مقدمه

این کتاب برای تدارک و پایه‌گذاری دوره‌ی آزمایشگاهی شیمی آلی تدوین شده است و نیز مختصری از جنبه‌های نظری و عملی برخی از فرآیندهای فیزیکی و شیمیایی با توجه به سن هنرجویان، فراهم آمده است.

در ضمن سعی برآن شده شیوه‌ی کارهای متداول و سنتزهای آزمایشگاهی که ارزش آن‌ها به اثبات رسیده است، آورده شود تا راهی برای تحقیق درآینده در ذهن هنرجو ایجاد شود.

عملیات آزمایشگاهی مورد بحث تقریباً جواب‌گوی مسائلی است که هنرجو ضمن عمل، به اصول ایمنی، کاربرد صحیح وسایل آزمایشگاهی و کار در آزمایشگاه واقف می‌شود تا در آینده در فرآیندهای سنتزی شیمی آلی بتواند از آن‌ها استفاده کند ؛ هم‌چنین با رتبه‌ی تکنیسین درجه‌ی ۲ در آزمایشگاه‌های شیمی آلی مشغول به‌کار شود.

مؤلفان

هدف کلّی

توانایی انجام کارهای ساده‌ی آزمایشگاهی شیمی آلی

فصل اوّل

ایمنی در آزمایشگاه

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
ــ نکات ایمنی را هنگام آزمایش رعایت کند.

۱ــ۱ــ ایمنی در آزمایشگاه

آزمایشگاه شیمی، محلی است که احتمال خطر در آن بسیار است. در این محل ظروف محتوی مایعات اشتعال‌پذیر، اشیای شیشه‌ای شکننده و مواد شیمیایی خورنده و سمی موجود است. با این حال، اگر پیش‌گیری‌های لازم به عمل آید و از دستور کارهای مطمئن پیروی شود، از آشپزخانه خطرناک‌تر نیست. نسبت حادثه در صنایع شیمیایی عملاً از بسیاری صنایع دیگر کم‌تر است، اما متأسفانه در آزمایشگاه‌های آموزشی کم‌تر از آزمایشگاه‌های صنعتی به اصول ایمنی توجّه می‌شود.

ایمنی بیش‌تر، به آگاهی از خطرها و روش‌های پیش‌گیری از آن‌ها بستگی دارد. پیش‌گیری‌های ویژه در محل‌های مناسبی از دستور کارهای تجربی ذکر خواهد شد. متداول‌ترین منابع خطر در آزمایشگاه شیمی آلی را می‌توان به سه دسته تقسیم کرد :
۱ــ آتش‌سوزی و انفجار، ۲ــ مواد شیمیایی، ۳ــ ظروف شیشه‌ای.

چشمان شما نسبت به اعضای دیگر آسیب‌پذیری بیش‌تری دارند ؛ بنابراین، باید همیشه در آزمایشگاه عینک ایمنی به چشم بزنید.

۲ــ۱ــ پیش‌گیری از آتش‌سوزی و انفجار

در صورت امکان از به‌کار بردن شعله در آزمایشگاه اجتناب کنید.

چنان‌چه از شعله استفاده می‌کنید، به کار بستن این پیش‌گیری‌ها ضروری است.

الف) هرگز مایع اشتعال‌پذیر را در ظرف باز گرم نکنید. حلال‌های اشتعال‌پذیر که معمولاً در آزمایشگاه به کار می‌روند، عبارت‌اند از : دی‌اتیل‌اتر، کربن‌دی‌سولفید، هیدروکربن‌ها (پنتان، هگزان، بنزن، تولوئن و ...) الکل‌ها (متانول، اتانول)، (۲ــ پروپانول)، کتون‌ها (استون، بوتانون) و استرها (استات اتیل). درصورت امکان حمام بخار یا گرم‌کن الکتریکی به کار برید.

ب) هنگامی که مایع اشتعال‌پذیری را در حالت تقطیر یا رفلاکس گرم می‌کنید، اطمینان حاصل کنید که تمام رابط‌ها محکم و بدون فشار در جای خود استوار شده باشند. هنگامی که مایع بسیار فرّاری را گرم می‌کنید، بهتر است یک لوله‌ی لاستیکی را به دهانه‌ی باز دستگاه متّصل کنید و لوله را از لبه‌ی بالای میز کار بگذرانید و سرانجام آن را به نقطه‌ی امن و دورتری برسانید تا از چراغ گاز دور باشد.

پ) هرگز مایعات اشتعال‌پذیر را در کم‌تر از فاصله‌ی نیم‌متری شعله از ظرفی به ظرف دیگر منتقل نکنید.

ت) هیچ‌گاه نگذارید که محصول تقطیر اشتعال‌پذیر، آزادانه از خنک‌کننده به ظرف گیرنده‌ای بچکد که چند سانتی‌متر پایین‌تر از آن است، به خصوص اگر نزدیک به شعله نفر پهلویی شما باشد. برای هدایت محصول تقطیر به ظرف گیرنده، از رابط استفاده کنید.

ث) هرگز دستگاه بسته‌ای را، حتی اگر خنک‌کننده هم داشته باشد، گرم نکنید. افزایش فشاری که در اثر گرما به‌وجود

می‌آید، باعث ترکیدن یا انفجار دستگاه می‌شود و در صورت به‌کار بردن شعله، ممکن است مایع اشتعال‌پذیری که در دستگاه موجود است، مشتعل شود.

ج) هنگامی که واکنش گرمازایی را پدید می‌آورید حمام آب سرد یا آب یخ تهیه کنید و ظرف واکنش را به‌گونه‌ای قرار دهید که اگر واکنش از کنترل خارج شد، حمام را در اطراف آن بگذارید.

چ) محل نزدیک‌ترین کپسول آتش‌نشانی را به‌خاطر بسپارید و طرز استفاده از آن را بیاموزید. مربی آزمایشگاه طرز کار آن را برای شما توضیح خواهد داد.

۳ــ۱ــ پیش‌گیری از خطر مواد شیمیایی

۱ــ از تماس مواد شیمیایی با پوست خودداری کنید. مواد جامد را به کمک کاردک‌های مخصوص یا وسایل مناسب دیگر جابه‌جا کنید. در صورتی که ماده‌ی شیمیایی بر روی پوست بریزد، فوراً آن ناحیه را با آب و صابون فراوان بشویید. اگر احتمال می‌دهید که ماده‌ی شیمیایی سمّی است، موضوع را با مربی خود در میان بگذارید. بسیار مواظب باشید که خراش یا بریدگیهای باز با مواد سمی تماس پیدا نکنند. هیچ‌گاه برای شست‌وشوی مواد شیمیایی آلی از روی پوست، از حلّال‌های آلی مانند استون یا الکل استفاده نکنید. این حلّال‌ها ممکن است سرعت جذب ماده‌ی شیمیایی را در پوست افزایش دهند. همیشه بعد از انجام کار آزمایشگاهی دست‌هایتان را بشویید.

۲ــ هرگز ماده‌ی شیمیایی را نچشید؛ مگر این که این کار از شما خواسته شده باشد.

۳ــ تا آن‌جا که ممکن است از استنشاق دود و بخارهای مواد شیمیایی و حلّال‌ها اجتناب کنید. هوای آزمایشگاه باید خوب تهویه شود. هنگامی که با اجسام فرّار کار می‌کنید، از هود استفاده کنید. چنان‌چه در واکنش، گاز یا بخار زیان‌آوری (مثلاً گاز کربن تتراکلرید) تولید می‌شود، تله گاز مؤثری را به دستگاه متصل کنید. بوی ترکیب‌های آلی اغلب از نظر تشخیص نوع یا حتّی هویت جسم سودمند است، اما در استشمام آن‌ها نهایت احتیاط را به‌کار ببندید. بعضی از این ترکیب‌ها بسیار محرّکند و ممکن است سمّی هم باشند. اجسام مجهول را در حدود ۲۰ سانتی‌متری بینی نگه‌دارید و با دست بخار آن‌ها را به آرامی به طرف خود برانید.

۴ــ اگر ماده‌ی شیمیایی روی میز بریزد فوراً میز را تمیز کنید. ممکن است زدودن این مواد و پاک کردن میز بر اثر ماندن مشکل‌تر شود.

۴ــ۱ــ کار با ظروف شیشه‌ای و مراقبت‌های لازم

اصل کلی در به کار بردن ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی آن است که هرگز نباید بر هیچ بخشی از ظروف شیشه‌ای فشار زیادی وارد کرد.

این اصل شامل وارد کردن دماسنج یا لوله‌ی شیشه‌ای در سوراخ درب لاستیکی، لوله‌ی لاستیکی یا چوب پنبه‌ی معمولی نیز می‌شود. چنان‌چه شیشه باید با فشار وارد چوب پنبه شود، لاستیک یا چوب‌پنبه را با کمی آب یا گلیسرین لغزنده کنید. هرگاه می‌خواهید شیشه‌ای را در داخل سوراخ یک لاستیک یا چوب‌پنبه وارد کنید، همیشه آن را با دستمال از ناحیه‌ای بگیرید که به‌لاستیک یا چوب‌پنبه نزدیک باشد.

با سرمایه‌گذاری بیش‌تر و استفاده از ظروف شیشه‌ای سمباده‌ای نیاز به رعایت این دستورها کم‌تر می‌شود. مواظب باشید که بر اثر بی‌توجهی در نصب اجزای دستگاه، فشاری ایجاد نشود. ظروف شیشه‌ای تحت فشار به هنگام گرم شدن می‌شکنند. چنان‌چه ظروف شیشه‌ای سمباده‌ای در دسترس باشد، باید رابط‌ها را خوب چرب کنید تا به یک‌دیگر «جوش» نخورند و جدا کردن آن‌ها مشکل یا غیرممکن نشود. برای این که رابط‌ها خوب چرب شوند، لایه‌ی نازکی از چرب‌کننده‌ی مخصوص (روغن سیلیکون) را بر روی جدار خارجی رابط نر بگذارید و دو قسمت مربوط را به هم جفت کنید و بعد آن‌ها را با هم بچرخانید تا سطح رابط‌ها با روکش نازکی از چرب‌کننده پوشیده شود. مقدار ماده‌ی چرب‌کننده‌ای که به‌کار می‌برید حائز اهمیت است، زیرا مقدار زیاد آن ممکن است در خاتمه‌ی عمل موجب آلودگی محصول‌های واکنش شود.

تمیز کردن ظروف شیشه‌ای بلافاصله پس از پایان کار آسان‌تر است. قسمت بیش‌تر مواد شیمیایی را که باقی می‌مانند، می‌توان به کمک شست‌وشوی ظرف با پاک‌کننده و آب یا حلال‌های آلی معمولی مانند تولوئن یا استون برطرف کرد.

برای موادی که سخت‌تر جدا می‌شوند، ممکن است لازم

باشد از محلول‌های تمیزکننده‌ی قوی‌تر مانند سولفوکرومیک، سولفوریک‌اسید ، اسید غلیظ یا پتاسیم هیدروکسید در اتانول استفاده شود. معمولاً با گرم کردن ملایم حلّال‌های آلی یا محلول تمیزکننده در حمام بخار عمل شست وشو سریع می‌شود. قبل از آن‌که جسم تمیزکننده‌ای غیر از پاک‌کننده و آب مصرف کنید، برای راهنمایی لازم درباره‌ی استفاده‌ی صحیح از آن‌ها با مربّی خود، مشورت کنید.

گاهی ممکن است در ظروف شیشه‌ای با لکه‌های قهوه‌ای‌رنگ منگنز دیوکسید برخورد کنید. معمولاً می‌توان این لکه‌ها را به کمک شست‌وشوی ظرف با محلول آبی سدیم بی‌سولفیت ۳۰٪ برطرف کرد.

قبل از آن که ظروف سمبادده‌ای را با پاک‌کننده و آب بشویید، بهتراست ماده‌ی چرب‌کننده‌ی آن را با حوله یا دستمالی پاک کنید که به حلالی مانند استون یا هگزان آغشته شده باشد. درغیر این صورت، ماده‌ی چرب‌کننده به قسمت‌های دیگر ظرف منتقل می‌شود.

۵ــ۱ــ آمادگی در برابر حوادث

آتش ــ اولین نکته‌ای که باید توجّه کرد آن است که خود را از خطر برهانید ؛ نه این‌که آتش را خاموش کنید. برای این کار ابتدا مربی خود را آگاه سازید و به‌منظور جلوگیری از گسترش آتش، ظروف محتوی حلّال‌های اشتعال‌پذیر را از محوطه‌ی نزدیک آتش دور کنید و در صورت امکان چراغ‌های گاز را خاموش کنید. برای آن که اثر کپسول آتش نشانی بیش‌تر شود، سر لوله‌ی آن را به طرف پایه‌ی شعله بگیرید.

چنان‌چه لباس شما آتش گرفته باشد، ندوید. حرکت سریع شعله‌ی آتش را زیاد می‌کند. برای فرو نشاندن آتش و دور کردن شعله از سر خود در کف زمین بغلتید. افراد نزدیک شما می‌توانند برای خاموش کردن آتش از روکش‌های آتش‌نشانی، روپوش‌های آزمایشگاهی یا اشیای دیگری که در دسترس باشند، استفاده کنند. چنان‌چه نفر پهلویی شما در چنین حالت غیرمنتظره‌ای گرفتار شود، در کمک به او تردید نکنید، زیرا چند ثانیه تأخیر ممکن است به صدمه‌ی شدید منجر شود. چنان‌چه دوش ایمنی آزمایشگاه نزدیک باشد، می‌توانید از آن برای خاموش کردن لباس مشتعل استفاده کنید. هم‌چنین اگر شعله در نزدیکی سر نباشد، می‌توانید کپسول کربن دیوکسید به کار برید، اما نباید از کپسول کربن تتراکلرید استفاده کنید. چنان‌چه سوختگی سطحی و اندک باشد، پماد سوختگی به کار برید. در حالت سوختگی‌های شدید پماد سوختگی مصرف نکنید، بلکه بلافاصله برای معالجه به پزشک متخصص مراجعه نمایید.

سوختگی‌های شیمیایی ــ قسمت‌هایی از پوست را که مواد شیمیایی خورنده با آن تماس پیدا کرده‌اند، بلافاصله با آب و صابون به خوبی بشویید. چنان‌چه سوختگی سطحی و اندک باشد، پماد سوختگی به کار ببرید. برای معالجه‌ی سوختگی‌های شدید به پزشک مراجعه کنید. سوختگی ناشی از «برم» می‌تواند بسیار شدید باشد. این نوع سوختگی را باید ابتدا با آب و صابون شست‌وشو داد و بعد مدت سه ساعت با محلول ۱۰٪ سدیم تیوسولفات کاملاً خیس کرد. سپس پماد روغن ماهی به‌کار ببرید، پانسمان کنید و به پزشک مراجعه نمایید.

چنان‌چه مواد شیمیایی، بخصوص مواد خورنده یا گرم، با چشم تماس پیدا کنند، فوراً چشم را با آب نزدیک‌ترین شیر کاملاً شست‌وشو دهید. اگر در آزمایشگاه فواره‌ی شست‌وشوی چشم در دست‌رس باشد، از آن استفاده کنید. به چشم دست نزنید. پلک و کره‌ی چشم را باید برای چند دقیقه با آب شست‌وشو دهید. در صورت آسیب‌دیدگی شدید، هر چه زودتر به پزشک مراجعه کنید.

بریدگی‌ها ــ بریدگی‌های سطحی و اندک را می‌توان با روش‌هایی که در کمک‌های اولیه معمول است، معالجه کرد. در بریدگی‌های شدید به پزشک متخصص مراجعه کنید. چنان‌چه خونریزی شدید باشد، شریان‌بندی را درست در بالای محل آسیب‌دیده ببندید.

اگر آسیب‌دیدگی به حدی است که احتیاج به معالجه‌ی پزشک دارد، حتّی اگر شخص آسیب‌دیده اظهار کند که سالم است، باید او را تا مطب پزشک یا درمانگاه همراهی کنید. اشخاص وحشت‌زده، بخصوص پس از سوختگی، اغلب بیش‌تر از آن‌چه به‌نظر می‌آید، آسیب دیده‌اند.

۶ــ۱ــ خشک کردن وسایل شیشه‌ای و مواد آلی

خشک کردن وسایل شیشه‌ای ــ پس از تمیز کردن وسایل شیشه‌ای، می‌توانید از «آون» استفاده کنید و برای خشک کردن سریع می‌توان هوای گرم را به وسیله‌ی یک سشوار به داخل ظرف موردنظر دمید. قبل از دمیدن هوای گرم ظرف را با کمی الکل یا استون «کُر» دهید.

خشک کردن جامدها ــ مواد جامد را به‌وسیله‌ی صاف‌کردن از محلول جدا کرده روی شیشه‌ی ساعت یا کاغذ صافی خشک می‌کنند. بهترین روش این است که جسم را در دسیکاتور (خشک‌کن) قرار دهید. دسیکاتور دارای ماده‌ای است که حلّال را جذب می‌کند. برای آب بهترین جاذب $CaCl_2$ و برای حلّال‌های آلی نظیر بنزن و کربن تتراکلراید یا هگزان، می‌توان از ایجاد خلأ استفاده کرد.

خشک کردن مایعات ــ یک راه برای گرفتن آب از مایعات، استفاده از مواد جاذب آب است. قدرت خشک‌کنندگی مواد جاذب آب، متفاوت است. هر چه یک ماده‌ی خشک‌کننده مقدار آب بیش‌تری را به خود جذب کند، توان و گنجایش خشک‌کنندگی آن بیش‌تر است. مواد خشک‌کننده را باید قبل از عمل تقطیر از ماده‌ی مورد نظر جدا کرد. چون خشک‌کننده‌ای که آب جذب کرده است، آب خود را در اثر گرما دوباره از دست می‌دهد.

خشک کردن گازها ــ برای خشک کردن گازها، آن‌ها را از ستون‌های پر شده از مواد جاذب آب عبور می‌دهند. برای جلوگیری از به هم چسبیدن ذرات خشک‌کننده و سفت شدن آن در موقعی که آب به خود جذب می‌کند، می‌توان آن را با پنبه‌ی نسوز یا پنبه‌ی شیشه‌ای مخلوط کرد و در داخل ستون قرار داد. گازهای بی‌اثر را می‌توان از سولفوریک اسید غلیظ عبور داد.

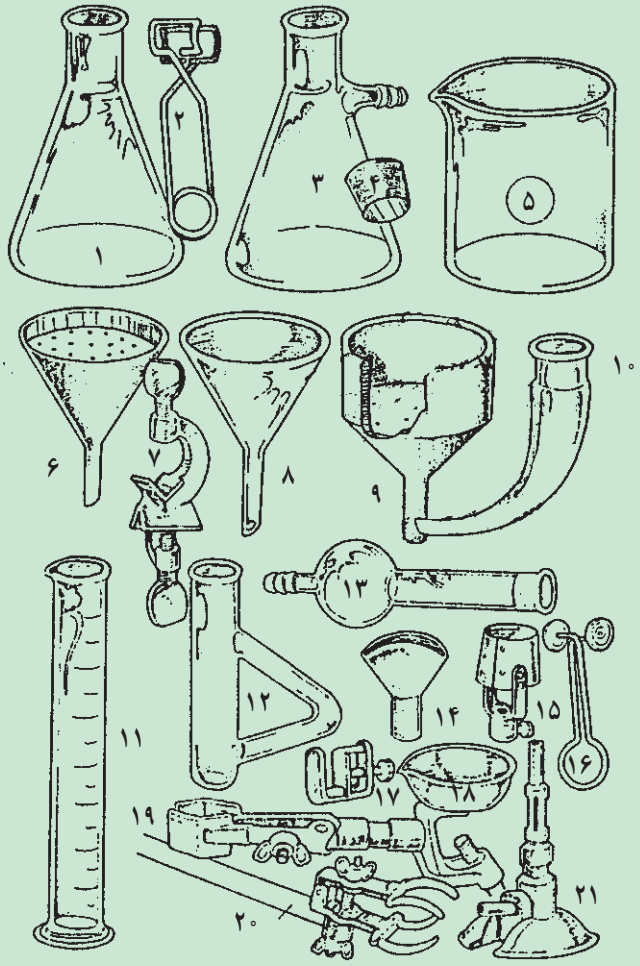
گازهایی را که دمای جوش آن‌ها پایین باشد، می‌توان با سرد کردن، خشک کرد. این عمل را می‌توان به کمک سردکننده انجام داد. می‌توان مخلوطی از یخ خشک و متانول و یا هوای مایع را به‌عنوان سردکننده به کار برد. بدین طریق بخار آب ابتدا، مایع می‌شود، سپس یخ می‌زند و گاز موردنظر خارج می‌گردد.

جدول ۱ــ۱ــ بعضی از مواد خشک‌کننده و موارد مصرف آن‌ها

ماده‌ی خشک‌کننده	فشار بخار در ۲۰ C mmHg	کارآیی	سرعت	ملاحظات
$CaCl_2$	۰/۳	بالا	زیاد	استفاده در هیدروکربن‌ها، الکیل‌آرن‌ها، استن، اتر و گازهای خنثی.
$CaSO_4$	۰/۰۰۵	پایین	زیاد	غالباً مفید است، اما بهتر است اوّل جسم را با خشک‌کننده با کارآیی بالا خشک کرد.
$MgSO_4$	۱	پایین	زیاد	در اغلب موارد مفید است.
Na_2SO_4	۲۲	بالا	کم	شدت کم اما کارآیی زیاد دارد. بهتر است به‌صورت گرد (پودر) مصرف شود.
K_2CO_3	۱/۱	متوسط	کم	اسیدها
KOH NaOH	۰/۱ ۱/۵	پایین	زیاد	در مورد آمونیاک، آمین‌ها هیدرازین‌ها و اتر در دسیکاتور
Na				مورد استفاده در اتر، در مورد الکل‌ها و ترکیب‌هایی که با سدیم واکنش می‌دهند، نمی‌توان از آن استفاده کرد.
CaO	۰/۲			در مورد گازهای خنثی و بازی و آمین‌ها، الکل و اتر مصرف می‌شود، غیر قابل استفاده در آلدئیدها، کتون‌ها و ترکیب‌های اسیدی

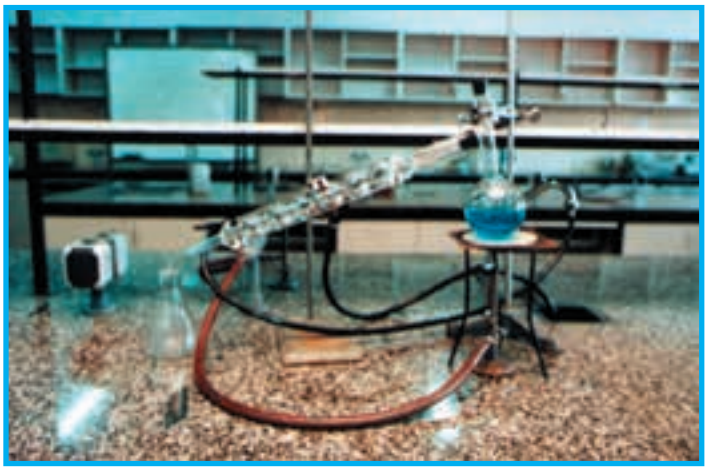
وسایل متداول آزمایشگاهی

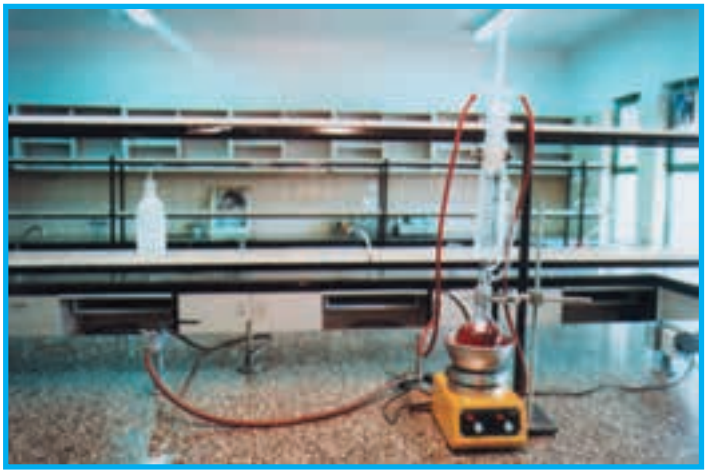
در سایر آزمایشگاه‌های شیمی با برخی از وسایل آزمایشگاهی و کاربرد آن‌ها آشنا شده‌اید. در این تصاویر و تصاویر صفحات بعد تعدادی از رایج‌ترین وسایلی را که در آزمایشگاه شیمی آلی استفاده می‌شوند مشاهده می‌کنید.



شکل ۱ــ۱

۱ــ ارلن مایر، ۲ــ گیره لوله آزمایش، ۳ــ ارلن خرطومی، ۴ــ رابط از جنس لاستیک، ۵ــ بشر، ۶ــ قیف هیرش، ۷ــ گیره، ۸ــ قیف، ۹ــ قیف بوخنر، ۱۰ــ رابط خمیده، ۱۱ــ استوانه‌ی مدرّج، ۱۲ــ لوله‌ی اندازه‌گیری دمای ذوب (تیله)، ۱۳ــ لوله‌ی خشک کردن، ۱۴ــ شعله پخش کن، ۱۵ــ هواکش شعله، ۱۶ــ گیره، ۱۷ــ گیره پیچی، ۱۸ــ کپسول (ظرف تبخیر)، ۱۹ــ گیره با سرانبری، ۲۰ــ گیره‌ی خنک‌کننده، ۲۱ــ چراغ کوچک.





شکل ۲ــ۱ــ دستگاه‌هایی که با استفاده از چند وسیله آماده شده‌اند.

تشخیص ترکیبات آلی از معدنی

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
ـ ترکیب آلی را از سایر ترکیبات معدنی شناسایی کند و تشخیص دهد.

هر ترکیب آلی معمولاً از کربن و هیدروژن و احتمالاً چند عنصر دیگر تشکیل شده است. این ترکیبات در اثر شعله می‌سوزند. محصول این عمل کربن دیوکسید (CO_2) و آب (H_2O) است ؛ برای مثال، معادله‌ی شیمیایی سوختن کامل گاز متان به این صورت است :

$$CH_{4(g)} + 2O_{2(g)} \rightarrow CO_{2(g)} + 2H_2O$$

اگر نشاسته $(C_6H_{10}O_5)_n$ یا قند معمولی $C_{12}H_{22}O_{11}$ را گرم کنیم ابتدا جسم به‌صورت زغالی شکل درمی‌آید و بخار آب از دست می‌دهد و بعد می‌سوزد.

چنان‌چه عمل سوختن به‌صورت کامل انجام شود می‌توان محصولات سوختن را به یک ظرف حاوی آب آهک هدایت کرد، کدر شدن آب آهک طبق واکنش زیر وجود کربن را در ساختار جسم آلی نشان می‌دهد.

$$CO_2 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$

اجسام معدنی دارای پیوندهای محکمی هستند ؛ بنابراین به‌راحتی ذوب نمی‌شوند و اگر آن‌ها را گرم کنیم در دماهای پایین تغییری در آن‌ها مشاهده نمی‌شود ؛ در حالی که اغلب اجسام آلی به سهولت ذوب می‌شوند. برای مقایسه‌ی ترکیبات آلی و معدنی این آزمایش را انجام دهید.

آزمایش اوّل

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش ؛ گیره‌ی لوله‌ی آزمایش.

مواد لازم

سدیم کلرید ؛ نشاسته ؛ سدیم استات ؛ شناساگر فنل فتالئین

الف) آزمایش سدیم کلرید یا نمک طعام (نوعی مادّه‌ی معدنی) : در این آزمایش مقدار کمی از نمک را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و به کمک گیره‌ی لوله‌ی آزمایش، آن را کم‌کم گرم کنید. چه اتفاقی روی می‌دهد؟ نتیجه‌ی آزمایش را پس از چند دقیقه یادداشت کنید.

ب) از نشاسته به‌صورت یک ماده‌ی آلی می‌توان در این قسمت استفاده کرد. مقدار اندکی از نشاسته را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و همانند قبل آن را گرم کنید. مشاهده خواهید کرد که ابتدا لوله‌ی آزمایش سیاه می‌شود. دلیل این سیاهی را توضیح دهید.

عمل حرارت دادن را ادامه دهید تا سوختن کامل صورت بگیرد و هیچ اثری از سیاهی در لوله‌ی آزمایش باقی نماند. مشاهدات خود را یادداشت کنید و دلیل اتفاقات را توضیح دهید.

ج) برخی از ترکیبات مانند سدیم‌استات با فرمول CH_3COONa از دو قسمت آلی و معدنی تشکیل شده است. مقدار کمی از این ترکیب را در لوله‌ی آزمایش بریزید و آن‌را کم‌کم گرم کنید. مشاهده خواهید کرد که مقداری سیاهی ایجاد می‌شود. این سیاهی به‌دلیل وجود کربن است، اما چون مقدار کربن کم است اگر عمل حرارت دادن ادامه یابد سیاهی از بین می‌رود، در حالی که همه‌ی جسم از بین نمی‌رود. چرا؟

برای شناسایی، باقی‌مانده‌ی جسم لوله‌ی آزمایش را خنک‌کنید و چند قطره آب به آن بیفزایید تا زمانی که جسم باقی مانده در آب حل شود. با این عمل اکسیدفلز را به هیدروکسید آن فلز تبدیل نموده‌اید. برای شناسایی سدیم هیدروکسید کافی است چند قطره فنل فتالئین به آن اضافه کنید. آیا تغییر رنگی مشاهده می‌کنید؟ رنگ مشاهده شده نشانه‌ی چیست؟

فرمول‌های واکنش‌ها را بنویسید.

دراین آزمایش ممکن است به‌جای تشکیل اکسیدفلزسدیم (Na_2O)، سدیم کربنات نیز تولید شود.

این آزمایش را می‌توانید با مواد مشابه تکرار کنید.

فصل سوم

تجزیه‌ی کیفی ترکیبات آلی

هدف‌های رفتاری : پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که :

۱ــ یک ترکیب آلی را تجزیه کند.

۲ــ عناصر گوگرد، نیتروژن و هالوژن موجود در ترکیب آلی را شناسایی نماید.

برخی ترکیبات آلی علاوه بر کربن و هیدروژن دارای عناصری مانند S، N، O و L یا سایر هالوژن‌ها هستند.

چنان‌چه یک ترکیب آلی ناشناخته را در اختیار داشته باشید آگاهی از وجود این عناصر برای شناسایی ماده بسیار مفید است. برای شناسایی اکسیژن روش ساده‌ی آزمایشگاهی وجود ندارد، اما برای عناصر دیگر در اثر ذوب ترکیب آلی با فلز سدیم می‌توان عناصر را به «یون» تبدیل کرد ؛ سپس با آزمایش‌های ساده آن‌ها را شناسایی کرد.

مربی آزمایشگاه در آزمایش‌های بعدی نمونه‌ای از ماده‌ی آلی ناشناخته را در اختیار شما قرار می‌دهد. با این آزمایش‌ها عناصر موجود در ترکیب آلی را شناسایی کنید.

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش پیرکس کوچک ؛ کاغذ تورنسل ؛ بشر ؛ گیره ؛ پایه.

مواد لازم

ترکیب آلی ناشناخته ؛ سدیم ؛ اتانول ؛ آهن (III) کلرید ؛ سولفوریک اسید ؛ سرب استات ؛ استیک اسید ؛ آهن (II) سولفات ؛ نیتریک اسید ؛ نقره نیترات ؛ کربن تتراکلرید ؛ سدیم هیدروکسید.

روش کار

ذوب با سدیم: یک لوله‌ی آزمایش پیرکس را به‌صورت عمودی به گیره و پایه وصل کنید ؛ به گونه‌ای که با فاصله‌ی مناسب از چراغ گاز بونزن قرار گیرد. قبل از روشن کردن چراغ گاز ابتدا تکه‌ای فلز سدیم تمیز، به ابعاد تقریبی ۳ تا ۴ میلی‌متر، در لوله‌ی آزمایش قرار دهید ؛ سپس به آرامی آن را گرم کنید تا سدیم ذوب شود و گاز آن تا ارتفاع یک سانتی‌متر متصاعد شود ؛ آن‌گاه شعله را از آن دور کنید و با احتیاط کامل و رعایت اصول ایمنی حدود ۵ میلی‌گرم از ترکیب آلی ناشناخته را مستقیماً روی سدیم مذاب بریزید.

دوباره انتهای لوله را گرم کنید. پس از اندکی گرم کردن دوباره شعله را دور کنید و حدود ۵ میلی‌گرم دیگر از ترکیب آلی ناشناخته را به آن بیفزایید ؛ سپس دوباره انتهای لوله را گرم کنید تا زمانی که به رنگ قرمز تیره درآید ؛ آن‌گاه شعله را خاموش کنید و بگذارید تا لوله سرد شود. حدود دو میلی لیتر اتانول به لوله‌ی آزمایش اضافه کنید تا سدیم باقی‌مانده را کاملاً حل کند و سپس محتویات لوله را در یک بشر کوچک بریزید و ۲۰cc آب مقطر به‌آن بیفزایید و آن را گرما دهید تا ذرات نامحلول حل شوند ؛ آن‌گاه محلول را گرما گرم صاف کنید و محلول زیر صافی را برای آزمایش‌های زیر مورد استفاده قرار دهید. اکنون در اثر ذوب قلیایی با سدیم عناصر موجود در ماده‌ی آلی به صورت CN^- و S^{2-} و یا CNS^- و X^- درآمده است.

تشخیص گوگرد

یک میلی‌لیتر از محلول صاف شده را با چند قطره استیک

اسید، اسیدی کنید و بعد چند قطره سرب استات به آن اضافه نمایید. اگر رسوب قهوه‌ای مایل به سیاه تشکیل شود نشانه‌ی آن است که در ترکیب آلی گوگرد وجود دارد.

$$Na_2S + (CH_3COO)_2Pb \rightarrow PbS + . \ 2CH_3COONa$$

رسوب قهوه‌ای مایل به سیاه

تشخیص نیتروژن

یک میلی‌لیتر از محلول صاف شده‌ی ذوب قلیایی را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. حدود ۰/۵ میلی‌لیتر محلول آهن (II) سولفات به آن اضافه کنید و حدود یک تا دو دقیقه آن را گرما دهید ؛ سپس حدود دو الی سه قطره محلول آهن (III) کلرید به‌محتویات لوله‌ی آزمایش بیفزایید و دوباره آن را گرم کنید. پس از اندکی گرم کردن آن را سرد نموده و قطره‌قطره سولفوریک اسید رقیق به آن بیفزایید تا محلول اسیدی شود. اگر در ترکیب آلی ناشناخته نیتروژن وجود داشته باشد رنگ آبی مشاهده می‌شود که به «آبی پروس» مشهور است. نتیجه‌ی مشاهدات خود را یادداشت و گزارش کنید.

در صورت رعایت نکات فوق اگر تشکیل آبی‌پروس با مشکل روبه‌رو شد، ۱میلی‌لیتر محلول پتاسیم فلوئورید ۵٪ به‌آن بیافزاید.

تشخیص هالوژن‌ها

حدود ۲ میلی‌لیتر از محلول صاف شده‌ی ذوب قلیایی با سدیم را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و به تدریج با نیتریک اسید، اسیدی کنید. برای مشاهده‌ی حالت اسیدی از کاغذ تورنسل استفاده کنید ؛ سپس محلول را به آرامی چند دقیقه بجوشانید تا در صورت وجود هیدروژن سولفید به‌صورت گاز خارج شود ؛ آن‌گاه محلول را سرد کنید و به آن حدود ۶ قطره نقره نیترات ۵٪ اضافه کنید. رسوب سنگین نقره هالید دلالت بر وجود کلر، برم و یُد در ترکیب آلی دارد. با توجه به رنگ این رسوب می‌توان نوع هالوژن را تشخیص داد.

رنگ سفید رسوب نشان‌دهنده‌ی عنصر کلر (Cl) است و رنگ زرد روشن بیانگر یون برم (Br) است و زرد پر رنگ نشان از وجود عنصر ید (I) دارد. رنگ رسوب را یادداشت کنید و گزارش دهید. کدام‌یک از هالوژن‌ها در ترکیب آلی ناشناخته وجود داشته است؟

مطالعه‌ی آزاد

$$2NaCN + FeSO_4 \rightarrow Fe(CN)_2 + Na_2SO_4$$

$$4NaCN + Fe(CN)_2 \rightarrow Na_4Fe(CN)_6$$

$$3Na_4Fe(CN)_6 + 4FeCl_3 \rightarrow Fe_4(Fe(CN)_6)_3 + 12NaCl$$

فصل چهارم

اندازه‌گیری دمای ذوب

هدف رفتاری : پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :
ــ دمای ذوب مواد مختلف را تعیین کند.

۱ــ ۴ــ آزمایش اندازه‌گیری دمای ذوب

یکی از راه‌های شناسایی ترکیبات آلی اندازه‌گیری دمای ذوب آن‌هاست. هر جسم خالص همیشه دارای دمای ذوب مشخّصی است ؛ یعنی در محدوده‌ی بسیار کوچکی از دما به‌طور کامل ذوب می‌شود.

تعیین دقیق دمای ذوب فقط از طریق رسم منحنی ذوب ممکن است. وجود مقداری ــ هر چند اندک ــ از ناخالصیِ حل شده در ترکیب، تغییر محسوسی در دمای ذوب شدن جسم ایجاد می‌کند.

در این دما جسم جامد با مذاب آن در حال تعادل است. از روی دمای ذوب هر جسم می‌توان به درجه‌ی خلوص آن پی برد.

وسایل لازم

لوله‌ی مویین با قطر ۲mm ؛ بشر ۱۰۰ml ؛ دماسنج با دقت ۰/۱ C ؛ لوله‌ی تِیله ؛ همزن شیشه‌ای یا مغناطیسی ؛ چوب پنبه‌ی سوراخ‌دار مناسب یا درپوش لاستیکی ؛ چراغ بونزن.

مواد لازم

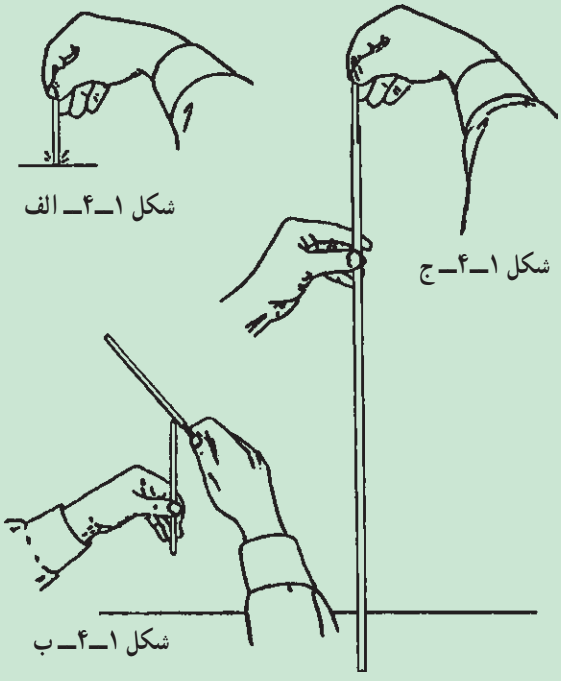
اوره، بنزوییک اسید ؛ سالیسیلیک اسید ؛ استانیلید ؛ گلیسرین ؛ پارافین ؛ وازلین ؛ پتاسیم نیترات ؛ یخ.

روش کار

۱ ــ برای تعیین دمای ذوب به روش لوله‌ی مویین لازم است که قطر لوله‌ی مویین حدود ۲mm ــ ۱ و طول آن ۱۰cm ــ ۵ باشد. برای تهیه‌ی این لوله از یک قطعه لوله‌ی شیشه‌ای استفاده کنید که قطر آن حدود ۰/۵cm باشد. وسط لوله را روی شعله چراغ بونزن نرم کنید و از دو طرف بکشید. لوله‌ی مویین به دست آمده را به اندازه‌های ۶cm قطع کرده و سپس انتهای هریک را از یک سر روی شعله چراغ تا حد سرخ شدن گرم کنید تا مسدود شود.

۲ ــ حدود ۰/۱ گرم از نمونه‌ی جامد و خشک را در یک ظرف شیشه‌ای یا چینی بریزید و آن را با دسته‌ی هاون کاملاً بسایید تا به صورت گرد نرم درآید ؛ سپس گرد به دست آمده را روی هم انباشته کنید.

۳ــ لوله‌ی مویین را به طور قائم در پودر انباشته شده فروببرید (شکل ۱ ــ۴ــ الف). با زدن ضربه یا خراش دادن سطح خارجی لوله به وسیله یک سوهان (شکل ۱ــ۴ــ ب) جسم را به‌انتهای بسته شده لوله انتقال دهید. برای افزایش تراکم گرد درون لوله‌ی مویین، آن را از سربسته در یک لوله شیشه‌ای یک متری رها کنید که انتهای آن روی میز آزمایشگاه قرار دارد (شکل ۱ ــ۴ــ ج). با تکرار این مراحل ارتفاع گرد درون لوله‌ی مویین را به ۲mm برسانید.



شکل ۱ــ۴ــ (الف، ب و ج) ــ پر کردن و متراکم کردن گرد در لوله‌ی مویین.

۴ــ لوله‌ی مویین را به وسیله یک نخ یا نوار لاستیکی باریک طوری به دماسنج متصل کنید که گرد موجود در لوله‌ی مویین در مجاورت حباب دماسنج قرار گیرد (شکل ۲ ــ۴). (نخ یا نوار لاستیکی باید از جنسی باشد که بتواند دمای ۲۰۰ C را تحمل کند.)

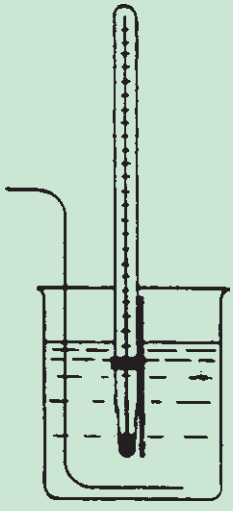
پس از این مراحل، دماسنج را به کمک چوب پنبه‌ی سوراخ‌داری که یک طرف آن برای دیدن درجه‌های دماسنج و خروج هوا برش باریکی داده شده است، در داخل حمام یا دستگاه ذوب تیله، مطابق شکل ۳ــ۴ــ الف و ب قرار دهید. به کمک شعله‌ی کم یک چراغ بونزن و هم‌زدن متوالی مایع، به‌وسیله‌ی همزن، به آرامی دمای مایع حمام را بالا ببرید.

برای پیدا کردن دمای ذوب تقریبی ابتدا نمونه را با گرم کردن سریع ذوب کنید و دمای تقریبی ذوب را یادداشت کنید؛ سپس حمام را تا ۱۵ــ ۱۰ C پایین‌تر از دمای ذوب تقریبی جسم سرد کنید و پس از سرد شدن حمام نمونه‌ی جسم جامد را همانند قبل آماده کنید و این بار دمای حمام را به آرامی بالا ببرید. دمایی را که ابتدای عمل ذوب مشاهده می‌کنید یادداشت کنید.

برای تمرین بیش‌تر، دمای ذوب و تغییرات آن را برای اوره، بنزوئیک اسید و استانیلید و دو یا چند ماده‌ی معدنی اندازه بگیرید. از مقایسه‌ی دمای ذوب ماده‌ی آلی و معدنی چه نتیجه‌ای می‌گیرید؟

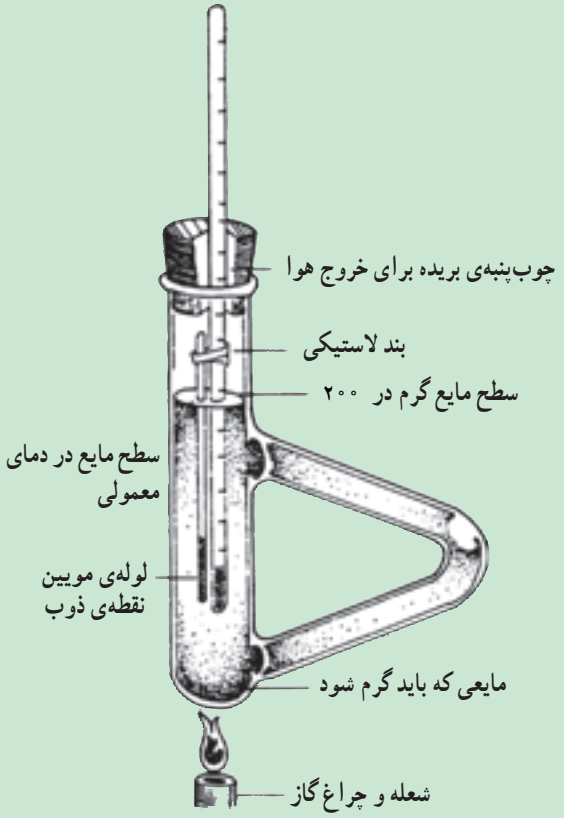
۲ــ۴ــ معرفی حمام مایع

برای گرم کردن یک‌نواخت لوله‌ی مویین، می‌توان از مایعاتی مانند گلیسرین، پارافین، اتیلن گلیکول و سولفوریک‌اسید غلیظ استفاده کرد. چنان‌چه مایعی که برای حمام به کار می‌برید، سولفوریک اسید باشد، باید در کار کردن با آن فوق‌العاده احتیاط کنید.



شکل ۳ــ۴ــ الف ــ دستگاه ساده‌ی تعیین دمای ذوب

شکل ۲ــ۴ــ بستن لوله‌ی مویین به دماسنج



شکل ۳ــ۴ــ ب ــ دستگاه تعیین دمای ذوب تیله

۳ــ۴ــ منحنی تصحیح دماسنج

برای کنترل دماسنج و تعیین دقت اندازه‌گیری آن به‌این‌صورت عمل کنید :

۱ ــ چند ماده‌ی جامد خالص که دمای ذوب آن‌ها با دقت معلوم است انتخاب کنید. با دماسنج موردنظر و به روش لوله‌ی مویین دمای ذوب هر کدام را به دست آورید و داده‌های حاصل را در جدول ۱ــ۴ ثبت کنید.

جدول ۱ــ۴ــ دمای ذوب چند ماده

ماده‌ی مورد آزمایش	دمای ذوب واقعی	دمای ذوب خوانده شده
یخ	۰	
استانیلید	۱۱۴	
اوره	۱۳۲	
بنزوییک اسید	۱۲۱	
سالیسیلیک اسید	۱۵۷	
استئاریک اسید	۷۰	

۲ــ با کشیدن دو خط عمود برهم، دمای ذوب واقعی هرکدام را روی محور افقی و دمای ذوب مشاهده شده به وسیله دماسنج را روی محور عمودی انتقال دهید. ازاین نقاط (دمای واقعی و دمای خوانده شده) نمودار OA را مطابق شکل ۴ــ۴ به دست آورید.

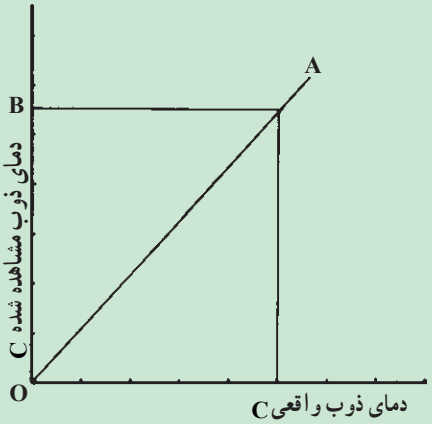
دمای ذوب واقعی ترکیب مورد نظر را که با این دماسنج اندازه‌گیری شده باشد، می‌توانید با استفاده از این نمودار محاسبه کنید.

برای این کار دمای ذوب جسم را روی محور عمودی تعیین کنید و از آن خطی به موازات محور افقی رسم کنید تا نمودار OA را قطع کند. از نقطه‌ی تقاطع خطی به موازات محور عمودی رسم کنید تا محور افقی را قطع کند. عدد مشاهده شده، دمای ذوب واقعی جامد مورد نظر است.

۴ــ۴ــ تعیین دمای ذوب به‌وسیله‌ی دستگاه‌های الکتریکی

اخیراً در آزمایشگاه‌ها برای اندازه‌گیری دمای ذوب از دستگاه‌های سنجش دمای ذوب استفاده می‌شود. معمولاً این دستگاه‌ها شامل یک گرم‌کننده‌ی الکتریکی که مجهز به همزن است تشکیل می‌شود و جسم به آرامی گرما داده می‌شود ؛ هم‌چنین به کمک وسایل نوری و با بزرگ‌نمایی امکان مشاهده‌ی نمونه به‌راحتی فراهم می‌آید و دستگاه‌های پیش‌رفته‌تر نیز می‌توانند نمودار منحنی ذوب را رسم نمایند. برای انجام آزمایش به راهنمای همراه دستگاه مراجعه شود.

فعالیت: آزمایش فوق را به کمک دستگاه‌های الکتریکی تعیین دمای ذوب تکرار نموده و نتایج حاصل را با یک‌دیگر مقایسه کنید.



شکل ۴ــ۴ــ نمودار دمای ذوب

پرسش‌ها

۱ــ چرا برای اندازه‌گیری دمای ذوب، جسم را باید به صورت گرد درآوریم؟

۲ــ اگر انتهای لوله‌ی مویین خوب بسته نشده باشد، چه اشکالی پیش می‌آید؟

۳ــ چگونه می‌توان به‌وسیله‌ی آزمایش سریع پی برد که انتهای لوله‌ی مویین بسته است؟

۴ــ چگونه از طریق تعیین دمای ذوب به خالص بودن ماده‌ی آلی پی می‌بریم؟

۵ــ علت تفاوت دمای ذوب واقعی و دمای ذوب مشاهده شده را بیان کنید.

۶ــ نتیجه‌ی مقایسه‌ی دمای ذوب ماده‌ی معدنی و آلی را شرح دهید.