

۱۴۴ ..... فهرست مراجع

## رعایت نکات ایمنی

- خوردن، آشامیدن، مصرف دخانیات، نگهداری غذا، استفاده از وسایل آرایشی و لنزهای چشمی در آزمایشگاه اکیداً ممنوع است.
- از آنجا که چهار راه ورود مواد به بدن شمال استنشاق، جذب، بلعیدن و تزریق می‌باشد، هنگام کار در آزمایشگاه از روپوش مخصوص آزمایشگاه و در مواقع لزوم از ماسک، دستکش و عینک جهت ایمنی بیشتر استفاده کنید.
- هرگز نباید در آزمایشگاه دوید یا با عجله راه رفت؛ بلکه باید به آهستگی گام برداشت.
- واکنش‌های شیمیایی را که منجر به تولید گازهای سمی می‌شوند، زیر هود انجام دهید.
- از تماس مستقیم مواد موجود در آزمایشگاه با دست خودداری کنید زیرا راه ورود بسیاری از مواد شیمیایی به بدن از طریق جذب به وسیله پوست می‌باشد. بعلاوه بسیاری از مواد با داشتن خاصیت خورندگی باعث صدمه به پوست می‌شوند.
- قبل از استفاده از مواد شیمیایی برچسب روی ظرف حاوی آنها را بخوانید و از استفاده از موادی که برچسب ندارند، بپرهیزید.
- هنگام شکسته شده ترمومتر جیوه‌ای از یک حباب مکنده یا یک اسفنج جیوه برای جمع آوری قطرات جیوه استفاده کنید. سپس جیوه را در یک ظرف در بسته بوسیله آب پوشانده و مهر و موم کرده و برچسب مناسب بزنید. برای تمیز کردن مقادیر جیوه کمتر از قطره که ممکن است داخل شکاف‌ها یا درزها رفته باشند و تمیز کردن آنها مشکل است، پودر گوگرد یا دیگر مواد شیمیایی مناسب برای رفع آلودگی جیوه را بر روی آن بپاشید. پس از چند ساعت مواد را جارو کرده و داخل یک کیسه پلاستیکی با برچسب مناسب مهر و موم کنید.
- اگر مقادیر زیادی از جیوه در محیط پراکنده شده باشد، باید محیط مربوط را بست و از یک ماسک تنفسی جیوه برای تمیز کردن محیط استفاده نمود. از پمپ خلا مناسب برای جمع آوری مقادیر زیاد جیوه استفاده می‌شود.
- هیچگاه بخارات خارج شده از محلول‌ها را به طور مستقیم بو نکنید. در مواردی که مجبور به بویدن هستید بخارات را با دست به طرف بینی هدایت کنید.
- در آزمایشگاه نسبت به تمام مواد شیمیایی مشکوک باشید و از چشیدن آنها جدا بپرهیزید. استفاده از پوار برای برداشتن محلول‌ها توسط پیپت توصیه می‌شود.

۱۲  
۱۳  
✓  
✓  
✓

- برای رقیق کردن اسیدهای غلیظ نباید آب را داخل اسید ریخت زیرا این عمل باعث پاشیده شدن اسید و شکستن ظرف می شود. باید اسید را قطره قطره به آب افزود.
- محل دقیق کپسول آتش نشانی، جعبه کمک های اولیه و شیر اصلی گاز را از کارشناس خود پرسید.
- هنگام بروز حادثه دست و پای خود را گم نکنید و سریعاً کارشناس آزمایشگاه را مطلع کنید.
- چنانچه لازم است از شعله استفاده کنید پیشگیری های زیر را به عمل آورید:
  - الف) هرگز یک مایع قابل اشتعال را در ظرف باز حرارت ندهید.
  - ب) هنگامی که مایع قابل اشتعالی را در حالت تقطیر یا رفلکس قرار می دهید اطمینان حاصل کنید که تمام رابط ها محکم و عاری از فشار باشند.
  - ج) هرگز مایعات قابل اشتعال را در نزدیکی شعله از ظرفی به ظرف دیگر منتقل نکنید.
- هیچگاه به یک مایع جوشان سنگ جوش یا جامد دیگری اضافه نکنید.
- محلول های اتری را تا خشک شدن حرارت ندهید.
- از گرما دادن شدید موادی که گاز تولید می کنند (مانند پتاسیم کلرات در تهیه اکسیژن) باید خودداری کرد.
- هیچگاه از دماسنج برای هم زدن محلول ها و مایعات استفاده نکنید.
- مواد نامحلول (رسوب)، چوب کبریت و کاغذ صافی را در فاضلاب نریزید.
- بوته چینی را همیشه با انبر مخصوص آن باید حمل کرد چون بعد از پایان یافتن کار نیز مدتی طول می کشد تا دمای آن پایین بیاید.
- نکاتی که پس از پایان آزمایش و ترک آزمایشگاه باید رعایت کنید:
  - مواد مصرف نشده و تجهیزات و دستگاه ها را به جای اصلیشان برگردانید.
  - ضایعات مواد را به طور صحیح بسته بندی، برچسب گذاری و مرتب کنید.
  - وسایل مورد استفاده خود را به دقت بشوئید.
  - میز کار خود را مرتب و تمیز کنید.
  - هنگام ترک آزمایشگاه لباس های محافظ (روپوش آزمایشگاه، عینک ایمنی و ...) خود را باید همراه خود از آزمایشگاه بیرون ببرید.
  - قبل از ترک آزمایشگاه دست هایتان را به دقت بشوئید.

## عوامل بروز فطاهای دستگاہی در آزمایش‌ها

- هنگام انجام آزمایش در یک دمای خاص، مخزن دماسنج باید در تماس کامل با مایع موردنظر باشد.
- هنگام استفاده از بوته چینی باید از نبودن ترک یا نقص‌های دیگر در آن اطمینان حاصل کرد.
- بوته چینی آبگیر است، بنابراین هنگام آزمایش نباید آن را روی سطوح مرطوب قرار داد.
- اگر مقدار هوای کافی به گاز یا هر ماده سوختنی دیگر نرسد، اشتعال ناقص اتفاق می‌افتد. در استفاده از چراغ بونزن باید به این اصل توجه کرد.
- اندازه قیف و کاغذ صافی باید با هم متناسب باشد به طوری که لبه کاغذ صافی فقط چند میلی متر پایین تر از لبه قیف قرار گیرد.
- گنجایش تمام ظروف شیشه‌ای با تغییر درجه حرارت اندکی تغییر می‌کند، از این رو حجمی که روی شیشه نوشته شده است تنها در همان دمایی که ظروف در آن درجه‌بندی شده‌اند، درست است.
- به علت چسبیدن محلول به اطراف ظروف شیشه‌ای مخصوص اندازه‌گیری حجم، حجم مایع موجود در آن با حجم مایع خارج شده متفاوت خواهد بود.
- قبل از استفاده از وسایل شیشه‌ای از تمیزی آنها اطمینان پیدا کنید. ساده ترین راه اطمینان از تمیزی وسایل، مرطوب نمودن آنها به وسیله آب مقطر است. هرگاه بعد از خالی شدن قطرات آب در دیواره های ظرف جمع شد، در این صورت سطح آن به اندازه کافی برای آزمایش‌های کمی مناسب نیست.
- در استفاده از پمپ خلا و قیف بوختر باید دقت داشت که کاغذهای صافی مورد استفاده کف قیف را کاملاً بپوشانند. به این منظور باید کاغذ صافی به اندازه‌ای باشد که کمی از دیواره قیف را هم بپوشاند. در استفاده از این وسیله برای صاف کردن سریع تر رسوب‌ها، کاغذ صافی باید کاملاً در تماس با قیف قرار بگیرد.
- هنگام استفاده از قیف شیشه‌ای معمولی و کاغذ صافی برای صاف کردن باید دقت داشت که کاغذ صافی کاملاً به قیف بچسبد. برای رسیدن به این هدف کاغذ صافی را با آب مقطر مرطوب می‌کنند. اگر کاغذ به قیف نچسبد و حباب های هوا بین کاغذ و جداره داخلی قیف بماند صاف کردن کند می‌شود.

- هنگام استفاده از کیف جدا کننده، برای خروج مایع باید در کیف را برداشت.
- در عمل تقطیر، اجزای دستگاه باید محکم روی یکدیگر سوار شوند.

آزمایشگاه شیمی

آلی ۱

## آزمایش شماره ۱: تعیین نقطه ذوب

### ۱-۱- تئوری

دمای ذوب یکی از ثابت‌های فیزیکی مهم برای هر ماده است. با افزایش دمای یک ماده جامد، انرژی جنبشی مولکولهای آن افزایش می‌یابد و سرانجام در دمای معین، انرژی جنبشی تعدادی از مولکولها به اندازه‌ای زیاد می‌شود که بر نیروهای بین مولکولی شبکه بلور غلبه می‌کند (برای مطالعه انواع نیروهای بین مولکولی که به شدت روی نقطه ذوب اثر می‌گذارد به کتاب شیمی آلی ۱، R.T. Morrison and R. N. Boyd، فصل ۱ و ۷ مراجعه کنید). در این لحظه پدیده ذوب آغاز می‌شود و مولکولهای پراثری به تدریج از شبکه بلور خارج می‌شوند و به حالت مایع درمی‌آیند.

بنابراین دمای ذوب یک ماده جامد دمایی است که در آن جامد و مایع در فشار ۱ اتمسفر در حال تعادلند. در طول مدت ذوب، دمای سیستم جامد-مایع ثابت می‌ماند تا تمام جامد به مایع تبدیل شود. مواد مایع نیز در دمای معینی منجمد می‌شوند. دمای انجماد یک مایع دمایی است که در آن در فشار یک اتمسفر، حالت تعادل بین مایع و جامد برقرار می‌شود. بنابراین دمای ذوب یک ماده بلوری خالص درست برابر دمای انجماد آن است.

اگر ماده بلوری ناخالص باشد دمای ذوب و انجماد آن متفاوت خواهد بود. در عمل نقطه ذوب به صورت دو درجه حرارت ذکر می‌شود: اول درجه حرارتی که جسم شروع به ذوب شدن می‌کند (شروع ذوب، دمای ذوب) و دوم درجه حرارتی که آخرین جزء ماده جامد به مایع تبدیل می‌شود (پایان ذوب، دمای انجماد). همانطور که گفته شد اگر ماده بسیار خالص باشد این دو دما برابر است و در این صورت در تمام مدت ذوب درجه حرارت نمونه ثابت می‌ماند و دو فاز جامد و مایع در تعادل هستند. اگر ماده ناخالص باشد دما در طول ذوب ثابت نخواهد بود و بنابراین دارای "محدوده دمای ذوب" خواهد بود. معمولاً اختلاف این محدوده برای مواد خالص ۰/۵ درجه و یا ۰ است و برای موادی که کمی ناخالصی داشته باشند (مواد تجارتي) حدود ۱-۲ درجه است. واضح است که از روی محدوده دمای ذوب می‌توان به خلوص یک ماده پی برد. نمودار ۱-۱ رفتار دمایی یک جسم جامد کاملاً خالص را با گذشت زمان نشان می‌دهد.

تعیین دمای ذوب و مقایسه آن با دمای گزارش شده در جداول استاندارد موجود برای نقطه ذوب

مواد، یکی از مراحل شناسایی یک ماده مجهول است.



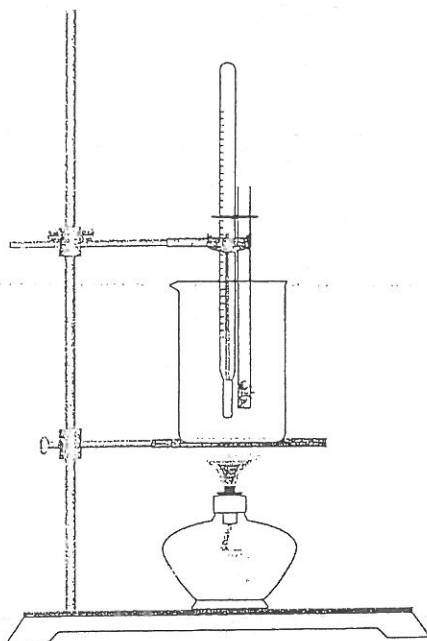
دمای جوش آنرا در فشار یک اتمسفر  $103^{\circ}\text{C}$  نشان دهد، اختلاف دمای ذوب و جوش  $102$  درجه خواهد بود. به عبارت دیگر بجای  $100$  جزء،  $102$  جزء مشاهده شده است. پس هر درجه مشخص شده روی دماسنج تقریباً برابر  $0.98^{\circ}\text{C} = 100/102$  خواهد بود. حال اگر با این دماسنج دمایی را اندازه بگیرید، دمای واقعی به صورت زیر تصحیح می‌شود:

$$0.98^{\circ}\text{C} \times (1 - \text{دمای مشاهده شده}) = \text{دمای واقعی}$$

### ۱-۳- روش کار اندازه‌گیری دمای ذوب با استفاده از لوله موئین

ابتدا با استفاده از شعله، یک طرف لوله موئین را ببندید. نمونه خشک و ساییده شده را به لوله موئین بریزید به این ترتیب که مقدار کمی نمونه را در شیشه ساعت کوچک بریزید. با سر باز لوله موئین به پودر نونه بزنید و با برگرداندن لوله موئین و زدن انتهای بسته لوله لوله موئین روی میز، پودر نمونه را به انتهای بسته لوله موئین هدایت کنید. پودر نمونه باید در انتهای لوله موئین متراکم شود و هرچه بیشتر متراکم شود دقت اندازه‌گیری بالاتر می‌رود. برای متراکم کردن، در آخر لوله موئین را از یک لوله تو خالی بلند روی سطح سخت رها کنید و چند بار این کار را تکرار کنید. در نهایت مقدار جسم باید به اندازه‌ای باشد که در انتهای لوله موئین ارتفاعی بیش از  $2-3$  میلی متر نداشته باشد. اصولاً هرچه مقدار ماده کمتر باشد دقت اندازه‌گیری بیشتر می‌شود. سپس لوله موئین و دماسنج را به وسیله نخ یا کش یا چسب به یکدیگر ببندید به طوری که جسم درون لوله در کنار مخزن دماسنج قرار گیرد. سپس بالای دماسنج را به گیره متصل کنید به طوری که نیمی از لوله و دماسنج داخل حمام آب یا پارافین قرار گیرد. دقت کنید که مخزن دماسنج به بشر محتوی آب یا پارافین برخورد نداشته باشد. سپس با استفاده از چراغ بونزن سیستم را به آرامی حرارت دهید. دقت کنید که نمونه باید به آرامی و یکنواخت حرارت ببیند (دما حدود  $2$  درجه در هر دقیقه بالا رود). دمایی که جسم شروع به ذوب شدن می‌کند و دمایی که ذوب تمام می‌شود را یادداشت کنید. معمولاً بهتر است دو نمونه از ماده تهیه شود. یکی از آن را به سرعت گرم کنید تا حدود تقریبی دمای ذوب بدست آید و سپس نمونه دوم را پس از اینکه حمام خنک شد و به  $10-15$  درجه زیر دمای ذوب تقریبی رسید، لوله دوم محتوی نمونه را جایگزین کنید و آنگاه تا نقطه ذوب به آرامی حرارت دهید. کلیه اعمال فوق را برای ماده مجهول تکرار کنید و نتیجه را در پایان به استاد خود گزارش دهید.





شکل ۱-۴: سیستم اندازه گیری نقطه ذوب با استفاده از لوله موئین

۴-۱- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

- ۱- چرا نمونه باید خشک و ساییده شده باشد؟
- ۲- به چه دلیل جسم درون لوله باید درست در کنار مخزن دماسنج قرار گیرد؟
- ۳- چرا دماسنج و لوله موئین نباید با ته بشر محتوی آب یا پارافین برخورد داشته باشد؟
- ۴- چه زمانی از حمام آب و چه زمانی از حمام پارافین استفاده می کنند؟
- ۵- چرا نمونه باید به آرامی و بطور یکنواخت حرارت ببیند؟
- ۶- مواردی را که روی نقطه ذوب اثر دارد شرح دهید.
- ۷- پس از گزارش نقطه ذوب ماده مجهول به استاد خود، نام ماده را پرسید. نقطه ذوب واقعی آن را پیدا کنید و با نقطه ذوب بدست آمده توسط خودتان مقایسه کنید.
- ۸- در مورد همه خطاهایی که ممکن است در این آزمایش روی دهد و همچنین خطاهایی که باعث شده است نقطه ذوب متفاوتی را بدست آورید، توضیح دهید.
- ۹- نکات ایمنی را که در طول آزمایش باید رعایت کنید را شرح دهید.
- ۱۰- چنانچه دمای ذوب دو ماده در آزمایشگاه یکسان باشد چگونه می توانید از یکسان بودن دو ماده مطمئن شوید؟

## آزمایش شماره ۲: تعیین نقطه جوش یک ماده مایع

### ۱-۲- تئوری

دمای جوش (Boiling Point) یک ثابت فیزیکی است که در شناسایی مایعات کاربرد دارد. دمای جوش یک مایع عبارت است از دمایی که در آن فشار بخار آن مایع با فشار هوای (جو) وارد بر آن برابر می‌شود. در این زمان حباب‌های بخار در داخل مایع تشکیل می‌شود و هنگامی که به سطح می‌رسند، می‌ترکند و حالت جوشیدن را ایجاد می‌کنند. تشکیل حباب در دماهای پایین تر از جوش اتفاق نمی‌افتد زیرا فشار جو بر سطح مایع بیشتر از فشار داخل آن است و مانع از تشکیل حباب می‌شود. دمای مایع در حال جوش تا هنگامی که تمام مایع بخار شود، ثابت می‌ماند. برای اینکار باید به آن گرما داده شود. اگر سرعت افزایش گرما بیش از حداقل لازم برای ثابت نگه داشتن دمای مایع در حال جوش باشد، سرعت جوشش زیاد می‌شود اما دما تغییری نمی‌کند. طبق قانون فشارهای جزئی دالتون، فشار کل (خارجی) در بالای مایع برابر با فشارهای جزئی نمونه و هوا است:  $P_{\text{کل}} = P_{\text{نمونه}} + P_{\text{هوا}}$ . مهمترین عوامل موثر در نقطه جوش یک ترکیب در ادامه آمده است:

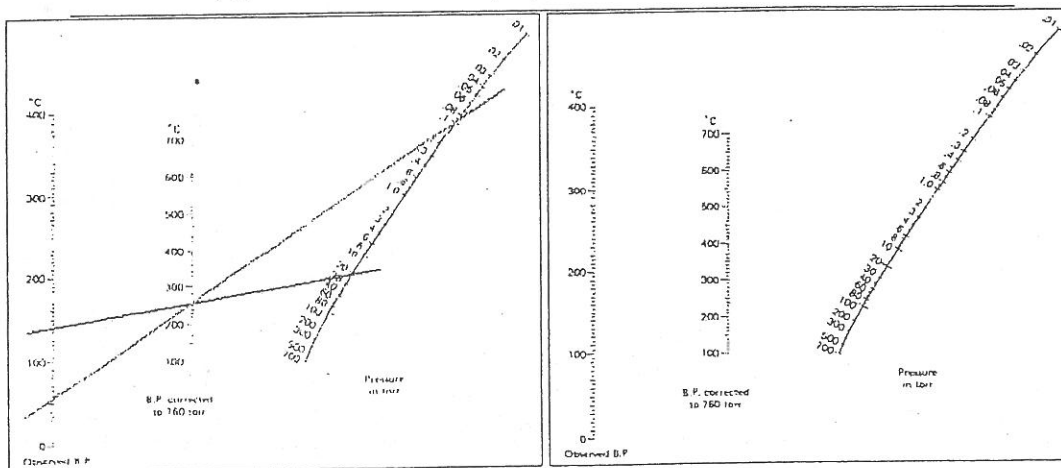
اثر فشار و تصحیح اثر فشار روی نقطه جوش: در این باره که بخواهید محدوده دمای جوش یک مایع را به عنوان معیاری برای ارزیابی خلوص یک مایع یا حتی برای آن بکار برید باید بسیار دقت کرد. به عبارتی اندازه‌گیری دمای جوش بدلیل وابستگی قابل ملاحظه نقطه جوش با فشار هوا در مقایسه با اندازه‌گیری دمای ذوب جامد برای تخمین خلوص آن ناچیز و بی اهمیت است. بنابراین مهمترین عاملی که روی نقطه جوش اثر می‌گذارد فشار هوا است و این دو نسبت به هم اثر مستقیم دارند یعنی هرچه فشار هوا بیشتر باشد، نقطه جوش بالاتر است چراکه گرمای بیشتر و دمای بالاتری لازم است که فشار بخار مایع بر فشار محیط غلبه کند. دمای جوش یک مایع در فشار ۱ اتمسفر (۷۶۰ میلی متر جیوه mmHg)، دمای جوش نرمال نام دارد.

• هنگام اندازه‌گیری دمای جوش یک نمونه باید فشار هوا را یادداشت کنیم و چنانچه فشار ۱ اتمسفر نباشد باید تصحیحاتی روی نقطه جوش اعمال کنیم تا به نقطه جوش نرمال برسد. محققینی که در آزمایشگاه‌های ساخته شده در ارتفاع‌های بلند و فشارهای کم کار می‌کنند، دریافته‌اند که باید یک سری تصحیح‌های تجربی در نظر گرفته شوند تا برای تعیین نقطه جوش در ۱ اتمسفر به نقاط جوش مشاهده شده افزوده شود. این تصحیح‌های تجربی با اندازه‌گیری نقطه جوش تعداد بسیار زیادی از مواد و مقایسه آن با نقطه جوش گزارش شده در جداول و بررسی اختلاف آنها اندازه‌گیری

شده است. جدول ۱-۲ مقدار چنین تصحیحات بارومتری نقطه جوش را برای فشارهایی که بیش از ۳۰ mmHg با ۷۶۰ اختلاف ندارند نشان می‌دهد. واضح است که در کارهای معمول از انحرافهای کوچک تا ۵ mmHg می‌توان صرف نظر کرد. با توجه به جدول می‌توان دریافت که با کاهش فشار، نقطه جوش ترکیبی که قادر به تشکیل پیوند هیدروژنی هستند (مایعات غیر پیوسته) به اندازه نقطه جوش ترکیبی که نمی‌تواند پیوند هیدروژنی تشکیل دهد (مایعات غیر پیوسته) پایین نمی‌آید. برای راحتی تصحیح نقاط جوش، نمودارهایی تهیه شده است که معروفترین آن "نوموگرام" است (شکل ۱-۲). نوموگرام نموداری است که معادله سه متغیره را با استفاده از ۳ مقیاس نشان می‌دهد. با داشتن دو نقطه از دو منحنی و رسم خطی از این دو نقطه که منحنی سوم را قطع کند، متغیر سوم را که روی نمودار سوم است، نشان می‌دهد. نوموگرام برای مایعات غیر پیوسته دقیق‌تر است.

جدول ۱-۲: تغییرات نقطه جوش (°C) به ازای تغییر جزئی فشار

تصحیح اعمال شده بر حسب °C برای هر ۱۰ mmHg		b.p. (°C)	b.p. (K)
مایعات غیر پیوسته	مایعات پیوسته		
۰/۳۸	۰/۳۲	۵۰	۳۲۳
۰/۴۴	۰/۳۷	۱۰۰	۳۷۴
۰/۵۰	۰/۴۲	۱۵۰	۴۲۳
۰/۵۶	۰/۴۶	۲۰۰	۴۷۳
۰/۶۸	۰/۵۶	۳۰۰	۵۷۳
۰/۷۹	۰/۶۶	۴۰۰	۶۴۳
۰/۹۱	۰/۷۶	۵۰۰	۷۷۳



شکل ۱-۲: سمت راست: نوموگرام، سمت چپ: نوموگرام با دو مثال

نیروهای بین مولکولی: اثر فشار اصولاً مربوط به شرایط آزمایشگاه می‌شود یعنی به ذات مولکول مربوط نمی‌شود. آنچه که باعث تفاوت نقطه جوش ترکیبات مختلف می‌شود، مستقیماً به نیروی بین مولکولی آنها برمی‌گردد. به طور کلی هرچه نیروی بین مولکولی بیشتر باشد، گرمایی که لازم تا این مولکول‌ها از هم جدا شوند و به حالت بخار دربیایند بیشتر و نتیجتاً نقطه جوش بیشتر است. ترتیب نیروهای بین مولکولی به صورت زیر است (برای اطلاعات بیشتر به کتاب شیمی آلی نوشته R. T. Morrison فصل ۱ و ۷ مراجعه کنید).

نیروی یونی > نیروی دوقطبی - دوقطبی از نوع هیدروژنی > نیروی دوقطبی - دوقطبی > نیروی واندروالسی

هر تغییر ساختاری که باعث افزایش نیروی بین مولکولی شود نقطه جوش را بالا می‌برد. عمده‌ترین تغییرات ساختاری به شرح زیر است:

- در هر دسته از ترکیبات (مثلاً در الکل‌ها یا کتون‌ها) افزایش جرم مولکولی سبب افزایش نیروی بین مولکولی و در نتیجه نقطه جوش می‌شود.
- دمای جوش یک سری از ایزومرهای هم کربن با افزایش شاخه پایین‌تر می‌آید (شکل کروی‌تر و سطح تماس کم و نیروی بین مولکولی کم)
- جایگزین کردن هر گروهی به جای H باعث افزایش جرم و در نتیجه نقطه جوش می‌شود.
- وجود پیوند هیدروژنی بین مولکول‌های یک ترکیب سبب افزایش نقطه جوش می‌شود. دقت کنید که این اثر به آن اندازه قوی است که دیگر موارد را تحت تاثیر بگذارد. پیوند هیدروژنی درون مولکولی از نقطه نظر پیوند هیدروژنی اثری روی نقطه جوش ندارد.
- با افزایش قطبیت، نقطه جوش افزایش می‌یابد. مثلاً با وجود اینکه جرم مولکولی دو ترکیب  $n$ - پروپیل کلرید و  $n$ -بوتیرآلدئید مساوی است اما آلدئید به خاطر قطبیت بیشتر، نقطه جوش بیشتری دارد.

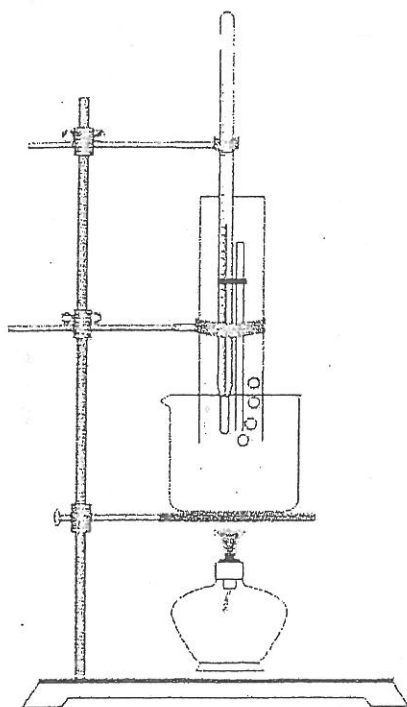
اثر ناخالصی روی نقطه جوش: این اثر شدیداً تابع نوع ناخالصی است. اگر باقی‌مانده حلال‌های زود فرار موجود باشد، اثرهای قابل ملاحظه‌ای مشاهده می‌شود. اضافه کردن ماده‌ای با همان دمای جوش (محلول‌های ایده آل) تاثیری ندارد. ناخالصی‌های جزئی روی دمای جوش کمتر از دمای دوب اثر دارد.

تقطیر علاوه بر خالص‌سازی مایعات روشی برای پیدا کردن نقطه جوش است. از این روش زمانی استفاده می‌شود که مقدار مایع موجود زیاد باشد. اگر مقدار مایع کم باشد از روش لوله موئین استفاده می‌کنند.



## ۲-۲- روش کار اندازه‌گیری دمای جوش با استفاده از لوله موئین (Capillary tube)

یک طرف لوله موئین را با حرارت شعله مسدود کنید و سپس با نخ یا چسب یا نوار لاستیکی طوری به دماسنج ببندید که انتهای باز لوله موئین درست در کنار مخزن جیوه دماسنج باشد. در یک لوله آزمایش ۱ cc محلول مورد آزمایش را بریزید و توسط گیره طوری متصل کنید که در حمام آب یا پارافین بالای شعله قرار گیرد. سپس سینتیم لوله موئین-دماسنج را با یک گیره دیگر طوری متصل کنید که هر دو در لوله آزمایش مختوی حلال قرار گیرند اما به ته آن برخورد نکنند. شعله را روشن کنید و حرارت دادن را به صورت ملایم و یکنواخت ادامه دهید تا حبابهای تند و مداومی از لوله موئین خارج شود (شکل ۲-۲). در این حال حرارت را قطع کنید. با سرد شدن تدریجی حمام سرعت خروج حباب کم می‌شود. در لحظه ای که خروج حباب کاملا متوقف می‌شود و قبل از اینکه مایع شروع به



بالا رفتن از داخل لوله موئین کند درجه حرارت دماسنج را یادداشت کنید. این درجه، نقطه جوش نمونه مایع است. در توضیح این فرایند باید گفت که در طول عمل گرم کردن اولیه، هوای موجود درون لوله ی موئین منبسط میشود و در صورت افزایش فشار بخار مایع به مقدار کافی، مایع شروع به جوشیدن میکند، که بر اثر آن هوای لوله موئین به صورت حباب‌های منظم از آن خارج می‌شود به محض این که گرما را قطع کنیم فشار بخار مایع پایین می‌آید به طوری که به تدریج از فشار هوا کمتر می‌شود و دقیقا در همین مرحله مقداری از مایع به درون لوله موئین کشیده می‌شود. همه این مراحل را برای مایع مجهول نیز تکرار کنید.

شکل ۲-۲: سیستم دستگاهی برای تعیین نقطه جوش با لوله موئین

## ۳-۲- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

- ۱- چرا دماسنج و لوله موئین نباید با ته بشر محتوی آب یا پارافین برخورد داشته باشد؟
- ۲- چه زمانی از حمام آب و چه زمانی از حمام پارافین استفاده می‌کنند؟

- ۳- چرا نمونه باید به آرامی و بطور یکنواخت حرارت ببیند؟
- ۴- برای همه عواملی که روی نقطه جوش اثر می‌گذارد و در متن آزمایش ذکر شد، مثال بیاورید.
- ۵- پس از گزارش نقطه جوش ماده مجهول به استاد خود، نام ماده را بپرسید. نقطه جوش نرمال آن را پیدا کنید و با نقطه جوش بدست آمده توسط خودتان مقایسه کنید. در مورد همه خطاهایی که باعث به وجود آمدن این تفاوت شده است، بحث کنید.
- ۶- نکات ایمنی را که در طول آزمایش باید رعایت کنید را شرح دهید.
- ۷- چنانچه دمای جوش یک ترکیب در  $700 \text{ mmHg}$ ،  $50^\circ \text{C}$  باشد، دمای جوش نرمال را با استفاده از جدول ۱-۲ محاسبه کنید (نایع را یکبار پیوسته و یکبار غیرپیوسته فرض کنید)
- ۸- مورد مسئله ۶ را با استفاده از نمودار محاسبه کنید و بگویید به کدام یک از اعداد بدست آمده در مسئله ۶ نزدیک است.
- ۹- تمام واحدهای اندازه‌گیری فشار را پیدا کنید و با یک معادله آن‌ها را به هم تبدیل کنید.
- ۱۰- با کشیدن فلش، تمامی قسمت‌های شکل ۲-۲ را نامگذاری کنید و به گزارش کار خود منتقل کنید.

## آزمایش شماره ۳ و ۴: تقطیر ساده و جزء به جزء

۳،۴-۱- تئوری

تقطیر عبارت است از تبخیر کردن مایع و سپس تبدیل بخارات حاصل به مایع در اثر سرد کردن. به طور کلی روش تقطیر متداولترین روش خالص کردن مایعات، جدا کردن مایعات از یکدیگر و یا جدا کردن مایعات از ناخالصی است. تقطیر انواع مختلفی دارد که در آزمایشگاه‌ها با توجه به نوع مایعی که در اختیار دارند و همچنین مقدار و نوع ناخالصی‌های آن، بهترین روش را انتخاب می‌کنند.

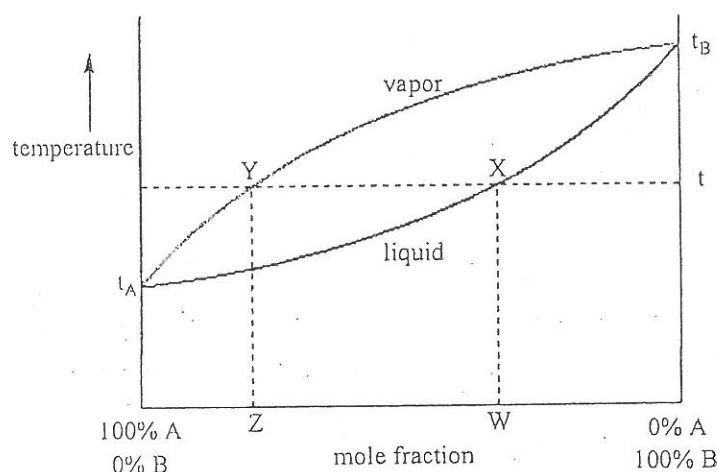
هرگاه مایع خالصی بجوشد دمای بخار در دهانه خروجی ظرف تقطیر با دمای درون مایع یکسان خواهد بود و دما در طول مدت جوشش ثابت خواهد ماند.

هنگامی که ناخالصی جامدی (غیر فرار) در مایع حل شده باشد، غلظت حلال نسبت به ماده حل شدنی کم می‌شود و در نتیجه فشار بخار محلول کم می‌شود یعنی مولکولهای کمتری از حلال انرژی لازم برای فرار از سطح مایع را دارند. در نتیجه این کاهش فشار بخار، قابلیت تبخیر کم و دمای جوش افزایش می‌یابد. هرچه این ناخالصی‌های جامد غیر فرار بیشتر باشد دمای جوش نیز افزایش بیشتری خواهد داشت. در هنگام تقطیر این محلول‌ها اولاً دمای بخار در دهانه خروجی ظرف تقطیر بیشتر از دمای جوش مایع خالص است و ثانیاً در جریان تقطیر با گذشت زمان دمای بخار بالا می‌رود چراکه با تبخیر مایع بیشتر، غلظت ماده جامد حل شده بیشتر می‌شود. برای خالص‌سازی این مایعات از تقطیر ساده استفاده می‌کنند.

هنگامی که ناخالصی‌های موجود در مایع، فرار باشد یعنی با مخلوط مایعات مختلف سر و کار داشته باشیم، انتخاب روش تقطیر مناسب برای جداسازی و خالص‌سازی مایعات بستگی به ماهیت حلال‌ها و نوع مخلوط آنها بستگی دارد. به طور کلی چنانچه دمای جوش آنها به اندازه کافی تفاوت داشته باشد (بیشتر از ۳۰-۴۰ درجه) و یا با یکدیگر مخلوط آزنوتروپ تشکیل ندهند برای جداکردن آنها نیز از روش تقطیر ساده استفاده می‌کنند. واضح است که هرچه اختلاف نقاط جوش بیشتر باشد عمل جداسازی سریعتر و بهتر صورت می‌گیرد.

وقتی مخلوط چند مایع تقطیر می‌شود، اغلب دما ثابت نمانده و در طول تقطیر افزایش می‌یابد. دلیل این است که ترکیب فاز بخار در مقطره مداوماً در هنگام تقطیر تغییر می‌نماید. شکل ۳-۱ دیاگرام فازی متداول نسبت‌های ترکیب درصد بخار-مایع را برای دو مایع A+B نشان می‌دهد. در این دیاگرام، خطوط افقی نمایانگر دماهای ثابت، منحنی بالایی نشانگر ترکیب درصد بخار و منحنی پایینی

نشانگر ترکیب درصد مایع می‌باشد. تقاطع خط افقی با منحنی بالایی و پایینی ترکیب درصد مایع و بخار را در آن دما نشان می‌دهد. تقاطع دمای  $t$  با منحنی پایینی (نقطه X) نشانگر ترکیب مایع (نقطه W) است که با ترکیب بخار (نقطه Z) در تعادل است که این معادل است با نقطه Y روی منحنی بالایی. ترکیب به صورت درصد مولی A و B در مخلوط است. A خالص که در دمای  $t_A$  می‌جوشد در سمت چپ و B خالص هم در دمای  $t_B$  می‌جوشد در طرف راست دیاگرام مشخص است. برای A یا B خالص منحنی‌های مایع و بخار در نقطه جوش یکدیگر را قطع می‌کنند و بدین ترتیب A و B خالص در دماهای ثابت ( $t_B$  و  $t_A$ ) تقطیر می‌شوند زیرا بخار و مایع دارای ترکیب درصدی مشابه‌اند. این مسئله در مورد مخلوط A و B صدق نمی‌کند.

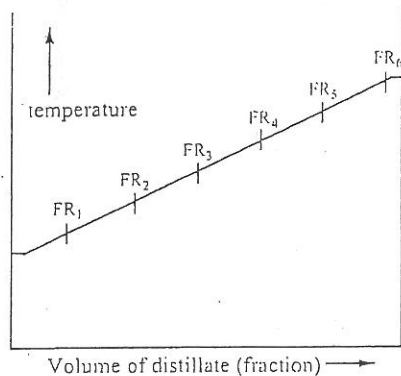


شکل ۱-۳: دیاگرام فازی برای تقطیر ساده مخلوط دو مایع ایده‌آل A و B

وقتی مخلوط دو مایع A و B با ترکیب درصد W حرارت داده شود، دمای مخلوط مایع بالا می‌رود تا مخلوط به نقطه جوش برسد (خط WX). یعنی در دمای  $t$  مخلوط شروع به جوشش و تبخیر شدن می‌کند که مربوط به خط XY است. در این زمان بخار دارای ترکیب درصد Z است. به عبارتی اولین تبخیر حاصل از تقطیر مخلوط A و B فقط شامل A نیست و با وجود اینکه از A غنی‌تر است اما همچنان مقداری از B را همراه دارد. حتی اولین قطره دارای این خصوصیت است. به عنوان مثال وقتی مخلوط ایده‌آلی از دو مایع بنزن ( $bp = 80^\circ C$ ) و تولوئن ( $bp = 110^\circ C$ ) به روش تقطیر ساده تقطیر می‌شود، اولین بخارات غنی‌تر است از جزیی که نقطه جوش کمتر دارد (بنزن) اما فقط بنزن خالص نیست و همچنین جزیی که در بالن باقی می‌ماند نیز تولوئن خالص نیست. نتیجه تقطیر ساده فرضی مخلوط ۵۰-۵۰ بنزن و تولوئن در جدول ۱-۳ و شکل ۲-۳ آمده است. جزء اول دارای مقدار بیشتری



بنزن و کمی تولوئن است. جزء دوم مقدار کمتری بنزن و مقدار بیشتری تولوئن نسبت به جزء اول و رنج جوش بالاتری دارد. این کم شدن بنزن و افزایش تولوئن ادامه می‌یابد تا تقطیر تمام شود. لذا آخرین جزء کمترین مقدار بنزن و بیشترین مقدار تولوئن را دارد. به این ترتیب تحت چنین شرایطی هرگز نمی‌توان با یک تقطیر ساده مخلوط دو حلال را کاملاً از هم جدا کرد و جداسازی با این روش بسیار ضعیف است. فقط در دو مورد می‌توان دو جزء A و B را کاملاً با تقطیر ساده جدا کرد. ۱- همانطور که گفته شد زمانی که نقاط جوش A و B اختلاف زیادی داشته باشند و تقطیر با دقت بالایی صورت گیرد. ۲- مقدار یکی از حلال‌ها کمتر از ۱۰٪ باشد.



جدول ۳-۱- تقطیر ساده مخلوط بنزن و تولوئن

جزء	رنج جوش (°C)	درصد ترکیب مایع مقطره	
		بنزن	تولوئن
۱	۸۰-۸۵	۹۰	۱۰
۲	۸۵-۹۰	۷۲	۲۸
۳	۹۰-۹۵	۵۵	۴۵
۴	۹۵-۱۰۰	۴۵	۵۵
۵	۱۰۰-۱۰۵	۲۷	۷۳
۶	۱۰۵-۱۱۰	۱۰	۹۰

شکل ۳-۲: نمودار دما-حجم مقطره برای تقطیر ساده بنزن-تولوئن

چنانچه هر یک از اجزاء را دوباره تقطیر کنیم و اجزا این تقطیر را نیز دوباره تقطیر کنیم و به همین ترتیب ادامه دهیم در نهایت می‌توانیم هر یک را به صورت خالص بدست آوریم اما روشن است که در آزمایشگاه نمیتوان این کار را انجام داد.

با استفاده از تقطیر جزء به جزء مایعاتی که اختلاف دمای جوش آنها حداقل ۳ درجه باشد به خوبی و تقریباً به طور خالص جدا می‌شوند. همچنین زمانی که تهیه اجزاء بسیار خالص مد نظر باشد از روش تقطیر جزء به جزء استفاده می‌شود.



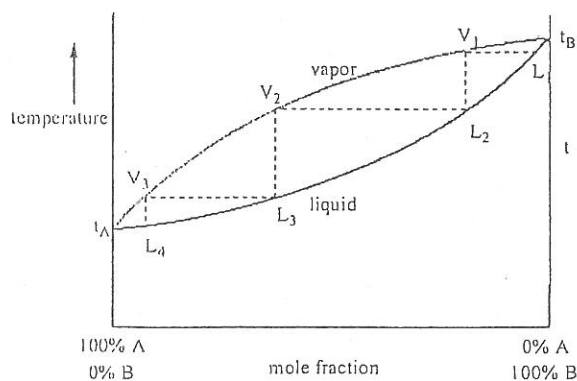
اختلاف تقطیر جزء به جزء با تقطیر ساده آنست که در این حالت از یک ستون تقطیر جزء به جزء (علاو بر وسایل تقطیر ساده) که ستون همپل (Hempel column) نام دارد، استفاده می‌شود. به واسطه قرار دادن این ستون در بالای بالن تقطیر، بخاراتی که قابلیت تبخیر بیشتری دارد زودتر به بالای ستون

می‌رسد و در نتیجه از مبرد نیز رد می‌شود و به صورت مایع در ظرف جمع می‌شود. بخاراتی که قابلیت تبخیر کمتری دارد در بالای ستون بر اثر میعان مجدداً به داخل بالن فقطیر برمی‌گردد. در این صورت یک سطح موازنه بین دو فاز بخار و مایع به وجود می‌آید یعنی بخارات در بالای ستون و مایعات در پایین ستون همپل و بالن جمع می‌شوند. برای به وجود آمدن این موازنه باید به نکات زیر توجه کنید:

۱- تماس دائم بین فاز بخار و مایع، ۲- تنظیم درجه حرارت در طول ستون همپل و ۳- طول ستون همپل

### همپل

عاملی که در تنظیم درجه حرارت بسیار مهم است مقدار حرارتی است که به بالن می‌دهیم. اگر حرارت بالا باشد تمام ستون درجه حرارت بالا و ثابتی دارد. و بخارات به سرعت وارد مبرد می‌شود. اگر درجه حرارت پایین و خصوصاً یکنواخت باشد و مرتب کنترل شود نسبت بخارات بالا و مایعات پایین ستون به یک اندازه و ثابت خواهد بود در نتیجه درجه حرارت ستون در پایین زیاد است و به تدریج به سمت بالا کم می‌شود و همین باعث جداسازی می‌شود. ابتدا مایعی که قابلیت تبخیر بیشتری دارد بخار می‌شود. در ستون همپل ابتدا بخارات صعود کرده و مقداری مایع در اثر میعان نزول می‌کند. وقتی بخارات گرم حاصل از تقطیر در تماس با مایع در حال سقوط قرار می‌گیرد، تبدیل حرارتی به وقوع می‌پیوندد و بخارات کمی سرد می‌شوند و مقداری از اجزا با نقاط جوش بالا میعان می‌شوند. حرارت میعان باعث تبخیر مقدار کمی از اجزاء با نقطه جوش پایین می‌شود. بدین ترتیب هرچه در ستون بطرف بالا می‌رویم اجزاء با نقطه جوش کم در بخارات به مرور افزایش و هرچه پایین می‌آییم اجزاء با نقطه جوش زیاد که در حال سقوط هستند زیادتر می‌شود. یعنی یک ترکیب درصد خاص وقتی بخار می‌شود و در ستون بالا می‌رود در اثر میعان دوباره جزء با نقطه جوش بالاتر، به صورت مداوم از جزء با نقطه جوش پایینتر غنی می‌شود و در بالای بالای ستون تنها بخارات جزئی می‌ماند که نقطه جوش کمتر دارد و سپس وارد مبرد می‌شود و جداسازی به خوبی صورت می‌گیرد (شکل ۳-۳)



شکل ۳-۳: دیاگرام فازی برای تقطیر جزء به جزء مخلوط دو مایع ایده‌آل A و B

### ۳-۲- روش کار تقطیر ساده

ابتدا در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری، چند عدد سنگ جوش (چرا؟)، ۳۰ mL آب و ۳۰ mL استن بریزید. سپس سیستم ساده را مطابق شکل ۳-۴ سوار کنید و در عین حال به نکات زیر توجه کنید:

- بالن نباید بیشتر از دو سوم ظرفیتش پر شود همچنین بالن بزرگ نیز نباید انتخاب شود (چرا؟).
- برای منبع گرمایی از چراغ بونزن و یا گرم کن برقی می توان استفاده کرد و بالن را می توان در حمام آب یا روغن روی شعله قرار دارد.

- تمام محل-های اتصال را باید با گریس کمی چرب کنید (چرا؟) و البته باید از زیادی گریس اجتناب کنید. روغن باید به اندازه ای باشد که محل اتصالها شفاف و بدون هیچ حبابی باشد.

- در حین تقطیر باید محل اتصالات را مرتب چک کرد چراکه اگر اتصالات به خوبی متصل نشده باشند یا در حین تقطیر سست شده باشند، بخارات و در نتیجه مایعات ضایع می شود.

- دماسنج را طوری در سه راهی متصل کنید که مخزن آن دقیقاً در وسط راه بخارات و سه راهی قرار گیرد تا بتواند دمای بخارات را به درستی نشان دهد.

- جریان آب سرد را برقرار کنید طوری که آب از پایین مبرد وارد و از بالای آن خارج شود (چرا؟).

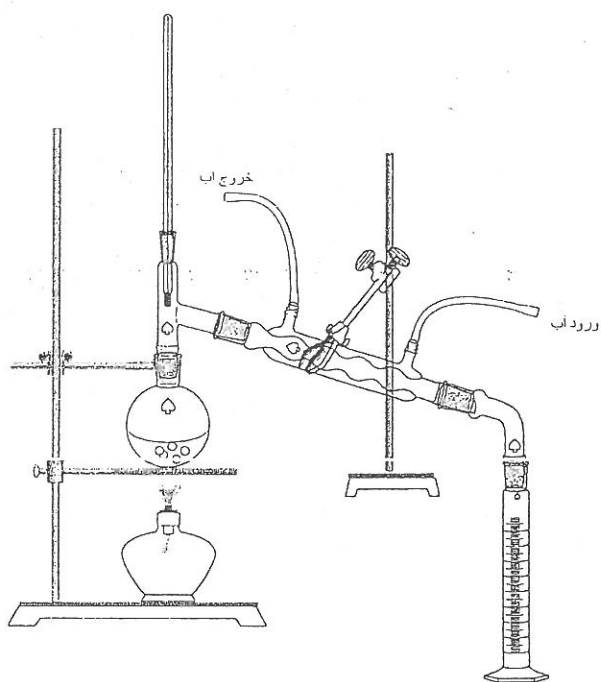
- منبع گرمایی را روشن کنید. چنانچه منبع گرمایی شعله است، آن را از جریان هوا محفوظ کنید تا حرارت به درستی و یکنواخت تنظیم شود.

- پس از اولین جوشش و ظاهر شدن بخارات، منبع حرارتی را طوری تنظیم کنید که تقطیر با سرعت یک قطره در یک ثانیه ادامه یابد. اگر زیادتر باشد تعادل برقرار نمی شود و جداسازی ضعیف خواهد بود. سرعت کمتر از یک قطره در ثانیه هم درست نیست و دمای گزارش شده، دمای حاصل از جریان ثابت بخار نیست.

- حجم های مقطره را در دمای ۶۰، ۶۵، ۷۰، ۷۵، ۸۰، ۸۵، ۹۰ و ۹۳ یادداشت کنید. پس از رسیدن به دمای ۹۳، تقطیر را متوقف کنید (شعله را خاموش کنید) و پس از خنک شدن تمام قسمت های سیستم، باقی مانده بالن را در استوانه خالی کنید و دوباره حجم را یادداشت کنید. چنانچه تنظیم دمایی و در نتیجه جداسازی به خوبی صورت نگیرد، دمای بخارها بین اجزاء افت می کند و دوباره بالا می رود.

- هرگز تقطیر را تا مرحله خشک شدن بالن ادامه ندهید زیرا مواد باقی مانده در اثر حرارت منفجر می شود و یا بالن می شکند.

- توجه کنید که سیستم را هنگامی که داغ است، باز نکنید.



شکل ۳-۴: سیستم دستگاهی برای تقطیر ساده

- ۳-۳- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.
- ۱- به همه "چرا"هایی که در روش کار تقطیر ساده آمده است جواب دهید.
  - ۲- نمودار دمای تقطیر (محور عمودی)- حجم مقطره (محور افقی) را در یک کاغذ شطرنجی رسم کنید و در مورد آن بحث کنید (این نمودار را باید با نموداری که در تقطیر جزء به جزء رسم خواهید کرد، مقایسه کنید)
  - ۳- در مورد حجم‌های بدست آمده از هر یک از اجزاء تقطیر و مایع یا مایعات تشکیل دهنده آن بحث کنید.
  - ۴- شکل دستگاه تقطیر ساده را در گزارش خود رسم کنید و نام تمام قسمت‌های مربوط به آن را با فلش مشخص کنید.

#### ۴-۲- روش کار تقطیر جزء به جزء

ابتدا در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری، چند عدد سنگ جوش، ۳۰ mL آب و ۳۰ mL استن بریزید.

سپس سیستم تقطیر جزء به جزء را مطابق شکل

۴-۱ سوار کنید. در حین این آزمایش همه نکات

و مراحل عمومی ذکر شده در روش کار تقطیر

ساده را رعایت کنید. علاوه بر این نکات زیر را نیز

برای حصول بهترین نتیجه در تقطیر جزء به جزء

رعایت کنید. الف) حرارت وارد شده به بالن نباید

کند یا تند باشد بلکه باید آرام و به طور یکنواخت

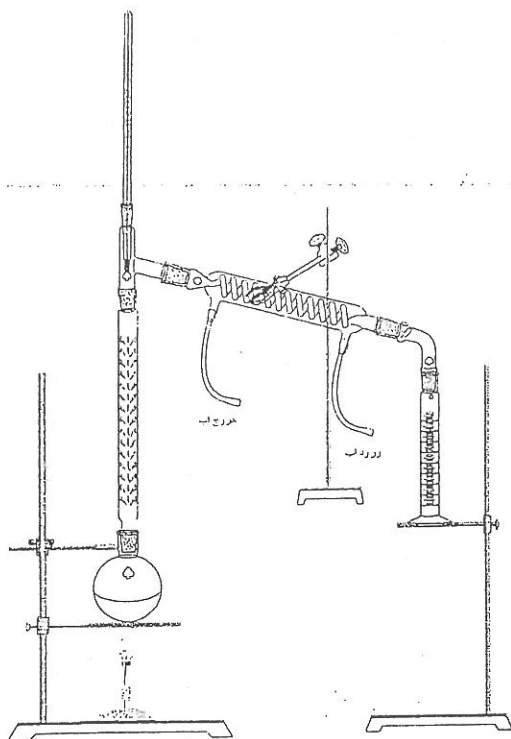
باشد. ب) به طور کلی دمای ستون تقطیر جزء به

جزء، هرچه به سمت بالا می‌رویم باید کم شود (نه

اینکه دما در طول ستون یکنواخت باشد). برای

رسیدن به این هدف، علاوه بر رعایت نکته ۱،

ستون تقطیر جزء به جزء را با پنبه نسوز، کاغذ آلومینیومی و یا پارچه کتان بپوشانید.



#### ۴-۳- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

۱- نمودار دمای تقطیر (محور عمودی)- حجم مقطره (محور افقی) را در یک کاغذ شطرنجی رسم

کنید و در مورد آن بحث کنید. این نمودار را با نموداری که در تقطیر ساده رسم کردید، مقایسه

کنید و تفاوت را شرح دهید (نتیجه گیری).

۲- در مورد حجم‌های بدست آمده از هر یک از اجزاء تقطیر و مایع یا مایعات تشکیل دهنده آن بحث

کنید (نتیجه گیری).

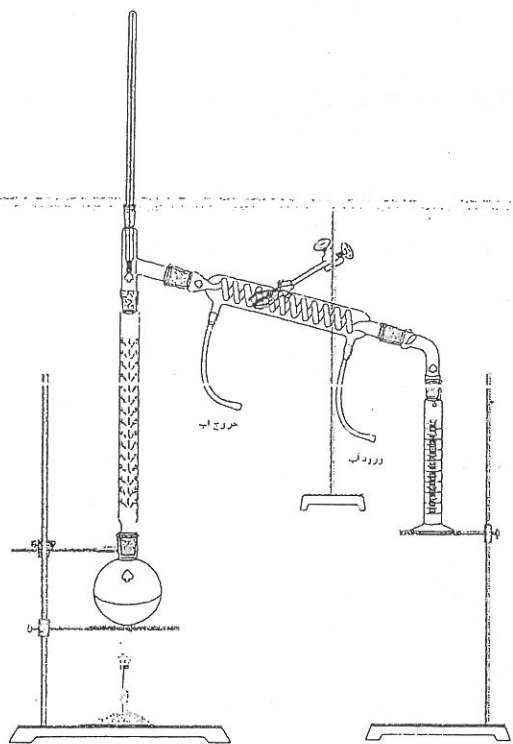
۳- شکل دستگاه تقطیر جزء به جزء را در گزارش خود رسم کنید و نام تمام قسمت‌های مربوط به

آن را با فلش مشخص کنید.

۴- حجم کل مقطره در پایان کار را با حجم ابتدایی حلال‌ها مقایسه کنید. علت تفاوت را ذکر کنید.

#### ۴-۲- روش کار تقطیر جزء به جزء

ابتدا در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری، چند عدد سنگ جوش، ۳۰ mL آب و ۳۰ mL استن بریزید. سپس سیستم تقطیر جزء به جزء را مطابق شکل ۴-۱ سوار کنید. در حین این آزمایش همه نکات و مراحل عمومی ذکر شده در روش کار تقطیر ساده را رعایت کنید. علاوه بر این نکات زیر را نیز برای حصول بهترین نتیجه در تقطیر جزء به جزء رعایت کنید. الف) حرارت وارد شده به بالن نباید کند یا تند باشد بلکه باید آرام و به طور یکنواخت باشد. ب) به طور کلی دمای ستون تقطیر جزء به جزء، هرچه به سمت بالا می‌رویم باید کم شود (نه اینکه دما در طول ستون یکنواخت باشد). برای رسیدن به این هدف، علاوه بر رعایت نکته ا)،



ستون تقطیر جزء به جزء را با پنبه نسوز، کاغذ آلومینیومی و یا پارچه کتان بپوشانید.

#### ۴-۳- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

- ۱- نمودار دمای تقطیر (محور عمودی) - حجم مقطره (محور افقی) را در یک کاغذ شطرنجی رسم کنید و در مورد آن بحث کنید. این نمودار را با نموداری که در تقطیر ساده رسم کردید، مقایسه کنید و تفاوت را شرح دهید (نتیجه گیری).
- ۲- در مورد حجم‌های بدست آمده از هر یک از اجزاء تقطیر و مایع یا مایعات تشکیل دهنده آن بحث کنید (نتیجه گیری).
- ۳- شکل دستگاه تقطیر جزء به جزء را در گزارش خود رسم کنید و نام تمام قسمت‌های مربوط به آن را با فلش مشخص کنید.
- ۴- حجم کل مقطره در پایان کار را با حجم ابتدایی حلال‌ها مقایسه کنید. علت تفاوت را ذکر کنید.

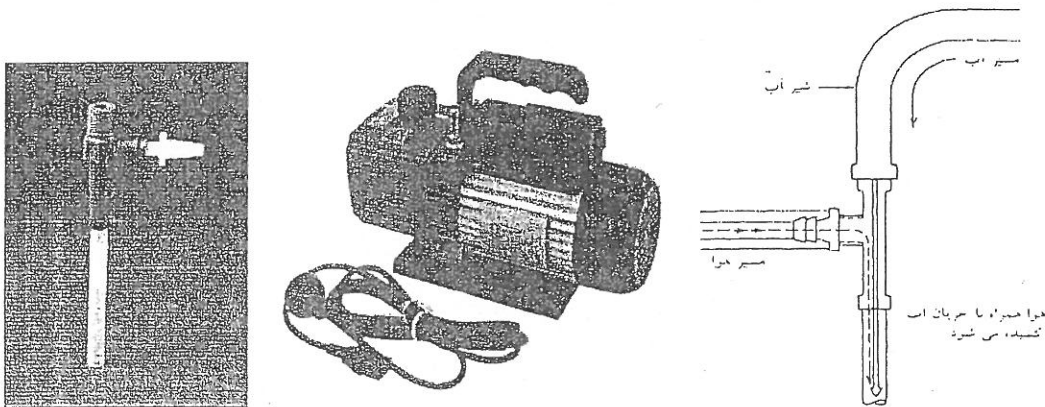
۵- تمام موارد ایمنی مربوط به استفاده از وسایل و مواد را که باید در حین آزمایش رعایت کنید، شرح دهید.

۶- همه منابع خطا (فردی و دستگاهی) را ذکر کنید.

## آزمایش شماره ۵: تقطیر در خلأ

### ۱-۵- تئوری

از روش تقطیر در خلأ زمانی استفاده می‌شود که ترکیب مایع مورد نظر دمای جوش بالایی داشته باشد و یا اینکه در دمای بالا و فشار اتمسفر تجزیه، تخریب و یا اکسید می‌شوند. همانطور که در مقدمه تقطیر گفته شد با کاهش فشار، نقطه جوش کاهش می‌یابد. با پایین آوردن فشار خارجی به میزان ۱/۳۰ تا ۳۰ میلی‌متر جیوه، نقطه جوش به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌یابد و تقطیر معمولی می‌تواند بدون خطر تجزیه انجام گیرد. برای مثال مایعی که در ۷۶۰ mmHg نقطه جوش  $200^{\circ}\text{C}$  دارد، چنانچه فشار را تا ۲۰ mmHg کاهش دهیم، نقطه جوش آن به  $90^{\circ}\text{C}$  کاهش می‌یابد. یک روش برای کم کردن فشار و ایجاد خلأ در آزمایشگاه استفاده از خرطوم آبی (خرطوم خلأ) می‌باشد (شکل ۱-۵). با عبور آب از این دستگاه ساده و بر اثر فشار بخار آب، خلأ مورد نظر در بازوی جانبی آن ایجاد می‌شود. فشار بخار آب بستگی به دمای آن و فصل سال دارد. مسلم است که هرچه دمای آب پایین‌تر باشد فشار بخار آن کمتر است و خلأ قوی‌تری ایجاد می‌کند. به عنوان مثال فشار بخار آب در دمای ۲۵ درجه مساوی ۲۴ mmHg، در دمای ۲۰ درجه مساوی ۱۸ mmHg و در دمای ۱۰ درجه مساوی ۹ mmHg است. در اکثر آزمایشگاه‌ها فشار حاصل کمی بیشتر از مقدار پیش‌بینی شده می‌باشد و این به دلیل کاهش فشار بخار آب در اثر استفاده دانشجویان به طور همزمان از خرطوم خلأ است. علاوه بر این نشت هوا به داخل سیستم و نیز دمای بالای آزمایشگاه باعث افزایش فشار ایجاد شده می‌شوند. فشارهای کمتر از مقادیر ذکر شده معمولاً با استفاده از انواع پمپ‌های خلأ مکانیکی ایجاد می‌شوند.



شکل ۱-۵: نمونه خرطوم آبی (a) و نحوه کار آن (c). پمپ ایجاد خلأ (b)

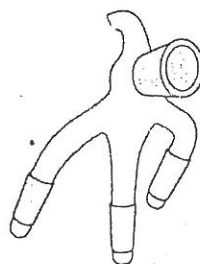
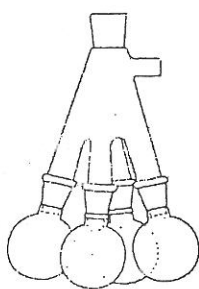
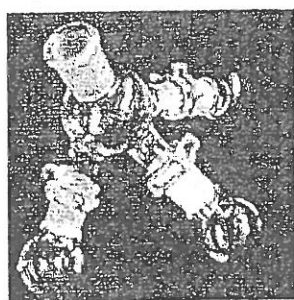


در روش تقطیر در خلأ باید دقت نمود که تمام وسایل مورد استفاده بدون ترک خوردگی باشد چراکه در اثر اختلاف فشار، می‌شکنند. همچنین تمام شیلنگ‌های مورد استفاده باید ضخیم، قابل انعطاف و بدون ترک باشند. اتصال بین شیلنگ و شیشه باید محکم باشد تا از نفوذ هوا به داخل سیستم جلوگیری شود. از حرارت دادن زیاد باید خودداری شود و حرارت به گونه‌ای باشد که حباب‌های ریزی ایجاد شود. در این روش معمولاً از سنگ جوش استفاده نمی‌شود و به جای آن گاهی از چند عدد لوله شیشه‌ای استفاده می‌کنند. مبردهای مورد استفاده معمولاً با آب خنک می‌شوند اما چنانچه نقطه جوش ماده بالا باشد ممکن است در مجاورت خنکی آب در مبرد جامد شوند که برای جلوگیری از این اتفاق از مبرد هوا میتوان استفاده کرد. از مبرد هوا آب عبور داده نمی‌شود و فقط توسط هوای آزمایشگاه خنک می‌شود.

چنانچه دمای جوش ماده خیلی بالا باشد و یا ماده چگالی بالایی داشته باشد از مبردی استفاده می‌کنند که طول کمتری داشته باشد.



وقتی جداسازی بیشتر از یک جزء در تقطیر در خلأ (و هر تطیر دیگری) مورد نظر است باید از گزینه‌هایی استفاده کرد که دارای چند مخزن باشند و قابلیت چرخش داشته باشند تا بتوان بدون قطع کردن خلأ، جداسازی را انجام داد.

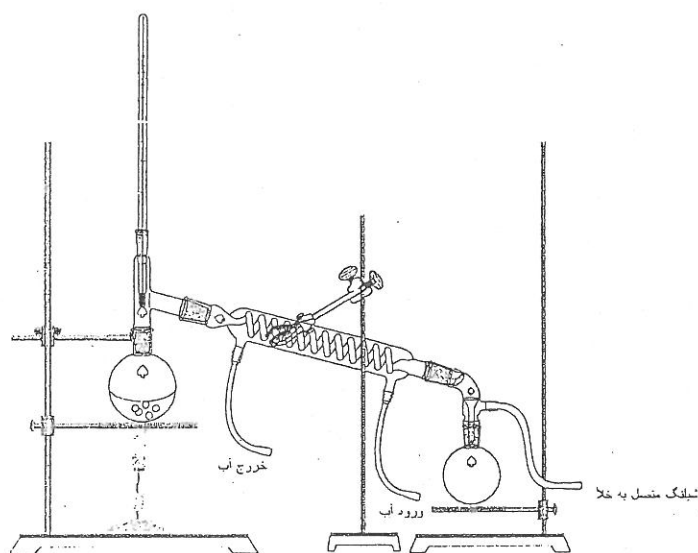


شکل ۵-۲: انواع جمع کننده ها و بالن‌ها برای تقطیر مخلوط چند مایع در خلأ

### ۵-۲- روش کار تقطیر در خلأ

در یک بالن مناسب ماده مورد نظر را بریزید. بالن را متناسب با مقدار مایع مورد نظر برای تقطیر انتخاب کنید به نحوی که مایع بیشتر از نیمی از بالن را پر نکند. مایع مورد استفاده برای آزمایش بستگی به نظر مربی و امکانات آزمایشگاه دارد. سیستم تقطیر تحت خلأ را مطابق شکل ۵-۳ سوار کنید. تمام موارد ذکر شده در قسمت قبل را رعایت کنید. پس از اطمینان از ایمن بودن سیستم و

اتصالات، خلأ را ایجاد کنید و سپس منبع گرمایی را روشن کنید. به محض شروع شدن عمل تقطیر، دما را یادداشت کنید. برای ترکیبات تقریباً خالص در طول تمام تقطیر نقطه جوش بیش از ۱ یا ۲ درجه افزایش نمی‌یابد حتی اگر دمای حمام در آخر کار به منظور خارج کردن آخرین قطرات مایع به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یابد. وقتی که مایع درون بالن به ۱ تا ۲ سی سی رسید، منبع گرمایی را قطع کرده و خلأ را با بستن شیر آب یا شیر پمپ و جدا کردن شیلنگ خلأ از زائده مربوطه، برطرف کنید. پس از اینکه دستگاه کمی خنک شد، آنرا باز کنید.



شکل ۵-۳: سیستم تقطیر در خلأ

۳-۵- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

- ۱- شکل دستگاه تقطیر در خلأ را در گزارش خود رسم و کامل کنید.
- ۲- حجم کل مقطره در پایان کار را با حجم ابتدایی حلال‌ها مقایسه کنید. علت تفاوت را ذکر کنید.
- ۳- تمام موارد ایمنی مربوط به استفاده از وسایل و مواد را که باید در حین آزمایش رعایت کنید، شرح دهید.
- ۴- نقطه جوش نرمال ماده مورد نظر را در فشار آزمایشگاه خود پیدا کنید و با نقطه جوش بدست آمده با روش تقطیر در خلأ مقایسه کنید.
- ۵- همه منابع خطا (فردی و دستگاهی) را ذکر کنید.
- ۶- به نظر شما اگر مخلوط دو مایع داشته باشیم که نقاط جوش بالایی داشته باشند و اختلاف آنها کم باشد، چگونه آنها را از هم جدا کنیم.

## آزمایش شماره ۶: تقطیر با بخار آب

۶-۱- تئوری

تقطیرهای ساده و جزء به جزء برای مواردی کاربرد دارند که با مخلوط مایعات امتزاج پذیر سر و کار داشته باشیم. وقتی مایعات در هم نامحلول باشند در این حالت نیز می توان آنها را تقطیر نمود. مخلوط مایعات نامحلول در دمای پایین تری نسبت به هر یک از مایعات خالص می جوشد. وقتی بخار آب به صورت یکی از فازهای نامحلول استفاده گردد، روش را تقطیر با بخار آب می گویند. مزیت این روش این است که از آنجا که هر دو جزء مایع در فشار بخار سهیم هستند، ماده مورد نظر در دمایی کمتر از ۱۰۰ درجه در فشار ۷۶۰ mmHg تقطیر می شود. با استفاده از این روش اگر ماده ای ناپایدار باشد یا نقطه جوش بالایی داشته باشد و بخواهیم آن را از مخلوط جدا کنیم، تخریب صورت نمی گیرد چون بخارات با هم مخلوط شده و با هم تقطیر می شوند. وقتی مقطره سرد می شود ماده مورد نظر که در آب نامحلول است از آن جدا می شود. تقطیر با بخار آب در جداسازی مایعات و جامدات از منابع طبیعی و همچنین برای جداسازی محصول واکنش موجود در توده قیری شکل حاصل از واکنش بسیار استفاده می گردد. به عبارتی، این روش برای جدا کردن و تخلیص مواد کمی فرار و نامحلول در آب نسبت به مواد غیر فرار به کار می رود. همچنین این روش برای جداسازی ترکیبات طبیعی از بافتها، سلولها، روغن های اسانسی گیاهان و به طور کلی ترکیباتی که با آب پیوند هیدروژنی می دهند، مورد استفاده قرار می گیرد.

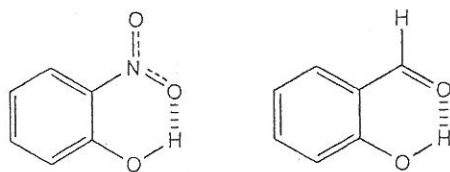


روش فوق برای موادی که در اثر تماس با آب گرم یا بخار آب تجزیه می شوند و یا با آن واکنش می دهند، مناسب نمی باشد. باید توجه داشت که ماده مورد نظر حتماً باید در آب نامحلول باشد تا پس از تقطیر به راحتی و با عمل استخراج از آن جدا شود.



با وجود یک گروه عاملی دوم در مولکول، معمولاً تفاوتی در قطبیت ایجاد می شود که می توان اجزاء مخلوط را با تقطیر با بخار آب جداسازی کرد. ترکیباتی که چند گروه عاملی دارند قطبی تر هستند و در مقایسه با ترکیبات تک عاملی نقطه جوش بالاتری دارند. بر این اساس مثلاً می توان الکل های منوهیدروکسی را از دی هیدروکسی و یا پلی هیدروکسی الکل ها جدا کرد. از طرفی ضرورتی ندارد که گروه عاملی اضافی با گروه عاملی اولیه یکسان باشد. این یک قاعده کلی است که حضور دو یا چند گروه عاملی در یک مولکول، ترکیب را غیر فرار می کند.

برخی از ترکیب‌های آروماتیک دو عاملی که گروه‌های عاملی آنها در حالت اورتو نسبت به هم قرار دارند، حالت استثنای ترکیبات چند عاملی هستند. یعنی با وجود اینکه دو گروه عاملی دارند قطبیت کمتری دارند. این حالت زمانی صادق است که این دو گروه با هم پیوند هیدروژنی درون مولکولی بدهند و به همین دلیل برهمکنش این ترکیبات با مولکول کناری کم می‌شود. در این صورت قطبیت کمتر و فراریت بیشتری نسبت به ایزومرهای پارا و متای خود دارند و بنابراین به راحتی به توسط تقطیر با بخار آب تقطیر می‌شوند و چنانچه با ایزومرهای خود مخلوط باشند با تقطیر با بخار آب خالص می‌شوند. دو ترکیب که چنین خاصیتی دارند در شکل آمده است.



از طرفی، به کمک تقطیر با بخار آب می‌توان محصول‌های واکنش‌هایی را که در حلال‌های دی‌متیل فرم‌امید (DMF) و دی‌متیل سولفوکسید (DMSO) انجام می‌شوند جدا کرد. این حلال‌ها اگرچه برای بسیاری از واکنش‌ها مناسب هستند اما به دلیل نقطه جوش بالایی که دارند جداکردنشان از محیط واکنش دشوار است. بنابراین در این موارد کافی است واکنش را با آب رقیق کرده و محصولات و مواد اولیه واکنش نداده را با تقطیر با بخار آب جدا کرد.

دو روش کلی برای تقطیر با بخار آب در آزمایشگاه‌ها به کار گرفته می‌شود. در روش غیر مستقیم ابتدا بخارهای آب در یک بالن دیگر تهیه می‌شود و سپس بخارهای تازه تهیه شده توسط یک رابط یا شیلنگ به بالن محتوی نمونه وارد می‌شود. این روش برای ترکیباتی با جرم مولکولی بالا (فشار بخار کم) مثل برموبنزن، یدوبنزن، الکل‌های سنگین، آنیلین و... و همچنین ترکیبات جامد فرار کاربرد دارد. در روش مستقیم، بخار آب مورد نیاز در خود بالن و در حین حرارت دادن نمونه با مقدار اضافی آب تولید می‌شود. از این روش بیشتر برای اسانس‌گیری استفاده می‌شود. انتخاب روش در نهایت در هر آزمایشگاه به مواد و وسایل مورد نیاز و در دسترس بستگی دارد.

بعد از تمام شدن تقطیر، جسم آلی را که همراه با آب به صورت دوفازی است به قیف جداکننده منتقل می‌کنند و آنرا جدا می‌کنند. سپس با اتر استخراج و پس از خشک کردن، حلال را با تقطیر جدا می‌کنند.

### ۶-۲- روش کار تقطیر با بخار آب به روش غیر مستقیم

در یک بالن دودهانه ماده مورد نظر برای تقطیر با بخار آب را بریزید (فقط نیمی از بالن پر شود) و سیستمی مانند شکل ۶-۱ سوار کنید. در سوار کردن سیستم به نکات زیر توجه کنید:

۱- پس از گریس زدن محل اتصالات آنها را با دقت متصل کنید تا هنگام تقطیر فشار بخار آب و لرزش‌های ناشی از جوشیدن، باز نشوند در غیر این صورت بخارات از دست می‌روند.

۲- در یک ارلن آب بریزید و خروجی آن را به یک شیلنگ وصل کنید. شیلنگ را به لوله شیشه‌ای متصل کنید و لوله شیشه‌ای را داخل نمونه قرار دهید.

۳- یک لوله شیشه‌ای را که دو سر آن باز است، داخل آب درون ارلن قرار دهید (چرا؟)

۴- در این روش نیازی نیست که بالن محتوی نمونه حرارت داده شود چون نمونه با بخار آب ورودی به نقطه جوش خود می‌رسد. این سیستم مانع از جوشیدن بیش از حد نمونه و انتقال ماده به ظرف گیرنده می‌شود. چنانچه بالن تقطیر با آب پر شد، یک منبع حرارتی زیر بالن بگذارید.

۵- سرعت جریان آب در مبرد باید بیشتر از سایر روش‌های تقطیر باشد تا بخارات به سرعت سرد شوند.

۶- گاهی لازم است یک حمام آب و یخ را در زیر ظرف گیرنده قرار دهید تا سرد شدن و تغلیظ مقطره سریعتر صورت گیرد.

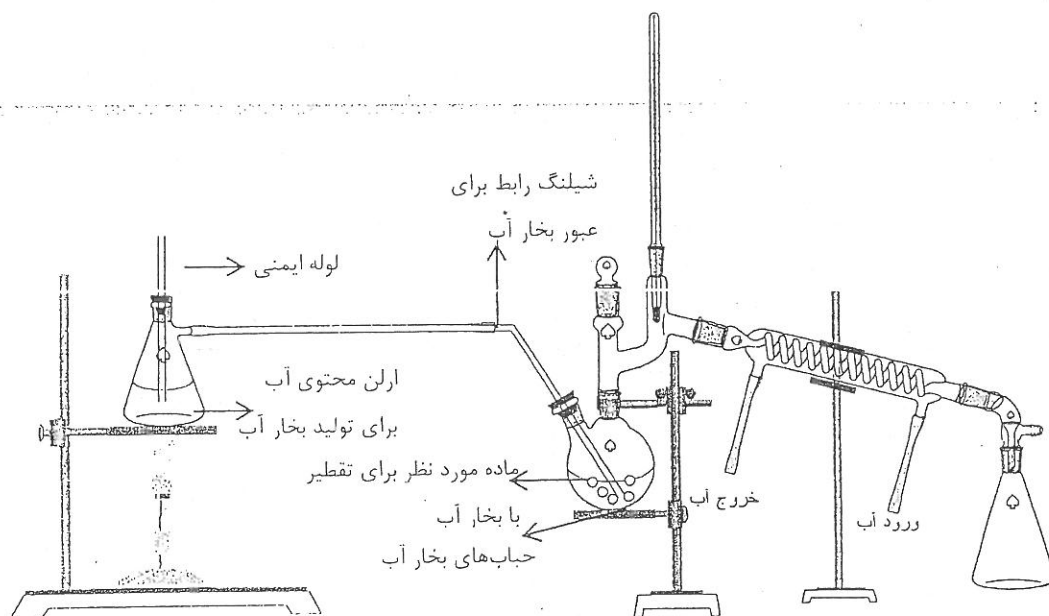
۷- تقطیر را تا جایی ادامه دهید که قطرات شفاف آب وارد ظرف گیرنده شوند (چنانچه کدر باشد به این معنی است که هنوز ماده آلی همراه با آب تقطیر می‌شود).

۸- پس از خاتمه، ماده آلی را از آب جدا کنید و حجم آن را گزارش دهید.

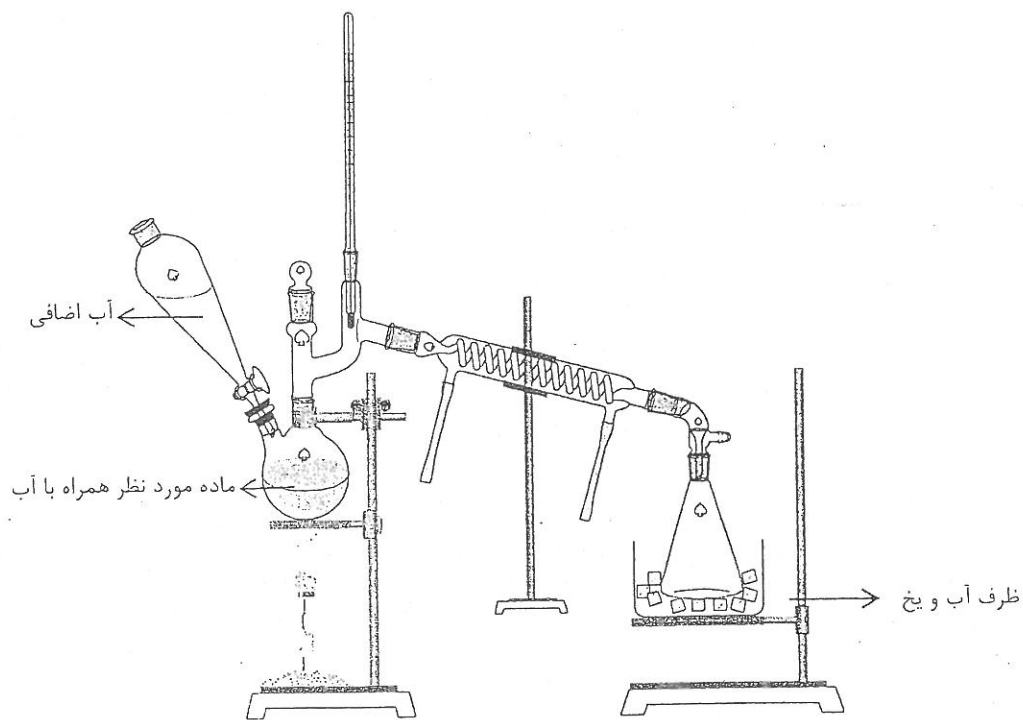
### ۶-۳- روش کار تقطیر با بخار آب به روش مستقیم

در یک بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری دو دهانه، ماده مورد نظر برای تقطیر با بخار آب (به عنوان مثال ۱۰-۵ گرم گلبرگ گل محمدی برای تهیه اسانس گل محمدی، پونه برای تهیه اسانس پونه، چای خشک برای تهیه کافئین و...) به همراه ۱۵۰ سی سی آب بریزید و سیستمی را مطابق شکل ۶-۲ سوار کنید. به یکی از دهانه‌های بالن، یک قیف جداکننده حاوی آب داغ متصل کنید. موارد ۱ و ۷-۵ مربوط به روش غیر مستقیم را در این روش نیز رعایت کنید. از شعله ملایم و یکنواخت برای حرارت بالن محتوی نمونه استفاده کنید. چنانچه در حین تقطیر، آب نمونه در اثر تبخیر کم شد، پیچ قیف جداکننده را باز کنید و مقداری آب به داخل بالن هدایت کنید. چنانچه از گلبرگ گل محمدی، پونه و

یا چای استفاده کردید پس از خاتمه، قطره های روغنی غیر قابل امتزاج با آب همان اسانس های مورد نظر می باشد. آن را با اتر استخراج کنید و تحویل دهید.



شکل ۶-۱: سیستم تقطیر با بخار آب به روش غیر مستقیم



شکل ۶-۲: سیستم تقطیر با بخار آب به روش مستقیم

۶-۴- سوالاتی که در گزارش کار باید به آنها پاسخ دهید.

۱- ساختار شیمیایی و نقطه جوش هر یک از حلال‌های DMF و DMSO را گزارش کنید و بگویید چرا نقاط جوش بالایی دارند.

۲- چرا در روش تقطیر با بخار آب به روش غیر مستقیم، یک لوله شیشه‌ای را که دو سر آن باز است، داخل آب درون ارلن قرار می‌دهیم؟

۳- برای هر یک از روش‌های مستقیم و غیر مستقیم ۲ مثال دیگر ذکر کنید.

۴- اشکال مربوط به هر دو روش را در گزارش کار خود بکشید و همه قسمت‌های مربوطه را با فلش نامگذاری کنید.

## آزمایش شماره ۷: تصعید

### ۱-۷- تئوری

فشار بخار مایع با بالا رفتن دما افزایش می‌یابد. در فشار اتمسفری، فشار بخار یک مایع در نقطه جوش برابر  $760 \text{ mmHg}$  می‌شود. فشار بخار یک نمونه جامد نیز با تغییر دما تغییر می‌کند و به همین دلیل برخی نمونه‌های جامد بدون عبور از فاز مایع به بخار تبدیل می‌شوند. این پدیده تصعید نام دارد. به علت گردش پدیده بخار شدن و جامد شدن از این روش می‌توان برای خالص‌سازی جامدات استفاده کرد. برای خالص‌سازی به روش تصعید به دو نکته مهم باید توجه کنیم:

۱- نمونه‌ای تصعید می‌شود که فشار بخار بالایی داشته باشد.

۲- ناخالصی نمونه باید فشار بخار متفاوت و پایینی داشته باشد تا به همراه نمونه تصعید نشود.

علاوه بر خالص‌سازی، تصعید گاهی برای جداسازی یک ترکیب فرار از مواد غیر فرار بکار می‌رود مانند جداسازی ترکیبات آلی از نمک‌های معدنی. این روش همچنین برای حذف ترکیبات بی‌سیکلی (دو حلقه‌ای) از ترکیبات کمی فرار، بسیار کاربرد دارد.

رفتار تصعید در فشار اتمسفری به ندرت اتفاق می‌افتد. چند ترکیب مثل دی‌اکسید کربن، پرفلورو سیکلوهگزان و هگزاکلرواتان این رفتار را نشان می‌دهند. این ترکیبات در نقطه ذوب خود فشار بخار بالاتری از  $760 \text{ mmHg}$  دارند یعنی فشار بخار این ترکیبات قبل از نقطه ذوبشان به  $760 \text{ mmHg}$  می‌رسد و به همین دلیل این ترکیبات قبل از ذوب شدن ترجیحاً تصعید می‌شوند (جدول ۱-۷).

جدول ۱-۷: فشار بخار جامدات مختلف در نقطه ذوبشان

ترکیب	فشار بخار در نقطه ذوب	نقطه ذوب ( $^{\circ}\text{C}$ )
دی‌اکسید کربن	۳۸۷۶	-۵۷
پرفلورو سیکلوهگزان	۹۵۰	۵۹
هگزاکلرواتان	۷۸۰	۱۸۶
کامفور	۳۷۰	۱۷۹
ید	۹۰	۱۱۴
نفتالن	۷	۸۰
بنزونییک اسید	۶	۱۲۲
پارانیتر و بنزآلدئید	۰/۱۰۰۹	۱۰۶