l

آزمایشگاه شیمی آلی 1

گزارش کار آزمایش شماره 6

«تعیین کیفی عناصر تشکیل دهنده ترکیب آلی »

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : 22/8/1391

تاریخ تحویل گزارش کار: 29/8/1390

استاد: جناب آقای شکرالهی وجناب آقای زالی

# مقدمه

# هدف آزمایش:

# تعیین کیفی عناصر تشکیل دهنده ترکیب آلی.

# تئوری آزمایش :

تجزيه عنصري

تفكيك مخلوط تر كيبات آلي:

**در شناسايي تركيبات آلي شيميدان كمتر به يك جسم خالص برخورد مي كند بلكه اكثرا جسم با محصولات فرعي و مواد اوليه مخلوط است.گرچه با وجود روش هاي جديد تفكيك بخصوص روشهاي كروماتوگرافي جدا كردن تركيب خالص از گذشته آسانتر است با اين حال نبايد اهميت روشهاي كلاسيك را ناديده گرفت.**

**اساس كلي روشهاي كه اغلب براي جدا كردن مخلوط هاي آلي به كارمي رود استفاده از قطبيتي است كه در اجزاي يك مخلوط وجود دارد يا در آن ايجاد مي شود.اين اختلاف تقريبا در تمام روشهاي تفكيك از جمله تقطير –تبلور مجدد-استخراج و كروماتوگرافي به كار مي آيد.بزرگترين قطبيتي كه تفكيك را ساده تر مي كند اختلافي است كه در قطيبت نمكها و مواد آلي غير قطبي وجود دارد.هر گاه يك يا چند جزاز يك مخلوط قابل تفكيك به نمكهاي مربوط باشند به سهولت مي توان آن اجزا را به كمك استخراج يا تقطير به طور كامل از اجزاي غير قطبي جدا كرد.**

جزيه كيفي آلي به روش كلاسيك:

**اين تجزيه شامل 6 مرحله ي اساسي است كه در زير آرده شده است:
1)آزمايش مقدماتي خواص فيزيكي و شيميايي
2) اندازه گيري ثابت هاي فيزيكي
3)تجزيه عنصري
4) آزمايشهاي مربوط به حلاليت
5)آزمايشهاي مربوط به گروه بندي(فعاليت عوامل مختلف غير از واكنشهاي اسيدو باز)
6)تهيه مشتق ها
اين روش بسيار با ارزش است.با اين روش معمولا مي توان يك تركيب آلي شناخته شده را نسبت به يك تركيب معدني با اطمينان بيشتري تشخيص داد.
در ادامه به شرح مورد سوم(تجزيه عنصري) مي پردازيم.**

تجزيه عنصري

**عنا صر متداول موجوددرتركيبات آلي كر بن هيدروژن واكسيژن مي باشد گاهي عناصر ديگري نظير نيتروژن- گوگرد اكسيژن و هالوژن هاهم درآنها يافت مي شوند .**

**براي اكسيژن آزمايش ساده اي وجود نداردو عناصر ديگر با پيوند كوالانسي در اتصال هستندو بنابراين با آزمايش هاي يوني معمولي مستقيما جواب نمي دهند.ولي اگر جسم آلي مجهول با سديم مذاب ذوب شود در اگثر موارد طوري تركيب مي شود كه NوSوXآن به يونهاي CNوSوCNSوXتبديل مي شود.پس از آنكه سديم اضافي دقيقا از بين برده شد محلول آبي را كه محتوي اين يونهاست به روش معمولي معدني تجزيه مي كنند.توضيح كامل تري در اين مورد وجود دارد كه در زير به آن مي پردازيم.**

كربن، هيدروژن واكسيژن

**براي اثبات وجود كربن و هيدروژن نمونه رابا پودر خشك مس(II) اكسيد حرارت داده كه منجر به ايجاد كربن دي اكسيد وآب مي شود . حضور كربن در نمونه با عبور دادن گاز هاي ايجاد شده از درون محلول با ريم يا كلسيم هيدروكسيد مشخص نمي شود كه دراين صورت رسوب كربنات مربوطه حاصل مي شود . هيدروژن را مي توان با ايجاد قطره هاي آب متراكم شده روي قسمت بالايي لوله تشخيص داد . هيچ آزمايش كيفي براي اثبات وجود اكسيژن در تركيبات آلي وجود ندارد براي تعيين اكسيژن بايد تجزيه كمي صورت بگيرد .دراين روش اگر اگر مجموع درصد تمام عناصر تشكيل دهنده تركيب كمتر آن تا 100 مربوط به در صداكسيژن است .**

نيتروژن گوگرد و هالوژن ها

**شخيص كيفي اين عناصر در تركيبات آلي مشكل تراز آنها در تركيبات معدني است . زيرا اكثر تركيبات آلي در حالت محلول درآب به مقدار قابل ملاحظه اي يونيزه نمي گردند.از آنجا كه آزمايشهاي تجزيه كيفي براساس واكنش هاي يوني مي باشند انها را نمي توان مستقيما براي تركيبات آلي به كار گرفت.به عنوان مثال سديم كلريد يا سديم برميد با محلول آبي نقره نيترات به مقدار قابل توجهي رسوب هاليد هاي نقره را ايجاد مي نمايند در حاليكه كربن تترا كلريد –برومو بنزن و اغلب هاليدهاي آلي در هنگام واكنش با محلول آبي نقره نيرات رسوب هاليد نقره را ايجاد نمي نمايند زيرا در آنها به ميزان يون هاليد در محلول توليدنمي شود.**

**در اين حالت براي تشخيص كيفي لازم است كه ابتدا عناصر نيتروژن-گوگرد-و هالوژن ها را به تركيبات يونيزه شونده تبديل نمود.يكي از متداول ترين اين روش هاجهت انجام اين تبديل ذوب كردن نمونه با فلز سديم است كه با انجام آن عناصر ذكر شده به تركيبات سديم سيانيد-سديم سولفيدو سديم هاليد تبديل مي شوند.سپس آنيون هاي حاصل را مي توان توسط آزمايش هاي معمول معدني شناسايي نمود.واكنش ذوب با سديم به صورت زير مي باشد:**

**در مواردي كه سديم به مقدار كافي به كار برده نشود و ماده مورد نظر داراي گوگرد ونيتروژن (هردو)باشد گاهي تفكيك به خوبي صورت نمي گيرد واين دو عنصر به صورت تركيب NaSCNظاهر مي گردند.براي شناسايي اين تركيب از كلرو فريك10درصد استفاده مي شود.**

**تجزيه کيفي مواد آلي به روش ذوب قليايي جهت تشخيص نيتروژن، گوگرد و هالوژنها براي تشخيص اين عناصر در ترکيبات آلي ابتدا بايد آنها را به ترکيبات معدني يونيزه تبديل کرد سپس شناسايي نمود. اين تبديل ممکن است به روشهاي مختلف صورت گيرد ولي بهترين روش ذوب ترکيبات با فلز سديم است. در اين روش سيانيد سديم (NaCN)، سولفيد سديم (Na2S) و هاليد سديم (NaX) تشکيل ميشود که به آساني قابل تشخيص هستند.**

**معمولا سديم به مقدار اضافي به کار برده ميشود. در غير اينصورت اگر گوگرد و نيتروژن هردو وجود داشته باشند. احتمالا تيوسيانات سديم (NaSCN) تشکيل ميشود. در اين صورت در تشخيص نيتروژن به جاي آبي پروس رنگ قرمز مشاهده ميشود زيرا بجاي يون (CN-)، يون (SCN-) خواهيم داشت. اما با سديم اضافي تيوسيانات تشکيل شده تجزيه ميشود و جواب درست به دست مي آيد.**

**مخلوط حاصل آب اضافه کرده مخلوط قليايي را صاف نموده و سپس به آن (FeSO4) اضافه کنيد در اين صورت فروسيانيد سديم تشکيل ميشود.**

**وقتي محلولهاي قليايي نمکهاي فروي بالا جوشانده ميشود بر اثر اکسيژن هوا کمي يون فريک تشکيل ميشود. (بر اثر سولفوريک اسيد رقيق هيدروکسيدهاي فرو و فريک تشکيل شده حل ميشوند) فروسيانيدها با نمک فريک تشکيل فروسيانيد فريک (آبي پروس) ميدهند.**

**براي اسيدي کردن محيط نبايد از (HCl) استفاده کرد زيرا به علت تشکيل (FeCl63-) رنگ زرد در محيط ايجاد ميشود و به جاي آبي پروس رنگ سبز ظاهر ميشود. به همين دليل کلريد فريک نيز نبايد اضافه شود. همانطوري که قبلا ذکر شده است بر اثر اکسيداسيون به وسيله هوا در محيطهاي قليايي گرم به مقدار کافي يونهاي فريک تشکيل ميشود بنابراين نيازي به افزايش يون فريک نيست، افزايش مقدار کمي محلول رقيق فلوئوريد پتاسيم ممکن است به تشکيل آبي پروس در محلول که به آساني قابل صاف شدن است کمک نمايد( (Fe3+ با F- توليد FeF63- ميکند که پايدار است و باعث خارج شدن Fe3+ از محيط عمل ميشود.**

**گوگرد به صورت يون سولفيد را ميتوان به وسيله استات سرب و استيک اسيد و يا به وسيله پلمبيت سديم (محلول قليايي استات سرب) به صورت رسوب سولفيد سرب (PbS) سياه رنگ تشخيص داد.**

**براي تشخيص يونهاي هالوژن (Cl, Br, I) از اثر محلول نيترات نقره در محيط اسيد نيتريکي استفاده ميشود در اين صورت هاليد نقره به صورت رسوب حاصل ميشود.**

بخش عملي (ذوب قليايي)

**احتياط: (به هنگام کار عينک محافظ فراموش نشود) در يک لوله آزمايش کاملا خشک (حدود 150 در 12 ميليمتر غير پيرکس) يک تکه سديم کوچک تميز به ابعاد تقريبي 4 ميليمتر بيندازيد (سديم را به وسيله کاردک تميز و خشک برداريد) و لوله را با گيره بگيريد و ته لوله را با شعله کوتاه به ملايمت حرارت دهيد تا سديم در داخل لوله ذوب شده و به صورت دود سفيد در آيد و بخارات تا ارتفاع حدود 2 سانتي متر بالا رود، سپس لوله را از شعله دور کرده و به آن چند ذره جسم جامد (حدود 20 ميلي گرم) يا حدود سه قطره مايع مورد آزمايش (ترجيحا طي چند نوبت) طوري اضافه کنيد که مستقيما در ته لوله و بر روي دود سفيد سديم ريخته شود (دقت کنيد ممکن است انفجار کوچکي رخ دهد بنابر اين اين آزمايش را حتما زير هود و تحت نظر مربي آزمايشگاه انجام دهيد) و بعد بتدريج لوله را تا سرخ شدن گرم کنيد (احتياط: موقع حرارت دادن، دهانه لوله را به طرف خود يا فرد ديگري نگيريد) سپس لوله داغ را داخل يک بشر کوچک حاوي 10 ميلي ليتر آب مقطر وارد کنيد تا بشکند. مخلوط را تا جوش حرارت داده و سپس صاف کنيد محلول صاف شده بايد زلال و قليايي باشد. در صورتيکه تيره باشد، احتمالا تجزيه ناقص بوده و ذوب قليايي بايد دوباره تکرار شود.**

**روش ديگر استفاده از لوله آزمايش پيرکس است. در اين روش مطابق بالا عمل کنيد اما پس از ذوب قليايي اجازه دهيد لوله سرد شود و سپس 3 الي 4 ميلي ليتر متانول به آن اضافه کنيد تا سديم اضافي را تجزيه کند سپس بر روي آن آب مقطر بريزيد تا نصف لوله پر شود و براي چند دقيقه به ملايمت بجوشانيد. سپس مخلوط را صاف نموده و بر روي محلول آزمايشات زير را انجام دهيد.**

شناسايي نيتروژن

**حدود 1 ميلي ليتر محلول صاف شده را در يک لوله آزمايش ريخته و به آن کمي سولفات فرو اضافه کنيد و محلول را به آرامي و همراه با تکان دادن تا نقطه جوش حرارت دهيد و سپس بدون سرد نمودن محلول را با اسيد سولفوريک رقيق اسيدي کنيد(PH=13) رسوب يا رنگ آبي پروس دليل بر وجود نيتروژن است. افزودن 1 ميلي ليتر محلول 5% فلوئوريد پتاسيم براي تشکيل آبي پروس مفيد است.**

شناسايي گوگرد

**الف) استفاده از استات سرب: در حدود 1 ميلي ليتر محلول زير صافي را در يک لوله آزمايش ريخته و با استيک اسيد اسيدي کنيد. حال به محلول حاصل چند قطره استات سرب اضافه کنيد. ايجاد رسوب سياه رنگ سولفيد سرب دليل بر وجود گوگرد در ماده آلي است.**

**ب) استفاده از پلمبيت سديم: ابتدا محلول پلمبيت سديم را به اين صورت تهيه کنيد. به چند قطره محلول استات يا نيترات سرب قطره قطره محلول سود 10% اضافه کنيد تا ابتدا رسوب سفيد تشکيل شده سپس در زيادي سود حل شود و محلول زلالي به دست آيد. در حدود 1 ميلي ليتر محلول زير صافي را در يک لوله آزمايش ريخته و حدود يک ميلي ليتر محلول پلمبيت سديم به آن اضافه کنيد. تشکيل رسوب سياه رنگ PbS نشانه وجود گوگرد در جسم مورد آزمايش است.**

شناسايي هالوژنها

آزمايش نيترات نقره

**اگر در ساختمان ماده آلي نيتروژن يا گوگرد حضور داشته باشد با افزايش نيترات نقره به محلول اسيدي تهيه شده از ذوب قليايي علاوه بر هاليد نقره، رسوب سفيد AgCN يا رسوب Ag2S نيز تشکيل ميشود که مزاحم عمل تشخيص هالوژنها هستند بنابراين قبل از رسوب دادن AgX بايد گوگرد و نيتروژن را از محيط عمل خارج سازيد، بدين طريق که به آن اسيد نيتريک غليظ افزوده و محلول حاصل را بجوشانيد تا بر اثر تبخير حجم آن به نصف تقليل داده شود، سپس آنرا سرد کرده و با حجم مساوي آب مقطر رقيق کنيد. سپس بر روي آن آزمايشات زير را انجام دهيد، اگر گوگرد و ازت وجود نداشته باشد نيازي به عمل فوق نيست.**

**الف) اگر در جسم آلي يک نوع هالوژن وجود داشته باشد حدود 2 ميلي ليتر از محلول زير صافي را در يک لوله آزمايش بريزيد و با اسيد نيتريک رقيق آنرا اسيدي کرده مقداري محلول نيترات نقره اضافه کنيد، رسوب تشکيل شده مشخص کننده نوع هالوژن خواهد بود، مايع رويي را بر اثر سرازير کردن جدا کنيد و به رسوب محلول رقيق آمونياک اضافه نمائيد اگر رسوب سفيد بوده و به خوبي محلول در آمونياک رقيق باشد نشانه کلر، و اگر زرد کمرنگ و به سختي محلول در آمونياک باشد (کم محلول باشد) نشانه برم، اگر زرد پر رنگ و تقريبا نا محلول در آمونياک باشد نشانه وجود يد در جسم آلي است.**

**ب) اگر مخلوط چند هالوژن وجود داشته باشد:**

شناسايي يد

**2ميلي ليتر از محلول زير صافي را در يک لوله آزماش بريزيد و با مقداري استيک اسيد خالص (گلاسيال)، آنرا اسيدي کنيد و سپس به آن حدود يک ميلي ليتر تتراکلريد کربن بيفزائيد و قطره قطره محلول نيتريت سديم ضمن تکان دادن شديد لوله آزمايش اضافه کنيد رنگ بنفش يا ارغواني که در لايه آلي (CCl4) تشکيل ميشود نشانه حضور يد است.**

**س از تشخيص يد از محلول همين لوله آزمايش براي تشخيص برم استفاده کنيد. بدين طريق که مجددا مقداري محلول نيتريت سديم افزوده و مقدار جزئي گرم کنيد. بعد شديدا تکان دهيد و صبر کنيد تا دو لايه از هم جدا شوند، لايه رويي را در لوله آزمايش تميز ديگري بريزيد و لايه بنفش رنگ تتراکلريد کربن را دور بريزيد. به لايه رويي که در لوله آزمايش تميز ريخته بوديد يک ميلي ليتر تترا کلريد کربن اضافه کنيد و قطره قطره محلول 20% نيتريت سديم بيفزائيد و در ضمن افزايش لوله را تکان دهيد اگر باز هم لايه زيري رنگي شد محلول سديم نيتريت بيشتري ريخته و پس از تکان دادن و سپس جدا شدن دو لايه لايه رويي را به لوله آزمايش ديگري منتقل کنيد و لايه زيري را دور بريزيد و بر روي لايه رويي اين عمل را آنقدر تکرار کنيد تا ديگر لايه رنگي ايجاد نشود، در اين صورت ديگر در محلول شما يد وجود ندارد. حال بر روي اين محلول آزمايش تشخيص برم انجام دهيد. (توجه کنيد که اگر در ابتداي آزمايش رنگ بنفش ظاهر نشود نشانه عدم حضور يد در محلول است و بنابر اين نيازي به استخراج يد نيست و از همان ابتدا ميتوان براي تشخيص برم عمل کرد**

شناسايي برم

**محلول اسيدي فوق را زير هود حرارت دهيد تا ديگر بخارات NO خارج نشود، سپس سرد کنيد. محلول را با استيک اسيد گلاسيال به شدت اسيدي کرده و مقدار کمي از دي اکسيد سرب PbO2 اضافه نمائيد. يک تکه کاغذ صافي آغشته به محلول فلورسئين را در بالاي دهانه لوله آزمايش به دور دهانه چسبانده و حرارت دهيد (کاغذ آغشته به فلورسئين به رنگ زرد ليمويي است) دي اکسيد سرب در محلول استيک اسيد توليد استات سرب ميکند که HBr و HI را اکسيد ميکند ولي عملا تحت شرايط فوق بر HCl اثري ندارد.**

**(1) ائوسين (قرمز رنگ) و (2) فلوئورسئين (زردرنگ)**

**چون در داخل لوله آزمايش يد وجود ندارد اگر کاغذ آزمايش فلورسئين به رنگ صورتي در آيد نشانه وجود برم در جسم آلي است (البته بايد توجه داشت که يد نيز چنين جوابي ميدهد بنابر اين بايد ابتدا يد را کاملا از محيط عمل خارج ساخت و سپس آزمايش مربوط به برم را انجام داد) براي تشخيص کلر از محتويات همين لوله استفاده ميکنيم**

شناسايي کلر

**اگر در آزمايش بالا کاغذ آزمايش فلورسئين به رنگ صورتي در نيايد دليل آن است که در جسم مورد نظر برم شرکت ندارد در اين صورت لوله آزمايش را با کمي آب مقطر بشوئيد و محلول حاصل را صاف کنيد و به محلول زير صافي محلول رقيق اسيد نيتريک و نيترات نقره اضافه کنيد تشکيل رسوب سفيد کلوئيدي نشانه وجود کلر است اما اگر در آزمايش قبل کاغذ آزمايش فلورسئين به رنگ صورتي در آيد، عمل حرارت دادن را آنقدر ادامه دهيد تا ديگر کاغذ آزمايش فلورسئين را به رنگ صورتي در نياورد (در صورت لزوم مجددا کمي PbO و CH3COOH اضافه کنيد) البته اين آزمايش را ميتوان بر محلول اوليه حاصل شده از ذوب قليايي نيز انجام داد که در اين صورت برم و يد هردو از محيط عمل خارج ميشوند در اين حالت حرارت را قطع کنيد. پس از سرد شدن محلول محتويات آنرا با کمي آب مقطر بشوئيد و صاف کنيد و به محلول زير صافي محلول رقيق اسيد نيتريک و نيترات نقره اضافه کنيد تشکيل رسوب سفيد نشانه وجود کلر در جسم آلي است در اينجا براي انحلال اين رسوب سفيد نميتوان از آمونياک استفاده کرد، و اگر به محلول کلوئيدي فوق آمونياک اضافه کنيد مقدار رسوب سفيد زيادتر خواهد شد. چرا؟ (ياد آوري: اگر يد و برم قبلا بطور کامل خارج نشده باشند، مقدار جزئي آنها نيز رسوب تقريبا سفيد ايجاد خواهد کرد که با رسوب سفيد کلريد نقره قابل اشتباه خواهد بود**

روش تشخيص هالوژنها با استفاده از آب کلر

 **اگر مخلوطي از هالوژنها داشته باشيد براي تشخيص هر يک از آنها با آب کلر مطابق زير عمل کنيد:**

**مقدار 2-1 ميلي ليتر از محلول زير صافي حاصل از ذوب قليايي را به وسيله اسيد کلريدريک رقيق اسيدي کنيد و يک ميلي ليتر تتراکلريد کربن و سپس يک قطره آب کلر رقيق اضافه کنيد (به وسيله اسيدي کردن محلول 10% NaCl با 2/0 حجمش HCl رقيق محلول آب کلر تهيه کنيد) اين محلول را به شدت تکان دهيد اگر يد وجود داشته باشد فاز تتراکلريد کربن (فاز زيري) برنگ ارغواني در مي آيد اگر افزايش آب کلر ادامه يابد رنگ ارغواني ابتدا شديد تر شده و سپس رو به کاهش مي گذارد و بالاخره ناپديد ميگردد (اکسيد شدن يد رنگي به يدات بي رنگ).**

**اگر در اين آزمايش برم وجود داشته باشد لايه زيري به رنگ قهوه اي يا قرمز ظاهر ميشود که با افزايش کلر اين رنگ ناپديد نخواهد گشت. بروش فوق نميتوان کلررا در جسم آلي تشخيص داد.**

# وسایل مورد نیاز

# سدیم جامد، محلول HNO3، AgNO3، استیک اسید، یون سرب، فروآمونیوم سولفات،پتاسیم فلوئورید، چراغ بونزن، سه پایه ، ارلن، بشر.

# روش انجام آزمایش

# ابتدا مقداری سدیم جامد در ته لوله قرار داده شد و سپس به آن حرارت داده شد تا ذوب گردد. سپس به آن از جامد مجهول اضافه گردید به گونه ای که نیز ذوب گردد. این عمل تا کاملا ذوب کردن ماده مجهول ادامه یافت. پس از آن ته لوله بر روی بشری حاوی 16 میلی لیتر آب شکسته شد تا ماده ته لوله در آن ریخته شود سپس محلول حاوی شیشه شکسته مخلوط گردید تا پودر آن کاملا حل گردد.سپس از صافی گذرانده و از محلول صاف شده دو عدد 4 میلی لیتری جدا و 8 میلی لیتر در لوله دیگری قرار داده شد.

#  ابتدا توسط HNO3 برای رفع مزاحمت استفاده گردیدو علاوه بر این باعث اسیدی شدن محلول نیز می گردد. محلول گرم شد تا جوشانده شد سپس به آن AgNO3تا رسوب تشکیل گردید که همان هالوژن ها می باشد.

# برای جداسازی سوفلور به محلول 4 میلی لیتری بعدی کمی اسیدی گردید (به کمک استیک اسید) سپس به آن Pb2+ اضافه گردید تا رسوب سیاه تشکیل گردید که رسوب سیاه نشانگر PbS پس نشانگر سولفید می باشد.

# برای محلول آخر که 8 میلی لیتری بود ابتدا حرارت داده شد تا به حجم 4 میلی لیتری برسد پس از آن به PH=13 رسانده شد(به کمک NaOH ) سپس 2 تا 3 قطره فروآمونیوم سولفات اضافه گردید.پس از آن به آن 2 تا 3 قطره KF %30 اضافه گردید. سپس به مدت 30 ثانیه جوشانده شد. سپس سرد گردانده شد و پس از آن قطره قطره اسید سولفوریک رقیق چکانده شد تا محلول به رنگ آبی پروس در آمد. که نشانگر وجود N در محلول می باشد.

منابع

**1) كتاب شيمي آلي تجربي نوين جلد دوم -نويسندگان:گيلبرت-ردوالد-وينگرو-ترجمه: هوشنگ پير الهي
2)كتاب شيمي آلي وعملي-مولفين:آقايان جليليان-وارسته مرادي-احمدي گلسفيدي**