

دستور کار
آزمایشگاه شیمی ۲

موسسه آموزش عالی شهاب دانش

فهرست مطالب

فصل اول: مقدمه

- ۱-۱. ایمنی در آزمایشگاه..... ۲
- ۲-۱. مقررات آزمایشگاه..... ۵
- ۳-۱. علامتها و هشدارها..... ۶
- ۴-۱. برخی از لوازم مورد استفاده در آزمایشگاه..... ۷

فصل دوم: شناسایی ماده با استفاده از خواص فیزیکی

- ۱-۲. تعیین نقطه ذوب..... ۹
- ۲-۲. تعیین نقطه جوش..... ۱۶

فصل سوم: جداسازی و خالص سازی ترکیبات آلی

- ۱-۳. تقطیر..... ۲۴
- ۱-۱-۳. تقطیر ساده..... ۲۴
- ۲-۱-۳. تقطیر جزء به جزء..... ۲۸
- ۲-۳. تبلور مجدد..... ۳۳
- ۳-۳. تصعید..... ۴۲
- ۴-۳. استخراج..... ۴۴

فصل چهارم: سنتز ترکیبات آلی

- ۱-۴. تهیه استرهای آلی..... ۵۳
- ۱-۱-۴. تهیه ایزوپنتیل استات..... ۵۶
- ۲-۱-۴. تهیه متیل بنزوات..... ۵۷
- ۲-۴. تهیه صابون..... ۵۸
- فهرست منابع..... ۶۲

فصل ۱

مقدمه

۱-۱- ایمنی در آزمایشگاه

تمامی افراد در آزمایشگاه برای حفظ سلامتی خود و دیگران موظف به رعایت اصول ایمنی هستند. موارد مهم زیر را هنگام کار در آزمایشگاه همواره به خاطر داشته باشید:

- ۱- از خوردن، نوشیدن و سیگار کشیدن در آزمایشگاه بپرهیزید.
- ۲- استفاده از عینک ایمنی در تمام مدتی که در آزمایشگاه کار می کنید الزامی است.
- ۳- در هنگام حضور در آزمایشگاه هرگز از لنزهای تماسی استفاده نکنید.
- ۴- در آزمایشگاه روپوش آزمایشگاهی و دستکش لاستیکی بپوشید.
- ۵- از کفش های جلو بسته استفاده کنید.
- ۶- هرگز در آزمایشگاه تنها کار نکنید و هیچ آزمایشی را بدون حضور مربی انجام ندهید.
- ۷- هیچ وقت آزمایشی را که قبلاً تأیید نشده انجام ندهید.
- ۸- روی میز کار را از مواد و لوازم غیر ضروری خالی کنید.
- ۹- تمام حوادث را به مسئول آزمایشگاه اطلاع دهید.
- ۱۰- بسیاری از حلال هایی که در آزمایشگاه استفاده می شوند مانند الکل ها، اترها، پترولیوم اتر و غیره بسیار اشتعال پذیر هستند بنابراین این گونه مواد را نباید نزدیک شعله قرار دهید.
- ۱۱- در صورت ایجاد آتش داخل ظروفی مانند بشر یا ارلن، روی آن ها را با یک ظرف شیشه ای مانند شیشه ساعت بپوشانید تا آتش خاموش شود.

- ۱۲- در صورت بروز آتش‌سوزی هرگز از آب برای خاموش کردن آتش استفاده نکنید زیرا آب قادر به حل کردن بسیاری از حلال‌های آلی نمی‌باشد و منجر به گسترش آتش خواهد شد. در این‌گونه مواقع از کپسول‌های آتش‌نشانی دی‌اکسید کربن استفاده کنید.
- ۱۳- قبل از قرار دادن لوله‌های شیشه‌ای و یا ترمومتر داخل درپوش‌های پلاستیکی آن‌ها را با گریس چرب نمایید.
- ۱۴- هیچ ماده شیمیایی را بیرون از آزمایشگاه نبرید.
- ۱۵- قبل از استفاده از هر گونه ماده شیمیایی برچسب ایمنی آن‌را مطالعه نمایید.
- ۱۶- برای برداشتن مواد از اسپاتول یا قاشق‌های چینی، فلزی یا پلاستیکی استفاده کنید و از برداشتن مواد شیمیایی با دست خودداری کنید.
- ۱۷- هنگام توزین، هرگز مواد شیمیایی را مستقیماً بر روی ترازو قرار ندهید.
- ۱۸- از برگرداندن مواد شیمیایی مازاد مصرف، به ظرف اصلی نگهداری ماده بپرهیزید.
- ۱۹- بعد از برداشتن مواد، درب ظرف مخصوص نگهداری ماده را ببندید تا از نفوذ هوا و رطوبت به داخل ظرف ممانعت به عمل آید.
- ۲۰- بعد از استفاده از ترازو و توزین ماده، ترازو را به دقت تمیز نمایید.
- ۲۱- در هنگام استفاده از پیت هرگز پیت را به دهان خود ننزید. برای پر کردن پیت از پوآر استفاده کنید.
- ۲۲- هرگز مواد شیمیایی را مستقیماً بو نکنید. برای این منظور بخار ماده را با دست به سمت بینی خود هدایت کنید.
- ۲۳- به منظور رقیق نمودن اسید، در حالی که مرتب محلول را هم می‌زنید به تدریج اسید را به آب اضافه کنید. از افزودن آب به اسید بپرهیزید.
- ۲۴- از حرارت دادن ظروف شیشه‌ای خالی خودداری کنید زیرا در چنین حالتی ظروف شیشه‌ای ترک می‌خورند.

- ۲۵- به منظور گرم کردن یک مایع داخل لوله آزمایش، هیچ‌گاه بیش از دو سوم حجم لوله آزمایش را پر نکنید. لوله را توسط یک گیره به صورت زاویه‌دار روی حرارت قرار دهید.
- ۲۶- هنگام گرم کردن یک ماده درون ظروف آزمایشگاهی، دهانه ظروف به خصوص لوله آزمایش را به سمت خود یا دیگران نگیرید.
- ۲۷- بشر و ارلن را به طور مستقیم حرارت ندهید. برای این منظور از توری نسوز استفاده کنید.
- ۲۸- ظروف شیشه‌ای داغ را زیر شیر آب سرد قرار ندهید.
- ۲۹- مواد شیمیایی را داخل ظروف سر بسته حرارت ندهید.
- ۳۰- هیچ‌گاه از وسایل شیشه‌ای ترک خورده استفاده نکنید.
- ۳۱- در صورت تماس محلول اسیدی یا بازی با پوست و یا چشم‌هایتان، ناحیه آلوده شده را با آب فراوان شستشو دهید.
- ۳۲- ظروف مواد شیمیایی که به شدت با یکدیگر وارد واکنش می‌شوند را کنار یکدیگر قرار ندهید.
- ۳۳- مواد حساس به نور مانند برم را در معرض نور قرار ندهید.
- ۳۴- مواد شیمیایی سوزاننده، اسیدها و بازها را زیر هود استفاده کنید.
- ۳۵- در صورت ریختن اسید، باز و یا مواد خورنده مربی را آگاه کنید و سطح آلوده شده را با مقادیر فراوان آب بشویید و سپس از سدیم بی‌کربنات و یا استیک اسید رقیق برای خنثی کردن و تمیز کردن استفاده کنید.
- ۳۶- به علت واکنش شدید و گرمازای اسید و باز غلیظ، آن‌ها را با یکدیگر مخلوط نکنید.
- ۳۷- بخارات جیوه موجود در ترمومتر سمی است بنابراین هنگام شکستن ترمومتر جیوه‌ای، پنجره‌ها را باز کنید و آزمایشگاه را به مدت ۱۵ دقیقه ترک کنید.

۱-۲- مقررات آزمایشگاه

- ۱- حضور به موقع در آزمایشگاه الزامی است.
- ۲- هر جلسه پیش از ورود به آزمایشگاه دستور کار مربوط به آزمایش مربوطه را مطالعه کنید.
- ۳- بدون اجازه مربی از آزمایشگاه خارج نشوید.
- ۴- گزارش کار هر آزمایش در جلسه بعد از انجام آزمایش تحویل گرفته می‌شود.
- ۵- در آزمایشگاه شوخی کردن و هر گونه رفتار غیر مسئولانه ممنوع است.
- ۶- تمامی ظروف بعد از استفاده فوراً باید شسته شوند.
- ۷- تمامی دانشجویان باید از محل کپسول‌های آتش‌نشانی، جعبه کمک‌های اولیه، کلید برق و دوش‌های اضطراری مطلع باشند.
- ۸- کاغذ صافی، چوب کبریت و رسوب‌ها را داخل دستشویی و فاضلاب نریزید.
- ۹- پس از پایان هر آزمایش، دانشجویان باید میز کار را کاملاً مرتب، تمیز و خشک نمایند.
- ۱۰- هنگام ترک آزمایشگاه تمام وسایل برقی را از پریز جدا کنید و از بسته بودن شیرهای گاز اطمینان حاصل کنید.

۱-۳- علامت‌ها و هشدارها

شناخت علائم هشدار دهنده قبل از استفاده از مواد شیمیایی، امری ضروری است. این علائم بین المللی هستند.



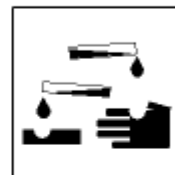
اکسنده



زیان آور



فوق العاده آتش گیر



خورنده



سمی



تحریک کننده

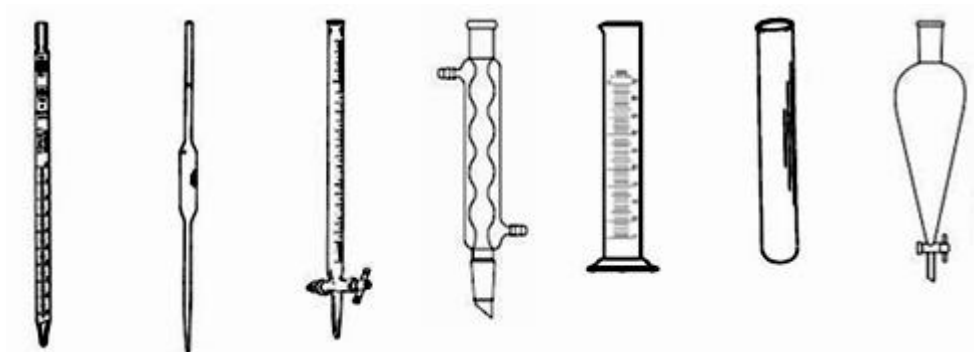


زیان آور برای محیط زیست

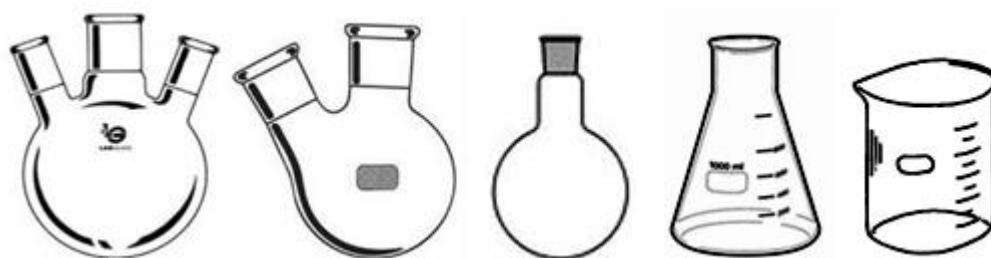


قابل انفجار

۱-۴- برخی از لوازم مورد استفاده در آزمایشگاه



دکانتور لوله آزمایش استوانه مدرج مبرد بورت پیپت حبایی پیپت مدرج



بشر ارلن بالن ته گرد بالن دو دهانه بالن سه دهانه



شیشه ساعت هاون قیف توری و سه پایه پایه آبفشان چراغ بونزن

فصل ۲

شناسایی ماده با استفاده از خواص فیزیکی

هر ماده‌ای دارای مجموعه‌ای از خواص منحصر به فردی است که باعث تفاوت آن ماده با مواد دیگر می‌شود. این خواص به دو دسته خواص فیزیکی و شیمیایی تقسیم می‌شود. خواص فیزیکی شامل بو، رنگ، مزه، دانسیته، نقطه ذوب، نقطه جوش، رسانایی، سختی و غیره است که بدون تغییر در ترکیب یک ماده اندازه‌گیری می‌شود. خواص شیمیایی یک ماده مانند واکنش‌پذیری، خصلت بازی و خصلت اسیدی، چگونگی برهمکنش یک ماده با سایر مواد را بیان می‌کند. برای شناسایی و تشخیص یک ترکیب آلی، چند ثابت فیزیکی ماده اندازه‌گیری شده و چند نمونه از خواص شیمیایی آن مورد بررسی قرار می‌گیرد. علت بررسی چندین ویژگی ماده این است که هر ترکیب دارای خواص فیزیکی و یا شیمیایی خاص خود بوده و احتمال یافتن دو ماده‌ای که دارای خواص کاملاً مشابه باشند بسیار کم است. ثابت‌های فیزیکی مقدارهای عددی هستند که تحت شرایط استاندارد (دما، فشار و غیره) اندازه‌گیری می‌شوند. از آن‌جا که این اعداد ثابت و غیرقابل تغییر هستند برای شناسایی یک ترکیب مورد استفاده قرار می‌گیرند. تعدادی کتاب مرجع وجود دارد که حاوی جداول خواص و ثابت‌های فیزیکی ترکیبات هستند. استفاده از این جداول‌ها در شناسایی یک ماده بسیار مفید خواهد بود. خواص فیزیکی که غالباً برای شناسایی یک ماده آلی استفاده می‌شود شامل نقطه ذوب، نقطه جوش، چگالی، طیف مادون قرمز (IR)، رزونانس مغناطیس هسته (NMR) و طیف فرابنفش (UV) می‌باشد. در این فصل با روش اندازه‌گیری دو نمونه از این خواص یعنی نقطه ذوب و جوش آشنا خواهید شد.

۲-۱- تعیین نقطه ذوب^۱

نقطه ذوب یکی از خواص فیزیکی ماده است که علاوه بر شناسایی ماده، برای تعیین خلوص آن نیز به کار می‌رود. هر جسم جامد در یک دمای معین و تقریباً ثابت ذوب می‌شود. بنابراین با اندازه‌گیری نقطه ذوب یک ماده مجهول و مراجعه به جداول ثابت‌های فیزیکی قادر به شناسایی آن خواهیم بود.

ذرات یک بلور، به واسطه نیروهای نگه‌دارنده (واندروالس، دوقطبی-دوقطبی، پیوندهای هیدروژنی، نیروهای الکتروستاتیکی) دارای آرایشی بسیار منظم و متقارن هستند. اگر بلور حرارت داده شود، در یک دمای خاص که بستگی به نوع بلور دارد انرژی گرمایی ذرات بلور، بر نیروهای نگه‌دارنده غلبه می‌کند در نتیجه شبکه بلور از هم می‌پاشد و ماده از حالت جامد به مایع تبدیل می‌شود. در واقع نقطه ذوب، عبارت از دمایی است که در آن دما، فاز جامد و مایع به حالت تعادل می‌رسند. به دلیل قوی بودن نیروهای جاذبه موجود بین یون‌های یک ترکیب یونی (نیروی الکتروستاتیکی)، این ترکیبات دارای نقطه ذوب بالایی هستند. به عنوان مثال سدیم کلرید در دمای ۸۰۱ درجه سانتی‌گراد ذوب می‌شود. ترکیبات غیریونی که واحدهای ساختمانی آن‌ها مولکول می‌باشد، به دلیل داشتن نیروهای بین مولکولی ضعیف‌تر در مقایسه با بلورهای یونی، دارای نقطه ذوب کمتری هستند. نقطه ذوب ترکیبات کوالانسی بستگی به نوع گروه عاملی آن‌ها دارد. ترتیب افزایش نقطه ذوب در ترکیبات کوالانسی با وزن ملکولی مشابه به ترتیب زیر می‌باشد:

ترکیب دارای پیوند هیدروژنی < ترکیب دارای برهمکنش‌های دوقطبی-دوقطبی < ترکیب دارای نیروهای

واندروالسی

مثال:



mp=-130 °C



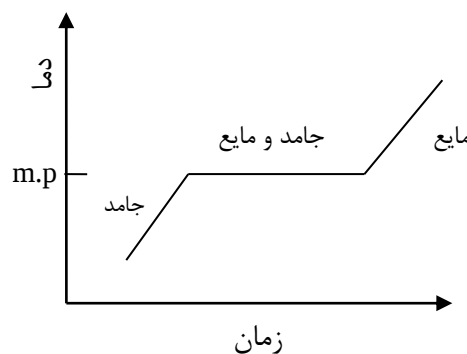
mp=-96 °C



mp=-90 °C

¹Melting Point

در شکل ۱-۲ تغییرات فاز با دما و زمان برای یک جسم خالص نشان داده شده است. با توجه به شکل، در دماهای پایین‌تر از نقطه ذوب، ترکیب خالص به صورت جامد وجود دارد و حرارت دادن ترکیب، منجر به افزایش دمای آن می‌شود. هنگامی که ترکیب به نقطه ذوب خود می‌رسد اولین قطره مایع ظاهر شده و بین فازهای جامد و مایع تعادل برقرار می‌گردد. پس از آن، حرارت داده شده به جسم صرف تبدیل فاز شده تا تمام جامد به مایع تبدیل شود (ذوب شود). بنابراین تا قبل از ذوب کامل جسم، دما ثابت و بدون تغییر خواهد ماند. در دماهای بالاتر از نقطه ذوب، ادامه افزایش گرما، افزایش خطی دما را به دنبال خواهد داشت. در یک ترکیب کاملاً خالص، تفاوتی بین دمای ذوب ابتدایی و نهایی وجود ندارد. به طور تقریبی می‌توان گفت یک ترکیب خالص، دارای دامنه ذوب (اختلاف دمایی که ترکیب شروع به ذوب شدن می‌کند تا زمانی که به طور کامل به مایع تبدیل می‌شود) $0/5$ تا 1 درجه سانتی‌گراد می‌باشد. وجود ناخالصی در یک ماده علاوه بر افزایش دامنه ذوب، با ایجاد اختلال در نظم بلور منجر به کاهش دمای ذوب آن نیز می‌شود.

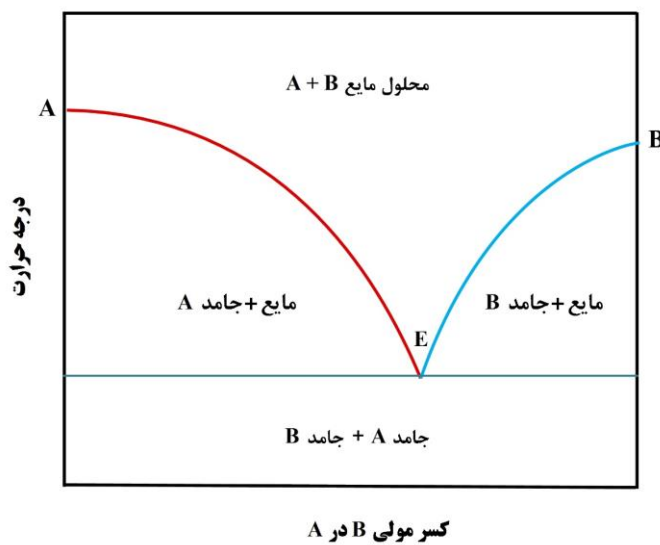


شکل ۱-۲- تغییرات فاز با دما و زمان

نقطه ذوب مخلوط‌ها

همان‌طور که گفته شد، ناخالصی نقطه ذوب را به طور قابل ملاحظه‌ای پایین می‌آورد. هرچه مقدار ناخالصی بیشتر باشد کاهش نقطه ذوب بیشتر خواهد بود اما در مورد مخلوط برخی از مواد ممکن است شرایط خاصی به وجود آید. به‌طور مثال ماده A را به عنوان ماده خالص و B را به عنوان ناخالصی در نظر بگیرید، افزوده شدن ماده B به ماده خالص A نقطه ذوب A را کاهش و دامنه ذوب را افزایش می‌دهد. با افزایش مقدار ناخالصی B نقطه ذوب کاهش بیشتری می‌یابد تا جایی که مخلوط دقیقاً شبیه به یک ماده خالص عمل کرده

و در یک درجه حرارت خاص ذوب می‌شود که این درجه حرارت، از نقطه ذوب هر دو ماده A و B کمتر خواهد بود (نقطه E). این درجه حرارت، نقطه اتکتیک^۱ نامیده می‌شود (شکل ۲-۲). بعد از نقطه اتکتیک، هر چقدر که درصد ماده B افزایش می‌یابد نقطه ذوب مخلوط بیشتر شده و مجدداً محدوده ذوب خواهیم داشت. از این مرحله به بعد چون غلظت B بیشتر از غلظت A است، به عنوان ترکیب اصلی و A به عنوان ناخالصی در نظر گرفته می‌شود.



A: نقطه ذوب ماده خالص A

B: نقطه ذوب ماده خالص B

E: نقطه اتکتیک

شکل ۲-۲- تغییرات نقطه ذوب با ترکیب درصد، در یک مخلوط

تعیین دمای ذوب

دمای ذوب عمدتاً به دو طریق زیر تعیین می‌شود:

(۱) لوله ی تیل^۲:

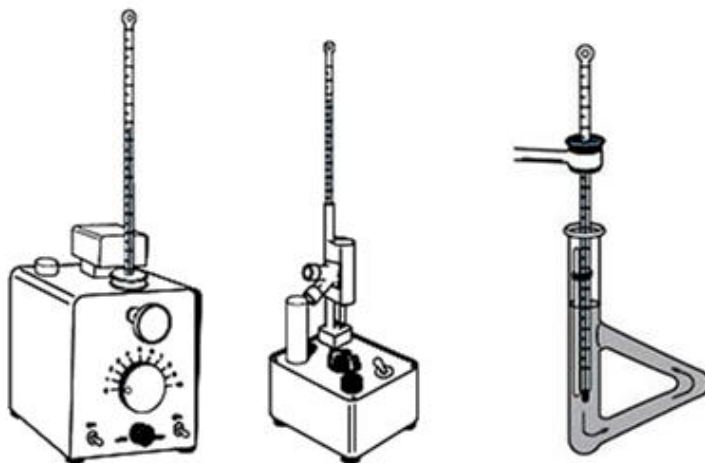
لوله تیل وسیله ساده‌ای است که برای تعیین نقطه ذوب و جوش مواد مورد استفاده قرار می‌گیرد. این وسیله به نحوی طراحی شده است که حرارت دادن ملایم به دسته آن، منجر به ایجاد یک جریان همرفت شده که باعث ثابت ماندن دما در کل مایع می‌شود (شکل ۲-۳- الف).

^۱Eutectic Point

^۲Theile Tube

۲) دستگاه‌های اندازه‌گیری دقیق میکروسکوپی:

امروزه مجموعه‌ای از دستگاه‌های اندازه‌گیری نقطه ذوب با عملکرد سریع و آسان در دسترس هستند. دو نمونه از این دستگاه‌ها در شکل ۲-۳-ب نشان داده شده است.



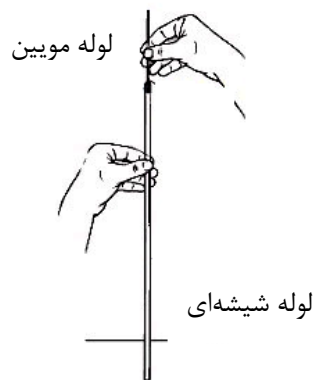
ب- دستگاه‌های تعیین نقطه ذوب

شکل ۲-۳-الف- لوله تیل

روش کار

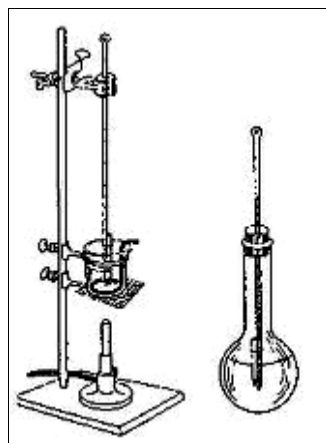
تعیین نقطه ذوب با استفاده از لوله تیل

برای تعیین نقطه ذوب یک ماده، ابتدا آن را به پودر ریز تبدیل کنید و بر روی یک شیشه ساعت بریزید. سپس یک لوله موئین تمیز برداشته و چند بار نوک باز آن را آهسته به نمونه پودر شده بزنید. با برگرداندن لوله موئین و زدن انتهای بسته آن بر روی یک سطح محکم، نمونه را به انتهای لوله منتقل کنید. نمونه در داخل لوله موئین باید متراکم شود که برای این منظور، یک لوله شیشه‌ای را که ابتدا و انتهای آن باز است به طور عمودی روی میز قرار داده و لوله موئین را از سمت انتهای بسته در آن رها کنید. نمونه باید تا عمق ۳-۲ میلی‌متری لوله موئین را پر نماید (شکل ۲-۴).



شکل ۲-۴- متراکم نمودن نمونه داخل لوله موئین

لوله موئین را توسط یک نخ یا کش لاستیکی طوری به دماسنج متصل نمایید که انتهای بسته لوله موئین و مخزن جیوه دماسنج در یک سطح قرار بگیرند. بعد از انجام این کار دماسنج را داخل لوله تیل قرار دهید. چراغ بونزن را روشن کنید و آن را حرارت دهید. سرعت افزایش دما نباید بیش از ۲ درجه سانتی‌گراد در دقیقه باشد. درجه حرارت آغاز ذوب شدن (هنگامی که نخستین قطره مایع ظاهر می‌شود) و پایان آنرا (هنگامی که آخرین ذره جامد ناپدید می‌شود) از روی دماسنج خوانده و یادداشت کنید. در صورت عدم دسترسی به لوله تیل می‌توانید از یک بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری به عنوان حمام روغن استفاده کنید (شکل ۲-۵).



شکل ۲-۵- تعیین نقطه ذوب با استفاده از حمام روغن

الف) نقطه ذوب استانیلید و بنزوئیک اسید را طبق روش گفته شده به دست آورید.

ب) مقدار مساوی از بنزوئیک اسید و استانیلید را روی یک شیشه ساعت بریزید و توسط اسپاتول آن‌ها را خرد و به خوبی مخلوط کنید. سپس دمای ذوب این مخلوط را به دست آورید.

ج) نقطه ذوب نمونه مجهولی که در اختیار شما قرار گرفته شده است را اندازه‌گیری کرده و با استفاده از جدول ۱-۲ ماده را تشخیص دهید.

جدول ۱-۲- نقطه ذوب چند نمونه از ترکیبات

ترکیب	نقطه ذوب (°C)
استانیلید	۱۱۳-۱۱۴
اوره	۱۳۲-۱۳۳
بنزوئین	۱۳۶-۱۳۷
مالئیک اسید	۱۳۵-۱۳۶
۲-نفتول	۱۲۱-۱۲۲
بای فنیل	۷۰-۷۱
فنیل بنزوات	۶۹-۷۰
نفتالن	۸۰-۸۲

به سوالات زیر پاسخ دهید:

۱- در اندازه‌گیری نقطه ذوب، هر یک از عوامل زیر چه تأثیری بر روی نقطه ذوب دارد؟

الف) اگر مقدار نمونه بسیار کم باشد

ب) اگر مقدار نمونه بسیار زیاد باشد

ج) اگر نمونه به خوبی متراکم نشود

د) اگر نمونه به سرعت گرم شود

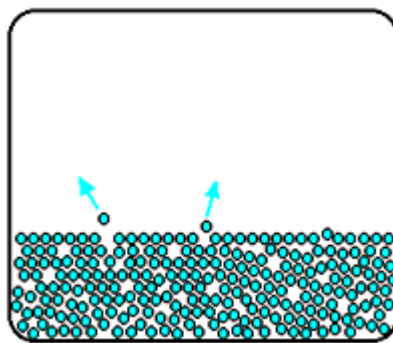
۲- سه نمونه دارای نقطه ذوب تقریباً یکسان هستند. چگونه می توان متفاوت یا یکسان بودن این سه ترکیب را مشخص نمود؟

۳- دو دانشجو دمای ذوب یک مجهول یکسان را $101-107^{\circ}\text{C}$ و $110-112^{\circ}\text{C}$ گزارش می کنند. علت تفاوت در دمای ذوب گزارش شده با توجه به یکسان بودن نمونه چیست؟

۴- چرا باید از یک لوله موئین و نمونه درون آن فقط یک بار برای تعیین نقطه ذوب استفاده نمود؟

۲-۲- تعیین نقطه جوش^۱

منشاء انرژی متوسط ذرات یک مایع، دما است بنابراین با افزایش دما، انرژی متوسط ذرات هم افزایش خواهد یافت. تعدادی از ذرات یک مایع دارای انرژی بالاتر از انرژی متوسط کل ذرات و تعدادی دیگر دارای انرژی کمتری هستند. ذراتی که دارای انرژی بالاتر بوده و در سطح مایع قرار دارند می‌توانند از نیروی جاذبه نگه-دارنده ذرات مایع رهایی یافته و از سطح مایع بگریزند یا به عبارت دیگر تبخیر شوند (شکل ۲-۶).



شکل ۲-۶- تبخیر یک مایع

باید توجه داشت که تبخیر فقط در سطح مایع اتفاق افتاده و با فرآیند جوشیدن، که در آن انرژی کافی برای از هم گسیختن نیروهای بین مولکولی در سرتاسر مایع وجود دارد متفاوت است. بنابراین برخلاف تبخیر که طی آن حباب مشاهده نمی‌شود در سراسر مایعی که در حال جوشیدن است حباب ایجاد می‌شود. هنگامی که انرژی گرمایی ذرات بر نیروهای بین مولکولی (واندروالس، دو قطبی-دو قطبی، پیوند هیدروژنی) غلبه کند جوشیدن اتفاق می‌افتد. نقطه جوش دمایی است که در آن فشار بخار مایع با فشار اعمال شده برابر شده و مایع تبدیل به گاز می‌شود.

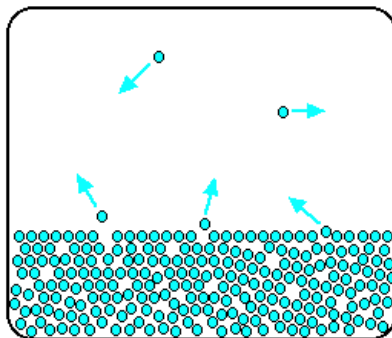
عوامل موثر بر دمای جوش یک مایع عبارتند از:

- (۱) فشار (۲) نیروهای بین مولکولی (۳) ساختمان ترکیب (۴) ناخالصی

¹Boiling Point

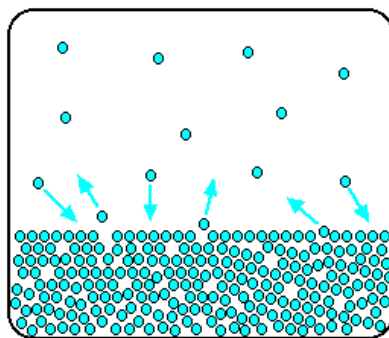
۱- تأثیر فشار بر نقطه جوش

هنگامی که مایعی در داخل ظرف سربسته‌ای که هوایش تخلیه شده است قرار بگیرد، تعدادی از مولکول‌ها از سطح مایع جدا شده، وارد فاز گازی می‌شوند اما به دلیل سربسته بودن ظرف مولکول‌های بخار نمی‌توانند از نزدیکی مایع دور شوند (شکل ۷-۲).



شکل ۷-۲- تبخیر یک مایع در ظرف سربسته

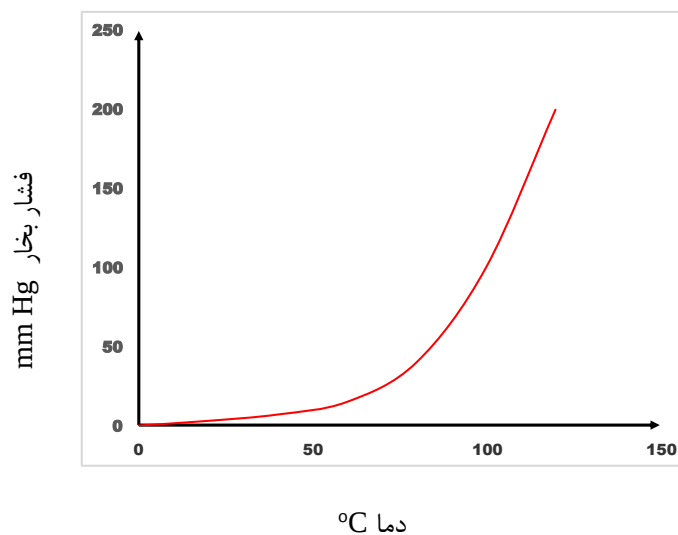
این مولکول‌ها در بالای مایع دائماً در حال حرکت هستند بنابراین تعدادی از آن‌ها با سطح مایع برخورد کرده و دوباره به فاز مایع باز می‌گردند در واقع متراکم می‌شوند (۸-۲).



شکل ۸-۲- تراکم ذرات یک مایع

هر چه تعداد مولکول‌ها در فاز گازی بیشتر باشد به دلیل افزایش برخورد مولکول‌ها به سطح مایع سرعت برگشت آن‌ها به فاز مایع بیشتر خواهد شد. در ابتدا چون تعداد کمی مولکول در فاز گازی وجود دارد، سرعت تراکم کم است ولی با ادامه تبخیر و با افزایش تعداد مولکول‌ها در فاز گازی سرعت تراکم افزایش یافته و سرانجام، سیستم به حالتی می‌رسد که در آن، سرعت گریز مولکول‌ها از سطح مایع با سرعت بازگشت آن‌ها

به فاز مایع برابر می‌شود. به عبارتی دیگر، سیستم به حالت تعادل می‌رسد. در حالت تعادل تعداد مولکول‌هایی که در فضای بالای مایع قرار دارند ثابت و بدون تغییر خواهد ماند. این مولکول‌های گازی با دیواره ظرف برخورد کرده و فشاری را به ظرف اعمال می‌کنند که به این فشار اعمال شده، فشار بخار اشباع^۱ گفته می‌شود. این فشار تابعی از درجه حرارت است و میزان تمایل مولکول‌های ماده، برای گریز از سطح مایع را نشان می‌دهد. در دمای بالا، افزایش انرژی جنبشی مولکول‌ها منجر به آسان‌تر شدن گریز مولکول‌ها به فاز گازی می‌شود. بنابراین با افزایش دما، تعداد مولکول‌ها در فاز گازی بیشتر شده و فشار بخار افزایش می‌یابد. منحنی دما-فشار بخار آب در شکل ۹-۲ نشان داده شده است.



شکل ۹-۲- منحنی فشار بخار- دما

اگر یک نمونه مایع درون ظرف سرگشاده‌ای حرارت داده شود مولکول‌های نمونه از سطح مایع جدا شده و وارد فاز گازی می‌شوند. با افزایش درجه حرارت تعداد مولکول‌های خارج شده نیز افزایش می‌یابد و به تبع آن فشار جزئی نمونه در فضای بالای مایع بیشتر می‌شود. هنگامی که فشار جزئی نمونه و فشار خارجی برابر شد مایع شروع به جوشیدن می‌کند و در این هنگام است که در سرتاسر مایع حباب تشکیل می‌شود.

¹Saturated Vapor Pressure

از آن جایی که در یک درجه حرارت معین، فشار جزئی نمونه برابر با فشار بخار اشباع آن است می توان گفت با برابر شدن فشار بخار اشباع با فشار خارجی، مایع خواهد جوشید. اگر فشار خارجی از فشار بخار اشباع مایع بیشتر باشد از تشکیل حباب ممانعت شده و فقط تبخیر در سطح مایع مشاهده می شود.

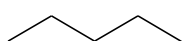
اگر یک مایع مانند آب حرارت داده شود وقتی که فشار بخار آن برابر با ۱ اتمسفر (۷۶۰ میلی متر جیوه) شد شروع به جوشیدن می کند. فرآیند جوشیدن در مورد آب در ۱۰۰ درجه سانتی گراد اتفاق می افتد. اما در فشار متفاوت، آب در دمای دیگری خواهد جوشید. به عنوان مثال با افزایش ارتفاع و کاهش فشار خارجی، آب در دمای پایین تری می جوشد. بنابراین نقطه جوش تابعی از فشار بوده و فشاری که در آن نقطه جوش تعیین می شود، لازم است که حتما قید شود.

۲- نیروهای بین مولکولی

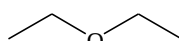
هر چقدر که نیروهای بین مولکولی یک ترکیب قوی تر باشد انرژی بیشتری برای غلبه بر این نیروهای نگه دارنده مورد نیاز خواهد بود در نتیجه نقطه جوش افزایش خواهد یافت. قدرت نسبی نیروهای بین مولکولی به ترتیب زیر است:

واندروالس > دو قطبی-دو قطبی > پیوند هیدروژنی

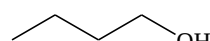
بنابراین هر چه یک مولکول قطبی تر باشد و نیروی دو قطبی-دو قطبی قوی تر داشته، نقطه جوش آن بیشتر می شود. حال اگر ترکیب توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی را نیز داشته باشد نقطه جوش آن بالاتر خواهد رفت. به عنوان مثال، الکل ها به دلیل توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی از ترکیبات اتری نقطه جوش بالاتری دارند. همچنین نقطه جوش با بزرگ تر شدن مولکول، به دلیل قوی تر شدن نیروهای واندروالس، افزایش می یابد.



bp= -1 °C



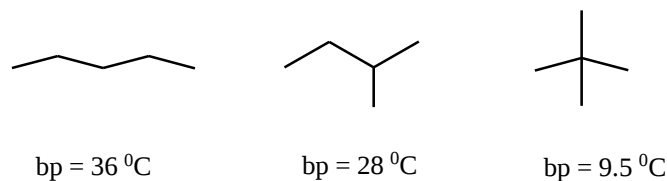
bp= 35 °C



bp= 117 °C

۳- طول زنجیر و اثر شاخه

ترکیبات خطی به دلیل داشتن سطح تماس بالا، تمایل بیشتری برای ایجاد پیوند با یکدیگر داشته و نیروی بین مولکولی قوی‌تری ایجاد می‌کنند. بنابراین برای غلبه بر این نیروها، درجه حرارت بالاتری لازم خواهد بود. وجود شاخه جانبی در یک ترکیب باعث پایین آمدن نقطه جوش می‌شود. با شاخه‌ای شدن ترکیب، اندازه سطح مولکول^۱ کاهش یافته در نتیجه نیروهای بین مولکولی ضعیف‌تر شده و نقطه جوش کمتر می‌شود.



۴- اثر ناخالصی

تأثیر ناخالصی بر روی نقطه جوش تابع نوع ناخالصی است. وجود ناخالصی غیرفرار مانند NaCl، در تبخیر مولکول‌های سطح مایع اختلال ایجاد می‌کند در نتیجه برای تبخیر نیاز به درجه حرارت بالاتری خواهد بود. ناخالصی فرار بسته به نوع آن، می‌توانند به افزایش دمای جوش و یا کاهش آن منجر شوند.

روش‌های تعیین نقطه جوش

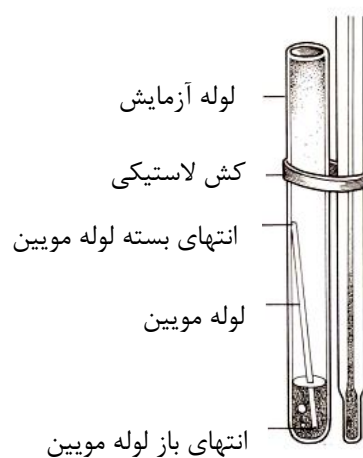
در مواردی که مقدار کافی از نمونه در دسترس باشد از روش تقطیر برای تعیین نقطه جوش مایعات استفاده می‌شود. روش میکرو روش دیگری است که به مقدار کمی از نمونه نیاز دارد بنابراین در صورت عدم دسترسی به مقدار زیاد از نمونه، این روش مورد استفاده قرار می‌گیرد.

روش کار

تعیین نقطه جوش به روش میکرو

¹Surface Area

برای تعیین نقطه جوش یک مایع، یک طرف لوله موئین را توسط شعله مسدود کرده و آنرا توسط نخ طوری به دماسنج متصل کنید که انتهای باز لوله موئین با مخزن جیوه دماسنج هم سطح شود. سپس داخل یک لوله آزمایش حدود دو میلی لیتر از مایع مورد نظر را ریخته و دماسنج را طوری داخل لوله آزمایش قرار دهید که از انتهای لوله آزمایش کمی فاصله داشته باشد (شکل ۲-۱۰). لوله آزمایش را داخل حمام روغن یا پارافین قرار داده و حرارت دهید. در نزدیکی نقطه جوش مایع، انبساط حرارتی مولکول‌های هوای داخل لوله موئین منجر به خروج حباب از دهانه لوله موئین می‌شود. هنگام مشاهده خروج سریع و مداوم حباب‌ها، حرارت را قطع کنید. با سرد شدن تدریجی حمام، سرعت خروج حباب کم می‌شود. در لحظه‌ای که آخرین حباب از دهانه لوله موئین خارج و قبل از اینکه اولین قطره مایع وارد لوله موئین شود دمای دماسنج را یادداشت کنید. این درجه، نقطه جوش نمونه است.



شکل ۲-۱۰- تعیین نقطه جوش به روش میکرو

به سوالات زیر پاسخ دهید

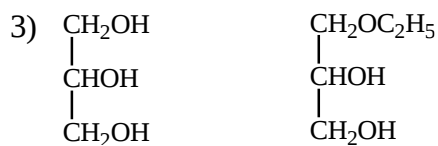
- ۱- نقطه جوش آب و ۲- متیل-۲-پروپانول به ترتیب برابر ۱۰۰ و $۸۲/۲$ درجه سانتی گراد است. کدام یک از این دو ترکیب در دمای ذکر شده دارای فشار بخار کمتری است؟
- ۲- علت خروج حباب از لوله موئین در روش میکرو چیست؟

۳- چرا در روش میکرو درجه حرارتی به عنوان نقطه جوش در نظر گرفته می‌شود که در آن، نمونه وارد لوله مویین می‌شود؟

۴- افزایش سدیم کلراید بر روی نقطه جوش آب چه تاثیری دارد؟

۵- ترکیبی در ۷۶۰ میلی‌متر جیوه در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد می‌جوشد. نقطه جوش این ترکیب در ۷۲۵ میلی‌متر جیوه چه تغییری می‌کند؟

۶- در بین هر یک از جفت ترکیب‌های زیر کدام یک دارای نقطه جوش بالاتری است؟



فصل سوم

جداسازی و خالص سازی ترکیبات آلی

اکثر ترکیباتی که محصول انجام واکنش های شیمیایی هستند، به دلیل حضور مواد اولیه واکنش نداده و همچنین تولید محصولات جانبی نامطلوب، از درجه خلوص بالا برخوردار نیستند. اجزای یک مخلوط را بدون جداسازی و خالص سازی نمی توان شناسایی کرد. بنابراین آگاهی از ماهیت روش های جداسازی و خالص سازی ترکیبات برای یک شیمی دان امری ضروری است.

با توجه به خواص فیزیکی و شیمیایی ترکیب می توان یکی از روش های زیر را به منظور جداسازی و حذف ناخالصی ها استفاده نمود:

(۱) تقطیر (Distillation)

(۲) حل کردن و صاف کردن (Solution and Filtration)

(۳) تبلور مجدد (Recrystallization)

(۴) تصعید (Sublimation)

(۵) استخراج (Extraction)

(۶) روش های کروماتوگرافی (Chromatography)

در این فصل با شش روش ذکر شده برای جداسازی اجزاء مخلوط آشنا خواهید شد.

۳-۱- تقطیر

تقطیر یکی از رایج‌ترین روش‌های خالص‌سازی، جداسازی و شناسایی مایعات آلی می‌باشد. تقطیر عبارت است از تبخیر یک مایع، میعان بخارات حاصل و جمع‌آوری مایع حاصل در ظرفی جداگانه. در واقع، تقطیر یک فرایند فیزیکی است که طی آن ترکیبات یک مخلوط بر اساس اختلاف در فراریت از یکدیگر جداسازی می‌شوند.

چهار روش تقطیر وجود دارد که عبارتند از:

۱- تقطیر ساده (Simple Distillation)

۲- تقطیر جزء به جزء (Fractional Distillation)

۳- تقطیر در فشار کم (Distillation at Low Pressure)

۴- تقطیر با بخار آب (Steam Distillation)

۳-۱-۱- تقطیر ساده

وقتی یک مخلوط حرارت داده می‌شود دمای آن به تدریج افزایش می‌یابد تا جایی که نقطه جوش فرارترین جزء ترکیب فرا رسیده و تبخیر شود. بخارات حاصل وارد یک مبرد (چگالنده) شده و پس از میعان در ظرف دیگری جمع‌آوری می‌شوند. این در حالی است که بقیه اجزاء ترکیب در همان فاز اولیه خود باقی خواهند ماند. بعد از تبخیر مایع با نقطه جوش کمتر، دوباره دما افزایش پیدا خواهد کرد تا نقطه جوش جزء بعدی فرا رسد. مایع حاصل از میعان جزء دوم در ظرف جداگانه‌ای جمع‌آوری می‌شود. به همین ترتیب تقطیر ادامه می‌یابد تا تمام اجزاء ترکیب جداسازی شوند. از تقطیر برای تعیین نقطه جوش مایعات نیز استفاده می‌شود.

دستگاهی که برای تقطیر ساده مورد استفاده قرار می‌گیرد در شکل ۳-۱ نشان داده شده است.

به‌طور کلی تقطیر ساده هنگامی برای خالص‌سازی مورد توجه قرار می‌گیرد که:

الف) مایعی که باید خالص‌سازی شود کمتر از ۱۰٪ ناخالصی داشته باشد.

ب) هدف، جداسازی یک مایع از ناخالصی‌های غیر فرار و یا جامد باشد (مانند وجود شکر در آب).

ج) تفاوت نقطه جوش مایع با ناخالصی‌های مایع حداقل ۸۰ درجه سانتی‌گراد باشد.

آزمایش تقطیر ساده

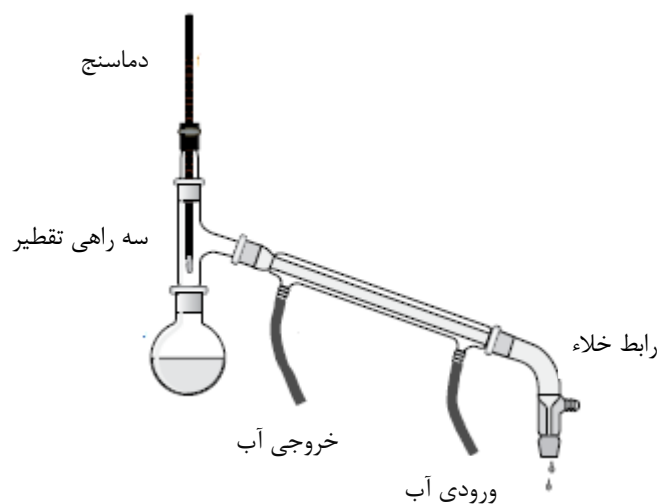
دستگاه تقطیر باید مطابق با شکل ۳-۱ آماده شود. توجه کنید که حتماً اتصالات باید با مقدار کمی از گریس چرب شوند تا از چسبیدن ظروف به یکدیگر در اثر حرارت ممانعت شود. مراحل آماده کردن دستگاه تقطیر به صورت زیر می‌باشد:

۱- نمونه را به یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کرده و چند عدد سنگ جوش به آن اضافه کنید. حجم مایع داخل بالن نباید بیشتر از دو سوم حجم بالن باشد. دقت کنید که بالن را تا تقطیر شدن تمام نمونه حرارت ندهید. زیرا برخی از مایعات به خصوص اترها دارای مقداری پراکسیدهای قابل انفجار هستند (این پراکسیدها در اثر مجاور شدن نمونه با هوا تولید می‌شوند). اگر بالن در اثر حرارت کاملاً خشک شود دمای داخل بالن افزایش یافته و احتمال انفجار وجود خواهد داشت.

۲- بالن را روی منبع حرارتی قرار داده و سه راهی تقطیر را روی بالن بگذارید. سپس مبرد را طوری به سه راهی تقطیر متصل کنید که دارای کمی شیب باشد. بالن و مبرد باید با یک گیره به پایه متصل شوند. شلنگ ورود و خروج آب را به مبرد وصل کنید. دقت کنید که آب باید از مجرای پایین مبرد وارد و از مجرای بالای مبرد خارج شود.

۳- دماسنج را در سه راهی قرار دهید. دقت کنید که مخزن دماسنج پایین‌تر از شاخه جانبی سه‌راهی تقطیر باشد تا در تماس با بخارات قرار گیرد.

۴- منبع حرارتی را روشن کرده و بالن را به آرامی حرارت دهید.



شکل ۳-۱- دستگاه تقطیر ساده

روش کار

تقطیر ساده آب و استون

در یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۳۰ میلی‌لیتر استون و ۳۰ میلی‌لیتر آب بریزید. چند عدد سنگ جوش درون بالن قرار داده و دستگاه تقطیر را آماده کنید. چراغ گاز را روشن کرده و بالن را حرارت دهید. هنگامی که مخلوط شروع به جوشیدن کرد، درجه حرارت را طوری تنظیم کنید که در هر ثانیه یک قطره از مبرد خارج شود. دما و حجم مخلوط را در فواصل زمانی معین ثبت کنید. بعد از تقطیر ۵۰ میلی‌لیتر از مخلوط، شعله را خاموش و تقطیر را متوقف کنید. نمودار دما بر حسب حجم را رسم کنید.

قانون راولت^۱

مایعات امتزاج‌پذیر با هر نسبتی در یکدیگر حل می‌شوند. این مخلوط‌ها از قانون فشارهای جزئی دالتون^۲ پیروی می‌کنند. طبق این قانون، فشار بخار بالای سطح یک مخلوط برابر است با مجموع فشار بخار هر یک از اجزاء مخلوط. بنابراین فشار کل یک مخلوطی از اجزاء A و B برابر است با:

$$P_{\text{Total}} = P_A + P_B$$

$$P_A = \text{فشار جزئی جزء A}$$

$$P_B = \text{فشار جزئی جزء B}$$

از سویی دیگر در مخلوط دو مایع امتزاج‌پذیر، فشار جزئی هر یک از اجزاء به فشار بخار خالص آن جزء و مقدار نسبی آن در مخلوط بستگی دارد. بنابراین بخار حاصل از این مخلوط شامل تعدادی مولکول از هر دو جزء بوده و مقدار نسبی هر یک از اجزاء در فاز بخار تابعی از کسر مولی آن‌ها در محلول خواهد بود. این رابطه به قانون راولت معروف بوده و فقط در مورد مخلوط‌های ایده‌آل صادق است. قانون راولت به صورت زیر تعریف می‌شود:

$$P_A = P_A^* X_A$$

$$P_A = \text{فشار بخار جزئی جزء A}$$

$$P_A^* = \text{فشار بخار جزء A خالص}$$

$$X_A = \text{کسر مولی جزء A (تعداد مول‌های A تقسیم بر تعداد کل مول‌های موجود در محلول)}$$

از ترکیب قانون فشارهای جزئی دالتون و قانون راولت رابطه زیر به دست خواهد آمد:

$$P_T = P_A^* X_A + P_B^* X_B$$

^۱Raoult' Law

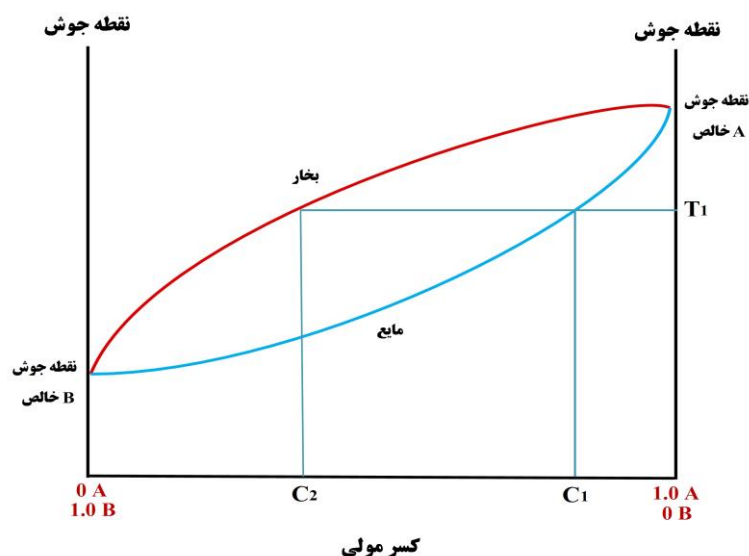
^۲Dalton's Law of Partial Pressure

هنگامی که محلول حرارت داده می‌شود با افزایش دما فشار بخار هر جزء افزایش یافته و متناسب با آن فشار بخار کل بالای سطح مایع بیشتر می‌شود. هنگامی که فشار کل برابر با فشار خارجی اعمال شده به سیستم شود محلول شروع به جوشیدن خواهد کرد.

۳-۱-۲- تقطیر جزء به جزء

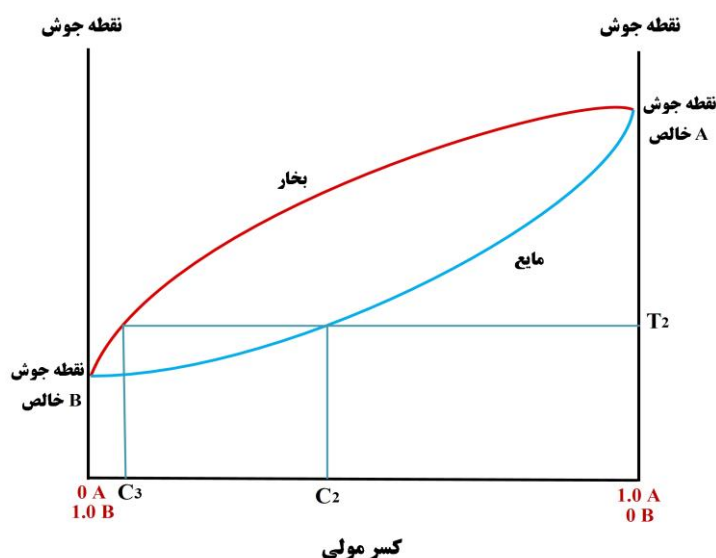
تقطیر جزء به جزء یکی از روش‌های تقطیر است که برای جداسازی محلول‌هایی که از دو یا چند جزء فرار تشکیل شده و از قانون راولت پیروی می‌کنند مورد استفاده قرار می‌گیرد. هرگاه اختلاف فراریت مایعاتی که باید مورد جداسازی قرار گیرند کمتر از ۴۰ درجه سانتی‌گراد باشد با یک بار تقطیر ساده به صورت رضایت بخشی نمی‌توان جداسازی را انجام داد. در این گونه موارد از دستگاه تقطیر جزء به جزء استفاده می‌شود در غیر این صورت باید تقطیر ساده چند بار تکرار شود تا جداسازی کاملی صورت گیرد. دستگاه تقطیر جزء به جزء به‌طور خودکار این تقطیرهای مجدد را انجام می‌دهد.

به شکل ۲-۳ توجه کنید. منحنی بالایی نشان دهنده ترکیب درصد فاز بخار و منحنی پایینی نشان دهنده ترکیب درصد فاز مایع است. وقتی مخلوطی از دو جزء A (با نقطه جوش بیشتر) و B (با نقطه جوش کمتر) با ترکیب درصد C_1 حرارت داده می‌شود دمای مخلوط افزایش می‌یابد تا نقطه جوش مخلوط فرا برسد (T_1). در این هنگام مایع تبخیر می‌شود و ترکیب درصد بخار بالای مایع در حال جوشیدن، C_2 خواهد بود. بخار حاصل فقط شامل جزء فرارتر B خالص نیست بلکه به میزان قابل توجهی دارای جزء A نیز می‌باشد. بنابراین مخلوط دو ترکیب که اختلاف نقطه جوش آن‌ها بسیار کم است از طریق تقطیر ساده هرگز به‌طور کامل قابل جداسازی نخواهد بود. در این گونه موارد از تقطیر جزء به جزء می‌توان جداسازی و خالص‌سازی را انجام داد.



شکل ۳-۲- نمودار ترکیب درصد فاز مایع و بخار محلول‌های ایده‌آل دوتایی

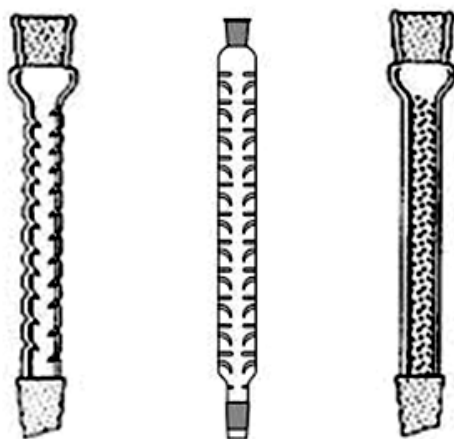
با توجه به شکل ۳-۳، اگر بخار با ترکیب درصد C_2 جمع‌آوری و متراکم شده و مجدداً حرارت داده شود در دمای T_2 شروع به جوشیدن می‌کند. در این حالت فاز بخار حاصل دارای ترکیب درصد C_3 خواهد بود. همان‌طور که در نمودار مشخص است در این هنگام بخار ایجاد شده از جزء فرارتر B غنی‌تر شده و درصد جزء A در آن کمتر است (بخار خالص‌تر شده است). انجام پی‌درپی تراکم بخارات و جوشاندن مایع تولید شده در نهایت منجر به خالص‌سازی کامل دو جزء A و B می‌شود. تقطیرهای پی‌درپی اساس کار تقطیر جزء به جزء است.



شکل ۳-۳- نمودار ترکیب درصد فاز مایع و بخار محلول‌های ایده‌آل دوتایی

دستگاه تقطیر جزء به جزء علاوه بر مبرد دارای یک ستون عمودی است که بخارات حاصل از تقطیر قبل از ورود به مبرد باید از آن عبور کنند. از ستون‌های ویگرو که دارای پیچ و خم‌ها یا دندانه‌های شیشه‌ای هستند و از مبرد حاوی گلوله‌های شیشه‌ای یا پشم استیل^۱ می‌توان به عنوان ستون تقطیر استفاده نمود. درون این ستون‌ها چندین بار عمل تبدیل بخار به مایع انجام می‌شود (شکل ۳-۴). هنگامی که بخار حاصل در ظرف تقطیر وارد این ستون می‌شود به سمت بالا حرکت می‌کند. به دلیل کمتر بودن دما در قسمت‌های بالای ستون نسبت به قسمت‌های پایین آن، بخار در حال حرکت به سمت بالا به مایع تبدیل شده و به سمت پایین ستون جاری می‌گردد. این مایع در هنگام برگشت با بخارهایی که بعداً وارد ستون شده‌اند برخورد کرده و بین فاز مایع و گازی تماس حاصل می‌شود. در اثر تبادل حرارتی بین فاز مایع و گازی، جزء فرارتر، از مایع دوباره تبخیر شده و به سمت بالای ستون حرکت می‌کند. این عمل چندین بار تکرار می‌شود تا بخارهای حاصل به مبرد منتقل شوند. بخاری که وارد مبرد می‌شود کاملاً غنی از جزء فرارتر است. فاز مایع نیز که قطره قطره به ظرف تقطیر باز می‌گردد، از جزء با فراریت کمتر غنی خواهد بود.

¹ Steel wool



شکل ۳-۴- سه نمونه از ستون‌های تقطیر

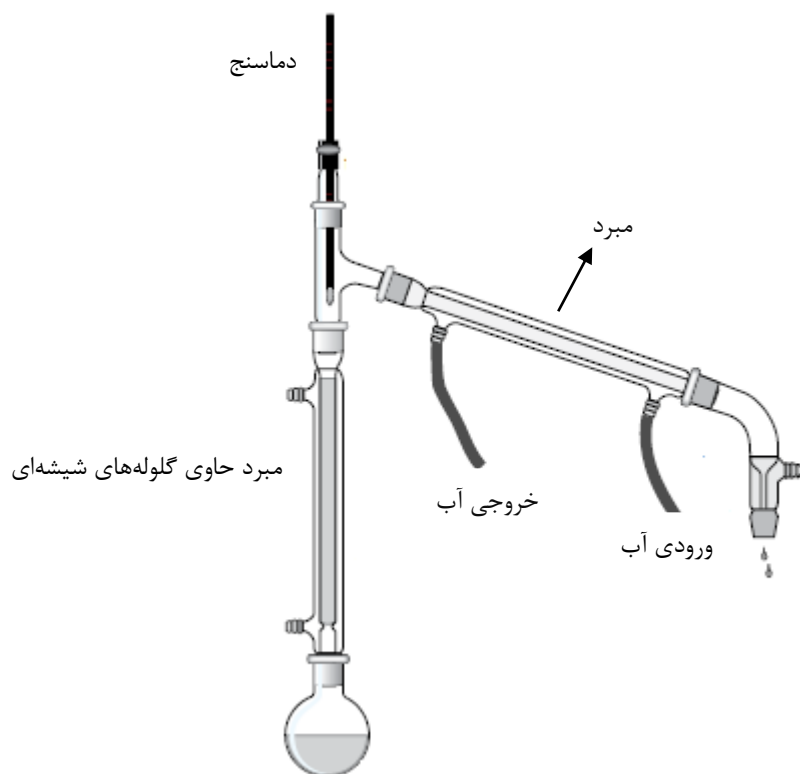
از آن‌جا که برخی از ترکیبات در اثر تقطیر در فشار اتمسفر در نقطه جوش یا در دمای پایین‌تر از نقطه جوش خود، تجزیه یا اکسید می‌شوند می‌توان تقطیر ساده و یا جزء به جزء این ترکیبات را تحت خلأ انجام داد. زیرا نقطه جوش یک ماده رابطه مستقیم با فشار دارد بنابراین با کاهش فشار، نقطه جوش این مواد نیز کاهش یافته و این مواد بدون تجزیه یا اکسید شدن تقطیر می‌شوند. معمولاً ترکیباتی را که نقطه جوش آن‌ها از حدود ۱۸۰ درجه سانتی‌گراد بیشتر است در فشار کم تقطیر می‌کنند.

روش کار

تقطیر جزء به جزء آب و استون

ابتدا ۳۰ میلی‌لیتر آب و ۳۰ میلی‌لیتر استون را به همراه چند عدد سنگ جوش به یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. دستگاه تقطیر را مطابق شکل ۳-۵ آماده کنید. بهتر است ستون تقطیر توسط پشم شیشه یا پارچه عایق بندی شود و حرارت طوری تنظیم شود که دمای داخل ستون به آرامی افزایش یابد. دمای دماسنج هنگامی که نقطه جوش جزء فرارتر (استون) فرا می‌رسد مدتی ثابت می‌ماند و فقط بخار تقریباً خالص استون از ستون تقطیر خارج و در مبرد متراکم شده و در ظرف گیرنده جمع‌آوری می‌شود. سپس دما دوباره به تدریج افزایش می‌یابد. در حین افزایش دما، در دماهای مختلف ظرف گیرنده را تعویض کرده و مایع

تقطیر شده را جداگانه جمع‌آوری کنید. زمانی که مجدداً دما ثابت شد یعنی نقطه جوش جزء دوم (آب) فرا رسید تقطیر را متوقف کنید. منحنی تقطیر را رسم کنید.



شکل ۳-۵- دستگاه تقطیر جزء به جزء

به سوالات زیر پاسخ دهید

- (۱) دلیل استفاده از سنگ جوش چیست؟
- (۲) ورودی و خروجی آب در دستگاه تقطیر چگونه است؟ توضیح دهید.
- (۳) چرا حجم مایع در حال تقطیر باید بین یک سوم تا دو سوم حجم بالن باشد؟
- (۴) چرا گرم کردن سریع بالن باعث کاهش کارایی ستون تقطیر می‌شود؟
- (۵) چرا ستون دستگاه تقطیر جزء به جزء تا حد امکان باید به صورت عمودی قرار گیرد؟

۳-۲- تبلور مجدد^۱

تبلور مجدد یکی از روش‌های خالص‌سازی ترکیبات آلی جامد می‌باشد. در این روش هر کدام از انواع ناخالصی‌ها (محلول، نامحلول و رنگی) در مراحل جداگانه حذف می‌شوند. به طور کلی طی فرآیند تبلور مجدد، جسم ناخالص به کمک حرارت در یک حلال مناسب حل می‌گردد، سپس با سرد کردن محلول حاصل، ناخالصی‌ها در حلال باقی مانده و بلورهای خالص ماده مورد نظر دوباره تشکیل می‌شود. مراحل تبلور مجدد عبارتند از:

۱- انتخاب حلال

۲- حل کردن ماده ناخالص در حلال در نزدیکی نقطه جوش

۳- رنگ‌زدایی از محلول

۴- صاف کردن محلول داغ برای جداسازی ناخالصی‌های نامحلول

۵- سرد کردن محلول به منظور تشکیل بلور

۶- جمع‌آوری و شستشوی بلورها

۷- خشک نمودن بلورها

۱- انتخاب حلال

انتخاب حلال مناسب، مهم‌ترین مرحله در فرآیند تبلور مجدد است زیرا خلوص بلورهای به‌دست آمده و بازده این فرآیند به شدت تحت تاثیر نوع حلال است. برای انتخاب یک حلال مناسب باید به موارد زیر دقت شود:

۱- حلال باید ضریب حرارتی مناسبی برای ماده مورد نظر داشته باشد. به عبارت دیگر ماده مورد نظر باید در حلال داغ به راحتی حل شده (۵ میلی گرم در ۱۰۰ میلی لیتر حلال) ولی در حلال سرد نسبتاً نامحلول باشد.

^۱Recrystallization

۲- حلال باید ناخالصی‌ها را یا بسیار راحت در خود حل کند و یا اصلاً قادر به حل کردن آن‌ها نباشد.

۳- باید فرار باشد تا در مرحله خشک کردن بلورها به آسانی تبخیر شود.

۴- باید نسبت به ماده مورد نظر بی‌اثر بوده و با آن وارد واکنش نشود.

۵- حلال باید در دسترس بوده، سمیت و اشتعال‌پذیری کمی داشته باشد.

در هنگام انتخاب حلال برای یک ترکیب شناخته شده بهتر است ساختار آن در نظر گرفته شود. به‌طور کلی ترکیباتی با خصوصیات ساختاری مشابه، قابل حل در یکدیگر هستند. قطبیت و توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی، دو مورد از خصوصیات ساختاری هستند که در میزان حلالیت ترکیبات تأثیر به‌سزایی دارند. ترکیبات قطبی (مانند الکل‌ها، کربوکسیلیک اسیدها و آمیدها) در حلال‌های قطبی و ترکیبات غیرقطبی (مانند کتون‌ها، هیدروکربن‌ها و اترها) در حلال‌های غیرقطبی حل می‌شوند. آب و حلال‌های آلی دو نوع متفاوتی از حلال هستند. آب بسیار قطبی و قادر به تشکیل پیوند هیدروژنی با حل شونده است. بعضی از حلال‌های آلی مانند کربن تتراکلرید و هگزان غیرقطبی و بعضی دیگر مانند دی‌اتیل اتر حلالی با قطبیت کم هستند. اغلب ترکیبات یونی در آب قابل حل و در حلال‌های آلی غیر قابل حل هستند. ترکیبات آلی، اگر دارای گروه عاملی قطبی بوده و قادر به تشکیل پیوند هیدروژنی باشند در آب حل می‌شوند. به عنوان مثال بوتان و استون هر دو جزء ترکیبات آلی هستند اما استون به دلیل ایجاد پیوند هیدروژنی با آب، در آن قابل حل است اما بوتان غیرقطبی بوده و در آب حل نمی‌شود. حلال‌هایی که در فرآیند تبلور مجدد بیشتر مورد استفاده قرار می‌گیرند در جدول ۳-۱ آورده شده است.

جدول ۳-۱- حلال‌های مورد استفاده در فرآیند تبلور مجدد

حلال	فرمول	قطبیت	دمای جوش (°C)
آب	H ₂ O	بسیار قطبی	۱۰۰
اتانول	CH ₃ CH ₂ OH	قطبی	۷۸
متانول	CH ₃ OH	قطبی	۶۵
دی‌کلرومتان	CH ₂ Cl ₂	قطبیت کم	۴۰
دی‌اتیل اتر	(CH ₃ CH ₂) ₂ O	قطبیت کم	۳۵

زوج حلال

در مواقعی که حلال مناسبی برای انحلال یک ترکیب یافت نشد می‌توان از مخلوط دو حلال (زوج حلال) استفاده کرد. دو حلال انتخاب شده باید قابل امتزاج در یکدیگر باشند و همچنین ترکیب باید در یکی از این حلال‌ها انحلال بیشتری نسبت به حلال دیگر داشته باشد. در این‌گونه موارد ابتدا جسم در حلال داغ با قدرت حل‌کنندگی بالا حل شده سپس حلالی با قدرت حل‌کنندگی ضعیف‌تر به تدریج به آن اضافه می‌شود تا محلول اشباع شود. بلورها در اثر سرد شدن از این محلول اشباع جدا می‌شوند.

برخی از زوج حلال‌هایی که در این روش مورد استفاده قرار می‌گیرند عبارتند از:

❖ آب- اتانول

❖ متانول- دی‌کلرومتان

❖ آب- استون

❖ اتیل استات- سیکلوهگزان

❖ استون- دی‌اتیل اتر

❖ هگزان- دی‌اتیل اتر

۲- انحلال نمونه

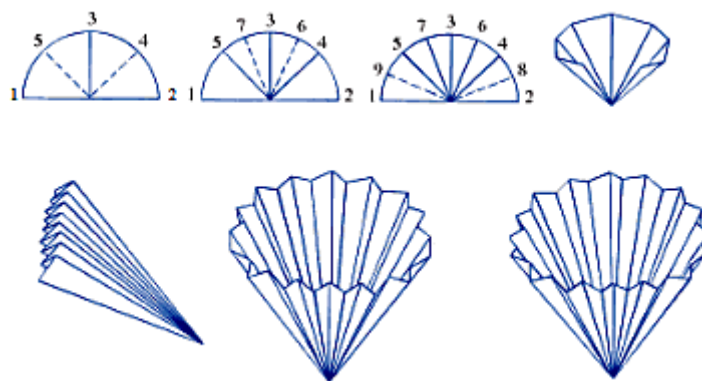
بعد از انتخاب یک حلال مناسب برای تبلور مجدد، مرحله بعد انحلال نمونه در کمترین مقدار ممکن از این حلال است. در این مرحله، ابتدا نمونه همراه با چند میلی‌لیتر حلال به یک ارلن منتقل شده سپس به همراه هم زدن مداوم، تا دمای جوش حرارت داده می‌شود. به مخلوط کم‌کم حلال افزوده می‌گردد تا نمونه در حلال حل شده و یک محلول کاملاً اشباع به‌دست آید. سپس به میزان تقریبی ۵٪ حلال اضافی به محلول افزوده می‌شود تا از تبلور ناگهانی ماده حین صاف کردن جلوگیری کند. توجه به این نکته ضروری است که افزودن حلال بیش از مقدار ذکر شده مانع از بازبایی بلورهای خالص می‌شود. پس از هر بار افزودن حلال، باید اندکی صبر کرد تا نمونه فرصت کافی برای حل شدن داشته باشد. بعد از افزودن مقدار کافی از حلال، نامحلول باقی ماندن مقدار جزئی از نمونه، نشان‌دهنده وجود ناخالصی‌های نامحلول است. این ناخالصی‌ها در مرحله صاف کردن محلول داغ، جدا می‌گردند.

۳- رنگ‌زدایی

رنگین شدن محلول بعد از حل کردن نمونه جامدی که انتظار می‌رود محلول آن بی‌رنگ باشد و یا تفاوت رنگ بین ماده حل شده و محلول آن، دلیلی بر حضور ناخالصی‌های رنگی است. افزایش مقدار کمی از زغال رنگ‌بر به محلول داغ باعث حذف این‌گونه ناخالصی‌ها خواهد شد. زغال رنگ‌بر به وسیله جذب سطحی ناخالصی‌های رنگی، رنگ‌زدایی از محلول را انجام می‌دهد و در هنگام صاف کردن از محلول جدا می‌شود. توجه به این نکته ضروری است که زغال رنگ‌بر نباید به محلول در حال جوش افزوده شود زیرا باعث سر رفتن محلول و اتلاف نمونه می‌گردد. بعد از افزودن زغال رنگ‌بر، محلول تا نزدیکی نقطه جوش در حالی که مداوم هم زده می‌شود حرارت داده می‌شود.

۴- صاف کردن محلول داغ

برای حذف ناخالصی‌های نامحلول و زغال رنگ‌بر (در صورت مصرف) محلول داغ را باید توسط کاغذ صافی چین‌دار و یک قیف بدون ساقه یا ساقه کوتاه (با کمک جاذبه زمین) صاف کرد. چین‌دار کردن کاغذ صافی (شکل ۳-۶) و استفاده از قیف بدون ساقه باعث تسریع در صاف کردن شده و از سرد شدن محلول و در نتیجه از تبلور زود هنگام ماده بر روی کاغذ صافی یا ساقه قیف ممانعت می‌کند. در این مرحله قبل از صاف کردن محلول داغ، باید قیف شیشه‌ای و کاغذ صافی چین‌دار را در یک ارلن مایر قرار داده و این مجموعه را گرم کنید. برای گرم کردن می‌توانید از آون یا حمام آب گرم استفاده کنید و یا ۲-۳ میلی‌لیتر حلال تبلور را در ارلن مایر ریخته و تا نقطه جوش حرارت دهید. بخارهای حاصل، قیف شیشه‌ای و کاغذ صافی را گرم خواهد کرد. گرم کردن، از تبلور جسم بر روی کاغذ صافی یا قیف شیشه‌ای در حین صاف کردن ممانعت می‌کند.



شکل ۳-۶- چین دار کردن کاغذ صافی

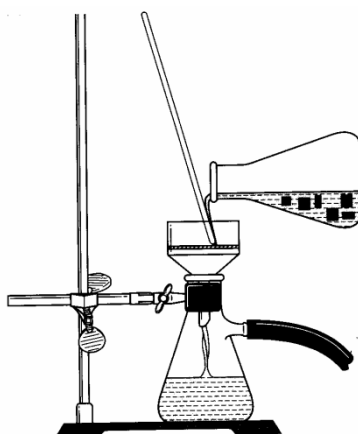
۵- تبلور

برای به دست آوردن بلورهای خالص و بزرگ، محلول داغ زیر صافی باید در دمای اتاق به آرامی سرد شود. سرد کردن سریع محلول از طریق فرو بردن ارلن حاوی محلول در آب و یا قرار دادن آن در حمام آب یخ باعث می شود که شبکه بلور سریع تشکیل شود که در این صورت بلورهای تشکیل شده کوچک بوده و امکان به دام افتادن ناخالصی ها در درون شبکه بلور نیز وجود خواهد داشت. همچنین در حین تبلور نباید محلول هم زده شود زیرا سبب کوچک تر شدن شدن بلورها می گردد. تشکیل بلورهای بسیار بزرگ نیز منجر به محبوس شدن حلال در داخل بلور می شود که در این صورت در خشک کردن بلورها مشکل ایجاد شده، بعد از خشک شدن نیز مقداری ناخالصی در درون بلور بر جای می ماند. در صورت تشکیل بلورهای بزرگ برای کاهش اندازه متوسط آن ها می توان محلول را هم زد.

هنگام سرد کردن محلول امکان عدم تشکیل بلور وجود دارد که ممکن است دلیل آن استفاده از مقدار زیاد حلال باشد که این مشکل با جوشاندن و تغلیظ محلول رفع خواهد شد. در غیر این صورت، از یک میله شیشه ای استفاده کرده و داخل ظرف خراش داده می شود تا بلور تشکیل گردد. روش های دیگر برای شروع تبلور عبارتند از: افزودن چند بلور کوچک ماده مورد مورد نظر در ظرف تبلور به عنوان هسته اولیه، نگهداری محلول در یخچال به مدت طولانی و قرار دادن محلول در یک مخلوط بسیار سرد مانند مخلوط یخ و نمک.

۶- صاف کردن بلورها

بلورهای تشکیل شده، از طریق صاف کردن توسط قیف بوخنر^۱ یا هیرش^۲ جمع‌آوری می‌شود. این قیف‌ها توسط یک مبدل لاستیکی بر روی ارلن مخصوص خلأ قرار گرفته و از طریق لوله جانبی ارلن به پمپ خلأ متصل می‌شوند. یک کاغذ صافی با اندازه مناسب درون قیف قرار داده شده و با حلال مورد استفاده در فرآیند تبلور مرطوب می‌گردد و پس از اعمال مکش، محلول به همراه بلور داخل قیف ریخته می‌شود. بعد از کشیده شدن حلال، مکش قطع شده و بلورها با استفاده از مقادیر کمی از حلال تازه و سرد شسته می‌شوند. سپس دوباره مکش اعمال شده و بلورها بر روی قیف با کاردک فشرده می‌شوند که تا سرحد امکان خشک شوند (شکل ۳-۷).



شکل ۳-۷- صاف کردن با قیف بوخنر تحت خلأ

۷- خشک کردن بلورها

پس از شستشو، بلورها به یک شیشه ساعت منتقل می‌گردند تا باقی‌مانده حلال در معرض هوا تبخیر شده و بلورها خشک شوند. برای تسریع در خشک کردن بلورها می‌توان از آون استفاده کرد. توجه به این نکته ضروری است که درجه حرارت آون باید تا زیر نقطه ذوب بلور تنظیم شده باشد.

¹Buchner Funnel

²Hirsch

روش کار:

تست حلالیت

حدود نیم گرم از ماده پودر شده را به پنج قسمت مساوی تقسیم کرده، در پنج لوله آزمایش تمیز و خشک بریزید. سپس ۲ میلی‌لیتر از حلال‌های آب، استون، اتانول، اتیل استات و هگزان را به هر یک از لوله‌های آزمایش اضافه کنید. لوله آزمایش را تکان دهید. اگر ماده در دمای اتاق به‌طور کامل در حلالی حل شد آن حلال را کنار بگذارید. سپس لوله‌هایی که حاوی ماده حل نشده هستند را در حمام آب گرم تا دمای جوش حلال حرارت دهید. لوله‌هایی که در آن‌ها انحلال صورت نگرفته است را کنار بگذارید. اگر در لوله آزمایشی انحلال انجام شد آن را سرد کنید و مهلت دهید تا ماده متبلور شود. چنانچه تبلور صورت بگیرد این حلال برای تبلور مجدد ماده مورد نظر، مناسب خواهد بود.

این آزمایش را برای بنزوئیک اسید، آسپرین، نفتالین و اوره انجام دهید و مناسب‌ترین حلال را برای تبلور مجدد هر یک از این مواد مشخص کنید.

ماده	مناسب‌ترین حلال
بنزوئیک اسید	
آسپرین	
نفتالین	
اوره	

تبلور مجدد استانیلید

(۱) ۲ گرم استانیلید ناخالص را وزن کرده و آن را به ظرف ارلن مایر ۱۰۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. در این مرحله استفاده از بشر توصیه نمی‌شود زیرا تبخیر حلال (احتمال خروج بخارات حلال داغ) در بشر به دلیل بزرگ‌تر بودن دهانه آن نسبت به ارلن مایر بسیار آسان‌تر اتفاق می‌افتد.

۲) ۳۰ میلی‌لیتر آب توسط یک استوانه مدرج اندازه‌گیری کرده و به استانیلید ناخالص اضافه کنید. سپس مخلوط را تا نقطه جوش حلال حرارت دهید.

۳) در حجم‌های کم (۵-۳ میلی‌لیتری) آب داغ به محلول اضافه کنید تا در ارلن فقط ناخالصی‌های نامحلول دیده شود. پس از انحلال کامل استانیلید، ۵ میلی‌لیتر دیگر آب به محلول بیفزایید.

۴) در صورت رنگی بودن محلول، بعد از سرد شدن آن تا زیر نقطه جوش، حدود ۰/۱ گرم زغال رنگ‌بر افزوده و محلول را در حال هم زدن چند دقیقه به آرامی بجوشانید.

۵) محلول را از طریق یک کاغذ صافی که درون قیف قرار دارد به درون ارلن دوم انتقال دهید. این قیف باید از قبل گرم شده باشد.

۶) محتویات داخل ارلن را به دو بخش تقسیم کرده بخشی را داخل حمام یخ به سرعت سرد کرده و بخش دیگر را در دمای محیط به آرامی سرد کنید.

۷) برای کامل شدن تبلور، هر دو بخش را به مدت ده دقیقه در حمام یخ قرار دهید.

۸) بلورها را با قیف بوختر صاف کرده و با آب سرد شستشو دهید.

۹) بلورها را بر روی یک شیشه ساعت پخش کرده و بگذارید در هوا کاملاً خشک شوند.

۱۰) وزن بلور خالص را اندازه‌گیری کرده و درصد بازده را حساب کنید.

تبلور توسط زوج حلال آب-اتانول

۲ گرم بنزوئیک اسید ناخالص را وزن کرده، به داخل ارلن مایر منتقل کنید. سپس ۱۵ میلی‌لیتر اتانول به آن بیفزایید. ارلن را در حمام آب جوش حرارت داده و حلال را در مقادیر کم اضافه کنید و مخلوط را هم بزنید تا ماده کاملاً حل شود. در صورت وجود ناخالصی‌های نامحلول، محلول داغ را صاف کنید. ارلن را دوباره در حمام آب جوش قرار داده و قطره قطره آب به آن اضافه کنید و هم بزنید. افزودن آب را تا جایی ادامه دهید که محلول کدر شود. بعد از کدر شدن محلول، اتانول را قطره قطره به محلول اضافه کنید تا محلول شفاف شود. سپس محلول را تا دمای اتاق سرد کنید تا بلور تشکیل شود. برای کامل شدن تبلور، ارلن را به مدت ده دقیقه در حمام یخ قرار داده، سپس صاف کنید. بلورها را با مخلوطی از آب و اتانول سرد (با نسبت ۱ به ۳)

شستشو دهید. بلورها را روی یک شیشه ساعت ریخته و خشک کنید. بلورها را توزین و بازده را محاسبه کنید.

به سوالات زیر پاسخ دهید

- ۱- چرا صاف کردن محلول داغ به کمک خلأ انجام نمی‌شود؟
- ۲- علت شستشوی بلورها با حلال سرد قبل از خشک نمودن آن‌ها چیست؟
- ۳- تبخیر مقدار قابل توجهی از حلال حین حرارت دادن محلول چه تأثیری بر روی فرایند خالص‌سازی خواهد گذاشت؟
- ۴- در بعضی موارد تبلور مجدد یک ماده، منجر به تشکیل یک ماده روغنی شکل می‌شود، به نظر شما علت چیست؟
- ۵- هر یک از ترکیب‌های ۴-۱ قابل حل در سه حلالی هستند که روبروی آن‌ها نوشته شده است. برای خالص‌سازی یک نمونه ناخالص از هر کدام از این ترکیبات کدام حلال مناسب‌تر است؟
 - الف) ترکیب ۱: بنزن، استون، کلروفرم
 - ب) ترکیب ۲: کربن تتراکلرید، متیلن کلرید، اتیل استات
 - ج) ترکیب ۳: متانول، اتانول، آب
 - د) ترکیب ۴: اتانول، استون، دی‌اتیل اتر
- ۶- ترکیب A در حلال تولوئن کاملاً حل می‌شود اما انحلال‌پذیری کمی در پترولیوم اتر دارد. از مخلوط این دو حلال چگونه می‌توان در تبلور مجدد این ترکیب استفاده کرد؟

۳-۳- تصعید^۱

هنگامی که فشار بخار جامد برابر با فشار محیط شود تصعید رخ می‌دهد. در طی فرآیند تصعید، جامد بدون عبور از حالت مایع، مستقیماً به بخار تبدیل می‌گردد. اگر بخار تشکیل شده با یک سطح سرد برخورد کند به حالت جامد (بلور) تبدیل می‌شود، بنابراین تصعید یک فرآیند برگشت‌پذیر است. تصعید یک روش ساده و آسان برای جداسازی و خالص‌سازی مواد آلی است. عمل تخلیص وقتی به خوبی انجام‌پذیر است که ماده مورد نظر فشار بخار بالایی داشته و اختلاف فشار بخار ناخالصی‌ها با ماده زیاد باشد. اگر ناخالصی دارای فشار بخار مشابه با ماده باشد باعث می‌شود که ناخالصی همراه ماده اصلی تصعید شده و جداسازی صورت نگیرد. از موادی که قابلیت تصعید شدن دارند می‌توان به نفتالن، ید، فنل و بنزوئیک اسید اشاره کرد.

نیروهای بین مولکولی ضعیف در یک ماده آلی منجر به سهولت گریز مولکول‌ها از سطح جامد و ورود آن‌ها به فاز بخار می‌شود. تصعید در ترکیبات غیر قطبی و بسیار متقارن که دارای نیروهای بین مولکولی ضعیف هستند بیشتر دیده می‌شود. ترکیبات متقارن، به دلیل توزیع یکنواخت دانسیته الکترونی، دارای ممان دوقطبی کوچکتر هستند. ممان دوقطبی کوچک منجر به افزایش فشار بخار جامد می‌شود.

روش کار

تصعید ساده نفتالن

یک گرم نفتالن ناخالص را وزن کرده و داخل یک بوته چینی بریزید. برای جلوگیری از بازگشت نفتالن تصعید شده به داخل بوته چینی، یک کاغذ صافی را که در قسمت‌هایی از آن سوراخ ایجاد شده روی بوته چینی قرار دهید. سپس مجرای یک قیف را توسط پنبه مسدود کرده و به طور وارونه بر روی بوته چینی قرار دهید. محتویات بوته را به آرامی حرارت دهید (درجه حرارت باید ۳۰ درجه سانتیگراد کمتر از نقطه ذوب ماده تنظیم شود). بهتر است برای گرم کردن از حمام بخار استفاده شود. در صورت عدم دسترسی به حمام بخار، بوته را روی یک بشر آب گرم قرار داده و بشر را حرارت دهید. بعد از آن که داخل قیف، مقدار قابل

¹Sublimation

ملاحظه‌ای از نفتالن تصعید شده جمع شد، حرارت را قطع نموده، محتویات قیف را جمع‌آوری و توزین کرده، درجه خلوص نفتالن اولیه را به‌دست آورید.

به سوالات زیر پاسخ دهید

- (۱) تصعید در فشار جو برای چه ترکیباتی امکان‌پذیر است؟
- (۲) چرا در تصعید، دما ۳۰ درجه سانتیگراد کمتر از نقطه ذوب نمونه تنظیم می‌شود؟

۳-۴- استخراج^۱

استخراج یکی دیگر از روش‌هایی است که به منظور جداسازی و خالص‌سازی محصولات واکنش‌های آلی مورد استفاده قرار می‌گیرد. انتقال جسم حل شده از یک حلال به حلال امتزاج ناپذیر دیگر را استخراج می‌گویند. تهیه چای، قهوه، و جداسازی شکر از نیشکر و اسانس از گل‌ها نمونه‌هایی از فرآیند استخراج هستند.

انواع استخراج

۱- استخراج مایع - مایع^۲:

استخراج مایع - مایع روشی برای جداسازی ترکیبات آلی می‌باشد. این روش بر پایه تفاوت در میزان انحلال‌پذیری در دو حلال غیرقابل امتزاج (معمولاً آب و یک حلال آلی) استوار است. این روش شامل انتقال ماده از یک فاز مایع به فاز مایع دیگر است. بدین ترتیب که ابتدا نمونه در یک حلال، حل شده سپس حلال استخراجی غیرقابل امتزاج به آن افزوده می‌شود. از آنجایی که جزء مورد نظر نسبت به بقیه ترکیبات حلالیت بالاتری در حلال استخراجی دارد، از حلال اول به حلال استخراجی منتقل می‌شود. به عنوان مثال استانیلید در آب و اتیل اتر نسبتاً محلول می‌باشد. اگر به محلول آبی استانیلید کمی اتیل اتر (که با آب امتزاج‌ناپذیر است) افزوده شود مقداری از استانیلید از آب خارج شده و در اتیل اتر حل می‌شود. اتیل اتر به دلیل چگالی کمتر نسبت به آب، در سطح آب قرار گرفته و به راحتی قابل جداسازی است. بعد از جدا کردن دو حلال، با افزودن مقادیر دیگری از اتیل اتر به محلول آبی، مابقی استانیلید در اتیل اتر حل می‌شود. بدین ترتیب با چند استخراج پی‌در پی، استانیلید از ناخالصی‌ها جداسازی می‌شود. در استخراج از مایعات از قیف جدا کننده^۳ یا دکانتور استفاده می‌شود.

۲- استخراج جامد - مایع^۴:

در این روش، یک حلال به نمونه جامد افزوده می‌شود. این حلال طوری انتخاب می‌شود که فقط جزء مورد نظر را در خود حل کرده و استخراج می‌کند. بقیه اجزاء به صورت نامحلول در حلال باقی می‌مانند. ترکیبات

¹Extraction

²Liquid-liquid Extraction

³Separating Funnel

⁴Solid-liquid Extraction

نامحلول از طریق صاف کردن از حلال جدا خواهند شد. در استخراج از جامدات از دستگاه رفلکس و دستگاه سوکسله^۱ استفاده می‌شود.

ضریب پخش (توزیع)^۲

روش استخراج بر پایه قانون پخش استوار می‌باشد. از نظر کمی، پخش یک جسم بین دو حلال غیرقابل امتزاج را بر حسب ضریب توزیع یا پخش (K) بیان می‌کنند. این معادله بیان می‌دارد که در دمای ثابت، نسبت غلظت حل شونده در دو فاز ثابت خواهد ماند.

$$K = \frac{C_o}{C_{aq}} = \frac{W_o/V_o}{W_{aq}/V_{aq}}$$

W_o = گرم ماده حل شده در حلال آلی

C_o = غلظت محلول آلی

W_{aq} = گرم ماده حل شده در حلال آبی

C_{aq} = غلظت محلول آبی

در صورت معلوم بودن مقدار K می‌توان مقدار ماده استخراج شده به وسیله حجم مشخصی از حلال استخراج کننده و همچنین مقدار باقی مانده در حلال اولیه را تعیین کرد.

اگر $K > 1$ باشد: جزء مورد نظر در حلال استخراج کننده نسبت به حلال اولیه حلالیت بیشتری خواهد داشت.

اگر $K = 1$ باشد: میزان حلالیت در هر دو حلال یکسان خواهد بود.

اگر $K < 1$ باشد: جزء مورد نظر در حلال استخراج کننده نسبت به حلال اولیه حلالیت کمتری خواهد داشت.

یکی از نتایج قانون پخش این است که اگر نیاز است برای استخراج یک ماده از حجم مشخصی از حلال استخراجی استفاده شود، بهتر است که استخراج در چند مرحله و هر بار با بخشی از حلال انجام شود. هر چه ضریب پخش بزرگتر باشد تعداد استخراج پی در پی لازم برای جداسازی کامل جسم کمتر می‌شود.

حلال مورد استفاده در استخراج باید دارای شرایط زیر باشد:

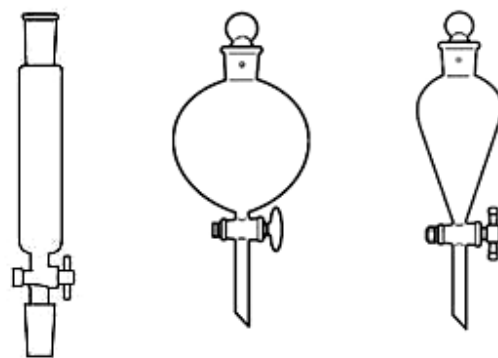
¹Separating Funnel

²Distribution Coefficient

- ۱- ماده مورد استخراج را به سهولت حل کند.
 - ۲- حلال انتخابی باید با حلال اول غیرقابل امتزاج باشد، به عبارتی با حلال اول تشکیل دو فاز بدهد.
 - ۳- باید دارای نقطه جوش پایین باشد تا بتوان آن را به آسانی از ماده حل شده جدا کرد.
 - ۴- حلال انتخابی باید برای ماده مورد نظر بالاترین ضریب پخش و برای ناخالصی‌ها یا اجزای دیگر ضرایب پایینی داشته باشد.
 - ۵- با حل شونده و یا حلال دیگر واکنش ندهد.
 - ۶- نقطه جوش حلال باید کمتر از نقطه ذوب نمونه باشد. در غیر این صورت نمونه به جای انحلال ذوب خواهد شد.
 - ۷- آتش گیر و سمی نبوده و نسبتاً ارزان باشد.
- حلال‌هایی که بیشتر برای استخراج ترکیبات آلی به کار می‌روند عبارتند از: دی‌اتیل اتر، متیلن کلراید، کلروفرم، کربن تتراکلراید، پترولیوم اتر، بنزن، n -پنتان و n -هگزان. حلال‌هایی مانند اتانول و متانول به دلیل انحلال پذیر بودن در آب حلال‌های مناسبی برای استخراج از محلول‌های آبی نیستند.

قیف جدا کننده

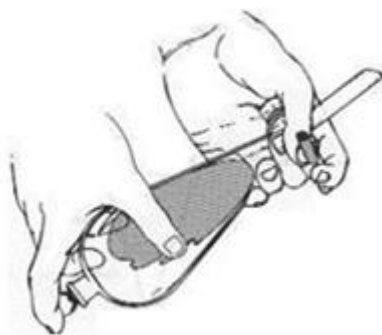
قیف جدا کننده یا دکانتور وسیله‌ای است که در عمل استخراج، برای جداسازی مخلوط دو مایع غیرقابل امتزاج به کار می‌رود (شکل ۳-۸). دکانتور، مایعات را بر اساس چگالی از هم جدا می‌کند. به عنوان مثال اگر مخلوط یک ماده آلی و آب را که با هم قابل اختلاط نیستند در داخل دکانتور بریزیم، مواد بر حسب چگالی در داخل این ظرف تفکیک شده و در نتیجه ماده با چگالی بالاتر در قسمت پایین قرار می‌گیرد.



شکل ۳-۸- چند نمونه از انواع دكانتور

برای انجام عمل استخراج توسط دكانتور، ابتدا دكانتور را بر روی یک حلقه فلزی که به یک پایه متصل است قرار دهید. سپس محلول را به دكانتور منتقل کرده و حلال استخراجی را به آن اضافه کنید. دهانه بالایی دكانتور را با یک درپوش لاستیکی ببندید. دكانتور را به نحوی که در شکل ۳-۹ نشان داده شده نگاه دارید. قسمت بالایی قیف را در کف دست چپ قرار داده و شیر آن را طوری بین انگشتان دست راست قرار دهید که انگشت اشاره و شست به دور دسته شیر حلقه شود و به آسانی بتوانید شیر قیف را باز یا بسته کنید. با این روش می‌توان شیر و درب قیف را هنگام تکان دادن در محل خود محکم نگاه داشت. سپس دكانتور را تکان دهید. تکان دادن باعث می‌شود که دو حلال غیرقابل اختلاط با هم تماس پیدا کرده و جسم بین دو فاز پخش شود. هر چند ثانیه یک بار قیف را برگردانده و با باز کردن شیر آن، گازهای ایجاد شده داخل قیف را خارج کنید (قیف را باید تقریباً عمودی و دور از افراد مجاور در کف دست نگه دارید). در صورتی که این کار انجام نشود فشار گازهای داخل قیف منجر به پرتاب شدن درپوش خواهد شد. این عمل به ویژه زمانی مهم است که از حلال بسیار فرار نظیر اتر استفاده شود. بعد از خروج تمام گازهای ایجاد شده، قیف را دوباره بر روی حلقه فلزی قرار داده و برای مدتی صبر کنید تا دو فاز کاملاً از یکدیگر جدا شوند. سپس درپوش را برداشته و شیر را باز کنید و فاز پایینی را تا رسیدن مرز مشترک دو فاز به شیر، خارج کنید. پس از این که جداسازی انجام شد شیر را بسته و فاز بالایی را به منظور جلوگیری از آلوده شدن آن با فاز اول که درون

دنباله قیف وجود دارد از دهانه بالایی قیف خارج کنید. توجه کنید که در هر بار استفاده از قیف، شیر آن را باید با ماده چرب کننده روان کرد تا ضمن کار با قیف شیر آن محکم نشود.



شکل ۳-۹- طرز صحیح نگه داشتن دکانتور

مواد خشک کننده^۱

هنگام تکان دادن دکانتور و در اثر تماس فاز آلی با فاز آبی، به دلیل امتزاج پذیری جزئی آن‌ها، فاز آلی مقداری آب را در خود حل می‌کند. برای حذف آب جذب شده توسط فاز آلی، از خشک کننده‌ها استفاده می‌شود. ماده خشک کننده یک نمک معدنی نامحلول در آب است که در صورت تماس با آب، آن را جذب کرده و هیدراته می‌شود. خشک کننده بعد از هیدراته شدن به صورت نمک جامد در محلول باقی مانده و به وسیله قیف و کاغذ صافی (در صورت ریز بودن ذرات خشک کننده) و یا قیف جدا کننده (در صورت درشت بودن اندازه ذرات) از محلول جدا می‌شود. برای استفاده مجدد از ماده خشک کننده، بعد از جدا کردن از محلول می‌توان آن را حرارت داد تا آب موجود در آن تبخیر شود. منیزیم سولفات، سدیم سولفات، کلسیم کلرید و پتاسیم کربنات چند نمونه از خشک کننده‌ها هستند.

ماده خشک کننده باید دارای شرایط زیر باشد:

- ۱- خشک کننده نباید با ماده آلی و یا حلال واکنش دهد.
- ۲- سرعت عمل و ظرفیت خشک کنندگی بالایی داشته باشد.

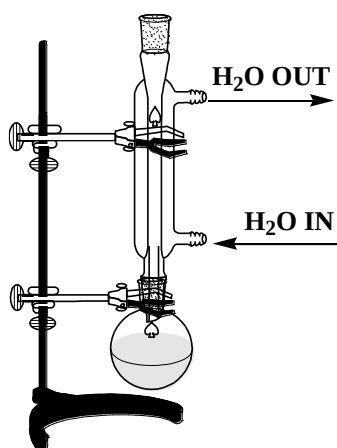
¹Drying Agents

۳- باید به سهولت از محلول قابل جداسازی باشد.

۴- از نظر اقتصادی مقرون به صرفه باشد.

روش رفلکس^۱

اگر نمونه و حلال در یک بالن حرارت داده شوند بعد از مدتی حلال تبخیر می‌شود. بنابراین برای جلوگیری از تبخیر حلال در مواقعی که لازم است تا محلول به مدت طولانی حرارت داده شود از دستگاه رفلاکس استفاده می‌شود (شکل ۳-۱۰). این دستگاه شامل یک بالن و مبرد می‌باشد. برای انجام رفلاکس، نمونه به همراه حلال به داخل بالن ته‌گرد منتقل شده و تا نقطه جوش حلال، حرارت داده می‌شود. هنگامی که حلال تبخیر می‌شود بخارات حاصل وارد مبرد می‌شوند و در اثر سرمای حاصل از جریان آب داخل آن، متراکم شده و مایع می‌شوند. مایع متراکم شده دوباره داخل بالن باز می‌گردد. در این روش به منظور جلوگیری از وقوع پدیده فوق جوش، استفاده از سنگ جوش و یا هم‌زن مغناطیسی ضروری می‌باشد. با توجه به مطالب گفته شده، برای استخراج یک ماده آلی از یک نمونه جامد می‌توان از دستگاه رفلاکس استفاده کرد.



شکل ۳-۱۰- دستگاه رفلاکس

¹ Reflux Method

روش کار

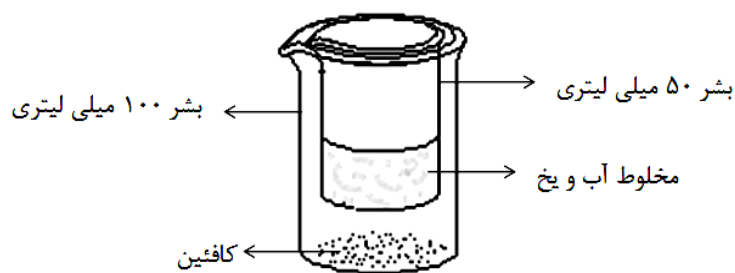
استخراج کافئین از برگ چای

حدود ۸ گرم برگ چای را همراه با ۵ گرم پودر کلسیم کربنات یا هیدروکسید کلسیم به یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری انتقال داده و ۸۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید. دستگاه رفلاکس را آماده کنید و مخلوط را به مدت ۲۰ دقیقه بجوشانید. بعد از این مدت، مخلوط را از صافی عبور داده و برگ چای را با ۱۰ میلی‌لیتر آب جوش بشویید. سپس محلول زیر صافی را تا درجه حرارت اتاق خنک کنید. محلول را به یک دکاناتور منتقل کرده و با کلروفرم یا دی‌کلرومتان عمل استخراج را انجام دهید (دو بار و هر بار ۸ میلی‌لیتر کلروفرم). دقت کنید که برای جلوگیری از به‌وجود آمدن فاز امولسیون دکاناتور را به آرامی تکان دهید. پس از استخراج کافئین، بخش آلی (کلروفرم و کافئین موجود در آن) را به یک بشر کوچک منتقل کرده و حلال آن را از طریق تقطیر ساده و یا حمام بخار تبخیر کنید. کافئین ناخالص به‌دست آمده را می‌توانید با روش تبلور مجدد و یا تصعید خالص کنید.

خالص‌سازی کافئین

کافئین ناخالص را در داخل یک بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری بریزید. یک بشر ۵۰ میلی‌لیتری را پر از یخ نموده، به نحوی داخل بشر اول قرار دهید که انتهای این بشر، با بشر اول تماس نداشته باشد (شکل ۳-۱۱). سطح خارجی بشر ۵۰ میلی‌لیتری باید کاملاً خشک و تمیز باشد. سپس این مجموعه را روی هیتر برقی قرار داده و به ملایمت حرارت دهید. بعد از پایان عمل تصعید، محصول را جمع‌آوری و توزین نموده و وزن کافئین خالص را به‌دست آورید. بازده استخراج کافئین را گزارش کنید.

$$\text{راندمان کافئین} = \frac{\text{وزن کافئین به دست آمده}}{\text{وزن برگ چای}} \times 100$$



شکل ۳-۱۱- تصعید کافئین در یک بشر

به سوالات زیر پاسخ دهید

- ۱- اگر از حلال‌های آلی زیر به منظور استخراج یک ترکیب آلی استفاده شود، کدام لایه آلی در بالا و کدام در پایین قیف جدا کننده قرار می‌گیرد.
 الف) دی‌اتیل اتر ب) دی‌کلرو متان ج) اتیل استات د) کلروفرم
- ۲- در استخراج، از چه طریقی می‌توان مشخص نمود که کدام یک از لایه‌های درون دکانتور، آبی و کدام آلی است؟
- ۳- بیشینه درجه حرارت، طی رفلاکس باید چقدر باشد؟
- ۴- مزایا و معایب استفاده از حلال اتر در فرایند استخراج یک ترکیب آلی چیست؟
- ۵- در دمای ۲۰ درجه سانتی‌گراد، ۰/۲۵ گرم از یک اسید آلی در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب و ۲/۷۰ گرم در ۱۰۰ میلی‌لیتر اتر حل می‌شود. ضریب توزیع این اسید را محاسبه کنید.
- ۶- اگر ۲/۷ گرم از یک ماده در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب حل شود چه حجمی از یک حلال آلی باید استفاده شود تا در یک استخراج ۹۰٪ از ماده جداسازی شود؟ ($K=15$)

فصل چهارم

سنتز ترکیبات آلی

تاکنون میلیون‌ها ترکیب آلی شناسایی شده است که بیشتر این ترکیبات از طریق سنتز به‌دست آمده‌اند و تنها عده معدودی از آن‌ها از منابع طبیعی استخراج شده‌اند.

اهداف سنتز ترکیبات آلی

(الف) تهیه ترکیبات ناشناخته‌ای که احتمال می‌رود در تولید محصولات جدید مفید باشد.

(ب) اثبات ساختار یک ماده طبیعی به‌دست آمده از منبع گیاهی یا حیوانی.

(ج) تهیه بسیاری از ترکیبات مورد استفاده برای بشر مانند داروهای جدید، پلیمرها، رنگ‌ها، پلاستیک‌ها، الیاف و غیره

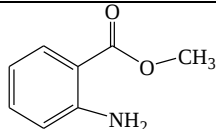
(د) تهیه ترکیباتی مفید برای مطالعه مکانیزم واکنش‌ها

با توجه به اهمیت سنتز ترکیبات آلی در این فصل سنتز چند نمونه از این ترکیبات ارائه شده است که عبارتند از: سنتز چند نمونه از استرهای آلی (ایزوپنتیل استات، متیل بنزوات، آسپیرین) و صابون.

۴-۱- تهیه استرهای آلی

استرها گروهی از ترکیبات آلی هستند که در طبیعت به طور گسترده یافت می‌شوند. رایحه مطبوع بسیاری از میوه‌ها و گل‌ها ناشی از وجود استرهایی با جرم مولکولی کم می‌باشد (جدول ۴-۱).

جدول ۴-۱- چند نمونه از استرهای طبیعی

فرمول استر	نام استر	
$\text{CH}_3-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	اکتیل استات	پرتقال
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_3$	متیل بوتیرات	سیب
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_2\text{CH}_3$	اتیل بوتیرات	آناناس
$\text{CH}_3-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_2\text{CH}_2\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}\text{CH}_3$	ایزو پنتیل استات	موز
	متیل آنترانیلات	انگور

استرها مشتقات کربوکسیلیک اسیدها هستند و دارای فرمول عمومی "RCOOR" می‌باشند. چهار روش مهم سنتز استرها عبارتند از:

۱- استری شدن کربوکسیلیک اسیدها با الکل‌ها (واکنش استری شدن فیشر^۱)

۲- واکنش الکل با اسید کلریدها (آسیل کلرید) و اسید انیدریدها

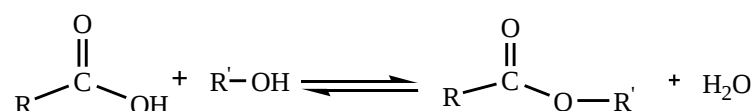
۳- واکنش نمک کربوکسیلیک اسیدها با آلکیل هالیدها

۴- واکنش ترانس استری شدن

۱- واکنش استری شدن فیشر

¹Fischer Esterification

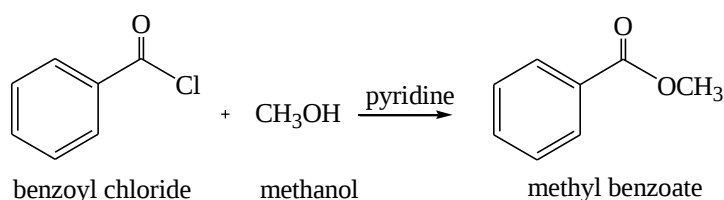
واکنش استری شدن فیشر برای سنتز بسیاری از استرها مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش، از واکنش یک کربوکسیلیک اسید (RCOOH) و الکل (ROH) در حضور یک اسید معدنی قوی به عنوان کاتالیزور استفاده می‌شود. واکنش عمومی برای استری شدن فیشر به صورت زیر می‌باشد:



در این واکنش، R و R' گروه‌های آلکیل یا آریل هستند که می‌توانند مشابه و یا متفاوت باشند. یکی از محدودیت‌های این روش، تعادلی و برگشت‌پذیر بودن واکنش است که منجر به کاهش درصد محصولات و بازده واکنش می‌گردد. برای رفع این مشکل و به منظور افزایش بازده واکنش، غلظت کربوکسیلیک اسید و الکل افزایش داده می‌شود و یا اینکه محصولات تولید شده از محیط واکنش خارج می‌شوند تا تعادل به سمت تشکیل محصول بیشتر جا به جا شود (اصل لوشاتلیه). بیشتر استرها فرار بوده به راحتی از طریق تقطیر از محیط واکنش خارج می‌شوند. اگر استر تولید شده به وسیله تقطیر قابل جداسازی نباشد با افزودن یک ماده جاذب رطوبت، آب تولید شده در واکنش را می‌توان خارج و تعادل را به سمت راست جا به جا نمود.

۲- واکنش الکل با اسید کلرید و اسید انیدریدها

بهترین و کارآمدترین روش تهیه استرها واکنش اسید کلریدها با یک الکل می‌باشد. واکنش زیر نمونه‌ای از تهیه یک استر با استفاده از روش ذکر شده است:

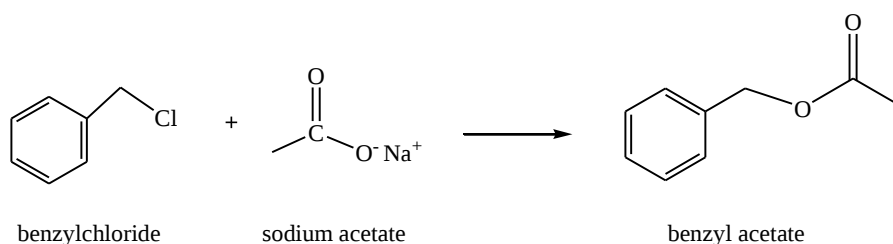


واکنش اسید انیدرید با الکل آهسته‌تر از واکنش آسید کلرید با الکل می‌باشد و تهیه استر با این روش نیازمند حرارت دادن مخلوط واکنش است. یک نمونه از این‌گونه واکنش‌ها شامل واکنش اتانول و استیک انیدرید می‌باشد. محصول این واکنش مخلوطی از استیک اسید و اتیل اتانوات است:



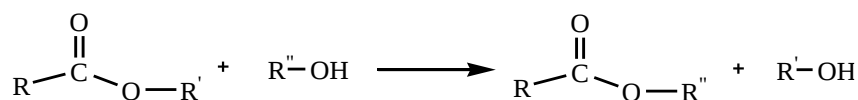
۳- واکنش نمک کربوکسیلیک اسیدها با آلکیل هالیدها

استرها می‌توانند محصول واکنش نمک یک کربوکسیلیک اسید با آلکیل هالیدها باشند. یک نمونه از این واکنش‌ها به صورت زیر است:



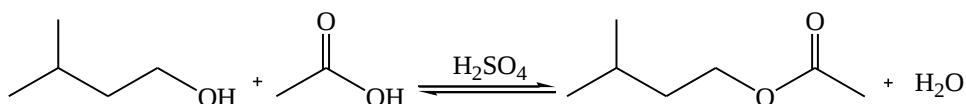
۴- واکنش ترانس استری شدن

طی واکنش ترانس استری شدن یک استر و الکل وارد واکنش شده و در اثر جابه‌جایی گروه‌های آلکیل آن‌ها، استر و الکل متغایر از الکل و استر اولیه به‌دست می‌آید. واکنش کلی ترانس استری شدن به صورت زیر می‌باشد:



۴-۱-۱- تهیه ایزوپنتیل استات (ایزوآمیل استات)

ایزوپنتیل استات که روغن موز هم نامیده می‌شود یک مایع شفاف و بی‌رنگ بوده و از استری شدن استیک اسید توسط ایزوپنتیل الکل در حضور یک کاتالیزور اسیدی مانند سولفوریک اسید غلیظ تهیه می‌شود.

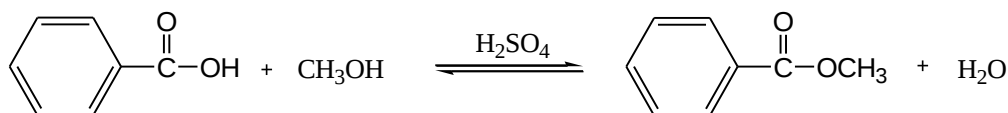


از آن جایی که این واکنش، تعادلی است از مقدار اضافی یکی از واکنش‌دهنده‌ها باید استفاده شود تا واکنش به سمت راست پیش رود. برای این منظور مقدار اضافی از استیک اسید مورد استفاده قرار می‌گیرد زیرا استیک اسید نسبت به ایزوپنتیل الکل ارزان‌تر است و حذف آن از مخلوط واکنش بسیار آسان‌تر می‌باشد.

برای تهیه روغن موز در یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری ۵ میلی‌لیتر ایزوپنتیل الکل بریزید و به آن ۷ میلی‌لیتر استیک اسید و ۲-۳ قطره سولفوریک اسید اضافه کنید. مواد را با هم مخلوط کرده و چند عدد سنگ جوش به بالن منتقل کنید. مخلوط را به مدت ۱ ساعت تحت رفلکس قرار دهید. سپس مخلوط واکنش را تا دمای اتاق سرد کنید. در مرحله بعد مخلوط را به یک قیف جدا کننده حاوی ۲۰ میلی‌لیتر آب منتقل کنید. قیف جدا کننده را خوب تکان دهید و سپس لایه آبی و آلی را از هم جدا نموده و لایه آبی را دور بریزید. به منظور حذف استیک اسید اضافی ۱۰ میلی‌لیتر سدیم بی‌کربنات ۵٪ (NaHCO_3) به لایه آلی بیفزایید. قیف را تکان دهید و گازهای دی‌اکسید کربن تولید شده را مرتباً خارج کنید سپس لایه آبی را جدا کرده و دور بریزید. pH محلول را اندازه‌گیری کنید و در صورت اسیدی بودن محلول، عمل شستشو را تکرار کنید. فاز آلی را ابتدا با آب مقطر و سپس با ۲ میلی‌لیتر سدیم کلرید اشباع شستشو دهید. فاز آبی را دور ریخته و استر را خارج کنید.

۴-۱-۲- تهیه متیل بنزوات

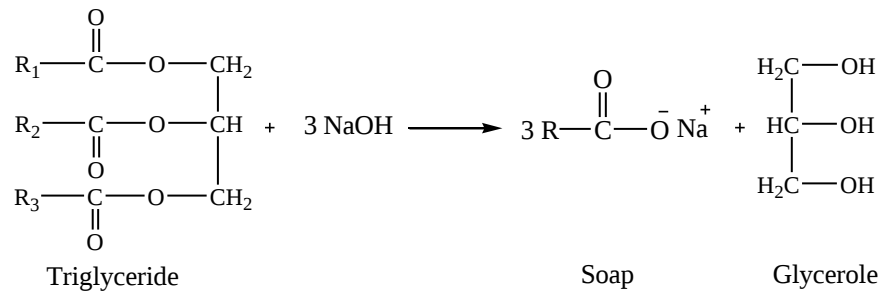
متیل بنزوات مایع بی‌رنگی است که از واکنش متانول و بنزوئیک اسید در حضور کاتالیزور سولفوریک اسید به‌دست می‌آید.



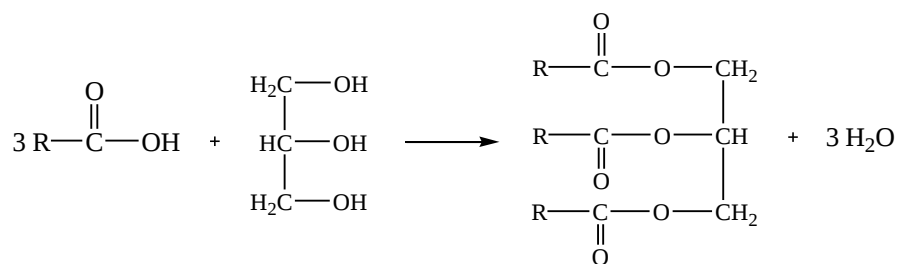
برای تهیه متیل بنزوات ۲/۵ گرم بنزوئیک اسید و ۱۲/۵ میلی‌لیتر متانول را به همراه چند عدد سنگ جوش به یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری منتقل کنید. ۱ میلی‌لیتر سولفوریک اسید را به آرامی به محتویات داخل بالن اضافه کنید و مخلوط را به مدت ۱ ساعت تحت رفلکس قرار دهید. سپس مخلوط واکنش را تا دمای اتاق سرد کنید. در مرحله بعد مخلوط را به یک قیف جدا کننده حاوی ۱۲ میلی‌لیتر آب منتقل کنید و به آن ۱۲ میلی‌لیتر دی اتیل اتر بیفزایید. قیف جدا کننده را خوب تکان دهید و سپس لایه آبی و آلی را از هم جدا نموده و لایه آبی را دور بریزید. لایه آلی را ابتدا با ۱۲ میلی‌لیتر آب و سپس با ۱۲ میلی‌لیتر سدیم بی‌کربنات ۵٪ بشوئید تا بنزوئیک اسید اضافی خارج شود. لایه آلی را جدا نموده و داخل یک ارلن مایر بریزید. سپس به آن مقداری کلسیم کلرید بدون آب بیفزایید. پس از ۱۰ دقیقه محلول را صاف کنید. اتر را زیر هود در حمام آب گرم تبخیر کنید. لایه روغنی شکل باقی‌مانده، متیل بنزوات می‌باشد.

۴-۲- واکنش صابونی شدن^۱

از هیدرولیز چربی و روغن توسط یک باز قوی مانند سدیم هیدروکسید (NaOH) یا پتاس (KOH) گلیسرول و نمک اسید چرب بلند زنجیر (صابون) تولید می‌شود. این واکنش که صابونی شدن نام دارد در اصل عکس واکنش استری شدن^۲ است.



صابون در واقع نمک سدیم یا پتاسیم کربوکسیلیک اسیدهای بلند زنجیر (اسیدهای چرب) می‌باشد. اسیدهای چرب معمولاً دارای ۱۸-۱۲ اتم کربن بوده، از چربی حیوانی و همچنین از گیاهان به‌دست می‌آیند. این چربی و روغن‌ها که تری گلیسیرید نامیده می‌شوند از واکنش سه مولکول اسیدهای چرب و یک مولکول گلیسرول به‌دست می‌آیند:



حلالیت و سختی صابون تهیه شده به طول زنجیره هیدروکربنی و تعداد پیوندهای غیر اشباع موجود در اسید چرب بستگی دارد. هر چه زنجیره کربنی طولانی‌تر و تعداد پیوندهای اشباع آن بیشتر باشد صابون حاصل سخت‌تر و دارای حلالیت کمتری خواهد بود.

^۱Saponification

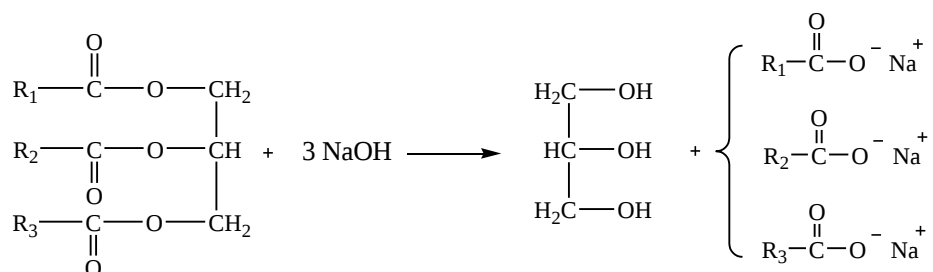
^۲Esterification

در جدول ۵-۲ ساختار چند نمونه از اسیدهای چرب موجود در تری‌گلیسیریدهایی که در تهیه صابون مورد استفاده قرار می‌گیرند آورده شده است:

جدول ۴-۲- ساختار چند نمونه از اسیدهای چرب موجود در صابون

اسید	ساختار اسید
پالمیتیک اسید	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
استئاریک اسید	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
اولئیک اسید	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
لاریک اسید	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
میریستیک اسید	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$

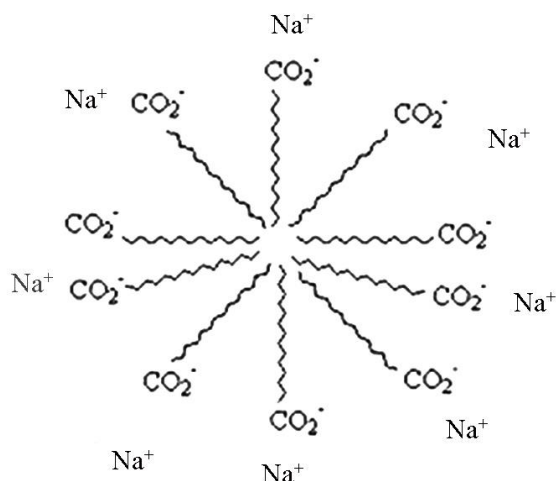
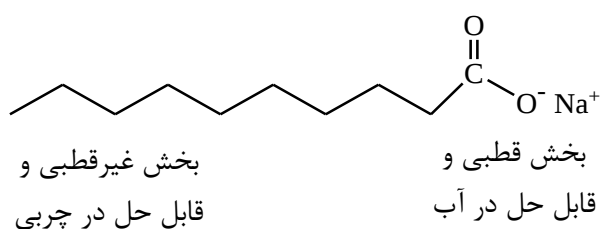
اگر گروه‌های R در گلیسیرید استفاده شده برای تهیه صابون متفاوت باشند در این صورت مخلوطی از سه نوع نمک کربوکسیلیک اسید به دست خواهد آمد.



عملکرد صابون

صابون در حقیقت به عنوان یک عامل امولسیون کننده عمل کرده و باعث حل و تمیز شدن لکه چربی از سطح پوست یا پارچه می‌شود. صابون دارای یک سر غیر قطبی (زنجیره هیدروکربنی اسید چرب) و یک سر قطبی (نمک کربوکسیلیک اسید) است. انتهای غیر قطبی صابون در لکه چربی (به دلیل اینکه چربی‌ها نیز غیر قطبی هستند) حل شده و انتهای قطبی صابون با آب پیوند هیدروژنی تشکیل داده و در آب حل می‌-

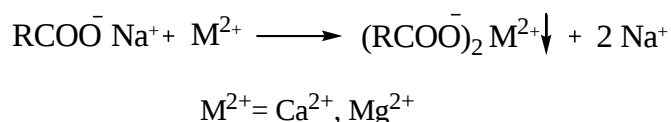
شود. این مجموعه که از مولکول‌های آب، صابون و لکه چربی تشکیل شده است را مایسل^۱ می‌نامند (شکل ۱-۴). هنگامی که مولکول‌های صابون به اندازه کافی در اطراف لکه چربی قرار گرفتند لکه چربی از سطح پوست یا پارچه جدا شده و در آب معلق می‌شود.



شکل ۱-۴ - مایسل

یکی از معایب صابون این است که در آب‌های سخت رسوب تولید می‌کند. آب سخت دارای یون‌های منیزیم و کلسیم است که این یون‌ها جایگزین یون سدیم موجود در صابون شده و نمک منیزیم و کلسیم اسید چرب تولید می‌کنند. این نمک‌ها بر خلاف نمک سدیم غیرقابل حل در آب بوده و رسوب می‌کنند.

¹Micelle



تهیه صابون

در یک بشر ۱۵۰ میلی‌لیتری ۵ گرم روغن، ۱۵ میلی‌لیتر سود ۲۰٪ و ۱۵ میلی‌لیتر اتانول بریزید و ۳۰ دقیقه حرارت دهید. اگر حجم مخلوط در اثر تبخیر کاهش یافت، مخلوط ۱:۱ از اتانول و آب مقطر تهیه کرده و ۲۰-۳۰ میلی‌لیتر از آن را به محتویات بشر اضافه کنید. حرارت دادن را تا جایی ادامه دهید که لایه روغن از بین رفته و رسوبات صابون در بشر مشاهده شود. برای تشخیص اتمام واکنش چند قطره از مخلوط واکنش را در مقداری آب سرد حل کنید. اگر قطره روغنی روی آب قرار گرفت ۵ میلی‌لیتر سود ۲۰٪ و ۵ میلی‌لیتر اتانول به مخلوط واکنش اضافه کرده و دوباره حرارت دهید. بعد از کامل شدن واکنش، صبر کنید تا محلول کمی سرد شود. سپس ۵۰ میلی‌لیتر محلول سدیم کلرید اشباع به بشر اضافه کرده و هم بزنید. در اثر فرآیند نمک‌زدایی^۱ صابون از محلول جدا شده و رسوب می‌کند. صابون را توسط قیف بوختر صاف کرده و جمع‌آوری کنید.

به سوالات زیر پاسخ دهید

- ۱- چرا در واکنش تهیه صابون به مخلوط واکنش اتانول افزوده می‌شود؟
- ۲- علت افزودن سدیم کلرید اشباع چیست؟
- ۳- چرا صابون در آب انحلال‌پذیر است اما اسید چرب غیر قابل انحلال در آب است؟

¹Salting Out

منابع:

1. Vogel, A. I., *Practical Organic Chemistry*, Logman Scientific and Technical, London 5th Ed., 1989.
2. Fieser, L. F., *Experiments in Organic Chemistry*, Heath, 3rd Ed., 1941.
3. Gilbert J. C., Martin S.F., *Experimental Organic Chemistry*, 3rd Ed., Harcourt Inc, Florida, 2002.
4. Ault, A., *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*, 5th Ed., Allyn and Bacon, Boston, 1987.
5. Norris, J. F., *Experimental Organic Chemistry*, McGraw Hill, London 2nd Ed., 1921.
6. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., Engel, R. G., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3rd Ed., 2010.
7. Bates, B. R., Schaefer, P. J., *Research Techniques in Organic Chemistry*, 1971.
8. Roig, R. J., Bell, C. E., Clark, A. K., *Organic Chemistry Laboratory*, Saunders College Publishing, USA, 1990, 345-351.
9. Gilbert, J. C., Martin, S. F., *Experimental Organic Chemistry*, 3rd Ed., Harcourt Inc, Florida, 2002.
10. <http://www.chemguide.co.uk>
11. <http://orgchem.colorado.edu>
12. <http://amrita.vlab.co.in>
13. <http://courses.chem.psu.edu>
14. <http://www.chemistryviews.org>
15. <http://wwwchem.uwimona.edu>
16. <http://eduframe.net>
17. <http://download.nos.org>
18. <http://swc2.hccs.edu>
19. <http://bowluss.faculty.yosemite.edu>
20. <http://www.chem.umass.edu>
21. <http://personal.ashland.edu>
22. <http://resources.educ>
23. <http://facweb.northseattle.edu>
24. <http://www.lahc.edu/classes>
25. <http://homepage.smc.edu>

26. <http://www.seattlecentral.edu>

27. <http://www.laney.edu>

28. <http://courses.chem.psu.edu>

29. <http://www.chem.wisc.edu>

30. <http://swc2.hccs.edu>

31. <http://courses.psu.edu>

۳۲. شناسایی سیستماتیک ترکیبات آلی، مهران غیاثی، انتشارات دانشگاه صنعتی اصفهان، ۱۳۸۹.

۳۳. اصول تجزیه دستگاهی، جلد دوم، عبدالرضا سلاجقه، مرکز نشر دانشگاه تهران، ۱۳۸۳.

۳۴. کروماتوگرافی کاغذی و لایه نازک و الکتروفورز، ترجمه حسین حق‌گویی، مرکز نشر دانشگاه تهران، ۱۳۶۷.