بسمه تعالی

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۳

«تبلور»

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : ۱۳۹۱/۸/۱

تاریخ تحویل گزارش کار: ۱۳۹۰/۸/۸

استاد: جناب آقای شکرالهی وجناب آقای زالی

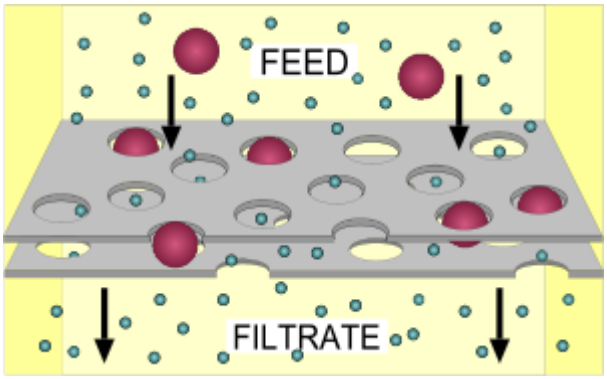
مقدمه

هدف آزمایش:

خالص سازی استانیلید ناخالص به روش تبلور.

تئوری آزمایش :

تصفیه



نمودار ساده فیلتراسیون: ذرات بزرگتر از اندازه در feed می تواند از طریق ساختار شبکه از فیلتر عبور کند ، در حالی که ذرات کوچک سیال با عبور از این طریق، تبدیل به محلول صاف شده اند.

تصفیه معمولا عملیات مکانیکی یا فیزیکی است که برای جداسازی جامدات از مایعات (مایعات یا گازها) با عبور داخلی متوسط که می توانند مورد استفاده قرار می گیرد و مواد بزرگتر از اندازه جامد در مایع باقی می ماند، اما جدایی کامل نیست، بعضی مواد جامد خواهند شد با برخی از مایعات و محلول صاف شده آلوده به ذرات ریز (با توجه به اندازه منفذ و ضخامت فیلتر)از فیلتر نمیگذرند .از تصفیه برای توصیف برخی از فرآیندهای بیولوژیکی استفاده میشود ، به ویژه در تصفیه آب و فاضلاب که در آن ترکیبات نامطلوب توسط یک فیلم بیولوژیکی جذب میشود.

موارد و حالات استفاده

- تصفیه در یک تعلیق برای ذرات جداگانه و مایع استفاده می شود، که در آن سیال می تواند مایع ، گاز و یا یک سیال فوق بحرانی باشد . بسته به نوع کاربرد، یکی یا هر دو بخش از اجزا ممکن است جدا شده باشد.

- تصفیه، به عنوان یک عمل فیزیکی بسیار مهم است در شیمی برای جداسازی مواد از ترکیبات شیمیایی مختلف مورد استفاده است. حلال انتخاب شده است که قابلیت حل یکی از اجزای تشکیل دهنده را داراست ، در حالی که ماده ی دیگر در آن کم محلول است. با حل کردن مخلوط در حلال انتخاب شده، یکی از اجزای قابل حل از فیلتر عبور میکند، در حالی که دیگری باقی خواهد ماند. این یکی از مهم ترین تکنیک های مورد استفاده توسط داروخانه ها برای پاک کردن ترکیبات است.

- تصفیه به طور گسترده ای به عنوان یکی از عملیات واحد مهندسی شیمی مورد استفاده قرار گیرد . این ممکن است .

- تصفیه متفاوت از جذب ، که در آن اندازه فیزیکی ذرات است که باعث جدایی میشود که در آن اثرات سطح مسئول است. برخی از دستگاه های جذب حاوی زغال فعال و رزین تبادل یونی تجاری به نام فیلتر است ، اگرچه تصفیه تابع اصلی آنها نیست.

- تصفیه از حذف آلاینده های مغناطیسی از مایعات با آهن ربا (معمولا روغن روغنکاری ، سردکننده و روغن سوخت)، متفاوت است زیرا هیچ وسیله فیلتر وجود ندارد. دستگاه های تجاری به نام " فیلترهای مغناطیسی " به فروش می رسد.

مواد و روش ها

بسیاری از روش های مختلف تصفیه وجود دارد و همه برای رسیدن به جداسازی مواد است. جدایی بعضی مواقع تعامل بین ماده و یا اشیاء بوسیله ی حذف و فیلتر به دست میآید. ماده ای که از طریق فیلتر عبور میکند باید مایع باشد.روش های تصفیه بسته به محل از مواد هدفمند است ، یعنی اعم از آن است که ماده در فاز مایع حل شده و یا به عنوان یک جامد معلق است.

رسانه ها در فیلتر

دو نوع اصلی از رسانه های فیلتر در آزمایشگاه شیمی بسته به سطح فیلتر به کار گرفته شده است، یک غربال جامد که تله ذرات جامد با یا بدون کمک کاغذ فیلتر (به عنوان مثال قیف بوخنر ، کمربند فیلتر ، خلاء روتاری درام فیلتر ، عبور فیلترها ، فیلتر صفحه نمایش)است، و یک فیلتر عمق بستر مواد گرانول که حفظ ذرات جامد برای عبور از آن (به عنوان مثال فیلتر شن و ماسه) است. نوع اول اجازه می دهد تا ذرات جامد، یعنی باقی مانده، به صورت دست نخورده جمع آوری شوند نوع دوم این اجازه را نمی دهد. با این حال،خصوصیت نوع دوم این است که کمتر در معرض گرفتگی به دلیل مساحت بزرگتر که در آن ذرات به دام افتاده اند قرار میگرند. رسانه های فیلتر از طریق شستشو با حلال ها و یا مواد شوینده تمیز می شود. متناوبا، در کاربردهای مهندسی، از قبیل استخر آب تصفیه، آنها ممکن است توسط فرآیند معکوس تمیز میشوند .

Achieving flow through the filter رسیدن به جریان از طریق فیلتر

سیالات جریان مند از طریق یک فیلتر به دلیل تفاوت در فشار - جریان سیال از سمت فشار بالا به سمت کم فشار از فیلتر، جدا میشوند. ساده ترین روش برای رسیدن به این هدف ایجاد گرانش است که آن را می توان در coffeemaker عنوان مثال دید. در آزمایشگاه، فشار در فرم هوای فشرده در کنار feed (یا خلاء در سمت محلول صاف شده) ممکن است اعمال شود که فرآیند تصفیه سریعتر، ممکن است دلیل اعمال این فرآیند جلوگیری از گرفتگی هنگام عبور ذرات ریز است.

Filter aid کمک فیلتر

برخی از فیلترها در بیماری ایدز ممکن است مورد استفاده قرار گیرند. اینها اغلب دارای جدار سیلیسی تراکم ناپذیر ، و یا kieselguhr هستند، که عمدتا از سیلیس تشکیل شده است. همچنین با استفاده سلولز چوب و سایر مواد جامد بی اثر متخلخل مانند پرلیت ارزان تر و امن تر شده اند .

این ایدز فیلتر به دو روش مختلف استفاده می شود. .

Alternatives جایگزین

فیلتراسیون روش کارآمد تری نسبت به جدایی مخلوط از **decantation** است ، اما بسیار وقت گیرمیباشد. .

جایگزینی برای تصفیه سانتریفوژ - به جای فیلتر کردن مخلوط از ذرات جامد و مایع، مخلوط سانتریفوژ به زور چگال جامد (معمولا) را به پایین هل میدهد، که در آن اغلب به شکل یک کیک محکم در می آید. سپس مایع فوق می تواند **decanted** شود. این روش بسیار مفید است برای جدا کردن مواد جامد که قابل فیلتر کردن نیست، مانند ذرات ژلاتینی.

Examples به عنوان مثال

نمونه هایی از تصفیه عبارتند از

- قهوه فیلتر با جدا نگه داشتن قهوه از زمینه.
- **HEPA** فیلتر در تهویه مطبوع به منظور حذف ذرات از هوا.
- تسمه نقاله برای استخراج فلزات گرانبها در فیلترمعدن .
- فیلتر صفحه افقی، همچنین به عنوان جرقهزن شناخته شده فیلتر شده است.
- کوره های مورد استفاده برای تصفیه به منظور جلوگیری از رسوب ذرات عناصر کوره .
- پنوماتیک سیستم های انتقال اغلب از تصفیه برای متوقف کردن یا کاهش سرعت جریان مواد است که به حمل و نقل، از طریق استفاده از یک **baghouse** اختصاص دارد.
- در آزمایشگاه، قیف بوخنر است که اغلب با استفاده از یک کاغذ صافی به عنوان مانع متخلخل است.

تصفیه

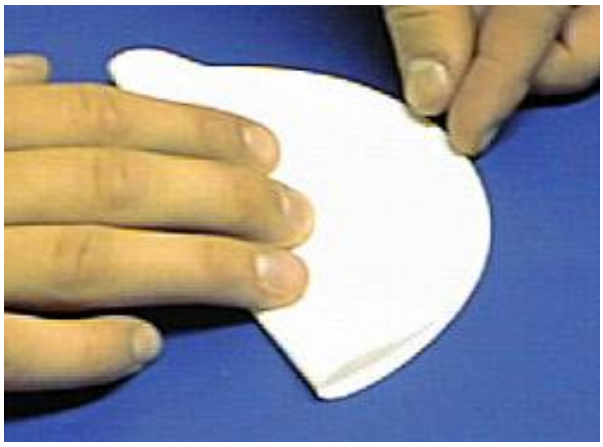
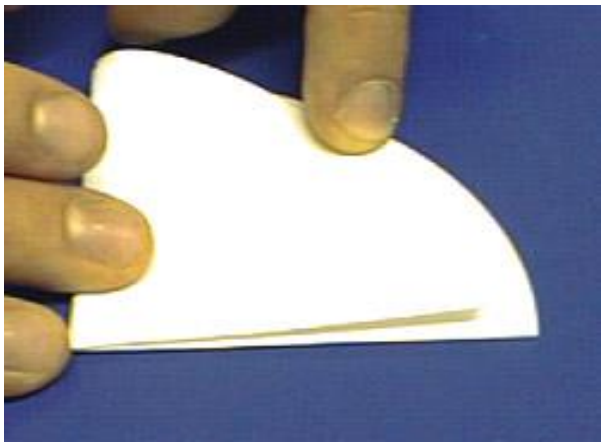
این روش فیلتراسیون برای حذف ناخالصی های جامد از حلال های آلی و یا برای منزوی جامد آلی استفاده می شود. دو نوع از تصفیه به طور معمول در آزمایشگاه شیمی آلی استفاده می شود تصفیه ثقل و خلاء یا مکش فیلتراسیون است.

Gravity Filtration تصفیه جاذبه

تصفیه گرانش بوسیله ی استفاده از روشی انتخابی برای حذف ناخالصی های جامد از یک مایع آلی است. ناخالصی ها می تواند بوسیله ی خشک شدن و یا یک محصول جانبی ناخواسته و یا از واکنش دهنده ها باقی مانده است تشکیل میشود . تصفیه گرانش می تواند برای جمع آوری محصول جامد مورد استفاده قرار گیرد ، اگر چه به طور کلی تصفیه خلاء برای به دلیل آن که سریعتر است مورد استفاده قرار می گیرد .

یک روش تصفیه به نام "تصفیه گرانش گرم" برای جدا کردن ناخالصی های نامحلول از یک راه حل داغ استفاده میشود. **filtrations** گرم نیازبه **fluted** کاغذ صافی و توجه دقیق به این روش برای نگه داشتن دستگاه گرم اما پوشش داده شده است. به طوری که حلال قابل تبخیر نیست. .

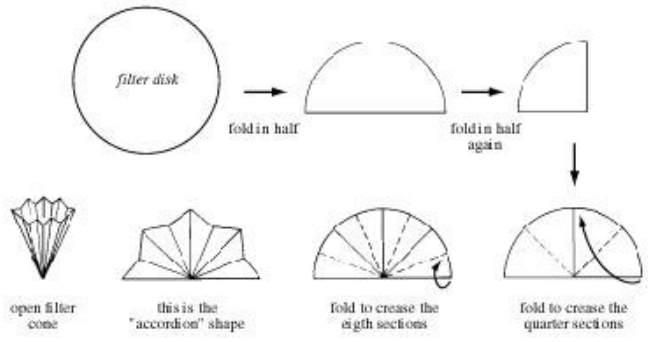
(فولد) کاغذ را به یک مخروط برای اولین بار آن را در نیمی تا میکنیم ، و سپس آنرا در نیمی دوباره، همانطور که در

شکل نشان داده شده است تا میزنیم.

در مرحله بعد، حمایت از قیف شیشه ای بوسیله ی یک حلقه که محل آن در گردن ارلن است .خیس کردن کاغذ صافی با چند میلی لیتر از حلال به روش زیر انجام میشود. خیس کردن کاغذ آن را در برابر قیف شیشه ای در جای خود نگه می دارد.

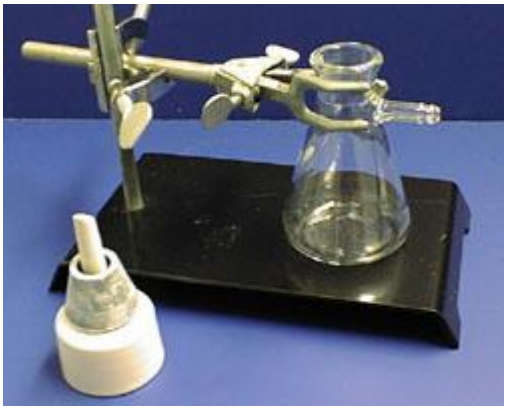
کاغذ فیلتر **Fluted** اغلب بهترین گزینه برای تصفیه گرانش با حلال های آلی است. نمودار چگونه دست را بریزید **fluted** کاغذ صافی در زیر نشان داده شده است.

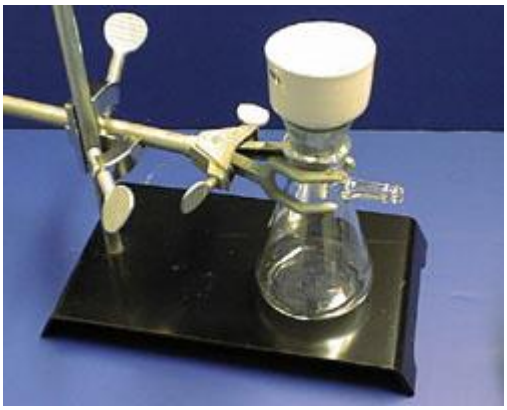


Vacuum Filtration فیلتراسیون خلاء

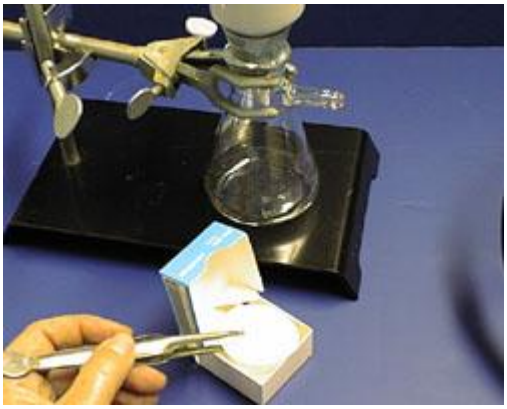
فیلتراسیون خلاء در درجه اول برای جمع آوری جامد مورد نظر، به عنوان مثال، مجموعه ای از کریستال ها در روش تبلور مجدد استفاده می شود. فیلتراسیون خلاء با استفاده از قیف بوخنر و ارلن تخلیه انجام میشود. فیلتراسیون خلاء از تصفیه گرانش سریعتر است، زیرا عبور حلال یا محلول و هوا را از طریق کاغذ صافی با استفاده از کاهش فشار اجباری کرده ایم .

مراحل





اضافه کردن یک قیف بوخنر با یک لاستیک به قیف.



برداشتن تکه ای از کاغذ صافی قیف کوچک به اندازه کافی برای صافی باقی می ماند، اما به اندازه کافی بزرگ برای پوشش دادن همه سوراخ در فیلتر است. اگر لازم باشد، شما می توانید یک قطعه بزرگتر از کاغذ صافی را به اندازه مورد نظر کاهش دهید.

محل کاغذ در قیف.

اتصال سمت فلاسک به یک منبع خلا . همیشه استفاده از لوله های با دیواره ضخیم ، توصیه میشود.

خیس کردن کاغذ با مقدار کمی از حلال که در فیلتراسیون استفاده می شود. این باعث می شود که کاغذ به بشقاب پایبند باشد.از روشن بودن منبع خلاء. اطمینان حاصل کنید .

مخلوط را بر روی کاغذ فیلتر فیلتر کنید . خلاء باید به سرعت مایع را از طریق قیف بکشد.

شستشو کیک با مقدار کمی از حلال سرد تازه، برای کمک به حذف ناخالصی است که در آب تصفیه شده حل شد.

با دقت لوله های لاستیکی را قطع کنید.

حذف کاغذ صافی و جامد جمع آوری شده است بر روی آن.

محصول را در یک شیشه ساعت را تنظیم کنید و اجازه دهید در هوای آزاد خشک شود.

تبلور یک ماده ، عبارتست از جهت یافتگی ذره‌ای و آرایش مولکولی و تثبیت این نظم در فضای ماده.

تاریخچه بلورشناسی

علم بلورشناسی یا کریستالوگرافی درباره نحوه تشکیل و رشد بلورها و شکل ظاهری و ساختمان داخلی آنها و نیز خصوصیات فیزیکی و شیمیایی مواد متبلور بحث می‌نماید. کلمه کریستال **(Crystal)** اصل یونانی دارد که از دو کلمه (سرد **(Kryos** =و (سخت شدن **(Stellesual** =تشکیل شده که مجموعا معنی سخت شدن در اثر سرما را می‌دهد.

فلاسفه قدیم نیز منشاء بلورهای یک سنگ را بلورهای یخ می‌دانستند که بر اثر تحمل سرمای بسیار شدید در طول مدت مدید ، طوری سخت و مقاوم شده است که می‌تواند حرارتهای بالاتر از صفر را هم تحمل نماید. در سال ۱۶۹۰ ، "Huyghens"دریافت که بلورها از اجتماع ذرات کوچکتر بوجود آمده‌اند و در سال ۱۹۱۲ ، "M.V.Laue"توانست تئوری ساختمان شبکه‌ای در بلورها را با استفاده از اشعه ایکس به اثبات برساند .

تبلور و نمو بلورها

برای اینکه یک بلور بتواند تشکیل گردد، باید در وحله اول نطفه آن بسته شود، پس از تشکیل ، نطفه شروع به نمو می‌کند تا بالاخره بلوری که بوسیله سطوح احاطه شده است، بوجود آید. نطفه‌های بلور عبارتند از بلورهای ریزی با قطر تقریبی ۴۰ تا ۱۸۰ آنگستروم که بطور ناگهانی در بخارات و مایعات اشباع شده و یا مواد مذاب سرد شده تشکیل می‌شوند. در اجسام جامد تشکیل بلور ، نقش مهمی را بازی می‌کند، مثلا تشکیل بلور که در اثر فعل و انفعالات شیمیایی یا نارسائی‌های حرارتی در شیشه ایجاد می‌گردد، باعث از بین رفتن شفافیت شیشه خواهد شد.

تبلور معمولا در موقع تبدیل یک حالت فیزیکی به حالت فیزیکی دیگر صورت می‌گیرد. این تبدیل به سه صورت زیر انجام می‌شود:

تبلور در هنگام تبدیل حالت مایع به جامد

این نوع تبلور به دو صورت انجماد مواد مذاب و تبلور مواد محلول انجام می‌گیرد:

- **انجماد مواد مذاب**

اگر ماده مذاب به سرعت سرد شود، اتمها یا مولکولها با هر موقعیتی که دارند، متراکم و بی‌حرکت می‌شوند و ماده منجمد می‌گردد. در این صورت جسمی جامد و ایزوتوپ بدون داشتن نظم ذره‌ای تشکیل می‌شود. اگر سرد شدن با آرامی و کند انجام شود، اتمها و مولکولها با توجه به نیروی جاذبه خود و اطاعت از شبکه تبلور کنار هم چیده شده و نطفه بلور را تشکیل می‌دهند. سپس در نتیجه اتصال سایر مولکولهای منزوی و معلق در ماده مذاب به نطفه بلور ، حجم آن افزایش می‌یابد تا اینکه به بلوری درشت تبدیل می‌گردد.

- **تبلور مواد محلول**

در این نوع تبلور باید محلول به حال فوق اشباع باشد. در چنین محلولهایی بلورها تشکیل و ته‌نشین می‌شوند. این بلورها ابتدا به صورت نطفه‌های متحرک می‌باشند، علت تحرک آنها حرکات قبلی یونها و مولکولهای سازنده آنها است. در محلولها نیز مانند انجماد مواد مذاب ، رشد بلورها از طریق اتصال منظم یونها ، اتمها و مولکولهای معلق در محلول به نطفه‌های بلور صورت می‌گیرد .

تبلور در هنگام تبدیل حالت بخار به جامد سوبلیماسیون

در این حالت تبلور ، بلورها مستقیما از تبدیل بخار به جامد حاصل می‌شوند. این بلورها معمولا کوچک و دارای طرح اولیه می‌باشند که اصطلاحا اسکلت بلور گفته می‌شود. در طبیعت ، سوبلیماسیون در گازهای خشک آتشفشانی دیده می‌شود. در این حالت مواد گازی آتشفشانی در شکافهای توده آذرین مستقیما به بلور تبدیل می‌گردند. مثال بسیار روشن برای پدیده سوبلیمانسیون ، تشکیل قشرهای بلور یخ ناشی از انجماد مستقیم بخار آب اطاقها بر روی شیشه پنجره‌ها در سرمای زمستان می‌باشد .

تبلور مواد جامد

حالت سوم تبلور که خوب شناخته نشده و در طبیعت فراوان دیده می‌شود، تبلور در محیط جامد است. در این حالت رشد بلورها بخرج بلورهای کوچکتر و تحت تاثیر فشار و حرارت و در مدت زمان طولانی صورت می‌گیرد. برای مثال امروزه سنگهای شیشه‌ای آتشفشانی خیلی قدیمی را متبلور می‌بینیم. بنابراین معلوم می‌شود که این گونه سنگها به تدریج در طول زمان متبلور شده‌اند. سنگهای آهکی دانه ریز که از بلورهای ریز کربنات کلسیم تشکیل شده‌اند، تحت تاثیر عوامل دگرگونی (فشار و حرارت) به مرمر که دارای بلورهای دانه درشت کلسیت است، تبدیل می‌گردد.

تاثیر عوامل خارجی در نمو بلورها

شرایط زیر سبب بوجود آمدن اختلاف در اندازه بلورها می‌گردد:

1. **سرعت انجماد**

افزایش طول مدت انجماد یک ماده مذاب امکان تغذیه شیمیایی بیشتر بلورها از ماده مذاب را فراهم می‌سازد. بنابراین کم شدن سرعت انجماد ، موجب تشکیل بلورهای درشت و تسریع در انجماد سبب تشکیل بلورهای کوچک و ریز می‌گردد.

2. **وجود مواد فرار**

وجود بخار آب و گازها در یک ماده مذاب ، نقطه انجماد را پایین آورده و سرعت انجماد را کند می‌سازد. بنابراین باعث افزایش رشد بلورهای آن ماده می‌شود. به عنوان مثال در رگه‌های پگماتیت به علت وجود بخار آب و گازهای فراوان در ماده مذاب پگماتیتی ، بلورها به مراتب درشت‌تر از بلورهای توده آذرین اصلی است، حال آنکه سرعت انجماد در رگه‌های پگماتیت از سرعت انجماد توده آذرین اصلی بیشتر بوده است.

3. **تراکم محلول**

اندازه بلورها در یک محلول بستگی به درجه اشباع شدگی آن محلول دارد. در محلولهای فوق اشباع تعداد مراکز تبلور فراوان می‌باشد و در نتیجه اندازه بلورها کوچک خواهد شد. برعکس در محلولهائی با درجه اشباع شدگی کمتر تعداد مراکز تبلور کم بوده و بنابراین اندازه بلورها درشت‌تر خواهد بود .

میانبار یا ادخال در بلورها

در حین رشد بلور ممکن است موادی به صورت جامد ، مایع و یا گاز به سطح بلور بچسبد. ادامه رشد بلور باعث می‌شود که این مواد در درون بلور قرار گرفته، موجب تشکیل ادخال در داخل بلور گردد، حبابهایی خیلی کوچک گاز کربنیک همراه با آب در داخل بلور کوارتز و یا قطرات خیلی کوچک آب در بلورهای نمک طعام و نیز قطرات مواد مذاب غیر متبلور (شیشه) در درون بلورهای فلدسپات ادخالهائی می‌باشند که همزمان با تبلور بلور در داخل آن قرار می‌گیرند .

اجتماع بلورها

اجتماع بلورها به دو صورت اجتماع منظم و نامنظم مشاهده می‌شود:

- **اجتماع نامنظم:**

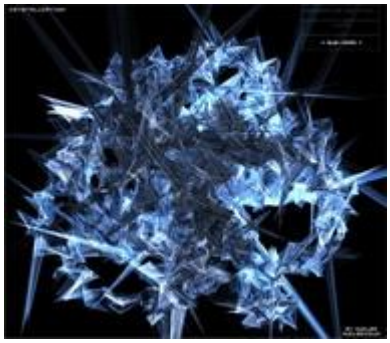
در این نوع ، اجتماع بلورها در جهات مختلف بدون رعایت نظم و ترتیب صورت می‌گیرد. مثلا در یک توده نبات یا در اختلاط گچ زنده با آب می‌بینیم که گچ می‌بندد. سخت و یکپارچه شدن این ماده به علت تبلور مجدد بلورهای ژیپس و چسبیدن آنها به یکدیگر صورت می‌گیرد.

- **اجتماع منظم:**

هرگاه در زمان تشکیل و نمو بلورها ، شرایط مناسب باشد، نطفه‌های بلور بطور اتفاقی در کنار هم نمی‌گیرند، بلکه طبق قواعد معین با نظم و ترتیب خاصی با یکدیگر ، رشد و نمو خواهند نمود. صورتهای مختلف اجتماع منظم بلورها عبارتند از:

  - ***اجتماع کروی (اسفرولیتی):***

اگر تبلور ماده مذاب سریع صورت بگیرد و تعداد مراکز تبلور کم باشد، بلورها به شکل سوزنهای باریک و به صورت دستجات کروی و جدا از هم تشکیل می‌شوند، مانند بلورهای سوزنی شکل طلا و کلرور پتاسیم که در سیستم کوپیک متبلور می‌شوند.



  - ***اجتماع موازی:***

در این گونه تجمع ، بلورها بطور موازی در کنار یکدیگر قرار می‌گیرند و دارای سطوح مشترکی می‌باشند. در اجتماع موازی بلورها معمولا بلورهای هم‌جنس شرکت دارند، مانند بلور کوارتز.

  - ***اجتماع بلورهای غیرهم‌جنس:***

علاوه بر بلور هم‌جنس ، بلورهای غیرهم‌جنس نیز به نوبه خود تشکیل اجتماع منظم و یا جهت‌دار می‌دهند. این نوع اجتماعات بر پایه تشکیل نطفه بلوری بر روی بلور دیگری قرار دارد، به نحوی که سطح مشترک بین دو بلور از نظر ساختمان شبکه‌ای مشابه باشند. برای مثال ، اغلب بر روی بلورهای ورقه‌ای هماتیت بلورهای سوزنی شکل روتیل نمو نموده‌اند و در پگماتیتها بلورهای کوارتز در داخل بلور ارتوز به صورت اجتماع موازی دیده می‌شود .

اختصاصات مواد متبلور

اجسام متبلور به خاطر داشتن شکل مخصوص ، سختی ، خاصیت ارتجاعی ، مقاومت محدود در مقابل حرارت و فشار و نقطه ذوب از مایعات و گازها متمایز می‌شوند. بعضی از مواد متبلور مانند پارافین نرم هستند و اجسامی مانند شیشه و پلاستیک هرچند که جامدند، ولی متبلور نمی‌باشند. بلورها اجسامی همگن و ان‌ایزوتوپ هستند. ان‌ایزوتوپ بودن بلور به این علت است که اختصاصات فیزیکی مانند سرعت انتشار حرارت و نور یا درجه سختی و غیره در جهات موازی آنها برابر می‌باشد و در جهات مختلف نابرابر می‌باشد.

رنگ بلورها

هرگاه بخش اعظم نور از بلور عبور کند و فقط مقدار کمی از آن جذب گردد، بلور شفاف دیده می‌شود و چنانچه مقدار نور جذب شده و نوری که از بلور عبور می‌کند، تقریبا برابر باشد، بلور نیمه شفاف به نظر می‌رسد. در صورتی که اگر تمام نور وارده جذب گردد، بلور تیره دیده می‌شود. هرگاه جذب نور برای طول موجهای مختلف متفاوت باشد، بلور رنگی بنظر می‌رسد.

بعضی از بلورها دارای رنگهای مشخص هستند، مثلا مالاکیت دارای رنگ سبز و ازوریت دارای رنگ آبی آسمانی می‌باشد. تعدادی از بلورها در اصل بی‌رنگ می‌باشند، ولی در اثر وجود ناخالصی و یا پیگمان به رنگهای مختلفی دیده می‌شوند . مثلا کوارتز بی‌رنگ بوده، ولی در اثر ناخالص دارای رنگهای سفید ، بنفش ، دودی ، زرد ، صورتی و سیاه می‌باشد و یا وجود کروم به صورت پیگمان در کروندوم باعث رنگ قرمز آن می‌شود .

برخی از کاربردهای بلورها

- بلورهای $LiF, KCl, CaF_2, NaCl$ و نظایر آنها در ساختن وسایل نوری بکار می‌روند.
- بلورهائی با خاصیت پیروالکتریسته مثل $BaTiO_3$ در صنعت الکترونیک کاربرد دارند.
- بلورهای SiC در تهیه ترانزیستور و روبین یا یاقوت در تهیه اشعه لیزر مورد استفاده قرار می‌گیرند.

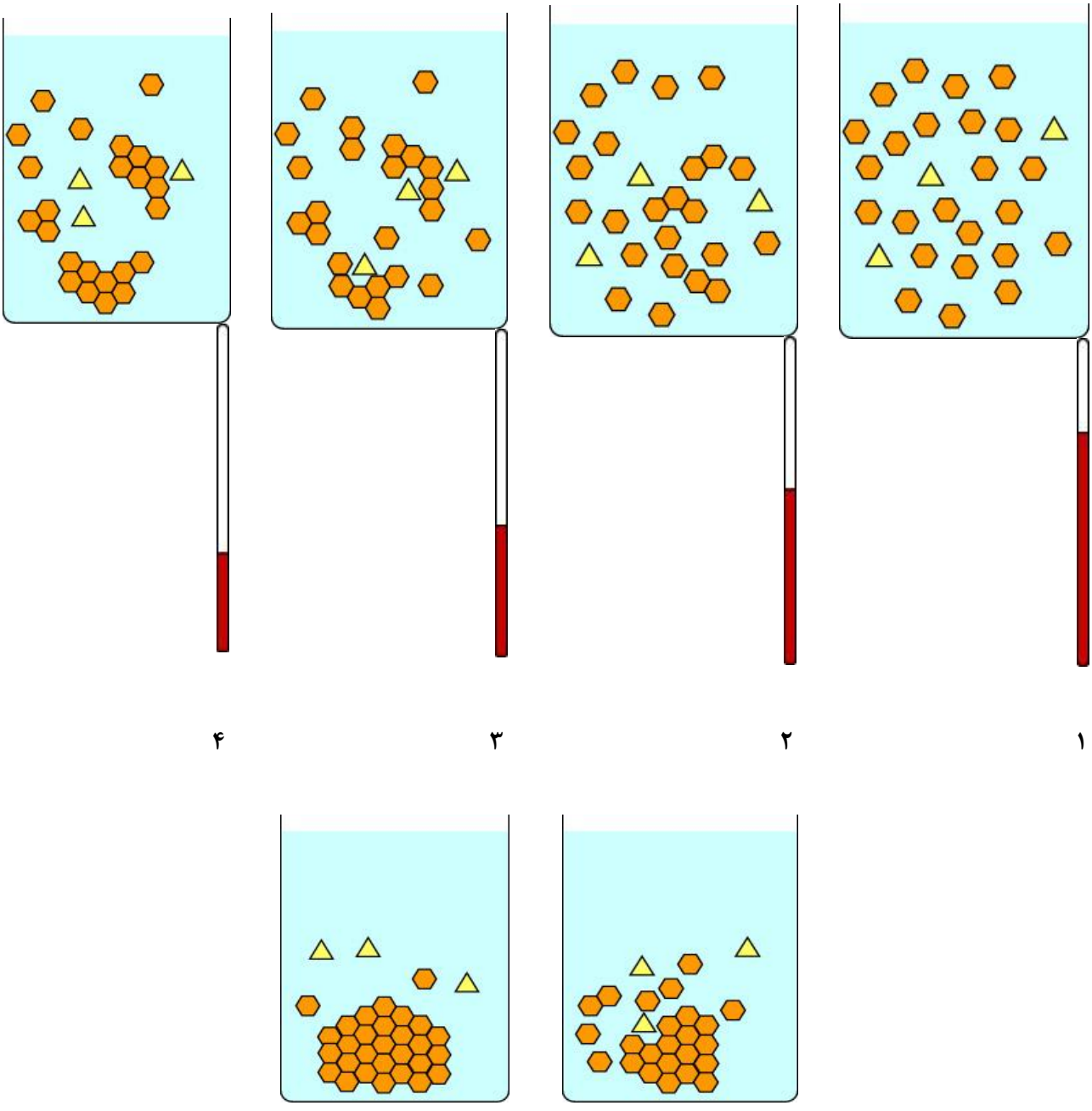
بلورها برحسب نوع ذرات تشکیل دهنده و نیروهای نگه دارنده این ذرات به چهار نوع بلورهای یونی ، مولکولی ، کووالانسی)مشبک (، فلزی گروه بندی می‌شوند .

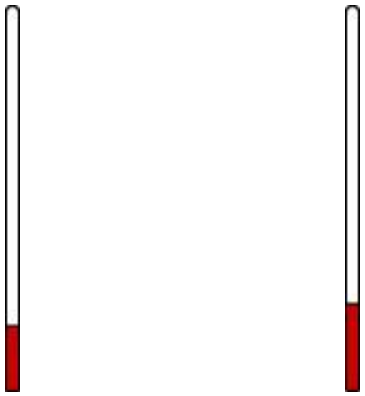
آنچه در طی تبلور اتفاق می افتد

ظرف حاوی محلول داغ است، که در آن مولکولهای املاح – هر دو ترکیب مورد نظر و ناخالصی – حرکت آزادانه در میان مولکول های حلال داغ را دارا هستند. به عنوان راه حل سرد کردن پیشنهاد میشود. بنابراین، هر یک کریستال در حال

رشد شامل فقط یک نوع مولکول، املاح است. پس از آنکه حلال به دمای اتاق میرسد ، حمام یخ برای تکمیل فرآیند تبلور لازم است.پس راه حل سرد کردن است و سپس فیلتر برای منزوی کردن بلورهای خالص و بلورها با حلال سرد شسته شده است.

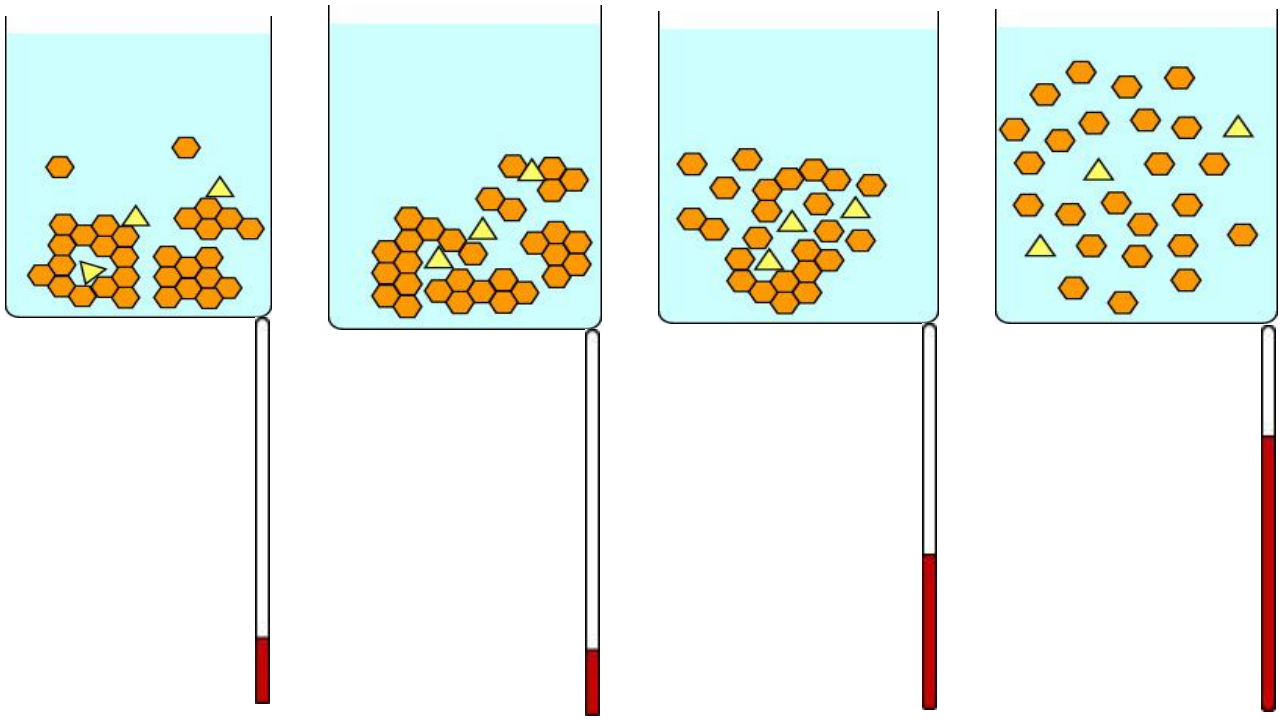
این مجموعه نشان می دهد اگر شما اجازه دهید یک تبلور به آرامی ادامه یابد: برای اولین بار با ظرف در دمای اتاق دست نخورده ، و سپس به دقت بر روی یخ سرد شود چه اتفاقی می افتد. نوار قرمز رنگ به سمت راست از هر تصویر یک دماسنج است، به منظور نشان دادن درجه حرارت.مثلث زرد، ناخالصی در محلول داغ از شش گوش پرتقالی رنگ است. اگر راه حل مجاز به آرامی سرد شود، ناخالصی ها به طور خلاصه ممکن است متصل به شبکه کریستال در حال رشد باشند آنها به صورت یک ترکیب با هندسه مناسب تر در می آیند. شش گوش ها به آسانی در شبکه در حال رشد جای میگیرند.





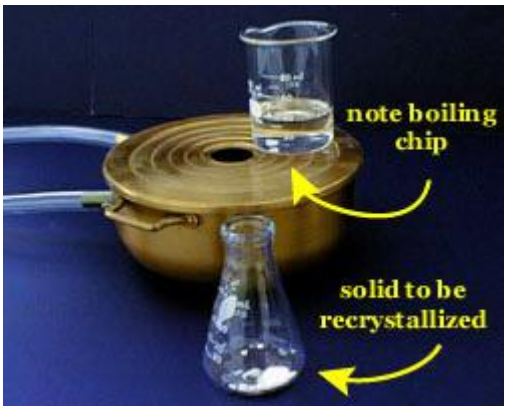
۶ ۵

سری دوم نشان می دهد چه اتفاقی می افتد اگر راه حل شما سرد کردن را خیلی زود انجام دهید. ناخالصی مثلث زرد رنگ در داخل کریستال های شش گوش نارنجی تشکیل شده به دام افتاده است، به این ترتیب، بلورهای جدا ناخالص هستند. توجه داشته باشید که تبلور آهسته به کریستال های بزرگتر از تبلور سریع منجر میشود .



۴ ۳ ۲ ۱

چگونه می توانیم یک تبلور را انجام دهیم



مقدار کمی از حلال داغ به ظرف حاوی جامد اضافه کنید.

چرخش ظرف برای انحلال جامد است.

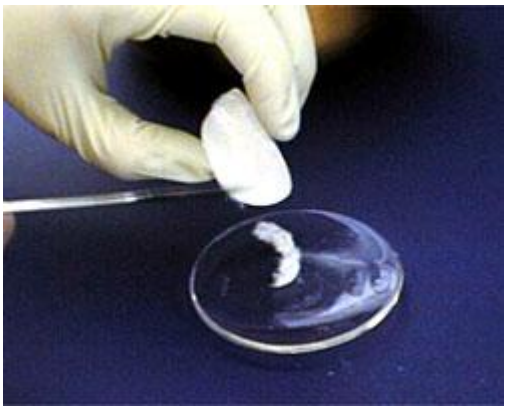
ظرف را روی حمام بخار برای گرم نگه داشتن حلال میگذاریم.

اگر جامدی هست که هنوز هم حل نشده،با اضافه کردن مقدار بسیار کمی حلال و چرخش دوباره آن را حل میکنیم.

هنگامی که آن را بر روی بالای حمام بخار گذاشتیم. مزاحم آن نشوید!

پس از مدتی، کریستال باید در ظرف ظاهر می شود.

شما هم اکنون می توانید ظرف را در حمام یخ قرار تا فرایند تبلور را به پایان برسانید.



سپس از کریستال های خود را در شیشه ساعت میگذاریم.

اجازه دهید کریستال روی شیشه ساعت خشک شود.

وسایل مورد نیاز

پودر استانیلید با ناخالصی، ارلن، چراغ بونزن، همزن، قیف بوخنر،آب مقطر، کاغذ صافی.

روش انجام آزمایش

ابتدا مقدار ۲gr از استانیلید ناخالص اندازه گیری و در ته ارلن ریخته شد. بعد از آن باید محلولی به آن اضافه گردد که طبق تئوری فقط ماده مورد نظر ما یعنی استانیلید خالص فقط حل گردد و ناخالصی ها به صورت نامحلول باقی بماند.

در اینجا حلال مورد نظر آب قرار داده شد به گونه ای که با افزایش دما استانیلید بیشتری به صورت محلول در می آید و ناخالصی به صورت چربی و ماده نا محلول روی محلول قرار می گیرد. حال دمای محلول افزوده شد تا به جوش آمد. برای اینکه هنگام عبور از صافی چربی نیز عبور نکند اندکی ذغال به آن افزوده شد تا چربی ها جذب گردد.

در همین هنگام در ارلنی دیگر نیز اندکی آب مقطر ریخته شد و به روی آن قیف به همراه صافی نصب گردید. این ارلن نیز روی حرارت قرار داده شد تا کاغذ صافی گرم گردد و با ریختن محلول دمای آن کاهش نیابد.

بعد از به جوش آمدن محلول ، از صافی عبور داده شده، آنگاه ناخالصی ها بر روی کاغذ صافی باقی ماند.

حال محلول زیر کاغذ به دو قسمت تقسیم شد(البته این کار فقط برای یکی از گروه ها انجام گردید). سپس یکی از قسمتها در بشری در آب و یخ قرار گرفت و دیگری در هوای آزاد تا اندک اندک سرد گردد.

پس از مدتی مشاهده گردید در بشری که در حمام آب سرد قرار داشت بلورهایی سریع تشکیل شد ولی بلورهایی بسیار ریز و کوچک. و در بشر دیگر تا زمانی که به دمای محیط برسد ، بلوری تشکیل نشد. در این حالت می توان با ایجاد خراش بر جداره ظرف یا افزودن اندکی از بلور اولیه باعث تشکیل هسته شد. که ما در اینجا با افزودن اندکی از جامد اولیه، باعث تشکیل رسوب گردانده شد.

در آخر نیز برای مدتی در حمام آب سرد قرار داده شد تا تشکیل رسوب به بیشترین حالت ممکن برسد.

پس از آن صافی بوخنر بسته شد و محلول حاوی رسوب روی آن ریخته شد. و در آخر با آب مقطر سرد شست و شو داده شد.پس از جداسازی رسوب ، کاغذ صافی شامل رسوب جدا گردید و برای خشک شدن در محیط قرار داده شد. پس از خشک شدن وزن رسوب اندازه گیری شد.

محاسبات

وزن ابتدایی برداشته شده(همراه با ناخالصی): ۲.۰۰ gr

وزن انتهایی(خالص سازی شده): ۱.۶۰

مقدار ناخالصی:۰.۴

درصد ناخالصی $(0.40 \div 2.00) \times 100 = \%۲۰$

عوامل خطا

۱) حل نشدن کامل استانیلید در محلول آب داغ.
۲) جدا نشدن کامل چربی ها توسط ذغال.

پرسشها

۱) هدف از روش تبلور مجدد بدست آوردن ماده خالص شده با حداکثر باز دهی است.

توضیح دهید که چرا هر یک از موارد زیر در رسیدن به این هدف اثر معکوس دارد؟

الف) مصرف حجم زیاد غیر ضروری از حلال در مرحله انحلال؟ ***چون ماده ی نا محلول را اندکی در خود حل میکند.***

ب) عدم شست و شوی بلور هایی که از صافی مکنده بدست می آید با حلال سرد تازه قبل از خشک کردن؟ ***شستن ناخالصی ها.***

ج) مصرف ذغال فعال به مقدار زیاد؟ ***در کریستال ها هم ذغال داخل میشود.***

د) تسریع تبلور با قرار دادن فوری ظرف محلول داغ در آب یخ؟ ***نا خالصی درون بلور به دام می افتد.***

۲) توضیح دهید چرا سرعت انحلال جسم متبلور ممکن است به اندازه بلورهای آن بستگی داشته باشد؟ ***چون فرصت بیشتری برای تشکیل می یابند.***

۳) با فرض اینکه در مورد به خصوصی تنها دو حلال قابل قبول باشد، به عنوان حلال تبلور اتیل الکل چه مزایایی بر نرمال اکتیو الکل دارد؟

هگزان پرپنتان چه طور؟ آب برمتیل الکل چه طور؟

۴) با مراجعه به کتاب خانه چند ترکیب مناسب برای حل چند ترکیب دلخواه انتخاب کنید؟

۵) چرا کشیدن میله شیشه ای به کف یا دیواره ظرف محتوی سبب شروع عمل کریستاله شدن خواهد شد؟ BASE ***اولیه برای تشکیل بلور میدهد.***

۶) چرا باید از قیف ساق کوتاه استفاده کرد؟

۷) چرا در کریستال های درشت امکان همراه شدن با ناخالصی بیشتر است؟ ***چون ناخالصی ها فرصت بیشتری برای نفوذ دارند.***

۸) چرا معمولا کریستاله کردن زیر هواکش باید انجام شود؟

۹) چه عواملی سبب تغییر اندازه گیری کریستال ها در کریستاله کردن سریع یا آهسته می شود؟ ***سرعت کاهش دمای محلول، حرکت دادن محلول و استفاده بیش از حد حلال.***

۱۰) چرا شست وشو کریستال ها روی کاغذ صافی در راندمان کریستاله کردن موثر نیست؟ ***چون در صورت وجود ناخالصی همان جا و در کنار بلورها قرار میگیرند.***

۱۱) در صد ناخالصی موجود در نمونه خود را محاسبه کنید.(***به محاسبات مراجعه شود***)