



دستور کار آزمایشگاه شیمی

مدرس:

مسئول آزمایشگاه: مهندس رضانژاد

نیمسال دوم ۹۴-۹۵

تهیه و گردآوری: دکتر مینا سالاری

فهرست مطالب

صفحه	عنوان آزمایش	شماره آزمایش
۳	نکات ایمنی	مقدمه
۷	اندازه گیری نقطه ذوب ((Melting Point))	۱
۱۱	اندازه گیری نقطه جوش (Boiling Point)	۲
۱۷	آزمایش تقطیر ساده Simple Distillation	۳
۲۱	عصاره گیری با دستگاه سوکسله	۴
۲۳	تبلور مجدد (Recrystallization)	۵
۲۸	تهیه آسپرین	۶
۳۰	تهیه صابون	۷
۳۴	ایزومری شدن	۸
۳۶	کروماتوگرافی لایه نازک TLC	۹
۴۱	اندازه گیری وزن مخصوص روغن ها	۱۰
۴۳	شناسایی گروههای عاملی	۱۱

در آزمایشگاه چه نکات مهمی را باید رعایت کنیم؟

- ۱- هرگز بدون روپوش، دستکش، ماسک، عینک و سایر وسایل ایمنی مناسب آزمایش نکنیم. باید بدانیم که برای کار با برخی مواد خاص استفاده از تجهیزات ایمنی ویژه و اختصاصی لازم است. یعنی باید از دستکش و ماسک و سایر وسایل مخصوص برای کار با آن مواد استفاده کنیم و تجهیزات ایمنی معمولی کارآیی لازم را ندارند.
- ۲- شیلنگ های آب و گاز را هرگز بدون بست استفاده نکنیم.
- ۳- هرگز از وسایل معیوب و شکسته استفاده نکنیم. استفاده از این وسایل می تواند منجر به بروز خطرات جدی شود.
- ۴- هرگز آزمایش در حال اجرا را بدون مراقبت رها نکنیم. در صورت نیاز اجباری به ترک محل یا در مورد آزمایشها نیازمند به زمان طولانی، حتماً توضیحاتی شامل نام آزمایش، نام آزمایشگر، تلفن تماس، مواد در حال واکنش و احتیاطات لازم را در محل آزمایش در دسترس قرار دهیم.
- ۵- هرگز ظروف حاوی مواد و محلول ها را بدون درپوش محکم نگهداری نکنیم تا ضمن جلوگیری از آلودگی هوای آزمایشگاه، از آلودگی نمونه ها با مواد خارجی جلوگیری شود.
- ۶- مواد مورد استفاده را فقط به میزان مصرف در روی میزها نگهداری و بقیه را در محل مناسب انبار نماییم.
- ۷- خطرات موجود در آزمایشگاه را شناسایی نماییم و روش های مناسب مقابله با آنها را بیاموزیم.
- ۸- محل کپسول های آتش نشانی را شناسایی و روش استفاده از آنها را بیاموزیم.
- ۹- قبل از کار با مواد شیمیایی، ابتدا با خواص آنها آشنا شده، خطرات آنها را شناسایی نموده و روش مقابله با این خطرات را فراگیریم.
- ۱۰- با علائم و هشدارهای ایمنی آشنا شویم.
- ۱۱- مسیرهای تردد در آزمایشگاه را خالی از اشیای مزاحم نگهداریم.
- ۱۲- روی میزها را خالی از تجهیزات و مواد غیر لازم نگهداریم.
- ۱۳- وسایل روی میزها را بطور مناسب و بی خطر قرار دهیم.
- ۱۴- حتماً به هرگونه ظرف حاوی مواد و محلولها برچسب مناسب را الصاق نماییم.
- ۱۵- از هرگونه خوردن و آشامیدن در محیط آزمایشگاه پرهیز کنید. محیط آزمایشگاه آلوده به مواد سمی و خطرناک است.
- ۱۶- هنگام شستشوی ظروف و وسایل شیشه ای، ابتدا شیر آب را باز نموده و منتظر یکنواخت شدن جریان آب و ثابت شدن فشار آن شوید و سپس وسایل مورد شستشو را در مسیر جریان آب قرار دهید تا از رها شدن وسایل از دست (در اثر فشار ناگهانی آب) و شکستن آنها جلوگیری شود.
- ۱۷- حتی الامکان در ساعات خلوت روز آزمایش نکنیم تا بتوانیم در صورت نیاز از کمک سایر افراد استفاده نماییم.
- ۱۸- در صورت نیاز به زمان طولانی جهت انجام آزمایش، بجای انجام آن تا ساعتهای انتهایی روز بهتر است آزمایشها را زودتر شروع نماییم.
- ۱۹- مواد و محلولهای خطرناک و آلاینده محیط زیست را در فاضلاب یا سطل زیاله خالی نکنیم. این مواد و محلول ها باید جمع آوری و بطريق مقتضی دفع گردند.

۲۰- روش روشن کردن چراغ بونزن :ابتدا از بسته بودن شیر چراغ بونزن اطمینان حاصل نمایید. دریچه‌ی هوا را بیندید و سپس هم زمان با داشتن کبریتی روشن در دست چپ، با دست راست شیر اصلی گاز را باز کرده و سپس کبریت را نزدیک به چراغ نگاه داشته و با چرخاندن شیر چراغ بونزن، آن را روشن کرده سپس با باز کردن دریچه‌ی هوا، شعله را آبی کنید.

۲۱- قبل از روشن کردن چراغ بونزن، اطمینان حاصل کنید که حلال‌های آلی و مواد آتش‌گیر نزدیک به آن نیستند.

۲۲- حلال‌های آلی بسیار آتش‌گیر هستند و بخارهای آن‌ها در صورت نزدیک بودن به شعله، آتش‌گرفته و در نتیجه شعله ای در هوا ایجاد می‌شود که حتی می‌تواند موجب آتش‌گرفتن شیشه‌ی در باز حاوی حلال آلی مورد نظر از چند فوت دورتر گردد.

۲۳- پیش از استفاده از حلال‌های آلی مطمئن شوید کسی در اطراف شما شعله‌ای روشن نکرده باشد.

۲۴- هرگز بش از نیاز خود ماده‌ی شیمیایی بر ندارید.

۲۵- هرگز ماده‌ی شیمیایی را که از ظرف اصلی آن خارج کرده‌اید و به هر دلیلی از آن استفاده نکرده‌اید دوباره به ظرف اصلی باز نگردانید.

۲۶- هنگام کار با ظروف آزمایشگاهی توجه داشته باشید که این ظروف داغ نباشند. گرمای حاصل از واکنش چند ماده (مثلًاً گرمای حاصل از خشی شدن اسید و باز (یا گرما دادن یک ظرف روی چراغ بونزن ظرف را بسیار داغ می‌کند.

۲۷- شکل ظاهری ظروف بسیار داغ با ظروف سرد هیچ تفاوتی نمی‌کند، پس بسیار احتیاط کنید و برای احتیاط بیشتر ظروف آزمایشگاهی را به طور مستقیم با دست خود جا به جا نکنید و حتی الامکان از وسایل مخصوص این کار استفاده کنید.

۲۸- گرما دادن لوله‌ی آزمایش به روش نادرست موجب بیرون پاشیدن مواد داخل آن و در نتیجه آسیب رساندن به افراد می‌شود.

۲۹- برای نگاه داشتن لوله‌ی آزمایش روی شعله از گیره‌ی مخصوص لوله‌ی آزمایش استفاده کنید.

۳۰- هنگام حرارت دادن، لوله‌ی آزمایش را با زاویه‌ی ۴۵ درجه نگاه دارید.

۳۱- هنگام حرارت دادن لوله‌ی آزمایش، سر لوله را به سمت کسی نگیرید (تا در صورت بیرون ریختن مواد به دیگران آسیبی نرسد).

۳۲- هرگز ته لوله‌ی آزمایش را روی شعله‌ی مستقیم چراغ بونزن قرار ندهید بلکه میانه‌ی لوله‌ی آزمایش را حرارت دهید.

۳۳-هنگام حرارت دادن لوله‌ی آزمایش حرارت را فقط در یک نقطه متوجه نکنید.

۳۴-هر چند ثانیه یک بار لوله‌ی آزمایش را چپ و راست کنید. (چند ثانیه پهلوی راست لوله و سپس پهلوی چپ لوله را حرارت داده و این کار را دائماً تکرار کنید) این کار به خروج گازها کمک کرده و در نتیجه از بیرون پاشیدن مواد جلوگیری می‌کند.

۳۵-هرگز برای نگاه کردن به مواد درون ظرفی در باز همانند بشر، لوله‌های آزمایش و ... صورت خود را بالای ظرف نبرید. ممکن است عاملی موجب واکنش مواد درون ظرف و در نتیجه بیرون پاشیدن مواد شود و آن گاه صورت و چشمان شما آسیب خواهند دید.

۳۶-بهتر است از استوانه‌ی مدرج (مزور) فقط برای تعیین چگالی مایعات و حجم سنجی مایع استفاده شود برای بقیه‌ی کارها از دیگر ظروف همانند بشر، لوله‌ی آزمایش، ارلن مایر و ... استفاده کنید.

۳۷-پس از برداشتن ماده از ظرف مادر، در ظرف را بلا فاصله بیندید.

۳۸-رُدّاژ اتصال دهنده‌ها را گلیسیرین بزنید تا چرب شود.

۳۹-هرگز قطره چکان را داخل ظرف مایع اصلی نکنید، ابتدا کمی از مایع را درون بشری ریخته سپس با قطره چکان از بشر به مقدار مورد نیاز مایع بردارید.

۴۰-از آن چه دیگران در اطراف شما انجام می‌دهند، با اطلاع و هوشیار باشید زیرا ممکن است موجب صدمه رسیدن به شما گرددند.

۴۱-ظرف‌های مندرج را روی هم زن مغناطیسی گرم ندهید.

۴۲-کار با اسیدها و بازها باید زیر هود انجام گیرد.

۴۳-هرگز نوک پیپ را داخل مایع یا محلول اصلی نکنید، بلکه مانند قطره چکان کمی از آن مایع را در بشر ریخته و با پیپ از آن به میزان دلخواه مایع بردارید.

۴۴-در طول مدت آزمایش ورق و خودکار همراحتان باشد و تمام مشاهده‌ها و توزین‌ها را یادداشت کنید.

۴۵-تمام ظرف‌های مواد شیمیایی باید برچسب‌های مخصوص شرکت سازنده (اعم از تاریخ بسته‌بندی، نام و مشخصات ماده‌ی شیمیایی، کدهای R و S و علامت خطر و ...) را داشته باشند.

۴۶-استفاده از محتویات ظرف هایی که برچسب آن عوض شده یا برچسب ندارد ممنوع است.

۴۷-در آزمایشگاه باید اسیدها، بازها، مواد آئیش گیر و مواد سمی جدا از یک دیگر و دیگر مواد، در جای مخصوصی نگه داری شوند.

۴۸-نگه داری ظرف های مواد شیمیایی در محل آزمایش و محل رفت و آمد ممنوع است.

۴۹-اسیدها باید دور از فلزهای فعال هم چون سدیم، پتاسیم و ... نگه داری شوند تا از آتش سوزی و انفجار جلوگیری شود. همچنین اسیدها باید جدا از بعضی مواد شیمیایی که در اثر مجاورت با آن ها گازهای سمی و کشنده آزاد می شود (مانند سدیم سیانید و سولفید آهن) نگه داری شوند.

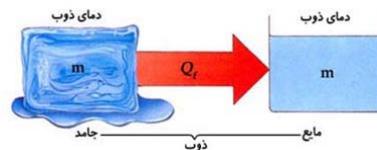
۵۰-اسیدهای قوی همچون نیتریک اسید و پر کلریک اسید باید جدا از اسیدهای آلی و مواد آتش گیر نگه داری شوند.

باید بخاطر داشته باشیم که عدم رعایت هر کدام از نکات ساده بالا می تواند منجر به حادثه گردد. حوادثی که شاید خیلی دور از ذهن باشند اما بعد از وقوع، فرصتی برای جبران نخواهد بود.

۱: اندازه گیری نقطه ذوب (Melting Point)

مقدمه:

- ❖ تعیین دقیق خواص فیزیکی مواد بنا به موارد استفاده آنها همیشه برای بشر مهم بوده است.
- ❖ یکی از این خواص نقطه‌ی ذوب است. اگر بخواهیم استفاده بهینه‌ای از یک ماده‌ی جامد داشته باشیم باید بدانیم که در چه محدوده و گستره دمایی جامد است یا اینکه به ازای چه مقدار گرما می‌توانیم به نقطه‌ی ذوب برسیم.
- ❖ همانطور که تجربه نشان داده است نقطه‌ی ذوب مواد مختلف متفاوت است که این ناشی از نوع پیوند بین مولکولی آنها است.
- ❖ با افزایش جرم مولکولی نقطه‌ی ذوب افزایش می‌یابد.
- ❖ نقطه‌ی ذوب و نقطه‌ی انجماد از لحاظ عددی یکی هستند. مثلاً نقطه‌ی ذوب یخ و نقطه‌ی انجماد آب هر دو صفر درجه سانتی-گراد است. مثلاً در مورد آب نقطه‌ی ذوب و انجماد دمای صفر درجه است
- ❖ خلوص ترکیب از دو طریق مشخص می‌شود: اول اینکه ماده خالصتر نقطه‌ی ذوب بالاتری دارد، دوم اینکه ماده خالصتر دامنه ذوب کمتری دارد یعنی بین درجه حرارت شروع و پایان ذوب اختلاف کمتری وجود دارد.



تعریف نقطه ذوب:

دامنه ذوب، دمائی است که ترکیب شروع به مایع شدن می‌کند تا دمایی که به طور کامل مایع می‌شود. ترکیب خیلی خالص دامنه ذوب ۰/۵ درجه یا کمتر دارد. دامنه ذوب ترکیبات خالص معمولی ۱-۲ درجه است.

نقطه ذوب:

درجه حرارتی است که در آن درجه حرارت، ماده جامد به مایع تبدیل شود (درجه حرارتی که در آن فشار بخار مایع با جامد برابر گردد). در تمام مدت ذوب درجه حرارت ثابت می‌ماند و در این درجه حرارت دو فاز مایع و جامد در حال تعادل هستند. وجود ناخالصی در یک ماده، نقطه ذوب آنرا پایین می‌آورد و مخلوط دو ماده، دارای نقطه ذوبی پایین‌تر از هر کدام از دو ماده اولیه است.

دامنه ذوب: دمایی است که ترکیب شروع به مایع شدن میکند تا دمایی که به طور کامل مایع میشود. ترکیب خیلی خالص دامنه ذوب ۰/۵ درجه یا کمتر دارد. دامنه ذوب ترکیبات خالص معمولی ۱-۲ درجه است.

روشهای تعیین نقطه ذوب:

۱- لوله تیل ۲- دستگاههای اندازه گیری دقیق میکروسکوپی

لوله تیل: وسیله ساده ای است که به سهولت قابل دسترسی است. لوله تیل به نحوی 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 ۵۰ یا ۱۰۰ میلی لیتری می توان به عنوان حمام استفاده کرد.

حمام: وظیفه انتقال یکنواخت و پیوسته و مداوم گرما را در هنگام تعیین نقطه ذوب بر عهده دارد

انواع حمام: شن، سیلیکون، آب، بخار، پارافین

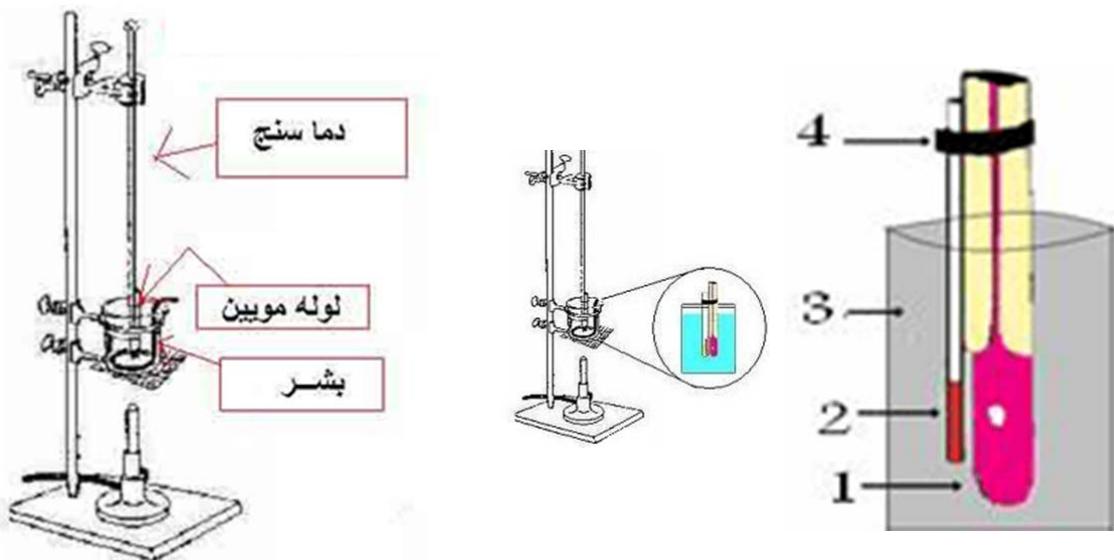
در این آزمایش از پارافین استفاده می شود. مزایای استفاده از حمام پارافین: شفافیت، رنج دمایی مناسب، قیمت مناسب، سمی نبودن، واکنش پذیر نیست، بو نمی دهد، گرمای ویژه مناسبی دارد و براثر حرارت تجزیه نمی شود.

منابع خطا در اندازه گیری نقطه ذوب:

- وجود ناخالصی در جامد مجھول
- عدم دقت در تشخیص زمان ذوب جامد مجھول
- کالیبره نبودن دماسنجد
- کم یا زیاد بودن حرارت شعله
- هم سطح نبودن لوله ی موئین با مخزن دماسنجد

وسایل لازم: لوله موئین، سه پایه، توری نسوز، بشر، چراغ گاز، دماسنجد و گیره

مواد لازم: ماده مجھول، پارافین مایع



شکل ۱: ۱-مخزن دماسنجد ۲-لوله مویین ته بسته پر شده از پودر ۳-پارافین ۴-نوار پلاستیکی یا چسب

هدف آزمایش: تعیین نقطه ذوب به روش میکرو

روش آزمایش:

- ۱- ابتدا نمونه جامد که باید به صورت پودر باشد را به اندازه کافی بر می داریم. برای پودر کردن نمونه جامد، مقدار کمی از ترکیب جامد رادر هاون می کوییم تا به صورت پودر نرمی درآید.
- ۲- در این آزمایش برای تعیین نقطه ذوب از لوله مویین کمک می گیریم. در این آزمایش باید انتهای لوله مویین را مسدود کنیم، برای این کار چراغ را روشن کرده و شعله‌ی آن را زیاد می کنیم و یک سمت لوله مویین را به اندازه نیم میلی متر در شعله فرو می بریم و مداوماً می چرخانیم تا کاملاً قرمز شود و سر آن کاملاً مسدود گردد.
- ۳- انتهای باز لوله را در توده‌ی نرم شده پودر فرو می کنیم تا مقداری از آن داخل لوله شود (ارتفاع پودر در داخل لوله مویین $\frac{1}{3}$ سانتی متر بیشتر نباشد). سپس ته لوله را چند بار آهسته ضربه می زنیم تا تمام پودر در انتهای آن قرار بگیرد و فضای خالی بین ذرات پودر در ته لوله مویین وجود نداشته باشد.
- ۴- لوله مویین را با چسب نواری یا کش به دماسنجد می بندیم (دماسنجد متناسب با نقطه ذوب ماده باشد. اگر دمای ذوب زیر 100°C باشد از دماسنجد جیوه ای استفاده می کنیم)
- ۵- لوله تیل (یا بشر حاوی پارافین مایع (حمام پارافین)) را بر روی سه پایه و توری نسوز می گذاریم، همزمان دماسنجد و لوله مویین را که به آن اتصال دارد را به کمک گیره درون لوله تیل (یا بشر) پر از پارافین قرار می دهیم طوری که به کف بشر برخورد نکنند.

- ۶- شعله را زیر سه پایه و توری نسوز روشن می‌کنیم. شعله را طوری تنظیم می‌کنیم که دمای دماسنجه حداقل ۵ درجه سانتی گراد در دقیقه بالا رود.
- ۷- همزمان دمای دماسنجه و پودر داخل لوله مویین را تحت نظر قرار می‌دهیم. لحظه‌ای که پودر دو فاز شد (نصف مایع و نیمه دیگر جامد) دمای شروع ذوب و زمانی که تمام پودر مایع شد نقطه پایان ذوب است. اختلاف بین دمای دو فاز شدن و مایع شدن نباید از حدود ۲ تا ۳ درجه بیشتر باشد (در غیراین صورت ترکیب خالص نیست که باید از طریق تبلور مجدد تا حمامکان خالص سازی کنیم).

سوالات مطرح:

- ۱- چه عواملی در نقطه ذوب تاثیر می‌گذارد؟ پاسخ: شکل بلورها، اندازه بلورها، مقدار بلورها، فشرده بودن بلورها
- ۲- علت استفاده از حمام پارافین در آزمایش تعیین نقطه ذوب چیست؟ زیرا پارافین دما را یکنواخت به لوله مویین انتقال می‌دهد و در ضمن نقطه جوش بالایی دارد و زودتر از دمای ذوب پودر مورد نظر به جوش نمی‌آید.
- ۳- اگر دو ماده شبیه هم را در آزمایشگاه به ما بدهند آیا با آزمایش تعیین نقطه ذوب می‌توان تشخیص داد که آیا این دو یکی هستند یا متفاوت؟ پاسخ: بله. ابتدا نقطه ذوب دو ماده را جداگانه اندازه می‌گیریم. سپس نقطه ذوب مخلوط دو ماده را هم اندازه می‌گیریم. اگر سه نقطه ذوب یکسان بودند حتماً دو ماده یکی هستند در غیر اینصورت دو ماده متفاوتند.

۲: اندازه گیری نقطه جوش (Boiling Point)

ثابت های فیزیکی ترکیبات آلی:

ثابت های فیزیکی از قبیل نقطه ذوب، نقطه جوش، ضریب شکست و جرم حجمی از گذشته برای تشخیص و شناسایی مواد آلی به کار برد می شده است. زیرا هر ترکیب آلی، ثابت های فیزیکی مشخصی دارد به طوری که هیچ ثابت فیزیکی به اندازه نقطه ذوب برای جامدات و نقطه جوش برای مایعات مورد استفاده قرار نمی گیرد. چون نقاط ذوب و جوش برای دو جسم آلی به ندرت یکسان هستند.

تعیین نقطه جوش:

مولکول های مایع دائم حرکت می کنند. تعدادی از این مولکول ها هنگامی که در سطح مایع هستند می توانند به فضای بالای مایع بگریزند. مایعی را در ظرف بسته ای که هوای آن تخلیه شده در نظر بگیرید. تعداد مولکول ها در فاز گازی مایع افزایش می یابد تا سرعت ورود مجدد مولکول ها به فاز مایع با سرعت گریزانشان برابر شود، سرعت ورود مجدد متناسب با تعداد مولکول ها در فاز گازی است. در این حال دیگر تغییر اساسی در دستگاه ملاحظه نمی شود و می گویند که سیستم در حالت تعادل جنبشی است. مولکول ها در فاز گازی به سرعت حرکت می کنند و دائماً به دیواره ظرف برخورد می کنند و منجر به وارد کردن فشار به دیواره آن می شوند میزان این فشار در یک درجه حرارت معین را فشار بخار تعادل جسم مایع در آن درجه می نامند. این فشار بخار به درجه حرارت بستگی دارد که با تمايل گریز مولکول ها از مایع قابل توجیه است. با ازدیاد درجه حرارت، انرژی جنبشی متوسط مولکول ها افزایش می یابد و فرار آن ها به فاز گازی آسان می شود و از آن طرف سرعت ورود مجدد مولکول ها به مایع نیز افزایش می یابد به طوری که به سرعت در درجه حرارت بالاتر تعادل برقرار می شود (البته در این حال تعداد مولکول ها در فاز گازی از تعداد آن ها در درجه حرارت پایین تر بیشتر است و در نتیجه فشار بخار زیادتر است).

اکنون نمونه مایعی را در نظر بگیرید که در یک درجه حرارت معین در ظرف سرگشاده ای قرار دارد و مولکول های فاز بخار در بالای مایع می توانند از محوطه ظرف خارج شوند. بخاری که در بالای این نمونه است از مولکول های هوا و نمونه تشکیل شده است. طبق قانون فشارهای جزئی دالتون، فشار کل (خارجی) در بالای مایع برابر با فشارهای جزئی نمونه و هواست:

$$\text{فشار هوا} + \text{فشار بخار نمونه} = \text{فشار کل}$$

فشار جزئی نمونه برابر با فشار بخار تعادلی آن در درجه حرارت معین است. اگر درجه حرارت افزایش یابد، فشار بخار تعادل نمونه زیاد می شود و تعداد مولکول های نمونه که در فضای بالا در نزدیکی مایع هستند افزایش می یابند، در نتیجه مقداری از هوا جایجا می شود.

در درجه حرارت بالا فشار جزئی نمونه درصد بیشتری از فشار کل را تشکیل می دهد. با ازدیاد بیشتر درجه حرارت این عمل آن قدر ادامه می یابد تا فشار بخار تعادلی با فشار خارجی برابر شود به طوری که تمام هوا کاملا از ظرف خارج می شود. تبخیر بیشتر، باعث جایجا شدن مولکول های گازی نمونه خواهد شد. با توجه به این حقایق در می یابیم که فشار بخار تعادلی یک نمونه یک حد نهایی دارد که به وسیله فشار خارجی تامین می شود و در این حد، سرعت تبخیر به مقداری افزایش می یابد (که با تشکیل حباب در مایع آشکار می شود) و این مرحله را عموماً شروع جوشش می دانند.

نقطه جوش و درجه حرارت جوش:

نقطه جوش یک مایع درجه حرارتی است که در آن فشار بخار مایع کاملاً برابر با فشار خارجی شود. چون نقطه جوش مشاهده شده مستقیماً به فشار خارجی بستگی دارد، از این جهت باید در گزارش نقطه جوش، فشار خارجی هم قید شود (مثلاً نقطه جوش ۱۵۲ درجه سانتی گراد در فشار ۷۵۲ میلی متر جیوه). معمولاً نقطه جوش استاندارد را در فشار (۷۶۰ میلی متر جیوه) تعیین می کنند.

نقاط جوش برای شناسایی مایعات و برخی از جامداتی که در حرارت پایین ذوب می شوند، مفید هستند. جامداتی که در حرارت بالا ذوب می شوند معمولاً آنقدر دیر می جوشند که نمی توان به راحتی درجه جوش آنها را اندازه گرفت.

درجه حرارت جوش درجه حرارتی است که عملاً جوشش مشاهده می شود و معمولاً چند صدم درجه بالاتر از نقطه جوش واقعی می باشد زیرا مشکلات تجربی در گیر با اندازه گیری ها است.

عوامل موثر در مقدار نقطه جوش:

۱. طول زنجیر و اثر شاخه: هر چه طول زنجیر بلندتر باشد نقطه جوش بالاتر است. وجود شاخه باعث کاهش نقطه جوش می شود.

۲. فشار: افزایش فشار باعث افزایش نقطه جوش می شود و بر عکس.

۳. ناخالصی: وجود ناخالصی معمولاً باعث افزایش نقطه جوش می شود، که معمولاً بر سه نوع اند:

الف) غیر فرار: مثل ترکیبات معدنی

ب) فرار: ترکیبات فرار بسته به نوع ناخالصی می‌توانند هم باعث افزایش دمای جوش و یا کاهش آن شوند.

- ج) غیر قابل امتزاج (مثل آب و نفت): نقطه جوش کمتر از هر دو جزء
۴. پیوند هیدروژنی: وجود پیوند هیدروژنی بین مولکولی باعث بالا رفتن نقطه جوش می‌شود.
۵. قطبیت: هر چه قدر ساختمان ترکیب قطبی تر باشد نقطه جوش هم بیشتر می‌شود. اگر ترکیبی توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی را داشته باشد، نقطه جوش آن بالاتر می‌رود.

نقطه جوش محلول‌ها:

اندازه گیری نقطه جوش محلول‌ها و مقایسه آن با نقطه جوش حلال خالص نشان می‌دهد که برای مثال نقطه‌ی جوش محلول شکر در آب یا محلول آب نمک بیشتر از آب خالص است. اما چرا؟ برای پاسخ به این پرسش، باید بدانید جوشیدن چه موقع روی می‌دهد؟ جوشیدن زمانی رخ می‌دهد که فشار بخار مایع با فشار هوا روی سطح مایع (فشار محیط) برابر شود. آب خالص در فشار ۱ اتمسفر در ۱۰۰ درجه سانتی گراد به جوش می‌آید. در واقع در این دما فشار بخار آب به ۱ اتمسفر می‌رسد. این در حالی است که، فشار بخار محلول شکر در آب کمتر از آب خالص است. از این رو برای رساندن فشار بخار این محلول به فشار ۱ اتمسفر، باید مولکول‌های آب از قسمت‌های زیرین محلول به سطح بیاند و سپس به مولکول‌های روی سطح محلول پیونددند. چون این مولکول‌ها درون محلول‌ها درون محلول از هر سو توسط مولکول‌های دیگر جذب می‌شوند، تحرک کمتری دارند و از این رو از انرژی کمتری نیز برخوردارند. در نتیجه برای تبخیر آن‌ها به انرژی بیشتری نیاز است. این موضوع سبب می‌شود که نقطه جوش محلول نسبت به حلال خالص افزایش یابد. به طور کلی نقطه جوش هر محلول دارای ماده‌ی حل شونده‌ی غیر فرار از حلال خالص بیشتر است

تأثیر فشار در نقطه جوش:

نقطه جوش یک مایع با تغییر فشار خارجی تغییر می‌کند. نقطه جوش نرمال یک مایع، دمایی است که در آن فشار بخار مایع برابر با یک اتمسفر باشد. نقطه جوش داده شده در کتابهای مرجع، نقاط جوش نرمال می‌باشند. نقطه جوش یک مایع را می‌توان از منحنی فشار بخار آن بدست آورد و آن دمایی است که در آن فشار بخار مایع با فشار وارد بر سطح آن برابر می‌کند.

نوسانات فشار جو در یک موقعیت جغرافیایی، نقطه جوش آب را حداقل تا ۲ درجه سانتی گراد تغییر می‌دهد. ولی تغییر محل ممکن است باعث تغییرات بیشتر شود، متوسط فشاری که هواسنج در سطح دریا نشان می‌دهد یک اتمسفر، ولی در

ارتفاعات بالاتر کمتر از این مقدار است. مثلا در ارتفاع ۵۰۰۰ پایی از سطح دریا متوسط فشاری که فشارسنج نشان می‌دهد atm 0.836 است و نقطه جوش آب در این فشار ۹۵.۱ درجه سانتی گراد می‌باشد.

تعیین دمای جوش:

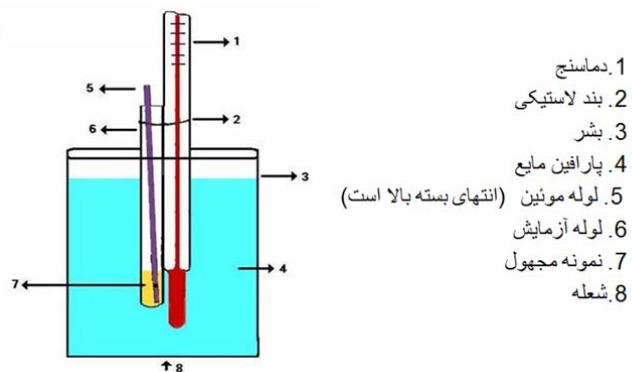
تعیین نقطه جوش (B.P) با دو روش به آسانی امکان پذیر است. استفاده از این دو روش به مقدار ماده موجود بستگی دارد.

۱. چنان‌چه مایع به مقدار کافی یا زیاد در دسترنس باشد، نقطه جوش آن را می‌توان به روش تقطیر ساده و به کمک دماسنجد تعیین کرد.
۲. در صورتی که مقدار مایع کم باشد، از روش نقطه جوش میکرو استفاده می‌شود. در این آزمایش از همین روش استفاده می‌شود.

وسایل مورد نیاز: لوله آزمایش، لوله مویین، نخ یا نوار لاستیکی، دماسنجد، شعله

مواد لازم: مایع مجهول با نقطه جوش نامعلوم، اتانول، پارافین برای حمام





روش آزمایش:

- ۱- مایع مجھول (که قرار است نقطه جوش آن تعیین شود) را درون لوله آزمایش بریزید.
- ۲- یک انتهای لوله موینین را با شعله بیندید.
- ۳- لوله موینین را درون لوله آزمایش به طوری که سر بسته‌ی آن بالا باشد، قرار دهید.
- ۴- لوله آزمایش را به دماسنچ (انتهای هر دو هم سطح باشد) با نوار چسب یا نوار پلاستیکی بیندید.
- ۵- دماسنچ و لوله آزمایش بهم بسته شده را درون حمام پارافین قرار دهید.
- ۶- کل دستگاه را روی سه پایه و توری نسوز قرار دهید.
- ۷- شعله را زیر سه پایه و توری روشن کنید.
- ۸- دمای حمام و در نتیجه مایع درون لوله آزمایش بالا می‌رود.
- ۹- با افزایش دما، از انتهای لوله موینین جریان منظمی از حباب خارج می‌شود.
- ۱۰- زمانی که حبابها به صورت پیوسته آزاد می‌شود، شعله را از زیر حمام روغن دور و یا خاموش می‌کنیم.
- ۱۱- هم چنان مشاهده می‌شود که حباب از ته لوله موینین خارج می‌شود. صبر میکنیم و همزمان به دمای دماسنچ نگاه می‌کنیم.
- ۱۲- لحظه‌ای که خارج شدن حبابها قطع شده و مایع به درون لوله موینین مکیده شود، دمای دماسنچ همان دمای جوش می‌باشد.

عوامل ایجاد کننده خطأ :

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

۰۲ 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 پایین تر از فشار هواست.

۳. نقطه جوش به دست آمده به علت کم بودن تجربه آزمایش گر و خطای چشم، تقریبی و غالباً کمتر از مقدار واقعی است.

سوالات :

- فرق بین نقطه جوش و نقطه جوش نرمال چیست؟ نقطه جوش یک مایع دمائی است که در آن، فشار بخار مایع با فشار جو برابر می‌شود. اگر فشار جو را یک اتمسفر بگیرید، به این نقطه جوش، نقطه جوش نرمال می‌گویند.
- چرا در حین آزمایش بالا دمای متوقف شدن تشکیل حباب‌ها را دمای جوش می‌نماید، نه دمای شروع تشکیل حباب‌ها را؟ زیرا میخواهیم دمای جوش ثابت شود و نزدیک ترین دما را بدست آوریم.

۳: آزمایش تقطیر ساده Simple Distillation

مقدمه:

روش‌های مختلفی برای جداسازی مواد اجزای سازنده یک محلول وجود دارد که یکی از این روشها فرایند تقطیر می‌باشد در روش تقطیر جداکردن اجزاء یک مخلوط ، از روی اختلاف نقطه جوش آنها انجام می‌گیرد . تقطیر ، در واقع ، جداسازی فیزیکی برشهای نفتی است که اساس آن ، اختلاف در نقطه جوش هیدروکربنهای مختلف است. هر چه هیدروکربن سنگیتر باشد، نقطه جوش آن زیاد است و هر چه هیدروکربن سبکتر باشد، زودتر خارج می‌شود.

قطیر، معمولترین روشی است که برای تخلیص مایعات به کار می‌رود. در این عمل مایع را به کمک حرارت تبخیر می‌کنند و بخار مربوطه را در ظرف جداگانه ای متراکم می‌کنند و محصول تقطیر را بدست می‌آورند. چنانچه ناخالصیهای موجود در مایع اولیه فرار نباشند، در باقی مانده تقطیر به جا می‌مانند و تقطیر ساده مایع را خالص می‌کند. در صورتی که ناخالصیها فرار باشند، تقطیر چند مرحله‌ای مورد احتیاج خواهد بود.

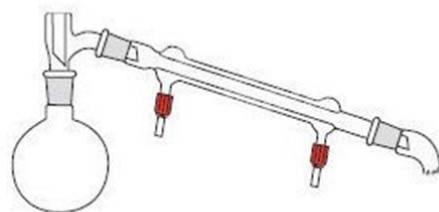
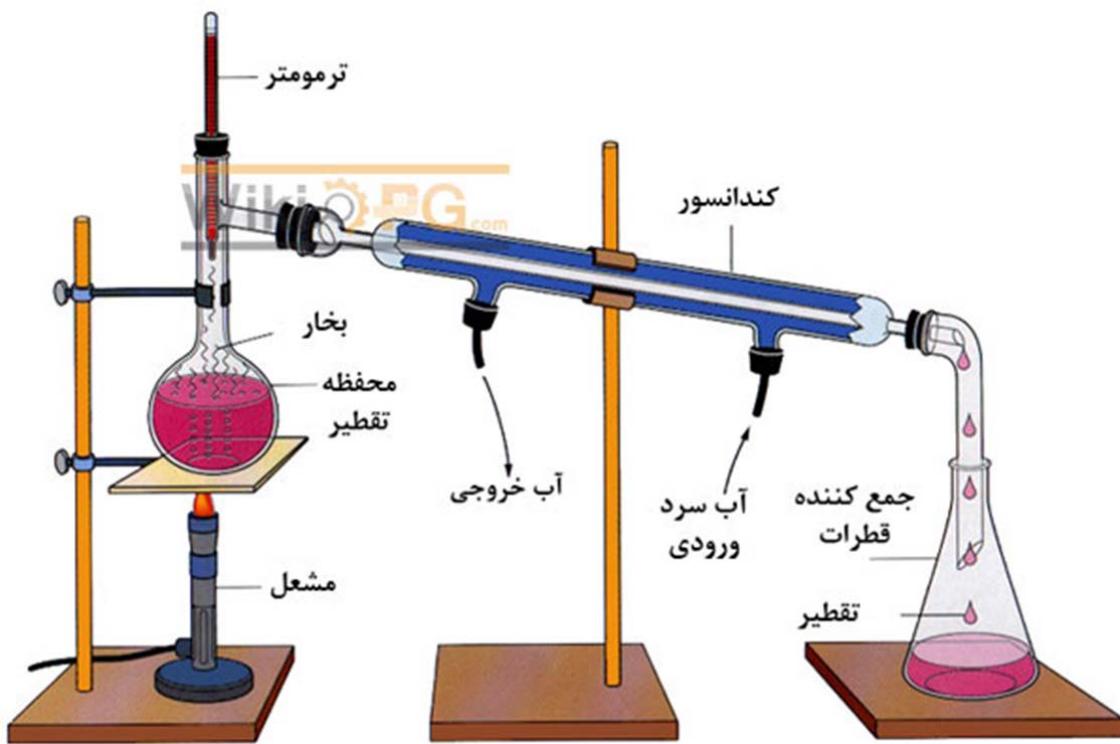
اگر اختلاف نقطه جوش حل شونده و حلal بسیار زیاد باشد می‌توان آنها را به آسانی با روش تقطیر ساده کرد. فرض کنید حلal فرار و حل شونده غیر فرار باشد در این صورت در اثر تبخیر فقط حلal از محلول جدا می‌شود. برای مثال اگر محلول آب نمک را حل کنیم نمک در ته ظرف باقی می‌ماند. از روش تقطیر ساده برای بدست آوردن نمک از آب دریا استفاده می‌شود.

فرق تقطیر با تبخیر: در تبخیر جداسازی اجزاء حلal مورد نظر نیست و به آن نیازی نداریم. در جداسازی یک محلول نمک طعام در آب می‌توان آب را به طور کامل تبخیر و از نمک جدا کرد زیرا نمک در شرایط عملکرد کاملاً غیر فرار است این فرایند تبخیر نامیده می‌شود. بر خلاف تبخیر، تقطیر در جداسازی موادی به کار می‌رود که کلیه سازنده‌گان آن به میزان قابل توجهی فرار می‌باشد. از جمله محلولهایی که سازنده‌گان آن فرار هستند می‌توان محلول آمونیاک در آب را ذکر کرد.

قطیر انواع مختلفی دارد که عبارت اند از: تقطیر ساده - تقطیر در فشار کم - تقطیر جزء به جزء - تقطیر به وسیله بخار آب - تقطیر در خلاء

در این آزمایش تقطیر ساده بررسی می‌شود.

وسایل مورد نیاز : بالن، مبرد (کندانسور)، سه راهی، اتانول+آب، شلنگ، استوانه مدرج، مگنت، گیره و پایه ، گرمکن الکتریکی (هیتر) یا شعله ، دماسنجه الکلی، خم ۹۰ درجه



شرح آزمایش :

- 1- بالن را از ۱۰۰ میلی لیتر مخلوط آب و اتانول پر می کنیم و یک عدد مگنت (جهت هم زدن) در آن می اندازیم.

۲- سه راهی تقطیر را به بالن وصل می کنیم و سر دیگر آن را به مبرد وصل می کنیم و به انتهای مبرد خم ۹۰ درجه وصل میکنیم. به کمک دو پایه و گیره این اجزا را محکم می کنیم. سپس گرمکن الکتریکی را در زیر بالن قرار می دهیم.

۳- برای اندازگیری دما از دماسنجد استفاده میکنیم.(مخزن دماسنجد باید پاییتر از سه راهی تقطیر باشد).

۴- به زایده بالایی مبرد(محل خروج آب) و زایده پایینی مبرد(محل ورود آب) شیلنگ وصل میکنیم و سر دیگر این شلنگ ها را به ترتیب در محل تخلیه آب (فاضلاب) و شیر آب وصل می کنیم.اکنون دستگاه تقطیر آماده است.

۵- شیر آب را باز می کنیم تا آب وارد جدار خارجی مبرد شود سپس هیتر را روشن می کنیم تا دمای محلول به ۸۰ درجه سانتی گراد برسد در این هنگام اتانول شروع به بخار شدن می کند و وارد جدار داخلی مبرد می شود و عمل میان اتفاق می افتد. اتانول از حالت گاز (بخار) به حالت مایع تبدیل می شود. یک استوانه ای مدرج در زیر خم ۹۰ درجه (زیر خروجی مبرد) قرار می دهیم و مایع را به صورت قطره قطره در آن جمع آوری می کنیم.

۶- مرحله اول در حین مشاهده اولین قطرات در بشر، باید منتظر ماند تا دماسنجد دمای ثابتی (حدود ۸۰ درجه سانتی گراد) را نشان دهد تا حجم محلول اتانول جمع آوری شده در این دما را اندازه بگیریم .

۷- مرحله دوم جمع آوری مخلوط آب و الكل در این مرحله ، مشابه مرحله قبل زمانی که دمای دماسنجد میان ۱۰۰-۸۵ درجه سانتی گراد مایع جمع آوری شده دربیشتر دوم را اندازه گرفته و یادداشت می کنیم.

۸- مرحله سوم جمع آوری آب خالص در انتهای ، مقدار مایع باقی مانده در بالون مقدار آب خالص را نشان می دهد. در اینجا باید توجه داشت که مجموع مقادیر بدست آمده از الكل خالص ، آب خالص و مخلوط این دو باید برابر با ۱۰۰ شود.

نکات مربوط به عمل تقطیر :

- بالون را بیشتر از دو سوم آن پر نکنید. چون این عمل باعث بالا رفتن فشار بخار در هنگام گرم شدن محلول می شود و احتمال پاشیدگی اتانول یا ترکیدگی ظرف بالا می رود.
- محل ارتباط وسایل شیشه ای را روغن کاری کنید تا از چسبندگی و قفل شدن آن جلوگیری شود.

- استفاده از مگنت فقط جهت همزدن محلول می باشد، چون در داخل هیتر آهن ربا وجود دارد و با حرکت آهن ربا مگنت در محلول نیز حرکت می کند. در صورتی که مگنت نداشتم، انداختن چند عدد سنگ جوش (دو یا سه عدد) در بالون تقطیر به منظور توزیع یکنواخت گرما و جلو گیری از پریدن مایع ضروری است.
- مخزن جیوه ی دماسنج باید پایین تر از شاخه جانبی رابط قرار گیرد (محل جریان بخارها) تا دمای جوش مایع یا مخلوط مایعات مشخص شود.
- اتصال لوله ی ورود و خروج آب به مُبرد صحیح باشد.
- برای گرم کردن معمولاً حمام های روغن یا وسایل گرم کننده ی الکتریکی ارجحیت دارد. اما چنانچه از شعله استفاده می شود، باید توجه داشت با گذاردن یک توری فلزی روی سه پایه و زیر بالون، شعله ی چراغ گاز به طور گسترده به تمام نقاط بالون انتقال یابد تا بدین وسیله از گرم شدن موضعی بالون جلوگیری شود.
- محل ارتباط و تماس شیشه آلات باید با گریس یا واژلین قبل از سوار کردن دستگاه چرب شود. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل شدن آن ها در اثر حرارت ضروری است.
- از بالون های تقطیر بزرگ نباید استفاده کرد زیرا سبب از بین رفتن مایع می گردد.
- انتخاب مُبرد به نوع تقطیر، سرعت تقطیر و دمای جوش مایع مورد نظر بستگی دارد.
- قبل از انجام تقطیر ، ترکیب مورد نظر را در بالون تقطیر بریزید و آن را وزن کنید و بعد از عمل تقطیر نیز مجدداً بالون را وزن کنید تا مقدار مایع تقطیر شده مشخص شود.
- سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمای لازم) هر ثانیه ، یک تا دو قطره می باشد.

نتیجه گیری :

- قطیر یکی از ساده ترین روش های خالص سازی مایعات است.
- در صنعت نیز از این روش برای خالص سازی مواد استفاده می شود. مخصوصا در پالایشگاه های نفت که از روش تقطیر جزء به جزء برای جدا کردن مشتقات نفت استفاده می شود.
- از تقطیر ساده می توان برای به دست آوردن نقطه جوش نیز استفاده کرد.

٤: عصاره گیری با دستگاه سوکسله

عصاره گیر سوکسله دستگاه آزمایشگاهی است که در سال ۱۸۷۹ توسط فرانس فون سوکسلت (Franz von Soxhlet) اختراع شد. این روش در اصل برای استخراج چربی از مواد جامد طراحی شده بود. با این حال، کاربرد سوکسله به استخراج لپیدها محدود نشده است.

نمونه در مخزن سوکسله (Soxhlet Thimble) ریخته می‌شود، و یک حلال مورد نظر در بالن ریخته می‌شود که در اثر حرارت حلال بخار شده و روی نمونه ریخته می‌شود این چرخه وقتی که مخزن سوکسله پر شد، از طریق سیفون نازک شیشه ای دوباره به بالن بر می‌گردد و به این ترتیب این چرخه انجام می‌شود.

استخراج مداوم به وسیله سوکسله

تئوری آزمایش:

اکثر دانه‌های روغنی حاوی ۱۲ تا ۶۵ درصد روغن میباشند و با توجه به درصد روغن یکی از دو روش استخراج: -۱- استخراج بوسیله پرس و یا -۲- استخراج به وسیله حلال و یا از هر دو روش استفاده می‌شود. به این ترتیب که برای دانه‌هایی که درصد روغن آنها تا حدود ۲۰ درصد باشد فقط از روش استخراج با حلال استفاده می‌شود در حالیکه برای دانه‌های پر روغن توسط استخراج بوسیله پرس و سپس استخراج توسط حلال پیشنهاد می‌شود.

مکانیزم فرایند استخراج روغن در حقیقت همان فرایند (Leaching) یا استخراج از درون جامد با مایع (حلال) می‌باشد و بر این اساس استوار است که روغن تا زمانی که حلایت حلال که معمولاً هگزان نرم‌مال می‌باشد به حد اشباع نرسیده باشد در آن حل شده و از خلل و فرج دانه‌های روغنی خارج می‌شود و زمانیکه حلایت در هگزان به حد اشباع رسید یک تعادل بین مایع خارج (میسلا) و مایع داخل جامد (روغن و میسلا) برقرار شده و به میزانی که مولکول روغن از دانه روغنی پولک شده خارج می‌شود به همان تعداد مولکول روغنی وارد فاز جامد می‌شود.

وسایل لازم: دستگاه سوکسله، ترازو، شعله یا هیتر

مواد لازم: برگ درخت کاج،

روش کار آزمایش:

۵ گرم از برگ درخت کاج رادر کاغذ صافی ریخته و وزن شود . کاغذ صافی را لوله کرده و درون کارتوش قرار دهید و آن را درون قسمت استخراج کننده دستگاه قرار دهید. داخل قسمت استخراج کننده به مقدار لازم (میزان حلال به گونه‌ای باشد که پس از پر شدن محفظه بالا هنوز در محفظه پایینی حلال وجود داشته باشد و خشک نشود. برای اندازه گیری میزان حلال لازم در محفظه بالا حلال بریزید تا از طریق سیفون حلال به محفظه پایینی سرازیر شود و حجم حلال در محفظه پایینی ۳۰ میلی لیتر شود) حلال بریزید. سپس مبرد را وصل کرده و هیتر را روشن کنید و آن را تا زمانی که دوبار سیفون شود حرارت دهید. سپس دستگاه را خاموش کرده و پس از خنک شدن حلال کاغذ صافی را با پنس خارج کرده و در آون به مدت ۵ دقیقه قرار داده تا خشک شود. سپس در دسیکاتور خنک کرده زیرا اگر نمونه داغ باشد برروی ترازوهای دیجیتال تاثیر منفی گذاشته و موجب خطای درازمايش می‌گردد و سپس آن را وزن کنید در فرمول ذیل قرار دهید.

$$\text{وزن نمونه} + \text{کاغذ صافی در انتهای کار} = M_2$$

$$\text{وزن نمونه} + \text{کاغذ صافی در ابتدای کار} = M_1$$

$$\text{درصد روغن} = 100 * (M_2 - M_1) / M_1$$

نکته: اگر حلال (هگزان نرمال) را با دستگاه تعطیر خارج کنیم روغن در ته بالن باقی می‌ماند. با وزن کردن روغن و تقسیم آن بر وزن اولیه برگ درخت کاج (۵ گرم) و ضرب کردن در عدد ۱۰۰ نهایتا هم می‌توان درصد روغن را محاسبه کرد.



۵: تبلور مجدد (Recrystallization)

تبلور مجدد یکی از بهترین روش های خالص سازی برای خالص کردن یک جامد است. در این روش اختلاف در حالت سبب جدا شدن اجسام از یک دیگر و یا سبب جدا شدن ناخالصی از یک جسم میشود. در تبلور مجدد مولکول ها به تدریج از محلول جدا شده و در ردیف های منظمی به یکدیگر متصل می گردند که به عنوان شبکه شناخته می شوند. در این روش ساختمان بلورین جسم جامد را با انحلال در حلال مناسب بطور کامل از بین می برنند و سپس اجازه می دهند تا بلورهای جسم به صورت یک شبکه بلوری مجدداً تشکیل شوند. ناخالصی ها معمولاً در محلول باقی می مانند.

تبلور مجدد شامل چندین مرحله می باشد:

- ۱) انتخاب حلال مناسب
- ۲) انحلال جسم مورد تخلیص در نقطه جوش یا نزدیک آن
- ۳) صاف کردن محلول داغ برای جدا نمودن ناخالصی های نامحلول
- ۴) تبلور از محلولی که در حال سرد شدن است
- ۵) جدا کردن بلورها از محلولی که در آن شناور هستند
- ۶) شستشوی بلورها برای خارج کردن محلولی که به آنها آغشته است
- ۷) خشک کردن بلورها

مواد مورد نیاز: آب مقطر، اتانول، اتر، ماده مجھول معمولاً بنزوئیک اسید، کربن اکتیو(پودر زغال)، آب و یخ

وسایل مورد نیاز: لوله آزمایش، هیتر، ترازو، قیف ، کاغذ صافی، بشر، ارلن مایر، شیشه ساعت

روش آزمایش:

۱- وزن کردن نمونه مجهول

۲ گرم از نمونه مجهول (بنزویک اسید) را توسط ترازو وزن کنید. ■

۲- تعیین حلال مناسب

نکته مهم: حلال مناسب ماده مورد تبلور را در دمای اتاق حل نمی‌کند اما در دمای بالا (نزدیک نقطه جوش حلال) حل می‌کند. حلال مناسب ناخالصی‌های دیگر را نه در دمای اتاق و نه در دمای بالا حل نمی‌کند.

A- برای اینکار در سه لوله‌ی آزمایش به صورت مجزا به ترتیب مقدار ۳ml آب، اتانول و اتر بریزید. ■

B- در هر یک از لوله‌ها ۰/۱ گرم از نمونه‌ی مجهول (بنزویک اسید) را اضافه کنید. ■

نکته ۱: اگر نمونه مجهول در دمای معمولی حل نشد آنرا حرارت دهید تا حل شود. ■

نکته ۲: هر کدام از این مواد که با حرارت نمونه را در خود حل کنند (اما در دمای اتاق حل نکنند) به عنوان حلال مناسب انتخاب می‌شود.

الف) سنجش اتانول برای انتخاب حلال مناسب

۰/۱ گرم نمونه‌ی مجهول در دمای معمولی (دمای آزمایشگاه) در ۳ml اتانول حل شد؛ در نتیجه اتانول نمیتواند حلال مناسبی باشد. ■

ب) سنجش اتر برای تعیین حلال مناسب

۰/۱ گرم از نمونه مجهول را در ۳ml حلال اتر در دمای معمولی حل شد. (اتر حلال مناسبی نیست). ■

ج) سنجش آب برای تعیین حلال مناسب

■ ۰/۱ گرم از نمونه‌ی وزن شده را در ۳ml آب بریزید. که در دمای معمولی حل نمی‌شود. سپس به آنرا حرارت دهید

تا نمونه حل شود. نمونه پس از حرارت دادن حل شد.(نتیجه: آب حلال مناسب برای این نمونه میباشد.)

۳- جدا کردن ۱/۷ گرم از نمونه مجھول

■ برای ادامه‌ی آزمایش ۱/۷ گرم از مجھول را وزن کرده و در یک بشر می‌ریزیم.

۴- اضافه کردن محتویات موجود در لوله آزمایش مرحله ۲-ج به نمونه موجود در بشر مرحله ۳

■ محلول آب و مجھول را که برای شناسایی حلال مناسب ترکیب کرده بودیم (مرحله ۲-ج) را به نمونه موجود در

بشر (مرحله ۳) اضافه می‌کنیم. در نتیجه وزن مجموع مجھول به ۱/۸ گرم می‌رسد.

۵- اضافه کردن آب به مجھول برای حل کردن آن

■ ۴۰ میلی لیتر آب را به نمونه‌ی موجود در بشر اضافه کنید تا آنرا حل کند.

۶- حرارت دادن نمونه و مجھول به منظور حل شدن کامل نمونه



۷- حذف ناخالصی‌های رنگی

■ در صورت نمایان شدن ناخالصی‌های رنگی آنها را توسط کربن اکتیو از بین ببرید.

■ در طی آزمایش اگر به ناخالصی برنخوردید این مرحله را انجام ندهید.

■ در صورت وجود ناخالصی رنگی، نوک اسپاتول کربن فعال به محلول داغ اضافه کنید، کمی هم بزنید و با کاغذ صافی و قیف داغ شده صاف کنید.



۸- سرد کردن تدریجی محلول

■ محلول را از روی حرارت بر میداریم و آنرا در گوشه ای میگذاریم تا سرد شود.

■ اگر با سرد شدن، بلور تشکیل نشد آنرا در آب و یخ میگذاریم تا بلور تشکیل شود.

۹- قرار دادن بشر حاوی محلول در آب و یخ

■ اگر بلور در دمای معمولی تشکیل نشد بشر رادر آب و یخ قرار دهید.

■ اگر باز هم بلور تشکیل نشد با همزن شیشه‌ای دیواره بشر حاوی محلول را خراش دهید به گونه‌ای که صدای دلخراشی تولید شود!

۱۰- ظاهر شدن بلورها

■ با قرار دادن بشر در آب و یخ کم بلورها تشکیل می‌شوند.



۱۱-آماده سازی کاغذ صافی و قیف برای جداسازی بلوورها

■ کاغذ صافی وزن شده و قیف را آماده کنید.

۱۲-قرار دادن بلوورها در شیشه ساعت برای خشک کردن بلوورها



۱۳-بلورها را وزن کنید. وزن خالص را با کم کردن وزن کاغذ صافی محاسبه کنید.

عوامل ایجاد خطأ :

۱- تمیز نبودن وسایل آزمایشگاهی

۲- وجود گرد و غبار در رسویی که خشک شد

نکته بسیار مهم: بلوورها را برای آزمایش گروه های بعدی یا ترم های بعد در ظرفی دردار و با برچسب

بنزوئیک اسید جمع آوری کنید.

۶: تهیه آسپرین

در زمان های قدیم مردم بر این باور بودند که جویدن پوست درخت بید تب را کاهش میدهد. از زمانی که علائم بیماری ها صریح و واضح تر می شد، مشخص شد که جویدن پوست درخت بید علائم مalaria را کاهش میدهد. در اوایل قرن نوزدهم مردم به طب گیاهی علاقه خاصی پیدا کردند. در سال ۱۸۵۳ شیمی دان آلمانی گرهارت ماده جدیدی با نام استیل سالیسیلیک اسید را از سالیسیلیک اسید و استیک آنیدرید تهیه کرد. این سنتز تا حدود زیادی گزارش نشد. شیمی دان آلمانی دیگری به نام کلوب روش صنعتی بزرگتری برای سنتز سالیسیلیک اسید کشف کرد.

آسپرین به عنوان داروی مسکن، تب بر، ضد روماتیسم (ضد تورم، به خصوص برای درد مفاصل) و به عنوان مهار کننده تجمع پلاکتی مصرف می شود. گرچه داروی پر مصرفی است ولی دارای اثرات جانبی ناخواسته، به خصوص سوزش معده و حتی خونریزی است. تحقیقات نشان می دهند که استفاده از آسپرین یا داروهای حاوی آسپرین در کودکانی که بیماری ویروسی دارند یا به تازگی از یک بیماری ویروسی بهبود پیدا کرده اند، می تواند منجر به بروز سندروم رای (یک نوع بیماری مغزی) شود. به دلیل این اثرات نامطلوب، به تدریج سایر مسکن ها مانند استامینوفن (تیلنول) که از ۴-آمینوفنل-(p-آمینوفنل) تهیه می شود، افزایش یافته است.

وسایل لازم: ارلن - بشر - استوانه ۱۰۰- دماسنج - ۳ عدد لوله آزمایش - حمام یخ - حمام آبگرم

مواد لازم: سالیسیلیک اسید، اسید سولفوریک، پیریدین، استات سدیم، آنیدرید استیک

روش کار:

- ✚ ۳ لوله آزمایش بر میداریم و آنها را با برچسب را شماره گذاری می کنیم.
- ✚ داخل هر یک از سه لوله ۱ گرم سالیسیلیک اسید و ۲/۵ میلی لیتر استیک آنیدرید می ریزیم.
- ✚ لوله آزمایش شماره ۱ را بر می داریم و داخل آن دماسنج می گذاریم، دمای اولیه را یادداشت می کنیم سپس ۵ قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه می کنیم و زمان می گیریم که چقدر طول می کشد تا دمای ثانویه ۴ درجه بالا برود (به عنوان مثال اگر دمای اولیه ۲۰ درجه است زمان را تا رسیدن ۲۴ درجه ثانویه یادداشت می کنیم).
- ✚ سپس در لوله آزمایش شماره ۲ مقدار ۵ قطره پیریدین اضافه می کنیم برای این مرحله هم مثل شماره ۱ زمان را یادداشت می کنیم.
- ✚ به لوله آزمایش شماره ۳ مقدار ۰/۰ گرم استات سدیم اضافه می کنیم. برای این مرحله هم مثل لوله شماره ۱ و ۲ عمل می کنیم.
- ✚ سپس محتويات هر سه لوله را به ارلن مایر ۱۰۰ منتقل کرده و ۲ قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه می کنیم.
- ✚ ارلن را روی هیتر در دمای ۷۰ درجه به مدت ۱۵ دقیقه قرار می دهیم.

می گذاریم محلول سرد شود.

سپس ۵۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه می کنیم.

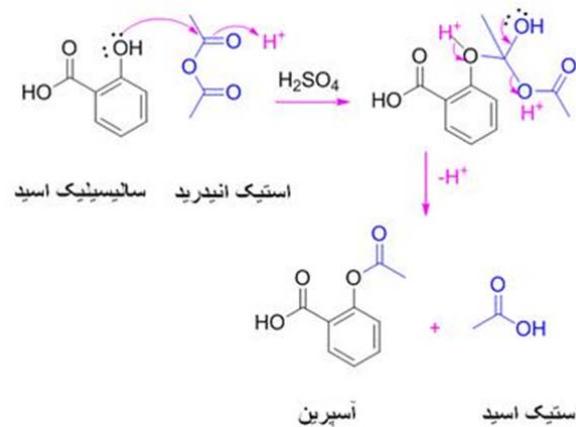
ارلن را داخل حمام آب بخ قرار می دهیم تا رسوب تشکیل شود.



رسوب را صاف کرده، خشک می کنیم، وزن می کنیم و راندمان را محاسبه می کنیم.



mekanisem təhiiye Aspirin həm be şورت zir ast:



۷: تهیه صابون

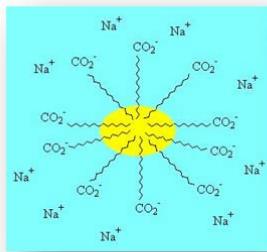
صابون در اثر واکنش چربیهای طبیعی با سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید نمکهای سدیم پتاسیم کربوکسیلیک اسیدهای چرب به دست می آید. این نمکها همان صابون است که از نظر حل کردن مواد آلی غیر قطبی بسیار سودمند و جالب می باشد.



صابون دارای قدمتی بالغ بر ۲۳۰۰ سال می باشد. به احتمال زیاد صابون را اولین بار مصریان در دره‌ی نیل ساختند. در حدود ۶۰۰ سال پیش از میلاد ملوانان فنی فیقن صابون سازی را به سواحل مدیترانه برداشتند. اما در آن زمان از کاربرد آن اطلاع درستی نداشتند و تنها به عنوان یک کالای واسطه‌ای جهت داد و ستد از آن استفاده می نمودند.

در قرن اول میلادی بهترین صابون از چربی بز و خاکسترها بدست آمده از سوزاندن چوب درخت آش به دست می آمد. تا پایان قرن هجدهم صابون را از چربی حیوانی و خاکستر چوب تهیه می کردند. در همان موقع معلوم شد می توان به جای خاکستر چوب از سود سوزآور استفاده کرد. در همین زمان روغن‌های گیاهی نظیر روغن زیتون، روغن نارگیل، روغن کنجد و روغن سویا جانشین چربی‌های حیوانی شدند.

ریشه در بیش از ۲۰۰۰ سال گذشته دارد. در حفاری‌های بمبئی یک کارخانه صابون سازی پیدا شده است. با این حال در میان بسیاری از صنایع شیمیایی هیچ‌کدام همانند صنایع صابون سازی چنین تغییرات بنیادی در مواد اولیه شیمیایی خود تجربه کرده‌اند. معمولاً پذیرفته شده است که مصرف سرانه صابون نشان دهنده سطح زندگی افراد هرکشور است.



الف: صابون حمام و دستشویی (صابون سخت) : در این نوع صابون ها برای رعایت نکات بهداشتی مربوط به پوست بدن و موی سر مواد قلیایی را به حداقل کاهش داده مواد پرکننده‌ی طبیعی و خشی مواد معطر رنگی و نرم کننده‌ی پوست نیز به آنها اضافه می‌شود.

ب: صابون رخت شویی : این نوع صابونها از مواد چربی ارزان تهیه می‌شود. اما امروزه به علت استفاده از پاک کننده‌های غیر صابونی مصرف آنها کاهش یافته است. نوعی صابون سیاه رنگ که از پتاں در آن استفاده می‌شود نیز برای شستن لباس تهیه می‌شود. صابون رختشویی ممکن است به صورت براده پودر (حتی مخلوط با پودر پاک کننده‌های غیر صابونی) برای مصرف در لباسشویی استفاده شود.

ج: صابونهای طبی : این نوع صابونها برای معالجه‌ی بیماریهای جلدی عفونی و قارچهای پوستی تهیه می‌شوند و در آنها از موادی مانند اسید بوریک ، اکسید روی ، یدیدها ، کلرید جیوه (II) ، استئارات مس (II) قطران و تیمول استفاده می‌شود

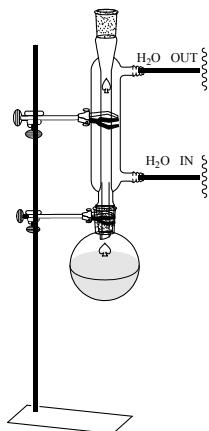
د: صابونهای مخصوص ماشینهای لباسشویی : این نوع صابونها حدود ۵ تا ۱۵ درصد مواد آلی در نقش حلال مانند تتراکلرو اتیلن و یا ۱،۱،۱ تری کلرو اتان ، سیکلو هگزانول و مقداری نیز مواد امولسیون کننده و مواد افزودنی مورد نظر را در بردارند.(بخار این مواد سمی است)

و: صابونهای ساینده : این نوع صابونها دارای ۷۰ درصد پودر نرم سیلیسی ، ۱۵ درصد آلومین ، مقداری پلی فسفات سدیم و کمی روغن کاج (برای رفع بوی نامطبوع) اند. برای تمیز کردن سطح وسایل فلزی و اشیای دیگر کاربرد دارند. معمولاً برای پاک شدن رنگ فلز ، مقداری مواد اسیدی نیز استفاده می‌شود.

ه: صابونهای مخصوص آبهای سخت: این نوع صابونها از چربیهای گیاهی مانند روغن نخل و نارگیل تهیه می‌شوند و مواد افروزنی معینی از جمله فسفاتهای فلزات قلیایی را در بر دارند و در آب دریا خوب کف می‌کنند و از این رو اهمیت ویژه‌ای دارند.

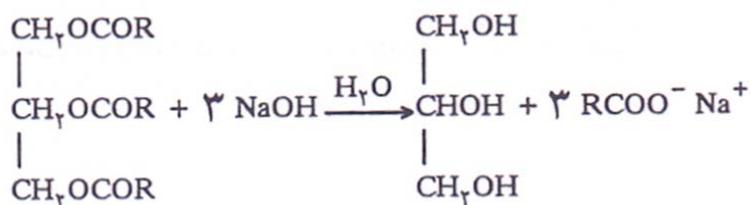
ی: صابون شفاف: این نوع صابون دارای گلیسرین، قند و الکل می‌باشد و ظاهری شفاف ولی قدرت پاک کنندگی کمتری دارد.

شرح آزمایش:



- ۱۵ گرم کره یا روغن را داخل بالن تقطیر ته صاف بریزید.
- به آن ۵ گرم سود و ۱۵ میلی لیتر آب مقطر و ۱۵ میلی لیتر اتانول اضافه کنید.
- سپس داخل بالن تقطیر یک عدد مگنت قرار داده و بگذارید مدت یک ساعت رفلaksن شود.
- سپس داخل یک بشر بزرگ، ۳۰۰ میلی لیتر آب نمک اشباع درست کنید.
- محتویات بالن تقطیر را پس از یک ساعت رفلaksن، داخل آب نمک اشباع بریزید.
- صابون تشکیل شده را صاف کنید.

واکنش صابون شدنی:



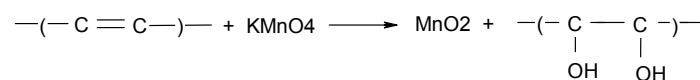
نوع تست:

تست بایر(برای تشخیص پیوند دوگانه)

یکی از زاه های تشخیص سیر شده بودن یک ترکیب کربنی استفاده از تست بایر است. در این تست از پتابسیم پرمگنات به عنوان شناساگر استفاده می شود.

روش انجام تست:

۳ میلی لیتر اب صابون را به ۳ میلی لیتر ۱% KMnO₄ اضافه کنید. اگر صابون دارای پیوند دوگانه باشد محلول به رنگ قهوه ای در می آید



تست سختی:

۳ میلی لیتر اب صابون را به ۳ میلی لیتر محلول ۲% FeCl₃ اضافه کنید. ایا لخته شدن اتفاق می افتد یا خیر؟

۸: عنوان آزمایش : ایزومری شدن

بسیاری از فرایند های طبیعی را اثر ایزومری شدن رخ می دهند. بینایی با ایزومریزاسیون امکان پذیر شده است.

ایزومر :

دو ترکیب که فرمول مولکولی یکسان ولی آرایش اتمی متفاوت داشته باشد ایزومر نامیده می شوند. به عبارتی ترکیباتی که دارای فرمولهای بسته مشابه ولی فرمولهای گسترده متفاوت باشند را ایزومری می گویند. چنین ترکیباتی در خواص شیمیایی و فیزیکی باهم فرق دارند. این کلمه از واژه یونانی *meros* به معنای (ساخته شده از بخش های یکسان) گرفته شده است.

در حالت کلی ، می توان ایزومرها را به دو نوع ایزومری ساختمانی (ایزومر بنیادی) و ایزومری فضایی تقسیم بندی نمود. که هر کدام از این ایزومرها دارای انواع مختلف می باشند.

ایزومری ساختمانی:

۱. ایزومر اسکلتی ۲. ایزومر موضعی ۳. ایزومر عاملی ایزومر فضایی : الف) ایزومر هندسی ب) ایزومر نوری

روش کار:

- ۵ گرم مائیک اسید را وزن کرده داخل بالن تقطیر ته صاف بریزید.
- به آن ۷ میلی لیتر آب گرم اضافه کرده و حل کنید.
- سپس ۱۰ میلی لیتر اسید کلریک غلیظ به آن اضافه کنید.
- بگذارید مدت ۳۰ دقیقه رفلaks شود.



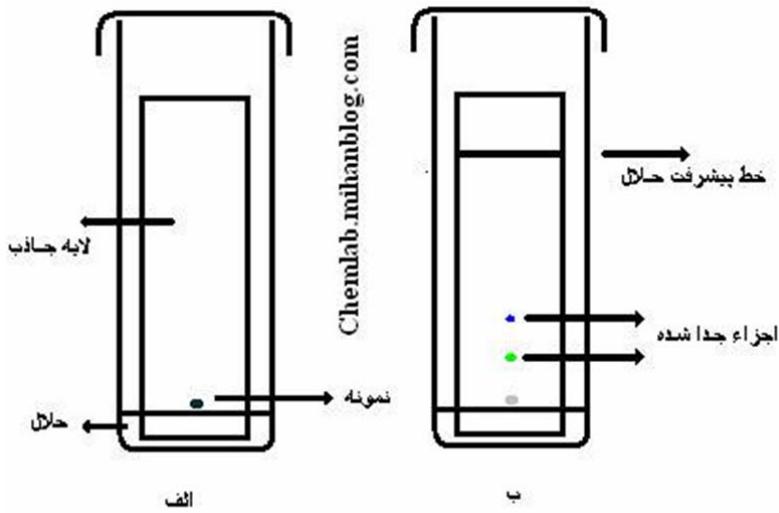
- رسب تشکیل شده را صاف کنید، خشک کرده و راندمان را محاسبه کنید.
- برای بلوری شدن رسب، به رسب آنقدر اسید کلریک ۱ مولار داغ اضافه کنید تا تمام رسب حل شود. (احتیاط: حتماً زیر هود انجام شود چون بخارات بسیار خطرناک است!)
- اجازه دهید محلول سرد شود.
- سپس محلول را داخل حمام آب یخ قرار دهید تا بلور تشکیل شود.
- سپس بلورهای سفید فوماریک اسید را صاف کنید.

▪ چند سوال مهم

- چرا مالئیک اسید در آب محلول است ولی فوماریک اسید نامحلول است؟
- علت را باید در قطبیت حلال و حل شونده برسی کرد، آب حلالی قطبی است درنتیجه مواد قطبی قابلیت انحلال در آنرا دارند. مالئیک اسید و فوماریک اسید هردو دارای دو گروه الکترون کشنده در ساختار خود هستند اما تفاوت اصلی در ساختار و نحوه الکترون کشنده -COOH واقع شده است. در مالئیک اسید گروه ها الکترون کشنده به نحوی قرار گرفته اند که برایند نیرو های ممان دوقطبی متوجه یک سمت مولکول است در نتیجه جا به جایی ابر الکترونی مولکول قطبی شده و قادر به انحلال در آب که حلال قطبی است می باشد. اما در فوماریک اسید ساختار ملکول و نحوه قرارگیری گروههای الکترون کشنده به نحوی است که هر یک از گروههای الکترون کشنده برخلاف جهت یکدیگر وارد عمل شده در نتیجه برایند ممان دوقطبی ملکول صفر می شود، بنابر این فوماریک اسید ناقطبی بوده و در آب که حلالی قطبی است به شکل نامحلول باقی می ماند
- نقطه ذوب فوماریک اسید خیلی بیشتر از مالئیک اسید است چرا؟

۹: کروماتوگرافی لایه نازک TLC

کروماتوگرافی لایه نازک نوعی کروماتوگرافی جاذب - مایع است و اصول آن مانند کروماتوگرافی ستونی است. ولی در این مورد جسم جاذب جامد را به صورت یک لایه نازک در روی یک قطعه شیشه یا پلاستیک محکم پخش می‌کنند. یک قطره از محلول نمونه با مجھول را در نزدیکی لبه صفحه می‌گذارند و صفحه را همراه مقدار کافی از حلال استخراج کننده در ظرفی قرار می‌دهند. مقدار حلال باید آنقدر باشد که فقط به سطح زیر لکه برسد (شکل الف). حلال به طرف بالای صفحه می‌رود و اجزاء مخلوط را با سرعتهای متفاوت با خود میبرد. در نتیجه ممکن است تعدادی لکه روی صفحه ظاهر شود. این لکه‌ها روی یک خط عمود بر سطح حلال ظرف قرار می‌گیرند (شکل ب).



این روش کروماتوگرافی بسیار آسان است و به سرعت هم انجام می‌شود. این روش برای تفکیک اجزاء یک مخلوط بسیار مفید است و همچنینی می‌توان از آن برای تعیین بهترین نسبت دو حلال استخراج کننده (عموماً هگزان و اتیل استات) جهت کروماتوگرافی ستونی استفاده کرد.

در TLC میتوان از همان فاز ساکن که در کروماتوگرافی ستونی استفاده می‌شود استفاده کرد و در این میان سیلیکا و آلومینا بیشتر به کار می‌رود. عموماً جسم جاذب را با مقدار کمی از ماده نگهدارنده مانند کچ شکسته بندی، کلسیم سولفات و یا نشاسته مخلوط می‌کنند تا جسم جاذب چسبندگی لازم را پیدا کند و به صفحه بچسبد. صفحه‌ها را میتوان قبل از مصرف تهیه

کرد و یا از ورقه های پلاستیکی آماده که در بازار موجود است استفاده نمود. کمی ماده فلورسانس کننده هم برای رنگی شدن نمونه ها زیر لامپ UV استفاده می کنند.

یکی از مزایای مشخص TLC آن است که احتیاج به مقدار بسیار کمی از نمونه دارد. در بعضی موارد میتوان تا مقدار ۱۰-۹ گرم را تشخیص داد. اما ممکن است اندازه نمونه تا ۵۰۰ میکرو گرم برسد. برای جداسازی مخلوط محصولات واکنش های شیمیایی می توان از صفحات TLC بزرگ تر استفاده نمود. در این تجربه ها لکه های جدا شده مختلف را می تراشند و هر یک را در ظرفی جداگانه ریخته و با یک حلال مناسب می شویند و با صاف کردن (سیلکاژل یا آلومینای تراشیده شده در هیچ حلالی حل نمی شود) و سپس با تبخیر حلال هر یک از اجزا مخلوط را جدا می کنند.

تشخیص لکه های رنگین در روی کروماتوگرام آسان است و برای تعیین محل لکه های اجسام بینگ روشهای متعددی وجود دارد. برای مثال میتوان با تابش نور ماوراء بنفس به صفحه محل لکه، ترکیبها را که خاصیت فلورسانس دارند مشخص کرد. به روش دیگر میتوان جسم جاذب را با ماده فلورسانس دار بی اثر دیگری مخلوط کرد. هنگامی که نور ماوراء بنفس به این صفحه بتابد، لکه اجسامی که نور ماوراء بنفس را جذب می کنند ولی خاصیت فلورسانس ندارند در زمینه فلورسانس دار صفحه به صورت تیره رنگ ظاهر می شوند. در بسیاری موارد دیگر، از معروفهای آشکارساز دیگری استفاده می کنند. این معروفها را میتوان بر روی کروماتوگرام پاشید و لکه ها را ظاهر کرد. سولفوریک اسید، که بسیاری از ترکیبات آلی را به ذغال تبدیل میکند و محلول پتاسیم پرمگنتات نمونه هایی از معروفهای آشکار ساز هستند که به این روش مصرف می شوند. ید نیز معروف آشکار ساز دیگری است که مصرف می شود. در این مورد صفحه را دز ظرفی میگذارند که محیط آن از بخار ید اشباع باشد. بسیاری از ترکیبات آلی ید را جذب میکنند و لکه آنها روی کروماتوگرام رنگین (معمولًا قهوه ای) می شود.

در شرایط معین سرعت حرکت ترکیب نسبت به سرعت پیشرفت حلال (R_f) خاصیت مشخصی از ترکیب است. برای تعیین این مقدار مسافتی را که جسم از خط شروع تا وسط لکه را طی کرده است اندازه میگیرند و آنرا به مسافتی که حلال پیموده تقسیم می کنند. این مسافت را با خط شروع یکسانی می سنجند.

مواد لازم: ۲ عدد کاغذ TLC در ابعاد ۷*۳ سانتی متر، حلال اتیل استات و هگزان نرمال

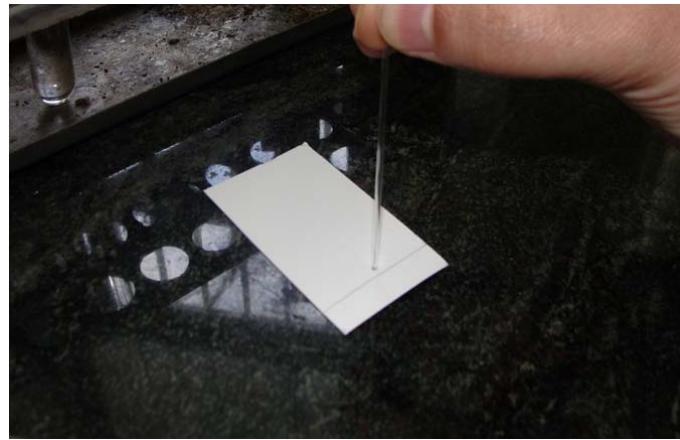
وسایل لازم: بشر ۱۰۰ میلی لیتری، شیشه ساعت، لوله مویین، لامپ UV، خط کش، مداد

روش کار برای جدا سازی مخلوط بنزووفون و بنزوئیک اسید :

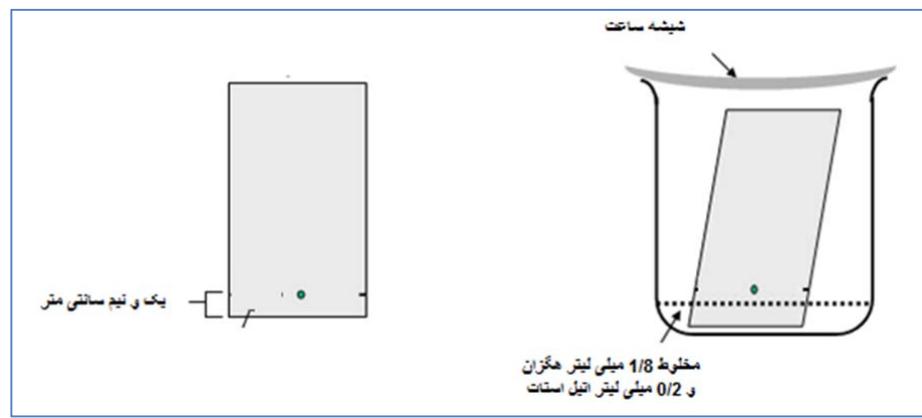
۱- در فاصله ۱/۵ سانتی متری کاغذ TLC با مداد و خط کش خط عرضی (محل لکه گذاری) بکشید. به آرامی انجام دهید تا کاغذ TLC خراش برندارد. سطح کاغذ TLC را لمس نکنید و برای انتقال آن را با دو انگشت از طرفین بگیرید.

۲- مقدار کمی بنزووفون و بنزوئیک اسید را در ۵ میلی لیتر اتر حل کنید.

صفحات TLC را در محل خط کشی شده با محلول اتری توسط لوله موینن لکه گذاری کنید. هر چه لکه کوچکتر باشد بهتر است. سمت رنگی لوله موینن را در محلول اتری فرو نبرید چون رنگ آن حل می‌شود!



- ۳- ۱/۸ میلی لیتر هگزان نرمال و ۰/۲ میلی لیتر اتیل استات را در یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری تمیز بریزید. بشر را در جای مسطح بگذارید.
- ۴- صفحه TLC لکه گذاری شده را در بشر قرار دهید و در آن را با شیشه ساعت ببندید منظر باشید تا حلال از صفحه TLC بالا بیاید.

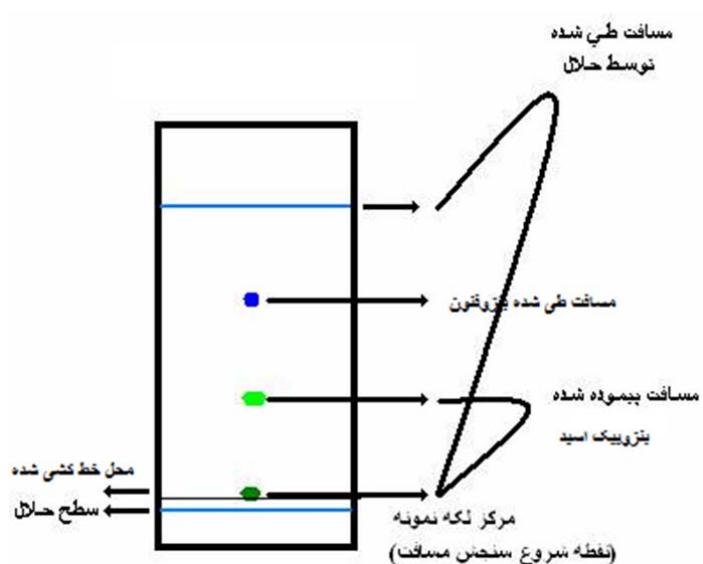


- ۵- هنگامی که حلال به فاصله ۱cm انتهای صفحه TLC رسید صفحه را از بشر با استفاده از انبرک خارج کنید.
- ۶- صفحه را زیر لامپ UV مشاهده کنید. طرحی از شکل و اندازه و رنگ و مکان لکه در صفحه کروماتوگرام را در دفتر خود رسم کنید.



-۷ R_f (مسافت طی شده توسط جسم به مسافت طی شده توسط حلal) را برای هر دو لکه در صفحه TLC محاسبه کنید. جسمی که R_f بیشتری دارد بنزوفنون (ماده غیر قطبی تر) است.

-۸ در انتهای صفحات TLC استفاده شده را با مثانول بشویید تا تمیز شده و برای استفاده بعدی آماده باشد.



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

کاربرد دیگر TLC: تفکیک مواد رنگی برگ سبز

چند میلی لیتر از مخلوط ۲ به یک اتر نفت و اتانول را همراه با چند برگ سبز در هاوونی بگذارید و برگها را با دسته هاوون له کنید. مایع بدست آمده را به یک قیف جدا کننده منتقل کنید و همان حجم آب مقطر به آن اضافه کنید و تکان دهید. فاز آبی پایینی را دور بریزید. این شیستشو را دو بار انجام دهید و هر بار فاز آبی را دور بریزید. و آب تازه اضافه کنید. لایه آبی (بالایی) را به ارلن کوچکی منتقل کنید و به آن ۲ گرم سدیم سولفات بدون آب اضافه کنید (برای آب گیری).

یک نوار ۱۰ سانتی از ورقه کروماتوگرام سیلیکاژل تهیه کنید و یک لکه ۱ الی ۲ میلی متری از محلول ماده رنگی را طوری بر روی صفحه قرار دهید که حدود ۱ و نیم سانتی متر از انتهای آن فاصله داشته باشد (برای گذاشتن لکه از لوله مویین تمیز استفاده کنید). صبر کنید تا لکه خشک شود. برای جداسازی از حلال بنزن - استون با نسبت ۷ - ۳ (حجمی) مطابق توضیحات بالا استفاده کنید.

ممکن است تا هشت لکه رنگین مشاهده شود. این لکه ها به ترتیب کاهش مقدار R_f عبارتند از کاروتنها (دو لکه نارنجی)، کلروفیل a (آبی - سبز)، کلروفیل b (سبز) و زانتوفیلها (چهار لکه زرد).

۱۰: اندازه‌گیری وزن مخصوص روغن‌ها

هدف: وزن مخصوص شخص مناسبی برای شناسایی نوع روغن و شناسایی تقلبات در روغن می‌باشد
مواد و وسایل مورد نیاز: روغن، ترازو، پیپت، آب مقطر، پیکنومتر، پوار
مقدمه

وزن مخصوص، نسبت دانسیته یک ماده به دانسیته آب هم وزن خودش می‌باشد. برای اندازه‌گیری وزن مخصوص روغن از پیکنومتر استفاده می‌شود که پیکنومتر وسیله‌ای است برای تعیین چگالی و ضریب انبساط یک مایع، متشكل از یک ظرف شیشه‌ای مدرج که گنجایش حجم معینی از یک مایع را در دمای معینی داشته باشد با توزین ظرف پر از مایع در دماهای مختلف تغیرات چگالی، و در نتیجه انبساط ظاهری مایع را می‌توان معین کرد.

پیکنومتر طرفیست با حجم مشخص برای اندازه‌گیری دانسیته مایعات و جامدات. درب پیکنومتر دارای سوراخی برای خروج مایعات اضافی است. حجم پیکنومتر معمولاً با سه رقم اعشار بر روی بدنه آن مشخص شده است. همچنین بر روی گلو و درب پیکنومتر عددی حک شده است. این دو عدد مشابه برای آن است که درب پیکنومتر با پیکنومترهای دیگر جایجا نشود. بدینهی سمت در صورتیکه درب پیکنومتر جایجا شده باشد حجم حک شده بر روی بدنه پیکنومتر از درجه اعتبار ساقط است.



عوامل موثر در وزن مخصوص روغن :

- ۱- با افزایش وزن مولکولی یا طول زنجیره مولکولی اسیدهای چرب، وزن مخصوص کم می‌شود .
- ۲- با افزایش درجه اشباعیت ، وزن مخصوص کاهش می‌یابد .
- ۳- با افزایش دما ، وزن مخصوص کم می‌شود .

۴- اکسیداسیون روغن وزن مخصوص را زیاد می کند.

استاندارد ها						
کنجد	آفتابگردان	پنبه دانه	سویا	سبوس برنج	زیتون	نوع روغن
۰/۹۱۸	۰/۹۲	۰/۹۱۷	۰/۹۱۷۵	۰/۹۲-۰/۹۱	۰/۹۲-۰/۹۱	وزن مخصوص

روش آزمایش : ابتدا وزن پیکنومتر خالی را با ترازو بدست می آوریم . باید توجه داشته باشیم که وزن پیکنومتر را به همراه درب آن اندازه می گیریم. سپس بوسیله یک پیپت بهمراه پوآر روغن را به پیکنومتر منتقل کرده تا پیکنومتر از روغن پر شود سپس درب پیکنومتر را گذاشته تا روغن اضافی از پیکنومتر خارج شود و بعد روغن دور پیکنومتر را تمیز کرده و وزن آنرا بدست می آوریم .

بار دیگر پیکنومتر را با آب مقطر پر کرده سپس درب پیکنومتر را گذاشته تا آب اضافی از پیکنومتر خارج شود و بعد آب دور پیکنومتر را تمیز کرده و وزن آنرا با ترازو بدست می آوریم .

برای بدست آوردن وزن مخصوص روغن از رابطه زیر استفاده می کنیم .

وزن پیکنومتر خالی - وزن پیکنومتر و نمونه = وزن مخصوص

وزن پیکنومتر خالی - وزن پیکنومترو آب

۱۱-شناسایی گروههای عاملی

۱) فنولها

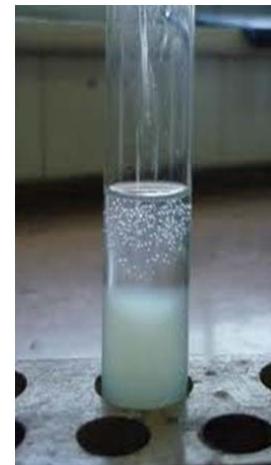
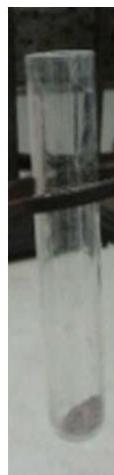
۱-الف) - تست پرمنگنات پتاسیم: ۱٪ گرم فنول را در یک میلی لیتر اتانول حل کنید. ۵ قطره پرمنگنات پتاسیم

۱٪ آبی اضافه کنید. تشکیل رسوب قهوه‌ای رنگ دلیل وجود فنول است.

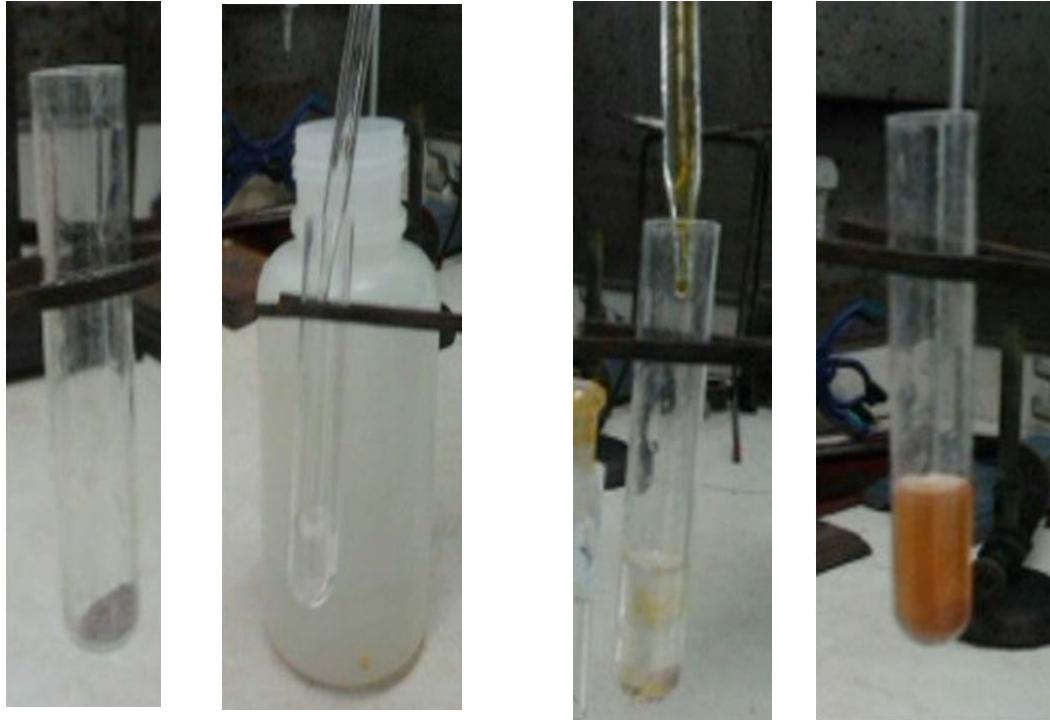


۱-ب) تست آب-برم: ۱٪ گرم فنول را در یک میلی لیتر آب حل کنید (اگر حل نشد مهم نیست). محلول آب-برم (

محلول اشباع برم در آب) قطره قره اضافه کنید. رسوب سفید رنگ دلیل وجود فنول است.



۱-ج) تست فریک کلرید: ۰/۰۳ گرم فنول را در ۳ میلی لیتر آب به صورت سوسپانسیون درآورید. ۵ قطره محلول آبی فریک کلرید ۵٪ (FeCl₃) اضافه کنید. محلول تغیر رنگ می‌دهد.

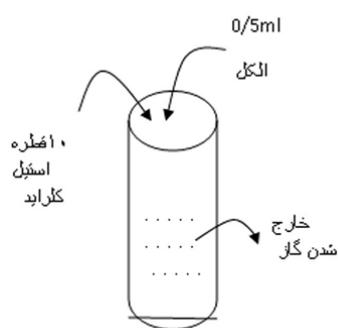


۱-د) محلول سدیم هیدروکسید

انحلال پذیری فنولها در محلول سدیم هیدروکسید، در مورد فنولهایی که امکان مزدوج شدگی در باز مزدوج (آنیون فنولات) آنها زیاد است، با رنگی شدن محلول همراه است. برای مشاهده رنگ، باید مقدار کمی از فنول را در محلول سدیم هیدروکسید ۱۰٪ حل نمود. انحلال بعضی فنولها با رنگی شدن همراه نیست. و تعدادی از آنها نیز در محلول سدیم هیدروکسید نامحلول هستند و بصورت رسوب می‌باشند.

۱- شناسایی الکلها

۲-الف) تست استیل کلراید: ۰/۵ میلی لیتر الکل را درون لوله آزمایش ریخته پس به آن ۱۰ قطره استیل کلراید اضافه می‌کنیم که با خارج شدن گاز و گرم شدن لوله همراه است.



۲-ب) تست سریک آمونیوم نیترات

معرف سریک آمونیوم نیترات با ترکیباتی که دارای گروههای هیدروکسیل الکلی هستند، یک کمپلکس قرمز رنگ تشکیل می‌دهد. جواب آزمون برای الکلهای نوع اول، دوم و سوم که کمتر از ۱۰ کربن دارند، مثبت است. تمام انواع گلیکول‌ها، پلی‌ال‌ها، کربوهیدرات‌ها، هیدروکسی اسیدها، هیدروکسی آلدهیدها و هیدروکسی کتون‌ها، به این آزمون پاسخ مثبت داده و تولید محلول قرمز می‌کنند.

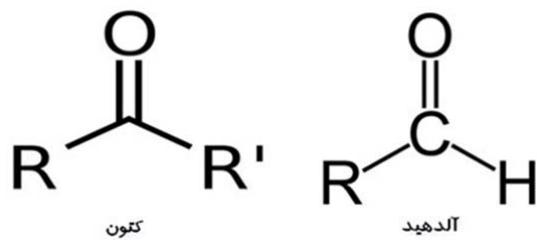


۲-ج) تست اسید کرومیک (معروف جونز): ۱ میلی لیتر استون خالص را به ۲ قطره الکل می‌افزاییم پس ۱-۲

قطره اسید کرومیک به مخلوط می‌کنیم اگر محلول فوراً سبز الکل نوع اول یا دوم است ولی اگر اصلاً سبز نشد الکل نوع سوم می‌باشد.

۲- شناسایی آلدهیدها و کتونها

در ترکیباتی که دارای گروه عاملی کربونیل هستند ، اگر گروه کربونیل با اتمهای هیدروژن یا گروههای آلکیل استخلاف شده باشد ، آلدهید (RCOR) یا کتون (RCHO) نامیده می شوند . شیمی این ترکیبات ، در واقع شیمی گروه عاملی کربونیل است . شناسایی این ترکیبات به وسیله واکنشهای مشخصه گروه عاملی کربونیل امکان پذیر است .

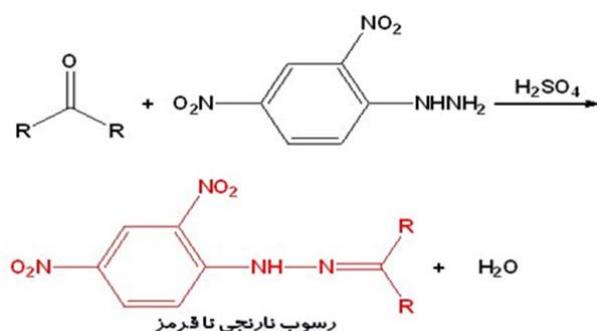


برای شناسایی آلدهیدها و کتونها آزمونهای مختلفی وجود دارد که می توان از آنها به آزمون های ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین ، آزمون کرومیک اسید ، آزمون یدوفرم و ، آزمون تالنژ اشاره نمود .

۳-الف) تست ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین :

آلدهیدها و کتونها با معرف ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین تشکیل رسوب نارنجی تا قرمز می دهند . این آزمون برای شناسایی آلدهیدها و کتونها از سایر ترکیبات مورد استفاده قرار می گیرد . چنانچه آلدهید یا کتون مورد آزمایش به صورت انون باشد در این صورت رنگ رسوب به سمت قرمز گرایش پیدا خواهد کرد .

در شکل زیر واکنش بین یک کتون و معرف ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین را مشاهده می کنید :



روش تهیه معرف ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین :

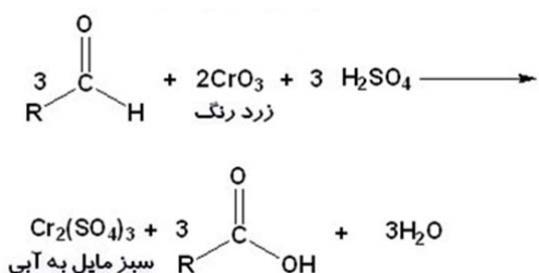
۱ گرم ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین را در ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ حل کرده و آن را با احتیاط به محلول ۷ میلی لیتر آب و ۲۵ میلی لیتر اتانول ۹۵ درصد اضافه کنید . پس از آنکه محلول را به شدت هم زدید ، آن را از جامدات حل نشده جدا کنید .

روش کار شناسایی :

۲ یا سه قطره از مایع مجھول (۰/۰۵ گرم از جامد) را در ۲ میلی لیتر اتانول حل کرده و قطره قطره از معرف ۲ و ۴ - دی نیترو فنیل هیدرازین به آن اضافه کنید . تشکیل رسوب نارنجی تا قرمز دلیل بر وجود یک آلدهید یا کتون است . حضور پیوند دوگانه مزدوج با گروه کربونیل باعث ایجاد رسوب قرمز رنگ می شود .

۳-ب) تست کرومیک اسید :

آزمون کرومیک اسید برای تشخیص آلدهیدها از کتون ها مورد استفاده قرار می گیرد .



روش تهیه معرف کرومیک اسید :

۲۵ گرم CrO_3 را به ۲۵ میلی لیتر سولفوریک اسید اضافه کرده و مخلوط را هم بزنید ، تا خمیر یکنواختی حاصل شود . سپس مخلوط را با ۷۵ میلی لیتر آب م قطر رقیق نموده (با احتیاط) و آن را خوب هم بزنید ، تا محلول نارنجی رنگ روشنی به دست آید .

روش کار شناسایی به وسیله معرف کرومیک اسید :

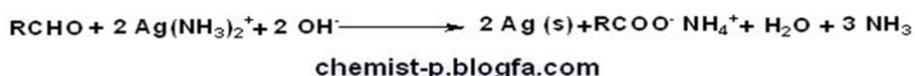
در لوله آزمایش ۱ میلی لیتر استون ریخته و به آن ۳ قطره مایع (۰/۰۵ گرم جامد) از مجھول را اضافه کنید . سپس یک قطره معرف کرومیک اسید افزوده و لوله را خوب تکان دهید ، تا محتویات آن خوب مخلوط شود . از بین

رفتن رنگ نارنجی و تشکیل رسوب یا امولسیون سبز نشان دهنده این است که ماده مجهول ، الكل نوع اول ، الكل نوع دوم و یا آلدہید می باشد .

۳-ج) تست تالنر یا تولنس :

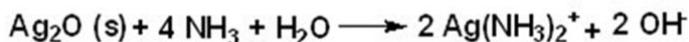
آزمون تالنر (تولنس) یکی دیگر از روش‌هایی است که برای تشخیص آلدہیدها از کتونها به کار می رود . آلدہیدها در واکنش با معرف تالنر (تولنس) تولید آینه نقره ای در جدار لوله آزمایش می کنند .

در شکل زیر واکنش مربوط به تست تالنر (تولنس) را مشاهده می کنید :



روش تهیه معرف تالنر (تولنس) :

محلول A از حل کردن ۳ گرم نقره نیترات در ۳۰ میلی لیتر آب قابل تهیه است و محلول B محلول سود ۱۰ درصد است . واکنشگر باید بالاصله بعد از تهیه مصرف شود . برای تهیه واکنشگر تالنر (تولنس) ، یک میلی لیتر از محلول A را با یک میلی لیتر محلول B مخلوط کنید . رسوب نقره اکسید تشکیل می گردد . سپس قطره قطره محلول آمونیاک غلیظ به آن اضافه کنید ، تا رسوب نقره اکسید حل شود . اکنون واکنشگر برای انجام آزمایش آماده است .



توجه : واکنشگر تالنر (تولنس) باید در هنگام مصرف تهیه شود و باقی مانده آن در ظرف شویی دفع گردد . چنانچه محلول نگهداری شود ، امکان تشکیل رسوب انفجاری وجود دارد . این رسوب مخلوطی از نیترید نقره و آزید نقره (Ag_3N) می باشد .

روش کار : ۰/۵ میلی لیتر معرف تالنر (تولنس) را به ۳ قطره یا ۰/۱ گرم از ماده مجهول اضافه کنید . تشکیل آینه نقره ای یا رسوب سیاه دلالت بر مثبت بودن آزمایش دارد . چنانچه در دمای معمولی واکنشی صورت نگرفت ، محلول را در بشر آب گرم کمی حرارت دهید .

نکته ۱ : اگر لوله آزمایش کاملاً تمیز نباشد ، نقره به صورت آینه نقره ای در دیواره لوله آزمایش تشکیل نمی شود ، و به صورت رسوب یا سوسپانسیون سیاه ظاهر می شود .

نکته ۲ : برخی از کتونهای ساده مانند استون و متیل اتیل کتون نیز به این آزمون پاسخ مثبت می دهند .

