

مجموعه گزارش کار در آزمایشگاه شیمی آلی

Shimiomd.blog.ir

تعیین دمای ذوب

هدف: تعیین دمای ذوب

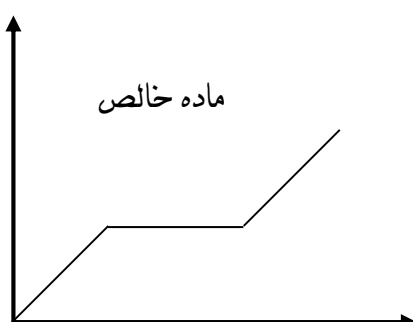
وسایل مورد نیاز: لوله موئین - لوله پاستور - بشر - ترمومتر - گیره - روغن

تئوری مربوط به آزمایش:

نقطه ذوب یک جسم جامد بلورین (خالص) عبارت است از درجه حرارتی که در آن تحت فشار یک اتمسفر جامد به مایع تبدیل می شود. برای یک جسم خالص این تبدیل سریع بوده و از این رو نقطه ذوب ثابت مناسبی برای شناسایی مواد آلی می باشد. از طرفی اگر مایع جسم خالص طوری سرد شود که از عمل تبخیر و انجماد جلوگیری گردد در همان درجه حرارتی که جامد می شود به مایع نیز تبدیل می گردد. به عبارتی دیگر برای یک جسم خالص نقاط ذوب و انجماد برابر هستند بنابراین می توان نقاط ذوب و انجماد را چنین تعریف کرد.

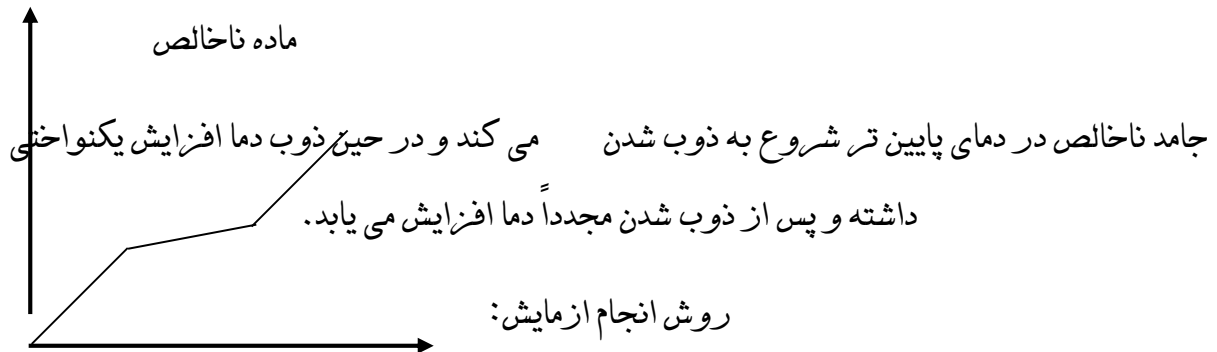
درجه حرارتی که در آن فازهای مایع و جامد می توانند در فشار یک اتمسفر در حال تعادل با یکدیگر وجود داشته باشند.

رفتار نقطه ذوب یک جسم خالص با جسم ناخالص متفاوت است



جامد خالص در نقطه خاصی شروع به ذوب شدن کرده و

در طی ذوب درجه حرارت ثابت می ماند. پس از ذوب شدن کامل مجدداً دما بالا می رود.



ابتدا یک لوله موئین انتخاب کرده و یک سر آن را بوسیله شعله مسدود می کنیم. دور یک سر لوله یک خط وجود دارد توجه کنید که لوله را از سر مقابل مسدود کنید. بعد لوله را از سر باز درون ماده ای که می خواهیم دمای ذوب آن را اندازه بگیریم فرو می کنیم مقداری از ماده در ابتدای لوله جمع می شود. بعد لوله موئین را از یک لوله تو خالی یا لوله پاستور عبور می دهیم. بدین ترتیب که لوله موئین را به صورت عمودی نگه داشته و لوله موئین را از بالا به صورتی سر باز رو به بالا باشد رها می کنیم با این کار موادی که ابتدای لوله موئین جمع شده بودند به انتهای لوله می روند.

سپس لوله موئین را با قطعه نخی به ترمومتر می بندیم و ترمومتر را درون بشری که از روغن پر شده است (حمام روغن) فرو می بریم. برای این کار ترمومتر را بوسیله گیره آویزان می کنیم و ابتدای ترمومتر (نقطه صفر آن) که لوله موئین را هم به آن بسته ایم درون روغن باشد. باید توجه کنیم که ترمومتر و لوله موئین به انتهای بشر که در حال حرارت دیدن است نخورد و همچنین باید حرارت به صورت ملایم و یکنواخت به بشر داده شود تا ماده شروع به مایع شدن کند. درجه حرارتی که اولین قطره مایع تشکیل می شود و همچنین درجه حرارتی که در آن ماده

درون لوله موئین به صورت مایع کاملاً شفاف تبدیل شده است را یادداشت می کنیم. برای بدست آوردن نقطه ذوب ماده از این دو دما میانگین می گیریم. این عملیات را برای دو ماده نفتالین و ماده مجهول انجام می دهیم.

جدول:

C°	T1	T2	Tc
نفتالین	79 C°	83 C°	81 C°
مجهول	112 C°	116 C°	114 C°

نتیجه گیری:

در اندازه گیری دمای ذوب میانگین دمای مایع شدن اولین ذره و دمای ذوب شدن کامل مایع را مد نظر قرار می دهند زیرا دمایی است که با واقعیت بیشترین تطابق را دارد. خطاهای این آزمایش میتواند خطاهای شخصی یا دستگاهی باشد؛ مانند درست ندیدن دمای ترمومتر و یا درست عمل نکردن خود ترمومتر.

آسپرین

Shimiomd.blog.ir

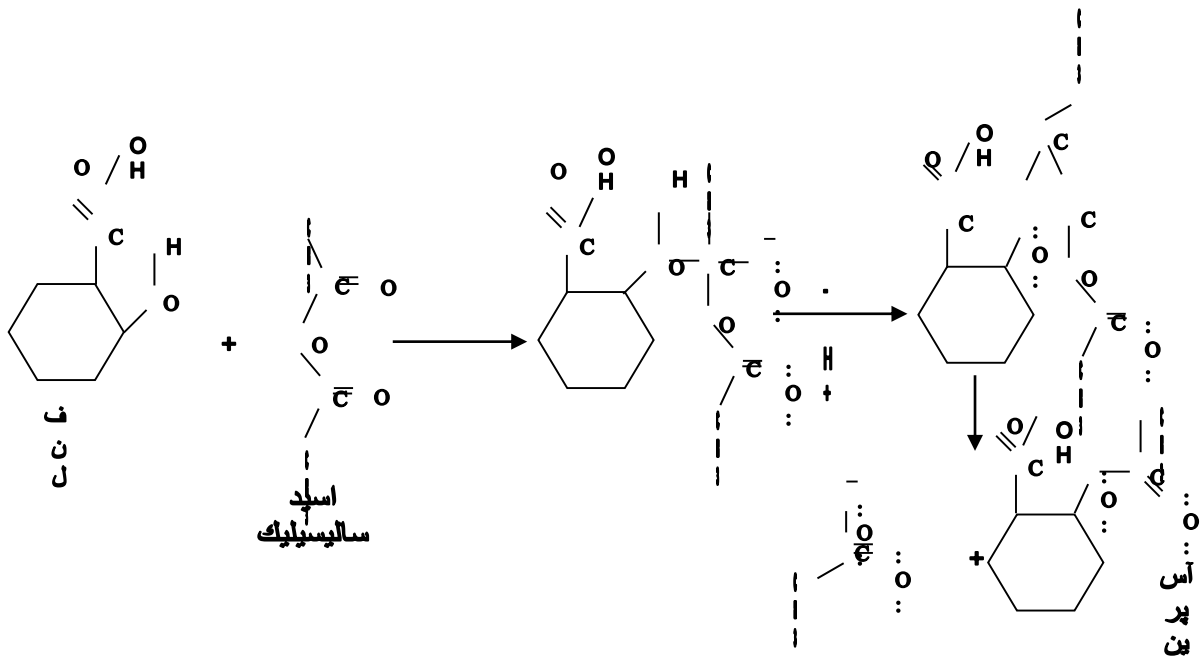
هدف: تهیه آسپرین

وسایل مورد نیاز: ارلن ۱۲۵ میلی متری - ترمومتر - قیف - بشر - پایه - گیره - ظرف فلزی
- سالیسیلیک اسید - آنیدرید استیک - اسید سولفوریک - آب مقطر

تئوری آزمایش:

آسپرین یکی از رایجترین و پرمصرفترین داروهای شناخته شده و یکی از قدیمیترین آنها است. سالیسیلیک اسید که از مواد اولیه تهیه آسپرین است در مقیاس بسیار زیاد می تواند از حرارت دادن سدیم منوکسید با کربن دی اکسید در حرارت ۱۵۰ درجه تحت فشار ملایم بوجود آید.

متأسفانه سالیسیلیک اسید به مخاط دهان و حلق حمله کرده و موجب دردهایی می شود که ممکن است برتر از دردی باشد که بخاطرش آسپرین استفاده شده است. طبیعت مخرب سالیسیلیک اسید را می توان با اضافه کردن گرده استیل اصلاح کرد. استرها معمولاً بوسیله واکنش الکلها یا فنولها با اسیدها یا مشتقات اسید تهیه می شود. آنیدرید اسیدها یکی از مشتقات اسیدها هستند که به منظور استریفیکاسیون به کار می روند. برای سنتز ترکیباتی که گروه استیل دارند معمولاً از استیک آنیدرید استفاده می شود. استیل دار شدن سالیسیلیک اسید یا استیک آنیدرید باعث تشکیل استیل سالیسیلیک اسید یا آسپرین می شود برای تسریع واکنش از ۲ تا ۳ قطره سولفوریک اسید استفاده می شود که باعث پروتون دار شدن اکسیژن در استیک آنیدرید می شود.



روش انجام آزمایش:

در ابتدا دو گرم اسید سالیسیلیک را در یک ارلن ۱۲۵ میلی لیتری ریخته و ۵ میلی لیتر انیدرید استیک به همراه ۵ قطره اسید سولفوریک اضافه می کنیم. ارلن را خوب تکان دهید تا همه مواد داخل آن مخلوط شود سپس ارلن را در حمام آب گرم با دمای آب ۵۰ تا ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ دقیقه حرارت می دهیم و در حین این کار مخلوط درون ارلن را نیز به هم می زنیم تا واکنش کاملاً انجام شود. و هر چند لحظه دمای آب درون حمام آب گرم را بوسیله ترمومتر چک می کنید تا دمای آب بیشتر از ۶۰ درجه نشود. میبینید که رنگ محلول تغییر کرده و بی رنگ می شود. بعد از پایان ۱۵ دقیقه ارلن را از حمام آب گرم بیرون آورده و به حال خود رها می کنیم تا کم کم خنک شود. پس از خنک شدن ارلن و محتویات آن ۴۰ میلی لیتر آب مقطر را به آن اضافه می کنید و مخلوط را خوب تکان می دهید میبینید که مخلوط سفید شده و بلورهای آسپرین نمایان می شود. در این زمان ارلن را در حمام آب سرد گذاشته تا بلورهای آسپرین بهتر و بیشتر تشکیل شود. سپس مخلوط درون ارلن بوسیله کاغذ صافی صاف میکنید. بدین صورت که کاغذ صافی را تا زده و درون یک قیف می گذارید و قیف را درون یک بشر قرار می دهید و مواد درون ارلن را بر روی کاغذ صافی می ریزید
آب مواد جدا شده و آسپرین بر روی کاغذ باقی می ماند.

نتیجه گیری:

استیل دار شدن سالیسیلیک اسید یا استیک آنیدرید باعث تشکیل استیل سالیسیلیک اسید یا آسپرین می شود برای تسریع واکنش از ۲ تا ۳ قطره سولفوریک اسید استفاده می شود که باعث پرتون دار شدن اکسیژن در استیک آنیدرید می شود.

دلایل عدم تطابق جوابها (خطاها):

خطاها ممکن است شخصی یا دستگاهی باشد مانند درست وزن نکردن اسید سالیسیلیک و یا درست کار نکردن ترمومتر هنگام اندازه گیری دمای آب درون حمام آب گرم.

تقطیر

Shimiomd.blog.ir

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

تقطیر در عمل به دو روش زیر انجام می گیرد. روش اول شامل تولید بخار از طریق جوشاندن یک مخلوط مایع، سپس میعان بخار، بدون اینکه هیچ مایعی مجدداً به محفظه تقطیر باز گردد. در نتیجه هیچ مایع برگشتی وجود ندارد. در روش دوم قسمتی از بخار مایع شده به دستگاه تقطیر باز می گردد و به صورتی که این مایع برگشتی در مجاورت بخاری که به طرف مبرد می رود قرار می گیرد. هر کدام از این روشها می توانند پیوسته یا ناپیوسته باشند.

تقطیر، معمولترین روشی است که برای تخلیص مایعات به کار می رود. در این عمل مایع را به کمک حرارت تبخیر می کنند و بخار مربوطه را در ظرف جداگانه ای متراکم می کنند و محصول تقطیر را بدست می آورند. چنانچه ناخالصیهای موجود در مایع اولیه فرار نباشند، در باقی مانده تقطیر به جا می ماند و تقطیر ساده جسم را خالص می کند. در صورتی که ناخالصیها فرار باشند، تقطیر جزء به جزء مورد احتیاج خواهد بود.

چنانچه ناخالصی های موجود در مایع اولیه فرار نباشد در باقیمانده تقطیر به جا می ماند و تقطیر ساده نمونه را خالص می کند. در صورتیکه فرار باشند تقطیر جزء به جزء مورد نیاز خواهد بود. اگر

فقط یک ماده فرار بوده و اختلاف نقطه ی جوش این ماده با ناخالصی های موجود در آن زیاد باشد (حدود ۳۰ درجه) می توان برای جدا کردن این ماده از ناخالصی ها از تقطیر ساده استفاده نمود. از تقطیر ساده معمولا در جداسازی مخلوط مایعاتی استفاده می شود که نقطه ی جوشی در محدوده ۴۰ تا ۱۵۰ درجه دارند زیرا در دمای بالاتر از ۱۵۰ درجه بسیاری از ترکیبات آلی تجزیه می شوند و در دمای جوش کمتر از ۴۰ درجه مقدار زیادی از مایع در ضمن تقطیر هدر می رود.

در تقطیر مخلوطی از دو یا چند جسم فشار بخار کل تابعی از فشار بخار هر یک از اجزا و کسر مولی آنه می باشد. بر اساس قانون راول فشار بخار جزئی یک ترکیب فرار در یک محلول ایده آل با حاصلضرب فشار بخار در کسر مولی آن برابر است. بنابراین در بخار موجود بر سطح دو یا چند جز محلول فرار ذرات کلیه اجزا شرکت کننده در محلول یافت می شود. رابطه بین فشار بخار کل (Pt) با فشار جزئی (Pi) و کسر مولی اجزا (Xi) به صورت زیر است:

$$P_t = P_a X_a + P_b X_b + P_c X_c + \dots$$

اگر در محلولی شامل دو ماده شیمیایی فرار یک جز دارای فشار بخار بیشتری از جز دیگر باشد بخار حاصل از آن در مقایسه با مایع دارای درصد بیشتری از جسم فرارتر خواهد بود.

ظروف معمولی در خلل و شکاف های جدار خود دارای بسته های هوای محبوس می باشند. با ریختن مایع در ظرف محفظه بسته ها از بخار پر می شود. وقتی که دمای مایع افزایش می یابد بخار آتقدر به حالت متراکم باقی می ماند تا اینکه از فشار بخار روی مایع بیشتر شود در این حالت بخار به دام افتاده افزایش حجم پیدا می کند و به صورت حباب هایی به سطح مایع رسیده و خارج می گردد. حالت به هم

خوردگی حاصل از حباب‌ها (جوش) حباب‌های هوای بیشتری را به داخل مایع کشانده و فرایند با تشکیل بخار ادامه می‌یابد.

با حرارت دادن مایعات در ظرف شیشه‌ای که دارای سطوحی نسبتاً صاف و یکنواخت می‌باشند حالت جوش ایجاد نمی‌شود و اگر درجه حرارت به اندازه کافی افزایش یابد به حالت انفجاری تبخیر می‌گردند. برای اجتناب از خطرات مربوط به جوش ناگهانی (به صورت ضربه‌ای) منبعی برای دمیدن حباب‌ها به درون مایع قبل از حرارت دادن و عمل جوش لازم است. در شرایط معمولی (فشار جو) این منبع سنگ جوش می‌باشد. سنگ جوش دانه‌هایی حاوی خلل ریز در خود بوده که در آن مولکولهای هوا حبس شده‌اند. با قرار گرفتن این دانه‌ها در محلول حباب‌ها از سطح آنها تشکیل شده و از جوشیدن انفجاری و تاخیر در جوش جلوگیری می‌نماید

بنزوات سدیم

Shimiomd.blog.ir

بنزوات سدیم (۲۱۱E) دارای فرمول شیمیایی $2CO_2H_2NaC$ است. این ماده نمک اسید بنزوئیک است و به همین شکل محلول در آب است. می‌توان آن را از ترکیب هیدروکسید سدیم و اسید بنزوئیک تولید کرد.

مصارف

سدیم بنزوات یک ماده‌ی نگهدارنده‌ی غذایی است و در محیط اسیدی از فعالیت باکتری‌ها و قارچ‌ها جلوگیری می‌کند. این ماده بیش از همه در غذاهای اسیدی مثل چاشنی‌های سالاد (سرکه)، نوشابه‌های گازدار (اسید کربنیک)، مرباها و آبمیوه‌ها (اسید سیتریک)، ترشی‌جات (سرکه)، و سس‌ها استفاده می‌شود. همچنین در مواد دیگر مانند برخی داروها و شامپوها نیز به کار می‌رود. سدیم بنزوات را بر روی محصول با همین نام یا ۲۱۱E مشخص می‌کنند.

این ماده همچنین در مواد آتش‌بازی به عنوان سوخت ترقه‌های موشکی به کار می‌رود زیرا به سرعت می‌سوزد و صدای سوت تولید می‌کند.

بنزوات سدیم از خنثی‌سازی اسید بنزوئیک توسط هیدروکسید سدیم حاصل می‌شود. اسید بنزوئیک به مقادیر کم در آلو، گوجه، دارچین، میخک، و سیب یافت می‌شود. با این که اسید بنزوئیک نگهدارنده‌ی مؤثرتری است اما معمولاً از بنزوات سدیم به عنوان نگهدارنده غذایی استفاده می‌شود زیرا اسید بنزوئیک به خوبی در آب حل نمی‌شود. غلظت مجاز به عنوان نگهدارنده غذایی توسط FDA به ۰٫۱٪ وزنی محدود شده است. برنامه‌ی بین‌المللی ایمنی شیمیایی برای دزهای ۶۴۷-۸۲۵ mg/kg وزن بدن در روز تأثیر منفی‌ای شناسایی نکرد.

گربه‌ها تحمل خیلی کمتری در مقابل اسید بنزوئیک و نمک‌های آن نسبت به موش‌ها دارند. با این حال بنزوات سدیم به‌عنوان افزودنی در غذای حیوانات تا مقادیر ۰٫۱٪ توسط AFCO مجاز اعلام شده است.

مکانیسم نگهدارندگی غذا

این مکانیسم با جذب اسید بنزوئیک توسط سلول آغاز می‌شود. اگر PH سلول به مقادیر ۵ یا کمتر کاهش یابد فرآیند تخمیر گلوکز توسط فسفوفروکتوکیناس تا ۹۵٪ کاهش می‌یابد.

سلامتی و ایمنی

بنزوات سدیم و بنزوات پتاسیم در ترکیب با اسید آسکوربیک (ویتامین ث، E۳۰۰) تولید بنزن می‌کنند، که یک سرطان‌زای شناخته‌شده است. با این حال، مقادیر آن کمتر از میزانی است که خطرناک شناخته می‌شود. حرارت، نور و زمان نگهداری می‌توانند بر نرخ تولید بنزن تأثیر گذار باشند.

پروفسور پیتر پایپر در دانشگاه شفیلد معتقد است که بنزوات سدیم به تنهایی می‌تواند به اجزای حیاتی DNA در میتوکندری سلول آسیب برساند و آن‌ها را غیرفعال کند. میتوکندری در سلول در تولید انرژی نقش دارد و اگر آسیب ببیند سلول مختل شده و ممکن است وارد آپوپتوز شود. بیماری‌های زیادی امروزه به آسیب DNA نسبت داده می‌شود مانند پارکینسون و سایر بیماری‌های نابودی مغز و اعصاب (آلزایمر، هانتینگتون و ...)، و از همه مهتر، کلاً فرآیند پیری.

بیش‌فعالی

مقاله‌ای که در سال ۲۰۰۷م برای آژانس استاندارد غذایی (FSA) در انگلیس منتشر شد بیان کرد که برخی رنگ‌های مصنوعی هنگامی که بنزوات سدیم همراه شود می‌تواند با رفتار بیش‌فعالی در ارتباط باشد.

پروفسور جیم استیونسن از دانشگاه سائمتن و نویسنده‌ای این مقاله می‌گوید: «این یک تحقیق عمده بوده است که روی موضوع مهمی انجام شده است. نتایج نشان می‌دهد که ترکیبات خاصی از رنگ‌های غذایی مصنوعی و نگهدارنده غذایی بنزوات سدیم با افزایش رفتار بیش‌فعالی در کودکان در ارتباط است. اما والدین نباید گمان کنند که با حذف این افزودنی‌ها از غذای کودکان از بروز اختلال بیش‌فعالی جلوگیری می‌شود. ما می‌دانیم که عوامل دیگری هم نقش دارند اما این حداقل چیزی است که کودک می‌تواند از آن اجتناب کند».

با بررسی‌های بیشتر توسط FSA چنین به نظر می‌رسید که فقط رنگ‌های خاصی در این مشکل نقش دارند.

در ۱۰ آوریل ۲۰۰۸ آژانس استاندارد غذایی خواستار حذف داوطلبانه‌ی رنگ‌ها (اما نه بنزوات سدیم) تا پایان سال ۲۰۰۹ میلادی شد. [۱۶] بعلاوه پیشنهاد کرد که اقدامی برای حذف تدریجی این مواد از غذاها و نوشیدنی‌ها در سطح اتحادیه‌ی اروپا در طی زمانی معین باید صورت گیرد.

در پاسخ به تأکید مصرف‌کنندگان بر محصولات طبیعی و ارتباط ۲۱۱E با تخریب DNA و ADHA (اختلال کم‌توجهی - بیش‌فعالی) شرکت کوکاکولا در حال حذف بنزوات سدیم از کوکای رژیمی است. این شرکت همچنین اعلام کرده است که قصد دارد ۲۱۱E را به محض این که جایگزین مناسبی برای آن یافت شود از سایر محصولات خود -- از جمله اسپریت، فانتا و اوبسیس -- نیز حذف کند

تیتراسیون NaOH و H_3PO_4

Shimiomd.blog.ir

در عمل تیتراسیون کردن، محلول استاندارد را از یک بورت به محلولی که باید غلظت آن اندازه گرفته می‌شود، می‌افزایند و این عمل تا وقتی ادامه دارد تا واکنش شیمیایی بین محلول استاندارد و تیتراسیون شونده کامل شود. سپس با استفاده از حجم و غلظت محلول استاندارد و حجم محلول تیتراسیون شونده، غلظت محلول تیتراسیون شونده را حساب می‌کنند.

یک مثال: نقطه اکی والان در عمل تیتراسیون کردن NaCl با نقره نیترات وقتی مشخص می‌شود که برای هر وزن فرمولی Cl^- در محیط یک وزن فرمولی Ag^+ وارد محیط عمل شده باشد و یا در تیتراسیون کردن، سولفوریک اسید (H_2SO_4) با سدیم هیدروکسید (NaOH) نقطه اکی والان وقتی پدید می‌آید که دو وزن فرمولی اسید و دو وزن فرمولی باز وارد محیط عمل شوند. تشخیص نقطه اکی والان نقطه اکی والان در عمل بوسیله تغییر فیزیکی (مثلاً تغییر رنگ) شناخته می‌شود.

نقطه ای که این تغییر رنگ در آن روی می‌دهد، نقطه پایان تیتراسیون است.

در تیتراسیون اسید و باز شناساگرها برای تعیین زمان حصول نقطه اکی والان بکار می‌روند. تغییر رنگ معرف، نشانگر نقطه پایانی تیتراسیون می‌باشد. انواع تیتراسیون بر حسب واکنش‌هایی که بین محلول تیتراسیون شونده و استاندارد صورت می‌گیرد، تجزیه‌های حجمی (تیتراسیون) به دو دسته تقسیم می‌شوند:

روش‌هایی که بر اساس ترکیب یون‌ها هستند. یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی‌گیرد.

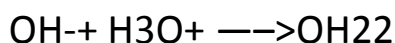
این روش‌ها عبارت‌اند از:

۱ واکنش‌های خنثی شدن یا واکنش‌های اسید و باز

۲ واکنش‌های رسوبی

۳ واکنش‌هایی که تولید ترکیبات کمپلکس می‌کنند

روشهایی که بر اساس انتقال الکترون هستند؛ مانند واکنش‌های اکسایش و کاهش تیتر کردن واکنش‌های اسید و باز یا خنثی شدن تیتر کردن، عبارت است از تعیین مقدار اسید یا باز موجود در یک محلول که با افزایش تدریجی یک باز به غلظت مشخص یا برعکس انجام می‌گیرد. موقعی که محلول یک باز دارای یونهای OH^- است به محلول اسید اضافه کنیم، واکنش خنثی شدن انجام می‌شود:



محاسبات معمولاً حجم مشخص (V) از محلول اسید با نرمالیت مجهول (N) انتخاب کرده، به کمک یک بورت مدرج به تدریج محلول یک باز به نرمالیت مشخص (N) به آن اضافه می‌کنند. عمل خنثی شدن وقتی کامل است که مقدار اکی والان گرم‌های باز مصرفی برابر مقدار اکی والان گرم‌های اسید موجود در محلول شود. برای این که عمل تیتراسیون به دقت انجام شود، باید عمل افزایش محلول باز درست موقعی متوقف گردد که تساوی فوق برقرار شود. روش معمول و همگانی برای تعیین پایان تیتراسیون استفاده از شناساگرهاست. دستگاه PH متر نیز برای محاسبات دقیق در تعیین نقطه اکی والان کاربرد دارد.

وسایل و مواد مورد نیاز: پودر جامد سود (NaOH)، پودر جامد اسید اگزالیک (H₂C₂O₄)، محلول مجهول اسید فسفریک (H₃PO₄) محلول متیل اورانژ، محلول فنل فتالئین، بالون ژوژه cc250 و cc100، پی پت حبابدار cc10، بورت ۲۵ میلی لیتری، ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری، بشر ۱۰۰ میلی لیتری، هم زن شیشه ای، شیشه ساعت و ترازو

شرح آزمایش ۱: ابتدا بورت را برداشته آن را با آب مقطر خوب می شویم، سپس cc250 محلول سود ۰/۱ نرمال را تهیه کرده (استاندارد تیترانت) و آنرا در بورت می ریزیم. ۰/۱ گرم از پودر جامد اگزالیک اسید را با دقت وزن نموده و آنرا در یک ارلن cc250 میریزیم. سپس به آن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه نموده و خوب هم می زنیم تا محلول ما شفاف شود، سپس به آن ۳-۲ قطره محلول فنل فتالئین می افزاییم (محلول بی رنگ). پس از آن محلول را با محلول NaOH، ۰/۱ نرمال تیترا می کنیم. به محض اینکه رنگ صورتی کم رنگ را دیدم. پایدار بود، تیتراسیون را قطع می کنیم و حجم محلول NaOH مصرفی را یادداشت می کنیم (VNaOH) این عمل را دو بار تکرار می کنیم و از حجمهای بدست آمده میانگین می گیریم.

$$\text{محاسبات: } V = 16/1 = 16 \text{ کل } V_1 = 16/16 = 1$$

نتیجه آزمایش: از آزمایش بالا نتیجه می گیریم که در تیترا کردن اسید باز باید اکی والان ها با هم برابر باشد و در واقع مول های اسید و باز با هم برابر باشد و در این صورت واکنش خنثی است و پس از تغییر رنگ محلول نقطه پایان بدست می آید که محلول در این لحظه بازی میشود.

شرح آزمایش ۲: در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری، محلول مجهول H_3PO_4 را تحویل می گیریم و به حجم می رسانیم ۱۰۰ میلی لیتر از محلول به حجم رسیده اسید فسفریک را در یک ارلن $CC250$ ریخته و به آن ۲-۳ قطره محلول متیل اورانژ می افزاییم (محلول صورتی یا قرمز) سپس محلول بدست آمده را با محلول استاندارد شده سود، تیترو می کنیم. به محض اینکه اولین تغییری رنگی که پایدار بود را در محلول دیدیم (نارنجی یا زرد)، شیر بورت را بسته و حجم $NaOH$ مصرف شده یادداشت می کنیم. ($V_{NaOH}=V_1$) عمل تیتراسیون یک بار دیگر تکرار کرده و حجم مصرفی میانگین می گیریم.

$$\text{محاسبات: } V_2=9/1 \quad V_1=9/1 \quad V=9/1$$

شرح آزمایش ۳: در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری، محلول مجهول H_3PO_4 را به حجم می رسانیم ۱۰۰ میلی لیتر از محلول به حجم رسیده اسید فسفریک را در یک ارلن $CC250$ ریخته و به آن ۳-۲ قطره محلول متیل اورانژ اضافه می کنیم (محلول صورتی یا قرمز) سپس آن را توسط محلول استاندارد شده سود، تیترو می نماییم. به محض مشاهده اولین تغییر رنگ پایدار در محلول (نارنجی و یا زرد) شیر بورت را بسته و حجم $NaOH$ را یادداشت می کنیم. ($V_{NaOH}=V_1$)

$$\text{محاسبات: } V_2=17/6 \quad V_1=17/5 \quad V=5/17$$

اندازه گیری نقطه جوش

Shimiomd.blog.ir

اندازه گیری نقطه جوش

تعریف نقطه جوش: نقطه جوش دمایی است که در آن دما، فشار بخار جسم مایع با فشار اتمسفر برابر می شود.

نقطه جوش به عوامل زیر بستگی دارد:

۱_ فشار: بین نقطه جوش و فشار ارتباط مستقیم وجود دارد. اگر به تعریف نقطه جوش دقت شود فشار سیستم بالا رود نقطه جوش نیز بالا می رود و بالعکس.

تاثیر فشار بر نقطه جوش:

نقطه جوش یک مایع با تغییر فشار خارجی تغییر می کند. 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 برابری می‌کند.

نوسانات فشار جو در یک موقعیت جغرافیایی، نقطه جوش آب را حداکثر تا 2°C تغییر می‌دهد. ولی تغییر محل ممکن است باعث تغییرات بیشتر شود، متوسط فشاری که هوا سنج در سطح دریا نشان می‌دهد یک اتمسفر، ولی در ارتفاعات بالاتر کمتر از این مقدار است. مثلاً در ارتفاع ۵۰۰۰ پایی از سطح دریا متوسط فشاری که فشار سنج نشان می‌دهد 0.836 atm است و نقطه جوش آب در این فشار 95.1°C می‌باشد.

مولکولها در فاز گازی به سرعت حرکت میکنند و دائماً به دیواره ظرف بر می‌خورند و منجر به وارد کردن فشار به دیواره آن می‌شوند میزان این فشار در یک درجه حرارت معین را فشار بخار تعادل جسم مایع در آن درجه می‌نامند. این فشار بخار به درجه حرارت بستگی دارد. این بستگی به آسانی با تمایل گریز مولکولها از مایع قابل توجیه است. با ازدیاد درجه حرارت انرژی جنبشی متوسط مولکولها افزایش می‌یابد و فرار آنها به فاز گازی آسان میشود. سرعت ورود مجدد مولکولها نیز رو به افزایش می‌رود و به زودی در درجه حرارت بالاتر تعادل برقرار می‌شود. ولی در این حال تعداد مولکولها در فاز گازی از تعداد آنها 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 مولکولهای فاز بخار در بالای مایع می‌توانند از محوطه ظرف خارج شوند. بخاری که در بالای این نمونه است از مولکولهای هوا و نمونه تشکیل شده است. طبق قانون فشارهای جزئی دالتون، فشار کل (خارجی) در بالای مایع برابر با فشارهای جزئی نمونه و هوا است:

$$P_{\text{هوآ}} + P_{\text{نمونه}} = P_{\text{كل}}$$

فشار جزئی نمونه برابر با فشار بخار تعادل آن در درجه حرارت معین است. اگر درجه حرارت بالا رود (بدین ترتیب فشار بخار تعادل نمونه زیاد میشود) تعداد مولکولهای نمونه در فضایی که در بالا و نزدیک مایع است افزایش می یابد و در نتیجه مقداری از هوا جابجا میشود. در درجه حرارت بالا فشار جزئی نمونه درصد بیشتری از فشار کل را تشکیل میدهد. با ازدیاد بیشتر درجه حرارت این عمل ادامه می یابد تا فشار بخار تعادل با فشار خارجی برابر شود و در این حال تمام هوا کاملاً از ظرف خارج میشود. تبخیر بیشتر باعث جابجا شدن مولکولهای گازی نمونه خواهد شد. با توجه به این حقایق به این نتیجه میرسیم که فشار بخار تعادل یک نمونه یک حد نهایی دارد که به وسیله فشار خارجی معین میشود. در این حد سرعت تبخیر به مقدار زیادی افزایش می یابد (که با تشکیل حباب در مایع آشکار میشود) و این مرحله را عموماً شروع جوشش می دانند. 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 سانتیگراد در فشار ۷۵۲ میلی متر جیوه). معمولاً نقطه جوش استاندارد را در فشار آتمسفر (۷۶۰ mm Hg) تعیین میکنند.

نقاط جوش برای شناسایی مایعات و برخی از جامداتی که در حرارت پایین ذوب میشوند، مفید هستند. جامداتی که در حرارت بالا ذوب میشوند معمولاً آتقدر دیر میجوشند که نمیتوان به راحتی درجه جوش آنها را اندازه گرفت.

۲_ ساختمان ترکیب: هر چقدر ساختمان ترکیب قطبی تر باشد نقطه جوش هم بیشتر می شود. اگر ترکیبی توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی را داشته باشد نقطه جوش آن بالاتر می رود. ملاحظه می شود که در دو ترکیب H_2O و H_2S اتم های مرکزی هم گروه می باشند ولی چون مولکول های آب توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی دارد نقطه جوش آن بالا تر خواهد بود.

هر چقدر ترکیبی دارای شاخه های جانبی کمتری باشد نقطه جوش آن بیشتر خواهد بود

۳_ ناخالصی ها: ناخالصی ها دو نوع اند:

الف) غیر فرار: مثل ترکیبات معدنی مانند $MgCl_2$, $NaCl$ که باعث افزایش نقطه جوش می شوند.

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

چگونگی جوشیدن یک مایع

وقتی که فشار بخار یک مایع با فشار جو برابر می شود، مایع شروع به جوشیدن می کند. در این دما، بخار حاصل در داخل مایع سبب ایجاد حباب و غلیان خاص جوشش می شود. تشکیل حباب در دمای پایینتر از نقطه جوش غیر ممکن است، زیرا فشار جو بر سطح مایع که بیش از فشار داخل آن است، مانع از تشکیل حباب می شود. دمای مایع در حال جوش تا هنگامی که تمام مایع بخار نشده است، ثابت

می ماند در یک ظرف بدون درپوش حداکثر فشار بخاری که هر مایع می تواند داشته باشد برابر با فشار جو می باشد .

فشار بخار هر مایع تنها از روی دما معین می شود . بنابراین اگر فشار بخار ثابت باشد دما نیز ثابت است . برای ثابت ماندن دمای یک مایع در حال جوش باید به آن گرما داده شود . زیرا در فرایند جوش مولکولهای با انرژی زیاد از مایع خارج می شوند . اگر سرعت افزایش گرما بیش از حداقل لازم برای ثابت نگهداشتن دمای مایع در حال جوش باشد، سرعت جوشش زیاد می شود ولی دمای مایع بالا نمی رود .

روش های تعیین نقطه جوش:

به دو روش می توان نقطه جوش مواد را مشخص کرد : (۱) روش میکرو (۲۰) روش ماکرو

تفاوت این دو روش در مقدار ماده ای است که در اختیار داریم . روش میکرو به مقدار کمی ماده نیاز دارد و از دستگاه های ساده و به شکل ساده استفاده می شود .

دمای جوش

در میان هیدروکربنها به نظر می رسد که عوامل تعیین کننده دمای جوش ، عمدتاً وزن مولکولی و شکل مولکولی باشند ؛ این چیزی است که از مولکولهایی که عمدتاً با نیروهای واندر والسی در کنار یکدیگرند ، انتظار می رود . در الکلها نیز با افزایش تعداد کربن ، دمای جوش بالا می رود و با

شاخه‌دار شدن زنجیر، دمای جوش پایین می‌آید. اما نکته غیر عادی، در مورد الکلها این است که آنها در دمایی بالا به جوش می‌آیند. این دماهای جوش، بسیار بالاتر از دمای جوش هیدروکربنها با وزن مولکولی یکسان است و حتی از دمای جوش بسیاری ترکیبها با قطبیت قابل ملاحظه بالاتر است. چگونه این پدیده را تبیین می‌کنیم؟ بدیهی است پاسخ این است که الکلها، همانند آب، مایع‌های بهم پیوسته هستند. دمای جوش بالای آنها به علت نیاز به انرژی بیشتر برای شکستن پیوندهای هیدروژنی است که مولکولها را در کنار یکدیگر نگه داشته‌اند. اگر چه اترها و آلدئیدها هم اکسیژن دارند، اما هیدروژن در آنها فقط با کربن پیوند دارد، این نوع هیدروکربنها آقدر مثبت نیستند که بتوانند با اکسیژن، پیوند قابل ملاحظه‌ای ایجاد کنند

شرح آزمایش (روش میکرو):

ابتدا یک لوله موئین بر می‌داریم و یک طرف آن را روی شعله مسدود می‌کنیم سپس لوله موئین را از وسط دو تکه می‌کنیم. لوله‌هایی که یک سمت آن مسدود شده است مورد نیاز ماست. یک لوله آزمایشی بر می‌داریم و لوله موئین مورد نظر را از سر باز وارد لوله آزمایش می‌کنیم. حدود ۱ الی ۱/۵ سی سی از مایع مورد نظر که می‌خواهیم نقطه جوش آن را تعیین کنیم داخل لوله آزمایش می‌ریزیم. سپس توسط یک چسب نواری لوله آزمایش را به یک دماسنج متصل می‌کنیم بطوریکه مخزن جیوه‌ای دماسنج تماس با انتهای لوله آزمایش قرار گیرد. مجموعه خود را توسط گیره متصل به سه پایه وارد حمام دما قرار می‌دهیم تا حرارت غیر مستقیم ببیند.

ما در اینجا از حمام آب گرم استفاده می‌کنیم (می‌توانیم نتیجه بگیریم که دمای جوش مایع مورد نظر از ۱۰۰ درجه کمتر است.) وقتی کل سیستم آماده شد حرارت را روشن می‌کنیم آقدر حرارت می‌دهیم تا از انتهای لوله موئین داخل لوله آزمایش حباب خارج شود. حبابها ابتدا با سرعت کم و تعداد کم

خارج می شود ولی پس از گذشت زمان تعداد و سرعت آنها افزایش می یابد. وقتیکه حباب ها بصورت یکپارچه و متوالی خارج شدند حرارت را قطع می کنیم . اگر با شعله کار می کنیم تنها کشیدن شعله از زیر بشر کافیهست ولی اگر با Heater کار میکنیم باید کاملا بشر را از روی آن جدا کنیم و تنها خاموش کردن Heater کافی نیست. با قطع کردن حرارت حمام سرد شده و دمای مایع مورد نظر کاهش می یابد لذا تعداد حباب ها کم می شود تا زمانیکه تمام می شوند. لحظه ای که هیچ حبابی خارج نشود و مایع مورد نظر از لوله مویین شروع به بالا رفتن کند باید دما خوانده شود و ثبت گردد . این دما نقطه جوش ما خواهد بود.

ما این کار را بر اساس تعریف نقطه جوش انجام می دهیم چون ما آنقدر به مجموعه حرارت می دهیم تا مایع به جوش آمده و حباب از آن خارج شود . خارج شدن حباب ها نشان دهنده آن است که فشار بخار مایع از فشار اتمسفر بیشتر است. وقتی حرارت را قطع می کنیم تعداد حباب ها کم می شود تا لحظه ای که دیگر هیچ حبابی خارج نمی شود و این به معنی آن است که فشار بخار مایع کاهش می یابد تا لحظه ای که با فشار اتمسفر برابر می شود بنابراین اگر ما این لحظه را ثبت کنیم همان دمای نقطه جوش خواهد بود.

گزارش کار آزمایش تیتراسیون استانیلید

Shimiomd.blog.ir

استانیلید

استانیلید یا فنیل استامید نرمال یا استانیلین نرمال یک ماده ورقه ای (پرکی شکل) سفید یا کرم رنگ می باشد. این ماده در انواع بی رنگ، کریستالی براق نیز موجود است. از این ماده به عنوان تب بر و ضد درد استفاده می گردد. همچنین استانیلید به عنوان یک ماده میانی در ساخت رنگینه ها نقش حیاتی ایفا می کند.

خصوصیات

۱) استانیلید یک پودر سفید رنگ یا کرم رنگ یا به صورت ورقه ای می باشد.

۲) وزن مولکولی آن برابر $135/16$ می باشد.

۳) وزن مخصوص استانیلید $1/21$ می باشد.

۴) نقطه ذوب آن $114/2$ درجه سانتیگراد می باشد.

۵) نقطه جوش استانیلید $303/8$ درجه سانتیگراد می باشد.

۶) در الکل، اتر و بنزن حلالیت دارد.

۷) حلالیت آن در آب ناچیز است.

۸) در دمای 545 درجه سانتیگراد اشتعال پذیر است.

کاربرد و موارد مصرف

استانیلید به صورت گسترده به عنوان تب بر و ضد درد استفاده می شود. مصارف اصلی استانیلید به صورت زیر می باشد.

۱) داروئی

۲) مواد میانی و ساخت رنگهای نساجی

۳) به عنوان تسریع کننده در صنایع لاستیک سازی

۴) پایدار کننده پراسید

۵) به عنوان بازدارنده در هیدروژن پراکسید

۶) پایدار کننده استر، سلولوز، روغن جلا

انواع

۱) صنعتی

۲) فوق العاده خالص

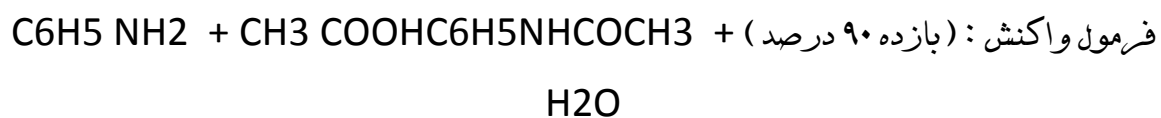
بررسی جایگاه صنعتی

در حال حاضر بین ۸ تا ۱۰ سازنده استانیلید در کشور هندوستان وجود دارد که مجموع ظرفیت آنها بالغ بر ۲۸۵۰ تن می باشد. هر چند تولیدات آنها بالغ بر ۲۱۰۰۰ تن می باشد ولی میزان تقاضای آن حدود ۳۲۰۰ تن تخمین زده می شود.

روش تولید

سه روش عمده جهت تولید استانیلید وجود دارد.

۱) از آنیلین و اسید استیک



آب استانیلید اسید استیک آنیلین

(۲) از آنیلین و انیدرید استیک



آب استانیلید انیدرید استیک

(۳) از انیدرید استیک و فنیل آمونیوم کلراید

سنتر استانیلید

Shimiomd.blog.ir

آثار استانیلید:

اگر چندین روز متوالی روزی یک گرم تا یک گرم و نیم استانیلید بکار برده شود، در چهره و انتهای دست و پا سیانوز تولید میشود. سبب سیانوز تبدیل هموگلوبین خون به متهموگلوبین است. در آزمایش خون رنگ سرم تغییری نیافته و تعداد و شکل گلبول های قرمز تفاوت بسیار نکرده است. از این آزمایش چنین نتیجه گرفته میشود که استانیلید هموگلوبین را در داخل گلبول ها تبدیل به متهموگلوبین کرده و خود گلبول های قرمز را منهدم نمی کند و تا هنگامی که گلبولها منهدم نشوند متهموگلوبین به سهولت به حالت اکسی هموگلوبین در می آید و بهمین جهت است که سیانوز ناشی از استعمال استانیلید بزودی بهبودی یافته و در صورتی که بیش از میزان تراپوتیکی (درمان شناسی) تجویز نشده باشد همیشه بدون هیچگونه خطری رفع شده، اثری از خود باقی نمی گذارد. استانیلید بمقدار بسیار، علاوه بر سیانوز شدید قلب را فلج میکند. استانیلید حرارت را بسرعت پائین می آورد. در اثر ضد تب چهل سانتی گرم آن با یک گرم آنتی پیرین برابر است. معمولاً ده تا بیست سانتی گرم آن برای پائین آوردن تب کفایت میکند. استانیلید به میزان روزی یک گرم تا یک گرم و نیم مقدار بول را کم میکند.

موارد استعمال:

با وجودی که سیانوز حاصل از بکار بردن استانیلید زودگذر و بدون خطر است، این دارو بعنوان ضد تب مضر شناخته شده، از ضد تب آن به ندرت استفاده میشود. اثر ضد درد این دارو در درمان حملات دردناک تابس، نورالژی، سیاتیک، نورالژی بین ضلعی و نورالژی عصب سه شاخه مورد استفاده است. مقدار استعمال آن ۲۵ سانتی گرم در یک بار و ۷۵ سانتی گرم در بیست و چهار ساعت است.

حداکثر میزان استعمال آن در یک بار سی سانتی گرم و در ۲۴ ساعت ۱/۵ گرم است. (درمان شناسی
تالیف محمد علی غربی، به اهتمام علی محمد سپهرج ۱ ص ۱۸۴ و ۱۸۵).

مشخصات و مکانیزم ساخت نیترواستانیلید

C₆H₅-NH(C=O)CH₃ استانیلید می باشد که در آن گروه NHCOCH₃ بر روی حلقه ی آروماتیکی وجود دارد. حال چنانچه بخواهیم یک گروه دیگر بر روی حلقه قرار دهیم، این گروه می تواند موقعیتهای ارتو، متا و پارا را اشغال نماید. یعنی گروه جدید همسایه ی گروه قبلی باشد (ارتو) و یا یک کربن از آن فاصله داشته باشد (متا) و یا دو کربن فاصله داشته باشد و در دورترین فاصله ی ممکن قرار گیرد (پارا).

استانیلید دارای نقطه ذوب ۱۱۳ تا ۱۱۵ درجه ی سانتیگراد و نقطه جوش ۳۰۴ درجه ی سانتیگراد می باشد.

ارتو و پارا نیترواستانیلید بوسیله ی واکنش استانیلید با مخلوطی از نیتریک اسید و سولفوریک اسید بدست می آید. زیرا گروه نخست یعنی NHCOCH₃ گروه حجیمی است، فرم پارا که در آن دو گروه فوق و نیترو از هم فاصله ی بیشتری دارند، پایدارتر بوده و قسمت بیشتر محصول را به خود اختصاص می دهد. اما جدا کردن ایزومرهای پارا و ارتو از طریق تقطیر جز به جز ممکن است، زیرا این دو ترکیب در نقطه ی جوش متفاوت هستند.

واکنش استانیلید با نیتریک اسید غلیظ سبب تولید پارانیترواستانیلید می شود. برای بالا بردن بازده می توان از نسبت ۳ به ۱ از سولفوریک اسید و نیتریک اسید استفاده نمود. چون این واکنش گرمازا است، باید افزایش استانیلید به اسید نیتریک غلیظ بسیار آهسته و همراه با سرد کردن محیط واکنش صورت گیرد.

گزارش کار تهیه صابون (آزمایش صابونی شدن)

Shimiomd.blog.ir

عنوان: گزارش کار تهیه صابون (آزمایش صابونی شدن)

تئوری:

می دانید ساختار یک مولکول صابون به صورت زیر است:

$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COO}^- + \text{X}$ در صابونهای جامد X یون سدیم و در صابونهای مایع پتاسیم و آمونیوم

می باشد.

در تهیه ی صابون ابتدا یون هیدروکسید باز به عنوان نوکلئوفیل (هسته دوست) به کربن گروه کربنیل حمله کرده، پس از خارج شدن یک مولکول الکل، انیون اسید به صورت هیبرید رزونانس فوق، پایدار میگردد.

الکل نقش حلال را دارد. مواد اولیه برای تولید صابون چربی (مولکول آلی و غیر قابل حل در آب) و باز (مانند سود که در آب انحلال پذیر است) می باشند. برای اینکه واکنش بین دو ماده ی اولیه، یعنی چربی و باز، بهتر صورت گیرد باید از یک حلال استفاده کرد که هر دو ماده ی اولیه را در خود حل نماید. الکل بسیار مفید است زیرا الکل مانند $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ دارای یک سر هیدروکربنی و یک سر قطبی است و می تواند هر دو ماده ی اولیه را در خود حل کرده و در نتیجه واکنش بین آن دو سر یعتبر و کاملتر انجام گیرد.

گزارش کار تبلور مجدد

Shimiomd.blog.ir

تبلور مجدد

تبلور مجدد یکی از بهترین روش های خالص سازی برای خالص کردن یک جامد است. در این روش اختلاف در حلالیت سبب جدا شدن اجسام از یکدیگر 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 برند و سپس اجازه می دهند تا بلورهای جسم به صورت یک شبکه بلوری مجددا تشکیل شوند. ناخالصی ها معمولا 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

حلال مورد نیاز برای تبلور مجدد باید دارای چندین خصوصیت باشد:

۱) مهمترین ویژگی حلال این است که جسم جامد مورد نظر را در دمای آزمایشگاه در خود حل نکند و در نقطه جوش در خود حل کند

۲) در دمای بالا ناخالصی را در خود حل نکند ا در دمای پایین در خود حل کند

۳) نقطه جوش خیلی پایینی نداشته باشد

۴) بهتر است نقطه جوش حلال کمتر از نقطه ذوب جسم باشد

۵) حلال یا جسم مورد نظر واکنش شیمیایی ندهد

۶) حلال از درجه سمی بودن پایینی برخوردار بوده و از لحاظ اقتصادی مقرون به صرفه باشد. مثلاً از آب، الکل و کلروفرم که همگی شرایط لازم برای تبلور را دارند استفاده کنند

اگر نیاز به انتخاب حلال مناسب برای تبلور مجدد داریم به روش زیر عمل می کنیم:

ابتدا چند لوله آزمایش را بر می داریم و مقداری (حدود چند بلور شکر) از جسم جامد را درون آن می ریزیم. سپس یک میلی لیتر از حلال هایی را که در اختیار داریم در هر کدام از لوله ها می ریزیم و آنها را شدیداً تکان می دهیم آنگاه می بینیم که آیا جسم در حلال حل شده است یا خیر؟ در مرحله بعد لوله ها را تا رسیدن به نقطه جوش حرارت می دهیم و باز نگاه می کنیم که آیا جسم در حلال حل شده است یا خیر؟ و نتایج را ثبت می کنیم. ما دنبال حلالی می گردیم که در دمای آزمایشگاه جسم را در خود حل نکند و در دمای جوش بتواند جسم را در خود حل کند. معمولاً از آب به عنوان یک حلال مناسب استفاده می کنند. در صورتی که آب به عنوان حلال مناسب برای تبلور مجدد باشد می توان عمل انحلال را در یک بشر و در فضای باز انجام داد در غیر این صورت برای اجتناب از استنشاق گازهای سمی عمل انحلال باید در یک بالن و یا با استفاده از یک مبرد و به صورت رفلاکس انجام گیرد.

شرح آزمایش:

یک بشر برداشته و حدود یک گرم استانیلید ناخالص را درون آن می ریزیم و به آن حدود ۲۰ میلی لیتر آب اضافه میکنیم و حرارت ککیدهیم تا به جوش آید. در صورتی که جسم به صورت کامل حل نشد هر بار به آن ۱۰ میلی لیتر آب اضافه نموده و مجددا حرارت می دهیم تا به جوش آید. مدت زمان جوشیدن نبایستی طولانی شود چون حلال اضافه شده تبخیر می گردد. افزایش حلال را تا زمانی که تمام جسم در دمای جوش حل شود ادامه می دهیم البته پس از هر بار افزودن حلال اگر اجسامی که به نظر می آید ناخالص باشند (موادی پرز مانند) در دمای جوش حل نشدند حدود ۱۰ میلی لیتر حلال اضافه تر می ریزیم و آن را به صورت داغ روی یک کاغذ صافی معمولی صاف می کنیم در این مرحله نبایستی صاف کردن با استفاده از مکش انجام گیرد چون جریان هوا باعث سرد شدن حلال گردیده و کریستالها نا به هنگام تشکیل میگردند. افزایش حلال اضافه به منظور جلوگیری از تبلور نا به هنگام در این مرحله می باشد. بهتر است در این مرحله در حین صاف کردن بشر را مرتبا به طور ملایم حرارت دهیم. افزایش حلال خیلی بیش از مقدار مورد نیاز ممکن است که مانع تشکیل رسوب گردد.

محلول (صاف شده) را در کناری قرار داده تا به مرور زمان سرد شده و بلورهای جسم تشکیل گردند. هنگام سرد شدن محلول نبایستی آن را به هم زد چون باعث می شود که بلورهای ریزی به دست آید. پس از تشکیل کامل بلورها این مجموعه را روی کاغذ صافی معمولی یا روی قیف بوختر صاف کرده تا جسم بر روی کاغذ صافی باقی بماند. ناخالصی هایی که در دمای بالا نا محلول هستند را با صاف کردن محلول های داغ و ناخالصی هایی که در دمای پایین محلول هستند را از طریق صاف کردن محلول سرد جداسازی می نماییم.

پس از صاف کردن بلورها معمولا می توان مقدار دیگری بلور به دست آورد. برای این کار میتوان محلول زیر صافی را در حمام آب یخ قرار داد یا ابتدا کمی آن را حرارت داده تا مقداری از حلال آن

خارج شده و تغلیظ شود و سپس اجازه دهیم تا متبلور شود . بلورهایی که در این مرحله به دست می آید به اندازه مرحله اول خالص نیستند.

به منظور شستن بلورها می توان مقداری از حلال سرد (در اینجا آب) را روی کریستالهای جسم ریخته و اجازه داد تا حلال شستشو از بلورها خارج شود.

در صورت استفاده از خراطوم آبی می توان برای خشک کردن سریع تر بلورها چند دقیقه هوا را از درون بلورهای موجود در قیف عبور داد و سپس آنها را روی شیشه ساعت قرار داده و برای چند ساعت در هوا قرار داد. در صورت لزوم می توان از آون برای خشک کردن بلورها استفاده نمود و یا با گذاشتن این بلورها در دسیکاتور خلا سرعت خشک کردن آنها را تسریع نمود.

گزارش کار تهیه نیتروبنزن

Shimiomd.blog.ir

مواد لازم: بنزن، نیتریک اسید غلیظ (۷۰ درصد)، سولفوریک اسید غلیظ (۹۸ درصد)

احتیاط: با دستکش و زیر هود با سولفوریک اسید و نیتریک اسید کار کنید. در صورت ریختن اسید، سدیم بی کربنات یا سدیم کربنات جامد روی آن پاشید.

خطر: نیتریک اسید، یک اکسند قوی است. از تنفس بخارات آن و تماس با پوست بدن و چشم اجتناب کنید. سولفوریک اسید یک ماده شدیداً جاذب الرطوبه است و سبب سوختگیهای جدی می شود.

روش کار:

در یک بالن ته گرد (۲۵۰ میلی لیتری)، ۱۵/۵ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ بریزید و به آن، در حال همزدن و به آرامی، ۱۲/۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بیفزایید. مخلوط را در حمام آب و یخ قرار دهید و وقتی دمای مخلوط به ۵۰ درجه سانتیگراد رسید، ۸/۵ میلی لیتر بنزن را کم کم (هر بار حدود ۲ میلی لیتر) به مخلوط اضافه کنید و به طور مداوم مخلوط را به هم بزنید. در طول افزودن بنزن، دمای واکنش نباید از ۵۵ درجه بیشتر شود. سپس با قرار دادن یک مبرد، مخلوط را در حمام آبی که دمای آن حدود ۶۰ درجه است، رفلاکس (بازروانی) کنید و گاهی مخلوط را تکان دهید. پس از ۴۵ دقیقه واکنش انجام شده است. آنگاه محتویات بالن را در ۸۰ میلی لیتر آب بریزید و به خوبی هم بزنید. بدین ترتیب اسید تا حد امکان از لایه نیتروبنزن جدا می شود و در لایه آبی قرار می گیرد. لایه آبی را جدا کنید. نیتروبنزن را در قیف جدا کننده بریزید و آن را سه بار، هر بار

با ۱۰ میلی لیتر آب، بشویید. پس از آن، ۴ بار، هر بار با ۱۰ میلی لیتر محلول رقیق سدیم کربنات ۷ درصد شستشو دهید. (در هر بار استخراج، خروج گاز از قیف جدا کننده را مد نظر داشته باشید.) در آخرین استخراج نباید، گاز CO2 تولید شود. نیترو بنزن فاقد اسید را بوسیله کلسیم کلرید، خشک کنید (حدود ۲۰ دقیقه). سپس آن را در یک بالن صاف کنید و با سوار کردن دستگاه تقطیر خشک، تقطیر کنید. دمای جوش نیترو بنزن حدود ۲۰۵ الی ۲۱۰ درجه سانتیگراد است. نیترو بنزن تقطیر شده را در یک لوله آزمایش که وزن آن را قبلاً به دست آورده اید جمع آوری کنید. توجه داشته باشید که نیترو بنزن بسیار سمی است.

گزارش کار سنتز بنزویک اسید از تولوئن

Shimiomd.blog.ir

تئوری:

شناسنامه

نام گذاری آیوپاک

Benzoic acid

جرم مولی

۱۲۲,۱۲ گرم بر مول

نما (ظاهر)

جامد سفید

دمای ذوب

۱۲۲,۴ درجه سانتی گراد

دمای جوش

۲۴۹,۲ درجه سانتی گراد

چگالی

۱,۲۶۵۹ گرم بر میلی لیتر (در ۱۵ درجه سلسیوس)

فشار بخار

Not available

pH

۳,۰ محلول یک درصد

حلالیت در آب

کم محلول در آب سرد

چگالی نسبی بخار

۴,۲۱ (نسبت به هوا)

بنزوئیک اسید، $C_7H_6O_2$ (C_6H_5COOH)، یک ترکیب بلوری بی رنگ (سفید دیده می شود) است. بنزوئیک اسید ساده ترین کربوکسیلیک اسید آروماتیک نیز می باشد. این ماده یک اسید ضعیف محسوب می شود. از نمک های آن به عنوان نگهدارنده های غذایی استفاده می شود، همچنین در ساخت بسیاری از ترکیبات آلی دیگر از بنزوئیک اسید استفاده می شود.

تاریخچه

بنزوئیک اسید در قرن شانزدهم میلادی کشف شد. اولین بار شخصی به نام Nostradamus از تقطیر خشک ماده ای سنتی به نام gum benzoin بدست آورد. در سال ۱۸۷۵ شخصی به نام Salkowski نیز پی به خواص ضد قارچ بنزوئیک اسید برد.

روشهای تهیه

روش تجاری

یکی از روشهای تجاری ساخت بنزوئیک اسید، اکسایش جزئی تولوئن با گاز]

[اکسیژن]] در مجاورت کاتالیزور کبالت یا منگنز نفتنات است که با بازده بالا و رعایت اصول محیط

زیستی (شیمی سبز) انجام می شود که تصویر واکنش مربوطه را در زیر می بینید

روش آزمایشگاهی

بنزوئیک اسید ماده ارزان قیمت و در دسترس است، در نتیجه در صورت نیاز به آن لازم نیست زحمت سنتز آن را متقبل شویم و فقط کافی است نمونه تجاری آن را خریداری کرده و متناسب با کارمان آن را خالص سازی کنیم. که برای اینکار استفاده از روش تبلور مجدد با دو حلال با حلال‌های اتانول و آب بسیار مناسب می‌باشد. ولی در هر صورت می‌توان آن را به روش‌های

زیر نیز سنتز کرد:

با هیدروکسید

از هیدروکسید بنزونیتریل، بنزآمید در محیط‌های اسیدی و یا بازی شدید می‌توان بنزوئیک اسید یا آنیون آن را بدست آورد

از بنزالدهید

همچنین می‌توان با استفاده از واکنش کانیزاروی تقاطعی بنزوئیک اسید را از بنزالدهید ساخت که واکنش مربوط به آن را در زیر می‌بینید:

از بنزیل الکلهمچنین می‌توان از اکسایش بنزیل الکل در حضور محلول پتاسیم پرمنگنات داغ نیز استفاده کرد. در این روش بلافاصله بعد از واکنش باید محلول در حالت داغ فیلتر شود تا منگنز دی‌اکسید تشکیل شده جدا شود و سپس محلول به حال خود رها می‌شود تا بلورهای بنزوئیک اسید تشکیل شود.

مصارف

به عنوان خوراک واحدهای صنعتی

برای تهیه بنزئیل کلرید

بنزئیل کلرید (C_6H_5COCl) از واکنش تیونیل کلرید (یا پنتاکلرید فسفر یا تری کلرید فسفر یا فسژن) با بنزوئیک اسید به دست می آید. با استفاده از بنزئیل کلرید می توان بسیاری از مشتقات بنزوئیک اسید را ساخت از جمله بنزئیل بنزوآت که یک طعم دهنده مصنوعی می باشد.

برای تهیه فنول

فنول (C_6H_5OH) از کربوکسیل زدایی همراه با اکسایش در دمای $300^{\circ}C$ الی $400^{\circ}C$ بدست می آید. البته این فرایند می تواند در حضور کاتالیزور نمک کبالت II در $200^{\circ}C$ هم انجام پذیرد. فنول (Phenol) نیز استفاده های بسیاری دارد، که مهمترین آنها تبدیل فنول به سیکلوهگزانول می باشد که سرآغازی برای تولید نایلون است.

و برای ساخت بسیاری مواد دیگر

نگهدارنده غذا

بنزوئیک اسید و نمک هایش به عنوان نگهدارنده غذا مصرف دارند که به نام های $212E$ ، $211E$ ، $210E$ و $213E$ شناخته می شوند. هر کدام از این نمک ها از واکنش مستقیم یا واکنش با نمک های سدیم، پتاسیم یا کلسیم تهیه می شوند. در اصل بنزوئیک اسید از رشد قارچها، مخمرها و بعضی باکتریها جلوگیری می کند. نحوه اثر بنزوئیک اسید اینگونه است که در ابتدا بنزوئیک اسید جذب سلول می شود، اگر pH درون سلولی به 5 یا کمتر تغییر کند، تخمیر ناهوازی گلوکز از طریق Phosphofructokinase به میزان 95٪ کاهش می یابد و این خود باعث نابودی آنها می شود. مقدار معمول استفاده از بنزوئیک اسید و نمک هایش به عنوان نگه دارنده بین 0.05٪-0.1٪ می باشد. البته در بعضی غذاها باید از سطوح بالاتری از بنزوئیک اسید استفاده شود که مقادیر ماکسیم آن در قوانین بین المللی غذا موجود است. البته نگرانی هایی وجود دارد مبنی بر اینکه بنزوئیک اسید با آسکوربیک اسید (ویتامین C) موجود در نوشابه ها واکنش داده و مقادیر بسیار کم (ولی در دراز مدت خطرناک) بنزن تولید می شود.

دارو

اسید بنزوئیک جزئی از پماد Whitfield است که برای درمان بیماری‌های قارچی پوست و مو استفاده می‌شود.

خطرات بنزوئیک اسید

بنزوئیک اسید یک محرک پوست و چشم است. پس باید از تماس آن با پوست و چشم احتراز شود

شرح آزمایش

یک بالن ته گرد فاقد شاخه ی جانبی را برداشته ۳g پرمنگنات پتاسیم ۰.۰۰۰cc آب مقطر ۲ml سود غلیظ و ۴cc تولوئن را در آن ریخته چند گرم سنگ جوش به آن اضافه کرده به مدت ۶۰ دقیقه تقطیر برگشتی را انجام داده سپس محتوی را در یک بشر ریخته و با اسید سولفوریک اسیدی کرده و سپس به آن سولفیت سدیم جامد اضافه کرده تا رنگ محلول زایل گردد. روی بن ماری قرار داده تا حجم نصف شود سپس بشر را به کناری گذاشته تا سرد شود و اسیدبنزوئیک متبلور شود. سپس بوسیله ی قیف بوخزر و پمپ خلا صاف کرده و با آب مقطر کم حل کرده و مجددا کریستاله نموده آنگاه پس از خشک شدن مقدار آن را به دست آورید.

گزارش کار سنتز دی بنزال استون (تراکم آلدولی)

Shimiomd.blog.ir

واکنش بعدی در تراکم آلدولی که بطور خود بخودی اتفاق می افتد حذف گروه هیدروکسی از موقعیت بتا (حذف آب) و ایجاد ترکیب کربونیل غیر اشباعی آلفا و بتا میباشد.

اگر مخلوط آلدئیدها و یا کتونهای متفاوت و یا هر دوی آنها در محیط حضور داشته باشند، منجر به تولید محصولات تراکمی متنوع میشود. در مورد کتونهای دارای دو گروه متیلن یا در حالت خاص دو گروه متیل مثل استون اگر نسبت مولی بنزالدئید به استون به صورت ۲ به ۱ باشد دی بنزال استون به جای بنزال استون تشکیل میشود.

روش کار

در یک ارلن ۱۵۰ سی سی ۲۰ سی سی محلول سود ۱۰٪ و ۲۰ سی سی اتانول ۹۵٪ بریزید. محلول را کاملاً سرد کرده (برای جلوگیری از واکنشهای جانبی و کانیزارو) و ۳ سی سی استون (۴ صدم مول) و بلافاصله ۸ سی سی بنزالدئید اضافه کنید. رسوب زرد بلافاصله تشکیل میشود. به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط واکنش را به هم بزنید و سپس توسط قیف بوختر صاف کنید روی صافی را با کمی آب سرد و سپس کمی اتانول ۹۵٪ بشوئید. رسوب را با اتانول ۹۵٪ و یا اتیل استات تبلور مجدد کنید و بگذارید خشک شود.

نقطه ذوب و بازده را حساب کنید.

گزارش کار سنتز نیترو بنزن

Shimiomd.blog.ir

هدف: تهیه و سنتز نیترو بنزن از بنزن (واکنش جانشینی نوکلئوفیلی)

تئوری:

فرآیند تولید منو نیترو بنزن:

فرآیند تولید نیترو بنزن متشکل از مراحل ذیل می باشد:

ویژگی های فرآیند، نکات فنی و شرایط عملیاتی:

۱- واحد نیتراسیون طرح حاضر بصورت فرآیند غیر مداوم و در مقیاس صنایع کوچک در نظر گرفته شده است. بنابراین نسبت هزینه نیروی انسانی به مواد اولیه، کسر کوچکی را تشکیل می دهد. عمده ترین کاربرد نیترو بنزن در تولید آنیلین می باشد و بخش اعظم نیترو بنزن تولید شده در ساخت صنایع رنگ و تهیه رنگ های نساجی (آزو) بکار میرود. ضمن اینکه می توان به کاربردهای آن بعنوان حلال و نیز در نقش ماده اولیه شیمیایی لاستیک، فتوگرافی و دارویی اشاره نمود. همچنین نیترو بنزن در صنایع نظامی برای تری نیترو تولوئن TNT استفاده می شود.

۲- تهیه اسید مخلوط: مقادیر صحیح وزنی از اسید سولفوریک ۹۸ درصد و اسید نیتریک ۹۸ درصد در حالیکه دما کنترل می شود به آرامی به یکدیگر افزوده می شوند.

۳- واکنش بنزن و اسید مخلوط: با در نظر گرفتن منحنی روفیل دمای نیتراسیون، مقادیر مورد نیاز از بنزن و اسید مخلوط وارد راکتور می شوند. که بعد از انجام واکنش، اسید بجا مانده به دستگاه استخراج و نیترو بنزن حاصله MNB به مخزن جمع آوری محصول خام هدایت می شوند. مقدار مورد نیاز دیگر از بنزن به اسید به جا مانده در دستگاه استخراج، اضافه می شود. و در دمای

پایین هم زده می شود. متعاقب عمل استخراج، اسید تصفیه شده به مخزن اولیه نگهداری اسید مخلوط بنزن و نیترو بنزن بدست آمده نیز جهت استفاده در راکتور واکنش هدایت می شوند.

لازم به ذکر است که بین بنزن و مخلوط اسیدی (۵۶ تا ۶۵ درصد وزنی اسید سولفوریک، ۲۰ تا ۲۶ درصد وزنی اسید نیتریک و ۱۵ تا ۱۸ درصد آب) وارد راکتور نیتراسیون که از نوع لوله ای با جریان در هم می باشد می گردد. دمای راکتور حدود ۶۰ تا ۷۵ درجه سلسیوس و فشار حدود ۱ اتمسفر و زمان فعل و انفعال حدود ۱۵ دقیقه کنترل می شود. مخلوط خروجی از راکتور شامل نیترو بنزن، مواد اولیه ترکیب نشده و مقداری ناخالصی به یک ظرف جدا کننده فرستاده می شود. فاز آبی پس از تغلیظ به راکتور بازگشت داده می شود و فاز آلی به برج شستشو با آب می رود. مخلوط خروجی از بالای این برج به برج تقطیر جهت جداسازی نیترو بنزن و آب فرستاده می شود. از پایین این برج نیترو بنزن با خلوص ۹۹/۳ درصد تولید و به بازار عرضه می شود.

۴- شستشو منو نیترو بنزن خام، سه بار با آب، دو بار با آب قلیایی و سه بار یا بیشتر با آب شستشو داده می شود.

۵- تقطیر: آب در خشک کن از منو نیترو بنزن خام جدا می شود و محصول نهایی در تانک ذخیره انباشته می شود.

مواد لازم: بنزن / اسید نیتریک / اسید سولفوریک / آب و یخ

وسایل لازم: ارلن تخلیه / لوله رابط / قیف دکانتور / درپوش / بشر / تشت / پی ست / حمام بن ماری / استوانه مدرج

روش آزمایش:

ابتدا مانند شکل دستگاه را سوار می کنیم . سپس درون ارلن تخلیه ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ریخته و به تدریج اسید نیتریک را به آن می افزایم و ارلن را درون تشت آب و یخ قرار می دهیم تا گرمای تولید شده از بین برود. و یک لوله رابط نیز از لوله ی خروجی ارلن درون آب مقطر قرار می دهیم تا گازهای تولید شده در آب حل شوند.

نکته: بنزن یک ماده سمی می باشد و در هنگام آزمایش باید از دستکش و ماسک استفاده کرد. و آزمایش باید زیر هود انجام گیرد.

سپس درون قیف دکانتور ۱۰ میلی لیتر بنزن می ریزیم و با یک درپوش سوراخدار به ارلن تخلیه متصل می کنیم. سپس درون تشت به آرامی بنزن را بر روی مخلوط اسیدی می ریزیم و همزمان با تکان دادن ارلن در آب و یخ دمای محیط را کاهش می دهیم . پس از تمام شدن بنزن ارلن را از آب و یخ خارج کرده و درون حمام بن ماری قرار می دهیم در دمای ۶۰-۷۵ درجه سانتیگراد و همچنان هم می زنیم.

پس از گذشت نیم ساعت و کامل شدن واکنش محتویات ارلن را به درون قیف دکانتور منتقل کرده و درون حلقه قرار می دهیم. تا دو فاز آبی و آلی تشکیل گردد.

حال با اضافه کردن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و تکان دادن شدید قیف فاز آلی را شستشو می هیم تا اسید های اضافی در آب حل گشته و از نیترو بنزن جدا گردند.

حال دو فاز را توسط قیف دکانتور جدا می نمایم.

حجم نیترو بنزن بدست آمده را با استوانه مدرج اندازه می گیریم و راندمان را محاسبه می کنیم.

واکنش:

محاسبات آزمایش:

حجم بنزن اولیه = ml

حجم نیترو بنزن بدست آمده = ml

گزارش کار کروماتوگرافی کاغذی

Shimiomd.blog.ir

تئوری :

کروماتوگرافی اصطلاحی است که به چندین تکنیک جداسازی اطلاق می گردد که اساس این روش ها مهاجرت افتراقی یا اصطلاحاً (Defferential Migration) است. در این تجربه یکی از این روشها یعنی کروماتوگرافی کاغذی به منظور جداسازی مخلوطی از یون های فلزات واسطه به کار می رود به طوری که شناسایی آن ها ممکن شود. خواهید دید که شناسایی هر یون پس از این که این یون ها از هم جدا شدند خیلی راحت تر خواهد بود.

در هر روش مهاجرت افتراقی سه چیز مورد نیاز است.

(۱) بایستی یک محیط مهاجرت وجود داشته باشد که محلی است برای این که جدا سازی اتفاق بیافتد.

(۲) بایستی یک نیروی جلو برنده (Driving Force) برای حرکت دادن گونه ها جهت جدا شدن

در طول محیط مهاجرت وجود داشته باشد.

(۳) بایستی یک نیروی مقاوم انتخابی (Selection Resistive Force) وجود داشته باشد.

تعریف نیروی متحرک (Driving Force): عبارتست از تمایل حل شدن گونه در فاز متحرک که

باعث پیشروی سریع تر نمونه می شود.

تعریف نیروی مقاوم انتخابی (Selection Resistive Force): عبارتست از تمایل حل شدن گونه

در فاز ثابت که باعث عقب ماندن آن از مهاجرت می شود.

همین نیروی اخیر یعنی نیروی مقاوم انتخابی است که باعث جدا سازی قابل ملاحظه گونه های

شیمیایی می شود.

اگر مخلوط از گونه های شیمیایی روی یک محیط مهاجرت در نقطه ای قرار داده شوند، نیروی جلوبرنده تمایل دارد که مخلوط را به مکانی دورتر از نقطه شروع حرکت دهد. از طرفی نیروی مقاوم انتخابی تمایل به عقب نگه داشتن گونه ها دارد. نیروی مقاوم مذکور از این نظر انتخابی است که حرکت هر یک از گونه ها را با میزانی متفاوت کند می کند.

این اختلاف در سرعت حرکت در جهت دور شدن از مبدا، اساس اصطلاح (Defferential Migration) است.

در این آزمایش روش مهاجرت افتراقی، کروماتوگرافی کاغذی است. محیط مهاجرت نواری از کاغذ کروماتوگرافی است. نیروی جلوبرنده، جریانی از مایع به عنوان حلال در طول نوار کاغذ است که این حلال مایع، فاز متحرک یا (Mobile Phase) هم گفته می شود. در مورد نیروی مقاوم انتخابی این احتمال می رود که بیش از یک نوع نیروی مقاوم انتخابی در کاغذ کروماتوگرافی وجود داشته باشد. شاید یکی از نیروهای مقاوم انتخابی عمده وقتی شناخته شد که دریافتند کاغذ دارای مقدار زیادی آب است که محکم به آن چسبیده و این وضع ممکن است به صورت استخرهایی از آب تصور شود. وقتی گونه های شیمیایی در حال حرکت در طول مسیر فاز متحرک هستند با مکان هایی پر از آب پیوند یافته به کاغذ مواجه می شوند. حتی ممکن است این گونه ها به داخل این فاز ثابت یا ساکن (Stationary Phase) حرکت کنند نظر به این که کسری از زمان که هر گونه جدا گانه، در فاز ساکن سپری می کند بستگی به حلالیت نسبی آن گونه در هر دو فاز ساکن و متحرک دارد و این حلالیت ها بستگی به ماهیت گونه شیمیایی دارد و این مسئله یک عمل مقاوم انتخابی را توصیف می کند. وقتی یک گونه در فاز متحرک است، با سرعتی معادل سرعت فاز متحرک حرکت می کند. وقتی گونه در فاز ساکن است این چنین حرکتی ندارد. بنابراین گونه های شیمیایی مختلف در یک نمونه معین به علت این که با سرعت های متفاوتی در جهت دور شدن از مبدا حرکت می کنند جدا می شوند.

واضح است که برای یک زوج معین از فازهای ساکن و متحرک، کسری از فاصله که گونه شیمیایی طی می کند نسبت به فاصله ای که فاز متحرک طی می کند ثابت خواهد بود. این کسر که مقدار R_f گونه مورد نظر نامیده می شود، ممکن است به منظور مقایسه دو کروماتوگرام مورد استفاده قرار گیرد هر چند که ممکن است فاز متحرک در دو کروماتوگرام به اندازه های متفاوتی پیشروی کرده باشد.

هر چند که کروماتوگرافی با کاغذ، وسیله توانایی برای جدا سازی گونه های شیمیایی است اغلب گونه های کروماتوگرام قابل رویت نیستند. به این دلیل اغلب لازم است کروماتوگرام را با واکنشگرهایی که با گونه های شیمیایی مورد نظر واکنش داده و ترکیبات رنگین تولید می کنند اثر دهیم.

تاریخچه

برای اولین بار در سال ۱۹۰۵ میلادی چوگایف دانشمند روسی واکنش دی متیل گلی اکسیم با یون نیکل را کشف کرد

و از آن برای شناسایی و اندازه گیری یون نیکل استفاده نمود. ولی توسعه واقعی و سریع واکنشگرهای آلی و استفاده از آنها در شیمی تجزیه از سال ۱۹۴۵ میلادی شروع شد. علت آن نیز گسترش صنایع نوین و اهمیت تجزیه مقادیر جزئی در این صنایع بود.

طبقه بندی واکنشگرهای رسوب دهنده

واکنشگرهای رسوب دهنده معدنی

مواد معدنی که محلول آنها برای رسوب دادن یونهای فلزی بکار می روند عبارتند از اسیدهای معدنی ضعیف یا قوی نظیر $H_2S, H_3PO_4, H_2SO_4, HCl$ یا نمکهای محلول آنها. اسید سولفوریک و

سولفات هیدروژن یونها را به صورت سولفید رسوب می دهند، اسید سولفوریک برای رسوب دادن یون باریم و اسید هیدروکلریک برای رسوب دادن یون نقره استفاده می شود.

هیدروکسیدهای محلول نظیر سدیم و پتاسیم و آمونیاک برای رسوب دادن یونهای فلزی به صورت هیدروکسید بکار می روند. همچنین از یونهای فلزی هم می توان به عنوان عامل رسوب دهنده آنیونهایی که با آنها رسوب کم محلول می دهند استفاده کرد.

Shimiomd.blog.ir

saeedzeydani@mail.com