



آیا جزوه را از سایت ما دانلود کرده اید؟

کتابخانه الکترونیکی **PNUEB**

پیام نوری ها بشتابید

مزایای عضویت در کتابخانه **PNUEB**:

دانلود رایگان و نامحدود خلاصه درس و جزوه

دانلود رایگان و نامحدود حل المسائل و راهنما

دانلود کتابچه نمونه سوالات دروس مختلف پیام نور با جواب

**WWW.PNUEB.COM**

# کتابچه نمونه سوالات چیست:

سایت ما **افتخار** دارد برای اولین بار در ایران توانسته است کتابچه نمونه سوالات تمام دروس پیام نور که هر یک حاوی تمامی آزمون های برگزار شده پیام نور (تمامی نیمسالهای موجود **فتی الامکان** با **جواب**) را در یک فایل به نام کتابچه جمع آوری کند و هر ترم نیز آن را آپدیت نماید.

## مراحل ساخت یک کتابچه نمونه سوال

**(برای آشنایی با زحمت بسیار زیاد تولید آن در هر ترم):**

دسته بندی فایلها - سرچ بر اساس کد درس - پسابندن سوال و جواب - پیدا کردن یک درس در نیمسالهای مختلف و پسابندن به کتابچه همان درس - پسابندن نیمسالهای مختلف یک درس به یکدیگر - وارد کردن اطلاعات تک تک نیمسالها در سایت - آپلود کتابچه و فیلدی موارد دیگر..

**همچنین** با توجه به تغییرات کدهای درسی دانشگاه استثنائات زیادی در ساخت کتابچه بوجود می آید که کار ساخت کتابچه را بسیار پیچیده می کند.

**WWW.PNUEB.COM**

کتابخانه الکترونیکی **PNUEB**

**WWW.PNUEB.COM**

# آزمایشگاه شیمی آلی (1)

(رشته شیمی)

یک واحد عملی

مؤلف: طیبہ پرتوی

تهیه کننده: دکتر بخشعلی معصومی

دانشگاه پیام نور مرکز تبریز

# آزمایشگاه شیمی آلی 1

کتابخانه الکترونیکی **PNUEB**  
[WWW.PNUEB.COM](http://WWW.PNUEB.COM)

# اندازه گیری ثابتهای فیزیکی و برخی روشهای جداسازی، تخلیص و شناسایی ترکیبها

## تعیین دمای ذوب:

■ در اثر جذب انرژی، آرایش منظم ذرات در یک ترکیب جامد و بلوری به آرایش نامنظم (حالت مایع) تبدیل می شود. این عمل را ذوب می گویند.

■ پدیده ذوب وقتی روی می دهد که انرژی گرمایی بر نیروهای بین ملکولی که ذرات را در حالت جامد نگه می دارند فایق آید.

■ نقطه ذوب یک ترکیب دمایی است که در آن، جسم به صورت مایع در می آید.



■ در این دما فشار بخار مایع و فشار بخار جامد برابرند و دو فاز مایع و جامد در حال تعادل هستند.

■ دمایی ذوب یک جسم خالص در طول عمل ذوب ثابت می ماند.

■ به عبارت دیگر، اگر به مخلوط مایع و جامد يك جسم خالص گرما بدهیم، تا وقتی که تمام جامد به مایع تبدیل نشود، دمای جسم بالا نمی رود.

■ و چنانچه گرم کردن متوقف شود، تا زمانی که تمامی مخلوط جامد نشده است، دما پائین نمی رود.

■ برخی از جامدات آلی در دمای ذوب شدن یا پیش از آن بر اثر گرما تجزیه می شوند.

■ در این صورت می توان به جای نقطه ذوب دمای تجزیه را به عنوان یک خاصیت فیزیکی مورد استفاده قرار داد.

■ بعضی از مواد فشار بخار بالایی دارند، به طوری که در نقطه ذوب خود یا پیش از آن تصعید می شوند.

■ در این گونه موارد تعیین نقطه ذوب در لوله در بسته انجام می شود.

■ بعضی مواد قبل از ذوب شدن حلال تبلور خود را از دست می دهند (عرق می کنند) در این حالت اولین قطره مایع دیده شده نقطه ذوب واقعی است.

## تعیین دمای ذوب:

■ دمای ذوب را عمدتاً به دو طریق زیر تعیین میکنند:

■ 1- لوله تیل

■ 2- دستگاه‌های اندازه‌گیری دقیق میکروسکوپی

# 1- لوله تیل:

■ وسیله ساده ای است که به سهولت قابل دسترسي است.

■ لوله تیل به نحوي طراحی شده است که وقتی در آن روغن می ریزیم و لوله را گرم می کنیم، در آن تبادل گرمایی صورت می گیرد.

- به نحوی که توزیع دما در سراسر روغن داخل لوله یکنواخت می شود.
- چنانچه لوله تیل در دسترس نباشد از یک بشر کوچک 50 یا 100 میلی لیتری می توان به عنوان حمام استفاده کرد.

## آماده کردن نمونه:

- مقدار کمی از ترکیب جامد را در هاون بسایید و به صورت پودر نرمی در آورید.
- یک لوله موئین به طول حدود 10 سانتیمتر بردارید و یک انتهای آن را با استفاده از شعله مسدود کنید.



■ انتهاي باز لوله را در توده نرم شده فرو  
کنید تا مقداري از آن داخل لوله شود.

■ سپس ته لوله را چند بار آهسته روي  
میز بزنید تا تمام پودر در انتهاي آن  
قرار گیرد.

■ همچنین می توانید يك لوله شیشه ای را که ابتدا و انتهای آن باز است به طور عمودي روی میز قرار دهید و لوله موپین را از سمت انتهای بسته در آن رها کنید.

■ لوله موپین را به کمک يك نخ یا کش به دماسنج متصل کنید به طوری که **انتهای لوله موپین و بخش جیوه ای دماسنج هم تراز شوند.**

- اکنون دماسنج و لوله موین را به کمک پایه و گیره در داخل حمام روغن قرار دهید.
- حمام را به آهستگی با شعله (چراغ بنسن) گرم کنید و دمایی ابتدا و انتهای ذوب شدن را از روی درجات دماسنج با دقت بخوانید و یادداشت کنید.

■ اگر دمای ذوب یک ترکیب شناخته شده نیست معمولاً دو لوله موئین حاوی ترکیب آماده می کنند.

■ با لوله موئین اول نقطه ذوب را سریعاً اندازه می گیرند.

■ سپس دمای حمام را تا حدود 30 درجه کاهش می دهند و با استفاده از لوله مویین دوم نقطه ذوب را به آرامی و با دقت تعیین می کنند.

■ اگر لوله مویین در دسترس نباشد با استفاده از یک لوله شیشه ای به قطر حدود 0.5 سانتی متر و طول 25 سانتی متر لوله مویین بسازید.

## نقاط ذوب مخلوط ها:

■ دمای ذوب هر ماده بلوري خالص، يك خاصیت فیزیکی آن ماده است و می توان از آن برای شناسایی يك ترکیب استفاده کرد.

■ به طور کلی افزایش تدریجی و پی در پی ناخالصی به یک ماده خالص سبب می شود که به نسبت مقدار ناخالصی افزوده شده نقطه ذوب کاهش یابد.

## دمای تقطیر و جوش:

- فشار بخار مایعات، بر اثر گرم شدن آنها زیاد می شود تا حدی که فشار بخار مایع برابر فشار هوا می شود.
- در این حالت جوشیدن مایع قابل رویت است. این دما را نقطه جوش یا دمای جوش می نامند.



- با کاهش فشار، نقطه جوش نیز پایین می آید زیرا انرژی گرمایی کمتری برای برقراری تعادل بین فشار بخار مایع و فشار هوا (که کم شده است) لازم است.
- نقطه جوش در فشار يك اتمسفر را نقطه جوش عادی (نرمال) می گویند.

■ فرایند تبخیر و سپس میعان مجدد یک مایع را تقطیر می گویند.

■ این روش برای جدا کردن مخلوط چند جزء که نقاط جوش متفاوتی دارند سودمند است.

■ همچنین يك روش اساسي براي تخليص  
مايعات به شمار مي آيد.

■ نقطه جوش مايع خالصي كه در طول عمل  
تقطير تجزيه نمي شود، دقيق و در تمام  
مدت جوش ثابت است.

- تعیین نقطه جوش (bp) با دو روش به آسانی امکان پذیر است.
- استفاده از این دو روش به مقدار ماده موجود بستگی دارد.

1. چنانچه مایع به مقدار کافی یا زیاد در دسترس باشد، نقطه جوش آن را می توان به روش تقطیر ساده و به کمک دماسنج تعیین کرد.

2. در صورتی که مقدار مایع کم باشد، از روش نقطه جوش میکرو استفاده می شود.

## تعیین نقطه جوش به روش میکرو:

■ در این روش از لوله آزمایشی به قطر داخلی 5 میلی متر و طول تقریبی 12 سانتیمتر استفاده می شود.

■ مقداری از مایع مورد نظر (0.2 تا 0.5 میلی لیتر) را به وسیله پی پت یا قطره چکان به درون لوله آزمایش می ریزیم.

■ سپس لوله موپینی را که يك انتهاي آن مسدود شده است به طور واژگون از انتهاي باز آن به درون لوله می اندازیم.

■ بعد این لوله را به وسیله نخ یا نوار لاستیکی به دماسنج می بندیم. همانگونه که در تعیین نقطه ذوب عمل کردیم. انتهاي لوله و دماسنج باید در يك سطح باشند.

■ این مجموعه را در حمام روغن قرار می دهیم و به آرامی گرم می کنیم.

■ پس از مدتی گرم کردن، جریان منظم و یکنواختی از حباب هوا از انتهای لوله مویین خارج می شود.



■ در این مرحله گرما را قطع می‌کنیم و  
ملاحظه می‌شود که جریان حباب هوا قطع  
می‌شود و سپس مقداری از مایع وارد لوله  
مویین می‌شود. در این لحظه عدد دماسنج  
را می‌خوانیم و ثبت می‌کنیم. این دما،  
نقطه جوش مایع است.

■ در تعیین نقطه جوش به روش میکرو مشکلاتی به شرح زیر پیش می آید:


● چون مقدار مایع اندک است، در صورت افزایش ناگهانی گرما احتمال بخار شدن آن وجود دارد، و یا اینکه ممکن است نقطه جوش به دست آمده بیشتر از مقدار واقعی باشد.

• اگر گرم کردن کافی نباشد، در نزدیکی نقطه جوش، در صورت گرما، ممکن است مایع از لوله آزمایش، وارد لوله مویین شود، زیرا در این لحظه فشار بخار مایع پایینتر از فشار هواست. نقطه جوش به دست آمده در این روش به علت تجربه ناکافی آزمایش کننده و خطای چشم، تقریبی، و غالباً کمتر از مقدار واقعی است.

## تقطیر:

■ تبخیر يك مایع و سپس میعان بخار بر اثر سرما و جمع آوری قطرات حاصل در ظرف دیگر را تقطیر می گویند.

■ برای جداسازی و تخلیص مایعات چهار نوع تقطیر در آزمایشگاه مورد استفاده قرار می گیرد:

- 
1. تقطير ساده
  2. تقطير در فشار كم
  3. تقطير به وسيله بخار آب
  4. تقطير جزء به جزء

## تقطیر ساده:

- وجود ناخالصیهایی غیر فرار در مایع سبب کاهش فشار بخار مایع می شود.
- زیرا وجود جزء غیر فرار به مقدار زیاد، غلظت جزء اصلی فرار را پائین می آورد و قابلیت تبخیر مایع کم می شود.

■ این جزء پس از تقطیر در باقیمانده تقطیر باقی می ماند.

■ چنانچه مخلوطی از دو یا چند مایع داشته باشیم، که دمای جوش آنها به حد کافی با هم متفاوت باشند جدا کردن آنها از طریق تقطیر ساده امکان پذیر است و ابتدا مایعی که نقطه جوش کمتری دارد تقطیر می شود.

رعایت نکات زیر در انجام تقطیر ضروری است.

■ حجم مایع تقطیر شدنی، نباید، از دوسوم حجم بالون بیشتر باشد.

■ انداختن چند عدد سنگ جوش (دو یا سه عدد) در بالون تقطیر، به منظور توزیع یکنواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع



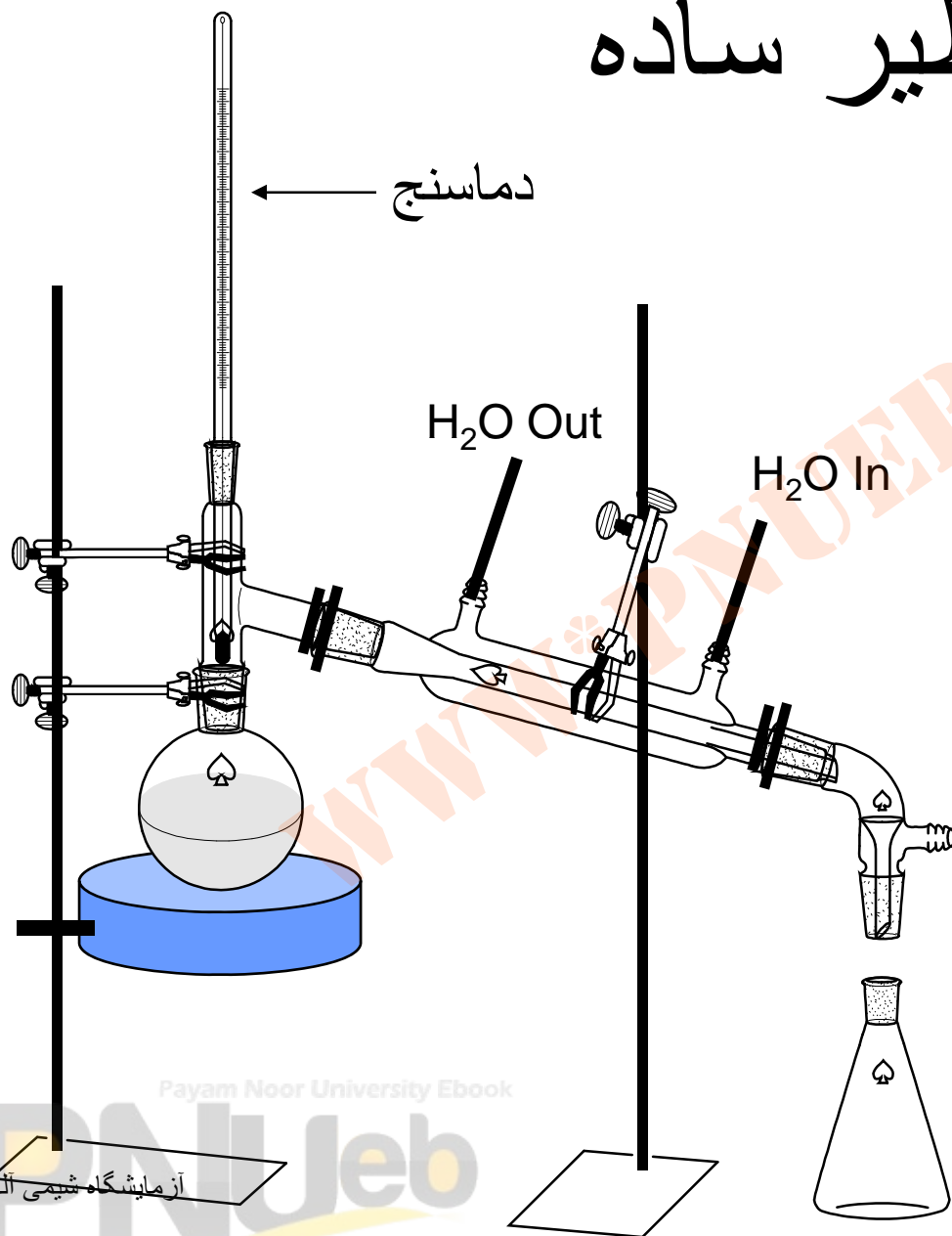
■ مخزن جیوه دماسنج باید پایینتر از شاخه  
جانبی رابط در محل جریان بخارها قرار  
گیرد، تا نقطه جوش يك مایع به درستی  
تعیین شود.

■ اتصال صحیح لوله ورود و خروج آب به  
مبرد.

■ برای گرم کردن، معمولاً حمام های روغن یا وسایل گرم کننده الکتریکی ارجحیت دارند. ولی چنانچه از شعله استفاده می شود، باید توجه داشته با گذاشتن یک توری فلزی روی سه پایه و زیر بالون، شعله چراغ گاز، پخش شده به تمام نقاط بالن اتصال یابد تا بدین وسیله از گرم شدن موضعی بالن جلوگیری شود.

■ باید محل ارتباط و تماس شیشه آلات را با گریس یا وازلین روغنکاری کرد. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل شدن وسایل شیشه ای بر اثر گرما ضروری است.

# یک دستگاه تقطیر ساده



Payam Noor University Ebook

آزمایشگاه شیمی آلی 1

■ از بالنهاي تقطير بزرگ نبايد استفاده کرد، زيرا بالن بزرگ سبب از بين رفتن مايع مي شود.

■ قبل از انجام تقطير، ترکيب مورد نظر را در بالن تقطير مي ريزيم و آن را توزين مي کنيم و بعد از عمل تقطير نيز مجددا بالن را وزن مي کنيم. به اين ترتيب مقدار مايع تقطير شده مشخص مي شود.

- انتخاب میرد به نوع تقطیر، سرعت تقطیر و نقطه جوش مایع مورد نظر بستگی دارد.
- سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمایی لازم) یک تا دو قطره در هر ثانیه است.
- بالن تقطیر را هیچگاه نباید تا خشک شدن کامل گرم کرد.

## تقطیر در فشار کم:

■ در بسیاری از موارد، نقطه جوش در فشار معمولی زیاد است و ممکن است ترکیب مورد نظر، در دمایی پایینتر از نقطه جوش خود یا در دمایی جوش، تجزیه یا اکسید شود یا نوارایی یابد.

■ در چنین مواردی مایع را در فشار کمتر از فشار جو تقطیر می‌کنند. معمولاً ترکیباتی را که نقطه جوش آنها از حدود 180 درجه سانتیگراد بیشتر است در فشار کم تقطیر می‌کنند. برای مثال اگر نقطه جوش یک ترکیب در فشار 760 میلی‌متر جیوه 20 درجه سانتیگراد باشد، نقطه جوش آن در فشار 20 میلی‌متر جیوه حدود 90 درجه سانتیگراد است.



■ برای کم کردن فشار، معمولاً از خرطوم آبی یا پمپ روغنی استفاده می‌شود. مقدار کاهش فشار در هر یک از دو وسیله، به شرایط و مشخصات دستگاه تقطیر بستگی دارد.

- نکات زیر در این روش تقطیر باید دقیقا مورد توجه قرار گیرد:
- رعایت تمام موارد ذکر شده در مورد تقطیر ساده
- به جای سنگ جوش می توان از يك لوله موپین استفاده کرد.

این لوله موئین را می توان با گرم کردن يك لوله شیشه ای روی شعله و کشیدن آن تهیه کرد (نظیر آماده کردن لوله موئین برای نقطه ذوب) و با استفاده از يك رابط در بالن تقطیر قرار داد. از راه لوله موئین نه تنها هوا، بلکه در موارد لزوم، می توان يك گاز بی اثر (نظیر نیتروژن یا هلیوم) را نیز وارد دستگاه کرد.

■ گاهی می توان به جای لوله موین از یک همزن مغناطیسی استفاده کرد.

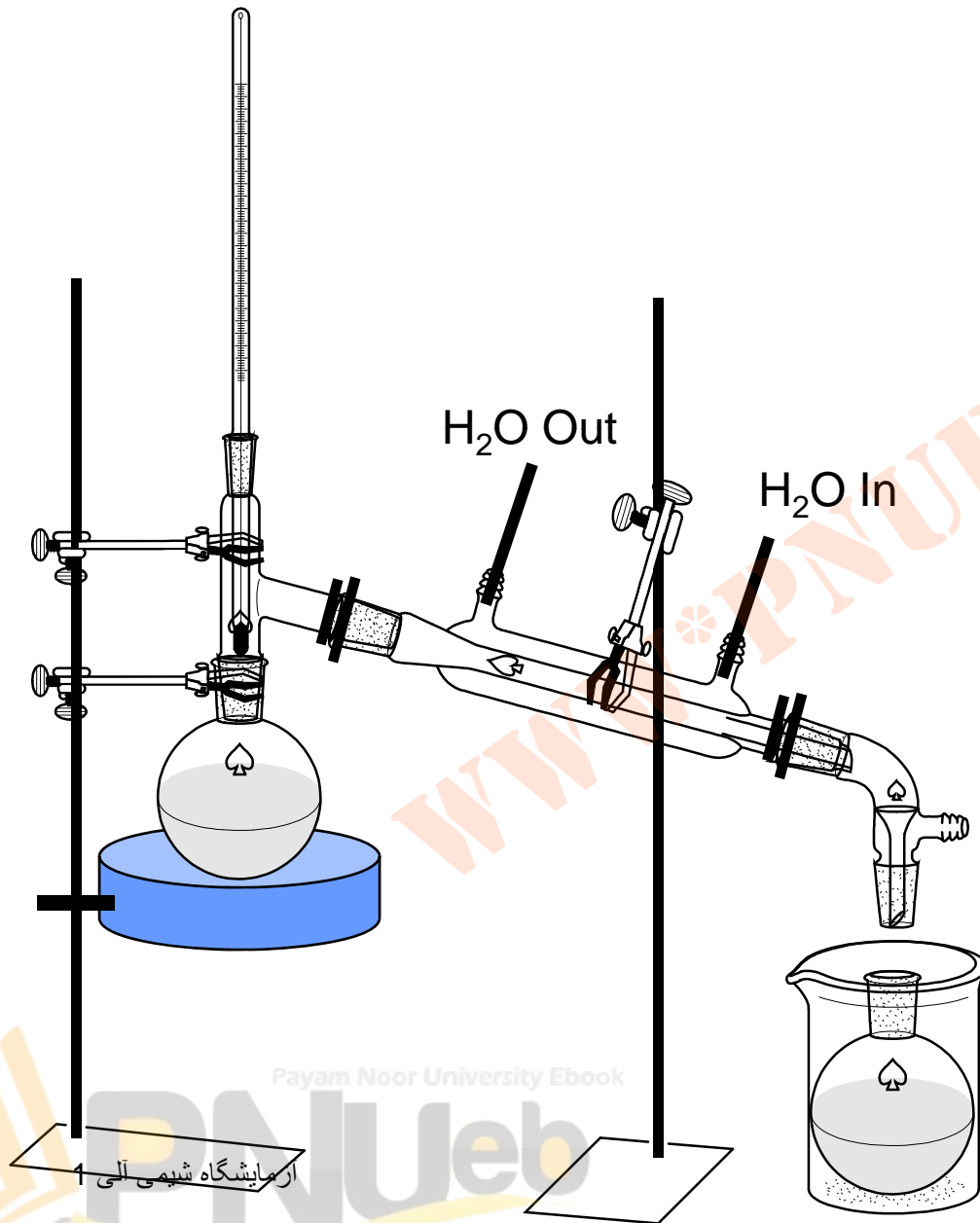
■ استفاده از یک تله جهت مقابله با شکستن خلا (تقلیل فشار) یا جلوگیری از ایجاد مکش معکوس و اجتناب از وارد شدن آب از طریق خرطوم آبی به درون دستگاه تقطیر، ضروری است.

■ چنانچه مایع مخلوطی از چند جزء باشد، می توان از رابط‌هایی که به چند بالن متصل می شوند (رابط عنکبوتی) استفاده کرد.

■ چنانچه در حین عمل، دستگاه خلا از کار بیفتد، فوراً باید منبع گرما را خاموش و لوله یا بست رابط بین تله و خلا (بمب یا خرطوم آبی) را باز کرد تا از مکش معکوس و ورود آب به بالن دریافت کننده جلوگیری شود.

■ در پایان تقطیر، ابتدا منبع گرما را خاموش، سپس لوله خلا را از دستگاه جدا می‌کنیم و بعد شیر آب را می‌بندیم.

# تقطیر در فشار کم



برای ایجاد خلع به  
پمپ وصل می شود.

## تقطیر به وسیله بخار آب:

■ می دانیم که مجموع دو مایع مخلوط نشدنی، از هر کدام از دو مایع، به صورت تنها (مجزا) در دمای پایتتری می جوشد. چنانچه یکی از دو مایع آب باشد و عمل تقطیر انجام شود، آن را تقطیر همراه با بخار آب می گویند.



■ بنابراین مایع مورد نظر، زیر 100 درجه سانتیگراد تقطیر می شود. بدین ترتیب، یک ترکیب که در آب بسیار نامحلول است، به صورت مخلوط با آب، تقطیر می شود و موادی را که جوش آنها خیلی بالاتر از 100 درجه سانتیگراد است، به راحتی می توان تقطیر کرد.

## تقطیر جزء به جزء:

■ چنانچه تفاوت نقاط جوش اجزای موجود در مخلوط زیاد نباشد، از طریق تقطیر ساده نمی توان اجزا را جدا کرد. در این گونه موارد، از روش تقطیر جزء به جزء استفاده می شود. در این روش، یک ستون تقطیر بین بالن تقطیر و مبرد قرار می گیرد.

■ در طول این ستون، چندین بار عمل تبدیل بخار به مایع انجام می شود و در هر بار بخار از ترکیبی که دارای نقطه جوش کمتری است غنی می شود. وقتی بخار به انتهای ستون می رسد و وارد مبرد می شود، فقط بخارات یک جزء (نقطه جوش کمتر) است که در اثر میعان به قطرات مایع تبدیل می شود.

# استخراج:

■ مفاهیم پیش نیاز:

■ انتقال یا جدا کردن یک ترکیب از یک حلال  
توسط حلال امتزاج ناپذیر دیگر را  
استخراج می گویند.

■ در صورتی که محلولی را (جسم A در حلال (1)) با حلال مخلوط نشدنی (حلال (2)) در يك قیف جدا کننده بریزیم و به آرامی تکان می دهیم، مقداری از جسم A به درون حلال (2) وارد می شود. پس از جدا شدن دو لایه، حالت تعادل برای جسم A (از نظر مقدار) ایجاد می شود. این تعادل به يك ثابت تعادل (K) بستگی دارد که آن را ضریب توزیع یا ثابت جدا شدن می نامند.

■ و از رابطه زیر بدست می آورند.

$$K = \frac{C_2}{C_1}$$

■ در این رابطه  $C_1$  و  $C_2$  غلظت جسم A در حالت تعادل در حلال های (1) و (2) هستند.

این رابطه مستقل از غلظت کلی ماده و مقادیر حلال های مذکور و تابع نوع جسم حلال و غلظت موثر در هر فاز است.

■ فرض کنید 5 گرم جسم آلی، A، در 100 میلی لیتر آب (حلال 1) حل شده است و می خواهیم آن را با 150 میلی لیتر اتر (حلال 2) استخراج کنیم.

■ چنانچه  $K=10$  باشد، می خواهیم ببینیم آیا بهتر است استخراج را سه بار و هر بار با 50 میلی لیتر اتر، یا تنها یکبار به وسیله 250 میلی لیتر اتر، انجام دهیم؟



■ اگر مقدرا ماده ای که پس از استخراج در لایه آبی باقی می ماند  $x$  فرض شود داریم:

استخراج اول

$$K = \frac{C_2}{C_1} \quad 10 = \frac{\frac{5-x}{50}}{\frac{x}{100}} \quad x = 0.83$$

0.83 گرم مقدار جسم باقی مانده در لایه آبی

## استخراج دوم

$$10 = \frac{\frac{0.83-x}{50}}{\frac{x}{100}} \quad x = 0.14$$

0.14 گرم مقدار جسم باقی مانده در لایه آبی

## استخراج سوم

$$10 = \frac{\frac{0.14-x}{50}}{\frac{x}{100}} \quad x = 0.02$$

0.02 گرم مقدار جسم باقی مانده در لایه آبی

■  $0.14 - 0.02 = 0.12$  گرم مقدار جسم در

لایه اثری پس از سومین استخراج

■  $4.17 + 0.69 + 0.12 = 4.98$  گرم مقدار

جسم در مجموع سه بار استخراج به وسیله  
اثر

■ اما اگر عمل استخراج را یکبار با 150

میلی لیتر اتر انجام دهیم:

■ 4.69 گرم مقدار جسم استخراج شده به

وسیله اتر است.

$$10 = \frac{\frac{5-x}{150}}{\frac{x}{100}} \quad x = 0.31$$

# کاربرد روشهای استخراج:

■ 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، تهیه چای از برگ چای و آب جوش یا تهیه قهوه از دانه های خرد شده قهوه، دو نمونه از فرایند استخراج از یک مخلوط جامد به وسیله یک حلال گرم (آب جوش) است.

■ معمولاً با توجه به ماهیت ترکیبها آنها را با یکی از سه دسته حلال زیر استخراج می کنند:

## استخراج ترکیبات به وسیله آب:

■ از این روش برای جداسازی موادی که تا حدود زیادی قطبی هستند، نظیر نمک معدنی اسیدهای قوی، بازهای قوی، الکها، اسیدهای کربوکسیلیک و بعضی آمینها استفاده می شود.

استخراج به وسیله محلول اسیدی  
رفیق معمولاً هیدروکلریک اسید 5  
تا 10 درصد:

از این برای محلول قلیایی، مثل آمینهای آلی  
استفاده می شود. آمین به نمک اسید تبدیل  
می شود که محلول در آب است.



استخراج به وسیله محلول بازی  
رفیق: معمولاً محلول سدیم بی  
کربنات 5 درصد:

■ این محلول برای استخراج اسیدهای آلی  
به کار می رود.

■ برای مثال، در تهیه استرها، کربوکسیلیک اسید وارد عمل نشده (اضافی) را به وسیله محلول سدیم بی کربنات به نمک اسید که محلول در آب است تبدیل می کنند که می توان آن را با آب استخراج کرد.

■ برای بازیابی اسید، لازم است محلول آبی نمک را اسیدی کنیم.

## جدا کردن سوسپانسیونها:

■ برای جدا کردن ترکیبات آلی از محلول آبی یا سوسپانسیونها به این محلول حلال آلی (یا حلالهای آلی) غیر قابل اختلاط با آب اضافه می کنند. در نتیجه، ترکیب آلی به حلال آلی منتقل شده و از لایه آبی جدا می شود.

## جداسازی مایع – جامد:

■ از راه صاف کردن و بعد خالص کردن بلورها به روش تبلور انجام می شود.

## جداسازي مایع – مایع:

■ برای جدا کردن دو مایع مخلوط نشدنی معمولاً آنها را در قیف جدا کننده می ریزند تا دو لایه از یکدیگر تفکیک شود و سپس با باز کردن شیر و قیف، آنها را جدا می کنند. معمولاً این روش برای استخراج و انتقال ترکیبات از حلالی به حلال دیگر انجام می شود.

## استخراج بنزوئیک اسید:

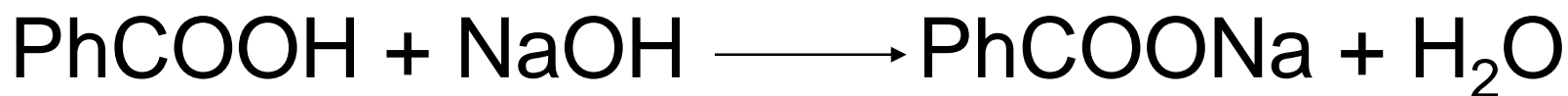
■ یک گرم بنزوئیک اسید را در 10 میلی لیتر کلروفرم حل کنید. محلول را در یک قیف جدا کننده (دکانتور) بریزید و به آن 10 میلی لیتر محلول سود 10 درصد اضافه کنید.

■ در قیف را ببندید و با رعایت نکاتی که ذکر شد، بنزوئیک اسید محلول در کلروفرم را به وسیله سود استخراج کنید.

■ بعد از تکان دادن به مقدار کافی، قیف را روی حلقه جایی قیف که به پایه وصل شده است قرار دهید تا دو لایه از هم جدا شوند، در قیف را باز کنید و لایه زیرین (کلروفرم) را در ظرفی (ارلن مایر یا بشر) بریزید لایه بالایی را نیز در ظرفی ریخته کنار بگذارید.

■ لایه کلروفرمی را دوباره به قیف جدا کننده منتقل کنید و دوبار دیگر، هر بار با 10 میلی لیتر محلول سود 10% استخراج کنید. لایه بالایی جدید را به ظرفی که لایه بالایی قبلی را ریخته اید اضافه کنید.

■ واکنشی را که در لایه آبی صورت گرفته است بنویسید.





■ به لایه آبی حدود 25 میلی لیتر محلول هیدروکلریک اسید 20% اضافه کنید تا pH محلول حاصل، اسیدی شود (کاغذ تورنسل).

■ در این حالت، رسوب سفید رنگی ظاهر می شود. این رسوب بلوری سفید رنگ چیست؟ بنزوئیک اسید

■ آن را صاف کنید و با کمی آب سرد بشویید  
و برای آزمایش تبلور نگه دارید.

■ فرمول واکنش و محصول حاصل از  
افزایش اسید را بنویسید.



■ امولسیون، تعلیق، کلوییدی یک مایع در مایع دیگر است.

■ برای از بین بردن حالت امولسیونی (شکست امولسیون) چندین راه وجود دارد:

■ افزودن مقدار کمی از مواد پاک کننده محلول در آب، رهایی مولکولهای آبی را آسان می کند.

■ اگر یکی از فازها آب باشد، جهت شکستن امولسیون، می توان از محلول آبی سیر شده سدیم کلرید استفاده کرد. این محلول سبب افزایش قطبیت فاز آبی و فاز آلی به راحتی از فاز آبی جدا می شود.

■ صاف کردن به طریقه معمولی نیز باعث جداسازی ذرات صمغی و قیر مانند و در نتیجه، شکستن امولسیون آسان می شود.

■ قیف جدا کننده را به آرامی تکان می دهیم تا به هم پیوستگی ذرات یکسان مختل شود و آنها از هم جدا شوند.

■ چنانچه با اجرای این چهار روش  
توفیقی در شکستن امولسیون حاصل  
نشود باید از راه صبر کردن و صرف  
وقت زیاد استفاده کرد.

## 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 زیاد حلال آلی لازم است. برای اجتناب از مصرف زیاد حلال و همچنین صرف وقت زیاد، از استخراج پیوسته مایع، مایع استفاده می شود.



## تصعيد:

■ فشار بخار يك ماده جامد با دما تغيير مي كند.

■ به همين دليل، بعضي تركيبات جامد بدون اينكه از فاز مايع عبور كنند به آساني و مستقيماً به بخار تبديل مي شوند. اين فرايند، تصعيد ناميده مي شود.

■ چون بخار را می توان دوباره جامد کرد از این تبدیل می توان به عنوان روشی برای تخلیص مواد استفاده کرد. عمل تخلیص وقتی به خوبی انجام پذیر است که فشار بخار ناخالصیها مشخصا کمتر از فشار بخار ماده تصعید شدنی باشد.

## تصعید جامدات:

■ تصعید خاصیتی است که معمولاً در مواد نسبتاً غیر قطبی با ساختمان بسیار متقارن دیده می شود.

■ ترکیبات متقارن، غالباً نقطه ذوب و فشار بخار بالایی دارند.

■ تبخیر پذیری آسان این مواد از سطح جامد  
را معلول ضعیف بودن نیروهای بین  
مولکولی می دانند.

# تصعيد بنز وئيك اسيد:

■ ساده ترين وسيله براي تصعيد، يك كپسول چيني يا يك شيشه ساعت (پيركس) است. مقداري از جسم را در وسط شيشه ساعت مي ريزيم و روي آن را با يك كاغذ صافي هم قطر با شيشه ساعت، كه در وسط آن سوراخ كوچكي ايجاد کرده ايم مي پوشانيم و يك قيف را به طور واژگون روي كاغذ قرار دهيم.

■ انتهاي قيف را با پنبه مسدود كنيم سپس شيشه ساعت را به ملايمت گرم مي كنيم. بهتر است براي گرم كردن از حمام بخار استفاده شود. چنانچه حمام بخار در دسترس نبود، بشري را كه قطر دهانه آن متناسب با قطر شيشه ساعت باشد تا دوسوم حجم از آب پر كنيد و شيشه ساعت و قيف را روي آن بگذاريد و آب را به ملايمت گرم كنيد.

## تبلور:

■ تبلور یکی از بهترین روشهای تخلیص اجسام جامد است

■ روش عمومی تبلور عبارت است از حل کردن جسم در حلال مناسب به کمک گرما و تهیه محلول سیر شده جسم.



- صاف کردن سریع محلول گرم.
- سرد کردن تدریجی محلول صاف شده به منظور راسب کردن جسم به شکل بلور.
- صاف کردن و شستن بلورها با حلال سرد و خشک کردن آنها و بالاخره تعیین نقطه ذوب بلور.



## انتخاب حلال مناسب:

■ انتخاب حلال مناسب نکته اساسی و مهم در عمل تبلور محسوب می شود. حلال مناسب حلالی است که در دمای معمولی جسم را به مقدار جزئی در خود حل کند، ولی در گرما و به ویژه در دمای جوش، این انحلال به آسانی صورت گیرد.

■ عامل دیگر در انتخاب حلال مناسب، توجه به قطبیت آن است که با توجه به ساختمان ماده مورد نظر انتخاب می شود.

■ زیرا ترکیبات قطبی در حلالهای قطبی و ترکیبات غیر قطبی در حلالهای غیر قطبی حل می شوند.

به هنگام انتخاب حلال مناسب برای  
تبلور، به نکات زیر توجه کنید:

■ حلال در دمای معمولی (دمای آزمایشگاه)  
نباید ترکیب را حل کند، اما در نقطه جوش  
خود باید حداکثر ترکیب یا تمام آن را در  
خود حل کند.

■ نقطه جوش حلال نباید از نقطه ذوب ترکیب مورد نظر بیشتر باشد. زیرا در این صورت، پیش از اینکه دمای حلال به نقطه جوش آن برسد، جسم در حلال ذوب می شود. (در پدیده تبلور، جسم باید در حلال حل شود).

■ حلال و جسم حل شده نباید با هم واکنش بدهند.

■ تا حد امکان نقطه جوش حلال پایین باشد تا به آسانی تبخیر شود.

مراحل متوالی زیر، پس از انحلال جسم جامد در حلال باید اجرا شود:

■ چنانچه محلول به شدت رنگی و یا ناخالص باشد، گرم کردن را قطع کنید پس از اینکه محلول، اندکی خنک شد، کمی پودر زغال به آن اضافه کنید. زغال به دلیل دارا بودن سطح فعال زیاد می تواند ناخالصیها و رنگ را به خود جذب کند. سپس مجدداً محلول را گرم کنید.

- به منظور جداسازی ناخالصیهای نامحلول، محلول را گرم و صاف کنید.
- برای اینکه بلورها پدیدار شوند محلول صاف شده را به تدریج سرد کنید.

■ بلورها را به وسیله صاف کردن جدا کنید.

■ بلورها را با مقدار کمی حلال سرد بشویید.

■ بلورها را خشک کنید.



در تبلور، برای ظاهر شدن از چند روش استفاده می شود:

■ یک میله شیشه ای (همزن) را از سطح مایع و کنار آن به جدار ظرف بسایید (خراش دهید). حرکت میله باید به صورت عمودی و سریع باشد. به نظر می رسد که با عمل سایش، به مولکولهای جسم انرژی داده می شود و این انرژی باعث نزدیک شدن مولکولها به یکدیگر می شود و به این ترتیب، تشکیل هسته اولیه آسان می شود.

■ ظرف حاوی محلول را به وسیله قرار دادن آن در حمام آب و یخ یا در یخچال سرد کنید.

■ يك تکه از بلور ترکیب را به عنوان هسته اولیه در ارلن مایر بیندازید این عمل را بذرافشانی و تکه بلور را بذر می نامند.

# تجزیه کیفی عنصری ترکیبات آلی:

■ معمولاً ترکیبات آلی عمدتاً از کربن و هیدروژن تشکیل شده اند.

■ اما در ساختار بعضی از ترکیبات، عناصری نظیر اکسیژن، نیتروژن، گوگرد، هالوژنها (X) و غیره وجود دارند.

■ برای اکسیژن، آزمایش ساده و دقیقی در دست نیست.

■ چنانچه ترکیب آلی را با سدیم ذوب کنیم، N و S و X به نمکهای سدیم قابل حل در آب، تبدیل می شوند و سپس با واکنشگرهای ویژه مورد شناسایی قرار می گیرند.

آزمایش ذوب با سدیم (تکلیس با سدیم):

■ در يك لوله آزمایش پیرکس کاملا تمیز و خشک يك تکه کوچک سدیم (حدود 5 ميلي متر یا به اندازه دانه عدس) بیندازید لوله را با گیره چوبی بگیرید و با استفاده از عینک ایمنی انتهای لوله را روی شعله چراغ گاز گرم کنید تا بخارات سفید از آن متصاعد شود.

■ لوله را از شعله دور کنید و حدود 10 میلی گرم از ترکیب آلی را، و در صورتی که ترکیب مایع است حدود 4 قطره از آن را، درون لوله آزمایش، دقیقا بر روی سدیم، بریزید و آن را به مدت دو دقیقه گرم کنید.

■ سپس لوله را از شعله دور کنید و 10 میلی گرم دیگر ترکیب آلی به آن اضافه کنید و دوباره انتهای لوله را گرم کنید.

■ غالباً رنگ سرخی در ته لوله مشاهده می شود. اکنون لوله را بگذارید سرد شود.

■ حدود 1.5 ميلي ليتر اتانول به آن اضافه کنید تا بدین ترتیب سدیم اضافی حذف شود. از افزایش الكل بیشتر، اجتناب کنید. لوله آزمایش را کمی گرم کنید و به کمک يك همزن شیشه ای محتویات آن را با 15-20 ميلي ليتر آب مقطر بشویید و به بشر کوچکی منتقل کنید.



■ سپس آن را گرم کنید تا بجوشد و محلول جوشان را صاف کنید.

■ محلول صاف شده شامل یونهایی از عناصر موجود در نمونه است که هر کدام را با واکنشگر یا معرف ویژه ای تشخیص می دهیم.

■ فرمول واکنش سدیم با یک ترکیب آلی حاوی S, N, و Cl را بنویسید؟

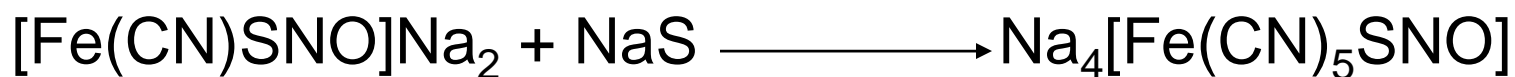
■ یک میلی لیتر از محلول اولیه را با استفاده از استیک اسید اسیدی کنید (pH اسیدی با کاغذ تورنسل کنترل شود).

■ سپس چند قطره محلول سرب استات (5%) به آن افزوده و به هم بزنید. تشکیل رسوب قهوه ای مایل به سیاه موید وجود گوگرد در ترکیب است.

■ فرمول واکنش فوق را بنویسید؟

■ به 2 میلی لیتر از محلول اولیه، حدود 5-3 قطره محلول سدیم نیتروپروسیات تازه تهیه شده اضافه کنید.

■ رنگ ارغوانی مایل به بنفش موید وجود گوگرد در ترکیب است. این ترکیب پایدار نیست و کمپلکس پس از مدتی تجزیه می شود.



■ به دو میلی لیتر از محلول اولیه چهار قطره محلول سیر شده فروآمونیم سولفات و چهار قطره محلول پتاسیم فلئورید 30% بیفزایید. مخلوط را حدود 45 ثانیه به آرامی گرم کنید و بجوشانید. سپس آنرا با محلول سولفوریک اسید 30% اسیدی کنید (pH اسیدی با کاغذ تورنسل کنترل شود).

■ از افزایش اسید به مقدار بیش از حد لازم اجتناب کنید. ایجاد رسوب پتاسیم فروری سیانید آبی رنگ (آبی پروس)، موید وجود نیتروژن در ترکیب است. چنانچه رسوب آبی مشخص نباشد، اگر محلول آبی یا آبی مایل به سبز است، آن را صاف کنید. اگر روی کاغذ صافی، آبی رنگ باشد، با اینکه جواب ضعیفی است ولی وجود نیتروژن مثبت تلقی می شود.

## شناسایی هالوژنها:

■ 2 میلی لیتر از محلول اولیه را با اضافه کردن تدریجی نیتریک اسید و کنترل با کاغذ تورنسل یا لیتموس اسیدی کنید و محلول را برای 3-5 دقیقه بجوشانید تا عاری از هیدروژن سولفید و هیدروژن سیانید شود.

■ پس از سرد شدن محلول، به آن، چند قطره محلول نقره نیترات (5%) بیفزایید. تشکیل رسوب سنگین و لخته ای نقره هالید موید وجود هالوژن (کلر، برم، ید) است. کدورت جزئیت، معلول وجود عنصر هالوژن در ترکیب نیست.



- زیرا ممکن است دلیل آن وجود مقدار بسیار جزئی هالوژن، به صورت ناخالصی باشد.
- با توجه به رنگ رسوب می توان نوع هالوژن را معین کرد ( $\text{AgCl}$  سفید،  $\text{AgBr}$  زرد کم رنگ،  $\text{AgI}$  زرد).

■ نقره هالیدها در برابر نور تغییر رنگ می دهند و کدر می شوند. بنابراین، تنها در موردی که کلر، تنها هالوژن موجود باشد می توان حضور مسلم آن را از روی رسوب سفید رنگ شناسایی کرد. چنانچه هر يك از دو هالوژن دیگر و یا هر دوی آنها موجود باشد، تشخیص دشوار است و باید از آزمایشهای دیگر نیز کمک گرفت، تا شناسایی دقیق میسر شود. بنابراین، این آزمایش، يك روش کلی برای تشخیص هالوژنها محسوب می شود.

# بخش سوم

## سنتز و بررسی عوامل موثر در انجام برخی واکنش ها

تهیه سیکلوهگزن (آب زدایی از سیکلوهگزانول):

■ زمان: 3 ساعت

■ مواد: سیکلوهگزانول، فسفریک اسید 95%

■ احتیاط: فسفریک اسید یک اسید قوی است. از تماس آن با پوست بدن اجتناب کنید.

■ خطر: سیکلوهگزن قابل اشتعال است!

## روش آزمایش:

- در يك بالن ته گرد (100 ميلي لیتر)، 0.2 مول (21.2 ميلي لیتر یا 20 گرم) سیکلوهگزانول ریخته، 5 ميلي لیتر سولفوریک اسید غلیظ به آرامی به آن اضافه کنید و کاملاً مخلوط نمایید.
- چند دانه سنگ جوش در بالن بیندازید و دستگاه تقطیر را سوار کنید.

■ ظرف دریافت کننده را در حمام آب و یخ قرار دهید.

■ بالن را آهسته به وسیله شعله حرارت دهید، پخش شعله باید در حدود مخلوط واکنش باشد. دمای تقطیر باید در حدود 100 درجه سانیکراد باشد و تقطیر آهسته صورت گیرد. (حدود دو قطره در ثانیه)

■ سیکلوهگزن با مقدرای آب تقطیر می شود هنگامی که تقطیر سیکلوهگزن متوقف شد، تقطیر را خاتمه دهید و شعله را خاموش کنید.

■ نشانه پایان تقطیر سیکلوهگزن، خروج قطرات زلال و شفاف است (وقتی مایع باقی مانده در بالن به حدود 5 میلی لیتر رسید، تقطیر را متوقف کنید).

■ مایع تقطیر شده را در يك قیف جدا کننده بریزید و به آن 10 میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید 10% اضافه کنید و تکان دهید. پس از مدتی لایه آبی را جدا کنید و لایه آلی را در يك ارلن مایر 50-100 میلی لیتری بریزید و به آن حدود 1-2 گرم سدیم سولفات خشك (بدون آب) بیفزایید.



■ چند دقیقه ظرف را تکان دهید و بعد مایع را در يك بالن تقطير كاملا خشك و تمیز صاف، و این مایع را تقطیر کنید.

■ سیکلوهگزن خالص در دمای 80-83 می جوشد. ظرف دریاف کننده را که قبلا وزن آن را تعیین کرده اید، برای جمع آوری آن آماده کنید.

■ پس از پایان تقطیر، محصول را توزین و در ظرف دربسته و تمیز، برای واکنش‌های بعدی، نگه دارید با توجه به نکات زیر گزارش کار خود را تنظیم کنید و تحویل دهید.

- بازده نظری واکنش را محاسبه کنید.
- بازده عملی واکنش را محاسبه کنید.
- مکانیزم واکنش را بنویسید.

- آیا در این واکنش امکان تشکیل محصول یا محصولات دیگری وجود دارد.
- چنانچه ضمن انجام این سنتز با مورد یا موارد دشوار و سؤال برانگیز برخورد کردید آنها را ذکر کنید.

## ■ خودآزمایی 1

■ استخراج با سدیم هیدروکسید 10% در طول این سنتز به چه منظوری انجام می شود. چنانچه واکنشی صورت می گیرد آن را بنویسید.

## ■ خودآزمایی 2

■ چنانچه از 4-متیل 2-پنتانول آب زدایی می کنید محصول یا محصولات واکنش را بنویسید. اگر چند محصول به دست آید دلیل تشکیل چند محصول را ذکر کنید.

## ■ خودآزمایی 3

■ آیا برای تشکیل 1- بوتن از 1- بوتانول مکانیسم  $E_1$  ممکن است.

تهیه 1 و 2 دي بر موسیکلو هگز ان:

■ زمان: 45 دقیقه

■ مواد: سیكلو هگز ان، محلول برم در  
تتراکلرید کربن ، سیكلو هگز ان ، بنزن  
یا تولوئن

## روش آزمایش:

■ به 2 میلی لیتر از محلول 2% برم در کربن تتراکلرید 3 قطره سیکلوهگزن تقطیر شده اضافه کنید.

■ زایل شدن سریع رنگ برم معلول انجام واکنش بین برم و پیوند دو گانه است.



• این واکنش را با سیکلوهگزان تکرار کنید و نتیجه مشاهدات را بنویسید.

• این واکنش را با سیکلوهگزانول انجام دهید و نتیجه مشاهدات را بنویسید.

• این واکنش را با بنزن و تولوئن انجام دهید و نتیجه مشاهدات را بنویسید.

# اکسایش سیکلو هگزن:

■ زمان: 2.5 ساعت

■ مواد: سیکلو هگزن، سولفوریک اسید، سدیم دی کرومات

■ احتیاط: سولفوریک اسید یک اسید قوی است. از تماس آن با پوست بدن اجتناب کنید.

■ خطر: سیکلو هگزن قابل اشتعال است!

## روش تهیه:

■ 15 میلی لیتر آب را در یک ارلن مایر 250 میلی لیتری بریزید.

■ سپس 15 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ به آن اضافه کنید. مخلوط را در حمام یخ قرار دهید تا سرد شود.

■ وقتی دمای آن به حدود دمای اتاق رسید ،  
5 میلی لیتر سیکلو هگزن را به مخلوط  
بیفزایید. و به شدت آن را تکان دهید. دمای  
مخلوط واکنش باید حدود 35 باشد.

■ اکنون محلول سدیم دی کرومات ( 4 گرم  
در 6 میلی لیتر آب) را به آرامی و قطره  
قطره به محتوی ارلن مایر اضافه کنید.

■ مرتب ارلن مایر را تکان دهید.

■ در تمام مدت افزودن سدیم دی کرومات  
دمای مخلوط واکنش را حدود 40-50  
درجه باشد.

■ مخلوط واکنش را به مدت 5-10 دقیقه گرم  
کنید. تا دما به حدود 80-90 برسد.

■ پس از خاتمه گرم کردن واکنش انجام می شود و رنگ محلول از نارنجی به سبز تیره تغییر می کند.

■ مخلوط را ده دقیقه در حمام یخ و نمک سرد کنید و در طول این مدت گاهی آن را خوب تکان دهید و مخلوط کنید.

■ اسید آلی راسب شده را روی قیف بئختر صاف کنید.

■ آدیپیک اسید ناخالص را در کمترین مقدار  
آب متبلور کنید.

■ با 5 میلی لیتر آب تبلور را شروع کنید. و  
در مرحله جوشاندن هر بار 0.5 میلی لیتر  
آب اضافه کنید تا تمام اسید حل شود.

- محلول را در ظرف یخ قرار دهید تا شروع به رسوب کردن بکند.
- بلورها را با استفاده از قیف بوختر صاف کرده و خشک کنید.



- بازده نظری و عملی واکنش را محاسبه کنید.
- نقطه ذوب محصول را تعیین کنید.
- مکانیزم واکنش را بنویسید.
- واکنش اکسایش 2- هگزن را بنویسید.

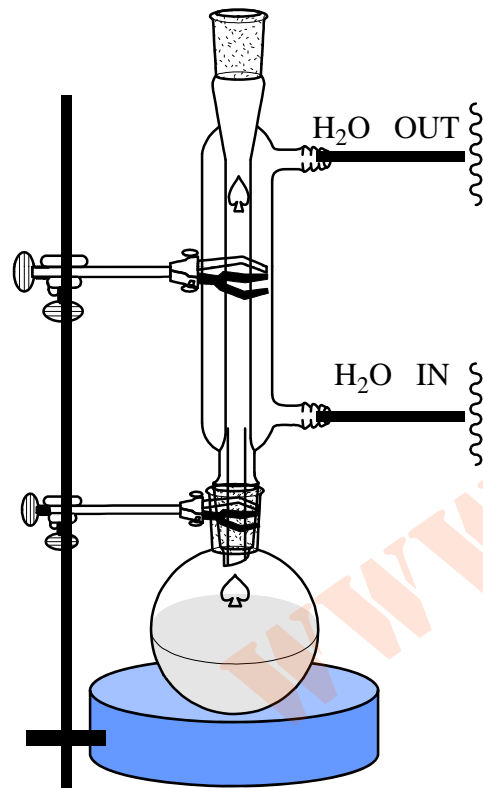
# تهیه استانیلید ا استفاده از استیک اسید یخی:

- 5 میلی لیتر آنیلین را به وسیله استوانه مندرج بردارید و در یک بالن ته گرد 250 میلی لیتری کاملاً خشک و تمیز بریزید.
- سپس 20 میلی لیتر استیک اسید یخی داخل بالن بریزید.

- حدود یک گرم پودر روی به مخلوط اضافه کنید و با قرار دادن یک مبرد عمودی برای نیم ساعت بازروانی کنید.
- سپس محلول داغ را آهسته در بشری محتوی 220 میلی لیتر آب سرد بریزید.

- مخلوط را به طور مداوم هم بزنید.
- پس از 5-10 دقیقه رسوب را روی قیف بوختر صاف کنید.
- با کمی آب سرد رسوب را بشوئید.
- مقدار کمی از رسوب را برای تعیین نقطه ذوب روی یک شیشه ساعت بریزید.

# شکل یک دستگاه بازروانی



Payam Noor University Ebook

آزمایشگاه شیمی آلی 1

# تهیه پاراتولوئن سولفونات:

■ زمان: 2 ساعت

■ مواد: تولوئن، سولفوریک اسید غلیظ، سدیم کلرید

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

## روش آزمایش:

- در یک فلاسک ته گرد (100 میلی لیتری) 5.5 میلی لیتر تولوئن و حدود 5 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بریزید و چند سنگ جوش در آن بیندازید.
- و باز روانی کنید.

■ پس از آنکه محلول زلال شد گرما را قطع کنید و صبر کنید که مخلوط به دمای عادی برسد.

■ مخلوط را آهسته درون بشر محتوی 50 میلی لیتر آب بریزید.



- بعد 12.5 گرم سدیم کلرید سائیده نرم به مخلوط بیفزائید.
- برای انحلال نمک محلول را روی حمام بخار آب گرم کنید.
- اگر مقداری از نمک رسوب کرده باشد محلول را صاف کنید.

- محلول صاف شده را بگذارید سرد شود.
- رسوب تشکیل شده را با استفاده از قیف بوخزر صاف کنید.
- نقطه ذوب آنرا تعیین کنید.

کتابخانه