

## تقطیر با بخار آب

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:  
- تقطیر با بخار آب را انجام دهد.

### ۹-۱- تقطیر با بخار آب

اغلب برای جداسازی ماده‌ی خالص از ناخالصی‌های مخلوط با آن، از روش تقطیر با بخار آب استفاده می‌شود. در فصل قبل دانستید که فشار بخار یک مایع خالص به جنس مایع و دمای آن بستگی دارد. در دمای یکسان، فشار بخار الکل بیش از فشار بخار آب است؛ به همین دلیل، الکل زودتر از آب می‌جوشد. حال اگر مخلوطی از دو مایع امتزاج ناپذیر مانند آب و برموبزن را گرم کنیم، هریک از دو مایع به تدریج تبخیر می‌شوند و مخلوط بخار آن‌ها فضای بالای سطح مایع را فرا می‌گیرد که نسبت وزنی هریک به فشار بخار آن بستگی دارد. در این وضعیت اگر بتوان مخلوط این دو بخار را پی‌درپی از مجاورت سطح مایع دور و در جای دیگری سرد و متراکم کرد، مخلوطی از دو مایع مزبور به دست می‌آید که به علت عدم امتزاج، دو لایه تشکیل می‌دهند و از یکدیگر جدا می‌شوند. مطابق روش تقطیر با بخار آب، می‌توان یک ماده‌ی آلی خالص را از ناخالصی‌های غیر فرار آن جدا کرد؛ هم‌چنین می‌توان یک ماده‌ی آلی را که در دماهای بالا تجزیه می‌شود، در دمای پایین‌تر و نزدیک به دمای جوش آب تقطیر کرد.

در این گونه موارد که دو مایع در یکدیگر حل نمی‌شوند (خیلی کم حل می‌شوند) و با یکدیگر هیچ‌گونه واکنشی ندارند، فشار کلی مخلوط گازی در بالای سطح مایع ناهمگن آن‌ها، عبارت است از مجموع فشارهای جزئی هریک از بخارهای تشکیل دهنده‌ی آن:

$$P_t = P_1^{\circ} + P_2^{\circ} + \dots$$

منظور از « $P_t$ » فشار کل<sup>۱</sup> مخلوط گازی در دمای معین است، « $P_1^{\circ}$ » فشار بخار مایع خالص اول و « $P_2^{\circ}$ » فشار بخار مایع خالص دوم است که هریک از آن‌ها در این جا به طور مستقل از یکدیگر تبخیر می‌شوند.

رابطه‌ی یاد شده می‌رساند که همواره و در هر دمایی، فشار بخار کل مخلوط برابر مجموع فشار بخارهای جزئی است. به دیگر سخن، مقدار فشار بخار کل بیش از هر یک از فشارهای جزئی است. براساس تجربه، بیش‌تر بودن فشار بخار کل مخلوط به معنی پایین‌تر بودن دمای جوش آن نسبت به دماهای جوش هریک از اجزاست؛ برای مثال، مخلوط آب (دمای جوش  $100^{\circ}\text{C}$ ) و برموبزن (دمای جوش  $156^{\circ}\text{C}$ ) که در یکدیگر حل نمی‌شوند، در فشار آتمسفر در دمای  $95^{\circ}\text{C}$  می‌جوشد که این دما از دمای جوش آب و از دمای جوش برموبزن پایین‌تر است.

تقطیر با بخار آب به دو روش صورت می‌گیرد:

۱- روش مستقیم،

۲- روش غیر مستقیم.

### ۹-۲- روش تقطیر با بخار آب به طور مستقیم

مخلوط آب و ماده‌ی آلی را در یک بالن ته‌گرد بزرگ گرم می‌کنند و بخارهای حاصل را به وسیله‌ی مبدل کلازن به خنک‌کننده‌ی (مبرد) مناسب انتقال می‌دهند و قطره‌های بخار سرد شده را در ظرف جمع‌آوری می‌کنند (شکل ۱-۹).

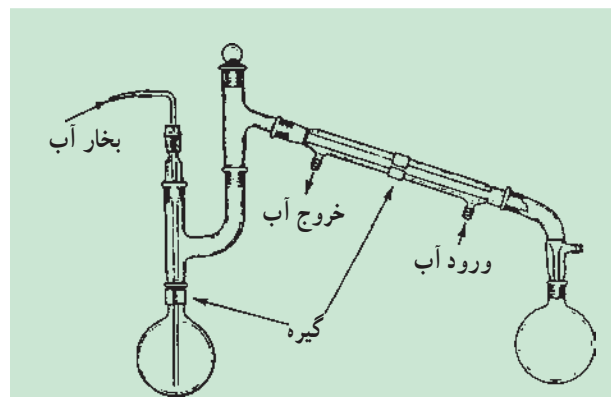
۱- «کل» معادل واژه‌ی «Total» است.

یک قیف جداکننده روی درلوله‌ی کلایزن (شکل ۲-۹) نصب کرد و آب مورد نیاز برای تقطیر را به وسیله‌ی این قیف اضافه کرد. ۴- در تقطیر با بخار آب به روش مستقیم، بخار آب در خود ظرف تولید می‌شود؛ از این رو الزاماً باید مخلوط موجود در ظرف تقطیر را با رعایت احتیاط، شدیداً به حالت جوش درآورد تا بخارهای دو فاز به خوبی در هم مخلوط شوند.

۵- برای جلوگیری از ترشح قطره‌های مایع موجود در بالن تقطیر به داخل خنک‌کننده، باید از مبدل کلایزن استفاده شود.

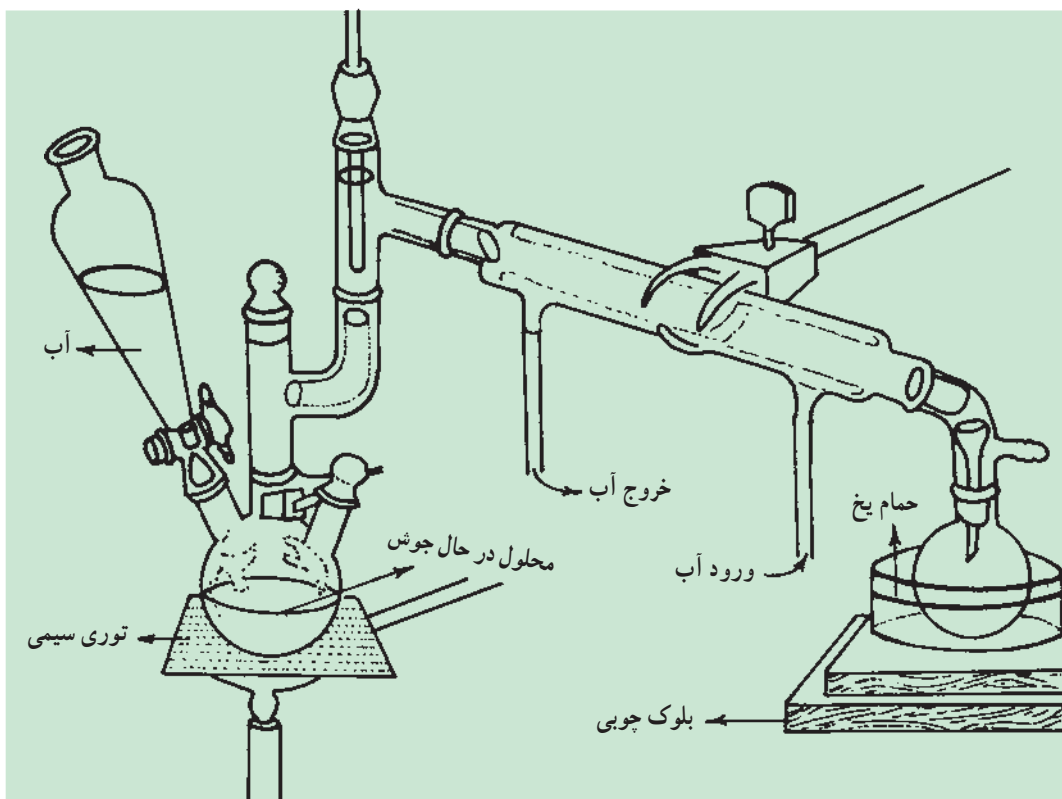
۶- در تقطیر با بخار آب موادی که در دمای اتاق جامد هستند، باید توجه داشت که در موقع تشکیل بلور حاصل از بخارهای تقطیر شده در لوله‌ی میانی خنک‌کننده، عبور جریان آب را موقتاً متوقف کرده آب خنک‌کننده را خالی می‌کنند. پس از ذوب شدن بلورها نیز به وسیله‌ی بخارهای داغ و شفاف شدن خنک‌کننده، جریان آب را دوباره در خنک‌کننده برقرار می‌کنند.

۷- استفاده از چند سنگ جوش در بالن تقطیر برای یک‌نواخت کردن جوشش مایع تقطیر ضروری است.



شکل ۱-۹- دستگاه تقطیر با بخار آب. اگر بخار آب در داخل خود ظرف تولید شود، به جای لوله‌ی طویل، چوب‌پنبه بگذارید.

- در روش مستقیم باید به این نکته‌ها توجه داشت:
- ۱- بالن تقطیر باید کم‌تر از نصف حجم آن از مخلوط پیر شود.
  - ۲- آب مورد نیاز دو برابر حجم آب پیش‌بینی شده باشد.
  - ۳- اگر بالن تقطیر به اندازه‌ی کافی بزرگ نباشد، می‌توان



شکل ۲-۹- تقطیر با بخار آب به روش مستقیم

شش و هشت میلی لیتری چند عدد؛ خنک کننده؛ ارلن ۲۵۰ میلی لیتری؛ سه پایه؛ لوله های باریک ۶۰ سانتی متر.

### مواد لازم

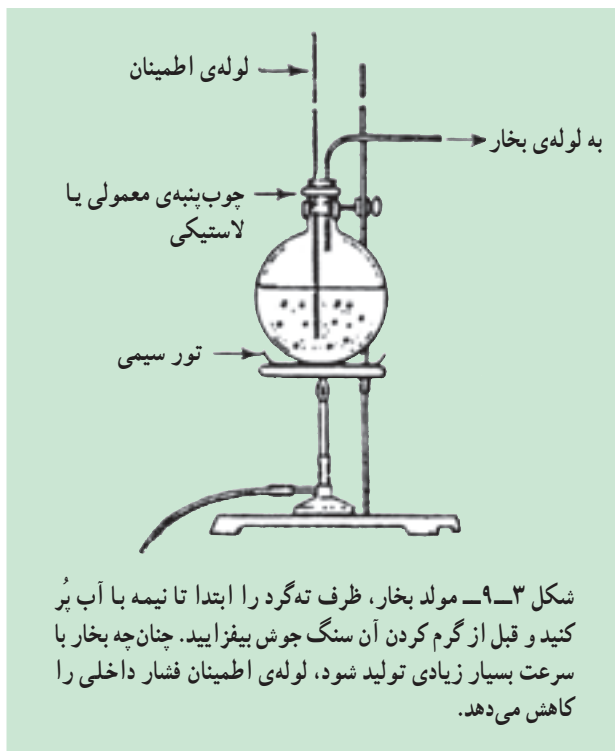
نفت سفید

### روش کار

مخلوطی از پنج میلی لیتر آب و ده میلی لیتر نفت سفید در بالن و چهل میلی لیتر آب را در ارلن خرطومی بریزید. در حالی که آب را گرم می کنید به آرامی مخلوط داخل بالن را حرارت دهید تا این که آب اضافی در آن جمع نشود. لوله ای اطمینان بایستی تا زیر سطح آب فرو برده شود و لوله ی شیشه ای داخل نمونه در زیر سطح مایع قرار گیرد. ارلن خرطومی تولید کننده بخار آب را گرما دهید و تقطیر را شروع کنید تا این که تمام نفت سفید پانزده دقیقه تقطیر شود.

### ۵-۹- روش تقطیر با بخار آب به طور غیر مستقیم

در این روش آب و ماده ی آلی امتزاج ناپذیر با آب را در یک بالن ته گرد می ریزند و بخار آب را در ظرف دیگری تولید (شکل ۳-۹) و به وسیله ی رابط به بالن محتوی مخلوط انتقال می دهند.



### ۳-۹- تقطیر اسانس ترباتین به وسیله بخار آب (روش مستقیم)

### وسایل لازم

بالن تقطیر ۲۵۰mL (در سمباده ای)؛ تبدیل کلایزن؛ دماسنج (۱۰۰-۰°C)؛ قیف جدا کننده در سمباده ای؛ خنک کننده ی در سمباده ای؛ استوانه ی مدرج ۱۰۰mL؛ گیره ی خنک کننده؛ پایه ی گیره ی بالن؛ توری سیمی؛ چراغ بونزن؛ تشتک پلاستیکی.

### مواد لازم

اسانس ترباتین.

### روش کار

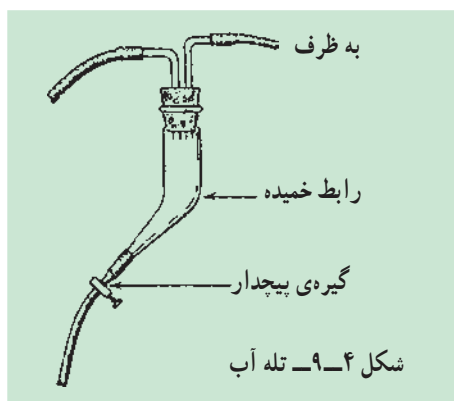
دستگاه تقطیر با بخار آب را مطابق شکل ۲-۹ با استفاده از بالن تقطیر ۲۵۰mL و یک استوانه ی مدرج ۱۰۰mL (ارلن جمع آوری کننده) نصب کنید. در بالن ۳۰mL معادل ۲۶ گرم اسانس ترباتین (دمای جوش آن در ۷۶۰mmHg بین ۱۵۶ تا ۱۶۵°C قرار دارد) و ۷۵mL آب بریزید. چند عدد سنگ جوش به مخلوط اضافه کنید و بالن را بر روی توری سیمی قرار دهید و آن را با شعله گرم کنید تا حالت جوش شدید در مخلوط به وجود آید. برای رسیدن به بازده بهتر در این آزمایش، مخلوط باید شدیداً در حال جوش باشد تا دو فاز به خوبی در هم مخلوط شوند. ۵۰mL اولیه ی مایع تقطیر شده را دور بریزید و ۳۰mL بعدی را جمع آوری کنید. در پایان حجم آب و اسانس ترباتین را مشخص و یادداشت کنید.

نسبت حجمی به دست آمده را بانسبت حجمی که می توان از قانون تقطیر با بخار آب به دست آورد، مقایسه کنید. با داشتن چگالی اسانس ترباتین می توانید به وزن مقدار تقطیر شده آن پی ببرید. فشار بخار اسانس ترباتین را می توان از جدول داده ها به دست آورد. دمای تقطیر مشاهده شده را با مقدار محاسبه شده مقایسه کنید.

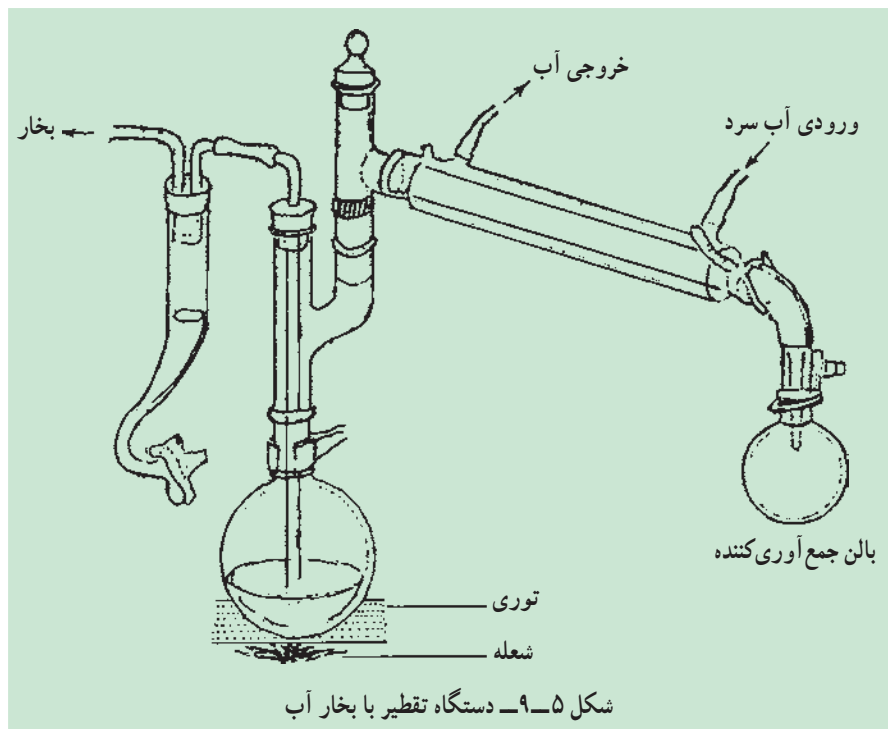
### ۴-۹- روش تقطیر نفت سفید با بخار آب

### وسایل لازم

بالن ته گرد ۲۵۰ میلی لیتری؛ ارلن خرطومی؛ درب لاستیکی یا چوب پنبه ای یک سوراخه چند عدد؛ لوله ی شیشه ای



بخار حاصل از مولد را به وسیله‌ی یک لوله‌ی لاستیکی مطابق شکل ۹-۵ به انتهای بالن تقطیر متصل کنید. معمولاً هنگام استفاده از لوله‌ی بخار تله‌ای بین لوله و بالن تقطیر می‌گذارند (شکل ۹-۴) تا قطره‌های آب موجود در بخار آب جدا شود. برای جلوگیری از تراکم بخار آب در بالن تقطیر، بالن تقطیر را به وسیله‌ی شعله چراغ به ملایمت گرم می‌کنند.



رابط، بخار حاصل از منبع را به ظرف تقطیر مورد نظر وصل نمایید. عبور بخار آب باید به گونه‌ای باشد که قطره‌های مایع در حال تقطیر نتوانند از شاخه‌ی جانبی کلایزن وارد خنک‌کننده شوند. پس از جمع‌آوری مایع مقطر در استوانه‌ی مدرج ۵۰ میلی‌لیتری، حجم آب و برموبنزن را یادداشت کنید. این عمل را سه بار تکرار نموده با یادداشت کردن حجم دو لایه و چگالی برموبنزن و رابط وزنی موجود بین آن‌ها، درصد وزنی هر یک را در مخلوط پیدا کنید.

**تقطیر برموبنزن با بخار آب به روش غیر مستقیم**  
دستگاه تقطیر با بخار آب را مانند شکل ۹-۵ نصب کنید.

### روش کار

در بالن تقطیر ۴۰ میلی‌لیتر برموبنزن (دمای جوش در ۷۶۰ mmHg، ۱۵۶°C است) و ۲۰ میلی‌لیتر آب بریزید، چند عدد سنگ جوش به مخلوط اضافه کنید و بالن را روی توری سیمی که با شعله گرم می‌شود، به ملایمت گرم کنید. آن‌گاه به وسیله‌ی

### پرسش‌ها

- ۱- برای تقطیر با بخار آب، ماده‌ی مورد نظر باید دارای چه ویژگی‌هایی باشد؟
- ۲- برای روش خالص‌سازی، چه مزایا و معایبی بر تقطیر با بخار آب متصور است؟

## تقطیر در خلأ

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:  
 - تقطیر در خلأ را انجام دهد.

### ۱-۱- تقطیر در خلأ

از آن تجزیه می‌شود. در صورتی که می‌توان همین ماده را در دمای  $18^{\circ}\text{C}$  و فشار  $12\text{mmHg}$  به جوش آورد و تقطیر کرد.  
 در تقطیر با فشار کم، سه موضوع را باید در نظر گرفت:  
 ۱- فشار مورد نظر که به دمای جوش مناسب قابل دست‌رسی باشد.

۲- نوع پمپ خلأ لازم برای رسیدن به فشار مورد نیاز و هم‌چنین وسایل مناسب برای اندازه‌گیری فشار  
 ۳- منبع گرمایی و وسایل شیشه‌ای مناسب

دمای جوش هر مایع به نیروهای جاذبه‌ی بین مولکولی و هم‌چنین فشار خارجی روی سطح آن بستگی دارد؛ بنابراین، می‌توان در سیستم بسته با کاهش فشار، مایعی را در دمای پایین‌تری به جوش آورد و روش تقطیر در خلأ را برای خالص‌سازی مایعات (یا جامدات با دمای ذوب پایین) مفید دانست که در دمای جوش خود تجزیه می‌شوند، برای مثال گلیسرین  $\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$  در فشار  $76\text{mmHg}$  در دمای  $29^{\circ}\text{C}$  می‌جوشد که در این دما مقداری

### مطالعه‌ی آزاد

#### تخمین دمای جوش

از معادله‌ی (۱) دمای جوش معمولی  $\log_{10}\left(\frac{P}{P^{\circ}}\right) = \frac{5}{46}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T^{\circ}}\right)$  موجود بین فشار و دمای جوش بیشتر مواد آلی

غیر از اسیدها و الکل‌ها که توأم با خطا است، می‌توان استفاده کرد.

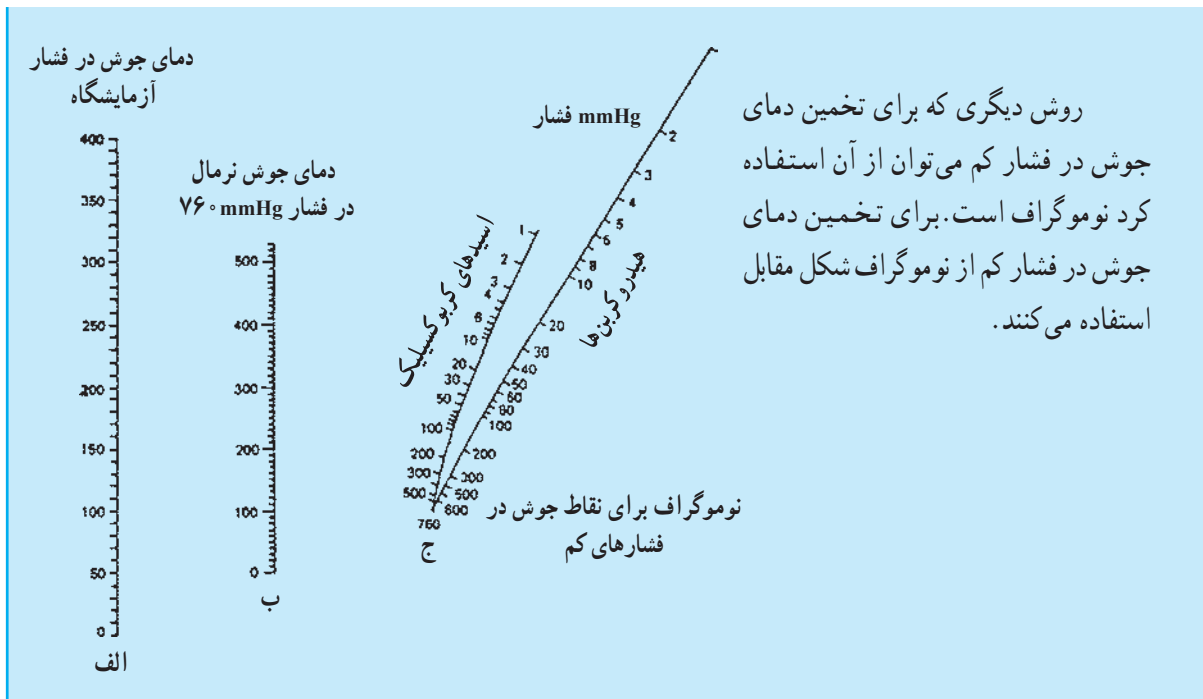
مثال: دمای جوش معمولی نیتروبنزن  $211^{\circ}\text{C}$  است. چنان‌چه بخواهیم این ماده در  $10^{\circ}\text{C}$  به جوش آید، فشار لازم بر روی این ماده باید چه مقدار باشد؟

$$T = 273 + 211 = 484\text{K}^{\circ} = \text{دمای جوش معمولی نیتروبنزن}$$

$$T = 273 + 10 = 373\text{K}^{\circ} = \text{دمای جوش مورد نظر}$$

$$\log_{10}\left(\frac{P}{P^{\circ}}\right) = \frac{5}{46}\left(\frac{483}{373} - 1\right) / 62$$

فشار به دست آمده از رابطه‌ی بالا  $18\text{mmHg}$  (بیش‌بینی شده) است. در این فشار باید نیتروبنزن در  $10^{\circ}\text{C}$  بجوشد. ولی تجربه نشان می‌دهد که نیتروبنزن در فشار  $18\text{mmHg}$  به جای  $10^{\circ}\text{C}$  در  $98^{\circ}\text{C}$  می‌جوشد.



روش دیگری که برای تخمین دمای جوش در فشار کم می‌توان از آن استفاده کرد نوموگراف است. برای تخمین دمای جوش در فشار کم از نوموگراف شکل مقابل استفاده می‌کنند.

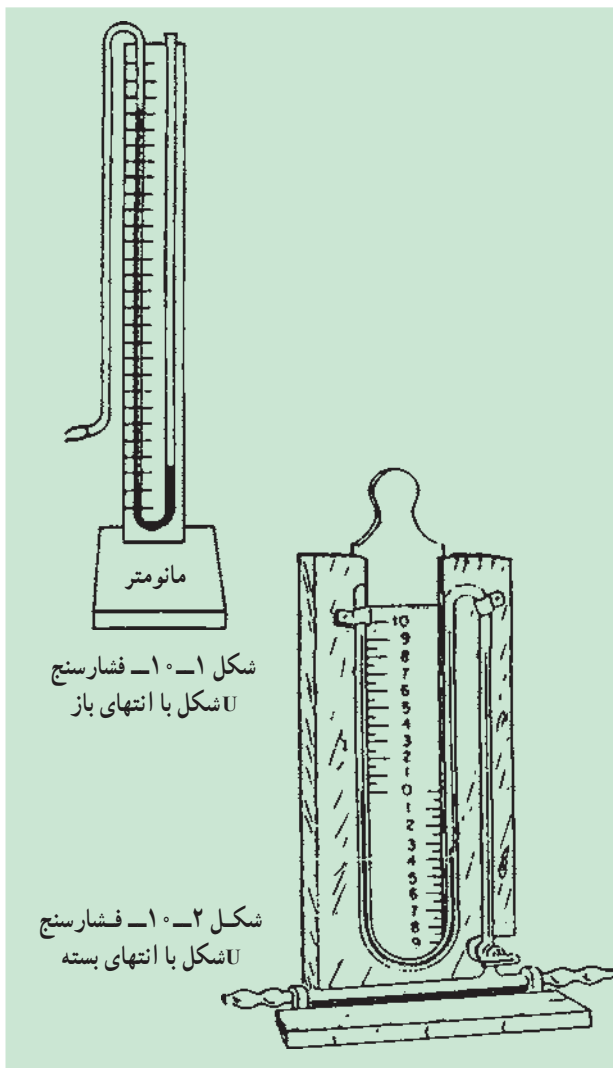
## ۲-۱۰- پمپ خلأ

استفاده از پمپ خلأ بستگی به فشار خواسته شده دارد؛ مثلاً برای فشار ۲۵mmHg از پمپ روغن چرخان استفاده می‌شود که معمولاً محدوده‌ی کاهش فشار آن ۰/۰۲۵mmHg است. برای فشار زیر ۱mmHg از پمپ دیفوزیون استفاده می‌کنند. پمپ پرده‌ی چرخان را برای فشارهای ۷۵ تا ۷۶۰mmHg به کار می‌برند که حمل‌پذیر است. در آزمایشگاه می‌توان برای ایجاد خلأ از خرطوم آبی استفاده کرد.

## ۳-۱۰- مانومتر (فشارسنج)

انواع مختلف مانومتر برای اندازه‌گیری فشار درون سیستم وجود دارد و متداول‌ترین آن‌ها در این مقطع مانومتر یا لوله‌ی U شکل جیوه‌ای است که یک سر آن مسدود است. در شکل ۱-۲ مانومتر جیوه‌ای را مشاهده می‌کنید.

توجه: چنان‌چه از مانومتر یا لوله‌ی U شکل سرباز استفاده می‌کنید، ارتفاع ستون جیوه در مانومتر را از فشار اتمسفری کم کنید. نمونه‌ای از آن در شکل ۱-۱ نشان داده شده است.



## روش کار

نباشد. سرعت حباب‌ها را با گیره‌ی A تنظیم کنید؛ در حالی که گیره‌ی C کاملاً بسته است.

۷- میزان فشار را بعد از چند دقیقه اندازه بگیرید. اگر لازم باشد، گیره‌ی A را دوباره تنظیم کنید. اگر به فشار مناسب دست نیافتید، تمام اتصالات را دوباره کنترل کنید و تا خلأ لازم را به دست نیاورده‌اید، آزمایش را شروع نکنید.

### شروع تقطیر

۸- منبع گرمایی را روشن کنید.

۹- گرما دادن را زیاد کنید. تقطیر به تدریج شروع می‌شود. مواد تقطیر شده باید با سرعت یک قطره در ثانیه جمع‌آوری شوند. اگر سرعت تقطیر کم باشد لوله‌ی کلایزن را با پشم شیشه و یا ورقه‌ی آلومینیم بیوشانید تا هنگامی که فشار ثابت است، دمای جوش نیز باید ثابت بماند. افزایش ناگهانی فشار، به علت کاهش فشار آب در دستگاه خلأ آبی و یا تجزیه‌ی جسم مورد تقطیر، است.

۱- دستگاهی مطابق شکل ۳-۱۰ نصب کنید، حتماً عینک

به چشم داشته باشید. هریک از بالن‌های جمع‌آوری را وزن کنید.

۲- ماده‌ای را که باید تقطیر شود در ارلن مایر غلیظ

کنید. برای این کار آن را زیر هود در حمام آب گرم نموده تا مایعات فرار مانند اتر تبخیر شوند. مایع تغلیظ شده را به بالن تقطیر منتقل کنید. بیش از نصف بالن را نباید پر کرد. بالن را به بقیه‌ی دستگاه متصل کنید و با گیره‌ی محکم در جای خود نگاه دارید.

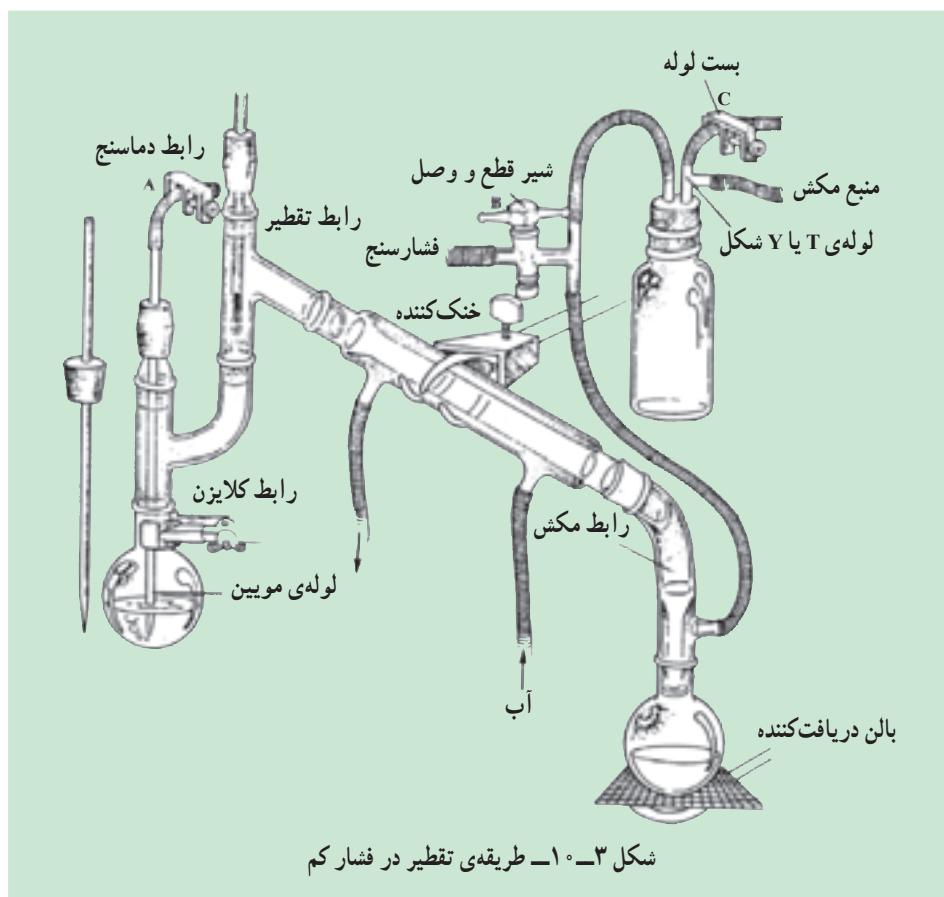
۳- شیر B را باز کنید.

۴- دستگاه خلأ آبی را تا حداکثر باز کنید.

۵- گیره‌ی A را محکم کنید تا لوله تقریباً بسته شود.

۶- به آهستگی گیره‌ی C را محکم کنید تا کاملاً بسته

شود. با توجه به حباب‌های تولید شده در مایع در نوک لوله‌ی هوا مطمئن شوید که سرعت تولید حباب خیلی زیاد یا خیلی کم



شکل ۳-۱۰- طریقه‌ی تقطیر در فشار کم

### تعویض بالن جمع‌آوری نمونه

۱۰- برای تعویض ظرف جمع‌آوری نمونه گیره‌ی C را به‌آهستگی باز کنید (لوله‌ی هوا را کنترل کنید و در صورت لزوم گیره‌ی A را باز نمایید). سپس ظرف گیرنده را با ظرف دیگر تعویض کنید.

۱۱- گیره را دوباره ببندید و اجازه دهید دستگاه دوباره تنظیم شود.

۱۲- منبع گرمایی را دوباره زیر بالن تقطیر بگذارید و تقطیر را ادامه دهید. پایین آمدن درجه‌ی ترمومتر نشانه‌ی پایان تقطیر است.

۱۳- منبع گرمایی را دور کنید. گیره‌های A، B و C را به آرامی باز کنید. آب را قطع نموده ظرف نمونه را بردارید و قطعات دستگاه را از هم جدا و تمیز کنید.

### پرسش‌ها

- ۱- موارد استفاده از روش تقطیر در خلأ، در آزمایشگاه و صنعت کدام است؟
- ۲- چرا هنگام کار با دستگاه خلأ استفاده از عینک ایمنی اجباری است؟
- ۳- به چه دلیل در تقطیر در خلأ از لوله‌ی مویین استفاده می‌شود؟
- ۴- به چه علت در تقطیر در خلأ از ظروف اطمینان استفاده می‌کنند؟
- ۵- چرا در تقطیر در خلأ ابتدا باید خلأ به‌وجود آورد و سپس بالن محتوی نمونه را گرم کرد؟



## خالص سازی مواد به روش استخراج

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند:  
- استخراج روغن از دانه‌های روغنی را با استفاده از حلال‌های مناسب انجام دهد.

### ۱-۱۱- استخراج

هرگاه بتوانیم مخلوطی از چند ماده‌ی شیمیایی را به وسیله حلال مناسبی از یک‌دیگر جدا کنیم، عمل استخراج را انجام داده‌ایم. روش استخراج با حلال در شیمی آلی برای جداسازی مواد از مخلوط‌هایی به کار می‌رود که در طبیعت وجود دارند؛ برای مثال، استخراج آلکالوئیدها از برگ و گل گیاهان و استخراج اسانس‌های غذایی از دانه‌ها و اسانس‌های معطر موجود در گل‌ها نمونه‌هایی از این نوع استخراج هستند. حلال‌هایی که برای این منظور به کار می‌روند، عبارت‌اند از: اتر، کلروفرم، متانول، متیلن کلرید، کربن دی‌سولفید، استون، آب و ...  
شرح چند نوع استخراج در پی خواهد آمد:

**استخراج از جامدات - استخراج از مایعات**  
آزمایش جداسازی روغن از دانه‌های روغنی  
(گردو-بادام)

هدف: استخراج از جامدات به وسیله‌ی حلال مناسب

### ۲-۱۱- استخراج ساده

ترکیب را در یک بالن می‌ریزیم و به آن حلال اضافه می‌کنیم. پس از نصب خنک‌کننده بر روی آن، بالن را گرم نموده سپس محلول را در گرما صاف می‌کنیم و یا پس از ته‌نشستن رسوب، حلال را مستقیماً در ظرف دیگری می‌ریزیم (تیلور).

### ۳-۱۱- استخراج ساده و پی‌درپی

برای این که کاملاً ترکیب را استخراج کنیم باید طریقه‌ای که گفته شد (استخراج ساده) را به دفعات انجام دهیم. برای این کار از دستگاه‌های ویژه استفاده می‌شود. این دستگاه‌ها از یک بالن و مخزن استخراج و یک سرد کننده تشکیل می‌شوند. بدین ترتیب: در بالن حلال می‌ریزند و در مخزن استخراج صافی استوانه‌ای شکلی قرار می‌دهند که در آن ترکیب نمونه قرار داده می‌شود و بر روی مخزن استخراج سرد کننده قرار می‌گیرد. حال، اگر بالن را گرم کنیم، مقداری از مایع بخار می‌شود و در سرد کننده، دوباره به صورت مایع درمی‌آید و قطره‌قطره روی ترکیب می‌ریزد. پس از این که مخزن استخراج تا حد معین پر شد، از زیر آن تمام حلال از طریق سیفون خارج و وارد بالن می‌شود. بدین ترتیب، هر بار مقداری از ترکیب مورد نظر در حلال حل شده وارد بالن می‌شود. به این دستگاه «سوکسله» می‌گویند (شکل ۱-۱۱).

### روش کار

مقدار ۱۰ گرم از یک ماده روغن دار (گردو - بادام) را که به قطعات بسیار ریز یا گرد نرم درآمده در لیوان کاغذی<sup>۱</sup> یا کاغذ صافی پر منفذ قرار دهید. مقداری پشم شیشه در بالای لیوان کاغذی بگذارید تا حلال به‌طور یک‌نواخت بر روی آن بچکد. مقدار ۱۲۵mL دی‌اتیل اتر را در بالن ۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید و دستگاه را مطابق شکل ۱-۱۱ نصب کنید.

می‌شود؛ به‌گونه‌ای که اگر  $CA$  غلظت ماده در لایه‌ی  $A$  و  $CB$  غلظت ماده در لایه‌ی  $B$  باشد، ضریب پخش، در حالت تعادل در یک دمای ثابت از رابطه‌ی زیر به‌دست می‌آید:

$$K = \frac{CA}{CB}$$

به‌عبارت دیگر، ضریب پخش یعنی: نسبت غلظت ماده‌ی حل شده در حلال اول، به غلظت همان ماده در حلال دوم که معمولاً حلال اول حلال آلی و حلال دوم آب است. حلالی که برای استخراج انتخاب می‌شود باید دارای این مشخصات باشد:

۱- با حلالی که دارای ماده‌ی مورد نظر است مخلوط نشود، بلکه سیستم دوفازی تشکیل دهد.

۲- ماده مورد نظر باید دارای ضریب پخش بزرگی برای حلال انتخاب شده باشد.

۳- حلال انتخاب شده نباید با ماده یا مواد مورد نظر ترکیب شود.

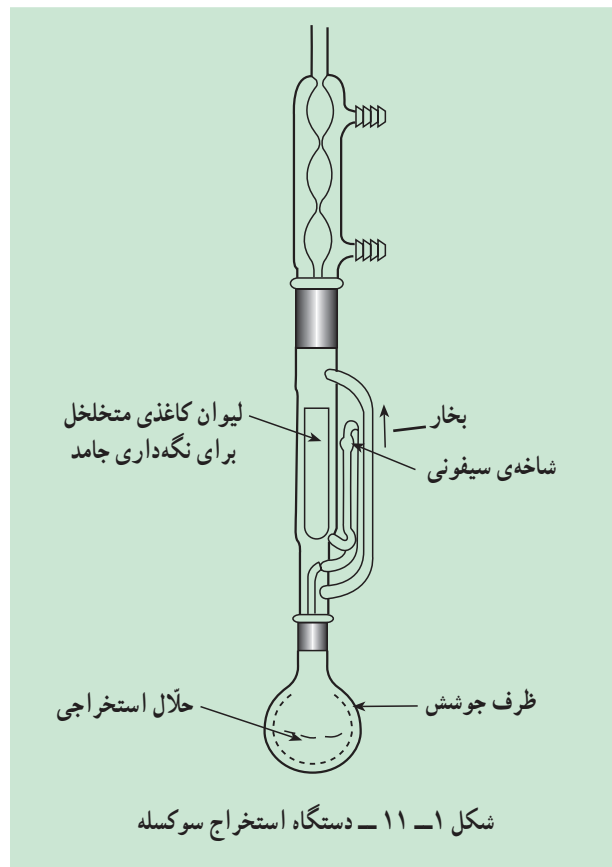
۴- پس از پایان عمل استخراج، حلال انتخابی باید به‌آسانی بخار شود.

۵- حلال نباید هیچ‌یک از ناخالصی‌ها را استخراج کند. هرچه قیف جداکننده درازتر باشد، زمان لازم برای جداسدن دو فاز مایع بیش‌تر می‌شود. هنگامی که دو مایع دارای چگالی‌های مشابهی باشند، بهتر است که قیف جداکننده پهن‌تر (کروی‌تر) باشد. در غیر این صورت، وقت بیهوده‌ای صرف جدا شدن فازها از هم می‌شود. در انتهای قیف جداکننده، شیرینی وجود دارد که می‌توان از آن محتویات قیف را خارج کرد (شکل ۲-۱۱).



شکل ۲-۱۱- قیف‌های جداکننده

گرم کن را روشن کنید و عمل ریفلاکس را برای مدت ۵ ساعت ادامه دهید؛ آن‌گاه حلال را به‌طور کامل به‌وسیله‌ی دستگاه تقطیر تبخیر کنید و ماده‌ی روغنی باقی‌مانده را تا دمای آزمایشگاه سرد کنید و وزن دقیق روغن را حساب و درصد روغن را تعیین کنید.



## ۴-۱۱- هدف: جداسازی جامدات آلی از محلول آن‌ها

آزمایش ۱- استخراج ادی‌بیک اسید از محلول آلی به‌وسیله‌ی اتر

آزمایش ۲- استخراج بنزوئیک اسید و استانیلید محلول در فاز آلی به‌وسیله‌ی حلال انحلال‌ناپذیر در آب  
جداکردن مواد آلی حل شده در حلال، غالباً به‌وسیله‌ی استخراج با حلال انحلال‌ناپذیر انجام می‌شود. اساس این روش بر پایه‌ی قانون توزیع (پخش) استوار است. طبق قانون پخش، اگر به سیستمی که از دو فاز مایع انحلال‌ناپذیر تشکیل شده است، مقداری از یک ماده اضافه کنیم، این ماده بین دو فاز پخش

شدت تکان داده شود یک یا دو دقیقه کافی است) برای آخرین بار گاز قیف را خارج می‌کنند و آن را در روی حلقه‌ای قرار می‌دهند و می‌گذارند تا لایه‌ها از هم جدا شوند (شکل ۴-۱۱).



برای عمل استخراج، محلول را در قیف جداکننده می‌ریزند (در حالی که شیر بسته باشد). و مقداری از حلال استخراجی را به آن می‌افزایند. قیف نباید زیاد پر باشد (حداکثر  $\frac{3}{4}$  ارتفاع قیف مناسب است). دهانه‌ی قیف جداکننده را با در لاستیکی یا با در سمباده‌ای می‌بندند که اکثر قیف‌های جداکننده دارند. قیف و محتویات آن را ابتدا به آرامی تکان می‌دهند تا دو مایع غیر قابل اختلاط ناپذیر تا حدی که ممکن است باهم تماس پیدا کنند (شکل ۳-۱۱). منظور از این تکان آن است که سطح تماس دو حلال، بیش‌تر افزایش یابد و جسم در زمان نسبتاً کوتاهی در بین دو فاز پخش شود و به حالت تعادل برسد. باید هر چند ثانیه یک بار قیف را برگرداند (شیر به طرف بالا) و شیر آن را با احتیاط باز کرد تا گاز قیف خارج شود و فشاری که در آن ایجاد شده از بین برود. این عمل هنگامی اهمیت دارد که حلال با دمای جوش کم به کار می‌رود یا یک محلول اسیدی با محلولی از سدیم بی‌کربنات استخراج می‌شود (در این حالت  $\text{CO}_2$  آزاد می‌شود). اگر این کار انجام نشود، ممکن است قیف به شدت به بیرون پرتاب شود و محتویات آن از بین برود. چنان‌چه قیف به همان طریقی که بیان شد، نگهداری شود، با چرخش انگستانی که به دور شیر حلقه شده‌اند، می‌توان شیر را باز کرد و احتیاجی نیست که طرز گرفتن قیف دوباره تنظیم شود. پس از تکان دادن قیف (معمولاً اگر به



شکل ۴-۱۱

تذکر: بهتر است همیشه در ابتدای هر استخراج، عمل تکان دادن اولیه کوتاه و خروج گاز احتمالی سریع انجام گیرد. چون فعل و انفعال‌های اولیه معمولاً شدید هستند. چرا؟ پس از آن لایه‌ای تحتانی را به دقت از راه شیر به داخل ظرفی خالی و دولایه مایع را از هم جدا می‌کنند. قاعدتاً لایه‌ها طوری جدا می‌شوند که حلال سنگین تر در قسمت پایین قرار می‌گیرد. بنابراین آگاهی از چگالی حلال‌های مصرفی برای تشخیص لایه‌ها مفید است. با این وجود این تشخیص بدون خطا نیست زیرا ممکن است ماهیت و غلظت جسم حل شده طوری باشد که چگالی نسبی دو حلال را معکوس کند. اشتباهی که معمولاً هنرجویان می‌کنند آن است که هویت دو لایه‌ی موجود در قیف را عوضی می‌گیرند. گاهی لایه‌ای را به دور می‌ریزند و پس از مدتی متوجه می‌شوند که یک لایه‌ی عوضی را نگه داشته‌اند. پیشنهاد می‌شود که از نظر احتیاط همیشه هر دو لایه را تا زمانی که دیگر تردیدی در هویت آن‌ها نباشد نگهداری کنید. گاهی دو مایع غیر قابل اختلاط، پس از تکان دادن کامل به دو لایه تفکیک نمی‌شوند بلکه به شکل امولسیون درمی‌آیند. در بعضی موارد، اگر یکی از لایه‌ها آب باشد می‌توان کمی اسید، باز یا محلول آلی و اشباع سدیم کلرید به مخلوط اضافه کرد و آن را مجدداً به آرامی تکان داد و امولسیون را از بین برد. این عمل کشش سطحی آب را کم می‌کند و باعث می‌شود که قطره‌های ریز به لایه‌های جداگانه‌ای تفکیک شوند. برای اطمینان از این که فاز پایینی در قیف جداکننده فاز

آبی است یا آلی، این آزمایش را انجام دهید:

در یک لوله‌ی آزمایش ۵mL آب بریزید. سپس با باز کردن شیر قیف جداکننده ۳mL از فاز پایینی را به محلول لوله اضافه کنید. اگر دو محلول در یک دیگر حل شوند فاز پایینی آبی و در غیر این صورت فاز پایینی آلی است.

### وسایل لازم

قیف جداکننده ۱۵۰mL، بشر ۲۵۰mL، ارلن ۲۵۰mL، پیپت حباب‌دار ۲۵mL، استوانه‌ی مدرج ۵۰mL، بورت ۲۵mL، قیف کوچک.

### مواد لازم

ادیپیک اسید ۱٪ (در آب)؛ سدیم هیدروکسید ۲۵mL/۰؛ محلول فنول فتالئین؛ دی‌اتیل اتر؛ متیلن کلرید؛ بنزویک اسید؛

استانلید.

### روش کار

۱- جدا کردن ادیپیک اسید از محلول آبی با اتر به وسیله پیپت حباب‌دار ۲۵mL - محلول ادیپیک اسید ۱٪ در آب را در یک ارلن تمیز بریزید و یک قطره فنول فتالئین به آن اضافه کنید. حال این محلول را با محلول ۲۵mL / سدیم هیدروکسید سنجش کنید. نتیجه را یادداشت کنید. وزن اسید در محلول را محاسبه کنید. سپس ۲۵mL از همان اسید را به وسیله پیپت حباب‌دار بردارید و در یک قیف جداکننده بریزید و ۳۰mL اتر به وسیله‌ی استوانه به قیف جداکننده اضافه و استخراج کنید (قبلاً شرح استخراج آمده است). بعد از جدا کردن، فاز آلی را با همان محلول سدیم هیدروکسید سنجش کنید. وزن اسید باقی مانده در محلول آبی را محاسبه کنید. مجدداً ۲۵mL از همان اسید را انتخاب کنید و دوبار و هر بار با ۱۵mL اتر استخراج کنید. سپس فاز آبی را با همان محلول سدیم هیدروکسید سنجش کنید.

اولاً: ضریب توزیع ادیپیک اسید در دو فاز آب و اتر را حساب کنید.

ثانیاً: استخراج یک مرحله‌ای را با استخراج چند مرحله‌ای مقایسه کنید و اختلاف را شرح دهید.

۲- جداسازی با حلالهای فعال شیمیایی (جداسازی بنزویک اسید و استانلید در محلول) پس از دو خطا برای وسایل و مواد.

از کارشناس آزمایشگاه ۶۰mL از محلولی که حاوی ۵g بنزویک اسید باشد و ۵g استانلید حل شده در متیلن کلرید را دریافت کنید. مقدار حجم محلول آبی سدیم هیدروکسید ۲N را که برای واکنش دادن کامل با بنزویک اسید لازم است محاسبه کنید. (حدود ۴۰mL) و سپس به وسیله‌ی یک قیف جداکننده ۲۵۰mL استخراج محلول متیلن کلرید را دوباره و هر بار با حجم سدیم هیدروکسید محاسبه شده (هر مرحله با ۴۰mL محلول سدیم هیدروکسید ۲N) انجام دهید. عمل استخراج را با شستن محلول کلرید متیلن به وسیله‌ی ۵۰mL آب کامل کنید. محلول‌های آبی را درون بشر ۲۵۰mL به صورت ادغام شده نگهداری کنید. محلول متیلن کلرید را به یک ارلن مایر ۲۵۰mL منتقل کنید و به آن حدوداً ۱g منیزیم سولفات خشک بیفزایید. بالن محتوی محلول

اندازه بگیرید و در دفتر آزمایشگاه ثبت کنید. دستگاه تقطیر ساده‌ای را (شکل ۱-۸) با استفاده از یک بالن ته‌گرد ۲۵۰mL به عنوان بالن تقطیر سوار کنید و محلول متیلن کلرید را ضمن صاف کردن بر روی کاغذ صافی چین‌دار، به درون بالن تقطیر بریزید و تقطیر را انجام دهید. همین که حجم داخل بالن تقطیر به حدود ۱۰mL رسید، تقطیر را متوقف و محلول داخل بالن را به درون یک بشر کوچک که قبلاً توزین کرده‌اید، منتقل و بالن تقطیر را با ۵ تا ۱۰ میلی‌لیتر از حلال بازیابی شده بشوید و به داخل بشر اضافه کنید. به منظور کسب مهارت بیشتر آزمایش‌های فوق را برای موادی مانند چای، قهوه و اسفناج تکرار کنید.

را در گوشه‌ای به حال خود بگذارید تا آب باقی مانده در محلول متیلن کلرید جذب شود. مجموعه‌ی استخراج‌های آبی را درون حمام یخ سرد کنید و ضمن به هم زدن مقدار کافی هیدروکلریک اسید غلیظ (۱۲N) به منظور خنثی کردن باز موجود در آن بیفزایید. قدرت اسیدی محلول را با کاغذ pH آزمایش کنید و اگر حالت اسیدی برای کاغذ بیش نیامد مقدار بیشتری از اسید را به صورت قطره قطره اضافه کنید تا به حالت اسیدی درآید. رسوب اسید بنزویک را به وسیله‌ی قیف بوختر جمع‌آوری کنید و آن را برای جلسه‌ی بعد خشک کنید. نمونه‌ی خشک شده را درون شیشه‌ای که از قبل توزین شده است، منتقل کنید و وزن بنزویک اسید بازیابی شده را به دست آورید. دمای ذوب نمونه را

### پرسش‌ها

- ۱- وزن اسید در لایه‌ی اتری و آبی چه قدر است؟
- ۲- درصد اسید در لایه‌ی اتری و آبی چه قدر است؟
- ۳- بازده استخراج چه قدر است؟
- ۴- حجم کل اسید داده شده در مجهول اولیه چه قدر بوده است؟
- ۵- آیا می‌توانید K را محاسبه کنید؟ چگونه؟

### کروماتوگرافی

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :  
 - روش جداسازی را به کمک کروماتوگرافی بیاموزد.

شکل تراشه مداد ببرید ؛ سپس با قطره‌چکان لکه‌ای به قطر ۱ تا ۲ میلی‌متر از دو محلول جوهر آبی و سیاه به‌طور جداگانه قرار دهید (هر لکه از کناره‌ی کاغذ حدود ۵ میلی‌متر فاصله داشته باشد) نوار کاغذی را از شکاف یک تکه کاغذ ضخیم عبور دهید و نوار را در داخل یک شیشه‌ی دهان‌گشاد یا استوانه‌ی مدرج ۲۵۰ میلی‌لیتری (که محتوی یک لایه‌ی یک سانتی‌متری آب یا حلال دیگر باشد) به حالت عمود آویزان نمایید. این تکه کاغذ مقوایی باید دهانه‌ی ظرف را بپوشاند و تا حد امکان آن را از نفوذ هوا محفوظ نگه‌دارد.

نوار کاغذی نباید به جدار داخلی ظرف تماس پیدا کند، بلکه انتهای نوار آن‌جایی که لکه جوهر دارد، باید با حلال تماس داشته باشد ؛ هم‌چنین لکه‌ها در بالای سطح آب قرار گیرد و با آن برخورد نکنند. سپس اندکی صبر کرده تا حلال به حدود یک‌سانتی‌متری از انتهای کاغذ برسد. پس از آن نوار را خارج کنید و بر روی آن خط پیشرفت حلال را با مداد مشخص کنید. بگذارید تا کاغذ خشک شود. حاصل کار باید چندین لکه‌ی رنگین باشد. هر یک از این لکه‌ها به رنگ آبی است و به یکی از اجزای دو جوهر مربوط می‌شود.

کروماتوگرافی روشی است که از طریق آن می‌توان ترکیبات را به اجزای سازنده‌ی آن جدا نمود. این عمل به‌وسیله‌ی یک فاز متحرک مایع یا گاز و یک فاز ثابت مایع یا جامد صورت می‌گیرد. در این روش جریان فاز از کنار یا داخل فاز ساکن عبور می‌کند. سرعت عبور هر جزء در ترکیب با جزء دیگر تفاوت دارد ؛ در نتیجه، هر جزء در قسمت‌های مختلف فاز ساکن منتقل می‌شود و عمل جداسازی صورت می‌گیرد. و کروماتوگرافی انواع مختلفی دارد. امروزه پیشرفته‌ترین دستگاه‌های کروماتوگرافی ساخته شده و در اختیار آزمایشگاه‌های تحقیقاتی قرار گرفته است. در این آزمایش فقط با یک روش کروماتوگرافی به نام «کروماتوگرافی لایه‌ی نازک» (TLC) آشنا می‌شوید.

#### وسایل لازم

کاغذ صافی واتمن نمره‌ی یک ؛ قطره‌چکان خیلی باریک  
 یا لوله‌ی موئین ؛ کاغذ مقوایی.

#### مواد لازم

جوهر آبی و سیاه یا مخلوط آبی متیلن و فلورسئین ؛ حلال ؛  
 آب مقطر و اتانول به نسبت یک به یک.

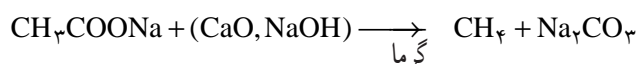
#### روش کار

یک نوار  $۱۳ \times ۳/۵$  سانتی‌متری از کاغذ صافی واتمن به

## تهیه متان

هدف رفتاری: پس از پایان این فصل از فراگیر انتظار می‌رود که بتواند :  
 - در آزمایشگاه متان را تهیه کند.

خروجی گاز داخل تشتک پر آب قرار دهید و مطابق شکل ۱-۱۳ بالن را گرما دهید. متان از تجزیه سدیم استات با سدیم هیدروکسید تولید می‌شود و در زیر لوله‌ی آزمایش جمع می‌گردد.



بدین ترتیب دو تا سه لوله را از گاز متان پر کنید و هر یک را با قرار دادن انگشت شست در دهانه‌ی لوله از آب خارج کنید و فوراً دهانه‌ی آن را ببندید و در جای لوله‌ی آزمایش قرار دهید. لوله‌ی اول مقداری هوا دارد؛ بنابراین لوله‌ی دوم را در پارچه‌ای مرطوب بپیچید و به زیر هواکش ببرید. در هنگام باز کردن دهانه‌ی آن سریعاً یک کبریت روشن را به آن نزدیک کنید که در نتیجه، گاز منفجر می‌شود و کربن دی‌اکسید و بخار آب تولید می‌کند.



متان ساده‌ترین هیدروکربن با فرمول  $\text{CH}_4$  و یکی از ترکیبات آلی است که در صنعت کاربرد بسیاری دارد. در این آزمایش می‌توان به راحتی متان را تهیه نمود.

## وسایل لازم

بالن؛ پایه و گیره؛ ارلن؛ لوله‌ی شیشه‌ای؛ لوله‌ی آزمایش؛ سه پایه؛ توری نسوز؛ کپسول چینی؛ تشتک؛ هاون چینی.

## مواد لازم

سدیم استات؛ سدیم هیدروکسید؛ کلسیم اکسید.

## روش کار

ابتدا سدیم استات را در کپسول چینی گرم کنید تا آب تبلور خود را از دست دهد. ۱۰ گرم از آن را نرم کنید، همراه ۳۰ گرم آهک سده در بالن بریزید و لوله‌ی آزمایشی را معکوس روی انتهای

