوب به‌دست‌آمده‌ی یک ترکیب، با دمای ذوب آن جسم که در جدول‌ها و کتاب‌های مرجع موجود است، مطابقت داشته باشد. چنانچه تفاوت در حدود ۱-۲ درجه باشد، قابل قبول است. نمی‌توان گفت خطای بیش از این مقدار، حتماً به علت انجام نادرست آزمایش تعیین دمای ذوب است (اگرچه یکی از خطاهای مهم در تعیین دمای ذوب، خطای شخص آزمایش‌کننده است). بلکه ممکن است به دو دلیل این خطا ناشی از دماسنج باشد؛ یکی این‌که درجه را درست نخوانده باشید و دیگر این‌که دماسنج، دمای واقعی را به درستی نشان ندهد.

به منظور حصول اطمینان از صحت کار دماسنج، بهتر است دماسنج را قبل از آزمایش تنظیم کنید؛ به این ترتیب که دمای ذوب چند ترکیب معین را با استفاده از دماسنج تعیین و جدولی به صورت جدول ۱ تنظیم کنید. سپس منحنی آن را (مطابق شکل ۱) رسم نمایید.

ترکیب	دمای ذوب واقعی	دمای ذوب مشاهده‌شده
آب و یخ	۰	...
استانیلید	۱۱۴	...
اوره	۱۳۲	...
بنزوئیک‌اسید	۱۲۱	...
سالیسیلیک‌اسید	۱۵۷	...

جدول ۱: دمای ذوب چند ترکیب برای تصحیح دماسنج

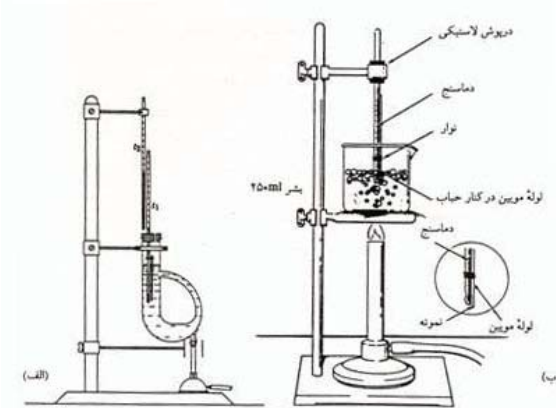
در تعیین دمای ذوب ترکیب مورد نظر، عدد مشاهده شده را روی محور عمودی و دمای ذوب تصحیح شده را روی محور افقی ببرید. در نتیجه منحنی OA به دست می آید. به وسیله آن می توانید دماسنج را تصحیح کنید و دمای ذوب دقیق ترکیب را به دست آورید.



روش کار اندازه گیری دمای ذوب با استفاده از لوله‌ی موئین

نمونه‌ی کاملاً خشک و ساییده شده را در انتهای بسته‌ی یک لوله‌ی موئین به قطر دو میلی‌متر جای دهید. آسان‌ترین راه پرکردن لوله‌ی موئین آن است که مقدار کمی از نمونه را در یک شیشه‌ی ساعت کوچک بریزید و با انتهای یک لوله‌ی آزمایش تمیز آن را بسایید تا به شکل پودر درآید. چند بار نوک باز لوله‌ی موئین را آهسته به داخل جسم جامد بزنید. با برگرداندن لوله و زدن انتهای بسته‌ی لوله بر روی یک سطح محکم، می‌توان جسم جامد را به انتهای بسته‌ی لوله هدایت کرد. جسم باید در لوله متراکم شود؛ بهترین راه انجام این کار آن است که در خاتمه، لوله‌ی موئین را از درون یک لوله‌ی شیشه‌ای توخالی عمودی بلند روی یک سطح سخت رها کنید تا پودر از قسمت بالای لوله به ته آن انتقال یابد (دمای ذوب اجسام قابل تصعید را در لوله‌های موئین دوسر بسته انجام می‌دهند). نمونه باید به اندازه‌ای باشد که پس از عمل تراکم لوله‌ی موئین را تا عمق ۲-۳ میلی‌متر پر کند.

لوله‌ی موئین را به وسیله‌ی یک تکه نخ به دماسنج متصل کنید. خود نمونه باید در مجاورت حباب دماسنج باشد. پس از انجام این کار، دماسنج را در داخل حمام (آب، گلیسرین، روغن یا پارافین) قرار دهید. با استفاده از یک چراغ بونزن به آرامی درجه‌ی حرارت مایعی را که باید گرم شود، بالا ببرید. (حدود دو درجه‌ی سانتی‌گراد در دقیقه) درجه‌ای را که ابتدا فرایند ذوب مشاهده می‌شود و هم‌چنین درجه‌ای را که آخرین قسمت جامد ذوب می‌شود، ملاحظه نمایید و این درجه‌ها را به‌عنوان حدود تغییرات ذوب جسم یادداشت کنید. چون به این طریق باید برای رسیدن به دمای ذوب جسم جامدی که در حرارت بالا ذوب می‌شود، مقدار زیادی وقت صرف شود؛ بهتر است که دو نمونه از جامد مورد نظر را تهیه نمایید و نمونه‌ی اول را به سرعت گرم کنید و دمای ذوب تقریبی آن را اندازه بگیرید. پس از آن بگذارید تا مایع گرم خنک شود و به ۱۰-۱۵ درجه پایین‌تر از دمای ذوب تقریبی برسد. سپس لوله‌ی دوم را داخل کنید و دوباره مایع حمام را تا دمای ذوب جسم به آرامی حرارت دهید.



شکل ۲: اندازه‌گیری دمای ذوب (الف) با استفاده از لوله‌ی تیل (ب) با استفاده از حمام روغن

پرسش‌های مربوط به آزمایش اول

- ۱- خطاهایی را که ممکن است باعث دمای ذوب مشاهده‌شده برای یک ترکیب خالص شود، توضیح دهید:
- (الف) دمای ذوب پایین‌تر از مقدار واقعی
- (ب) دمای ذوب بالاتر از مقدار واقعی
- (ج) گسترش دامنه‌ی ذوب
- ۲- دانشجویی دمای ذوب یک ترکیب بلوری سفیدرنگ را ۱۱۱-۱۱۲ درجه‌ی سانتی‌گراد به دست آورد. برای دقت بیشتر، بعد از سرد شدن، با همان لوله‌ی موئین دمای ذوب آن جسم را اندازه‌گیری کرد. دمای ذوب را ۱۴۰ درجه‌ی سانتی‌گراد گزارش نمود. رفتار نمونه‌ی سردشده‌ای را که دوباره دمای ذوب آن اندازه‌گیری شد، توجیه کنید.
- ۳- (الف) چرا دمای ذوب یک ماده‌ی ناخالص به‌طور معمول کم‌تر از دمای ذوب ماده‌ی خالص آن است؟
- (ب) آیا دمای ذوب یک جسم بلوری با همان جسم به‌صورت پودر شده متفاوت است؟
- (ج) اگر جسمی در هنگام ذوب شدن تجزیه گردد، آیا دمای ذوب نشان‌داده شده صحیح است؟
- (د) سرعت حرارت‌دادن بسیار زیاد چه تأثیری روی دمای ذوب دارد؟
- ۴- دانشجویی دمای ذوب یک جسم مجهول را ۱۳۳ درجه‌ی سانتی‌گراد به‌دست آورده است. لیکن بر اساس اطلاعاتی که جدول زیر در اختیار او قرار می‌دهد، چندین ماده در این حدود دمای ذوب قرار دارد. این دانشجو با چه شیوه‌ای به پاسخ صحیح خواهد رسید؟

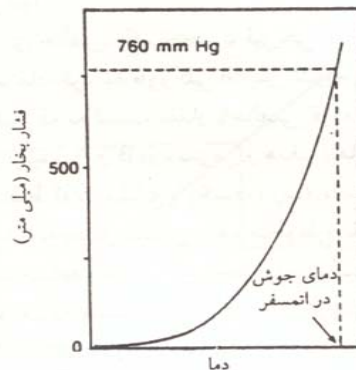
ترکیب	دمای ذوب (درجه‌ی سانتی‌گراد)
ترانس سینامیک‌اسید	۱۳۳
بنزوئین	۱۳۳
مالئیک‌اسید	۱۳۰
اوره	۱۳۳

- ۵- هر کدام از موارد زیر چه تأثیری در دمای ذوب دارد؟
- (الف) قطر زیاد لوله‌ی موئین مورد استفاده
- (ب) قطر بسیار کم لوله‌ی موئین مورد استفاده
- (ج) وجود حباب‌های هوا در بین مواد موجود در لوله‌ی موئین
- (د) وجود ناخالصی در ماده‌ی مورد استفاده
- ۶- درستی یا نادرستی عبارت‌های زیر را توضیح دهید:
- (الف) همیشه ناخالصی، دمای ذوب ترکیب‌ها را پایین می‌آورد.
- (ب) دمای ذوب آلی یک جسم آلی متبلور، همیشه دلالت بر یک ترکیب واحد خالص می‌کند.
- (ج) اگر مقداری از ترکیب A به ترکیب X اضافه شود و دمای ذوب X پایین بیاید، باید X با A یکسان باشد.
- (د) اگر مقداری از ترکیب A به ترکیب X اضافه شود و دمای ذوب X پایین بیاید، نمی‌توانند X با A یکسان باشد.
- ۷- دمای ذوب سدیم کلرید را ۸۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و دمای ذوب بنزوکائین ۹۱-۹۲ درجه‌ی سانتی‌گراد است. اگر مخلوطی از بنزوکائین و ۱۰ درصد سدیم کلرید وجود داشته باشد، دمای ذوب آن‌ها چه تغییری می‌کند؟
- ۸- دو دانشجو با داشتن مجهول‌های یکسان توسط دو دستگاه، دو دمای ذوب یکی ۱۲۰-۱۲۱ و دیگری ۱۲۸-۱۲۹ را گزارش می‌کنند. چگونه ممکن است بدون استاندارد نمودن دستگاه‌ها، یکسان بودن دو نمونه‌ی مجهول برای آن‌ها مشخص شود؟
- ۹- دو ترکیب X و Y دارای دمای ذوب یکسان و مشخصی هستند. ترکیب مجهول Z مشکوک به داشتن ساختاری یکسان با X و Y است. روشی برای تعیین Z بیان کرده، دلیل خود را توضیح دهید؟
- ۱۰- چه ثابت‌های فیزیکی به غیر از دمای ذوب و دماهای ذوب مخلوط را می‌توان برای شناسایی یک جامد آلی به‌کار برد؟

آزمایش ۲: تعیین دمای جوش

فشار بخار مایعات، بر اثر گرم شدن آن‌ها زیاد می‌شود؛ تا حدی که فشار بخار مایع برابر با فشار هوا می‌شود. در این حالت مایع شروع به جوشیدن می‌کند. این دما را دمای جوش مایع می‌نامند. به‌طور معمول دمای جوش در فشار ۷۶۰ میلی‌متر جیوه (یک اتمسفر) اندازه‌گیری می‌شود. هرگونه تغییر در فشار، سبب تغییر در دمای جوش می‌شود. با کاهش فشار دمای جوش نیز پایین می‌آید؛ زیرا انرژی گرمایی کم‌تری برای برقراری تعادل بین فشار بخار مایع و فشار هوا (که کم شده است) لازم است.

فشار بخار به درجه حرارت بستگی دارد. با توجه به منحنی فشار بخار برحسب دما برای آب (شکل ۳)، آب در دمای انجمادش فشار بخار کمی دارد (۴ - ۶ میلی‌متر جیوه)؛ ولی با افزایش درجه حرارت، فشار بخار نیز افزایش می‌یابد.



شکل ۳: منحنی فشار بخار یک مایع بر حسب دما

دمای جوش مایع در فشار یک اتمسفر را دمای جوش استاندارد یا نرمال آن مایع می‌نامند. برای مثال ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، دمای جوش استاندارد یا نرمال آب می‌باشد. در صورتی که فشار

استاندارد از ۷۶۰ میلی‌متر جیوه کم‌تر باشد، جوشش در دمای پایین‌تری صورت می‌گیرد؛ چون دمای جوش متناسب با فشار است. چنانچه دمای جوش در فشار دیگری (به‌جز ۷۶۰ میلی‌متر جیوه) تعیین شده باشد، باید فشار ذکر شود. برای پی‌بردن به مقدار این ارتباط، جدول ویژه‌ای به نام نوموگراف^۱ وجود دارد که در صورت نیاز می‌توان از استفاده کرد.

اکنون مایعی را در نظر بگیرید که در یک درجه حرارت معین در ظرف سرگشاده‌ای قرار دارد و مولکول‌های لایه‌ی بخار در بالای مایع می‌توانند از محوطه‌ی ظرف خارج شوند. بخاری که در بالای این نمونه است، از مولکول‌های هوا و نمونه تشکیل شده است. طبق قانون فشارهای جزیی دالتون، فشار کل خارجی در بالای مایع برابر با فشار بخار تعادل آن در درجه حرارت معین است. اگر درجه حرارت بالا رود، تعداد مولکول‌های نمونه در فضایی که در بالا و نزدیک مایع است افزایش می‌یابد و در نتیجه مقداری از هوا جابه‌جا می‌شود. در درجه حرارت بالا، فشار جزیی نمونه درصد بیش‌تری از فشار کل را تشکیل می‌دهد. با زیاد شدن درجه حرارت، این فرایند ادامه می‌یابد تا فشار بخار تعادل با فشار خارجی برابر شود و در این حال تمام هوا به‌طور کامل از ظرف خارج می‌شود. تبخیر باعث جابه‌جا شدن مولکول‌های گازی نمونه خواهد شد. بنابراین فشار بخار تعادل نمونه، یک حد نهایی دارد که به‌وسیله‌ی فشار خارجی معین می‌شوند. در این حد سرعت تبخیر مقدار زیادی افزایش می‌یابد.

عوامل مؤثر بر دمای جوش به‌طور خلاصه عبارتند از:

- ۱ - فشار وارد بر سطح مایع که با دمای جوش نسبت مستقیم دارد.
- ۲ - جرم مولکولی که در مورد هر دسته از ترکیب‌ها با افزایش جرم مولکولی، دمای جوش نیز افزایش می‌یابد.

- ۳ - ایجاد پیوندهای بین مولکولی مانند پیوند هیدروژنی که سبب افزایش دمای جوش می‌گردد.
- ۴ - استخلاف اتم یا گروه‌های اتمی به‌جای هیدروژن، سبب افزایش دمای جوش می‌گردد.
- ۵ - وجود شاخه در ترکیب‌ها، به‌طور معمول سبب کاهش دمای جوش نسبت به ترکیب بدون شاخه می‌گردد.
- ۶ - اثر ناخالصی‌ها روی دمای جوش به شدت تابع نوع ماده‌ی آلوده‌کننده است. اگر باقی‌مانده‌ی حلال‌های زود فرآر موجود باشند، اثرهای قابل ملاحظه‌ای مشاهده می‌شود. برعکس اضافه‌کردن ماده‌ای با همان دمای جوش (در حالت ایده‌آل) هیچ تأثیری ندارد. اغلب مقدار جزئی ناخالصی روی دمای جوش کم‌تر از دمای ذوب اثر می‌گذارد.

تصحیح دمای جوش

دمای جوش، یک ثابت فیزیکی مشخص است که در شناسایی مایعات استفاده‌ی زیادی دارد. اگرچه ناخالصی موجود، موجب کاهش یا افزایش دمای جوش مشاهده‌شده‌ی مایع می‌گردد، اما اندازه‌گیری دمای جوش برای تخمین خلوص مایع به دلیل وابستگی آن با تغییرات فشار و حساسیت متناوب هر مایع نسبت به ناخالصی، در مقایسه با نقش اندازه‌گیری دمای ذوب جامد برای تخمین خلوص آن، ناچیز و از اهمیت کم‌تری برخوردار است.

به دلیل وابستگی شدید دمای جوش با فشار محیط در اندازه‌گیری دمای جوش، فشار محیط نیز باید ثبت گردد. دمای جوش مایعات در متون شیمی در فشار ۷۶۰ میلی‌متر جیوه گزارش می‌شود؛ بنابراین لازم است تا با توجه به میزان اختلاف فشار نسبت به فشار استاندارد دمای جوش اندازه‌گیری‌شده تصحیح شود. پژوهشگرانی که در آزمایشگاه‌های مناطق مرتفع که فشار کم‌تری نسبت به سطح دریا

دارند، کار می‌کنند، مجموعه‌ای از روش‌های تقریبی به منظور تصحیح دمای جوش تجربی یافته‌اند. این شیوه‌ها با تقطیر تعدادی از ترکیب‌ها با دماهای جوش معین حاصل شده است. از اختلاف بین دمای جوش ثبت‌شده در متون شیمی و دمای جوش مشاهده‌شده، میزان تصحیح به‌دست آمده است. جدول ۲ مقدار تصحیح دمای جوش مایعات را به ازای ۱۰ میلی‌متر جیوه اختلاف فشار نشان می‌دهد. هرچه اختلاف فشار بیش‌تر شود، میزان تقریب افزایش می‌یابد. انحراف جزئی از فشار ۷۶۰ میلی‌متر جیوه (برای مثال ۵ میلی‌متر جیوه) در کارهای معمولی قابل صرف‌نظر کردن است. برای مثال اگر دمای جوش ترکیب در ۷۰۰ میلی‌متر جیوه برابر ۵ درجه‌ی سانتی‌گراد باشد، میزان تصحیح در دمای جوش را حساب کنید؟

تغییرات دمای جوش به ازای تغییرات کم فشار

دمای جوش بر حسب درجه‌ی سانتی‌گراد	دمای جوش بر حسب درجه‌ی کلوین	مایعات غیر تجمع‌پذیر	مایعات تجمع‌پذیر
۵۰	۳۲۳	۰٫۳۸	۰٫۳۲۰
۱۰۰	۳۷۳	۰٫۴۴	۰٫۳۷
۱۵۰	۴۲۳	۰٫۵۰	۰٫۴۲
۲۰۰	۴۷۳	۰٫۵۶	۰٫۴۶
۳۰۰	۵۷۳	۰٫۶۸	۰٫۵۶
۴۰۰	۶۷۳	۰٫۷۹	۰٫۶۵
۵۰۰	۷۷۳	۰٫۹۱	۰٫۷۶

جدول ۲: میزان تصحیح دمای جوش به ازای هر ۱۰ میلی‌متر جیوه اختلاف فشار

ابتدا دمای جوش مشاهده‌شده را به درجه‌ی کلوین تبدیل کنید؛ اگر مایع تجمع‌پذیر (آسوسیه) باشد، تقسیم بر ۱۰۲۰ (به ازای هر ۱۰ میلی‌متر جیوه) نمایید. برای مایعات غیرتجمع‌پذیر (غیر آسوسیه) تقسیم بر ۸۵۰ (به ازای هر ۱۰ میلی‌متر جیوه) کنید.

$$\frac{۵۰ + ۲۷۳}{۱۰۲۰} = ۰٫۳۱۶ = ۰٫۳۲$$

$$\frac{۵۰ + ۲۷۳}{۸۵۰} = ۰٫۳۸$$

پس عدد حاصل را (بر حسب تجمع پذیر بودن یا تجمع پذیر نبودن) در $\frac{۱۰۷۰۰ - ۷۶۰}{۱۰}$ ضرب می‌کنیم تا میزان تصحیح دمای جوش حاصل گردد.

(میزان تصحیح به‌ازای ۱۰ میلی‌لیتر اختلاف فشار) $\times (۱۰۷۰۰ - ۷۶۰) =$ میزان تصحیح در دمای جوش

(۰٫۳۸ یا ۰٫۳۲) $\times ۶ =$ میزان تصحیح در دمای جوش

با استفاده از مثال و جدول ۲، نتیجه می‌گیریم که به‌طور کلی، میزان تصحیح به‌ازای هر میلی‌متر جیوه اختلاف فشار، معادل ۱×۱۰^{-۴} برای مایعات تجمع‌پذیر و $۱٫۲ \times ۱۰^{-۴}$ برای مایعات غیر تجمع‌پذیر، دمای جوش ماده بر حسب کلویین می‌باشد. بنابراین برای انحراف‌های بیش از ۲۰ میلی‌متر جیوه نسبت به فشار ۷۶۰ میلی‌متر جیوه، می‌توان دمای جوش نرمال را توسط دو فرمول زیر به‌دست آورد. برای مایعات غیرتجمع‌پذیر از فرمول:

$$t = (t + ۲۷۳) \times (۷۶۰ - P) \times ۰٫۰۰۰۱۲ + t \text{ (مشاهده‌شده)} = t \text{ (تصحیح‌شده)}$$

برای مایعات تجمع‌پذیر از قبیل آب، الکل‌ها و کربوکسیلیک‌اسیدها

که دارای پیوند هیدروژنی هستند، از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$t = (t + ۲۷۳) \times (۷۶۰ - P) \times ۰٫۰۰۰۱ + t \text{ (مشاهده‌شده)} = t \text{ (تصحیح‌شده)}$$

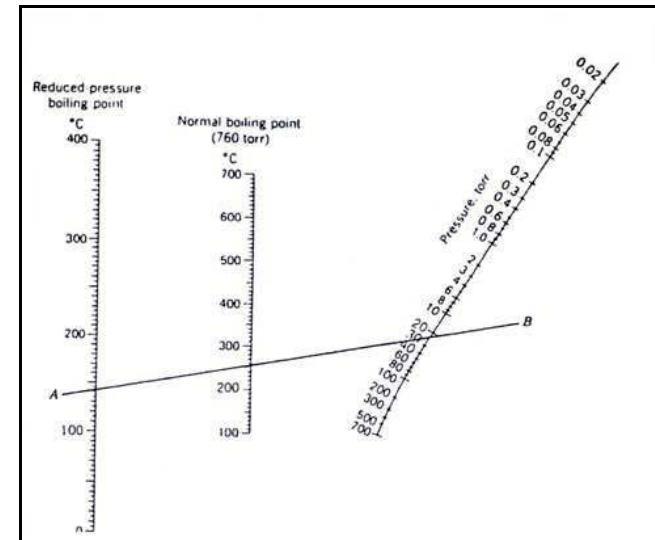
در فشار ۷۵۰ میلی‌متر جیوه دمای جوش بنزن ۷۹٫۷ درجه سانتی‌گراد مشاهده شده است. دمای تصحیح‌شده یا دمای جوش نرمال بنزن از رابطه‌ی مربوط به مایعات غیرتجمع‌پذیر محاسبه می‌شود:

$$t = (۲۷۳ + ۷۹٫۷) \times (۷۶۰ - ۷۵۰) \times ۰٫۰۰۰۱۲ + ۷۹٫۷ = t \text{ (تصحیح‌شده)}$$

مثال دیگر آن‌که متیل‌آنترانیلات (۲-آمینو-متیل‌بنزوات با طعم انگور) تحت فشار ۷۶۰ میلی‌متر جیوه در ۲۵۶ درجه سانتی‌گراد، ولی در ۱۵ میلی‌متر جیوه در ۱۳۵٫۵ درجه سانتی‌گراد به جوش می‌آید.

یک روش مفید برای پیش‌بینی دماهای جوش در فشار کاهش‌یافته این است که در بالای ۲۵ میلی‌متر جیوه به‌ازای هر بار نصف‌شدن

فشار، دمای جوش به اندازه‌ی ۲۵ درجه سانتی‌گراد کاهش می‌یابد و در پایین ۲۵ میلی‌متر جیوه به‌ازای هر بار نصف‌شدن فشار، دمای جوش به اندازه‌ی ۱۰ درجه سانتی‌گراد کاهش می‌یابد. با این روش می‌توان پیش‌بینی کرد که متیل‌آنترانیلات در فشار ۳۸۰ میلی‌متر جیوه باید حدود ۲۳۱ درجه سانتی‌گراد و یا در فشار ۳۴ میلی‌متر جیوه، حدود ۱۳۱ درجه سانتی‌گراد به جوش آید $(۱۳۱ = ۲۵ \times ۵) - ۲۵۶$ ، عدد ۵ حاصل پنج‌بار نصف‌کردن فشار است). ولی مشاهده می‌شود که این پیش‌بینی به‌طور کامل دقیق نیست. برای یک تخمین خوب می‌توان از نوموگراف استفاده کرد. نوموگراف نموداری است که معادله‌ای سه متغیره را با استفاده از سه مقیاس نشان می‌دهد. به‌طوری‌که یک خط مستقیم، سه مقیاس را طوری قطع می‌کند که مقادیر به‌دست آمده برای سه متغیر در معادله صدق کند. در واقع با رسم یک خط راست در این نمودار مقدار متغیر وابسته را از متغیر مستقل می‌یابیم.



شکل ۴: منحنی نوموگراف

اکنون دمای جوش متیل آنترانیلات در ۲۴ میلی‌متر جیوه را با استفاده از نوموگراف پیدا می‌کنیم. برای این کار خط (A-B) را روی نوموگراف رسم کنید تا مقیاس عمودی، دمای جوش نرمال در ۲۵۶ درجه‌ی سانتی‌گراد و منحنی خمیده (متغیر مستقل) را در ۲۴ میلی‌متر جیوه قطع نماید. این خط افقی در ۱۴۲ درجه‌ی سانتی‌گراد مقیاس عمودی دمای جوش در فشار کاهش‌یافته را قطع می‌کند.

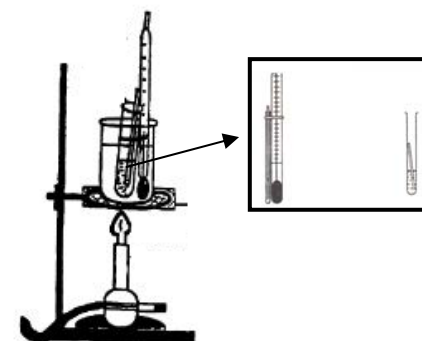
جهت تخمین هر یک از موارد زیر از نوموگراف استفاده می‌شود:

- ۱- تعیین دمای جوش در فشار کاهش‌یافته توسط دمای جوش نرمال
 - ۲- تعیین دمای جوش نرمال توسط دماهای جوش در فشار کاهش‌یافته
 - ۳- تعیین دمای جوش در فشار کاهش‌یافته از یک دمای جوش دیگر در فشار کاهش‌یافته، به وسیله‌ی یافتن یک دمای جوش نرمال واسط.
- نوموگراف برای مایعاتی که پیوند هیدروژنی ندارند، کاربرد بهتری دارد.

روش کار تعیین دمای جوش به روش میکرو (لوله‌ی موئین یا سیولوبوف)^۱

لوله‌ی موئینی که یک طرف آن توسط شعله مسدود شده، به وسیله‌ی نخ به یک دماسنج ببندید، به طوری که مخزن جیوه‌ی آن برابر دهانه‌ی باز لوله‌ی موئین باشد. سپس دماسنج را به نحوی داخل لوله‌ی آزمایش محتوی یک میلی‌لیتر مایع مورد نظر آویزان نمایید که مخزن جیوه‌ی آن داخل مایع قرار گرفته، ولی به انتهای لوله‌ی آزمایش متصل نباشد. سپس لوله‌ی آزمایش محتوی مایع و دماسنج را در حمام روغن یا پارافین قرار داده، به آرامی حرارت دهید. در نزدیکی دمای جوش مایع، از دهانه‌ی لوله‌ی موئین حباب خارج می‌شود. چند لحظه حرارت را قطع نموده تا درجه‌ی دماسنج در دمای ثابت قرار گیرد. دوباره حرارت

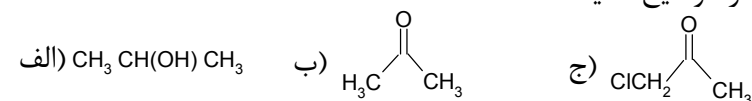
بدهید تا مایع کمی بجوشد. در این حالت که به سرعت حباب‌ها از دهانه‌ی لوله‌ی موئین خارج می‌شوند. حرارت را قطع کنید؛ در این حالت سرعت خروج حباب‌ها کم می‌شود. لحظه‌ای که آخرین حباب از دهانه‌ی لوله‌ی موئین خارج و قبل از این که مایع وارد لوله‌ی موئین شود، درجه‌ی دماسنج، دمای جوش را نشان می‌دهد. جهت حاصل کردن اطمینان، آزمایش را چند بار تکرار کنید. ولی در هر مرحله آزمایش لوله‌ی موئین را عوض کنید.



شکل ۵: تعیین دمای جوش به روش میکرو

پرسش‌های مربوط به آزمایش دوم

- ۱- به منظور تعیین دمای جوش به روش میکرو، دمای دقیق چه هنگامی خوانده می‌شود؟ بحث کنید.
- ۲- هر یک از این موارد چگونه بر دمای جوش اثر می‌گذارد؟ جرم مولکولی، استخلاف و ناخالصی غیرفرار
- ۳- مایعات زیر را به ترتیب افزایش دمای جوش مرتب کنید و دلایل خود را توضیح دهید:



آزمایش ۳: تقطیر ساده

در آزمایشگاه شیمی آلی، تقطیر یکی از روش‌های اساسی برای خالص‌سازی مایعات فرار است که مواد به‌وسیله‌ی حرارت، تبخیر شده و پس از سرد شدن، متراکم می‌شوند. با آن‌که روش‌های متفاوتی برای تقطیر وجود دارد، ولی انتخاب یک روش مناسب، بستگی به ویژگی‌های مایع تقطیرشونده و ناخالصی‌های موجود دارد. معمولی‌ترین روش‌های تقطیر عبارتند از: تقطیر ساده، تقطیر جزء‌به‌جزء، تقطیر با بخار آب، تقطیر در فشار کاهش یافته.

وجود ناخالصی‌های غیر فرار در مایع، سبب کاهش فشار بخار مایع می‌شود؛ زیرا وجود جزء غیر فرار به مقدار زیاد، غلظت جزء اصلی فرار را پایین می‌آورد و قابلیت تبخیر مایع کم می‌شود. این جزء پس از تقطیر در باقی‌مانده‌ی تقطیر باقی می‌ماند. جزء اصلی بخارهای سطح مایع را، جسم فرار تشکیل می‌دهد (قانون راولت و دالتون).

اگر مخلوطی از دو یا چند مایع وجود داشته باشد که دمای جوش آن‌ها به حد کافی متفاوت باشند، جدا کردن آن‌ها از طریق تقطیر ساده امکان‌پذیر است. ابتدا مایعی که دمای جوش کم‌تری دارد، تقطیر می‌شود، سپس اجزای دیگر مخلوط، به تناسب افزایش دمای جوش آن‌ها تقطیر و از هم جدا می‌شوند. برای انجام یک تقطیر ساده، بالن تقطیر، خنک‌کننده، رابط تقطیر، دماسنج و ظرف دریافت‌کننده لازم است. روش آماده‌کردن دستگاه مطابق شکل ۶ می‌باشد.

رعایت نکته‌های زیر در انجام تقطیر لازم است:

- ۱ - حجم مایع تقطیرشده‌ی، نباید از دوسوم حجم بالن بیش‌تر باشد.
- ۲ - انداختن چند عدد سنگ جوش (دو یا سه عدد) در بالن تقطیر، به منظور توزیع یکنواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع لازم است.
- ۳ - مخزن جیوه‌ی دماسنج باید پایین‌تر از شاخه‌ی جانبی رابط، در محل جریان بخارها قرار گیرد تا دمای جوش به دقت تعیین شود.

۴- دمای جوش مایعی در کنار دریا ۲۷۰ درجه‌ی سانتی‌گراد است. اگر

فشار به یک‌پنجم کاهش یابد، دمای جوش چه تغییری می‌کند؟

۵- هریک از موارد زیر را به طور مختصر توضیح دهید:

الف) تغییر فشار روی دمای جوش مایع تجمع‌پذیر تأثیر بیش‌تری دارد یا غیر تجمع‌پذیر؟

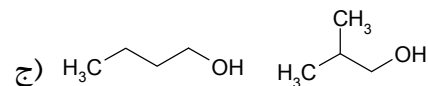
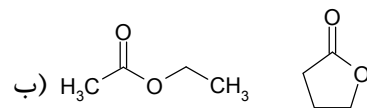
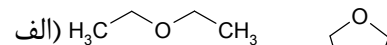
ب) چگونه دمای زیر ۴۰- و بالای ۳۶۰ درجه را تعیین می‌کنید؟

۶- در انتخاب منبع حرارتی در اندازه‌گیری دمای ذوب و جوش مواد گوناگون، چگونگی و شرایط انتخاب نوع حمام (آب، پارافین، روغن و سولفوریک‌اسید) را با ذکر دلیل توضیح دهید.

۷- دانشجویی قصد داشت دمای جوش یک مایع مجهول را اندازه‌گیری نماید. در هنگام انجام آزمایش، در حالی که مایع مجهول داخل لوله‌ی آزمایش در حال جوشیدن بود، هیچ‌حبابی از انتهای لوله‌ی مویین خارج نمی‌شد. این نتیجه را توجیه کنید.

۸- یک مایع مشخصی در دمای ثابتی می‌جوشد؛ آیا می‌توان گفت به دلیل ثابت‌بودن دمای جوش، این مایع خالص است؟ توضیح دهید.

۹- کدام جفت از ترکیب‌های زیر، دمای جوش بالاتری دارد؟



۱۰- چه ثابت‌های فیزیکی به غیر از دمای جوش می‌توان برای

شناسایی یک مایع آلی به‌کار برد؟

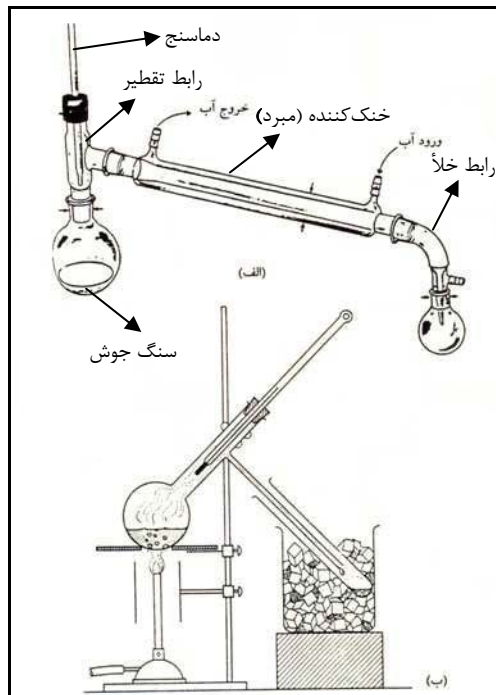
روش کار تقطیر ساده

در یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۳۰ میلی‌لیتر استون، ۳۰ میلی‌لیتر آب و ۳ عدد سنگ جوش بیفزایید. پنج ظرف کوچک (بشر یا ارلن تمیز و خشک) را برای جمع‌آوری اجزای گوناگون حاصل از تقطیر اختصاص دهید و شماره‌گذاری نمایید. سپس دستگاه تقطیر ساده را سوار کنید. محل اتصالات را کمی چرب کرده تا بعد از پایان کار اجزای دستگاه به راحتی از یک‌دیگر جدا شود. گیره‌های اتصال را امتحان کنید تا سست نباشند. به محل قرار گرفتن حباب دماسنج که اهمیت ویژه‌ای دارد، توجه کنید. پس از اطمینان از محکم‌بودن رابط‌ها و دستگاه، جریان آرامی از آب سرد را برقرار سازید. سپس بالن را با چراغ گاز حرارت دهید؛ به طوری که نوک شعله درست زیر توری سیمی و در تماس با آن باشد. شعله را از جریان هوا محفوظ نگه دارید تا بتوانید حرارت را تنظیم نمایید. به محض شروع جوشش، بخارهای برگشت‌شده به دماسنج می‌رسد، در این لحظه شعله را طوری تنظیم نمایید که تقطیر با سرعت یک قطره در ثانیه به طور یکنواخت ادامه یابد. ظرف گیرنده را به ترتیب زیر در قسمت انتهای خنک‌کننده قرار داده، مقطره را جمع‌آوری کنید:

- (۱) ۵۴ - ۶۰ درجه‌ی سانتی‌گراد (۲) ۶۰ - ۷۰ درجه‌ی سانتی‌گراد
 (۳) ۷۰ - ۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد (۴) ۸۰ - ۹۳ درجه‌ی سانتی‌گراد
 (۵) باقی‌مانده

در دماهای ذکرشده، ظرف گردآورنده را تعویض کنید. هنگامی که دماسنج دمای ۹۵ درجه‌ی سانتی‌گراد را نشان می‌دهد، تقطیر را قطع و بالن تقطیر را سرد نمایید. اجازه دهید تا قطرات از داخل خنک‌کننده به ظرف انتقال یابد. باقی‌مانده را به ظرف ۵ منتقل نمایید. حجم‌ها را ثبت و منحنی دمای تقطیر را بر حسب حجم مقطره، رسم نمایید.

- ۴ - اتصال صحیح لوله‌ی ورود و خروج آب به خنک‌کننده باید مورد توجه قرار گیرد.
 ۵ - باید محل ارتباط و تماس شیشه‌آلات را با گریس، روغن کاری کرد. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل‌شدن وسایل شیشه‌ای بر اثر گرما ضروری است.
 ۶ - سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمای لازم) یک تا دو قطره در هر ثانیه باشد.
 ۷ - بالن تقطیر را هیچ‌گاه نباید تا خشک‌شدن کامل گرم کرد.

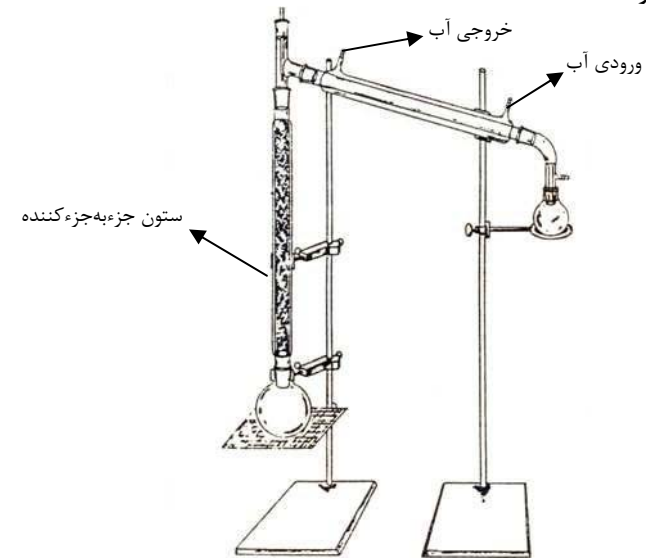


شکل ۶: دستگاه تقطیر ساده

الف) دستگاه تقطیر با خنک‌کننده ب) دستگاه تقطیر ساده‌تر (بدون خنک‌کننده)

آزمایش ۴: تقطیر جزء به جزء

چنانچه تفاوت دمای جوش اجزای موجود در مخلوط زیاد نباشد، از طریق تقطیر ساده نمی‌توان آن‌ها را جدا کرد. در این‌گونه موارد از روش تقطیر جزء به جزء استفاده می‌شود. در این روش یک ستون تقطیر بین بالن تقطیر و خنک‌کننده قرار می‌گیرد. در طول این ستون، چندین بار عمل تبدیل بخار به مایع انجام می‌شود و در هر بار بخار از ترکیبی که دارای دمای جوش کم‌تری است، غنی می‌شود. وقتی بخار به انتهای ستون می‌رسد و وارد خنک‌کننده می‌شود، فقط بخارهای یک جزء (با دمای جوش کم‌تر) است که در اثر میعان به قطرات مایع تبدیل می‌شود.



شکل ۷: دستگاه تقطیر جزء به جزء

طول و نوع ستون و در برخی موارد پرکننده‌ای که برای داخل ستون لازم است، با در نظر گرفتن اجزای مخلوط انتخاب می‌شود. برای

پرسش‌های مربوط به آزمایش سوم

۱- در دمای ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، فشار بخار آب، متانول و اتانول به ترتیب ۷۶۰، ۲۶۲۵ و ۱۶۹۴ است. ترتیب خروج مواد از دستگاه تقطیر را بنویسید.

۲- دانشجویی دمای جوش ترکیب ناشناخته‌ای را ۱۲۴ درجه‌ی سانتی‌گراد گزارش کرد. بعد از تقطیر ساده، ترکیب دمای جوش ۱۱۶-۱۱۷ درجه‌ی سانتی‌گراد داشت. در صورت خالص بودن ترکیب و استاندارد بودن دماسنج، دانشجو چه خطایی در نصب دستگاه تقطیر انجام داده است؟

۳- فرض کنید بالن تقطیری به حجم ۲۵۰ میلی‌لیتر در اختیار دارید و حجم مایع مورد تقطیر ۳۵ میلی‌لیتر است. با وجود رسیدن مایع به دمای جوش، خروج مقطره از سردکننده مشاهده نمی‌شود؟ چرا؟

۴- ورودی آب سرد و خروجی آب گرم در دستگاه تقطیر چگونه است؟ توضیح دهید.

۵- در جریان هم‌تقطیری دمای جوش مخلوط تقطیرشونده، همیشه کم‌تر از دمای جوش فرآرترین جزء موجود در مخلوط است. این نتیجه را چگونه را توجیه می‌کنید؟

۶- چرا در تقطیر وقتی دمای مایع به جوش می‌رسد، تمام مخلوط یک‌باره تبخیر نمی‌شود؟

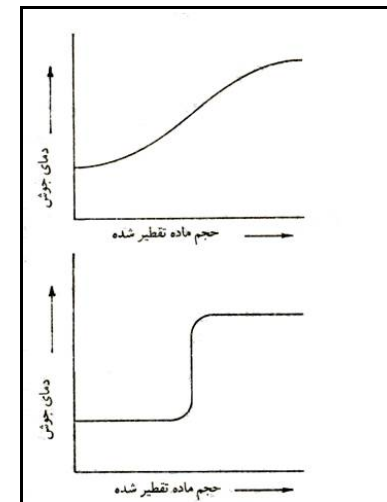
۷- در آزمایش تقطیر ساده‌ی مخلوط آب و استون:

الف) اگر به جای استون، از اتانول استفاده شود، در شکل منحنی چه تغییری حاصل می‌شود؟ توضیح دهید.

ب) اگر حجم آب دو برابر استون انتخاب شود (۶۰ به ۳۰)، در شکل منحنی تقطیر چه تغییری حاصل می‌شود؟ در این مورد بحث کنید و چگونگی تفکیک استون از آب را بررسی نمایید.

پرسش‌های مربوط به آزمایش چهارم

- ۱- دو منحنی حجم تقطیر را در شکل زیر مشاهده می‌نمایید. به سؤال‌های زیر جواب دهید:
 - (الف) درباره‌ی هریک از منحنی‌ها و سازوکار فرایند تقطیر توضیح دهید.
 - (ب) کدام روش را ترجیح می‌دهید، چرا؟
 - (ج) برای افزایش بازدهی در تقطیر جزءبه‌جزء دو ماده‌ی فرار با دمای جوش نزدیک به هم، چه نوع ستونی را پیشنهاد می‌کنید؟
 - (د) در صنعت نمی‌توان الکل غلیظ‌تر از ۹۵٫۵ درصد را تهیه کرد. چه شیوه‌ی آزمایشگاهی برای تهیه‌ی الکل غلیظ‌تر می‌شناسید؟ درجه‌ی الکلی چیست؟



- ۲- در دستگاه تقطیر جزءبه‌جزء، چرا در ستون تقطیر از پایین به طرف بالای ستون، نسبت اجزا با دمای جوش پایین‌تر بیشتر می‌شود؟
- ۳- اگر گرمای مورد نیاز به سرعت برای بالن تقطیر تأمین شود، توانایی جداسازی دو مایع به‌وسیله‌ی تقطیر جزءبه‌جزء به‌طور مؤثری کاهش می‌یابد. چرا؟

جداسازی مخلوطی که دمای جوش اجزای آن حدود ۱۵ تا ۲۰ درجه‌ی سانتی‌گراد تفاوت دارند، به‌طور معمول از ستون ویگرو استفاده می‌شود. این ستون دارای برجستگی‌های خارمانند شیشه‌ای در سطح خارجی است که سطح زیادی را به وجود می‌آورد. سطح زیاد سبب بیش‌تر شدن مراحل بخار - میعان می‌شود.

دستگاه تقطیر جزءبه‌جزء در شکل ۷ نشان داده شده است. توجه دارید که اختلاف اصلی بین دستگاه تقطیر ساده و دستگاه تقطیر جزءبه‌جزء ستون اضافی جداکننده است.

روش کار تقطیر جزءبه‌جزء

با استفاده از ستون ویگرو یا هر ستون مناسب دیگر، دستگاه تقطیر جزءبه‌جزء را آماده کنید. در بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۳۰ میلی‌لیتر استون، ۳۰ میلی‌لیتر آب و چند دانه سنگ جوش اضافه کنید. پنج ارلن کوچک را برای جمع‌آوری اجزای متفاوت شماره‌گذاری نمایید. سپس مانند تقطیر ساده، تمام موارد ذکرشده را انجام دهید. حجم مقطره‌ی از ۱ تا ۵ را اندازه‌گیری کنید و منحنی تقطیر را رسم کرده، با منحنی تقطیر ساده مقایسه کنید و درباره‌ی آن بحث نمایید.

آزمایش ۵: تقطیر به وسیله بخار آب

می‌دانیم که مجموع دو مایع مخلوط‌نشده، از هر کدام از دو مایع، به صورت تنها (مجزا) در دمای پایین‌تری می‌جوشد. چنانچه یکی از دو مایع آب باشد و فرایند تقطیر انجام شود، آن را تقطیر همراه با بخار آب می‌گویند. بنابراین مایع مورد نظر زیر ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد تقطیر می‌شود. بدین ترتیب، یک ترکیب که در آب بسیار نامحلول است، به صورت مخلوط با آب تقطیر می‌شود و موادی را که دمای جوش آن‌ها خیلی بالاتر از ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد است، به راحتی می‌توان تقطیر کرد. در آزمایشگاه آلی، آب یک جزء بسیار معمول و مفید می‌باشد. با عبور مستقیم بخار آب از درون بالن تقطیر، می‌توان بسیاری از ترکیب‌ها را تقطیر کرد.

بنابراین، اگر ماده‌ی مورد نظر در دماهای بالا ناپایدار باشد و یا تجزیه شود، با این روش می‌توان آن را تقطیر نمود. این روش را می‌توان در مورد جداسازی ترکیب‌های طبیعی از بافت‌ها، سلول‌ها، روغن‌های اسانسی گیاهان و به‌طور کلی موادی که با آب پیوند هیدروژنی تشکیل می‌دهند، مورد استفاده قرار داد. این روش برای جداسازی محصول یک واکنش در مخلوط‌های قیرمانند نیز مفید می‌باشد. بدیهی است که این روش، برای موادی که در اثر تماس زیاد با بخار آب تجزیه می‌شوند یا با آب واکنش می‌دهند، مناسب نیست.

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

بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری تمیزی فراهم کنید. مقدار ۵-۱۰ گرم از گل‌برگ گل محمدی (موارد دیگر به دلخواه) و ۱۷۵ میلی‌لیتر آب را به بالن بیفزایید. مخلوط را حرارت داده، تقطیر را شروع کنید. وقتی در حدود ۱۲۰ میلی‌لیتر مقطره به‌دست آمد، تقطیر را متوقف کنید. در

۴- دانشجویی تقطیر مخلوط دو مایع را انجام داده و با دو تقطیر ساده و جزءبه‌جزء نتایج زیر را به‌دست آورده است؛ این دانشجو چگونه می‌تواند با استفاده از تقطیر ساده نتایجی در حدود تقطیر جزءبه‌جزء به‌دست آورد؟

حجم در تقطیر جزءبه‌جزء	حجم در تقطیر ساده	دما (درجه‌ی سانتی‌گراد)
۲۵ میلی‌لیتر	۱۵ میلی‌لیتر	۱۱۰-۱۱۰
۲ میلی‌لیتر	۱۲ میلی‌لیتر	۱۲۰-۱۱۰
۳ میلی‌لیتر	۸ میلی‌لیتر	۱۳۵-۱۲۰
۲۵ میلی‌لیتر	۲۰ میلی‌لیتر	۱۵۰-۱۳۵

۵- چرا باید مایع در حال برگشت از ستون تقطیر، همواره وجود داشته باشد تا کارایی تقطیر جزءبه‌جزء بالا رود؟

۶- چرا ستون در یک دستگاه تقطیر جزءبه‌جزء باید تا آنجا که ممکن است، عمودی باشد؟

۷- اگر حرارت تولیدشده برای بالن تقطیر بسیار سریع باشد، توانایی جداکردن دو مایع با تقطیر جزءبه‌جزء ممکن است کاهش یابد. علت را توضیح دهید.

۸- برای جداسازی مواد زیر، چه روشی را پیشنهاد می‌کنید؟

(الف) آب آشامیدن و آب دریا

(ب) دی‌اتیل‌اتر با دمای جوش ۳۵ درجه‌ی سانتی‌گراد و پارا-دی‌کلرو بنزن با دمای جوش ۱۷۴ درجه‌ی سانتی‌گراد.

(ج) دی‌اتیل‌اتر از کربن‌تتراکلرید

۹- در روش تقطیر برای جداسازی مواد:

(الف) بالن باید به چه صورتی باشد؟

(ب) اندازه‌ی بالن باید چه‌قدر باشد؟

(ج) چرا نباید از بالن‌های بزرگ استفاده کرد؟

۱۰- آیا می‌توان در هر نوع تقطیر از شعله استفاده کرد؟ مثال بزنید.

آزمایش ۶: تبلور مجدد (نوبلور کردن)

محصول‌های واکنش‌های شیمیایی به‌ندرت از درجه‌ی خلوص بالایی برخوردار می‌باشند. به منظور دستیابی به درجه‌ی خلوص مناسب، نیاز به انجام فرآیندهای خالص‌سازی است. تبلور مجدد یکی از روش‌های معمولی برای خالص‌سازی است. این روش شامل حل‌نمودن بلورهای ناخالص در یک حلال مناسب داغ و سپس سردنمودن محلول می‌باشد. سردنمودن باعث تشکیل بلورهای محصول با شکل‌ها و آرایش‌های بسیار جالب و زیبا می‌شود و ناخالصی‌ها در حلال سرد به صورت محلول باقی می‌ماند.

تبلور مجدد به روش انحلال شامل مراحل زیر است:

- ۱- انتخاب حلال مناسب
- ۲- انحلال جسم مورد نظر در دمای جوش حلال یا نزدیک آن
- ۳- افزودن زغال رنگ‌بر برای جذب ناخالصی‌های رنگی
- ۴- صاف کردن محلول داغ برای جدا کردن ناخالصی‌های نامحلول
- ۵- تبلور از محلولی که در حال سرد شدن است.
- ۶- جدا کردن بلورها از محلولی که در آن شناور هستند.
- ۷- شست‌وشوی بلورها برای خارج کردن محلولی که به آن‌ها آغشته است.

۸- خشک کردن بلورها

انتخاب حلال

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

- ۱- باید ضریب حرارتی آن برای ترکیب مربوط و ناخالصی‌ها مناسب باشد؛ یعنی باید ترکیبی که خالص می‌شود به‌طور ایده‌آل و کامل در

صورتی که مقطره کدر و دارای قطره‌های روغنی باشد، این روغن اسانسی، عطر موجود در گل و محلول شفاف شامل مواد محلول در آب (گلاب) می‌باشد.

پرسش‌های مربوط به آزمایش پنجم

۱- یک دانشجو می‌خواهد دمای جوش مایعی را که تقریباً بالا است، به‌دست آورد. دمای تقطیر مشاهده‌شده در نوسان است. دلیل آن را توجیه کنید و راه‌کاری پیشنهاد نمایید.

۲- در واکنش نیترودار کردن فنل، مخلوطی از محصول‌ها تشکیل می‌شود. چگونه با استفاده از تقطیر با بخار آب، می‌توان آن‌ها را از یک‌دیگر جدا کرد؟

۳- فشار بخار آب در دمای ۵۰ درجه‌ی سانتی‌گراد، ۹۳ میلی‌متر جیوه و برای برموبنزن ۱۷ میلی‌متر جیوه است. مقدار ترکیب حاصل از تقطیر با بخار آب برموبنزن در فشار کاهش‌یافته‌ی ۱۱۰ میلی‌متر جیوه چه قدر است. این مقدار را با مقدار حاصل از تقطیر با بخار آب در فشار اتمسفر مقایسه نمایید.

۴- در تقطیر معمولی یک مایع را در بالن می‌ریزند و در فشار معمولی یا فشار کم گرم می‌کنند تا تقطیر کامل شود. در روش تقطیر اصلاح‌شده که آن را **تقطیر لحظه‌ای** می‌نامند، مایع را با همان سرعتی که تقطیر می‌شود، به داخل بالن تقطیر می‌چکانند. به‌طوری که در هر لحظه مقدار کمی مایع در بالن وجود داشته باشد. تقطیر لحظه‌ای چه امتیازی ممکن است داشته باشد و در چه شرایطی استفاده می‌شود؟

۵- به نظر شما چه تفاوت‌ها و شباهت‌هایی در گلاب‌گیری سنتی و آزمایشگاهی وجود دارد؟

۶- اسانس گل محمدی را چگونه از محلول گلاب جدا می‌کنند؟

از: آب-الکل، اترنفت-بنزین، استیک اسید-آب، اتر-الکل، اتر-اترنفت، مخلوط حلال‌هایی مانند بنزن-الکل، به ندرت مصرف دارند. جدول ۳ بر حسب کاهش قطبیت حلال‌ها تدوین شده است:

فرمول	نوع ترکیب	کاهش قطبی بودن
H ₂ O	آب	↓
RCOOH	اسیدهای آلی (استیک اسید)	
RCON(Me) ₂	آمیدها (N,N-دی‌متیل‌فرمامید)	
ROH	الکل‌ها (متانول و اتانول)	
R ₂ N	آمین‌ها (تری‌متیل‌آمین)	
RCOH	آلدییدها و کتون‌ها	
RCOOR	استرها (اتیل استات)	
RX	CHCl ₃ >CH ₂ Cl ₂ >CCl ₄	
ROR	اترها (دی‌اتیل اتر)	
ArH	آروماتیک‌ها (بنزن و تولوئن)	

جدول ۳: انواع حلال در نوبلور کردن

انحلال جسم ناخالص

برای اجتناب از تنفس بخارهای حلال، بهترین راه برای انجام دادن اعمال زیر آن است که آزمایش را زیر هودی که تهویه می‌شود، انجام داد. تمام حلال‌های آلی، به جز آب، قابل اشتعال یا تا حدودی سمی هستند یا هر دو حالت را دارند.

جسم جامد مورد آزمایش را همراه با چند میلی‌لیتر حلال مورد نظر، در ارلنی با اندازه‌ی مناسب می‌گذارند. نگهداری چند بلور از جسم ناخالص روش آزمایشگاهی مفیدی است؛ ممکن است این بلورها در صورت مواجه شدن با مشکلاتی در مرحله‌ی تبلور، برای شروع تبلور لازم باشند. سپس در حالی که مخلوط را برای جلوگیری از جهش مخلوط جوشان به‌طور مداوم هم می‌زنند، آن را با اجاق برقی یا حمام بخار تا دمای جوش حرارت می‌دهند. فقط چنانچه حلال یا حلال‌های مصرفی قابل اشتعال نباشد، می‌توان بدون این‌که با سرعت زیاد حرارت

حلال داغ حل شود، ولی در سرما به نسبت نامحلول باشد و حداقل باید ناخالصی‌ها در حلال سرد به صورت محلول باقی بمانند. امکان دیگر آن است که ناخالصی‌ها در محلول داغ حل نشوند؛ از چنین محلولی می‌توان ناخالصی‌ها را جدا کرد.

۲- دمای جوش حلال باید به حد کافی پایین باشد تا در مرحله‌ی نهایی که جسم خشک می‌شود، بتوان حلال را به آسانی از بلورها خارج کرد.

۳- بهتر است که دمای جوش حلال کم‌تر از دمای ذوب جسم باشد.

۴- از نظر شیمیایی نباید حلال با ترکیبی که خالص می‌شود، واکنشی بدهد.

می‌توان با مراجعه به منابع و مراجع شیمی، اطلاعات مربوط به حلال مناسب را به دست آورد. در غیر این صورت باید به کار بردن مقدار کمی از ماده، از راه تجربی حلال مناسب را پیدا کرد. در صورتی که انجام این کار لازم باشد، باید برخی از اصول کلی انحلال را در نظر داشته باشید: به‌طور معمول ترکیب‌های قطبی در حلال غیر قطبی نامحلول هستند و در حلال‌های قطبی حل می‌شوند؛ برعکس، ترکیب‌های غیر قطبی محلول هستند. این روابط حلالیت را در عبارت «اجسام هم‌جنس یک‌دیگر را حل می‌کنند» خلاصه می‌کنند. بنابراین بعید است که یک ترکیب بسیار قطبی در یک حلال داغ غیر قطبی حل شود، ولی ممکن است به خوبی در یک حلال سرد بسیار قطبی حل گردد و در نتیجه با قطبیت متوسط خواهد بود.

در بعضی موارد مخلوط حلال‌ها به خوبی عمل می‌کنند. در این حالت، قابلیت انحلال جسم در یک حلال با افزایش حلال دیگری که جسم در آن خیلی کم‌تر محلول باشد، کاهش داده می‌شود. تعدادی از زوج حلال‌های مخلوط که اغلب مورد استفاده قرار می‌گیرند؛ عبارتند

داده شود، از چراغ بونزن استفاده کرد. به مخلوط جوشان کم کم حلال بیش تر اضافه می کنند تا حلال جوشان فقط به اندازه ی کافی، برای حل کردن جسم موجود باشد. چنانچه صاف کردن محلول داغ لازم باشد، بهتر است در این زمان برای جلوگیری از تبلور نابهنگام در صاف کردن محلول ۲ تا ۵ درصد حلال افزوده شود. برای افزایش میزان بازبایی بلورهای خالص شده، باید از مصرف مقدار زیاد حلال اضافی اجتناب کرد. جسم جامد حتی در محلول سرد، تا حدودی در محلول باقی می ماند و میزان بازدهی مقداری کاهش می یابد؛ این مقدار به میزان این انحلال و مقدار حلال موجود بستگی دارد.

چنانچه در نزدیکی پایان انحلال، به نظر برسد که حلال اضافی، جسم را دیگر حل نمی کند، به خصوص هنگامی که فقط مقدار کمی از جسم باقی مانده است (حلال به اندازه ی کافی افزوده شده است)، امکان دارد که جسم جامد باقی مانده شامل ناخالصی های نامحلول باشد و در این صورت می توان آن ها را در مرحله ی صاف کردن محلول داغ جدا کرد.

اضافه کردن زغال رنگبر

چنانچه در محلول ناخالصی های رنگین موجود باشد، اغلب با افزایش کمی زغال رنگبر به محلول داغ (نه در حال جوش)، می توان آن ها را خارج کرد. کربن رنگبر یک زغال پودر با سطح وسیع بیش از ۲۰۰۰ متر مربع به ازای هر گرم زغال می باشد. زغال شامل پیوندهای چندگانه ی زیاد و تعدادی اتم ناجور می باشد. به ویژه اکسیژن به صورت گروه هیدروکسیل وجود دارد که ناخالصی ها به وسیله ی پیوندهای هیدروژنی به آن متصل می شود. جاذب ترین زغال از چوب ساخته شده است. زغال حیوانی شامل مقادیر قابل توجهی از فسفر و کلسیم

می باشد که اثر کمی دارند. برخی از زغال چوب ها که در دسترس هستند از Darco، Norit و Nuchar تهیه شده است.

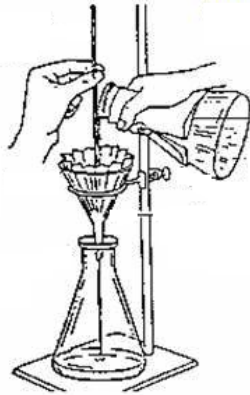
مقدار زغال رنگبر مورد احتیاج به ندرت بیش از مقداری است که می تواند در نوک یک کاردک کوچک جای گیرد. ناخالصی ها به خصوص ناخالصی های رنگین در سطح ذرات زغال جذب و هنگام گذراندن محلول از صافی خارج می شوند. در صورتی که زغال به مقدار بسیار زیاد مصرف شود، مقداری از جسم مورد نظر جذب می گردد. در نتیجه در این مرحله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

صاف کردن محلول داغ

برای خارج کردن ناخالصی های نامحلول (همچنین گرد و خاک و کربن رنگبر در صورت مصرف) محلول داغ را به کمک جاذبه ی زمین صاف می کنند. اغلب می توان این مرحله را در صورت عدم وجود ناخالصی های نامحلول و شفاف بودن محلول حذف کرد. صافی مکنده مطلوب نیست؛ زیرا تبخیر حلال داغ در فشار کم باعث سرد شدن و همچنین تغلیظ محلول و منجر به تبلور نابهنگام می شود. برای صاف کردن محلول در یک ارلن دیگر، باید از قیف شیشه ای ساقه کوتاه یا بدون ساقه و کاغذ صافی چین دار استفاده نمود.

مصرف کاغذ صافی چین دار برای آن است که صاف کردن سریع تر انجام شود. قسمت بالای کاغذ صافی نباید از بالای قیف تجاوز کند. برای افزایش میزان کارایی صافی، مایع داغ را در قسمت بالایی کاغذ صافی بریزید؛ بدین ترتیب محلول با سطح بیش تری از کاغذ صافی تماس پیدا می کند و در نتیجه سریع تر صاف می شود. ولی مواظب

باشید تا محلولی بین لبه‌ی دو کاغذ و قیف عبور نکند. گاهی محلول در کاغذ صافی یا در سطح شیشه‌ی قیف متبلور می‌شود؛ راحت‌ترین راه جلوگیری از این عمل آن است که ۲ تا ۳ میلی‌لیتر حلال متبلور در ظرف گیرنده بریزید و تا جوش حرارت دهید.



شکل ۸: صاف کردن با کاغذ صافی چین‌دار

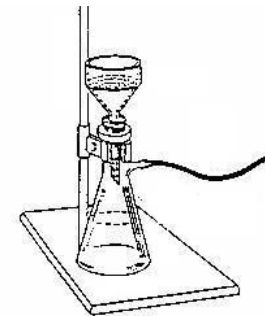
تبلور

محلول داغ زیر صافی را در حرارت معمولی می‌گذارند تا آهسته سرد شود؛ در این حال تبلور صورت می‌گیرد. سرد کردن سریع محلول (به کمک فروبردن آن در آب یا به روش دیگر) مناسب نیست؛ زیرا بلورهای حاصل بسیار کوچک می‌شوند. در این حال سطح زیاد بلورها، جذب سطحی ناخالصی‌های محلول را آسان می‌کند. به‌طور معمول نباید هنگام سرد کردن محلول را هم زد؛ چون این عمل نیز باعث تشکیل بلورهای کوچک می‌شود. بر عکس، تشکیل بلورهای بسیار بزرگ (تقریباً بزرگ‌تر از دو میلی‌متر) ممکن است موجب محبوس شدن (به دام افتادن) محلول در داخل بلورها شود. خشک کردن چنین بلورهایی مشکل است و بعد از خشک شدن مقداری از ناخالصی‌ها را در

خود نگه می‌دارند. چنانچه تشکیل بلورهای بزرگ مشاهده شود، برای کاهش اندازه‌ی متوسط آن‌ها، می‌توان محلول را هم زد. اندازه‌ی مناسب بلورها را می‌توان در نتیجه‌ی تجربه، آسان‌تر تشخیص داد. چنانچه پس از سرد کردن محلول، تبلور صورت نگیرد، می‌توان با افزایش بلور، محلول سیر شده تهیه کرد و تبلور را شروع نمود. برای این کار بلور کوچکی از جسم جامد اصلی را به محلول سرد می‌افزایند؛ با این عمل بلورها به سرعت تشکیل می‌شوند. روش دیگری که برای شروع تبلور به کار می‌رود، آن است که با یک میله‌ی شیشه‌ای سطح داخل ظرف را در داخل محلول یا درست بالای آن خراش می‌دهند.

صاف کردن سرد

در این مرحله مخلوط سرد بلورها و محلول را به کمک خلأ صاف می‌کنند. برای این کار از قیف بوختر و ارلن خرطومی که از راه تله به خرطوم آبی متصل شده باشد، استفاده می‌کنند. خرطوم آبی دارای مصرف آب زیادی است. در صورت وجود فشار آب لازم، فشاری در حدود ۰٫۸ تا ۱٫۵ میلی‌متر جیوه به دست می‌آید. در صورت کاهش فشار آب، تله از برگشت آب خرطوم آبی به داخل ارلن خرطومی جلوگیری می‌کند.



شکل ۹: صاف کردن با قیف بوختر تحت خلأ

جامد اصلی مقایسه کنید. مناسب‌ترین حلالی را که برای تبلور مجدد هر یک از این اجسام در نظر می‌گیرید، مشخص نمایید.
نیم گرم جسم جامد را توزین کرده، به‌طور کامل ساییده و به چهار قسمت مساوی تقسیم کرده، در چهار لوله‌ی آزمایش کاملاً خشک بریزید.

در لوله‌ی آزمایش اول: دو میلی‌لیتر آب اضافه کنید و خوب تکان دهید. حلالیت را یادداشت کنید. اگر جسم حل نشد، مخلوط را روی شعله‌ی آزاد بجوشانید. حلالیت را در آب جوش یادداشت کنید.

در لوله‌ی آزمایش دوم: دو میلی‌لیتر اتانول سرد بریزید. حلالیت را یادداشت کنید. اگر جسم حل نشد، مخلوط را در حمام آب جوش بجوشانید و نتیجه را یادداشت کنید.

در لوله‌ی آزمایش سوم: دو میلی‌لیتر اتیل‌استات ریخته، مانند آزمایش الکل تکرار کنید.

در لوله‌ی آزمایش چهارم: دو میلی‌لیتر پترولیوم‌اتر ۱۴۰-۱۰۰ ریخته، مانند آزمایش الکل تکرار کنید.

حلال	آب		اتانول		اتیل‌استات		پترولیوم‌اتر	
	سرد	گرم	سرد	گرم	سرد	گرم	سرد	گرم
جسم								
نفتالن								
آسپیرین								
استامید								
دی‌بنزال‌استون								
بنزوئیک‌اسید								

جدول ۴: انتخاب حلال مناسب

شست‌وشوی بلورها

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

خشک‌کردن بلورها

قسمت بیش‌تر حلال را می‌توان با خرطوم آبی تبخیر کرد. برای این کار می‌گذارند تا خرطوم آبی، هوا را برای چند دقیقه از توده‌ی بلورهای موجود در قیف عبور دهد. پس از آن بلورها را به‌وسیله‌ی کاردک به شیشه ساعت تمیزی منتقل می‌کنند. در صورت لزوم می‌توان فرایند خشک‌کردن را با گذاشتن شیشه ساعت در اتو (احتیاط: درجه‌ی حرارت اتو باید حداقل ۱۰ درجه‌ی سانتی‌گراد پایین‌تر از دمای ذوب بلورها باشد) یا گذاشتن بلورها در دسیکاتور خلأ (خشکانه) تسریع کرد. بلورهایی را که به آسانی در فشار جو تصعید می‌شوند، نمی‌توان با حرارت خشک کرد.

روش کار اول: انتخاب حلال مناسب

حلالیت نفتالن، آسپیرین، استامید، دی‌بنزال‌استون و بنزوئیک‌اسید را در چهار حلال آب، اتانول، اتیل‌استات و پترولیوم‌اتر ۱۴۰-۱۰۰ امتحان کرده، نتایج را در جدول ۴ با عبارت‌های «محلول، کم‌محلول و نامحلول» کامل نمایید. در صورتی که یکی از این اجسام در حلال گرم حل می‌شود، ولی در همان حلال در حالت سرد، فقط کمی محلول یا نامحلول باشد، محلول گرم را بگذارید تا درجه‌ی حرارت معمولی به آهستگی سرد شود. بعد اندازه و شکل بلورهای حاصل را با ماده‌ی

روش کار سوم: تبلور یک ماده‌ی ناخالص

۳ گرم بنزوئیک‌اسید ناخالص را توزین و به یک بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ۳۰ میلی‌لیتر آب به این جامد بیفزایید و مخلوط را تا دمای جوش حرارت دهید. محلول نباید بجوشد. در قسمت‌های چند میلی‌لیتری به آن آب داغ اضافه کنید تا تمامی جامد سفیدرنگ حل شود. در حین افزودن آب داغ، دمای محلول را بالاتر از ۹۰ درجه‌ی سانتی‌گراد نگه دارید. چه مقدار بیش‌تری آب مورد نیاز است؟ حجم آب استفاده‌شده را ثبت کنید. اگر تمام جامد سفیدرنگ حل شد ولی مخلوط حاصل رنگی است، مقدار کمی زغال رنگ‌بر افزوده و به مدت دو دقیقه بجوشانید. مخلوط داغ را از یک صافی عبور داده، به یک ارلن منتقل نمایید. اگر بلورها در قیف و به هنگام صاف کردن تشکیل شد، در همان حال که مایع را بر روی صافی اضافه می‌کنید، محلول زیر صافی را حرارت دهید. پس از صاف شدن، محتویات ارلن را برداشته، باقی‌مانده‌ی روی صافی را دور بریزید.

محتویات ارلن را به دو بخش تقسیم کنید؛ بخشی را در حمام یخ به سرعت سرد کرده، به بخش دیگر اجازه دهید تا به آرامی سرد شود. چه تفاوتی در شکل و اندازه‌ی بلورها مشاهده می‌کنید؟ پس از سرد شدن، هر دو بخش را در یخ سرد قرار دهید و پس از ده دقیقه صاف کنید (قبل از صاف کردن، کاغذ صافی را توسط چند قطره حلال خیس کنید). بلورهای حاصل را توزین و دمای ذوب آن را تعیین نمایید. بلورها را در ظرف مناسبی قرار داده، با نوشتن وزن جسم و مشخصات خودتان به مربی تحویل دهید.

روش کار دوم: تبلور زوج‌حلال

در صورتی که در آزمایشگاه حلال مناسبی برای ماده‌ی جامد پیدا نشود، باید از مخلوط دو حلال استفاده نمود. زوج‌حلال‌های معمول که برای نوبلور کردن مورد استفاده قرار می‌گیرند عبارتند از:

- | | |
|--------------------------|-------------------------------|
| ۱- آب - اتانول | ۲- آب - استیک‌اسید |
| ۳- آب - استون | ۴- آب - دی‌اکسان |
| ۵- کلروفرم - متانول | ۶- دی‌اتیل‌اتر - پترولیوم‌اتر |
| ۷- تولوئن - پترولیوم‌اتر | ۸- لیگروئین - تولوئن |

انتخاب دو حلال به این طریق است که یکی از آن‌ها جسم را به طور کامل در سرما حل کند و حلال دوم حتی در گرما هم حل نکند. با مخلوط کردن این دو حلال، قطبیت محلول را تغییر می‌دهید تا به حلال مناسب لازم برسید. برای نوبلور کردن جسم با استفاده از زوج‌حلال، به روش زیر عمل کنید:

۱۵ گرم دی‌بنزال‌استون ناخالص را توزین و به یک بشر پنج میلی‌لیتری منتقل کنید. ۱۰ میلی‌لیتر اتانول به آن بیفزایید و بشر را در حمام آب جوش قرار دهید. مخلوط را هم بزینید تا به‌طور کامل حل شود. اگر ماده‌ی جامدی باقی مانده است، محلول را به حالت داغ صاف کرده، باقی‌مانده‌ی روی صافی را دور بریزید و بشر را در حمام آب داغ قرار دهید. به محلول الکلی داغ، قطره قطره آب جوشان بیفزایید و در همان حال آن را هم بزینید تا زمانی که کدر شود. اگر کدر شدن حاصل با هم‌زدن از بین نرفت، به این محلول کدر در حمام آب داغ، قطره قطره الکل جوشان بیفزایید تا محلول کدر شفاف شود. محلول شفاف حاصل را تا دمای اتاق سرد کرده، به مدت ده دقیقه در حمام یخ قرار دهید و سپس صاف کنید. بلورها را با چهار میلی‌لیتر حلال سرد (مخلوط سه به یک الکل و آب) شست‌وشو دهید. بلورها را خشک کرده، پس از توزین به مربی تحویل دهید.

پرسش‌های مربوط به آزمایش ششم

۱- هدف از تبلور، به دست آوردن ماده‌ی خالص با حداکثر بازدهی است. هر یک از موارد زیر چه تأثیری در رسیدن به این هدف دارند:

(الف) مصرف حجم زیاد غیر ضروری از حلال در مرحله‌ی انحلال

(ب) تسریع تبلور با قراردادن ظرف حاوی محلول داغ در آب یخ

(ج) استفاده از حداقل حلال جوشان

۲- در تبلور مجدد یک جسم ناخالص:

(الف) استفاده از حلال سرد به هنگام حل نمودن ماده‌ی ناخالص چه تأثیری دارد؟

(ب) حذف مرحله‌ی شست‌وشوی بلورها با حلال تازه‌ی سرد قبل از خشک کردن آن‌ها، چه تأثیری در میزان بازیابی ماده‌ی خالص در تبلور مجدد دارد؟

۳- حلالیت متا-نیتروبنزوئیک‌اسید و پارا-نیتروبنزوئیک‌اسید در اتانول به ترتیب ۳۳۰ و ۲۲ گرم بر لیتر است. آیا خالص‌سازی متا-نیترو بنزوئیک‌اسید حاوی ۲۰ درصد ایزومر پارا (به عنوان ناخالصی) به روش تبلور مجدد در اتانول عملی به نظر می‌رسد؟ توضیح دهید.

۴- چگونه بعد از نوبلور کردن به خلوص ترکیب پی می‌برید؟

۵- دانشجویی سعی داشت با تبلور، یک جامد را از محلول داغ ۷۰ درصدی اتانول - آب جدا کند. پس از خنک شدن یک ترکیب روغنی به دست آمد. آن را در حمام یخ قرار داد تا جامد شود و سعی کرد تا دوباره نوبلور کند. آیا در مرحله‌ی دوم امکان موفقیت بیشتر است؟

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

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

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

(ج) بلورهای به دست آمده هرگز شسته نشوند.

(د) کربن رنگ‌بر توسط صاف کردن به طور کامل جدا نشود.

۷- الف) چرا کشیدن میله‌ی شیشه به کف یا دیواره‌ی ظرف، سبب شروع فرایند بلوری شدن خواهد شد؟

(ب) چرا شست‌وشوی بلورهای روی کاغذ، در بازدهی بلوری شدن مؤثر نیست؟ چرا هرچه بلور درشت‌تر باشد، امکان داشتن ناخالصی آن نیز بیشتر است؟

۸- به اطلاعات این جدول توجه کنید:

نام ترکیب	دمای ذوب (°C)	حلالیت در اتانول (gr/100ml)	حلالیت در اتر (gr/100ml)
o-Nitro benzoic acid	۱۴۷	۲۸	۲۱
m-Nitro benzoic acid	۱۴۱	۳	۲۵
p- Nitro benzoic acid	۲۴۲	۲٫۲	۰٫۹

کدام یک از روش‌های زیر می‌تواند در خالص‌سازی به وسیله‌ی تبلور انجام شود؟ در هر مورد توضیح دهید؟

(الف) خالص‌سازی ارتو-نیتروبنزوئیک‌اسید دارای ۵ درصد ایزومر متا (به عنوان ناخالصی) در اتر.

(ب) خالص‌سازی متا-نیتروبنزوئیک‌اسید دارای ۲۰ درصد ایزومر پارا (به عنوان ناخالصی) در اتانول.

(ج) خالص‌سازی ایزومر پارا-بنزوئیک‌اسید دارای ۲۰ درصد ایزومر ارتو (به عنوان ناخالصی) در اتانول.

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

۱۰- در استفاده از قیف بوختر:

(الف) چرا باید قیف بوختر در جای خود محکم شود؟

(ب) کاغذ صافی مورد استفاده چه اندازه‌ای باید داشته باشد؟

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

آزمایش ۷: تصعید

فشار بخار یک ماده‌ی جامد با دما تغییر می‌کند. به همین دلیل، برخی ترکیب‌های جامد، بدون این‌که از حالت مایع عبور کنند، به آسانی و به صورت مستقیم به بخار تبدیل می‌شوند. این فرآیند تصعید نامیده می‌شود، چون بخار را می‌توان دوباره جامد کرد. از این تبدیل می‌توان به عنوان روشی برای خالص‌سازی مواد استفاده نمود. فرایند خالص‌سازی وقتی به خوبی انجام‌پذیر است که فشار بخار ناخالصی‌ها به صورت مشخصی کم‌تر از فشار بخار ماده‌ی تصعیدشدنی باشد. فشار بخار برخی از جامدات در دمای ذوب آن‌ها در جدول ۵ آمده است:

ترکیب	فشار بخار جامد در دمای ذوب (میلی‌متر جیوه)	دمای ذوب (درجه‌ی سانتی‌گراد)
کربن دی‌اکسید	۳۸۷۶ (۵,۱ atm)	-۵۷
پروفلوئوروسیکلوهگزان	۹۵۰	۵۹
هگزاکلرواتان	۷۸۰	۱۸۶
کامفر	۳۷۰	۱۷۹
ید	۹۰	۱۱۴
نفتالن	۷	۸۰
بنزونییک‌اسید	۶	۱۲۲

جدول ۵: فشار بخار برخی از جامدات در دمای ذوب آن‌ها

تصعید خاصیتی است که به‌طور معمول در مواد به‌نسبت غیر قطبی با ساختار بسیار متقارن دیده می‌شود. اغلب ترکیب‌های متقارن دمای ذوب و فشار بخار بالایی دارند. تبخیرپذیری آسان این مواد از سطح جامد، به علت ضعیف‌بودن نیروهای بین مولکولی می‌باشد. ساختارهای مولکولی متقارن از نظر توزیع چگالی الکترونی تا حدودی یکنواخت هستند و گشتاور کوچکی دارند. گشتاور دو قطبی کوچک به معنی داشتن فشار بخار بیش‌تر به دلیل وجود نیروهای الکترواستاتیکی کم‌تر در بلور است.

در صورتی که فشار بخار جامدات در دمای ذوب، قابل ملاحظه باشد، تصعید می‌شوند. در جدول ۵ فشار بخار جامد چند ترکیب در دمای ذوب آن‌ها گردآوری شده است. سه ترکیب اول در فشار اتمسفر، به جای ذوب تصعید می‌شوند. چهار ترکیب بعدی، یعنی کامفر، ید، نفتالن و بنزونییک‌اسید، نمونه‌هایی از تغییرپذیری حالت (تصعید) در فشار اتمسفر، یعنی فشار معمولی از خود نشان می‌دهند، به هر حال، این ترکیب‌ها در فشار کم به آسانی تصعید می‌شوند.

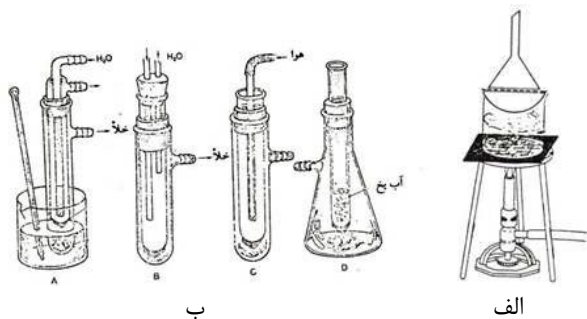
در مقایسه با بسیاری از ترکیب‌های آلی دیگر، ید و نفتالن، در دمای تقریباً پایین فشار بخار به‌نسبت بالایی دارند. برای مثال تمام آن‌ها به ترتیب در دماهای ۵۳، ۳۹ و ۴۲ درجه‌ی سانتی‌گراد دارای فشار بخار یک میلی‌متر جیوه هستند. با این‌که این فشار بخار خیلی زیاد نیست، اما مشاهده شده است که این ترکیب‌های جامد، اگر مدتی در ظرف درباز قرار داشته باشند، بخار می‌شوند. نفتالن و پارا-دی‌کلرو بنزن به صورت دانه‌ای، به همین ترتیب متصاعد می‌شوند. اگر ید را در ظرف دربسته قرار دهید، پس از مدتی حرکت بلورهای آن در داخل ظرف قابل مشاهده است.

شیمیدان‌ها اغلب هر گذار جامد - بخار را تصعید محسوب می‌کنند و دمای تصعید را مشابه دمای ذوب یا دمای جوش می‌دانند و می‌گویند در دمای تصعید، فشار بخار جامد، مساوی فشار بخار محیط است. بسیاری از مایعات که در دمایی پایین‌تر از دمای جوش خود تبخیر می‌شوند، باید در ظرف‌هایی که در پوش آن‌ها به‌طور کامل بسته می‌شود، نگه داشته شوند. در هنگام تعیین دمای ذوب این نوع ترکیب‌ها، مقداری از آن‌ها متصاعد شده، در انتهای باز لوله‌ی مویین جمع و مقدار باقی‌مانده ذوب می‌شود. بنابراین برای رفع این مشکل، باید آن‌ها را در لوله‌ی مویینی که از دو سر مسدود است، قرار داد و دمای ذوب آن‌ها را سریع تعیین کرد. برای خالص‌کردن کامفر از

تصعید استفاده می‌شود. در دمای ۱۷۵ درجه‌ی سانتی‌گراد فشار بخار کامفر ۳۲۰ میلی‌متر جیوه است. بخار در روی یک سطح سرد به صورت جامد در می‌آید.

روش کار تصعید ساده

دستگاه تصعید ساده را مطابق شکل ۱۰-الف سوار کنید. یک گرم از پارا-بنزوکینون ناخالص را وزن کرده، در داخل بوتله‌ی چینی بریزید. برای این‌که ماده‌ی تصعیدشونده نتواند دوباره به داخل بوتله باز گردد، بوتله را با کاغذ صافی که در بعضی از قسمت‌ها سوراخ شده است، بپوشانید. یک قیف را که قطر آن کم‌تر از قطر بوتله‌ی چینی است و مجرای آن توسط پشم شیشه یا کاغذ صافی بسته شده، به‌طور وارونه روی بوتله قرار دهید. محتویات بوتله را به آرامی حرارت دهید (می‌توانید بوتله‌ی چینی را روی بشر آب گرم قرار دهید) تا ماده‌ی مورد نظر تصعید شد. بلورهای جامد زردرنگی در جدار داخلی قیف می‌نشینند. پس از آن‌که مقدار ماده‌ی متصاعدشده قابل ملاحظه گردید، حرارت را قطع کرده و قیف را به آرامی از روی شیشه ساعت برداشته؛ محتویات آن را جمع‌آوری و توزین نمایید. درجه‌ی خلوص نمونه‌ی اولیه را گزارش کنید.



شکل ۱۰: الف) دستگاه تصعید ساده (ب) انواع دستگاه‌های مورد استفاده در تصعید

پرسش‌های مربوط به آزمایش هفتم

- ۱- الف) در آزمایش تصعید، ماده‌ی مورد نظر و ناخالصی‌ها دارای چه ویژگی‌هایی باشند تا فرایند تصعید موفق باشد؟
- ب) اگر هر یک از این شرایط نباشد، چه تأثیری در نتیجه‌ی تصعید خواهد گذاشت؟
- ۲- یک ترکیب جامد با دمای ذوب ۱۱۲ درجه‌ی سانتی‌گراد و فشار بخار ۶۵ میلی‌متر جیوه است. چه روشی برای خالص کردن آن وجود دارد؟
- ۳- هگزاکلرواتان فشار بخار ۷۸۰ میلی‌متر جیوه در دمای ذوبش (۱۸۶ درجه‌ی سانتی‌گراد) دارد. چه روشی برای تعیین دمای ذوب آن در دمای ۷۶۰ میلی‌متر جیوه پیشنهاد می‌کنید؟
- ۴- تصعید در فشار کم چگونه انجام می‌شود؟
- ۵- تصعید نسبت به سایر روش‌های خالص‌سازی چه مزیتی دارد؟

آزمایش ۸: استخراج

استخراج، انتقال ماده‌ی حل‌شده از یک لایه به لایه‌ی دیگر است. یک لایه (فاز) ترکیب یا مخلوط یکنواختی است که به‌طور آشکار از مخلوط یا ترکیب‌های موجود دیگر مجزا است. ماده‌ی حل‌شده، به‌وسیله‌ی افزایش یک حلال غیر قابل اختلاط با لایه‌ی اول استخراج می‌شود؛ به شرط آن‌که ماده در لایه‌ی دوم بیش‌تر حل شود. اگر ترکیبی از یک ماده‌ی موجود به داخل لایه‌ی مایع استخراج شود، استخراج را جامد - مایع می‌نامند. تهیه‌ی چای نمونه‌ای از این نوع استخراج است. انتقال یک جسم از یک مایع به مایع دیگر، استخراج مایع - مایع نامیده می‌شود. استخراج‌ها روش‌های ساده‌ای هستند و به‌طور گسترده مورد استفاده قرار می‌گیرند. هر یک از این روش‌ها را می‌توان برای خالص‌سازی بسیاری از ترکیب‌های آلی حاصل از واکنش‌ها و یا استخراج آکالوئیدها از برگ و پوست درختان، استخراج اسانس‌های غذایی از دانه‌ها، اسانس‌های معطر از گل‌ها و شکر از نیشکر به‌کار گرفت.

بحث و بررسی استخراج (جداسازی ناپیوسته)

استخراج از جامدات: مولکول‌های آلی می‌توانند با تشکیل پیوند روی یک سطح جامد جذب‌کننده یا درون آن قرار گیرند. ممکن است بین مولکول‌های جامد، جذب فیزیکی شبیه پیوندهای بین ملکولی وجود داشته باشد. برای آن‌که یک مولکول گیرافتاده یا جذب‌شده جدا گردد، باید به‌وسیله‌ی نیروهای قوی‌تری شکسته شود. ملکول‌هایی که بین آن‌ها نیروی بین ملکولی وجود ندارد، ممکن است حلال در آن‌ها نفوذ کند. آسیاب کردن سرعت نفوذ را زیاد می‌کند؛ به‌عنوان مثال برای راحت‌تر استخراج کردن هر یک از اجزای قهوه، آن را آسیاب می‌کنند.

گرمایی که برای کاهش نیروهای بین ملکولی به‌کار می‌رود، به‌طور معمول به تمایل آن جزء برای تشکیل پیوند بستگی دارد.

استخراج از مایعات: استخراج مایع - مایع، شامل توزیع انتشار یک جسم حل‌شده بین دو لایه‌ی غیر قابل امتزاج می‌باشد. به‌طور معمول آب و یک حلال آلی غیر قابل امتزاج با آب، تشکیل دو لایه می‌دهند. فرض کنید مخلوطی از ترکیب‌ها در یک حلال حل شده، سپس مخلوط را با یک حلال که با لایه‌ی اول غیر قابل امتزاج باشد، مجاور کنید. یک ترکیب خاص از مخلوط در حلال دوم محلول‌تر از ترکیب‌های دیگر است. بدین ترتیب ترکیب مورد نظر به حلال دوم انتقال پیدا خواهد کرد. انتقال در سطح داخلی بین دو لایه‌ی مایع صورت می‌گیرد. برای انتقال ماده از یک لایه به لایه‌ی دیگر، باید قیف جدا کننده را تکان داد. افزایش سطح تماس بین دو مایع سبب می‌شود تا سرعت انتقال ماده‌ی حل‌شده در لایه‌ی دوم بیش‌تر شود. کامل‌ترین انتقال آن است که تعادل برقرار گردد؛ یعنی ماده‌ی حل‌شده به مقدار کافی استخراج شود. در صورتی که در حالت تعادل بسیاری از ملکول‌های ماده‌ی حل‌شده به لایه‌ی اول بر می‌گردد.

ضریب توزیع (پخش)

ترکیب‌های آلی مثل الکل‌ها، آلدئیدها، کتون‌ها، استرها، آمین‌ها و... با آب پیوند هیدروژنی می‌دهند. بنابراین به مقدار کم در آب محلول هستند. این ترکیب‌ها در حلال‌های آلی نیز محلول می‌باشند. هنگامی که این جسم به یک زوج حلال غیر قابل امتزاج اضافه شود، ممکن است در هر دو مایع حل شود؛ در این حال جسم حل‌شده، بین دو حلال توزیع می‌شود. ولی میزان حلالیت جسم در یک حلال با حلال دیگر یکسان نیست. چگونگی تقسیم جسم حل‌شده بین دو لایه، با هم‌زدن جسم حل‌شده به همراه یک جفت حلال غیر قابل امتزاج در یک قیف

به عبارت دیگر یکبار استخراج با ۵۰ میلی‌لیتر اتر، ۳۲ میلی‌گرم سوپریک‌اسید را در خود حل می‌کند و ۸ میلی‌گرم را در لایه‌ی آبی باقی می‌گذارد. چنانچه حجم‌های مساوی از حلال‌ها مورد استفاده قرار گیرد، معادله‌ی ضریب توزیع به صورت زیر در خواهد آمد.

$$K = \frac{\text{وزن جسم حل شده در حلال‌های استخراج کننده}}{\text{وزن جسم حل شده در حلال اولیه}}$$

در مثال عنوان شده:

$$K = \frac{\text{وزن سوپریک‌اسید در لایه‌ی اتری}}{\text{وزن سوپریک‌اسید در لایه‌ی آلی}}$$

به عبارت دیگر چهارپنجم کل سوپریک‌اسید در لایه‌ی اتری و یک‌پنجم در لایه‌ی آبی باقی می‌ماند. از این محاسبات و نتایج آن آشکار می‌شود که می‌توان سوپریک‌اسید را به راحتی از ناخالصی‌های نامحلول در اتر به روش تکرار استخراج با اتر جدا نمود. هم‌چنین با محاسبات ساده می‌توان اثبات کرد که دوبار استخراج هر بار با ۲۵ میلی‌لیتر، از یکبار استخراج با ۵۰ میلی‌لیتر اتر بهتر می‌باشد. به‌طور کلی برای یک حجم کلی معین از حلال، کار استخراج متناسب با افزایش تعداد استخراج‌های جداگانه افزایش می‌یابد.

کاربرد روش‌های استخراج ناپیوسته

استخراج یکی از مهم‌ترین و سودمندترین روش‌های جداسازی و تخلیص مواد است. این روش قدیمی در زندگی روزمره نیز مورد استفاده قرار می‌گیرد؛ برای مثال تهیه‌ی چای از برگ چای و آب جوش یا تهیه‌ی قهوه از دانه‌های خردشده‌ی قهوه، دو نمونه از فرایند استخراج از یک مخلوط جامد به‌وسیله‌ی یک حلال آب گرم (آب جوش) است. گاهی، پس از انجام واکنش باید ترکیب مورد نظر را از مواد ناخالص دیگر یا مواد اولیه واکنش جدا کرد. در این مورد می‌توان از فرایند

جداکننده و مورد مطالعه قرار دادن هر یک از لایه‌ها، بررسی می‌شود. مشروط بر آن‌که مقدار جسم حل شده کم‌تر از آن مقدار باشد که هر دو لایه را اشباع سازد و دیگر آن‌که جسم حل شده در هر دو لایه در حالت یکسان باشد. نسبت غلظت جسم حل شده در دو حلال، همیشه یکسان و برابر با نسبت حلالیت جسم در دو حلال خواهد بود. اگر C_0 و C_w به ترتیب غلظت جسم در لایه‌ی آبی و لایه‌ی آلی و S_0 و S_w حلالیت جسم در دو حلال مذکور در نظر گرفته شود:

$$\frac{C_0}{C_w} = \frac{S_0}{S_w} = K$$

این ثابت K ضریب تقسیم یا ضریب توزیع خوانده می‌شود که در یک دمای خاص ثابت است. از آنجا که یک تعادل پویا (دینامیک) به‌صورت:

مقدار جسم حل شده در لایه‌ی آبی = مقدار جسم حل شده در لایه‌ی آلی وجود دارد. K نوعی ثابت تعادل است و همانند سایر ثابت‌های تعادلی وابسته به دما است. برای مثال در ۱۵ درجه‌ی سانتی‌گراد حلالیت سوپریک‌اسید ($\text{HO}_2\text{C}(\text{CH}_2)_6\text{CO}_2\text{H}$) در دی‌اتیل‌اتر ۰٫۵۶ گرم و در آب، ۰٫۱۴ گرم در ۱۰۰ میلی‌لیتر است. مفهوم آن این است که هنگامی که سوپریک‌اسید بین دو حلال آب و اتر (در ۱۵ درجه‌ی سانتی‌گراد) توزیع شود، نسبت غلظت آن در حلال‌های دی‌اتیل‌اتر و آب $\frac{۰٫۵۶}{۰٫۱۴}$ خواهد بود. به بیان دیگر غلظت اسید در حلال اتر، چهار بار بیش‌تر از غلظت آن در آب خواهد بود یا $K = ۴$ است. اگر یک محلول ۴۰ میلی‌گرمی از سوپریک‌اسید در ۵۰ میلی‌لیتر آب با ۵۰ میلی‌لیتر اتر استخراج شود، وزنی از سوپریک‌اسید که از لایه‌ی آبی وارد لایه‌ی آلی می‌شود، به صورت زیر است:

$$\frac{\frac{x}{50}}{\frac{40-x}{50}} = 4 = \text{۳۲ میلی‌گرم}$$

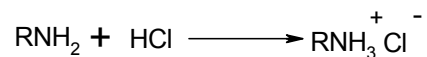
می‌شود که می‌توان آن را جدا کرد. چنانچه این دو جسم (فنل و کربوکسیلیک‌اسید) به صورت مخلوط وجود داشته باشد، ابتدا توسط محلول سدیم‌بی‌کربنات، کربوکسیلیک‌اسید را استخراج کرده، و سپس توسط محلول سدیم‌هیدروکسید، سدیم‌فئات به دست می‌آید. بعد با خنثی کردن محلول سدیم‌فئات به‌وسیله‌ی اسید، می‌توان فنل را بازیابی کرد.

۴- برای جدا کردن ترکیب‌های آلی از محلول آبی یا سوسپانسیون‌ها، به این محلول حلال آلی (یا حلال‌های آلی) غیر قابل اختلاط با آب اضافه می‌کنند. در نتیجه، ترکیب آلی به حلال آلی منتقل شده و از لایه‌ی آبی جدا می‌شود. شکل ۱۱ روش کار با قیف جداکننده را نشان می‌دهد.

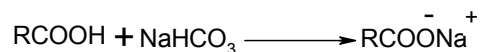
۱- استخراج ترکیب‌ها به‌وسیله‌ی آب: از این روش برای جداسازی موادی که تا حدود زیادی قطبی هستند، مانند: نمک معدنی اسیدهای قوی، بازهای قوی، الکل‌ها و کربوکسیلیک‌اسیدها و برخی آمین‌ها استفاده می‌شود.

۲- استخراج به‌وسیله‌ی محلول اسیدی رقیق به‌طور معمول

هیدروکلریدریک‌اسید ۵ تا ۱۰ درصد: این محلول برای محلول‌های قلیایی مثل آمین‌های آلی استفاده می‌شود. آمین به نمک اسید که محلول در آب است، تبدیل می‌شود.



۳- استخراج به‌وسیله‌ی محلول بازی رقیق به‌طور معمول محلول سدیم‌بی‌کربنات ۵ درصد: این محلول برای استخراج اسیدهای آلی به کار می‌رود؛ برای مثال در تهیه‌ی استرها، کربوکسیلیک‌اسید اضافی (عمل‌نکرده در واکنش) را به وسیله‌ی محلول سدیم‌بی‌کربنات، به نمک اسیدی آن که محلول در آب است، تبدیل می‌کنند که می‌توان آن را با آب استخراج کرد. (برای بازیابی اسید، لازم است محلول آبی نمک را اسیدی کرد)



در مواردی که جدا کردن فنل از مخلوط واکنش مورد نظر باشد، با توجه به این که قدرت اسیدی فنل از کربوکسیلیک‌اسیدها کم‌تر است (K_a فنل ۵۱۰ مرتبه کوچک‌تر از K_a کربوکسیلیک‌اسیدها است)، لازم است به جای سدیم‌بی‌کربنات از محلول سدیم‌هیدروکسید استفاده شود. بدین ترتیب، فنل به نمک سدیم‌فئات محلول در آب تبدیل

می‌شود که می‌توان آن را جدا کرد. چنانچه این دو جسم (فنل و کربوکسیلیک‌اسید) به صورت مخلوط وجود داشته باشد، ابتدا توسط محلول سدیم‌بی‌کربنات، کربوکسیلیک‌اسید را استخراج کرده، و سپس توسط محلول سدیم‌هیدروکسید، سدیم‌فئات به دست می‌آید. بعد با خنثی کردن محلول سدیم‌فئات به‌وسیله‌ی اسید، می‌توان فنل را بازیابی کرد.

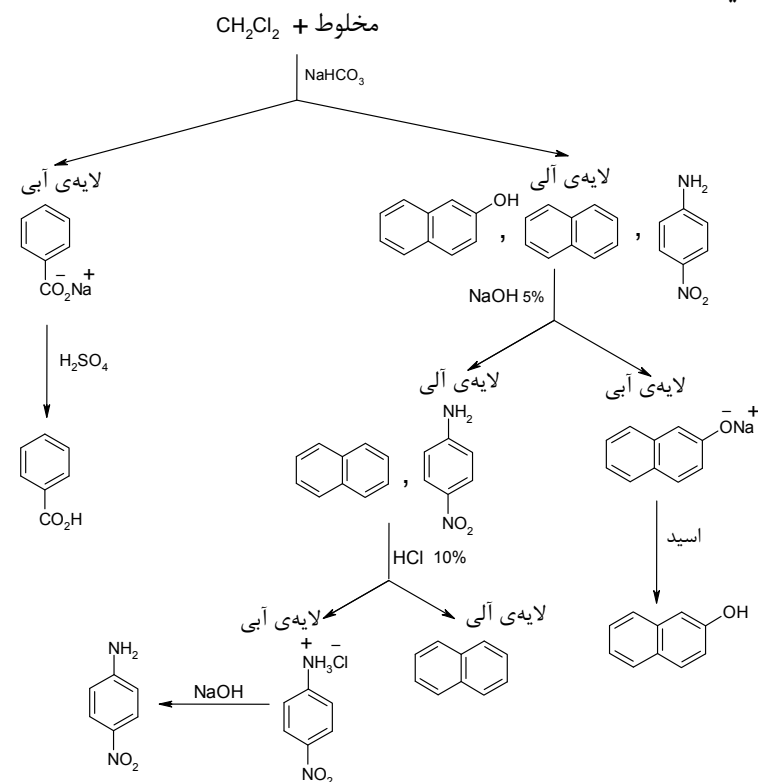
۴- برای جدا کردن ترکیب‌های آلی از محلول آبی یا سوسپانسیون‌ها، به این محلول حلال آلی (یا حلال‌های آلی) غیر قابل اختلاط با آب اضافه می‌کنند. در نتیجه، ترکیب آلی به حلال آلی منتقل شده و از لایه‌ی آبی جدا می‌شود. شکل ۱۱ روش کار با قیف جداکننده را نشان می‌دهد.



شکل ۱۱: روش کار با قیف جداکننده

روش کار ۳

جداسازی مخلوط پارا-نیتروآنیلین و بتا-نفتول: مخلوط در اختیار شما قرار گرفته است. روش کار مورد نیاز را مانند روش کار ۲ ارایه کنید.



استخراج پیوسته

وقتی انحلال پذیری یک ترکیب آلی در آب بیشتر از حلال آلی باشد، یعنی ضریب توزیع بین حلال آلی و آب کوچک باشد، در این صورت برای استخراج آن، مقادیر زیادی حلال آلی لازم است. برای اجتناب از مصرف زیاد حلال و همچنین صرف وقت کمتر از استخراج

روش کار ۱: مشاهده‌ی اثر نمک در عمل استخراج مایع - مایع

دو لوله‌ی آزمایش برداشته، در هر کدام ۴ میلی‌لیتر آب مقطر، یک قطره از محلول آبکی 3×10^{-4} مولار بلور بنفش و ۰٫۵ میلی‌لیتر ایزوآمیل‌الکل بیفزایید. به یکی از لوله‌ها کم‌کم سدیم کلرید اضافه کنید تا لایه‌ی آلی به حالت اشباع درآید. رنگ لایه‌ی آبی این دو لوله آزمایش را با هم مقایسه نمایید. نتایج را یادداشت کنید و مورد بحث قرار دهید.

روش کار ۲: جداسازی مخلوطها

مخلوطی از بنزوئیک‌اسید و بتا-نفتول را از مریبی دریافت کنید. مخلوط را به صورت کامل پودر نموده، در حداقل دی‌کلرومتان (۲۰ میلی‌لیتر) حل و به قیف جداکننده منتقل کنید. سپس سه مرتبه و هر بار ۲۰ میلی‌لیتر محلول سدیم‌بی‌کربنات به آن اضافه نموده، خوب تکان دهید. هر بار لایه‌ی آبی را از لایه‌ی آلی به دقت جدا کنید. لایه‌های آبی حاصل از استخراج را به یک‌دیگر اضافه نمایید و به لایه‌ی آبی سولفوریک‌اسید ۳ مولار بیفزایید تا محیط اسیدی شود (با کاغذ pH از اسیدی بودن محیط مطمئن شوید) و بنزوئیک‌اسید رسوب کند. اکنون لایه‌ی آلی را سه مرتبه با ۳۰ میلی‌لیتر سدیم‌هیدروکسید ۱۰ در صد استخراج کنید. لایه‌ها را از یک‌دیگر جدا کرده و لایه‌های آبی را به یک‌دیگر بیفزایید. به لایه‌ی آبی سولفوریک‌اسید ۳ مولار اضافه کنید تا محیط اسیدی شود. در این حالت بتا-نفتول رسوب می‌کند. رسوب‌های حاصل را صاف و خشک کنید. وزن هر یک را گزارش کنید و هر دو جسم را تحویل دهید.

پیوسته‌ی مایع - مایع استفاده می‌شود. برای این کار دستگاه استخراج ویژه‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش حلال پیوسته بخار می‌شود و در خنک‌کننده مایع می‌شود و به ظرف مایع مورد استخراج برمی‌گردد. در تمام این تبخیرشدن‌ها و تقطیرها، حلال مقداری از ترکیب را در خود حل می‌کند و پس از این‌که از جزء مورد نظر سیر شد، از ظرف استخراج خارج می‌شود. چون در این مورد دمای جوش جزء استخراج‌شده، به مراتب بالاتر از دمای جوش حلال مورد استفاده است، فقط حلال تبخیر می‌شود و دوباره پس از سرد شدن در خنک‌کننده برای استخراج دوباره، مورد استفاده قرار می‌گیرد. بدین ترتیب حلال به تعداد نامحدود با محلول اولیه تماس پیدا می‌کند و هر بار مقداری از جزء مورد نظر را در خود حل کرده، خارج می‌کند. برای استخراج اجزای یک مخلوط جامد، ابتدا باید حلال مناسبی انتخاب کرده و سپس با توجه به شرایط، از استخراج ناپیوسته و پیوسته استفاده کرد. دم کردن چای به منظور استخراج مواد و آلکالوئیدهای موجود در آن استخراجی ناپیوسته است. برای استخراج پیوسته‌ی مایع - جامد از دستگاه سوکسله استفاده می‌شود.

روش کار استخراج پیوسته با استفاده از دستگاه سوکسله

جداسازی دی‌بنزال استون از متیل‌ویولت

نیم گرم دی‌بنزال استون را با ۰٫۱ گرم متیل‌ویولت مخلوط کرده، در صافی سوکسله ریخته و در دستگاه قرار دهید. در بالن این دستگاه حدود ۱۵۰ میلی‌لیتر آب ریخته و آن را بجوشانید. آب بخار شده و پس از سرد شدن در مجاورت مخلوط جامد قرار می‌گیرد. آب متیل‌ویولت را در خود حل می‌کند و محلول آبی به بالن منتقل می‌شود. عمل استخراج را تا زمانی ادامه دهید تا رنگ محلول در مخزن مجاور صافی

سوکسله بی‌رنگ شود. دی‌بنزال استون خالص در صافی باقی می‌ماند و با تبخیر آب متیل‌ویولت به دست می‌آید.



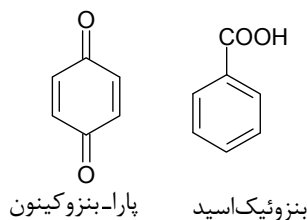
شکل ۱۲: دستگاه سوکسله

پرسش‌های مربوط به آزمایش هشتم

- ۱- ضریب تقسیم برای ماده‌ی A بین دی‌اتیل‌اتر و آب برابر ۳ است. ۴۰۰ میلی‌لیتر از محلول آبی شامل ۱۲ گرم A است. چند گرم A با استخراج ساده با ۲۰۰ میلی‌لیتر دی‌اتیل‌اتر وارد لایه‌ی آلی می‌شود؟ چند گرم A می‌تواند از محلول آبی با سه بار استخراج با ۶۷ میلی‌لیتر دی‌اتیل‌اتر وارد لایه‌ی آلی شود؟ چه نتیجه‌ای می‌توان گرفت؟
- ۲- می‌خواهیم ۲ گرم کافئین موجود در محلول آبی را با دو روش استخراج کنیم. یک‌بار با ۱۰۰ میلی‌لیتر دی‌کلرومتان و دفعه‌ی دوم با

دوبار استخراج و هربار با ۵۰ میلی‌لیتر دی‌کلرومتان. اگر در دمای آزمایشگاه مقدار $K=7,8$ باشد، محاسبه نمایید در هر روش چه مقدار کافئین استخراج می‌شود؟

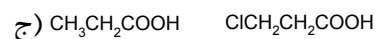
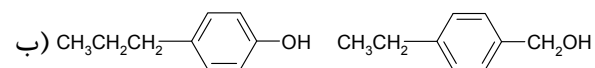
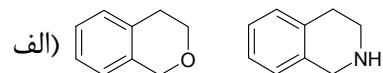
۳- اگر در آزمایشگاه ظرف محتوی پارا-بنزوکینون توسط مقداری بنزوئیک‌اسید آلوده شود، با توجه به روش‌هایی که برای خالص‌سازی استفاده می‌شود، برای خالص‌سازی پارا-بنزوکینون چه روشی پیشنهاد می‌کنید؟



۴- چگونه مخلوط‌های زیر را جداسازی می‌کنید:



۵- کدام یک از دسته مواد زیر توسط استخراج قابل جداسازی می‌باشند؟ شناساگر و نوع روش را پیشنهاد کنید؟



۶- برای استخراج اتیلن‌برموهیدرین از یک محلول آبی، اگر از تولوئن استفاده شود، با توجه به این‌که دانسیته‌ی تولوئن ۰٫۸۷ گرم بر سانتی‌متر مکعب و دانسیته‌ی اتیلن‌برموهیدرین ۲٫۴۱ گرم بر سانتی‌متر مکعب است:

(الف) در کیف جداکننده کدام یک از لایه‌های آلی یا آبی در زیر قرار می‌گیرد؟

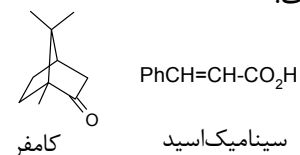
(ب) لایه‌ی آلی را چگونه شناسایی می‌کنید؟

۷- اگر ضریب توزیع برای موارد A, B و C به ترتیب ۰٫۵، ۱ و ۲ باشد، حداقل با چندبار استخراج متوالی می‌توان ۷۵ درصد از مواد ذکر شده را از لایه‌ی آبی به آلی منتقل نمود؛ در صورتی که در هر استخراج، حجم لایه‌های آلی و آبی یکسان باشد.

۸- دو روش برای جداسازی مخلوط زیر ارائه نمایید؟

(الف) روش اول سینامیک‌اسید به عنوان ناخالصی است.

(ب) روش دوم کامفر به عنوان ناخالصی است.



۹- دانشجویی یک محصول ناخالص غیر اسیدی را بدون آگاهی، در دی‌اتیل‌اتر آلوده به استیک‌اسید حل می‌کند. چه پیشنهادی برای حذف استیک‌اسید ارائه می‌دهید؟

۱۰- محلولی شامل n-بوتیریک‌اسید در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب است. این محلول در ۱۵ درجه‌ی سانتی‌گراد با ۵۰ میلی‌لیتر بنزن استخراج و ۲۱۴ گرم از اسید به لایه‌ی آلی منتقل شده است. مقدار ضریب توزیع را حساب کنید.

آزمایش ۹: کروماتوگرافی

یکی از روش‌های جالب و دقیق جداسازی اجزای یک مخلوط، کروماتوگرافی است. کروماتوگرافی بر اساس جداکردن مخلوط دو یا چند جسم به‌وسیله‌ی انتشار مخلوط روی دو لایه‌ی مختلف است. یکی از لایه‌ها، لایه‌ی ثابت یا ایستا و دیگری لایه‌ی متحرک است. مبنای جداسازی، جذب سطحی اجزاء روی لایه‌ی ثابت (جامد) و جداسدن آن‌ها از لایه‌ی متحرک است. برای جداکردن مخلوط اجسام، از تفاوت برهم‌کنش مواد جامد گوناگون (لایه‌ی ثابت) با ترکیب‌های آلی بهره می‌گیرند. تقسیم‌بندی انواع کروماتوگرافی، به نوع لایه‌های مورد استفاده بستگی دارد که عبارتند از:

۱- کروماتوگرافی جامد-مایع که لایه‌ی ثابت، جامد است و به انواع زیر تقسیم می‌شود:

الف- کروماتوگرافی کاغذی

ب- کروماتوگرافی لایه‌ی نازک و لایه‌ی ضخیم

ج- کروماتوگرافی ستونی

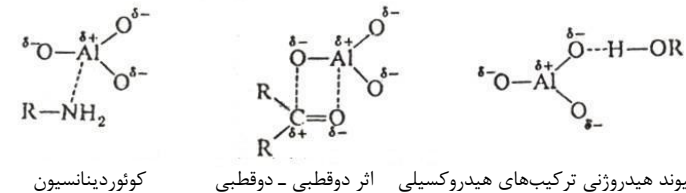
۲- کروماتوگرافی مایع-مایع

۳- کروماتوگرافی گاز-مایع

کروماتوگرافی جذب سطحی (جذبی)

این روش کروماتوگرافی، بر اساس جذب بر روی سطح یک لایه‌ی ثابت و سپس جداسدن از آن بر اثر انحلال‌پذیری در یک حلال (لایه‌ی متحرک) پایه‌گذاری شده است. در این نوع کروماتوگرافی، لایه‌ی جامد، جسمی است که نباید در لایه‌ی مایع حل شود. این لایه، سلولز، ژل سیلیس یا سیلیسیک‌اسید، $\text{SiO}_2 \cdot X \text{H}_2\text{O}$ و یا آلومین $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot X \text{H}_2\text{O}$ است. سازوکار جذب به گروه‌های شیمیایی ترکیب‌های موجود در مخلوط بستگی دارد. جذب ناشی از نیروهای بین مولکولی بین یک

ترکیب و لایه‌ی ثابت است. برای مثال، جذب ترکیب‌های غیرطبیعی روی آلومین، از طریق اعمال نیروهای واندروالسی یک ترکیب با سطح جاذب صورت می‌گیرد. نوع پیوند و استحکام آن‌ها به ترتیب زیر است: واندروالسی > دوقطبی-دوقطبی > پیوند هیدروژنی > کوئوردیناسیون > تشکیل نمک



بنابراین با توجه به استحکام هر پیوند، جهت جداسازی هر ترکیب، باید از حلالی استفاده شود که بتواند اتصال آلومین (یا هر لایه‌ی جامد دیگر) و ترکیب را بشکند. از این رو، قطبیت حلال مهم است و باید در نظر گرفته شود. جدول ۶ حلال‌های رایج در کروماتوگرافی را بر حسب افزایش قطبیت نشان می‌دهد.

۱- اتر نفت	۹- پیریدین
۲- سیکلوهگزان	۱۰- استون
۳- کربن تتراکلرید	۱۱- پروپیل‌الکل
۴- بنزن	۱۲- اتانول
۵- متیلن کلرید	۱۳- متانول
۶- کلروفرم (فاقد الکل)	۱۴- آب
۷- اتیل‌اتر	۱۵- استیک‌اسید
۸- اتیل‌استات	

جدول ۶: حلال‌های مورد استفاده در کروماتوگرافی

۱- کروماتوگرافی کاغذی

در این نوع کروماتوگرافی از سلولز خالص (کاغذ صافی معمولی) به عنوان لایه‌ی ثابت استفاده می‌شود. کاغذ صافی مورد استفاده باید از خلوص و یکنواختی زیادی برخوردار باشد. انواع کاغذهای کروماتوگرافی از لحاظ قدرت جذب با یک‌دیگر تفاوت دارند. محلول

غلیظی از جسم مورد نظر را در فاصله‌ی یک سانتی‌متری از لبه‌ی کاغذ (این فاصله را با رسم خط کم‌رنگی مشخص می‌کنند) به کمک یک لوله‌ی موئین، روی کاغذ لکه‌گذاری می‌کنند. چنانچه ترکیب مایع نباشد، باید آن را در کم‌ترین مقدار آب یا حلال آلی فرار حل کرد و سپس با لوله‌ی موئین روی خط مبنا در کاغذ گذاشت. سپس کمی صبر کرد تا حلال تبخیر شود.

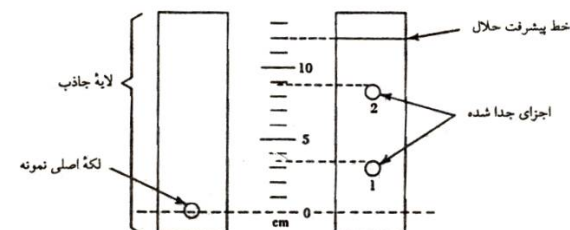
در این روش لایه‌ی متحرک یعنی حلال را تا ارتفاع حدود یک سانتی‌متر در مخزن یا ظرف کروماتوگرافی بریزید و در ظرف را ببینید تا فضای داخل ظرف از بخار حلال مورد استفاده سیر شود. پس از مدتی دو لبه‌ی کاغذ را به هم نزدیک کنید و با نوار چسب به صورت استوانه درآورید و در داخل ظرف قرار دهید. در این حالت که لکه‌ها در بالاتر از سطح حلال قرار دارند، در ظرف را ببندید. حلال شروع به بالا رفتن می‌کند، وقتی حلال به یک سانتی‌متری انتهای کاغذ رسید، کاغذ را بیرون آورید. خط حلال را با مداد علامت‌گذاری کنید. کاغذ (کروماتوگرام) را بگذارید تا خشک شود.

به‌طور معمول در نمونه‌گذاری مواد ناشناخته روی کاغذ (کروماتوگرام)، یک یا چند لکه از یک جسم شناخته‌شده را نیز قرار می‌دهند که به عنوان شاهد مورد استفاده قرار می‌گیرد.

ارزیابی کروماتوگرام

چنانچه لکه‌ها رنگی باشند، می‌توان از روی رنگ آن‌ها به تعدادشان پی برد یا با قراردادن کروماتوگرام در نور فرابنفش، (اگر لکه‌ها مجزا باشند) می‌توان آن‌ها را مشخص کرد. در غیر این صورت با پاشیدن یک واکنش‌گر مناسب به وسیله‌ی افشانه، اجزای تشکیل‌دهنده‌ی مخلوط قابل شناسایی می‌شوند. محل لکه‌ها پس از ظهور به‌وسیله‌ی R_f مشخص و با توجه به شکل ۱۳ تعریف می‌شود:

$$R_f = \frac{\text{مسافتی که جسم پیموده است}}{\text{مسافتی که حلال طی کرده است}}$$



شکل ۱۳: لکه‌گذاری روی کاغذ TLC

عدد R_f به‌دست‌آمده به عوامل زیر بستگی دارد:

- ۱- نوع حلال به کار رفته (لایه‌ی متحرک)
- ۲- نوع لایه‌ی ثابت
- ۳- ضخامت لایه‌ی ثابت
- ۴- مقدار نسبی ماده‌ی لکه‌گذاری‌شده

چنانچه تمام عوامل استاندارد و دقیق باشد، می‌توان عدد R_f را مانند دمای ذوب، یک مشخصه‌ی فیزیکی در نظر گرفت. چنانچه ظرف مخصوص کروماتوگرافی موجود نباشد، می‌توان از یک بشر و شیشه ساعت یا یک بطری دهانه‌ی گشاد درپوش‌دار استفاده کرد.

کروماتوگرافی لایه‌ی نازک (TLC) ^۱

این نوع کروماتوگرافی برای جداسازی مقادیر بسیار کم مواد، کاربرد زیادی دارد و از نوع کروماتوگرافی جامد-مایع است. این روش از نظر جزییات همسان کروماتوگرافی ستونی می‌باشد؛ با این تفاوت که جهت حرکت حلال در آن از پایین به بالا (برخلاف جاذبه‌ی زمین) است.

در کروماتوگرافی لایه‌ی نازک، حلال با خاصیت لوله‌های موئین و جذب سطحی روی لایه بالا می‌رود و اجزای گوناگون موجود در نمونه را بر حسب نوع و استحکام پیوند، در محلی از لایه‌ی نازک متمرکز می‌کند. به‌طور معمول اجسام قطبی در قسمت‌های پایین لایه (زیرا پیوند آن‌ها با ماده‌ی جاذب قوی‌تر است) و اجسام غیرقطبی در قسمت بالایی لایه (زیرا پیوند آن‌ها با ماده‌ی جاذب سست‌تر است و بنابراین با حرکت حلال به سمت بالا پیشروی می‌کنند) قرار می‌گیرند. در جداسازی با روش T.L.C به نکته‌های اساسی زیر توجه کنید:

۱- قبل از آغاز کروماتوگرافی لایه‌ی نازک، چند حلال را آزمایش و بهترین آن‌ها را مشخص کنید. یک حلال بسیار قطبی می‌تواند تقریباً تمام اجسام را بالا ببرد و یک حلال غیرطبیعی برعکس عمل می‌کند. حلال مناسب، حلالی است که لکه‌ها را به خوبی از هم جدا کند و با اجسام موجود در نمونه واکنش ندهد.

۲- لکه‌گذاری روی لایه‌ی نازک به وسیله لوله‌ی موئین انجام می‌شود.

۳- محل لکه‌گذاری باید به نحوی در نظر گرفته شود که پس از قرار دادن لایه‌ی نازک در ظرف حلال، لکه درون حلال نباشد (۱-۵ ر سانتی‌متر بالاتر از انتهای صفحه‌ی T.L.C باشد).

۴- لایه‌ی نازک را حدود ۱٫۵ سانتی‌متر مانده به سطح بالایی لایه از حلال خارج کنید.

۵- چنانچه مقایسه چند جسم مورد نظر است، باید لکه‌ی تمام نمونه‌ها روی یک سطح باشند.

۶- پس از پایان کروماتوگرافی و خشک‌شدن لایه‌ی نازک، با قراردادن آن در زیر لامپ فرابنفش، تعداد اجزای جدا شده را با مشاهده‌ی تعداد لکه‌ها، کنترل کنید.

۷- چنانچه لامپ فرابنفش موجود نبود، چند بلورید را درون ظرف در بسته‌ای بیندازید و سپس لایه‌ی نازک را درون ظرف قرار دهید. پس

از مدتی لکه‌ها ظاهر می‌شوند. استفاده از این روش فقط برای کروماتوگرافی کیفی مناسب است. در مواردی که هدف استخراج باشد، از این روش نباید استفاده کرد؛ زیرا بخارید سبب اکسایش اجسام می‌شود. به‌جز هیدروکربن‌های سیرشده و آلکیل‌هالیدها، سایر ترکیب‌ها با ید به‌طور معمول کمپلکس‌های رنگی تشکیل می‌دهند. در مورد آلکیل‌هالیدها از نقره‌نیترات به صورت افشانه می‌توان استفاده نمود که بر اثر آن نقره‌هالید ایجاد می‌شود. هالید نقره در مجاورت نور، تجزیه و نقره‌ی آزاد شده، به صورت لکه‌های سیاه ظاهر می‌گردد.

سولفوریک‌اسید غلیظ که به صورت افشانه روی لایه پاشیده می‌شود، تقریباً بر اکثر ترکیب‌ها اثر می‌کند و به‌طور معمول با گرم کردن لایه‌ها، لکه‌ها به صورت رنگی ظاهر می‌شوند. موارد کاربرد کروماتوگرافی لایه‌ی نازک عبارتند از:

۱- تعیین تعداد ترکیب‌های موجود در یک مخلوط، جداسازی داروهای مسکن یا رنگ‌های غذایی

۲- تعیین حلال مناسب برای کروماتوگرافی ستونی

۳- بررسی و تنظیم عمل جداسازی در کروماتوگرافی ستونی

۴- کنترل قدرت جداسازی یک ستون به‌وسیله‌ی تبلور یا استخراج

۵- اثبات یکسان بودن دو یا چند جسم

۶- بررسی و کنترل مراحل گوناگون یک واکنش

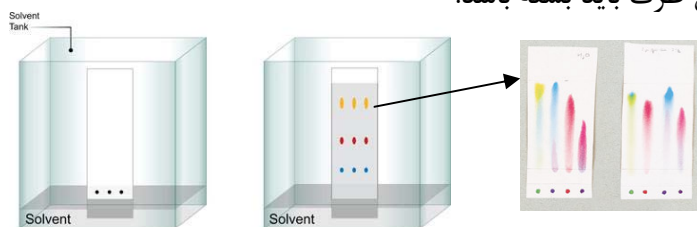
در یک آزمایش کروماتوگرافی TLC نکته‌های زیر را باید رعایت کرد:

۱- لکه‌گذاری حدود ۱٫۵ سانتی‌متر بالاتر از انتهای صفحه انجام شود.



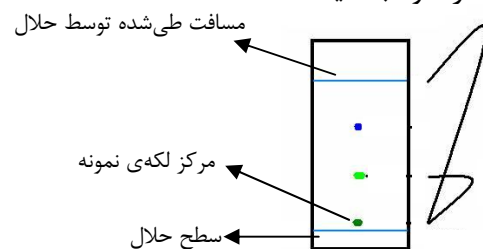
شکل ۱۴: لکه‌گذاری روی TLC

- ۲- لکه‌ها به حد کافی از هم فاصله داشته باشند تا در اثر جذب حلال با هم مخلوط نشوند. در صورت مخلوط شدن باید صفحه عوض شود.
- ۳- هر لوله‌ی مویین فقط برای یک نوع از نمونه استفاده شود. لکه‌ها پس از خشک شدن در ظرف حلال قرار داده شوند.
- ۴- ارتفاع سطح حلال در داخل ظرف باید ۰٫۵ - ۱ سانتی‌متر پایین‌تر از لکه‌ها باشد. حلال را باید قبل از لکه‌گذاری، در ظرف حلال ریخت و درپوش ظرف باید بسته باشد.



شکل ۱۵: قراردادن TLC در تانک کروماتوگرافی

- ۵- همیشه پس از رسیدن حلال به حدود ۱٫۵ - ۲ سانتی‌متر بالای صفحه، باید صفحه را از ظرف حلال خارج و جبهه‌ی حلال را با کشیدن یک خط بر روی صفحه مشخص کرد.
- ۶- پس از خارج کردن صفحه، باید تصویر و موقعیت لکه‌ها را در دفتر خود رسم کنید. چنانچه لکه‌ها مشخص نباشند، پس از ظاهر کردن لکه‌ها به وسیله‌ی لامپ فرابنفش یا شناساگرهای شیمیایی، باید طرحی از آن‌ها را در دفتر خود بکشید.



شکل ۱۶: حرکت حلال و جداسازی نمونه با TLC

- ۷- چنانچه مدتی پس از ظاهر شدن لکه‌ها، رنگ آن‌ها از بین برود، به دلیل انجام واکنش‌های شیمیایی نباید صفحه‌ها را دوباره در معرض تأثیر بخار قرار داد.
- اگر ظرف مخصوص حلال کروماتوگرافی موجود نباشد، می‌توان از یک بطری شیشه‌ای دهانه گشاد دردار استفاده کرد.

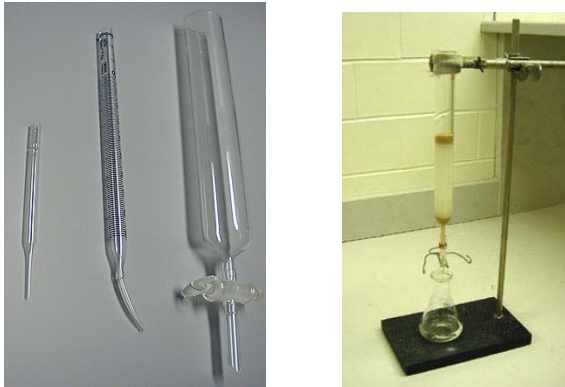


شکل ۱۷: ظرف TLC

کروماتوگرافی ستونی

همان‌طور که اشاره شد، این نوع کروماتوگرافی بر مبنای خاصیت جذب و انحلال‌پذیری است. در این نوع کروماتوگرافی، لایه‌ی جامد، ماده‌ای است که در لایه‌ی مایع حل نمی‌شود. لایه‌ی جامد با توجه به ماده‌ی مورد نظر برای کروماتوگرافی انتخاب می‌شود و اغلب لایه‌ی مایع یا حلال شوینده را از غیر قطبی‌ترین حلال موجود بر اساس جدول ۶ شروع می‌کنند و به تدریج قطبیت حلال را افزایش می‌دهند. مراحل عمل به شرح زیر است:

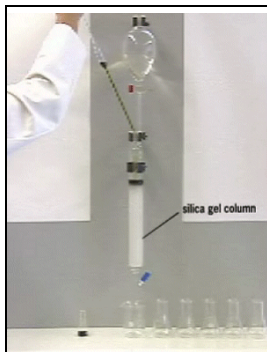
- ۱- انتخاب ستون: ستون تمیز و خشکی که در انتها شیر دارد، انتخاب کنید. انتخاب ستون از نظر قطر و طول، به مقدار ماده‌ی مخلوط و لایه‌ی جاذب بستگی دارد.



شکل ۱۸: انواع ستون کروماتوگرافی و نحوه‌ی نصب آن

۲- پرکردن ستون با لایه‌ی جامد: در مورد نوع لایه‌ی جامد توضیح داده خواهد شد. قبل از پرکردن ستون مقداری پشم شیشه یا پنبه در ته ستون قرار دهید و روی آن مقداری شن بریزید تا انتهای سطح جاذب مسطح شود.

۳- بعد از پرکردن ستون، مخلوط مورد نظر را در کم‌ترین مقدار حلال، حل کنید و به‌وسیله‌ی پی‌پت، روی سطح فوقانی ستون بریزید.



شکل ۱۹: وارد کردن نمونه در ستون

۴- لایه‌ی مایع یا حلال شوینده را به کمک جدول از حلال غیرقطبی شروع و انتخاب کنید.

۵- چنان‌چه اجزای جداشده در ستون (به صورت نوارهایی مجزا) رنگی نباشند، می‌توان به کمک کروماتوگرافی لایه‌ی نازک عمل جداسازی را کنترل کرد.

۶- حلال شوینده را که همراه ترکیب از انتهای ستون خارج می‌شود، به‌وسیله‌ی ظرف‌های گوناگون (به‌طور معمول از ارلن استفاده می‌شود) با توجه به اجزای موجود در نمونه جمع‌آوری کنید (این ظرف‌ها باید با شماره مشخص شوند) و آن‌ها را برای انجام مراحل بعدی نگه دارید.

عوامل مؤثر در جداسازی عبارتند از:

۱- لایه‌ی جامد: لایه‌ی جاذب با در نظر گرفتن ماده‌ی مورد نظر برای کروماتوگرافی انتخاب می‌شود. برای مثال، سلولز، نشاسته و قندها برای کروماتوگرافی مواد گیاهی و حیوانی که pH آن‌ها خنثی است، استفاده می‌شود. زیرا این مواد، به pH اسیدی و قلیایی حساس می‌باشند. از منیزیم‌سیلیکات برای جداسازی قندهای استیل‌دار شده، استروئیدها و روغن‌های گیاهی استفاده می‌شود.

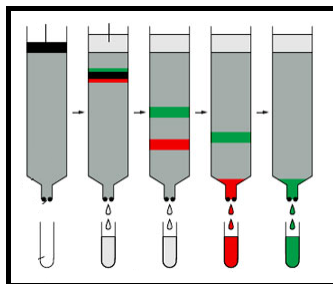
ژل سیلیس یا سیلیسیک‌اسید ($\text{SiO}_2, \text{H}_2\text{O}$)، آلومینا (Al_2O_3) و منیزیم‌سیلیسید (Mg_2Si)، برای اکثر ترکیب‌هایی نظیر هیدروکربن‌ها، الکل‌ها، کتون‌ها، استرها، اسیدها، ترکیب‌های نیتروژن‌دار و آمین‌ها به‌کار می‌روند. جدول ۷ انواع لایه‌های جامد را که در کروماتوگرافی جامد-مایع مورد استفاده قرار می‌گیرند، نشان می‌دهد. ترتیب افزایش قطبی بودن این مواد، از بالا به پایین جدول است.

۱- کاغذ	۷- ژل سیلیس
۲- سلولز	۸- منیزیم‌اکسید (فلوریسیل)
۳- نشاسته	۹- منیزیم‌اکسید
۴- قندها	۱۰- آلومینیم‌اکسید (آلومینا)
۵- منیزیم‌سیلیکات	۱۱- زغال فعال (نوریت)
۶- کلسیم‌سولفات	

جدول ۷: لایه‌های جامد کروماتوگرافی جامد-مایع

۲- قطبیت حلال شوینده: به دلیل نیروی جاذبه‌ی گزینشی لایه‌ی جاذب مورد استفاده، اجزای تشکیل‌دهنده‌ی مخلوط با سرعت‌های متفاوتی به طرف پایین ستون حرکت می‌کنند. حلال شوینده، ترکیبی را که با نیروی کم‌تری جذب شده باشد، سریع‌تر می‌شوید و خارج می‌کند، لذا ترکیب‌های غیرقطبی زودتر و ترکیب‌های قطبی دیرتر از سایر اجسام از انتهای ستون خارج می‌شوند. بنابراین، انتخاب حلال شوینده برای انجام یک جداسازی خوب، نقش مؤثری دارد. برای مثال، انتخاب یک حلال بسیار قطبی به عنوان نخستین حلال شوینده برای آغاز کار، سبب خارج‌شدن بسیاری از مواد از انتهای ستون می‌شود؛ در نتیجه جداسازی به مفهوم واقعی صورت نمی‌گیرد. بدین جهت باید از غیر قطبی‌ترین حلال بر اساس جدول ۶ آغاز کرد. فقط در مواردی که جسم شناخته شده و حلال شوینده‌ی مؤثر آن تعیین شده است، نیازی به این نوع بررسی‌ها (حلال قطبی‌تر، حلال کم‌تر قطبی) نیست.

۳- سرعت جریان حلال شوینده: یکی از عوامل مؤثر برای جداسازی مطلوب، سرعت جریان حلال است. زیرا چنان‌چه سرعت جریان حلال زیاد باشد، فرصت برای جداشدن اجسام، کافی نیست. در صورت کندبودن جریان نیز نوارهای تفکیک‌شده پهن می‌شوند و امکان تداخل با دیگر نوارهای جداشده وجود دارد و جداسازی مطمئنی نخواهیم داشت.



شکل ۲۰: جداسازی نمونه به‌وسیله‌ی ستون کروماتوگرافی

۴- اندازه‌ی ستون: چنانچه اجزای تشکیل‌دهنده‌ی مخلوط به گونه‌ای باشند که لکه‌ها به خوبی از یک‌دیگر جدا شوند، می‌توان لایه‌ی جاذب را ده برابر مقدار مخلوط در نظر گرفت. در غیر این صورت به‌طور معمول مقدار لایه‌ی جاذب را ۲۵ تا ۳۰ برابر مقدار نمونه در نظر می‌گیرند. اندازه‌ی ستون از لحاظ نسبت ارتفاع به قطر ترکیب‌ها هشت به یک است.

روش کار ۱: جداسازی با استفاده از کروماتوگرافی لایه‌ی نازک

یک صفحه‌ی سیلیکاژل را از مربی خود تحویل بگیرید. به فاصله‌ی یک سانتی‌متر از یک انتهای آن به موازات ضلع کوچک‌تر، با مدادی که نوک آن کند است، یک خط افقی بکشید. روی این خط توسط لوله‌ی موئین یک قطره از مخلوط (فلوئورسین، سبز مالاشیت و رودامین B) را قرار دهید. در صورت کم‌رنگ‌بودن لکه، پس از خشک‌شدن، یک قطره‌ی دیگر از شناساگر را به دقت روی لکه‌ی قبلی قرار دهید. سپس درون تانک کروماتوگرافی مقداری از حلال اتانول بریزید به‌طوری که ارتفاع مایع داخل تانک کروماتوگرافی حدود نیم سانتی‌متر باشد. صفحه‌ی تهیه‌شده را از سمت خط‌کشی‌شده، در حلال قرار دهید. لکه‌ی خشک‌شده نباید در این حلال قرار گیرد؛ باید کمی بالاتر از سطح مایع داخل تانک کروماتوگرافی قرار داشته باشد. در تانک کروماتوگرافی را گذاشته، اجازه دهید که سطح حلال حدود یک سانتی‌متر بالای صفحه برسد. در این صورت صفحه را از تانک کروماتوگرافی خارج ساخته، بلافاصله خط فوقانی حلال را با یک مداد که نوک آن کند است، مشخص کنید. پس از خشک‌شدن صفحه (به‌وسیله‌ی حرکت‌دادن در هوا)، R_f لکه‌ها را اندازه بگیرید. صفحه‌ی TLC را ضمیمه‌ی گزارش کار نمایید. جهت ظهور لکه‌ها از لامپ فرابنفش یا تانک ظهور ید استفاده کنید.

روش کار ۲: جداسازی با استفاده از کروماتوگرافی ستونی

یک ستون مخصوص کروماتوگرافی تمیز و خشک را از مربی تحویل بگیرید. ستون را به یک پایه‌ی عمودی متصل کنید. سپس ۱۲ گرم پودر سیلیکاژل مخصوص ستون را در یک بشر ریخته، ۳۵ میلی‌لیتر اتانول ۹۵ درصد به آن بیفزایید و توسط یک میله‌ی شیشه‌ای تمیز آن را خوب هم بزنید. سپس میله‌ی شیشه‌ای را خارج ساخته، بشر را به شدت تکان دهید. به‌وسیله‌ی یک قیف شیشه‌ای ساده، مخلوط را یک‌باره در ستون بریزید. جدار داخلی ستون را با حداقل اتانول بشوید تا ذرات سیلیکاژل چسبیده به آن وارد قسمت پر ستون گردد. بشر حاوی اتانول را در زیر ستون قرار دهید تا حلال در آن جریان یابد. وقتی که سطح حلال به حدود یک میلی‌متری سطح سیلیکاژل رسید، نیم میلی‌لیتر از مخلوط رنگی (فلوئورسین، سبز مالاشیت و رودامین B) را با یک پی‌پت به آرامی بر روی سطح سیلیکاژل بیفزایید. چنان‌چه جدار داخل ستون به مخلوط آغشته شد، با حداقل اتانول بشوید.

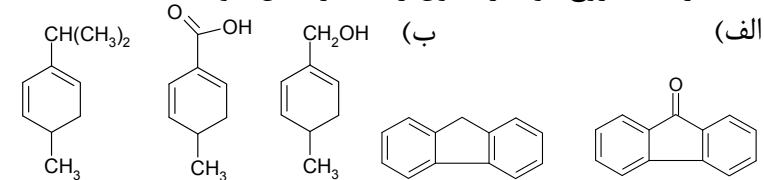
اجازه دهید تا ماده‌ی رنگی تقریباً هم‌سطح سیلیکاژل گردد. سپس حدود نیم میلی‌لیتر دیگر اتانول اضافه کنید و اجازه دهید تا ماده‌ی رنگی به زیر سطح بالایی سیلیکاژل منتقل شود. وقتی مطمئن شدید این عمل صورت گرفته و بر اثر افزایش حلال، مخلوط حلال بالای سطح سیلیکاژل رنگی نشده، ارتفاع حلال بالای ستون را زیاد کنید تا فشار بر سطح بیش‌تر گردد و ماده‌ی رنگی سریع‌تر حرکت کند. پس از جدا شدن رنگ‌ها از یک‌دیگر، هر رنگ را در یک ارلن تمیز جمع‌آوری کنید. نکته‌ای که باید در کروماتوگرافی ستونی در نظر داشته باشید این است که:

۱- ستون به‌طور یکنواخت پر گردد و هیچ‌گونه حباب یا شیاری در سیلیکاژل دیده نشود. برای رسیدن به چنین ستونی می‌توانید با استفاده از یک شیلنگ لاستیکی، ضربه‌های مکرر به ستون وارد کنید.

۲- سطح فوقانی سیلیکاژل عاری از حلال نگردد؛ زیرا در صورت خشک شدن سطح سیلیکاژل، هوا وارد سیلیکاژل می‌گردد و فرایند جداسازی به‌خوبی صورت نمی‌گیرد.

پرسش‌های مربوط به آزمایش نهم

۱- اگر مخلوط زیر را با استفاده از ستون کروماتوگرافی جدا کنند، به‌طوری که لایه‌ی ثابت آن آلومین و لایه‌ی متحرک آن پترولیوم‌اتر باشد، ترتیب خروج مواد از ستون را با ذکر دلیل بنویسید؟



۲- دو ماده در طول جداسازی با TLC که لایه‌ی ثابت آن سیلیکاژل و لایه‌ی متحرک آن ۲-پروپانول می‌باشد، به همراه حلال حرکت کردند و R_F برابر با یک نشان دادند. آیا می‌توان استنباط کرد این دو ماده یکسان هستند؟ اگر جواب منفی است، چه راه‌کاری پیشنهاد می‌کنید؟

۳- مقدار R_F ترکیب A هنگامی که از حلال هگزان استفاده می‌شود، برابر ۰٫۳۴ است و با دی‌کلرومتان برابر ۰٫۴۷ است. برای ترکیب B، R_F در هگزان ۰٫۴۲ و در دی‌کلرومتان ۰٫۶۹ است. کدام حلال برای جداسازی مخلوط A و B در ستون کروماتوگرافی مناسب است؟ چرا؟

۴- مخلوطی از سه ماده‌ی رودامین B، فلوئورسین و سبز مالاشیت برای جداسازی توسط TLC در اختیار سه دانشجو قرار می‌گیرد. هر یک جداگانه جداسازی را انجام می‌دهند. در پایان مشاهده می‌شود که:

(الف) روی یکی از صفحه‌های TLC سه لکه‌ی جدا از هم وجود دارد.

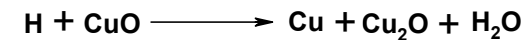
(ب) در یکی از صفحه‌ها هیچ‌گونه جداسازی انجام نگرفته است و لکه‌ی اول در همان مکان اولیه باقی مانده و هیچ‌گونه حرکتی نکرده است.

آزمایش ۱۰: شناسایی کیفی عناصر در ترکیب‌های آلی

در شناسایی یک مجهول آلی، قبل از آن که آزمایش‌های شناسایی عوامل شیمیایی قابل اجرا باشند، باید عناصر تشکیل‌دهنده ماده‌ی آلی شناخته شوند؛ به همین دلیل باید عناصر موجود در ترکیب آلی از حالت کووالانسی به حالت یونی درآیند تا آزمایش‌های عملی و ساده برای شناسایی آن‌ها قابل اجرا باشد. تمامی ترکیب‌های آلی دارای کربن هستند و اغلب آن‌ها، به‌جز ترکیب‌هایی که تمام هیدروژن‌های آن‌ها با هالوژن جانشین شده است، هیدروژن دارند. دیگر عناصر تشکیل‌دهنده عبارتند از: نیتروژن، گوگرد، فلئور، کلر، برم، ید، اکسیژن، فسفر، آرسنیک، بور، سیلیسیم و برخی از فلزات.

۱- شناسایی هیدروژن

۱ گرم از ترکیب آلی را با ۱٫۵ گرم پودر مس‌اکسید (CuO) مخلوط کرده و به آرامی حرارت دهید. هیدروژن موجود در ترکیب آلی در قسمت‌های سرد لوله‌ی آزمایش، به قطرات آب تبدیل می‌شود که به خوبی قابل مشاهده است.



۲- شناسایی کربن

الف) این قسمت بر منبای کاهش مولیبدن‌تری‌اکسید (MoO₃) زرد به مولیبدنوم آبی (Mo₂O₅) به‌وسیله‌ی ترکیب‌های آلی بنا شده است. بنابراین ترکیب‌های احیاکننده مانند نمک‌های آمونیوم و سولفیت‌ها نباید در محیط عمل حضور داشته باشند.

روش کار: چند میلی‌گرم از نمونه را در ته لوله‌ی آزمایش بریزید و بر روی آن مقداری پودر مولیبدن‌تری‌اکسید اضافه نمایید. قسمت بالایی لوله را با شعله‌ی کم به مدت ۱-۲ دقیقه حرارت دهید. ایجاد

ج) در صفحه‌ی TLC سوم، لکه‌ها کشیده شده‌اند، در حالی که جداسازی مؤثر صورت نگرفته است. این نتایج را تفسیر کنید.

۵- فرض کنید که مخلوط بی‌رنگی در اختیار شما قرار دارد و روش کروماتوگرافی ستونی به شما پیشنهاد شده است. حلال مناسب را پیدا کرده‌اید. چگونه به وجود نمونه‌ها و پایان خروج آن‌ها به درون ظرف زیر ستون پی می‌برید؟

۶- ترتیب خروج نمونه‌ی نفتالن، آنتراسن و نفتاسن را با ستون کروماتوگرافی توضیح دهید.

۷- در یک کروماتوگرافی لایه‌ی نازک، مسافت طی‌شده توسط حلال از محل نمونه‌ها ۱۳ سانتی‌متر و مسافت طی‌شده توسط نمونه‌های کافئین، فن‌اسین و سالیسیل‌آمید به ترتیب ۳٫۲۵، ۶٫۷۸ و ۱۰٫۴ سانتی‌متر می‌باشد. توسط همان حلال TLC دیگری روی یک نمونه قرص مسکن انجام گرفته و مسافت طی‌شده به‌وسیله‌ی نمونه و حلال به ترتیب ۷٫۳۳ و ۱۱ سانتی‌متر می‌باشد. با توجه به این اطلاعات، قطعی‌ترین نتیجه‌ای که در مورد قرص مورد نظر می‌گیرید، چیست؟

۸- عوامل زیر چه اثری روی جداسازی کروماتوگرافی دارد؟
 ۹- به سؤال‌های زیر پاسخ دهید:

الف) چرا صفحه‌ی TLC قبل از لکه‌گذاری باید خشک باشد؟

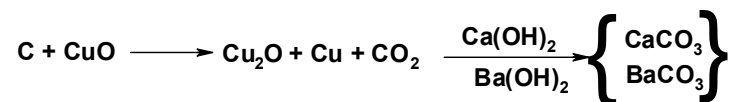
ب) چرا در کروماتوگرافی کاغذی و TLC نباید حلال از صفحه خارج شود؟

ج) در صورتی که R_f دو ترکیب یکسان باشد، چگونه می‌توان این دو ترکیب را از یک‌دیگر جدا کرد؟

د) در صورتی که قطبیت حلال زیاد باشد، چه اشکالی پیش می‌آید؟
 ۱۰- یکی دیگر از روش‌های کروماتوگرافی الکتروفوز است، با مراجعه به کتابخانه، اطلاعاتی راجع به آن بنویسید.

منطقه‌ای به رنگ آبی در سطح تماس بین نمونه و اکسید زرد، نشانه‌ی حضور کربن در این ترکیب است.

(ب) اساس این آزمایش بر مبنای واکنش‌های زیر است:



روش کار: حدود ۰٫۶ گرم از یک ترکیب آلی را با ۱٫۵ گرم پودر مس‌اکسید خشک به‌طور یکنواخت مخلوط کنید. مخلوط را بلافاصله در یک لوله‌ی آزمایش که توسط چوب‌پنبه پلاستیکی سوراخ‌داری بسته شده، بریزید. از وسط چوب‌پنبه پلاستیکی، لوله‌ی خمیده‌ای عبور دهید و سر دیگر آن را وارد یک لوله‌ی آزمایش که در آن آب آهک یا آب باریت ریخته شده، وارد کنید. لوله‌ی محتوی مخلوط مس‌اکسید و ماده‌ی آلی را گرم کنید و کم‌کم درجه حرارت را بالا ببرید تا محتوی لوله سرخ شود. کدرشدن محلول آب آهک یا آب باریت دلیل بر وجود کربن در نمونه می‌باشد.

۳- ذوب ترکیب‌های آلی با سدیم (تکلیس با سدیم)

اگر جسم آلی ناشناخته، با سدیم ذوب شود، در اکثر موارد طوری ترکیب می‌شود که نیتروژن، گوگرد و هالوژن به یون‌های سیانید (CN^-)، سولفید (S^{2-}) تیوسیانیید (SCN^-) و هالید (X^-) تبدیل می‌شود. پس از آن که سدیم اضافی به دقت از بین برده شد، محلول آبی محتوی این یون‌ها را با استفاده از روش‌های موجود در شیمی معدنی شناسایی می‌کنند. واکنش انجام‌شده بین سدیم و ترکیب‌های آلی به قرار زیر است.



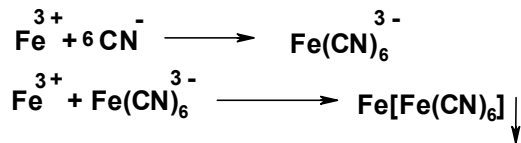
این واکنش، یک واکنش اکسید و احیا است که فلز سدیم اکسید شده و اتم‌های ناجور احیا شده‌اند. در ضمن باید از اضافه کردن مایعاتی که دارای مقادیر قابل توجهی آب هستند، به سدیم ذوب‌شده خودداری کرد؛ زیرا آب با سدیم به شدت وارد عمل می‌شود.

روش کار: در یک لوله‌ی شیشه‌ای نازک که یک طرف آن را به‌وسیله‌ی حرارت بسته‌اید، یک تکه‌ی بسیار کوچک سدیم (که توسط کاغذ صافی خشک کرده‌اید) قرار دهید. لوله را با شعله‌ی یک چراغ گاز کوچک به آرامی گرم کنید. سپس لوله را از شعله دور کنید. با احتیاط مقدار کمی (۲ تا ۳ قطره از مایع یا معادل آن از جامد) از مجهول را به‌طور مستقیم در روی سدیم مذاب بریزید؛ نگذارید نمونه به کناره‌های لوله بریزد. لوله را به مدت دو دقیقه حرارت دهید. سپس لوله را از شعله دور کنید. دوباره مقدار بسیار کمی از سدیم را اضافه نموده و حرارت بدهید. برای مرتبه‌ی دوم مجهول اضافه کنید. این عمل را سه مرتبه تکرار نمایید.

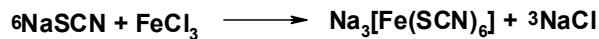
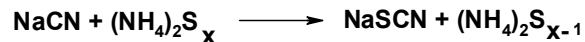
باید حتماً عینک ایمنی به چشم بزنید و صورت خود را از دهانه‌ی لوله دور نگهدارید؛ زیرا برخی از اجسام با سدیم مذاب به شدت یا به صورت انفجاری واکنش می‌دهند.

اکنون انتهای لوله را به مدت سه دقیقه به شدت حرارت دهید. سپس لوله را از شعله دور کنید و بگذارید سرد شود. حدود نیم میلی‌لیتر اتانول اضافه کنید تا سدیم اضافی داخل لوله با الکل ترکیب شده و از بین برود. پس از آن که الکل از جوشش افتاد و خروج گاز هیدروژن به پایان رسید، لوله‌ی شیشه‌ای را به ملایمت حرارت دهید تا الکل به‌طور کامل تبخیر شود. ممکن است ضمن حرارت‌دادن، دهانه‌ی لوله مشتعل شود که این امر در نتیجه‌ی ذوب قلیایی تأثیری نخواهد داشت.

نکته: علت اضافه کردن پتاسیمفلوئورید (KF)، خارج کردن یون آهن (III) حاصل از اکسیدشدن آهن (II) به صورت کمپلکس FeF_6^{3-} می‌باشد و در صورتی که یون آهن (III) در محیط وجود داشته باشد، رسوب فریک‌فری‌سیانید قهوه‌ای $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^-$ تشکیل می‌شود که رنگ آبی پروس را تیره می‌کند. در نهایت رنگ سبز یا سبز تیره مشاهده می‌شود.



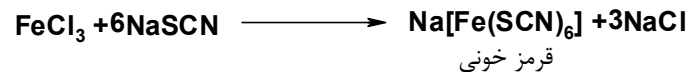
ب) سه قطره محلول آمونیوم‌پلی‌سولفید را به دو میلی‌لیتر محلول حاصل از ذوب قلیایی اضافه کنید. محلول را بر روی حمام بخار تبخیر کنید. ۵ میلی‌لیتر محلول هیدروکلریک‌اسید ۵ درصد بیفزایید. محلول را گرم و صاف نمایید. به محلول صاف‌شده، چند قطره محلول ۵ درصد فریک‌کلرید اضافه کنید. رنگ قرمز ایجادشده، نماینده‌ی نیتروژن موجود در محلول است.



شناسایی نیتروژن و گوگرد

اگر در ترکیب آلی هر دو عنصر نیتروژن و گوگرد وجود داشته باشد، پس از ذوب قلیایی مقداری سدیم‌تیوسیانید (NaSCN) ایجاد می‌شود. با استفاده از این ترکیب پی به وجود نیتروژن و گوگرد می‌بریم.

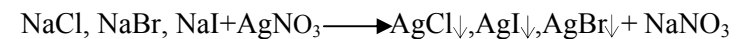
روش کار: دو میلی‌لیتر از محلول زیر صافی را توسط هیدروکلریک‌اسید رقیق اسیدی کرده، به آن چند قطره محلول فریک‌کلرید آبی ۵ درصد بیفزایید. ایجاد رنگ قرمز خونی دلیل بر وجود این دو عنصر است.



۷- شناسایی هالوژن‌ها

۱- اثر نقره‌نیترات

۲۰ میلی‌لیتر از محلول زیر صافی را با نیتریک‌اسید ۱۰ درصد اسیدی کنید. سپس چند دقیقه‌ای به ملایمت بجوشانید تا یون‌های سولفید، سیانید و کربنات به صورت هیدروژن‌سولفید (H_2S)، هیدروژن‌سیانید (HCN) و کربن‌دی‌اکسید (CO_2) از محیط عمل خارج شود. پس از سردکردن، چند قطره محلول نقره‌نیترات ۰٫۱ مولار اضافه کنید؛ تشکیل رسوب سنگین نشانه‌ی حضور کلر، برم یا ید است. نقره‌کلرید سفید، نقره‌برمید زرد و نقره‌یدید زرد است. اگر فقط کدوری جزئی مشاهده شد، نشانه‌ی حضور ناخالصی در ترکیب است. اگر به رسوب حاصل یک میلی‌لیتر محلول رقیق آمونیاک اضافه کنید، رسوب نقره‌کلرید به‌طور کامل حل، نقره‌برمید کمی حل و نقره‌یدید حل نمی‌شود.

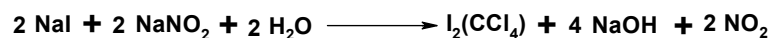


۲- تشخیص برم و ید و کلر به تنهایی

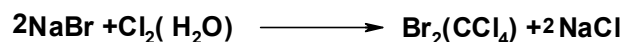
یک میلی‌لیتر از محلول حاصل از ذوب قلیایی را با نیتریک‌اسید ۱۰ درصد اسیدی کنید و بجوشانید. سپس به آن چند قطره نقره‌نیترات بیفزایید؛ اگر رسوب سفید داد، محلول دارای کلر است. اگر رسوب زردرنگ داد، به یک میلی‌لیتر از محلول ذوب قلیایی سه میلی‌لیتر آب کلر تازه (آب ژاول) و یک قطره سولفوریک‌اسید غلیظ اضافه نمایید. حدود یک میلی‌لیتر کربن‌تترکلرید نیز به آن بیفزایید؛ اگر لایه‌ی قهوه‌ای تشکیل شد، برم و اگر لایه‌ی بنفش‌رنگ ایجاد کرد، در محلول ید وجود دارد.

۳- تشخیص کلر، برم و ید در مجاورت یکدیگر

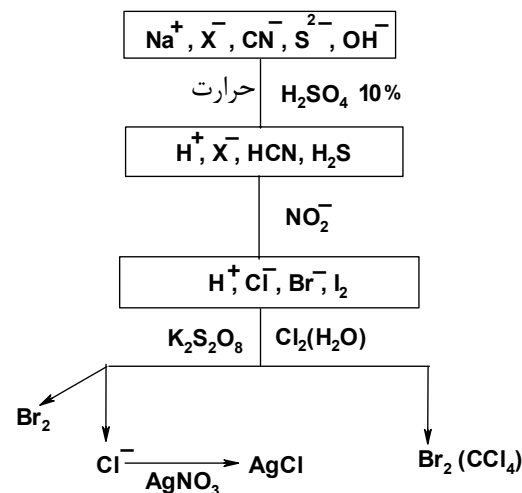
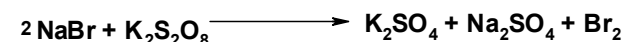
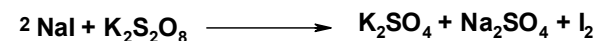
حدود ۱۰ میلی لیتر از محلول زیر صافی حاصل از ذوب قلیایی را به وسیله‌ی سولفوریک اسید ۱۰ درصد اسیدی کنید. به مدت چند دقیقه بجوشانید. سپس محلول را سرد نمایید. نیمی از محلول را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و به آن نیم میلی لیتر کربن تتراکلرید بیفزایید. سپس چند قطره محلول سدیم نیتريت اضافه کنید؛ ظاهر شدن رنگ بنفش در لایه‌ی کربن تتراکلرید نشانه‌ی حضور ید در ترکیب مورد آزمایش است.



اگر ید وجود دارد، به محلول باقی مانده از ۱۰ میلی لیتر فوق، سدیم نیتريت به مقدار کافی اضافه کنید. ید آزاد شده را به وسیله‌ی کربن تتراکلرید استخراج نمایید. پس از استخراج کامل ید، محلول باقی مانده را به مدت چند دقیقه بجوشانید و سرد کنید. به یک میلی لیتر از این محلول نیم میلی لیتر کربن تتراکلرید و دو قطره آب کلر تازه تهیه شده اضافه کنید. رنگ قهوه‌ای نشانه‌ی حضور برم در جسم مورد آزمایش است



به محلول باقی مانده‌ی اولیه، آب مقطر اضافه کنید تا حجم آن به ۶۰ میلی لیتر برسد. ۲۰ میلی لیتر سولفوریک اسید رقیق و نیم گرم پتاسیم پرسولفات ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) را به آن بیفزایید. این محلول را به مدت پنج دقیقه بجوشانید. سپس آن را سرد کنید. پس از سرد کردن به آن محلول نقره نیتريت اضافه کنید. تشکیل رسوب سفید نشانه‌ی حضور کلر در جسم مورد آزمایش است.



۴- تشخیص کلر در حضور نیتروژن، گوگرد، برم و ید

حدود ۱۰ میلی لیتر از محلول صاف شده‌ی اصلی را با نیتریک اسید ۱۰ درصد اسیدی کنید. محلول را بجوشانید تا هیدروژن سیانید خارج گردد. سپس آن را سرد کرده و به مقدار کافی محلول ۰٫۱ مولار نقره نیتريت اضافه کنید تا تمام هالوژن‌ها به صورت نقره هالید رسوب کند. رسوب را جدا کنید. اگر گوگرد و نیتروژن هر دو در ساختار جسم مورد آزمایش حضور داشته باشد، باید رسوب نقره هالیدهای به دست آمده را، پس از جدا کردن، با ۳۰ میلی لیتر نیتریک اسید مخلوط کنید. سپس به مدت ۱۰ دقیقه بجوشانید تا تیوسیانات موجود در مخلوط نقره هالیدها حذف گردد. مخلوط را با ۳۰ میلی لیتر آب مقطر رقیق و صاف کنید. سپس رسوب هالیدهای نقره را با ۲۰ میلی لیتر محلول یک درصد سدیم هیدروکسید به مدت دو دقیقه بجوشانید. مخلوط را صاف کرده، با نیتریک اسید ۱۰ درصد آن را اسیدی کنید. به آن محلول نقره نیتريت اضافه نمایید. تشکیل رسوب سفید نشانه‌ی حضور کلر در ترکیب مورد آزمایش است.

پرسش‌های مربوط به آزمایش دهم

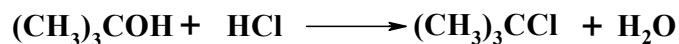
- ۱- یکی از راه‌های شناسایی نیتروژن در روش ذوب قلیایی، تشکیل کمپلکس آبی پروس است. در موارد زیر کمپلکس آبی‌رنگ دیده نمی‌شود. این واقعیات را توجیه کنید:
 - الف) محلول اشباع فروآمونیم‌سولفات $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ برای مدتی در محیط بماند.
 - ب) علاوه بر نیتروژن، ید در نمونه وجود داشته باشد و مقدار نیتروژن نسبت به ید کم باشد.
 - ج) به جای سولفوریک‌اسید رقیق، اسید غلیظ به کار رود.
 - د) برای اسیدی کردن محلول، از هیدروکلریک‌اسید استفاده شود.
- ۲- دانشجویی در مجهول خود کلر را گزارش می‌کند؛ در حالی که کلر وجود نداشته است. سه مورد اشتباهی را که امکان دارد این دانشجو انجام داده باشد، بیان نمایید.
- ۳- یک ترکیب مجهول بعد از ذوب قلیایی، بر روی آن آزمایش‌های زیر انجام شد. این ترکیب چه گروه‌هایی دارد:
 - الف) در حضور سدیم‌نیتروپروساید هیچ رنگی تولید نکرد.
 - ب) بعد از افزایش سولفوریک‌اسید و جوشاندن، در حضور کربن‌تتراکلرید و سدیم‌نیتريت رنگ بنفش مشاهده شد.
 - ۴- تجزیه‌ی عنصری یک ترکیب بلوری به فرمول $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ ماده‌ای را با درصد کربن زیاد نشان می‌دهد. ولی دمای ذوب بسیار پایینی دارد. چه مرحله‌ای در نوبلور کردن باعث این تجزیه‌ی غلط شده است؟
 - ۵- چرا محلول فروسولفات در آزمایش شناسایی نیتروژن باید تازه و سیرشده باشد؟ چرا فلئور در سدیم مذاب توسط نقره‌نترات شناسایی نمی‌شود؟ یک روش برای شناسایی آن پیشنهاد کنید.

- ۶- علت عدم استفاده از هیدروکلریک‌اسید به جای استیک‌اسید در آزمایش شناسایی اختصاصی گوگرد را بنویسید.
- ۷- الف) علت افزایش پتاسیم‌فلوئورید در آزمایش آبی پروس برای شناسایی نیتروژن چیست؟
ب) در آزمایش آبی پروس، چرا pH محلول زیر صافی باید برابر ۱۳ باشد؟
- ۸- پس از ذوب قلیایی جسم آلی مجهول با سدیم، در تشخیص هالوژن‌ها با نقره‌نترات، ابتدا محلول را با نیتریک‌اسید رقیق جوشانده می‌شود. چرا؟
- ۹- ظرف‌های شیشه‌ای بدون برچسب یکسان و با حجم مساوی دارای مواد ذکرشده‌ی قسمت‌های الف، ب و ج در اختیار شما قرار گرفته است. چگونه آن‌ها را از یکدیگر تشخیص می‌دهید (اجازه چشیدن و بوکردن مواد را ندارید)؟
الف) کربن‌تتراکلرید - دی‌اتیل‌اتر
ب) نرمال‌پنتان - نئوپنتان
ج) سینامیک‌اسید (دمای ذوب ۱۳۳ درجه‌ی سانتی‌گراد) - اوره (دمای ذوب ۱۳۳ درجه‌ی سانتی‌گراد)

آزمایش ۱۱: واکنش جانشینی هسته‌دوستی یک‌مولکولی

آلکیل‌هالیدها با روش‌ها و شناساگرهای گوناگونی تهیه می‌شوند. هالوژن‌دارکردن مستقیم آلکان‌ها برای ایجاد آلکیل‌کلرید و برمید، موجب تشکیل مخلوطی از ایزومرها می‌شود که جداکردن آن با تجهیزات آزمایشگاهی معمولی مشکل است. تهیهی آلکیل‌هالید به‌وسیله‌ی واکنش‌های جانشینی هسته‌دوستی امکان‌پذیر است. دو سازوکار برای این‌گونه واکنش‌ها وجود دارد. واکنش جانشینی هسته‌دوستی یک‌مولکولی (S_N1) و دومولکولی (S_N2).

تهیه‌ی ترشیو-بوتیل‌کلرید



روش کار

۱۰ میلی‌لیتر ترشیو-بوتیل‌الکل را در یک قیف جداکننده بریزید. سپس ۴۰ میلی‌لیتر هیدروکلریک‌اسید غلیظ را به آرامی به قیف جداکننده بیفزایید. قیف جداکننده را چرخانده تا لایه‌ها مخلوط شوند. دهانه‌ی قیف را ببندید و به مدت ۲-۳ دقیقه آن را به شدت تکان دهید. درپوش را بردارید تا فشار داخل قیف کم شود. دوباره درپوش قیف را بسته، به مدت ۱۰ دقیقه به شدت تکان دهید. قیف را در محل مناسبی قرار دهید و بگذارید لایه‌های آلی و آبی جدا شود (درپوش قیف را بردارید).

لایه‌ی آلی و آبی را جدا کنید. لایه آلی را با دو مرحله استخراج، هر بار با ۱۵ میلی‌لیتر محلول ۵ درصد سدیم‌بی‌کربنات بشوید (در هر بار شست‌وشو و تکان‌دادن قیف به خروج گاز توجه داشته باشید). لایه‌ی آلی را به‌وسیله‌ی ۲ گرم کلسیم‌کلرید به مدت ۱۰ دقیقه خشک نمایید. بازدهی واکنش را گزارش نمایید.

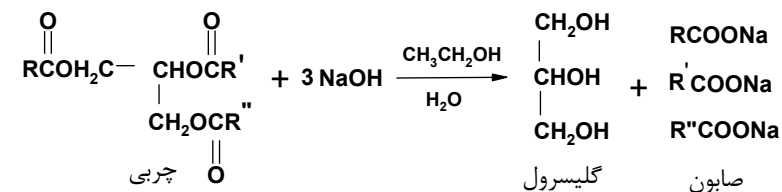
پرسش‌های مربوط به آزمایش یازدهم

- ۱- در شستن ترشیو-بوتیل‌کلرید با محلول سدیم‌بی‌کربنات، چرا محلول باید در حال جوشیدن باشد؟
- ۲- فعالیت نسبی ایزوبوتیل‌کلرید در واکنش‌های الف) S_N1 ب) S_N2 چگونه است؟
- ۳- آیا n-بوتیل‌الکل می‌تواند مانند ترشیو-بوتیل‌الکل تنها با تکان‌دادن با هیدروکلریک‌اسید غلیظ به کلریدهای مربوطه تبدیل شود؟ توضیح دهید.
- ۴- سازوکار واکنش تهیه‌ی ترشیو-بوتیل‌کلرید را شرح دهید.
- ۵- شرایط واکنش‌های S_N1 و S_N2 را با هم مقایسه کنید.
- ۶- با مراجعه به کتاب‌های مرجع روش تهیه‌ی n-بوتیل‌برمید را بنویسید.

تهیه‌ی صابون

آزمایش ۱۲: واکنش صابونی شدن^۱

عبارت صابونی شدن از هنر صابون‌سازی دوران باستان می‌آید که توسط حرارت‌دادن چربی‌ها و روغن‌های چرب با محلول پتاسیم هیدروکسید حاصل از خاکستر چوب و محلول آب آهک به دست می‌آید. اکنون این عبارت به فرایند آب‌کافت (هیدرولیز) یک استر با قلیاهای قوی گفته می‌شود.



چربی‌های حیوانی و روغن‌های گیاهی، استر کربوکسیلیک‌اسیدهایی با وزن مولکولی زیاد و گلیسرول هستند. از نظر شیمیایی این چربی‌ها و روغن‌ها را تری‌آسیل‌گلیسرول می‌نامند و به تری‌گلیسرید یا چربی‌های خنثی نیز معروف هستند. پیوند استری در تری‌آسیل‌گلیسرول‌ها به آسانی با مواد قلیایی آب‌کافت می‌شود؛ اگر چربی و یا روغن را به روشی صابونی کنند (به‌وسیله‌ی قلیا آب‌کافت کنند)، تولید گلیسرول و نمک سدیم یا پتاسیم آن چربی را خواهد داد. این نمک قلیایی اسید چرب را صابون می‌نامند. چربی‌ها و روغن‌هایی که در تهیه‌ی صابون استفاده می‌شوند، چربی‌های حیوانی و پیه‌ی آب‌کرده از منابع حیوانی و روغن زیتون، نخل و نارگیل از منابع گیاهی هستند.

طول زنجیر هیدروکربن و تعداد پیوندهای دوگانه در قسمت کربوکسیلیک‌اسید چربی یا روغن، ویژگی‌های صابون را تعیین می‌کند. برای مثال نمک اسید با زنجیر طویل اشباع‌شده، صابون نامحلول‌تر و سخت‌تر ایجاد می‌کند. طول زنجیر نیز در حلالیت آن اثر می‌گذارد. مولکول صابون دارای انتهای قطبی است که در آب حل می‌شود (نمک کربوکسیلات) و انتهای طویل هیدروکربن نیز دارد که در روغن محلول است. سر هیدروکربنی صابون، در ماده‌ی روغنی حل می‌شود و انتهای یونی خود را خارج از سطح روغن نگاه می‌دارد؛ به همین دلیل توانایی حلالیت و تمیزکردن لکه‌های چربی را دارد.

روش کار

۲٫۵ گرم سدیم‌هیدروکسید را در ۵ میلی‌لیتر آب مقطر و ۱۰ میلی‌لیتر اتانول حل کنید و حرارت دهید تا این‌که به‌طور کامل مخلوط شوند. سپس آن را در یک بشر که محتوی ۲٫۵ گرم روغن می‌باشد، بریزید و به مدت نیم ساعت حرارت دهید. در صورتی که حجم مخلوط کاهش پیدا کند، اتانول ۵۰ درصد به آن بفزایید (۲٫۵ میلی‌لیتر آب مقطر و ۲٫۵ میلی‌لیتر اتانول). واکنش زمانی کامل می‌گردد که مخلوط حاصل یکنواخت شود. به صابون ۱۵ میلی‌لیتر آب بیفزایید. این مخلوط را در ظرفی که محتوی ۱۵ گرم سدیم کلرید در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب است، بریزید و مرتب هم بزنید. صابون جامد را بر روی پارچه‌ی تمیزی صاف کنید و محصول را قالب‌گیری نمایید.

پرسش‌های چهارگزینه‌ای

- ۱- ناخالصی چه تأثیری بر روی دمای ذوب جسم خالص می‌گذارد؟
 (۱) افزایش دمای ذوب (۲) کاهش دمای ذوب
 (۳) وسیع شدن دامنه‌ی ذوب (۴) ۳ و ۲
- ۲- ترتیب افزایش دمای جوش مایعات زیر چگونه است؟
 C: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$ B: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CHO}$ A: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
 D: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$
 (۱) $A > C > B > D$ (۲) $C > A > B > D$ (۳) $C > B > A > D$ (۴) $A > B > C > D$
- ۳- هنگامی که مایع ناخالصی تقطیر می‌شود، در طی تقطیر درجه‌ی حرارت دهانه‌ی خروجی بخار نسبت به درجه‌ی حرارت داخل مایع:
 (۱) بیش‌تر است (۲) کم‌تر است (۳) یکسان است
 (۴) به مایع تقطیرشونده بستگی دارد.
- ۴- در تقطیر مخلوط دوجزبی غیرقابل امتزاج A و B، چنانچه $P_A^* > P_B^*$ باشد، در مقطره‌ی حاصل از تقطیر به شرط ایده‌آل بودن مخلوط:
 (۱) همواره درصد وزنی A بیش‌تر است.
 (۲) همواره درصد وزنی B بیش‌تر است.
 (۳) ارتباطی بین درصد وزنی مقطره و فشار بخار اجزا وجود ندارد.
 (۴) داده‌های مسأله ناقص است.
- ۵- در عمل تبلور چنانچه تشکیل بلور صورت نگیرد، چه باید کرد:
 (۱) افزایش مقدار کمی از بلور جسم خالص (۲) تبخیر حلال
 (۳) خراش دادن دیواره‌ی ظرف (۴) هر سه مورد
- ۶- در شناسایی کیفی عناصر موجود در ترکیب‌های آلی، در مورد کدام نیازی به ذوب با سدیم نیست:
 (۱) F (۲) P (۳) N (۴) F و P
- ۷) در استخراج با روش Salting Out کدام یک از موارد زیر صحیح نیست:
 (۱) افزایش ضریب توزیع (۲) رهاشدن سریع جسم آلی از لایه‌ی آبی

پرسش‌های مربوط به آزمایش دوازدهم

- ۱- سازوکار تهیه‌ی صابون را به طور کامل بنویسید.
 ۲- در تهیه‌ی صابون:
 الف) نقش اتانول در واکنش صابونی شدن چیست؟
 ب) چرا باید از اتانول ۵۰ درصد استفاده کرد؟
 ج) چرا سدیم کلرید در انتهای واکنش افزوده می‌شود؟
 د) صابونی شدن جزء کدام دسته از واکنش‌های شیمیایی است؟
- ۳- چرا برای تهیه‌ی صابون، از محیط قلیایی استفاده می‌شود؟ در محیط اسیدی چه واکنشی روی می‌دهد؟
- ۴- الف) تفاوت صابون پتاسیم و سدیم چیست؟
 ب) چگونه می‌توان صابون پتاسیمی را به صابون سدیمی تبدیل کرد؟
- ۵- چرا صابون در آب‌های سخت کف نمی‌کند؟ برای رفع مشکل چه راهی را پیشنهاد می‌کنید؟
- ۶- الف) چربی‌ها جزء کدام دسته از ترکیب‌ها هستند و فرمول عمومی آن‌ها چیست؟
 ب) تفاوت بین چربی و روغن را بیان کنید؟
- ۷- اگر صابون با محلول برم در کربن‌تتراکلرید (Br_2/CCl_4) مجاور شود، مشاهدات زیر را توجیه کنید
 الف) بی‌رنگ شدن لایه‌ی آلی
 ب) عدم تغییر رنگ لایه‌ی آلی
- ۸- از آب‌کافت قلیایی $\text{C}_3\text{H}_7\text{-C}^*\text{-OC}_2\text{H}_5$ چه محصول‌هایی ایجاد می‌شود؟

۳) یک جاذب با فعالیت کم و یک حلال با قطبیت کم

۴) یک جاذب با فعالیت بالا و یک حلال با قطبیت بالا

۱۵- بر اساس دمای جوش مرتب کنید:



۱) $A > B > D > C$ ۲) $D > B > C > A$ ۳) $B > D > A > C$ ۴) $C > A > D > B$

۱۶- برای جداسازی مخلوط چهارجزیی n - پروپانول، استیک اسید،

اتیلن گلیکول و دی متیل آمین کدام روش مناسب تر است:

۱) تقطیر ساده ۲) استخراج با اسید و باز

۳) تقطیر جزء به جزء ۴) تقطیر با بخار آب

۱۷- کدام یک از ترکیب‌های زیر قبل از ذوب قلیایی باید با

استیک اسید و پودر روی وارد عمل گردد:



۱۸) دانشجویی به مشاهده‌ی اجزای نمونه‌ای از جوهر رنگ آمیزی در

آزمایشگاه علاقمند است. کدام یک از اعمال زیر مناسب‌ترین روش

است:

۱) صاف کردن ۲) کروماتوگرافی کاغذی ۳) تقطیر ۴) تیتراژ

۱۹) در شناسایی کیفی عناصر توسط ذوب قلیایی، شناساگر

سدیم نیتروپروساید با کدام یون تولید چه رنگی می‌کند؟

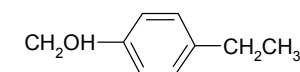
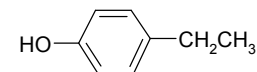
۱) یون سولفید، آبی تا قرمز مایل به بنفش

۲) یون سانیید، آبی پروس

۳) یون سولفید، قهوه‌ای مایل به سیاه

۴) یون تیوسیانات، قرمز خونی

۲۰- چگونه این دو ترکیب را از هم جداسازی کنیم؟



۳) کاهش قدرت یونی ۴) ۱ و ۲

۸) اگر ضریب توزیع برای مواد A، B و C به ترتیب برابر ۰٫۵، ۱ و ۲

باشد، با حداقل چندبار استخراج متوالی می‌توان ۷۵ درصد از مواد

مذکور را از لایه‌ی آلی به لایه‌ی آبی منتقل نمود؛ در صورتی که در هر

استخراج، حجم لایه‌های آلی و آبی یکسان باشد:

۱) به ترتیب ۱، ۲ و ۳ بار ۲) به ترتیب ۲، ۳ و ۴ بار

۳) به ترتیب ۲، ۳ و ۴ بار ۴) به ترتیب ۲، ۳ و ۴ بار

۹) کدام یک از زوج حلال‌های زیر نمی‌تواند در تبلور با زوج حلال مورد

استفاده قرار گیرد:

۱) اتانول - متیل استات ۲) آب - دی اتیل اتر

۳) استیک اسید - تولوئن ۴) ۲ و ۳

۱۰- خشک شدن لباس‌های مرطوب در هوای سرد و زیر صفر درجه‌ی

سانتی‌گراد، در اثر چه فرایندی است:

۱) تبخیر ۲) تصعید ۳) ذوب ۴) میعان

۱۱) کدام یک از روش‌های کروماتوگرافی سریع و با صرفه‌تر است:

۱) ستونی ۲) TLC ۳) LC ۴) GC

۱۲) کدام یک از شناساگرهای زیر در شناسایی برم استفاده می‌شود:

۱) هیدروژن پراکسید ۲) سدیم نیتريت

۳) پتاسیم پرسولفات ۴) آب کلر

۱۳) استخراج کدام یک از مواد زیر از حلال کلروفرم توسط محلول آبی

اسید معدنی امکان پذیر است:

۱) بنزوئیک اسید ۲) بتا-نفتول ۳) آلفا-نفتیل آمین ۴) بنزالدهید

۱۴) کدام یک از موارد زیر برای جداسازی مخلوط‌های بسیار قطبی

مناسب است؟

۱) یک جاذب با فعالیت بالا و یک حلال با قطبیت کم

۲) یک جاذب با فعالیت بالا و یک حلال با قطبیت بالا

(۳) فاقد فن استین و سالیسیل آمید است.

(۴) فاقد هر سه گونه‌ی ذکر شده است.

۲۵- کدام یک از حلال‌های زیر جهت خالص‌سازی بنزوئیک‌اسید به روش تبلور مجدد مناسب‌تر است؟

(۱) آب (۲) اتانول (۳) نرمال پروپیل استات (۴) پترولیوم‌اتر
۲۶- ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول آبکی ۲ مولار ترکیب X را دوبار و هربار توسط ۵۰ میلی‌لیتر کلروفرم استخراج کردیم، چنانچه ضریب توزیع ۱۸ باشد، چند درصد از ماده‌ی X در آب باقی می‌ماند؟

(۱) ۱ (۲) ۲ (۳) ۰٫۱ (۴) ۰٫۲

۲۷- افزایش سدیم کلرید به آب چه تأثیری در دمای انجماد و جوش دارد:

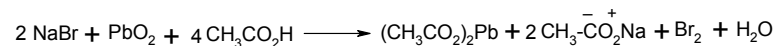
(۱) صعود دمای جوش و نزول دمای انجماد

(۲) نزول دمای جوش و صعود دمای انجماد

(۳) نزول دمای جوش و عدم تغییر در دمای انجماد

(۴) نزول دمای انجماد و عدم تغییر در دمای جوش

۲۸- واکنش مقابل جهت شناسایی کدام یون استفاده می‌شود؟



(۱) Br^- (۲) Pb^{+2} (۳) Na^+ (۴) $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$

۲۹- دمای جوش مایعی در کنار دریا ۲۷۰ درجه‌ی سانتی‌گراد است.

اگر فشار به یک پنجم کاهش یابد، دمای جوش چه تغییری می‌کند؟

(۱) دمای جوش به یک پنجم کاهش یابد.

(۲) دمای جوش ۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد کم می‌شود.

(۳) دمای جوش ۲۷ درجه‌ی سانتی‌گراد می‌شود.

(۴) هیچ کدام

(۱) استخراج با HCl ۵ درصد (۲) استخراج با NaOH

(۳) استخراج با NaHCO_3 اشباع (۴) استخراج با H_2SO_4 ۳ مولار

۲۱- اگر یک بطری تتراهیدروفوران مانده در آزمایشگاه پیدا شود، قبل از استفاده از آن چه باید کرد؟



تتراهیدروفوران

(۱) آن را تقطیر کرد. (۲) صاف کرد.

(۳) اسیدی‌بودن آن را آزمایش کرد.

(۴) حضور پراکسید را در آن آزمایش کرد.

۲۲- یک مخلوط دوجزیبی به وزن 10^{-3} گرم مفروض است. برای جداسازی این مخلوط کدام روش مفیدتر است؟

(۱) تبلور (۲) TLC (۳) کروماتوگرافی کاغذی (۴) تقطیر در خلأ

۲۳- تقطیر با بخار جسم Y کنار دریا صورت گرفته است. دمای جوش مخلوط ۹۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و نسبت وزن آب به جسم Y ۰٫۲۵ می‌باشد. اگر فشار بخار آب در ۹۰ درجه‌ی سانتی‌گراد برابر ۵۷۰ میلی‌متر جیوه باشد، جرم مولکولی Y چه قدر است؟

(۱) ۵۴ (۲) ۲۱۶ (۳) ۱۳۵ (۴) ۱۰۸

۲۴- بر روی یک صفحه‌ی لایه‌ی نازک، مسافت طی‌شده توسط حلال از محل نمونه‌ها ۱۳ سانتی‌متر و مسافت پیموده‌شده توسط نمونه‌های کافئین، فن‌استین و سالیسیل آمید به ترتیب ۳٫۲۵، ۸٫۶۷ و ۱۰٫۴ سانتی‌متر می‌باشد. توسط همان حلال، TLC دیگری روی یک نمونه قرص مسکن انجام گرفته و مسافت طی‌شده به‌وسیله‌ی حلال به ترتیب ۷٫۳۳ و ۱۱ سانتی‌متر است. قطعی‌ترین نتیجه‌ای که راجع به قرص مسکن مورد نظر می‌گیرید، کدام است؟

(۱) فاقد کافئین و فن‌استین است.

(۲) فاقد سالیسیل آمید و فن‌استین است.

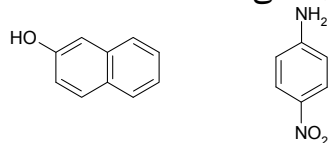
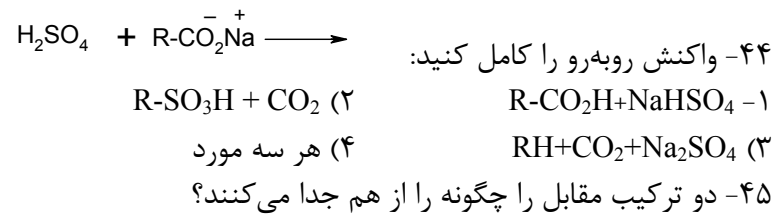
- ۳۰- ترتیب افزایش دمای جوش مایعات زیر چگونه است؟
 A) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ B) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CHO}$ C) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2\text{H}$ D) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$
 (۱) $A > C > B > D$ (۲) $C > B > A > D$ (۳) $C > A > B > D$ (۴) $A > B > C > D$
- ۳۱- اگر جسمی در هنگام ذوب شدن تجزیه شود، دمای ذوب نشان داده شده
 (۱) صحیح نیست (۲) صحیح است
 (۳) صحیح نیست و دمای ذوب واقعی بالاتر است.
 (۴) صحیح نیست و دمای ذوب واقعی کم تر است.
- ۳۲- کدام جمله صحیح است؟
 (۱) ترکیب‌هایی با مولکول‌های متقارن در دمای بالاتر ذوب می‌شوند.
 (۲) ترکیب‌هایی با مولکول‌های با تقارن کم‌تر، در دمای بالاتر ذوب می‌شوند.
 (۳) تقارن نقشی در دمای ذوب ندارد.
 (۴) در دماهای پایین تقارن نقشی اساسی دارد.
- ۳۳- در مخلوط‌های مایع، کدام یک از آزمایش‌های زیر را برای حضور مایع به کار می‌گیرند؟
 (۱) قابلیت استخراج با اتر (۲) با استفاده از مس سولفات بدون آب
 (۳) با استفاده از تقطیر (۴) هیچ کدام
- ۳۴- کدام یک از موارد زیر در روش TLC ضرورت دارد؟
 (۱) لکه‌ی نمونه باید پهن باشد.
 (۲) قطبیت حلال باید زیاد باشد.
 (۳) حوضچه‌ی حلال در تانک خیلی عمیق باشد.
 (۴) هیچ کدام
- ۳۵- شناساگر اختصاصی شناسایی گوگرد کدام است؟ این شناساگر در چه محیطی استفاده می‌شود؟
 (۱) سدیم نیتروپروساید، محیط بازی (۲) سرب استات، محیط اسیدی

- (۳) فلئورسین، محیط اسیدی (۴) سرب استات، محیط بازی
 ۳۶- مایعی دارای ناخالصی غیر فرار است؛ ضمن تقطیر درجه‌ی حرارت دهانه‌ی خروجی بخار نسبت به حرارت داخلی مایع ...
 (۱) یکسان است. (۲) بیش تر است (۳) کم تر است.
 (۴) بستگی به مایع مورد تقطیر دارد.
- ۳۷- در هنگام تقطیر حجم مایع مورد تقطیر نسبت به بالن تقطیر چه قدر باید باشد؟
 (۱) یک دوم (۲) یک سوم (۳) دو سوم (۴) سه چهارم
 ۳۸- چگونه اتر- نیتروفل را از پارا- نیتروفل جدا می‌کنند؟
 (۱) تقطیر با بخار آب (۲) استخراج با حلال
 (۳) قابل جداسازی نیست (۴) تفاوت در دمای ذوب و جوش
 ۳۹- برای انجام یک تصعید مناسب چه شرایطی لازم است؟
 (۱) جسم مورد نظر فشار بخار پایینی داشته باشد.
 (۲) جسم مورد نظر قطبی باشد.
 (۳) فشار بخار ناخالصی‌ها و فشار بخار جسم اختلاف زیادی داشته باشد.
 (۴) ۱ و ۳
- ۴۰- در آزمایش آبی پروس، کدام یک از موارد زیر باعث ایجاد خطا می‌شود؟
 (۱) قلیایی بودن اضافی محلول زیر صافی
 (۲) مقدار سولفوریک اسید اضافی
 (۳) عدم افزایش سولفوریک اسید (۴) ۲ و ۳
 ۴۱- علت افزایش کربن تتراکلرید به محلول زیر صافی در شناسایی ید و برم چیست؟
 (۱) پایدار نگه داشتن یون‌های برم و ید در داخل محلول
 (۲) وجود اتم‌های کربن تتراکلرید و استخلاف با یون‌های برمید و یدید
 (۳) پایدار نگه داشتن برم و ید آزاد شده در محلول

- ۴۷- در هنگام تقطیر جزء به جزء محلول دوتایی فرار با دمای جوش نزدیک به هم، کدام یک از ستون‌های زیر مناسب است؟
 (۱) ستون ویگرو (۲) ستون همیل (۳) ستون با موانع زیاد (۴) ستون کوتاه با قطر زیاد و موانع کم
- ۴۸- کدام یک از موانع زیر یک لایه‌ی استخراج‌کننده نیست؟
 (۱) از نظر شیمیایی با اجزای مخلوط واکنش نامناسبی ندهد.
 (۲) دمای جوش پایینی داشته باشد.
 (۳) با محلولی که استخراج می‌شود، قابل امتزاج باشد.
 (۴) با محلولی که استخراج می‌شود، قابل امتزاج نباشد.
- ۴۹- چگونه می‌توان الکل غلیظ‌تر از ۹۵ درصد تهیه کرد؟
 (۱) تقطیر جزء به جزء
 (۲) مخلوط نمودن الکل با سدیم و تقطیر جزء به جزء
 (۳) تشکیل آزنوتروپ سه‌تایی با بنزن (۴) ۲ و ۳
- ۵۰- در جداسازی کدام یک از موارد زیر، محیط اسیدی باعث استخراج ترکیب از حلال کلروفرم می‌شود؟
 (۱) پارا-آمینوبنزوئیک اسید (۲) پارا-کلروبنزوئیک اسید
 (۳) آلفا-نفتیل آمین (۴) پارا-کلروفل
- ۵۱- کدام یک از موارد زیر در تبلور مجدد یک ماده‌ی ناخالص رنگی ایجاد خطا می‌کند؟
 (۱) مصرف زغال رنگ‌بر اضافی
 (۲) استفاده از کم‌ترین مقدار حلال جوشان
 (۳) تسریع تبلور با قراردادن فوری ظرف محلول داغ در آب یخ
 (۴) ۱ و ۲
- ۵۲- ضریب توزیع ماده‌ی A بین آب و اتر، در دمای اطاق برابر ۵ است. محلولی از ۱۰ گرم از این ماده در ۵۰۰ میلی‌لیتر آب دوبار و هربار با

(۴) هیچ‌کدام

- ۴۲- برای تشخیص مواد غیر رنگی در کروماتوگرافی لایه‌ی نازک، از چه روشی استفاده می‌کنید؟
 (۱) با جداکردن از صفحه‌ی TLC در یک حلال حل و شناسایی می‌شود.
 (۲) از لامپ فرابنفش (۳) از شناساگرهای شیمیایی (۴) ۲ و ۳
- ۴۳- کدام یک از عبارتها درباره‌ی تقطیر جزء به جزء صحیح نیست؟
 (۱) طول ستون به اندازه‌ی کافی بلند باشد.
 (۲) تماس کامل و مداوم بین لایه‌های مایع و بخار در ستون وجود داشته باشد.
 (۳) ستون به‌طور کامل سرد باشد تا فرایند تراکم به خوبی صورت گیرد.
 (۴) اختلاف دمای جوش اجزای مخلوط زیاد باشد.



- (۱) استخراج با HCl ۵ درصد
 (۲) استخراج با NaOH ۵ درصد
 (۳) استخراج با سدیم‌بی‌کربنات اشباع (۴) استخراج با H₂SO₄ ۳ مولار
- ۴۶- R_F عبارت است از:
 (۱) نسبت مسافتی که حلال پیموده به مسافتی که جسم پیموده است.
 (۲) نسبت مسافتی که جسم پیموده به مسافتی که حلال پیموده است.
 (۳) مسافتی که حلال پیموده است.
 (۴) مسافتی که جسم پیموده است

نکته‌های ایمنی و هشدارهای روی بسته‌بندی مواد شیمیایی احتیاط‌های ایمنی (هشدارهای S)

S 1	در محل امن (قفل‌دار) نگهداری شود.
S 2	دور از دسترس اطفال نگهداری شود.
S 3	در جای خنک نگهداری شود.
S 4	دور از محل زندگی نگهداری شود.
S 5	در مایعی که توسط کارخانه‌ی سازنده توصیه‌شده، نگهداری شود.
S 6	در گاز بی‌اثری که توسط کارخانه‌ی سازنده توصیه‌شده، نگهداری شود.
S 7	در ظرف کاملاً دربسته نگهداری شود.
S 8	ظرف در جای خشک نگهداری شود.
S 9	ظرف در محلی با تهویه کاملاً مناسب نگهداری شود.
S 10	محتویات، مرطوب نگهداری شود.
S 11	از نفوذ هوا جلوگیری شود.
S 12	در ظرف به شکلی بسته شود که مانع خروج گاز شود.
S 13	دور از مواد غذایی، نوشابه‌ها و خوراک دام نگهداری شود.
S 14	دور از مواد ناسازگاری که کارخانه‌ی سازنده اعلام کرده، نگهداری شود.
S 15	دور از حرارت نگهداری شود.
S 16	دور از منابع تولید جرقه نگهداری شود، سیگار نکشید.
S 17	دور از مواد قابل احتراق نگهداری شود.
S 18	در ظرف با احتیاط باز شده، با احتیاط حمل شود.
S 20	در هنگام کار، از خوردن و آشامیدن خودداری شود.
S 21	در هنگام کار با آن سیگار نکشید.
S 22	از تنفس غبار این ماده خودداری شود.
S 23	از تنفس گاز، دود، بخار و ذرات معلق خودداری شود. (توصیه‌ی اکید کارخانه‌ی سازنده)
S 24	از تماس با پوست خودداری شود.
S 25	از تماس با چشم‌ها خودداری شود.
S 26	در صورت تماس با چشم‌ها، آن‌ها را به دقت با آب شست‌وشو داده، به پزشک مراجعه شود.
S 27	سریع لباس‌های آلوده و مرطوب تعویض شود.
S 28	در صورت تماس با پوست، با مقدار زیادی از مایع توصیه‌شده توسط کارخانه‌ی سازنده شست‌وشو داده شود.
S 29	از ریختن این ماده در فاضلاب خودداری شود.

۵۰۰ میلی‌لیتر اتر استخراج می‌شود. چند گرم از ماده‌ی A از آب استخراج می‌شود؟

(۱) ۵ گرم (۲) ۶٫۶ گرم (۳) ۳٫۳ گرم (۴) ۵٫۵ گرم
۵۳- علت افزایش پتاسیم‌فلوئورید در آزمایش آبی پروس برای شناسایی نیتروژن چیست؟

(۱) برای خارج نمودن Fe^{+3} حاصل از اکسایش Fe^{+2} از محیط واکنش
(۲) برای خارج نمودن Fe^{+3} حاصل از افزایش $FeCl_3$ از محیط واکنش
(۳) برای آن که رنگ آبی پروس به خوبی قابل تشخیص باشد.
(۴) ۱ و ۳

۵۴- چه موقع فرایند تقطیر با بخار آب پایان یافته است؟

(۱) زمانی که تمام جسم فرار خارج شده باشد.
(۲) زمانی که حجم مقطره سه‌چهارم حجم کل مخلوط گردد.
(۳) زمانی که مقطره شفاف شود.
(۴) با استفاده از دماسنج تشخیص داده می‌شود.

۵۵- اثر ناخالصی بر روی دمای جوش چه اثری دارد؟

(۱) ناخالصی غیر فرار باعث کاهش دمای جوش می‌شود.
(۲) تأثیری ندارد.
(۳) بستگی به نوع ناخالصی دارد.

(۴) ۱ و ۳

۵۶- در یک مخلوط آزئوتروپ با دمای جوش حداکثر:

(۱) نیروی جاذبه‌ی مولکول‌های مختلف دو جزء قوی‌تر از نیروی جاذبه‌ی بین مولکول‌های مشابه یک جزء است.
(۲) فشار بخار مشترک دو جزء، بیش‌تر از فشار بخار جزء خالص فرارتر است.

(۳) فشار بخار مشترک دو جزء، کم‌تر از فشار بخار جزء خالص فرارتر است.
(۴) ۱ و ۲

S 30	هرگز آب به این ماده اضافه نشود.
S 31	دور از مواد قابل انفجار نگهداری شود.
S 33	نکته‌های ایمنی در مورد مواد و اجسام دارای الکتریسیته ساکن رعایت شود.
S 34	از ایجاد اصطکاک و وارد آوردن ضربه خودداری شود.
S 35	مواد زاید و ظرف‌های آلوده، باید به روش مطمئنی دفع شود.
S 36	در ضمن کار، از لباس محافظ مناسب استفاده شود.
S 37	از دستکش‌های محافظ مناسب استفاده شود.
S 38	چنانچه تهویه مناسب وجود ندارد، از ماسک تنفسی استفاده شود.
S 39	از ماسک دارای عینک استفاده شود.
S 40	کف محل کار و اشیاء آلوده، با موادی که کارخانه‌ی سازنده توصیه کرده، تمیز شود.
S 41	در صورت انفجار یا آتش‌سوزی، از تنفس گازها خودداری شود.
S 42	در هنگام اسپری کردن یا دود دادن، از ماسک تنفسی مناسب (توصیه شده توسط سازنده) استفاده شود.
S 43	برای خاموش کردن آتش از مواد توصیه شده توسط سازنده، استفاده شود.
S 44	در صورت احساس ناراحتی با پزشک مشورت کنید (در صورت امکان، برچسب را به پزشک نشان دهید).
S 45	در صورت هرگونه حادثه یا احساس ناراحتی، فوراً پزشک را مطلع کنید (در صورت امکان برچسب را به پزشک نشان دهید).
S 46	در صورت خوردن سریع به پزشک مراجعه شود.
S 47	در دمای تعیین شده نگهداری شود.
S 50a	هرگز با اسید مخلوط نشود.
S 50b	هرگز با مواد غذایی مخلوط نشود.
S 50c	با اسیدهای قوی، مواد اولیه‌ی پایه و نمک‌ها مخلوط نشود.
S 51	در محیط‌هایی که تهویه مناسب دارند، استفاده شود.
S 62	در صورت خوردن، از برگرداندن آن خودداری کنید (فوراً به پزشک مراجعه کنید).
S 1/2	در محل امن (قفل‌دار) و دور از دسترس اطفال نگهداری شود.
S 3/7/9	در ظرف محکم بسته شده، در جای خنک با تهویه مناسب نگهداری شود.
S 3/9	ظرف را در جای خنک و دارای تهویه مناسب نگه دارید.
S 7/9	در ظرف محکم بسته شده، در جای خنک با تهویه مناسب نگهداری شود.
S 7/8	ظرف را خشک و با در محکم بسته، در جای با تهویه مناسب

	نگهداری کنید.
S 20/21	در هنگام کار، از خوردن، آشامیدن یا سیگار کشیدن خودداری کنید.
S 24/25	از تماس با چشم‌ها و پوست خودداری شود.
S 36/37	در ضمن کار، از لباس و دستکش‌های محافظ مناسب استفاده کنید.
S 36/39	در ضمن کار، از لباس و ماسک عینک‌دار محافظ مناسب استفاده کنید.
S 37/39	در ضمن کار، از دستکش و ماسک عینک‌دار محافظ مناسب استفاده کنید.
S 36/37/39	در ضمن کار، از لباس، دستکش و ماسک عینک‌دار محافظ مناسب استفاده کنید.

احتیاط‌های ایمنی (هشدارهای R)

R 1	در حالت خشک قابل انفجار است.
R 2	در اثر ضربه، اصطکاک، تماس با آتش یا دیگر منابع جرقه‌زا، قابل احتراق است.
R 3	در اثر ضربه، اصطکاک، تماس با آتش یا دیگر منابع جرقه‌زا، به آسانی قابل انفجار است.
R 4	ترکیب‌های فلزی بسیار حساس و قابل انفجار تشکیل می‌دهد.
R 5	در اثر گرما قابل انفجار است.
R 6	در حضور یا عدم حضور هوا قابل انفجار است.
R 7	احتمال آتش‌سوزی وجود دارد.
R 8	در صورت تماس با مواد قابل اشتعال، خطر آتش‌سوزی وجود دارد.
R 9	در صورت مخلوط شدن با مواد قابل اشتعال، خطر انفجار وجود دارد.
R 10	قابل اشتعال است.
R 11	به آسانی قابل اشتعال است.
R 12	به شدت قابل اشتعال است.
R 13	گاز مایع شده، به شدت قابل اشتعال است.
R 14	به شدت با آب واکنش می‌دهد.
R 15	با آب واکنش داده، گازهای قابل اشتعال تشکیل می‌دهد.
R 16	در اثر ترکیب با موادی که آتش‌زا می‌باشند، قابل انفجار هستند.
R 17	در مجاورت با هوا، خودبه‌خود قابل اشتعال است.
R 18	در هنگام استفاده، احتمال تشکیل مخلوط‌های هوا، بخار آتش‌زا و قابل انفجار وجود دارد.

R 19	ممکن است پراکسیدهای قابل انفجار تشکیل دهد.
R 20	در صورت تنفس برای سلامتی زیان آور است.
R 21	در صورت تماس با پوست، به پوست آسیب می‌رساند.
R 22	در صورت خوردن، آسیب ایجاد می‌کند.
R 23	در صورت تنفس، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 24	در صورت تماس با پوست، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 25	در صورت خوردن، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 26	تنفس آن مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 27	در صورت تماس با پوست، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 28	در صورت خوردن، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 29	در تماس با آب، گازهای سمی تشکیل می‌دهد.
R 30	هنگام استفاده ممکن است به شدت قابل اشتعال شود.
R 31	در صورت تماس با اسیدها، گازهای سمی ایجاد می‌کند.
R 32	در صورت تماس با اسیدها، گازهای به شدت سمی ایجاد می‌کند.
R 33	خطر اثرات انباشتگی وجود دارد.
R 34	سوختگی‌های خورنده ایجاد می‌کند.
R 35	سوختگی‌های خورنده‌ی شدید ایجاد می‌کند.
R 36	چشم‌ها را تحریک می‌کند.
R 37	اندام‌های تنفسی را تحریک می‌کند.
R 38	پوست را تحریک می‌کند.
R 39	خطر جدی بروز صدمات غیر قابل برگشت وجود دارد.
R 40	احتمال صدمات غیر قابل برگشت وجود دارد.
R 42	در صورت تنفس، احتمال حساسیت وجود دارد.
R 43	در صورت تماس با پوست، احتمال حساسیت وجود دارد.
R 45	امکان ایجاد سرطان وجود دارد.
R 46	امکان صدمه‌زدن به سیستم ژنتیک را دارد.
R 49	در صورت تنفس، امکان ایجاد سرطان دارد.
R 50	برای موجودات آبی زیان آور است.
R 54	برای گیاهان زیان آور است.
R 55	برای جانوران زیان آور است.
R 57	برای حشرات زیان آور است.
R 59	برای لایه‌ی اوزون خطرناک است.
R 60	برای مزارع حاصل خیز زیان آور است.
R 61	برای کودکان زیان آور است.

R 14/15	به شدت با آب واکنش داده، گازهای قابل اشتعال تشکیل می‌دهد.
R 15/29	با آب واکنش داده، گازهای سمی و قابل اشتعال تشکیل می‌دهد.
R 20/21	در صورت تماس با پوست و تنفس، به سلامتی آسیب می‌رساند.
R21/22	در صورت تماس با پوست یا در صورت خوردن آن، به سلامتی آسیب می‌رساند.
R 20/22	در صورت تنفس و خوردن، به سلامتی آسیب می‌رساند.
R 20/21/22	در صورت تنفس و خوردن و تماس با پوست، به سلامتی آسیب می‌رساند.
R 23/24	در صورت تنفس و تماس با پوست، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 24/25	در صورت تماس با پوست یا خوردن آن، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 23/25	در صورت تنفس و خوردن، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 23/24/25	در صورت تنفس و خوردن و تماس با پوست، مسمومیت ایجاد می‌کند.
R 26/27	در صورت تنفس و در صورت تماس با پوست، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 27/28	در صورت تماس با پوست و خوردن آن، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 26/28	در صورت تنفس و خوردن آن، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 26/27/28	در صورت تنفس و خوردن و در صورت تماس با پوست، مسمومیت شدید ایجاد می‌کند.
R 36/37	چشم‌ها و اندام‌های تنفسی را تحریک می‌کند.
R 37/38	اندام‌های تنفسی و پوست را تحریک می‌کند.
R 36/38	چشم‌ها و پوست را تحریک می‌کند.
R 36/37/38	چشم‌ها، اندام‌های تنفسی و پوست را تحریک می‌کند.
R 42/43	در صورت تنفس و تماس با پوست، احتمال حساسیت وجود دارد.

فهرست منابع

- ۱- شیمی آلی آزمایشگاهی (ارگانیکم)، جلد اول، مرکز نشر دانشگاهی.
- ۲- ک.پ.سی. ولهارد - نیل ای. شور؛ شیمی آلی ولهارد؛ ترجمه‌ی مجید میرمحمدصادقی، محمدرضا سعیدی، مجید هروی؛ جلد ۱، ۲ و ۳؛ انتشارات دانشگاه اصفهان.
- ۳- دانش طلب، محسن؛ سنتز دارویی؛ انتشارات دانشکده‌ی داروسازی.
- ۴- گلاب، هماکل؛ شیمی آلی عملی؛ انتشارات دانشکده‌ی داروسازی.
- ۵- عبده، یحیی؛ شیمی آلی عملی؛ انتشارات دانشگاه تهران.
- ۶- شیمی آلی تجربی نوین (دو جلد) مرکز نشر دانشگاهی.
- ۷- دانیال زاده، آلبرت؛ اصول بیوشیمی؛ مرکز نشر دانشگاهی.
- ۸- پرتوی، طیبه؛ آزمایشگاه شیمی آلی؛ دانشگاه پیام نور.
- ۹- شیمی آلی عملی (درس نامه)؛ مرکز نشر دانشگاهی.
- ۱۰- آندرول. ترنی؛ شیمی آلی معاصر؛ جلد اول؛ مرکز نشر دانشگاهی.
- ۱۱- پرتوی، طیبه؛ شیمی آلی ۱، ۲ و ۳.

12. Practical organic chemistry; Abolhassan sheych.
13. Partical organic chemistry A.I.Vogel.
14. Experimental method in organic chemistry 2ed Moor and Darymple.
15. Experimental organic chemistry, 2nd H.Dupont Durst
16. Systematic identification of organic compounds, 5ed Sheriner, Fuson
17. Reagent for organic synthesise Fieser and Fieser
18. Experimental organic chemistry Clarc.F.Most
19. Theory and practice in the organic laboratory Lanpgrebe
20. Merk Index
21. Introduction to paint chemistry G.P.A. Turner
22. Reaction and synthesise in the organic chem. Laboratory L.F.Tietze
23. Microscale organic laboratory Doina.W.Mayo
24. Experimentall organic chemistry polymester Varnish
25. Experimentall organic chemistry. Asmall-Scal Approach. Charls F.Wilcox

معرفی کتاب‌های منتشر شده

- نشر دعوت تا کنون مجموعه‌ای از کتاب‌های علمی در زمینه‌ی شیمی را به چاپ رسانده است که برای آشنایی با آن‌ها در این جا عنوان می‌شود:
۱. شیمی از کلام تا کمال (از دبیرستان تا دکتری)
 ۲. همراه با کارآگاهان شیمی در هزاره‌ی سوم
 ۳. تحولی در مواد زیست‌سازگار
 ۴. چشم‌اندازی در صنعت پوشش
 ۵. توانایی و هوش NMR و MRI
 ۶. شیمی در زندگی روزمره و کشف تقلب در مواد غذایی
 ۷. آزمایش‌های جذاب در شیمی (هیجان را در شیمی تجربه کنید)
 ۸. سراب (کراک، خلسه‌ی مرگ)
 ۹. حلقه‌های جادویی در شیمی (رمز پایداری طبیعت)
 ۱۰. سلاح پنهان (مرگ خاموش)
 ۱۱. آزمایشگاه شیمی آلی ۲
 ۱۲. روش استفاده از متون علمی شیمی
 ۱۳. آزمایشگاه سبز؛ دفع ضایعات آزمایشگاهی
 ۱۴. آزمایشگاه جداسازی و شناسایی ترکیب‌های آلی
 ۱۵. حقیقت شب قدر و سرنوشت نانو
 ۱۶. آزمایشگاه شیمی و فن‌آوری رنگ
 ۱۷. آزمایشگاه شیمی و فن‌آوری مواد غذایی
 ۱۸. آزمایشگاه شیمی آلی ۱
 ۱۹. کاربرد فراصوت در فن‌آوری نانو
 ۲۰. کاربرد ریزموج در فن‌آوری نانو