

۱. تقطیر ساده

نقطیر: تبخیر + میعان "نقطیر برای خالص سازی یک ماده به کار می رود."

«نقطیر ساده از دو جزء حلال و حل شونده تشکیل شده است.»

حل شونده: یک جسم غیر فرار (نمک، شکر، سولفات مس و...) سولفات مس همراه آب در بالن ریخته می شود.

در تقطیر ساده برای ۲ ماده، ۲ جزء که اختلاف نقطه ای جوش کمی دارند استفاده می شود.

آزمایش ۱

وسایل لازم: (۱) پایه ۲ عدد (۲) سه پایه ۳ توری (۴) بالن تقطیر (۵) گیره بالن ۲ عدد

(۶) بالن (۷) گیره دویل ۲ عدد (۸) مبرد (اتصال به ارلن) (۹) ارلن

(۱۰) شیلنگ (۲ عدد) (۱۱) چوب پنبه تا بر روی بالن تقطیر قرار گیرد.

(۱۲) شعله آبی رنگ

میعان تبدیل بخار به مایع: بخار در داخل حباب های مبرد قرار دارد.

دو عد پایه را به موازات هم قرار می دهیم.

مقداری سولفات مس محلول در آب را داخل بالن تقطیر می ریزیم.
بالن تقطیر به مبرد وصل می باشد.

یک شیلنگ (لوله پائینی) به شیرآب وصل می شود.

لوله بالایی به داخل سینک (تخلیه) ریخته می شود.

در تقطیر ساده اختلاف جوش حلال و حل شونده کم می باشد.

در این روش (موادی که در تقطیر ساده بکار می روند دارای اختلاف جوش کم هستند)

محلول را حرارت می دهیم در نتیجه حلال که دمای جوشش از جسم حل شونده کمتر است

زودتر بخار می شود. این بخارات پس از سرد شدن و عمل میعان بدست می آید.

و آنچه در ظرف باقی می ماند حلال (موجود در داخل ارلن) (در داخل ارلن حلال آب

قرار دارد.) و در داخل بالن تقطیر حل شونده قرار دارد.

۲. تبلور

روشی است برای خالص سازی مواد جامدی که در خود ناخالصی جامد دارند.

اسیدبنزوئیک را با ماسه مخلوط می کنیم.

تبلور ۵ مرحله دارد:

(۱) حرارت دادن ماده مورد نظر در حداقل حلال تبلور مناسب به کمک حرارت

حلال مناسب حلالی است که در دمای معمولی نه ماده مورد نظر و نه ناخالصی هیچ کدام حل نشود ولی در نقطه جوش یا نزدیکی نقطه جوش ماده مورد نظر حل شود ولی ناخالصی نامحلول باقی بماند.

حداقل حلال: زیرا اگر حلال بیش از اندازه باشد در مرحله سوم تبلور رسوب گیری دچار مشکل می شود.

یک ارلن ۵۰۰ برداشته ، بستری اسیدبنزوئیک ریک نمک را در داخل ارلن ریخته و ۱۵۰CC آب توسط استوانه مدرج در داخل ارلن ریخته ارلن را تکان می دهیم تا آب با اسید بنزوئیک و نمک مخلوط شود، حرارت داده تا ماده مورد نظر حل شود.

(۲) مرحله دوم

صاف کردن محلول جوشانده شده به کمک صافی معمولی

(۳) مرحله سوم

سرد کردن محلول زیر صافی تا ایجاد بلور کند

(۴) مرحله چهارم

صاف کردن بلورها بوسیله قیف بوفنر (بوشنر)

(۵) مرحله پنجم

خشک کردن ماده مورد نظر و تعیین نقطه ذوب (نی کاتور) یا فور برای فهمیدن اینکه خالص است یا ناخالص.

وسایل لازم:

- (۱) قیف معمولی (۲) بوفنر (قیف چینی) (۳) ارلن تخلیه (۴) پایه (۵) شعله
(۶) صافی (۷) کاغذ صافی برش دار (گرد) (۸) کاغذ صافی (۹) ارلن ۲۵۰
(۱۰) گیره برای گرفتن ارلن ۵۰۰ (۱۱) استوانه مدرج

۵۰۰Cc آب توسط فرور (استوانه مدرج) در داخل ارلن ۵۰۰ می ریزیم،

اسید بنزوئیک را نیز در داخل ارلن ۵۰۰ ریخته و آب را حواری می دهیم تا جوش بیاید،
ماده به جوش آمده را در داخل ارلن ۲۵۰ که قیف ساده و کاغذ صافی دارد می ریزیم، آهسته
آهسته و کم کم می ریزیم.

و دوباره روی شعله قرار داده تا ماده مورد نظر بجوشد و دوباره صاف میکنیم.

محلول صاف شده را داخل آن سرد که در داخل کاسه قرار دارد می گذاریم.

در این مرحله ماده در حال بلور شدن است.

ناخالصی ماسه در حین حرارت دادن در ارلن ۵۰۰ باقی می ماند.

در هنگام صاف کردن ارلن ۲۵۰ و قیف معمولی و کاغذ صافی نیاز داریم و محلول به جوش

آمده را کم کم در داخل ارلن ریخته .

این قسمت را به خرطوم آبی وصل می کنیم

و محلول بلور شده را کم کم از بوفنر و صافی

عبور می دهیم و آب داخل ارلن را تخلیه همراه

با صافی می ریزیم.

توسط اسپاتول مواد جامد روی بوفنر را برداشته و در داخل کاغذ بسته ای قرار می دهیم.

۳. محلول سازی

غلظت گرم در لیتر: تعداد گرم جسم حل شده در یک لیتر.

غلظت مولی یا مولاریته: تعداد مول جسم حل شده در یک لیتر محلول

$$C_M = \frac{C}{M}$$

یک مول عبارت است از وزن فرمولی ماده بر حسب گرم - نرمالیه یا اکی والان گرم در

لیتر، مقدار اکی والان گرم لیتر محلول

اسیدها (مقدار H اسیدی)

جرم
← ۱۰۰۰

بازها (مقدار OH بازی)

ظرفیت
←

$$E = \frac{M}{n}$$

نمک ها (مجموع ظرفیتهای فلزی)

ظرفیت فلز * تعداد فلز

$$M_1 V_1 = M_2 V_2 \text{ = مولار}$$

$$N_1 V_1 = N_2 V_2 \text{ = نرمالیه}$$

$$N = \alpha M \text{ = رابطه ی مولاریته با نرمالیه}$$

(۱) 50cc 5HCl. نرمال از محلول غلیظ آن تهیه کنید:

Hcl

$$C_M = \frac{10 \times 37 \times 1019}{36/5} = 12$$

$$V_1 = V_2$$

$$50 \times 0/5 = x \times 12 \Rightarrow x = 2/08$$

۲) 50cc اسید سولفوریک ۲ نرمال از اسید سولفوریک غلیظ، درصد خلوص (d) 98%

1/8 تهیه کنید و حساب کنید.

مولار / gr ۱۰۰۰*۱ ۴۰ Gr

۱۰۰۰*۱ M_w ۰/۵*۱۰۰ x=gr

$C_M \times V$ X=?

نرمال / محلول نرمال Gr

۱۰۰۰*۱ E

$N \times V$ x=?

سود نیم نرمال

۲ گرم سود توسط دستگاه دیجیتال وزن کرده و در داخل بشر و در داخل بشر که کمی آب

مقطر داشته می ریزیم و بعد مقداری آب مقطر داخل آن ریخته و مخلوط می کنیم.

در داخل بالن ژوژه مخلوط مورد نظر را ریخته و تا خط نشانه آب مقطر می ریزیم و درب

بالن ژوژه را می بندیم و بعد تکان می دهیم.

مولار

$$1000 \times 1 \text{ } 40gr \text{ } NaOH$$

$$0/5 \times 100 \text{ } x = ? \text{ } (23 + 16 + 1) = 40gr$$

$$x = 2$$

HCl غلیظ

مقداری آب ژاول در واین ۵۰ می ریزیم و با پیپت ۵ بادقت ۰/۱ یوار استفاده کرده و در داخل

آن ۲/۸ HCl غلیظ ریخته و در داخل بالن ژوژه ریخته و تکان می دهیم.

$$\text{مولار} = C_M = \frac{10 \times ad}{M\omega} = \frac{10 \times 98 \times 1/8}{98} = 18$$

۴. کشش با بخار آب

تقطیر = تبخیر + میعان

کشش با بخار آب: برای مواد آلی غیر فراری است که در آب نامحلول باشند و اختلاف نقطه

جوش حلال و حل شونده بالا می باشد.

کلاً اساس کار کارخانه های روغن کشی بر این اساس می باشد.

به طور کلی ماده ای قابل کشش با بخار آب می باشد که اولاً در آب نامحلول باشد.

ثانیاً: فشار بخار به میزان خوبی داشته باشد.

ثالثاً: نقطه جوش و جرم مولکولی آن از آب بیشتر باشد مثلاً برموبنزن در ۱۵۵ درجه می

جوشد و آب در ۱۰۰ درجه می جوشد (اما مخلوط آنها در ۹۵ درجه می جوشد)

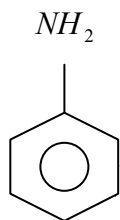
یا مثلاً آنیلین در ۱۸۴ درجه و آب در ۱۰۰ درجه می جوشد اما مخلوط بین دو در ۹۸ درجه می جوشد.

«فشار بخار محلول از فشار بخار تک تک آنها بیشتر است»

این روش چون بسیاری از مواد آلی قبل از رسیدن به نقطه جوششان تجزیه می شوند و می سوزند سپس با تقطیر ساده نمی توانیم آنها را جدا کنیم بنابراین باید از تقطیر با فشار کم یا تقطیر با بخار آب استفاده کنیم.

وسایل مورد نیاز:

- | | | |
|----------------|---------------------|--------------------------------|
| ۲(۱) عدد ارلن | ۵(لوله اطمینان | ۸(گیره |
| ۲(مبرد | ۶(لوله رابط (شیلنگ) | ۹(پایه - توری - شعله - سه پایه |
| ۳(بالن تقطیر | ۷(قیف شیشه ای | |
| ۴(قیف (کانتور) | | |



روش کار: ارلن را تا نیمه پراز آب کرده، داخل بالن تقطیر ۱۰CC می ریزیم (رنگ قهوه ای تیره دارد)

پس از انجام عمل تقطیر در داخل ارلن مخلوط آب و روغن باشد.

سپس به آن یک قاشق نمک اضافه می کنیم.

مخلوط را هم زده و محتویات آن را به قیف دکانتور منتقل کرده و صبر می کنیم تا دوفاز تشکیل گردد فاز بالایی فاز آلی است که همان آنیلین می باشد (چون سبکتر از آب است در بالا قرار گرفته است)، فاز پائینی آب و نمک می باشد.

فاز پایین را جدا می کنیم و دور می ریزیم و فاز بالایی را داخل یک ارلن ۵۰ ریخته و سپس به آن مقداری جاذبه الرطوبه (سولفات سدیم) اضافه می کنیم و سپس حجم آن را گزارش می دهیم:

۴- تیتراسیون

عبارت است از تعیین غلظت تک اسید قوی به وسیله باز قوی و بالعکس.

عبارت است از اضافه کردن تیتران (ماده ای داخل بورت) به آنالیت (ماده ای داخل ارلن) تا رسیدن به نقطه اکی والان.

نقطه اکی والان نقطه ای است که در آن تعداد مولها (باتعداد اکی والان) آنالیت و تیتران با هم برابر باشد.

وسایل لازم:

(۱) بورت : بورت را آب مقطر کاملاً شسته ولی ابتدا با آب می شوم و بورت را از ماده ای

که می خواهیم تیتراژ می ریزیم تا درجه صفر (ماده ی تیتراژ = سود)

(۲) گیره بورت

(۳) ارلن (به عنوان گیرنده)

۴) صرف (شناساگر, ترکیب آلی)

۱) در داخل بورت تیترا (سود) ۱ تا درجه ی صفر می ریزیم, HCl , $5cc$ فیکس (۰/۵ نرمال) با

وسیله ی فرور داخل ارلن می ریزیم, ۳ قطره معرف شناساگر (فنل فتالین) می ریزیم شیربورت

را کم کم باز کرده و همزمان ارلن حاوی اسیدفیکس ۰/۵ نرمال و مصرف (را تکان می

دهیم تا لحظه ای که به نقطه اکی والان برسد و تغییر رنگ بدهد. غلظت سود ۹/۶

(تا زمانی که رنگ پایدار شود = نقطه ای اکی والان)

۲) دوباره بورت را صفر درجه سود می ریزیم و ارلن HCl , $5cc$ که خودمان در جلسه ی

محلول سازی درست کردیم ریخته و ۲ قطره شناساگر فنل فنالین ریخته و همزمان با تکان دادن

ارلن, شیربورت را باز می کنیم و تا زمانی که به نقطه اکی والان برسد ادامه می دهیم

غلظت HCl ۶/۴

۳) بورت را تا صفر درجه سود ریخته و H_2SO_4 , $5cc$ که در محلول سازی درست کردیم در

داخل ارلن ریخته و ۳ قطره فنیل فنالین می ریزیم.

و دوباره با سود تیترا می کنیم.

تا به مرحله اکی والان برسد (در مرحله آخر باید قطره قطره سود را ریخته تا به نقطه پایدار

برسد.)

غلظت H_2SO_4 ۲۰/۵

نرمالیه اسید سولفوریک

منحنی بالا رونده

H^+ کم

OH زیاد

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

N نرمالیتتہ اسیدفیکس مقدار اسیدفیکس

$$N_{NaOH} = \frac{V_{HCl} \cdot N_{HCl}}{V_{NaOH}}$$

تیتراسیون (نقطه اکی والان)

$$N_{NaOH} = \frac{5 \times .5}{9/6} = .26N$$

نرمالیتتہ اسیدفیکس

$$N_1V_1 = N_2V_2 \rightarrow 0.26 \times 9/6 = N_2 \times 5cc \quad N = .49$$

$$N_{NaOH} = \frac{5 \times .5}{9/6} = .26$$

$$N_1V_1 = N_2V_2 \rightarrow .26 \times 6/4 = N_2 \times 5cc \quad N_{HCl} = .33$$

$$N_{NaOH} = \frac{5 \times .5}{9/6} = .26$$

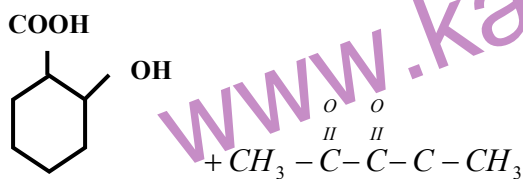
$$N_1V_1 = N_2V_2 \rightarrow .26 \times 20/5 = N_2 \times 5cc \quad N_{H_2SO_4} = 1/06$$

۵) اتیلاسیون

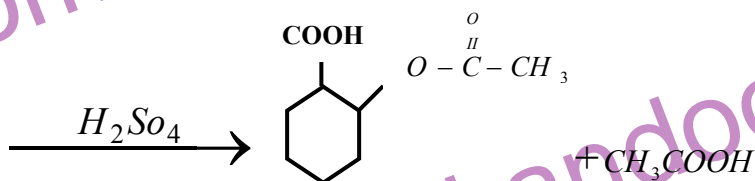
(تهیه ی آسیدین)

از روی فرمول واکنش نسبت مولی را تشخیص می دهیم

استفاده بیش از حد از یک ماده گاهی خوب و گاهی مضر است.



استیک ایندرید



- استیل
- سالیسیک
- اسید
- اسیدین
- زاه جالما

هر واکنش زمان اپتی ارم خود را دارد تا بهره ی کامل از واکنش را ببرد.

هر واکنش دمای اپتیوم دارد بالاتر از آن دما و یا پایین تر ممکن است مضر یا مفید باشد.

هیچ واکنشی صد درصد انجام نمی شود.

روشهایی برای جداسازی

(۱) استخراج

(۲) تبلور

وسایل لازم:

مواد لازم:
5gr سالیسیلیک اسید
7cc استیک ایندرید
۵قطره سولفوریک
اسید (کاتالیزور)
15cc حلال آسیدین
150cc آب معمولی

۱- بالن
۲- استوانه مدرج
۳- کاسه ی مسی
۴- شعله - سه پایه - گیره - توری - پایه

۵- دماسنج

۶- همزن شیشه ای

۷- کاغذ صافی

۸- قیف معمولی

۹- ارلن معمولی

۱) درون یک بالن کاملاً خشک (زیرا استیک اندریت مقداری کم آب به آن برسد به اسیداستیک

تبدیل می شود) 5gr اسید سالیسیلیک و 7cc استیک ایندرید و فقط ۵ قطره سولفوریک اسید

غلیظ می ریزیم. کاسه مسی را آب می کنیم و بر روی شعله قرار می دهیم تا دمای آن به

۷۰ درجه برسد و بالن حاوی محتویات استیک اندرید و سالیسیلیک اسید و کاتالیزور

اسیدسولفوریک را به همراه دماسنج در داخل آب قرار داده + (دما باید بین ۶۰ تا ۷۰ درجه باشد

در زمان ۱۵ دقیقه) (محلول حاوی محتویات را باید در زمان ۱۵ دقیقه همزمان با حرارت دادن

بهم بزنیم.) +

۲) در پایان ۱۵ دقیقه واکنش تمام شده و 150cc آب معمولی درون بالن می ریزیم تا استیک ایندرید، اسید سولفوریک و اسید وارد واکنش شده رسوب نماید.

پس از هم زدن رسوب اجازه می دهیم رسوب ته نشین شود و سپس آب روی آن را حتی الامکان می کنیم (سرریز خارج نمودن)

حال رسوب مخلوط آسیدین اسید است که به روش تبلور از هم جدا می کنیم.

15cc حلال تبلور آسیدین درون بالن می ریزیم و روی شعله مستقیم قرار می دهیم تا حل شود و بصورت داغ داغ و جوشان به وسیله قیف معمولی و کاغذ صافی درون ارلن معمولی صاف می کنیم.

محلول زیر صافی را سرد می کنیم تا بلور آسیدین تشکیل گردد. بعد از صاف کردن ارلن تخلیه را توسط شلنگ به خرطوم آبی وصل می کنیم و قیف را همراه با کاغذ صافی گرد روی آن قرارداده و محلول را میریزیم و رسوب را همراه با کاغذ صافی بسته بندی کرده و تحویل می دهیم. (رسوب حاصل آسیدین است).

۶) استریفیکاسیون

آب + استر ⇌ الکل + اسید

واکنش تعادلی

واکنش تعادلی هیچ وقت ۱۰۰٪ انجام نمی شود.

- بدون وجود کاتالیزور ۲۴ ساعت طول می کشد تا واکنش انجام شود اما در حضور ۵ قطره

کاتالیزور H_2SO_4 این واکنش در ۶۰ دقیقه انجام می شود.

- کاتالیزور واکنش را تسریع می کند و ۱۰۱ موقیعت تعادل را تغییر نمی دهد

- کاتالیزور مورد استفاده در واکنش مصرف نمی شود و اگر هم مصرف شود

دوباره بازیابی می شود.

- در این واکنش OH اسید با الکل به H_2O تبدیل می شود.

طبق اصل لوشاتلر: یکی از مواد اولیه که ارزانتر است را بیشتر بر می داریم و یا یکی از

محصولات را همزمان مثلاً آب را به بخار تبدیل می کنیم و یا خارج می کنیم و راه سوم علت

تقلبی را از بین می بریم و یک مشتق فعال را قرار می دهیم.

وسایل مورد نیاز

موارد مورد نیاز:

- | | | |
|---|---------------------------------|------------------------------|
| n | (۱) 15CC | (۱) مبرد |
| | بوتانول | (۲) بالن |
| | (۲) اسید استیک 18CC | (۳) توری - پایه - گیره ۲ عدد |
| | (۳) ۵ قطره اسید سولفوریک | (۴) بشر |
| | (۴) آب معمولی 100cc | (۵) ستوان مدرج |
| | (۵) بی کربنات سدیم 20cc | |
| | (۶) آب مقطر 100cc | |
| | (۷) جاذبه الرطوبه (سدیم سولفات) | |

طرز کار:

۱) از بالای مبرد به همراه بشر مخلوط 15cc n بوتانول, 18cc اسید استیک, ۵ قطره اسید

سولفوریک غلیظ, را می ریزیم

۲) حدود ۶۰ دقیقه بالن را به همراه محتویات روی شعله مستقیم می جوشانیم.

در پایان ۶۰ دقیقه هم واکنش دهنده ها - محصولات و کاتالیزور را داریم.

۳) از بالای مبرد 100cc آب معمولی داخل آن می ریزیم. اسید استیک را بوتیل الکل و فرم

آب در آب حل شده و اما n بوتیل استات حل نمی شود جعبه این محلولها را در داخل قیف

و کاتو ریخته و سر قیف و کانتور را بعد از هم زدن بر می داریم تا دو فاز از هم جدا شوند,

فاز زیری که آب است خارج می کنیم و فاز رویی که مقدار کمی ذرات اسید استیک دارد را

20cc بی کربنات سدیم (جوش شیرین) می ریزیم و هم می زنیم و اسپلاتیک در آب

حل شده و فاز رویی n بوتیل استات خالص است و فاز زیری را دور ریخته, فاز رویی را

100cc آب مقطر به آن اضافه می کنیم و دوباره فاز زیری را دور می ریزیم, فاز رویی را در

بشر کوچک می ریزیم و مقدار کمی جاذبه الرطوبه (سدیم سولفات) خشک در داخل آن می

ریزیم و تحویل می دهیم.