



سنتز آسپرین

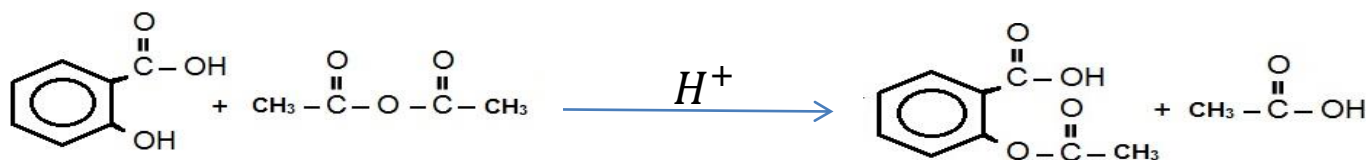
هدف آزمایش: تهیه آسپرین از سالیسیلیک اسید

تئوری آسپرین

کینین که از پوست درخت سین کونا به دست می آید یک از قدیمی ترین داروهای است که جهت درمان درد و تب به کار می رفته است. پوست درخت بید نیز سالها به همین منظور به کار رفته است. در سال ۱۷۶۳ رورند ادموند استون موفقیت خود را در درمان تب با استفاده از پودر پوست درخت بید اظهار داشت. او متوجه شد که تلخی مزه پوست بید شبیه مزه پوست سین کونا، که منبع کینین است، می باشد. جزء فعال پوست بید، سالیسین است که با آبکافت آن سالیسیلیک اسید به دست می آید. بعدها از منابع طبیعی دیگر نیز سالیسین تهیه شد. سالیسیلیک اسید در سال ۱۸۵۳ ساخته شد ولی تا ۱۸۹۹ مورد استفاده قرار نگرفت. در این زمان بود که متوجه شدند این دارو در درمان آرتريت مؤثر بوده و به خوبی توسط بیماران تحمل می شود. نام آسپرین از نام آلمانی این ترکیب یعنی *Acetylsalicylsäure* گرفته شده است. آسپرین به خاطر قیمت ارزانتر و تأثیر بیشتر به سرعت جانشین فراورده های طبیعی مورد استفاده در آن هنگام شد و برای بیش از ۹۰ سال به عنوان یکی از رایج ترین داروهای مورد استفاده باقی ماند. سازنده اولین قرص آسپرین، فردریک بایر در سال ۱۸۲۵ به دنیا آمد. آسپرین به عنوان داروی مسکن، تب بر، ضد روماتیسم (ضد تورم، به ویژه برای درد مفاصل) و به عنوان مهار کننده تجمع پلاکتی مصرف می شود. گرچه داروی پر مصرفی است ولی دارای اثرات جانبی ناخواسته، به خصوص سوزش معده و حتی خونریزی است. تحقیقات نشان می دهند که استفاده از آسپرین یا داروهای حاوی آسپرین در کودکانی که بیماری ویروسی دارند یا به تازگی از یک بیماری ویروسی بهبود پیدا کرده اند، می تواند منجر به بروز سندرم رای (یک نوع بیماری مغزی) شود. به دلیل این اثرات نامطلوب، به تدریج استفاده از سایر مسکن ها مانند استامینوفن (تیلنول) افزایش یافته است.

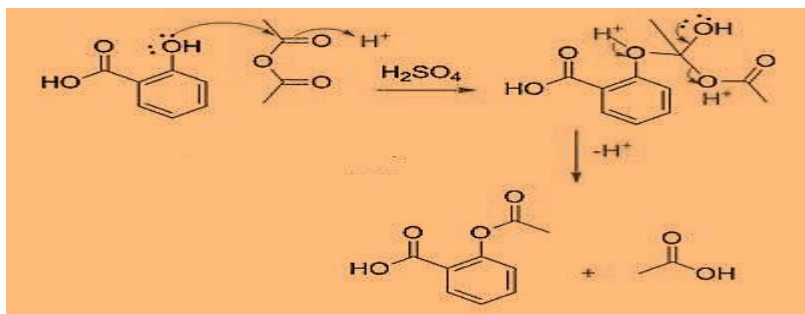
قرص های آسپرین حدوداً ۳/۲ گرم وزن دارند که ۰/۳۲ گرم آن استیل سالیسیلیک اسید به همراه نشاسته است.

واکنش تهیه آسپرین به صورت زیر است:





مکانیسم واکنش هم به صورت زیر است:



روش کار:

- ۱- ۲ گرم سالیسیلیک اسید را در یک ارلن مایر ۱۲۵ لیتری بریزید.
- ۲- ۵ mL استیک انیدرید اضافه کنید، سپس ۵ قطره سولفوریک اسید غلیظ اضافه کنید (احتیاط کنید سولفوریک اسید بسیار خورنده است) و ظرف را تکان دهید تا سالیسیلیک اسید کامل حل شود.
- ۳- ظرف را به مدت ۱۵ دقیقه در آب 60°C قرار دهید و گهگاهی مخلوط را هم بزنید.
- ۴- ۵۰ mL آب مقطر اضافه کنید و محلول را در یک حمام یخ قرار دهید تا بلورها تشکیل شوند. (اگر رسوب نکرد دیواره را با یک همزن شیشه‌ای خراش دهید.)
- ۵- ماده جامد را صاف کنید. حال باید محصول را خالص کنید.

دو روش جهت خالص سازی وجود دارد:

➤ روش اول (خلوص بالا، بهره پایین):

- ۱- بلورها را چندین بار با آب سرد بشوید. سپس این محصول را برای وجود سالیسیلیک اسید با آهن (III) بیازمایید. (آزمون آهن (III): ۱۰ قطره محلول ۱٪ FeCl_3 را به یک لوله آزمایش حاوی چند میلی گرم از ماده که داخل ۵ میلی لیتر آب حل شده است اضافه کنید و تغییر رنگ را مشاهده کنید. رنگ بنفش نشان دهنده وجود ترکیبات فنولی مانند سالیسیلیک اسید است.)
- ۲- محصول را به یک بشر منتقل کرده و ۲۵ mL محلول اشباع NaHCO_3 به آن اضافه کنید تا خروج گاز CO_2 متوقف شود.



- ۳- محصول را صاف کنید تا ناخالصی های جامد یا بسپاری که ممکن است تشکیل شود از محلول جدا شوند.
- ۴- در یک بشر مقدار ۳/۵ میلی لیتر HCl در ۱۰ میلی لیتر آب ریخته، با احتیاط و با به هم زدن محلول را کم کم اضافه کنید و در نهایت توسط کاغذ pH مطمئن شوید که محلول اسیدی است، در این شرایط آسپرین رسوب می کند.
- ۵- جامد به دست آمده را صاف کنید و بلورها را با ۵ mL آب سرد بشوید.

➤ روش دوم (خلوص پایین، بهره بالا):

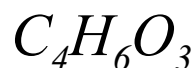
- ۱- ماده جامد به دست آمده (آسپرین) را در ارلنی ریخته و ۶ میلی لیتر اتانول و ۱۴ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید.
- ۲- حال ارلن را درون حمام آب، گرم کنید تا جامد کاملاً حل شود.
- ۳- سپس مخلوط را به آرامی خنک کنید تا بلورهای سوزنی آسپرین تشکیل شود.
- ۴- بلورها را صاف کرده و بگذارید خشک شود.
- ۵- نقطه ذوب آن را به دست آورید.

نتایج کار:

	وزن آسپرین
	نقطه ذوب
	بهره



Acetic anhydride



Reduced labelling (≤ 125 ml)

Hazard pictograms



Signal word
Danger

Hazard statements

H314 Causes severe skin burns and eye damage.

Precautionary statements

P280 Wear protective gloves/ protective clothing/ eye protection/ face protection.

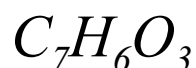
P301 + P330 + P331 IF SWALLOWED: Rinse mouth. Do NOT induce vomiting.

P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.

P308 + P311 IF exposed or concerned: Call a POISON CENTER or doctor/ physician.



Salicylic acid



Reduced labelling (≤ 125 ml)

Hazard pictograms



Signal word
Danger

Hazard statements

H318 Causes serious eye damage.

Precautionary statements

P280 Wear eye protection.

P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.

P313 Get medical advice/ attention.





Sulfuric acid



Hazard pictograms



Signal word
Danger

Hazard statements
H314 Causes severe skin burns and eye damage.

Precautionary statements
P280 Wear protective gloves/ protective clothing/ eye protection/ face protection.
P301 + P330 + P331 IF SWALLOWED: rinse mouth. Do NOT induce vomiting.
P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.
P309 + P310 IF exposed or if you feel unwell: Immediately call a POISON CENTER or doctor/physician.

.....

Sodium hydrogen carbonate



This substance is not dangerous according to GHS.



Hydrochloric acid

HCl



Hazard pictograms



Signal word
Danger

Hazard statements
H314 Causes severe skin burns and eye damage.

Precautionary statements
P280 Wear protective gloves/ protective clothing/ eye protection/ face protection.
P301 + P330 + P331 IF SWALLOWED: rinse mouth. Do NOT induce vomiting.
P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.
P309 + P310 IF exposed or if you feel unwell: Immediately call a POISON CENTER or doctor/physician.

.....

Ethanol

C_2H_6O



Hazard pictograms



Signal word
Danger



Iron(III) chloride



Hazard pictograms



Signal word Danger

Hazard statements

H318 Causes serious eye damage.

Precautionary statements

P280 Wear eye protection.

P305 + P351 + P338 IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.

P313 Get medical advice/ attention.



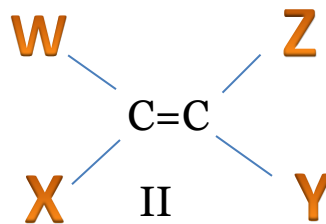
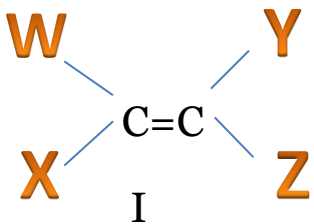
ایزومری شدن

هدف آزمایش: تبدیل ایزومر سیس به ترانس

تئوری ایزومری شدن

دو ترکیب که فرمول مولکولی یکسان ولی آرایش اتمی متفاوت داشته باشد ایزومر (یا همپار) نامیده می‌شوند. به عبارتی ترکیباتی که دارای فرمولهای بسته مشابه ولی فرمول های گسترده متفاوت باشند را ایزومری می‌گویند. چنین ترکیباتی در خواص شیمیایی و فیزیکی باهم تفاوت دارند. این اصطلاح از واژه یونانی isos به معنای هم و meros به معنای پاره یا تکه گرفته شده است.

در ترکیباتی با پیوند دو گانه بین کربن ($C=C$) اتم ها همه در یک صفحه قرار گرفته اند و در نتیجه چرخش حول پیوند دو گانه ممکن نیست. مثلاً در مولکول $WXC=CYZ$ وقتی ایزومری به وجود می‌آید که $W \neq Z$ و $Y \neq Z$ باشد.



این دو ایزومر را دیاتومر می‌گویند.

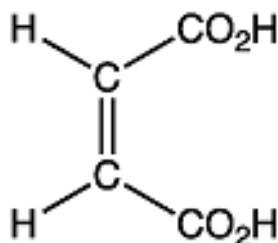
دو نام مختلف برای این ایزومرها تعیین شده است: سیس و ترانس.

وقتی $W=Y$ باشد، مولکول I را سیس و مولکول II را ترانس می‌گویند.

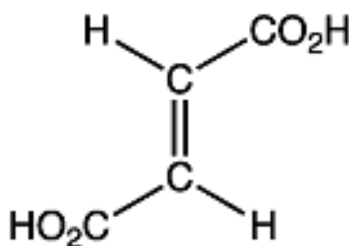
با اضافه شدن پیوند دو گانه تعداد ایزومرها نیز افزایش می‌یابد. اگر n تعداد پیوند دو گانه باشد تعداد ایزومرها برابر با 2^n خواهد بود.



در بسیاری از موارد به این گونه ایزومرها نام های خاص داده اند مانند مالتیک اسید و فوماریک اسید که دارای خواص بسیار متفاوتند و به همین جهت این دو ایزومر نام های متفاوتی هم دارند، چون تقارن در حالت ترانس بیشتر از حالت سیس است در نتیجه نقطه ذوب آن بالاتر و حلال پذیری این ایزومر کمتر نسبت به ایزومر سیس در حلال های خنثی است.



مالتیک اسید



فوماریک اسید

اختلاف دیگر این دو ایزومر در چگالی هایشان است و اختلاف دیگر این ایزومرها در قدرت اسیدی، نقطه جوش و طیف آن هاست.

البته همیشه استثنا وجود دارد و گاهی اتفاق می افتد که ایزومر سیس از ایزومر ترانس پایدارتر شود.

راههایی وجود دارد که می توان تخمین زد کدام ایزومر سیس و کدام ترانس است:

۱. پرتو ایکس

۲. پراش الکترون

۳. طیف IR، UV و NMR

۴. راه دیگر از طرق گشتاور دوقطبی است. ایزومر سیس دارای گشتاور دوقطبی است ولی ایزومر ترانس فاقد آن است.

در این آزمایش ایزومر مالتیک اسید را به فوماریک اسید تبدیل می کنیم. مالتیک اسید و فوماریک اسید دو اسید دی کربوکسیلیک هستند. (اسیدهای دی کربوکسیلیک همگی جامدند).

ایزومر ترانس (فوماریک اسید) پایدارتر از ایزومر سیس (مالتیک اسید) است. در این آزمایش هدف تبدیل ایزومر سیس به ترانس است. این تبدیل مستلزم چرخش حول پیوند دوگانه است که به انرژی زیادی نیاز دارد. با استفاده از کاتالیزگر اسید پیوند دوگانه شکسته شده و چرخش حول پیوند C-C انجام می شود و نهایتاً به ایزومر پایدارتر ترانس می رسد.



مالئیک اسید در اثر گرما تبدیل به یک انیدرید حلقوی می شود. گرمای سوختن فوماریک اسید در حدود ۷ کیلو کالری کمتر از گرمای سوختن مالئیک اسید است در نتیجه پایداری فوماریک اسید (ایزومر ترانس) بیشتر از مالئیک اسید (ایزومر سیس) است.

روش کار

- ابتدا در یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری ۵ گرم مالئیک اسید ریخته و به آن ۵ میلی لیتر آب اضافه می کنیم.
 - سپس به مخلوط ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ اضافه می کنیم.
 - حال بالن را به یک چگالنده متصل کرده و به آرامی شروع به گرما دادن می کنیم.
 - پس از چند دقیقه حرارت، بلورهای فوماریک اسید تشکیل خواهد شد. بهتر است تا ۳۰ دقیقه گرما دادن را ادامه دهیم.
 - محتویات بالن را به دمای محیط رسانده، پس از سرد کردن در آب سرد، بلورهای حاصل را صاف می کنیم و می گذاریم در هوا خشک شوند.
- محصول واکنش فوماریک اسید است. آن را وزن نموده و بهره واکنش را حساب می کنیم.

نتایج کار

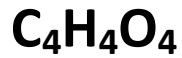
وزن ماده اولیه


وزن محصول

بهره




Maleic acid



Hazards	
MSDS	MSDS from J. T. Baker
EU classification	Harmful (Xn)
R-phrases	R22 R36/37/38
S-phrases	(S2) S26 S28 S37
NFPA 704	

Formic acid



Hazards	
MSDS	External MSDS
R-phrases	R10 R35
S-phrases	(S1/2) S23 S26 S45
Main hazards	Corrosive; irritant; sensitizer.
NFPA 704	
Flash point	69 °C (156 °F; 342 K)
Explosive limits	14–34%
LD ₅₀	700 mg/kg (rat, oral)



استخراج کافئین از چای

هدف آزمایش: استخراج کافئین از چای

مقدمه:

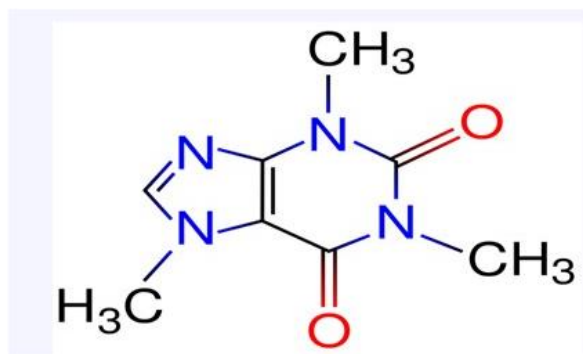
چای دومین نوشیدنی معروف و محبوب مردم در سرتاسر دنیا (پس از آب) است. گفته می شود بین (۱۸ تا ۲۰) میلیارد فنجان چای هرروز در این سیاره مصرف می شود. اولین بار چای در جنگل های آسام هندوستان رشد کرد، ولی مردمان آن نواحی تا سال ها از خاصیت های این گیاه اطلاعات چندانی نداشتند. بعدها چینی ها که از چگونگی مصرف آن با اطلاع بودند سرمشق هندوها قرار گرفتند و هندوان از چینی ها عملیات مختلف کشت چای و حتی فراوری آن را اقتباس کردند.

اولین بار یک نفر چینی نمونه های مختلفی از بوته چای را به اروپا ارسال کرد که مورد استقبال قرار گرفت ولی به واسطه گرانی در آن زمان چای در اروپا جنبه اشرافی پیدا کرده و بیشتر متمولان از آن استفاده قرار می کردند و گاهی آن را برای درمان بعضی از بیماری ها به کار می بردند.

چای را به عربی شای و به زبان ایتالیایی و فرانسوی و چینی ته، و به آلمانی و انگلیسی تی، و در اصطلاح علمی تنا گویند و آن عبارت از دم کرده قرمز رنگی است که در نتیجه تغییر شکل دادن برگ های جوان *Thea Sinensis* به دست می آید. طعم مطبوع و تلخ آن برای خیلی ها دلپذیر است و تمام این خصوصیات ناشی از ترکیبات شیمیایی آن است. این مواد عبارتند از آمینواسیدها، کربوهیدرات ها، یون های معدنی، کافئین و ترکیبات پلی فنولی که گاهی به اشتباه تانین خوانده می شود. کافئین یکی از مهم ترین مواد شیمیایی موجود در چای است و به عنوان یک محرک ملایم عمل می کند.

تئوری استخراج کافئین

در این آزمایش کافئین از برگ چای جداسازی خواهد شد. کافئین دارای فرمول مولکولی زیر است:





مشکل عمده در این جداسازی این است که کافئین تنها ترکیب موجود در برگ چای نیست و سایر ترکیبات طبیعی نیز همراه کافئین وجود دارند. کافئین فقط ۳ الی ۵ درصد برگ خشک چای را تشکیل می دهد. کافئین در 80°C به اندازه ۱۸ گرم در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل می شود و در 20°C به اندازه ۲/۲ گرم در ۱۰۰ میلی لیتر آب محلول است، همین ترکیب در ۱۰۰ میلی لیتر کلروفورم به میزان ۱۸ گرم حل می شود. قسمت عمده برگ چای سلولوز است، که بسیاری (پلیمری) از گلوکوز می باشد. سلولوز در آب نامحلول است، ولی کافئین در آب کم و بیش محلول است. لذا حضور سلولوز مشکلی در روند جداسازی و استخراج ایجاد نمی کند. تانن ها نیز در داخل برگ چای وجود دارند و در آب محلول هستند. تانن ها ترکیبات فنولی با وزن مولکولی ۳۰۰ الی ۵۰۰۰ هستند. تانن ها به دو دسته قابل آبکافت و غیر قابل آبکافت تقسیم می شوند. دسته اول در اثر آبکافت، تولید گالیک اسید و گلوکوز می کنند.

استخراج روشی است برای جداسازی که مستلزم انتقال جسمی از یک فاز به فاز دیگر است. در بعضی مواقع لازم است برای بازیابی یک جسم آلی از محلول آبی از راه هایی غیر از تقطیر استفاده شود. یکی از این راه ها تماس دادن محلول آبی با یک حلال امترج ناپذیر با آب است. اگر حلال خاصیت جداسازی داشته باشد بیشتر مواد آلی از لایه آبی به حلال آلی (حلال امترج ناپذیر با آب) انتقال پیدا می کند. روش استخراج مایع - مایع در جدا کردن ترکیبهای آلی از مخلوط مصرف بسیار زیادی دارد. یکی از خواص حلال که برای استخراج به کار برده می شود این است که حل پذیری آن در آب و یا هر ماده دیگری که جسم آلی را در خود حل کرده کم باشد و یا بهتر از آن اینکه اصلاً حل نشود. همچنین باید فرار باشد تا به راحتی بتوان آن را از ترکیب یا ترکیبات آلی استخراج شده، تقطیر نمود. با توجه به مطالب فوق جسم استخراج شونده باید در حلال استخراج کننده به خوبی حل شود و قابلیت انحلال در این حلال خیلی بیشتر از آب باشد. ضمناً حلال استخراج کننده نباید هیچ نوع واکنشی با آب یا مواد قابل استخراج بدهد.



روش کار:

- ۵ گرم چای خشک و ۵ گرم پودر کلسیم کربنات را به ارلن ۲۵۰ میلی لیتری انتقال می دهیم.
- ۵۰ میلی لیتر آب به ارلن اضافه می کنیم.
- ارلن را روی سه پایه و شعله گذاشته تا به جوش آید. (بهرتر است ارلن را به وسیله گیره به پایه وصل کنیم).
- پس از به جوش آمدن ۱۰ الی ۱۵ دقیقه گرما را ادامه می دهیم. (درحین جوشیدن حدود ۱۵ الی ۲۰ میلی لیتر آب می توانید به ارلن اضافه کنید درحین گرم کردن با یک همزن مدام هم می زنیم).
- سپس محتویات درون ارلن را صاف می کنیم. کمی آب گرم بر روی صافی ریخته تا همه مواد منتقل شود.
- مایع زیر صافی را به دکانتور ۲۵۰ میلی لیتری انتقال داده و ۳۰ میلی لیتر کلروفرم به آن اضافه می کنیم.
- درب دکانتور را بسته و دکانتور را آرام تکان می دهیم تا مواد داخل آن مخلوط شوند. (اگر شدید هم زده شود، تشکیل امولسیون داده و جدا کردن دو فاز ممکن است ساعت ها طول بکشد). فاز بالایی فاز آبی و فاز پایینی فاز آلی است.
- فاز آلی را درون لوله آزمایش بزرگ انتقال می دهیم.
- فاز آبی را به دکانتور انتقال داده و به آن مجدداً ۳۰ میلی لیتر کلروفرم اضافه کرده و مانند مرحله قبل فاز آلی را جدا کرده و به همان لوله آزمایش اضافه می کنیم. (نکته: فاز آلی حاوی کافئین است).
- لوله آزمایش حاوی کافئین را تحویل می دهیم.



Chloroform



Hazards	
MSDS	External MSDS
GHS pictograms	
GHS signal word	Warning
GHS hazard statements	H302 , H315 , H319 , H332 , H336 , H351 , H361 , H373
GHS precautionary statements	P261 , P281 , P305+351+338
EU classification	Xn Xi Carc. Cat. 2B
R-phrases	R22 , R38 , R40 , R48/20/22
S-phrases	(S2) , S36/37
NFPA 704	
Flash point	Non-flammable
U.S. Permissible exposure limit (PEL)	50 ppm (240 mg/m ³) (OSHA)
LD ₅₀	1250 mg/kg (rats, oral)

Calcium carbonate



Hazards	
MSDS	ICSC 1193
EU Index	Not listed
NFPA 704	
Flash point	825 °C (1,517 °F; 1,098 K)
LD ₅₀	6450 mg/kg (oral, rat)



سنتز رنگینه

هدف آزمایش: سنتز آزمایشگاهی نارنجی β -نفتول

مبانی نظری سنتز رنگینه

هنر رنگرزی مربوط به زمان های خیلی دور است و ابتدا از رنگ های طبیعی که معمولاً از گیاهان استخراج می شدند برای رنگ کردن اشیاء و اجسام مختلف استفاده می کرده اند. بعدها به تدریج رنگ های سنتزی وارد بازار شدند که هم تنوع رنگ ها و هم دسترسی به آن ها را راحت تر کردند. امروزه بیشتر از رنگ های آزو در صنعت استفاده می شود.



رنگهای آزو دار از معروف ترین و معمول ترین نوع

رنگ هایی هستند که امروزه نیز مصرف می شوند این نوع رنگ ها برای رنگ آمیزی انواع پارچه ها و مواد غذایی مصرف می شوند. این ترکیبات همچنین در ساخت جوهر های نوشتنی نیز به کار می روند. رنگ های آزوئیک دارای ساختمان عمومی با فرمول $Ar-N=N-Ar'$ می باشند. وجود عامل $N=N$ که به آن گروه آزو می گویند عامل رنگ در این ترکیبات است. برای تهیه گروه آزو یک آمین حلقوی را با نیتروز و اسید واکنش می نمایند. در این عمل یک یون دی آزونیم به صورت حد واسط تشکیل می شود. این فرایند را دی آزویی شدن می نامند.



یون آزونیم کمبود الکترون داشته و یک ماده آروماتیک که دارای چگالی الکترونی است (هسته دوست) می تواند کمبود الکترونی آن را جبران نماید. البته اگر این ترکیب آروماتیک دارای استخلاف هایی نظیر گروه های فنولی یا آمینی باشد به علت این که این استخلاف ها چگالی الکترونی حلقه آروماتیک را دو چندان می کنند در نتیجه مؤثرتر عمل می نمایند.

جفت کردن یک آمین و یا یک فنول به یون دی آزونیم جفت دی آزونیم نامیده می شود.

معمولاً عمل جفت شدن آمین ها و فنول ها با یون آزونیم در موقعیت پارا صورت می گیرد مگر این که موقعیت پارا مسدود باشد.



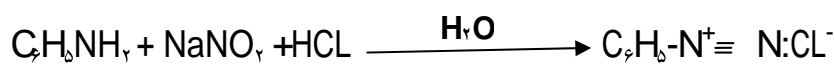
گروه های الکترون کشنده موجود در حلقه سبب کندی و یا توقف عمل جفت شدن می شود. مسئله pH در این واکنش چه اثر فنول استفاده شود و چه از آمین بسیار مهم و حیاتی است. برای آمین ها باید محیط یا اسیدی ضعیف و یا خنثی باشد. آمین ها در شرایط محیط ضعیف اسیدی به صورت غیر یونی در آمده و استخلاف بعدی آن ها در موقعیت ارتو و پارا خواهد بود. اگر محیط اسیدی شدید باشد واکنش اتفاق نخواهد افتاد، زیرا غلظت آمین آزاد بسیار کم خواهد شد. فنول ها در شرایط قلیایی ضعیف تبدیل به یون های فنوکسید فعال شده چون خود فنول ها به اندازه کافی فعال نیستند. اگرچه فنول ها و آمین هادر محیط قلیایی زیاد واکنش نمی دهند زیرا یون دی آزونیم به دی آزو هیدروکسید تبدیل می گردد یعنی $Ar-N=N-OH$. آمین های نوع اول و دوم از ناحیه نیتروژن نیز ممکن است مورد حمله قرار گیرند.

نمک دی آزونیم از طریق جابه جایی یک هیدروژن آروماتیک حاصل می شود و واکنش اساساً فقط به گروه های استخلاف شده روی حلقه بستگی خواهد داشت.

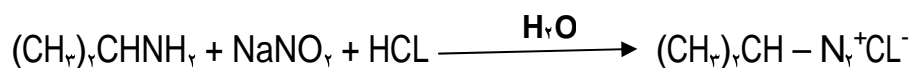


در اثر نیتريت اسيد روی آمین های حلقوی و یا زنجیره ای محصولات مفیدی حاصل می شود. نمک اسیدی یک آمین نوع اول آروماتیک وقتی در محلول آبی و سرد سدیم نیتريت وارد شود نیتروژن متصاعد نمی کند. در صورتی که آمین های زنجیره ای نوع اول با این عمل نیتروژن آزاد می سازند.

درعین حال حاصل واکنش دوم تشکیل یک نمک دی آزونیم محلول در آب است.



نمک جامد



ناپایدار

تشکیل نمک دی آزونیم فقط در خصوص آمین های نوع اول مطرح می شود چون آمین های نوع دوم و سوم تشکیل N-Nitroso می دهند.

نمک دی آزونیم بعد از تشکیل وارد واکنش های بعدی می شود. یعنی نمی توان نمک آن را از مخلوط واکنش به تنهایی جدا نمود.

نمک دی آزونیم سه نوع واکنش را انجام می دهد:



نوع اول: جابه جایی گروه دی آزونیم با یک گروه دیگر که معمولاً با آزاد شدن گاز N_2 همراه است.

نوع دوم: جفت شدن حلقه حامل $N \equiv N$ با یک حلقه آروماتیک دیگر.

نوع سوم: کاهش جزئی و یا کامل گروه دی آزونیم.

روش کار

مرحله ۱: تهیه پارادی آزون بن سولفونات

- ۱- در ارلن ۲/۵ گرم سولفانلیک اسید به فرمول $C_6H_7NSO_3$ وزن کنید و ۶ میلی لیتر سدیم هیدروکسید $2N$ به آن اضافه نمایید تا حل شود.
- ۲- در یک بشر ۱ گرم سدیم نیتريت وزن کرده و به آن ۱۲ میلی لیتر آب به آن بیفزایید.
- ۳- محتوی بشر را به ارلن اضافه کنید.
- ۴- محلول حاصل را به مدت ۵ دقیقه در ظرف یخ سرد نمایید.
- ۵- ۱۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید $4N$ را به محلول سرد شده اضافه نمایید. حاصل را به خوبی به هم بزنید و همچنین در یخ نگهدارید. در این حال پارادی آزون بن سولفونات تشکیل شده است.

مرحله ۲: تشکیل نارنجی β - نفتول با محصول مرحله ۱

- ۱- به محصول مرحله ۱، به سرعت و همراه هم زدن، محلولی قلیایی از β - نفتول (۲ گرم در ۲۵ میلی لیتر هیدروکسید $2N$) اضافه نمایید.
- ۲- محصول را از یخ خارج کرده و بگذارید به دمای اتاق برسد. پس از مدتی، بلورهای نمک سدیم رنگ آزو تشکیل می شوند.
- ۳- به آن ۱۰ میلی لیتر نمک اشباع اضافه کرده. ۵ دقیقه به حال خود گذاشته تا رسوب گیری کامل شود.
- ۴- رسوب ها را صاف کنید.
- ۵- رسوب حاصل را درون ارلن ریخته و به آن ۵ تا ۸ میلی لیتر آب گرم اضافه کرده تا حل شود (حداقل آب ممکن)
- ۶- به اندازه ۲ برابر آب اضافه شده به ارلن بالا اتانول اضافه کنید. (۱۰ تا ۱۵ میلی لیتر)
- ۷- کم کم بلور ها شروع به تشکیل شدن می کنند. (می توان از یخ برای خنک کردن هم استفاده کرد)
- ۸- بلور ها را صاف کنید.
- ۹- پس از خشک شدن، آن را توزین کنید.



نتایج کار:

وزن ماده اولیه	وزن رنگ	بهره



Sulfanilic acid



Section 3: Hazards Identification

Potential Acute Health Effects:

Very hazardous in case of ingestion. Hazardous in case of skin contact (irritant), of eye contact (irritant), of inhalation.

Potential Chronic Health Effects:

Very hazardous in case of ingestion. Hazardous in case of skin contact (irritant), of eye contact (irritant), of inhalation. CARCINOGENIC EFFECTS: Not available. MUTAGENIC EFFECTS: Not available. TERATOGENIC EFFECTS: Not available. DEVELOPMENTAL TOXICITY: Not available. The substance is toxic to blood, the nervous system, liver. Repeated or prolonged exposure to the substance can produce target organs damage.

sodium nitrite



Section 3: Hazards Identification

Potential Acute Health Effects:

Very hazardous in case of eye contact (irritant), of ingestion, of inhalation. Hazardous in case of skin contact (irritant). Slightly hazardous in case of skin contact (permeator). Prolonged exposure may result in skin burns and ulcerations. Over-exposure by inhalation may cause respiratory irritation. Severe over-exposure can result in death. Inflammation of the eye is characterized by redness, watering, and itching.

Potential Chronic Health Effects:

CARCINOGENIC EFFECTS: Not available. MUTAGENIC EFFECTS: Mutagenic for mammalian somatic cells. Mutagenic for bacteria and/or yeast. TERATOGENIC EFFECTS: Classified POSSIBLE for human. DEVELOPMENTAL TOXICITY: Classified Reproductive system/toxin/female, Reproductive system/toxin/male [POSSIBLE]. The substance may be toxic to blood, cardiovascular system, Smooth Muscle. Repeated or prolonged exposure to the substance can produce target organs damage. Repeated exposure to a highly toxic material may produce general deterioration of health by an accumulation in one or many human organs.



سنتز ایزوپنتیل استات (اسانس موز)

هدف آزمایش: سنتز ایزوپنتیل استات (اسانس موز)

مبانی نظری سنتز اسانس موز

مفهوم استری شدن (Esterification):

واکنش یک الکل با کربوکسیلیک اسید (اسید آلی) را که منجر به تولید ترکیبی به نام استر می‌شود، استری شدن می‌نامند. واکنش استری شدن، واکنشی است تعادلی که در حضور مقادیر کم اسیدهای معدنی انجام می‌شود و با تولید آب همراه است.

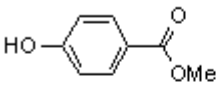
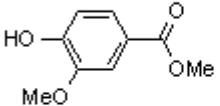
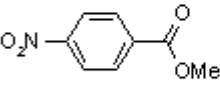
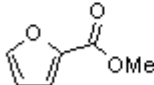
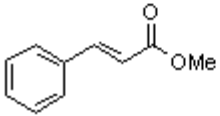
خواص استرها:

استرها ترکیب‌هایی با فرمول غالباً فرار و معطرند و بوی خوشایند بسیاری از گلها و میوه‌ها، به علت وجود این ترکیب در آن‌هاست. مثلاً ایزوپنتیل استات، بوی موز و ایزوپنتیل والرات، بوی سیب دارد. بوی بد کره فاسد (کره ترش شده) به علت وجود بوتیریک اسید در آن است. از واکنش این اسید با اتیل الکل، استر بوتانات اتیل به دست می‌آید که دارای مزه و طعم خوشایند آناناس است. خیلی از استرها مانند اتیل استات و بوتیل استات به عنوان واکنشگر و یا حلال و نرم کننده رزینها در آزمایشگاهها و صنعت استفاده می‌شوند. همچنین چربی و روغن‌ها و موم‌هایی که در طبیعت یافت می‌شوند، حاوی استرهایی با جرم مولکولی بالا هستند که به لیپید معروف اند.

واکنش استری شدن:

اولین و قدیمی‌ترین روش سنتز استرها، واکنش اسیدهای آلی با الکل‌ها در حضور

اسید معدنی (معمولاً سولفوریک اسید به عنوان کاتالیزگر است. با این روش، می‌توان خیلی از استرها را به طور مستقیم سنتز نمود این روش "واکنش فیشر Fisher" نامیده می‌شود. روشهای دیگری نیز برای تولید استر وجود دارد. برای نمونه، الکلها و آلکانها با کلرواسیدها واکنش می‌دهند و استر مربوط را تولید می‌نمایند و یا نمکهای دی‌آزونیوم، کربوکسیلیک اسیدها را به استرهای مربوط تبدیل می‌کنند.

Product	t (h)	Yield (% GC [isol.])
	2.5	100 [97]
	6.0	83
	0.5 (reflux)	100 [96]
	2	100
	2 (reflux)	95

نمونه‌هایی از چند استر

واکنش فیشر عمومی ترین روش تولید استر است که آن را در حالت کلی می توان به صورت زیر نشان داد:



R , R' گروه های آلکیل هستند.

در نگاه نخست ، این واکنش شبیه واکنش اسید و باز است. ولی در واقع ، این دو واکنش بسیار متفاوت اند. در واکنشهای اسید و باز ، واکنش یک طرفه و بسیار سریع است. در حالیکه تشکیل استر ، واکنشی کند و برگشت پذیر است و به همین دلیل ، از کاتالیزگر سولفوریک اسید غلیظ در تهیه استر استفاده می شود. سرعت واکنش استری شدن بدون استفاده از کاتالیزگر به قدری کم است که حتی در دمای بالا ، برقراری حالت تعادل ممکن است هفته ها طول بکشد.

همچنین باید توجه داشت که در واکنش استری شدن ، H از مولکول الکل و OH از مولکول اسید در تشکیل آب شرکت می کنند. این موضوع ، با دو روش زیر به اثبات رسیده است:

الف) استفاده از اسیژن نشان دار

اگر در واکنش استری شدن ، اسیژن الکل ، پرتوزا باشد، بررسی محصولات واکنش نشان می دهد که آب حاصل ، دارای اسیژن پرتوزا نیست، بلکه اسیژنی پرتوزاست که در ساختار استر حاصل وارد شده است. اگر در واکنش استری شدن به جای یک الکل ، یک تیول به کار برده شود، بررسی ساختار حاصل نشان می دهد که اتم گوگرد ، در ساختار استر وارد و یک تیواستر حاصل می شود.

تیولها ترکیباتی شبیه الکل ها هستند که به جای عامل OH عامل SH دارند.

ب) عوامل موثر بر واکنشی تعادلی استری شدن

اثر دما

به طور کلی ، افزایش دما ، سامانه های در حال تعادل را در جهت واکنش گرماگیر و کاهش دما ، آن را در جهت واکنش گرمازا جابه جا می کند (طبق اصل لوشاتولیه). از آنجا که واکنش استری شدن ، با تغییر دمای محسوسی همراه نیست. از این رو افزایش یا کاهش دما در جابه جایی تعادل استری شدن تاثیر قابل توجهی ندارد. ولی با توجه به اینکه افزایش دما ، سرعت واکنش را در هر دو جهت زیاد می کند، از این رو ، زمان رسیدن به حالت تعادل را کاهش می دهد و به بیان دیگر ، سامانه را زودتر به حالت تعادل می رساند .



اثر غلظت

با توجه به اصل لوشاتلیه، چون افزایش غلظت هر یک از مواد موجود، در حالت تعادل، موجب جابه جا شدن تعادل در جهت مصرف شدن آن ماده می‌شود، از این رو، افزایش غلظت اسید یا الکل یا هر دوی آنها در حالت تعادل، واکنش را در جهت تشکیل استر جابه جا می‌کند. در مقابل، افزایش آب، تعادل را در جهت مصرف شدن استر پیش می‌برد. با استفاده از رابطه ثابت تعادل K ، می‌توان مقدار هر یک از مواد را در حالت تعادل محاسبه کرد.

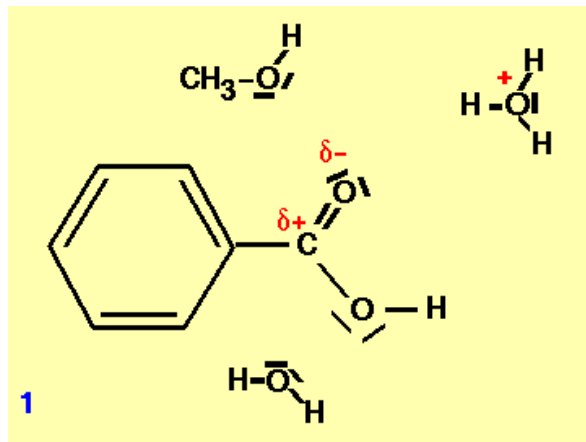
اثر کاتالیزگر

همان طور که گفته شد، واکنش استری شدن بسیار کند است. با افزایش دما یا افزودن مقدار کمی اسید معدنی (معمولاً سولفوریک اسید) که تولید H^+ زیادی می‌نماید، سرعت استری شدن را می‌توان افزایش داد. از آنجایی که کاتالیزگر، سرعت واکنشهای مستقیم و معکوس را به یک اندازه تغییر می‌دهد، وجود H^+ در جابجا کردن تعادل تاثیری ندارد، اما زمان رسیدن به تعادل را کوتاهتر می‌کند.

آبکافت استرها

عکس واکنش استری شدن، آبکافت (هیدرولیز) نامیده می‌شود. این واکنش هم در محیط اسیدی و هم در محیط قلیایی انجام می‌پذیرد.

- آبکافت استر در مجاورت اسیدهای معدنی، منجر به تشکیل اسید و الکل مربوط می‌شود. (عکس واکنش استری شدن)
- آبکافت استر در محیط قلیایی، موجب تشکیل یک نمک از کربوکسیلیک اسید و الکل مربوط می‌شود. این واکنش را اغلب صابونی شدن استر می‌نامند، زیرا نمک های فلزی کربوکسیلیک اسید را به نام صابون می‌شناسند و سده ها از این فرایند در صابون سازی استفاده شده است.



مقایسه اسید و استر

- مولکول اسیدها قطبی بوده و بین آنها، پیوند هیدروژنی وجود دارد. در صورتی که استرها تقریباً غیر قطبی اند و به همین دلیل است که استرها عموماً فرار بوده و نقطه جوش آنها از نقطه جوش اسید هم کربن، پایین تر است.
- اسیدها با فلزات، گاز هیدروژن آزاد می‌کنند. اما استرها چنین خاصیتی را ندارند.
- اسیدها با بازها، نمک و آب می‌دهند، اما استرها با بازها، نمک و الکل می‌دهند.

ترتیب فعالیت اسیدها و الکلها در واکنش استری شدن

از آنجاکه فرایندهای استری شدن، برگشت پذیر تعادلی هستند، در مواقعی که اسید یا الکل به کار رفته ارزان قیمت باشد، می‌توان مقدار یکی از واکنشگرها را چند برابر دومی انتخاب کرد و تعادل را به نفع تشکیل محصول بیشتر جابه‌جا کرد و استر بیشتری به دست آورد. گاهی برای حصول نتیجه بهتر می‌توان یکی از محصولات را از محیط خارج کرد و در نتیجه واکنش را به سمت تشکیل محصول بیشتر سوق داد.

مثلاً در تهیه دی‌اتیل آدیپات از آدیپیک اسید و اتانول، می‌توان از تولوئن استفاده نمود و با استفاده از ستون تقطیر، آب حاصل از واکنش را به صورت آزنوتروپ همراه تولوئن و در 75°C تقطیر کرد و از محیط خارج نمود و استر را با بهره ۹۷-۹۵٪ به دست آورد.

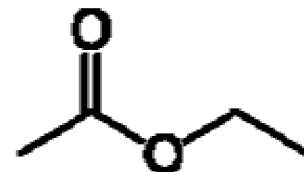
به طور کلی در واکنش استری شدن ترتیب فعالیت اسیدها و الکلها به قرار زیر است:



الکل نوع سوم > الکل نوع دوم > الکل نوع اول > متانول



سنتز اتیل استات



اتیل استات مایعی بی رنگ، فرار و آتشگیر است که بوی مطبوعی دارد. در آب محلول است و حلالیت آن با افزایش دما کاهش می یابد. همچنین با الکل، استون، کلروفرم و اتر امتزاج پذیر است.

از اتیل استات در فرمولاسیون مرکب های چاپ، چسب، لاک ها، پاک کننده ها، عطرها، خوشبو کننده ها، ورنی های الکلی و آبنبات های شفاف و شیشه ای به مقدار زیادی استفاده می شود. همچنین حلال مناسبی برای انواع رزینها است. اتیل استات حلال نیترات سلولوز است که در ساخت محصولاتی از جمله چرم مصنوعی، ورنی، مرکب، سیمان و فیلم عکاسی استفاده می شود. به منظور استخراج روغنها، چربیها، آنتی بیوتیک ها، رزین ها و صمغ های مختلف مناسب است. همچنین در بازیابی استیک اسید از محلولهای رقیق آبی مفید بوده و حلال مناسبی برای بسیاری از آکریلات است..

سنتز اتیل استات به چندین روش صورت میگیرد:

۱- سنتز فیشر (استری شدن فیشر): مواد اولیه در این آزمایش استیک اسید و اتانول هستند و از سولفوریک اسید نیز به عنوان کاتالیزگر استفاده می شود.



۲- سنتز تیچنکو یا واکنش تیچنکو (TISHCHENKO): که اساس آن واکنش کاتالیزی ۲ مول استالدهید در حضور آلکوکسید است.



۳- هیدروژن زدایی از اتانول: روش سوم سنتز استالدهید هیدروژن زدایی اتانول توسط کاتالیزگر مس با بستر ژئولیتی در حضور عناصر قلیایی و قلیایی خاکی است که بهره آن از روشهای قبلی کمتر است.

۴- واکنش استیک اسید و الفینها.

۵- اکسایش هیدرو کربن ها.

۶- تبادل استری.

۷- واکنش گوگرد تری اکسید SO_3 و اتانول.

تمامی مراحل واکنش بالا به صورت تعادلی انجام می گیرد بنابراین باید طبق اصل لوشاتلیه شرایطی را فراهم کرد تا واکنش تعادلی به سمت راست جابه جا شود، یعنی مقدار اتیل استات بیشتری سنتز و تولید شود.

برای این کار دو روش وجود دارد:

۱- مولکول های آب به دست آمده را به طریقی از محیط واکنش خارج کنیم این امر را می توان با افزودن مقداری کلسیم کلرید به محیط واکنش عملی کرد.

۲- مقدار یکی از مواد اولیه را بیشتر از حد مورد نیاز استفاده کنیم تا تعادل به سمت راست جابه جا شود.

اتیل استات در محیط بازی و یا اسیدی به استیک اسید و اتانول آبکافت می شود، در شرایط بازی با انجام یک مرحله واکنش دیگر استیک اسید حاصل از واکنش آبکافت با باز مورد استفاده واکنش داده و نمک مربوط به واکنش را ایجاد می کند. برای مثال اتیل استات در مجاورت با سود به شکل زیر واکنش می دهد:



روش کار:

۱- ۱۵ mL ایزوپنتیل الکل را در یک بالن ۱۰۰ mL می ریزیم.

۲- ۲۰ mL استیک اسید به آن اضافه می کنیم.

۳- بالن را تکان داده و به آن ۴ mL از H_2SO_4 غلیظ اضافه می کنیم.

۴- در بالن سنگ جوش انداخته و با وصل کردن چگالنده، به مدت یک ساعت بازروانی (تقطیر برگشتی) انجام می دهیم. سپس می گذاریم بالن به دمای محیط برسد.

۵- مخلوط واکنش را به یک قیف جداکننده منتقل کرده و ۵۵ mL آب سرد اضافه می کنیم. بالن را با ۱۰ mL آب سرد شست و شو داده و به قیف جداکننده اضافه می کنیم.



- ۶- لایه پایینی، فاز آبی است و لایه بالایی، فاز آلی است. فاز آلی را با ۲۵ mL محلول ۵٪ سدیم بی کربنات دو بار استخراج می‌کنیم. (تا وقتی که pH لایه آبی بازی شود استخراج را ادامه می‌دهیم)
- ۷- در نهایت لایه آلی را با ۲۵ mL آب استخراج می‌نماییم.
- ۸- به فاز آلی مرحله بالا ۵ mL محلول نمک اشباع اضافه کرده تا مقادیر جزئی آب را از لایه آلی خارج کند. (در این مرحله قیف جداکننده را باید به آرامی تکان داد، تا دو فاز به راحتی جدا شوند).
- ۹- لایه آلی را به ارلن منتقل کرده و با ۲g سدیم سولفات بدون آب خشک می‌نماییم.
- ۱۰- حال محتوی ارلن را در یک بالن سرریز کرده تا قسمت مایع درون ارلن از جامد خشک کننده جدا شود.
- ۱۱- وزن استر به دست آمده و بهره را گزارش می‌دهیم.
- ۱۲- برای خالص نمودن استر می‌توان از تقطیر استفاده نمود. در بالن سنگ جوش انداخته و با تقطیر الکل باقی مانده را از استر جدا می‌کنیم. (بهره دمای جوش استر ۱۳۴ تا ۱۴۳°C است).
- توجه: برای جلوگیری از هدر رفتن بخارات ظرف جمع آوری کننده استر را خنک نگه می‌داریم.

نتایج کار:

وزن ماده اولیه	وزن ماده سنتز شده	بهره

Isopropyl alcohol



Hazards	
MSDS	External MSDS
GHS pictograms	
GHS signal word	Danger
GHS hazard statements	H225, H319, H336
GHS precautionary statements	P210, P261, P305+351+338
R-phrases	R11 R36 R67
S-phrases	S7 S16 S24 S25 S26
Main hazards	Flammable
NFPA 704	
Flash point	Open cup: 11.7 °C (53.1 °F) Closed cup: 13 °C (55 °F)
Autoignition temperature	399 °C (750 °F)
Explosive limits	2–12.7%
Threshold Limit Value	980 mg/m ³ (TWA), 1225 mg/m ³ (STEL)
LD ₅₀	3600 mg/kg (oral, mouse) 12800 mg/kg (dermal, rabbit) LC ₅₀ = 53000 mg/m ³ (inhalation, mouse)

Acetic Acid



Hazards	
MSDS	External MSDS
GHS pictograms	
GHS signal word	Danger
GHS hazard statements	H226, H314
GHS precautionary statements	P280, P305+351+338, P310
EU Index	607-002-00-6
EU classification	
R-phrases	R10, R35
S-phrases	(S1/2), S23, S26, S45
NFPA 704	
Flash point	40 °C (104 °F; 313 K)
Explosive limits	4-16%
LD ₅₀	3.31 g kg ⁻¹ , oral (rat)



Sulphuric acid

H_2SO_4

Hazards	
MSDS	ICSC 0362
GHS pictograms	
GHS signal word	Danger
GHS hazard statements	H314
GHS precautionary statements	P260, P264, P280, P301+330+331, P303+361+353, P363, P304+340, P305+351+338, P310, P321, P310, P405, P501
EU Index	016-020-00-8
EU classification	C N ^{[2][3]}
R-phrases	R35
S-phrases	(S1/2) S26 S30 S45
NFPA 704	
Flash point	Non-flammable
Threshold Limit Value	15 mg/m ³ (IDLH), 1 mg/m ³ (TWA), 2 mg/m ³ (STEL)
LD ₅₀	2140 mg/kg (oral, rat), LC ₅₀ = 25 mg/m ³ (inhalation, rat)

Sodium bicarbonate

$NaHCO_3$

Hazards	
MSDS	External MSDS
Main hazards	Causes serious eye irritation
NFPA 704	
Flash point	incombustible
LD ₅₀	4220 mg/kg (rat, oral) ^[6]



واکنش فریدل کرافت

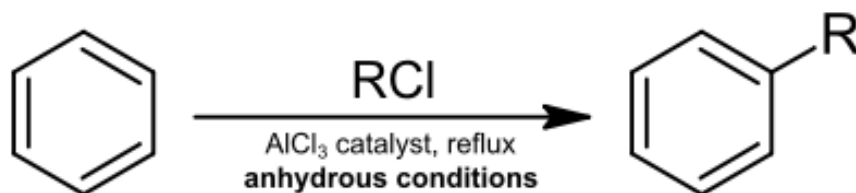
هدف آزمایش: آلکیل دار کردن حلقه آروماتیک

مبانی نظری فریدل کرافت

از نظر صنایع شیمیایی و از نظر اقتصادی تهیه بنزن و آلکیل بنزن اهمیت خاص دارد. همانطور که آلکان ها از منابع نفت تهیه می شوند اکثر ترکیبات آلیفاتیک بنزن هم که دارای منشا حلقوی هستند، چه در آزمایشگاه و چه در صنعت معمولاً از خود بنزن تهیه می شوند. دومین منبع اصلی جهت تهیه ترکیبات حلقوی وجود دارد یکی زغال سنگ و دیگری نفت یعنی ترکیبات حلقوی از هردوی این منابع به دست می آیند. ترکیبات آلی معمولاً از قطران زغال سنگ حاصل می شوند و یا اینکه با استفاده از آلکان های موجود در نفت سنتز می شوند. قسمت اعظم زغال سنگ به دست آمده از معادن امروزه صرف تبدیل سنگ معدن آهن به فولاد می شود.

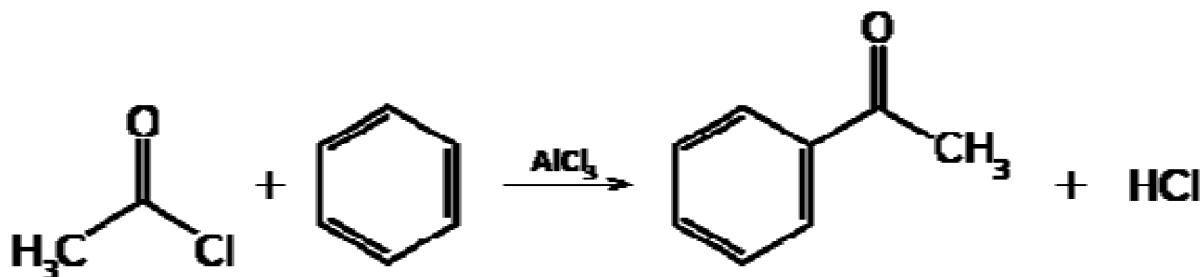
وقتی که زغال سنگ را در محیط عاری از هوا حرارت بدیم به ترکیبات ساده تری شکسته شده و ترکیب ساده تری شکسته شده و ترکیب فراری به نام کک حاصل می شود. ترکیبات فرار شامل گاز زغال سنگ و مایعی که به آن قطران زغال می گویند می - باشند با تقطیر قطران زغال سنگ تعداد بی شماری از ترکیبات حلقوی آروماتیکی حاصل می شود. معمولاً یک تن زغال سنگ نرم در حدود ۱۲۰ پاند قطران زغال سنگ می دهد که از این ۱۲۰ پاند پس از تقطیر ۲ پاند بنزن ۰/۵ پاند تولوئن ، ۰/۱ پاند گسیلین، ۰/۵ پاند فنول ، ۲ پاند کرسل و ۵ پاند نفتالین نتیجه می شود. سالانه مقدار فراوانی بنزن به دست می آید ولی برای به دست آوردن مقدار بیشتری ترکیبات حلقوی آروماتیکی معمولاً از روش تغییر کاتالیتیکی ترکیبات آلیفاتیک متعدد ساخته و سپس از این ترکیبات ، ترکیبات حلقوی آروماتیکی بسیاری ساخته می شوند.

روش فریدل-کرافت اولین بار توسط دو شیمیدان فرانسوی و آمریکایی در سال ۱۸۷۷ در دانشگاه پاریس انجام شد این روش جالب ترین روش جهت وارد کردن گروه آلکیل به حلقه آروماتیک است حلقه آروماتیک می تواند بنزن یا مشتقات بنزن ، نفتالین ، آنتراسن باشد. این واکنش در مجاورت آلومینیم کلرید انیدر انجام می گیرد. آلومینیم کلرید انیدر نسبت به آب بسیار حساس بوده و باید در جای محفوظ نگهداری شود. آلومینیم در این ترکیب کمبود الکترون داشته و هالوژن های هیدروکربورها را به طرف خود جذب می نماید.





واکنش به قدری سریع انجام می‌پذیرد که باید وسیله خنک کننده در دسترس باشد و اگر هالاید، آلکیل هالاید کلر باشد وسیله ای جهت جمع آوری گاز کلریدریک اسید لازم است.



در واقع برای ایجاد استخلاف بر روی حلقه آروماتیک ایجاد یک کربونیوم یا C^+ لازم است که این کربونیوم سپس به عنوان یک الکتروفیل به حلقه آروماتیک حمله نموده و به جای یک H حلقه استخلاف می‌شود. برای ایجاد C^+ می‌توان از آلکن هاویا الکل ها نیز استفاده نمود اما اگر از یک آلکیل هالاید در مجاورت یک لوئیس اسید مانند $AlCl_3$ انیدر استفاده گردد واکنش را فریدل - کرافت می‌گویند.

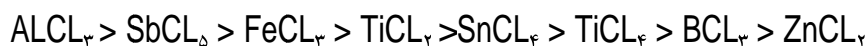
ایجاد کربونیوم یا الکتروفیل لازم از طریق زیر در آلکیل حلقه آروماتیک امکان پذیر است.

عوامل مهم در انجام واکنش فریدل - کرافت:

۱- فعالیت آلکیل هالید: فعالیت هالیدها به ترتیب زیر می‌باشد:



۲- فعالیت کاتالیزور: ترتیب فعالیت لوئیس اسیدها به عنوان کاتالیزور در واکنش های آلکیل دارشدن فریدل - کرافت به شکل زیر است:



۳- حلال: در شرایط مطلوب برای انجام واکنش پیشرفت واکنش بستگی به وجود حلال مناسب خواهد داشت. بهترین

حلال ها، حلال های غیر یونی نظیر C_6S یا CCL_4 و یا نیتروبنزن هستند که از میان اینها باز بهترین حلال C_6S است. آلکیلاسیون در بیشتر موارد منجر به تشکیل محصول دی و پلی خواهد شد. معمولاً این به آن خاطر است که آلکیل بنزن بهتر از خود بنزن در سطح کاتالیزور حل می‌شود. این مسئله را می‌توان با انتخاب حلال مناسب و یا درجه حرارت بالاویا سرعت دادن به عمل هم زدن رفع نمود.



۴- **فعالیت حلقه آروماتیک:** حلقه های آروماتیک استخلاف شده توسط گروه های الکترون دهنده واکنش را تشدید کرده و الکتروفیل را به موقعیت ارتو و پارا هدایت می نمایند. گروه هایی نظیر OH , OR , NH_2 واکنش را ضعیف می کنند چون کاتالیزور با این عوامل بازی ایجاد کوردیناسیون می کند. اگرچه فنول ها به نسبت بهتر عمل را انجام می دهند.

روش کار:

- ۱- ۴.۷ گرم فنول را وزن کرده و داخل بالن ۱۰۰ میلی لیتری می ریزیم.
- ۲- ۷ میلی لیتر ترشری بوتیل کلرید (۲-کلرو-۲-متیل پروپان) را به آن اضافه می کنیم مخلوط را خوب هم زده تا حدودی حل شود.
- ۳- دستگاه تقطیر برگشتی را وصل کرده و از بالای کندانسور مقدار ۰/۵ گرم آلومینیوم کلرید را در چند مرحله به آن اضافه می کنیم. رفلاکس را تا ۲۰ دقیقه ادامه می دهیم. در بالن جسم جامد تشکیل می شود.
- ۴- جسم جامد را با اسپاتول از بالن جدا نموده و درون ارلن ریخته به آن ۲۵ میلی لیتر آب اضافه می کنیم.
- ۵- با کاغذ PH از اسیدی بودن محلول مطمئن می شویم (اگر اسیدی نبود قطره قطره کلریدریک اسید به آن اضافه کرده) تا آلومینیوم هیدروکسید تولید شده به صورت کلرید خارج شود.
- ۶- رسوب موجود را با قیف صاف می کنیم.
- ۷- مقداری از رسوب در لوله آزمایشی ریخته و قطره قطره به آن اتانول اضافه کرده تا رسوب در اتانول حل شود. بعد از اضافه کردن هر قطره اتانول لوله آزمایش را در حمام آب گرم زده تا از حل شدن آن مطمئن شویم به آن قطره قطره آب اضافه کرده تا بلورها تشکیل شوند.
- ۸- هر دو بلورها را خشک کرده و وزن آن ها را اندازه می گیریم.
- ۹- مجموع وزن بلورها و بهره را گزارش می دهیم.
- ۱۰- از رسوب دوم نقطه ذوب گرفته و به مسئول آزمایشگاه گزارش می دهیم.

نتایج کار:

وزن ماده اولیه	وزن بلور	نقطه ذوب	بهره



واکنش گرینیارد

هدف آزمایش :

مبانی نظری گرینیارد

ویکتور گرینیارد یکی از بزرگترین بنیانگذاران شیمی آلی سنتزی است. در سال ۱۹۰۰ او هالیدهای آلکیل منیزیم را که امروزه واکنشگرهای گرینیارد نامیده می‌شوند به جهان معرفی کرد. تعداد سنتزهای مهم و قابل توجهی که با استفاده از واکنشگرهای مذکور انجام گرفت موجب شد تا جایزه نوبل شیمی سال ۱۹۱۲ به گرینیارد داده شود، او جایزه مذکور را با همکار فرانسوی خود پل ساباتیو تقسیم کرد.

مهمترین خدمت گرینیارد به علم شیمی مطالعه آلکیل هالیدهای منیزیم است که موضوع پایان‌نامه او بوده است. باریه متوجه شده بود که تبدیل متیل هپتن آن به دی متیل هپتن آل به وسیله روی و ید و متان انجام پذیر نیست (واکنش زایتسف) ولی با استفاده از منیزیم و ید و متان با بهره کم انجام پذیر است. گرینیارد متوجه شد که باید ابتدا ترکیب آلی منیزیم واسط فرضی را تهیه کند. دی آلکیل و دی آریل منیزیم‌ها را فلک، واگا و لوهر مطالعه کرده بودند و این دانشمندان نشان داده بودند که ترکیبات مذکور به واسطه انحلال پذیری پایین، در حلال‌های بی‌اثر، و اشتعال پذیری آنها در هوا و در کربن دی‌اکسید، نمی‌توانند واکنشگرهای مناسبی برای سنتز مواد باشند. آلکیل هالیدهای روی را که فرانکلند تهیه کرده بود نیز همین اشکالات را داشت، در صورتی که آلکیل هالیدهای روی عموماً به کندی در واکنش‌ها شرکت می‌کردند. پاسخ روشن گرینیارد، آلکیل هالیدهای منیزیم بود.

اولین گزارش موفقیت‌آمیز جداسازی آلکیل هالید منیزیم (امروزه معروف به واکنشگر گرینیارد) در ۱۹۰۰ منتشر شد. مقالات مفصل‌تر در سال بعد به چاپ رسیدند و در ژوئیه سال بعد گرینیارد از پایان‌نامه دکتری خود با عنوان «ترکیبات آلی منیزیم مختلط و کاربرد آنها در سنتز اسیدها، الکلها و هیدروکربنها» دفاع کرد. این اثر ارزنده که به تفصیل بیان شده بود مشتمل بر سنتز کربوکیلیک اسیدها (اثر واکنشگر گرینیارد بر کربن دی‌اکسید)، الکل‌های نوع دوم (اثر واکنشگر گرینیارد بر آلد‌هیدها یا استرهای فرمیک اسید)، الکل‌های نوع سوم (اثر واکنشگر گرینیارد بر کتون یا استر) و هیدروکربن‌های سیر نشده (اثر واکنشگر گرینیارد بر الکل‌ها) می‌شد.

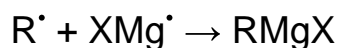
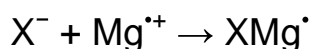
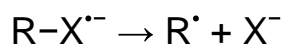
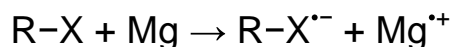
اهمیت کار گرینیارد به سرعت مورد توجه واقع شد و خلاصه کارهای او در شماری از مجلات از جمله مجله وزین Chemisches Centralblatt منتشر شد، افتخاری که به‌ندرت مشمول انتشارات دانشگاهی می‌شود. اثر گرینیارد از چنان



اهمیتی برخوردار بود که در مدت چهار سال حدود دویست مقاله در باره ترکیبات آلی منیزیم انتشار یافت و تعداد آنها در اواخر ۱۹۰۸ متجاوز از ۵۰۰ مقاله بود.

اهمیت بسیاری از مواد و وسایل در شیمی آلی به گونه‌ای به گرینیارد مربوط می‌شوند. به عنوان نمونه می‌توان به چگالنده بالن ته‌گرد و t -بوتانول و فنیل دی‌متیل کرینول اشاره کرد. مورد آخر را می‌توان به عنوان محصول واکنش گرینیارد در نظر گرفت. گنجینه علوم فرانسه بعضی از نمونه‌های ابزار شیشه‌ای نظیر بطری‌های شستشو و همچنین نمونه‌هایی از هگزا هیدرو بنزو نیتریل، بنزو بیگ اسید اتن، فنیل، فنیل دی‌متیل کرینول، آلایل بنزن، تری‌متیل کرینول و غیره مربوط به گرینیارد را در آنجا نگهداری می‌کند.

مکانیسم واکنش یک آلکیل هالید با فلز منیزیم:



خواص و ویژگی‌های واکنشگر گرینیارد:

در این ترکیبات پیوند کربن-منیزیم کووالانسی، ولی شدیداً قطبی است که در آن کربن الکترونها را از منیزیم الکتروپوزیتیو به سوی خود جلب می‌کند، پیوند منیزیم-هالوژن اساساً یک پیوند یونی است. واکنشگر گرینیارد شدیداً واکنش پذیر است. این واکنشگر با شماری از ترکیبات معدنی از جمله آب، کربن دی‌اکسید و اکسیژن و همچنین با بسیاری از انواع ترکیب‌های آلی واکنش می‌دهد.

منیزیم در داخل ظرف موجود است.



سپس، بوتیلن اکساید و تکه‌ی کوچکی از ید به آن اضافه می‌شود.





محلول آلکیل برمید در حین گرم کردن افزوده می شود.



پس از افزودن همه محلول آلکیل برمید و هم خوردن، گرم کردن محلول تا لحظاتی ادامه می یابد.



واکنشگر گرینیارد تشکیل شده اما مقداری فلز منیزیم هنوز در ظرف واکنش باقی مانده است.



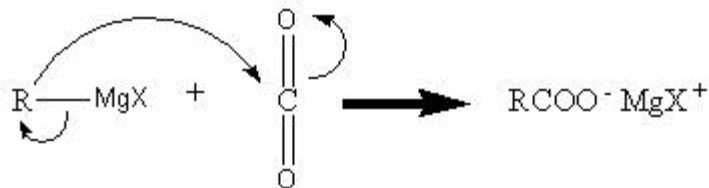
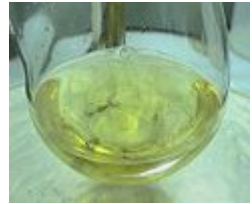
واکنشگر گرینیارد آماده شده در مرحله قبل تا دمای صفر درجه سانتی گراد سرد شده است تا آماده افزودن ترکیبات کربونیل دار شود. هنگامی که محلول شروع به رسوب کردن کند، محلول کدر می شود.



ترکیب حاوی گروه کربونیل به محلول اضافه می شود.



محلول تا دمای اتاق گرم می شود. واکنش کامل شده است.





روش کار:

- ۱- بالن حاوی ۲ گرم منیزیم (که در آون خشک شده) را برداشته و چگالنده (مبرد) را به آن متصل کرده، به انتهای چگالنده (مبرد) لوله کلسیم وصل می کنیم.
- ۲- وقتی بالن خنک شد، لوله کلسیم را برداشته و قطعه کوچکی ید از بالای چگالنده (مبرد) به آن اضافه می کنیم.
- ۳- سپس به ترتیب ۴/۵ میلی لیتر برموبنزن و ۲۰ میلی لیتر اتر خشک شده با سدیم به آن اضافه می کنیم.
- ۴- در ظرفی مقداری آب را از قبل تا دمای ۶۰ تا ۷۰ درجه گرم کرده و مقداری از آب گرم شده را در بشر ۲۵۰ یا ۴۰۰ ریخته و با جک در زیر بالن قرار می دهیم. تا محتویات بالن کاملاً بجوشد.
- ۵- بعد از ۱۵ دقیقه جوشیدن محلول درون ارلن تغییر رنگ داده و بی رنگ می شود در این حال همچنان بالن را در آب گرم نگه داشته تا تغییر رنگ قهوه ای ایجاد شود. بعد از ایجاد رنگ قهوه ای ۱۰ دقیقه در این حالت بماند.
- ۶- بعد بشر را از آب سرد پر کرده و بالن را درون آن قرار می دهیم تا خنک شود سپس ۲/۵ میلی لیتر متیل بنزوات و ۱۲/۵ میلی لیتر اتر غیر خشک را درون استوانه مدرج ریخته و کم کم از بالای کندانسور به بالن اضافه می کنیم. (جسم جامدی تشکیل می شود).
- ۷- سپس در بشر آب گرم ریخته و بالن را درون آن قرار می دهیم. تا جوش ملایم داشته باشد. پس از ۳۰ دقیقه تقطیر برگشتی محصول را با اسپاتول به ارلنی که درون آن ۲۵ میلی لیتر سولفوریک اسید ۱۰٪ و ۱۵ میلی لیتر آب یخ است انتقال می دهیم. (این کار را زیر هود انجام می دهیم)
- ۸- به مواد درون ارلن ۲۰ میلی لیتر اتر اضافه می کنیم.
- ۹- مایع حاصل را درون دکانتور ریخته، فاز پایین را در ظرف پسماند آبی و به فاز بالایی (آلی) ۱۰ میلی لیتر محلول کربنات سدیم ۵٪ اضافه می کنیم.
- ۱۰- فاز پایین را در ظرف پسماند آبی و به فاز بالایی ۱۰ میلی لیتر آب اضافه کرده، فاز پایین را در ظرف پسماند آبی و به فاز بالایی در لوله آزمایش ریخته و به آن ۱ تا ۱/۵ گرم سدیم سولفات اضافه کرده، ۵ دقیقه به حال خود گذاشته تا آبگیری انجام شود. قسمت مایع را در لوله آزمایش بعدی ریخته و تحویل می دهیم. بعد از خشک شدن حلال، نقطه ذوب رسوب را اندازه می گیریم.

نتایج کار:

وزن ماده اولیه	وزن ماده ثانویه	نقطه ذوب	بهره



کروماتوگرافی

هدف آزمایش :

مبانی نظری کروماتوگرافی:

پر کاربردترین و مدرن ترین شیوه جداسازی و شناسایی مخلوط های آلی روش کروماتوگرافی است. در این روش جداسازی مخلوط دو یا چند ترکیب مختلف (برخی موارد یون ها) توسط پخش آن ها بین دو فاز یکی ساکن و دیگری متحرک انجام می-پذیرد. لذا انواع مختلفی از کروماتوگرافی بنا بر ماهیت دو فاز موجود است، از جمله جامد-مایع (ستون- TLC لایه نازک - کاغذی) و مایع-مایع و گاز-مایع. در تمام روش های کروماتوگرافی اصول روش مانند استخراج مایع است و اساس این روش ها بر مبنای حالیت ها و جذب های متفاوت مواد توسط دو فاز ذکر شده استوار است.

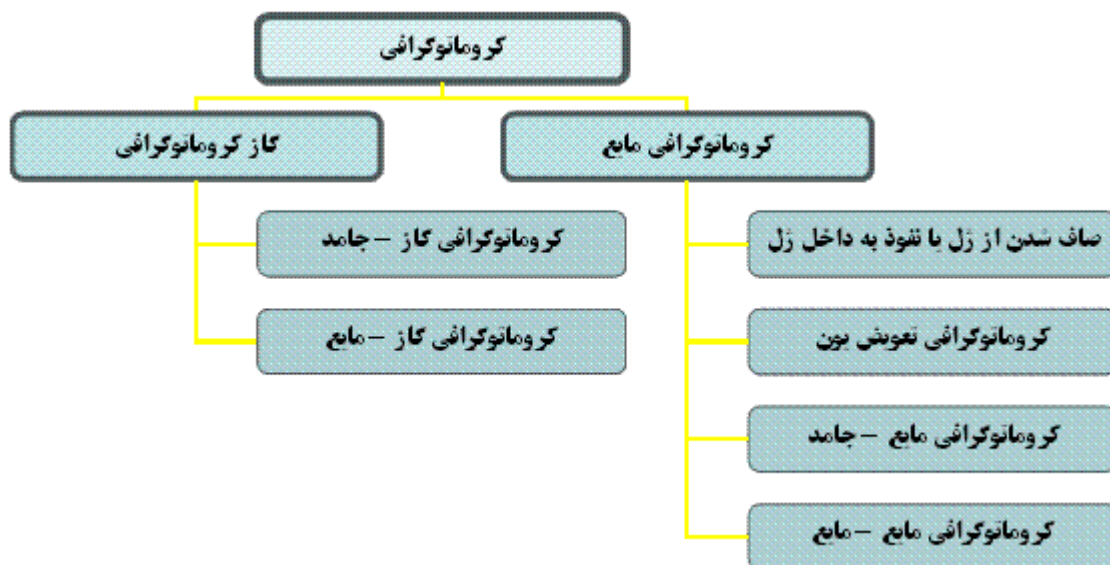
کروماتوگرافی (chromatography)، در زبان یونانی chroma یعنی رنگ و grophein یعنی نوشتن است. اولین روش های کروماتوگرافی در سال ۱۹۰۳ بوسیله میخائیل سوئت ابداع و نامگذاری شد. او از این روش برای جداسازی مواد رنگی استفاده کرد.

مارتین و سینج در سال ۱۹۵۲ به پاس اکتشافاتشان در زمینه کروماتوگرافی جایزه نوبل دریافت کردند. کروماتوگرافی متکی بر حرکت نسبی دو فاز است ولی در کروماتوگرافی یکی از فازها بدون حرکت است و فاز ساکن نامیده می شود و دیگری را فاز متحرک می نامند. اجزای یک مخلوط به وسیله جریانی از یک فاز متحرک از داخل فاز ساکن عبور داده می شود. جداسازی ها بر اساس اختلاف در سرعت مهاجرت اجزای مختلف نمونه استوارند.

مزیت روش های کروماتوگرافی در این است که تنها مقدار بسیار کمی از مخلوط برای تجزیه لازم است به این دلیل روش های تجزیه ای مربوط به جداسازی مواد کروماتوگرافی می توانند در مقیاس میکرو و نیمه میکرو انجام گیرند. روش های کروماتوگرافی ساده سریع و وسایل مورد لزوم آنها ارزان هستند. مخلوط های پیچیده را می توان نسبتا به آسانی به وسیله این روش ها به دست آورد.



با توجه به نوع فاز متحرک می توان کروماتوگرافی را به ۲ دسته کلی گاز کروماتوگرافی و کروماتوگرافی مایع تقسیم کرد:



کروماتوگرافی ۴ نوع مهم دارد که بر اصول توصیف شده بالا متکی هستند.

این انواع عبارتند از:

۱- کروماتوگرافی گازی (کروماتوگرافی تفکیکی گاز مایع)

۲- کروماتوگرافی ستونی

۳- کروماتوگرافی لایه نازک (TLC)

۴- کروماتوگرافی کاغذی

کروماتوگرافی ستونی

در کروماتوگرافی ستونی جسم بین فاز های مایع و جامد پخش می شود. فاز ساکن جسم جامدی است و این جسم اجزای مایعی را که از آن می گذرد به طور انتخابی در سطح خود جذب می کند و آن ها را جدا می کند. اثر هایی که باعث جذب سطحی می شوند همان اثر هایی هستند که موجب جذب در مولکول ها می شوند. این اثر ها عبارتند از: جاذبه الکترواستاتیکی، ایجاد کمپلکس، پیوند هیدروژنی، نیروی واندروالس و غیره.

برای جدا کردن یک مخلوط با کروماتوگرافی ستونی، ستون را با جسم جامد فعالی (فاز ساکن) مانند آلومینا یا سیلیکاژل پر



می کنند و کمی از نمونه مایع را روی آن می گذارند. نمونه ابتدا در بالای ستون جذب می شود. سپس حلال استخراج کننده ای را در داخل ستون جریان می دهند. این فاز مایع متحرک، اجزای مخلوط را با خود می برد. ولی به علت نیروی جاذبه انتخابی فاز جامد، اجزای مربوط می توانند با سرعت های مختلفی به طرف پایین ستون حرکت کنند. ترکیبی که با نیروی کمتری جذب فاز ساکن شود سریعتر خارج می شود زیرا که درصد مولکولی آن در فاز متحرک از ترکیبی که با نیروی زیادتری جذب فاز ساکن می شود.

اجزای تفکیک شده را می توان مجدداً به دو روش به دست آورد:

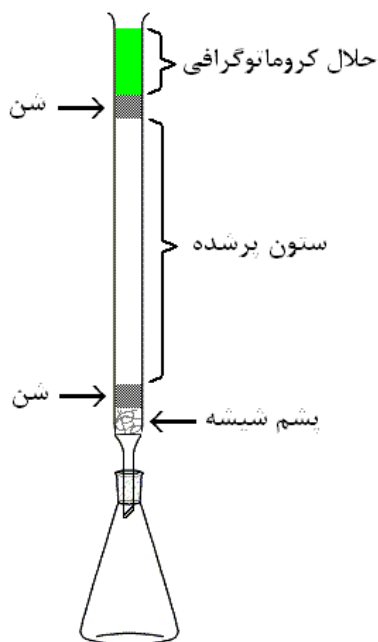
۱- مواد جامد ستون را می توان خارج کرد و قسمتی از آن را که حاوی باند مورد نظر است برید و با حلال مناسب استخراج کرد.

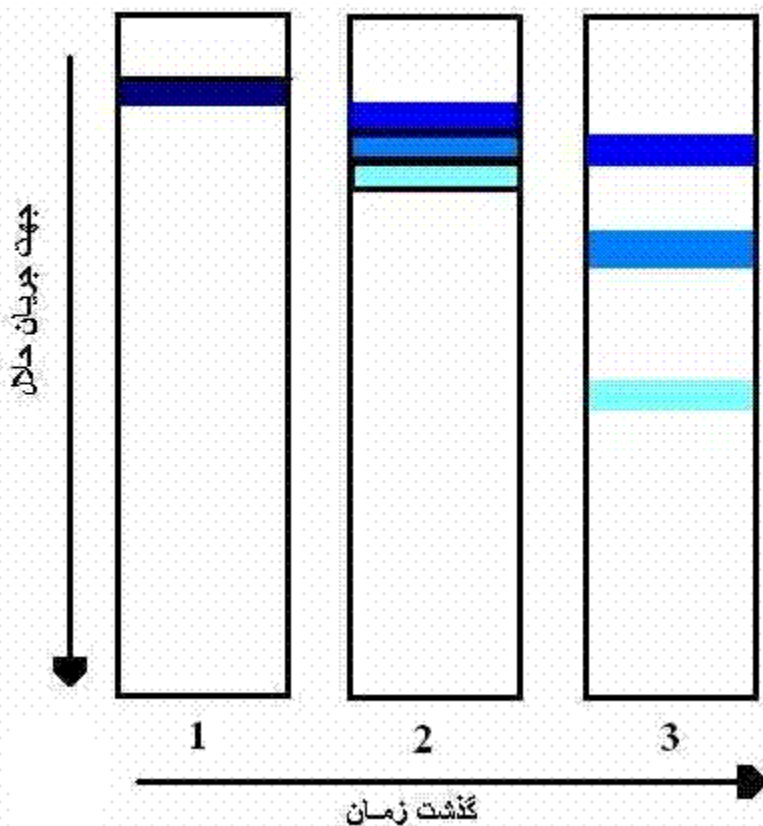
۲- چون باند ها با زمان های مختلفی خارج می شوند می توان آنقدر حلال را از ستون عبور داد تا باند ها از انتهای آن خارج شوند و در ظرف جداگانه ای بریزند.

معمولاً روش دوم کاربرد بیشتری دارد.

در مورد اجسام رنگین می توان باند هایی را که به طرف پایین ستون می آیند مستقیماً مشاهده کرد.

اما در مورد اجسام بی رنگ نمی توان تغییرات را مستقیماً مشاهده کرد. با این حال بسیاری از اجسام در هنگام تابش نور فرابنفش (ultraviolet) یا به اختصار UV، فلوئورسانس پیدا می کنند و در چنین مواردی از این خاصیت جهت مشاهده باند ها استفاده می شود.





معمولاً برای پی بردن به جریان عمل کروماتوگرافی ستونی حجم های کوچک و ثابتی (مثلاً ۲۵ میلی لیتر) از محلول استخراج شده را جمع آوری می کنند. سپس حلال آن ها را تبخیر می کنند تا بینند جسمی در آن ها وجود دارد یا خیر. گرچه ممکن است یک جسم در چند ظرف پخش شود، ولی اگر حجم هر جزء نسبتاً کم گرفته شود (مثلاً کمتر از ۱۰٪ حجم ستون) معمولاً باند های مختلف در ظروف مختلف جمع آوری می شوند. روش دیگری که برای پی بردن به وضع تفکیک مناسب است آن است که محلول استخراج شده در فاصله زمانی مختلف با کروماتوگرافی لایه نازک مورد بررسی قرار گیرد.

تعدادی از جاذب های جامدی که عموماً مصرف می شوند عبارتند از: آلومینا، سیلیکاژل، فلورسین، زغال چوب، منیزیم اکسید، کلسیم کربنات، نشاسته و شکر. معمولاً شیمیدان های آلی از آلومینا، سیلیکاژل و فلورسین بیشتر استفاده می کنند.

آلومینا (Al_2O_3) ترکیب قطبی بسیار فعالی است که قدرت جذب زیادی دارد و به سه صورت موجود است: خنثی، شسته شده با اسید و شسته شده با باز. آلومینای بازی برای ترکیب های اسیدی و آلومینای اسیدی برای ترکیب های بازی قدرت تفکیک خوبی نشان می دهد. در ترکیب هایی که به شرایط اسیدی و بازی حساسیت دارند و واکنش شیمیایی دارند باید از آلومینای خنثی استفاده کرد. آلومینا با قطبیت زیادی که دارد ترکیب های قطبی را به شدت جذب می کند و در نتیجه ممکن است استخراج آن



ها از ستون را مشکل کند. فعالیت (قدرت جذب) آلومینا را می توان با افزایش کمی آب کاهش داد، درجه فعالیت آلومینا با درصد وزنی آب موجود مشخص می شود.

سیلیکا ژل و فلورسین هم قطبی هستند ولی قطبیت آن ها از آلومینا کمتر است.

برای اینکه جاذب های جامد نیروی مؤثرتری داشته باشند، باید اندازه ذرات آن ها یکنواخت و سطح مخصوص آن ها زیاد باشد. چنین سطحی باعث تسریع تعادل جسم در دو فاز می شود. این حالت در ایجاد باندهای باریک اهمیت دارد.

در تعیین شرایط یک تجربه کروماتوگرافی باید به ماهیت فاز مایع (حلال) مصرفی توجه کرد. حلال نیز می تواند در جسم جامد جذب شود و به این وسیله برای جذب مواضع جذبی که در سطح جامد وجود دارند، با جسم حل شده رقابت کند. چنانچه حلال قطبی تر باشد و شدیدتر از اجزای مخلوط جذب شود، تقریباً تمام اجزاء در فاز مایع متحرک باقی می مانند و تفکیکی که در ضمن تجربه صورت می گیرد ناچیز خواهد بود. در نتیجه برای این که تفکیک خوب انجام شود باید قطبیت حلال استخراجی به طور قابل ملاحظه ای کمتر از اجزای مخلوط باشد. به علاوه باید اجزای مخلوط در حلال حل شوند، زیرا در غیر این صورت اجزا به طور دائم در فاز ساکن ستون جذب می شوند و در آن باقی می مانند. قدرت استخراجی حلال های مختلف (یعنی توانایی آن ها در انتقال یک جسم معین به پایین ستون) به ترتیب زیر از بالا به پایین زیاد می شود:

- ۱- هگزان
- ۲- کربن تتراکلرید
- ۳- تولوئن
- ۴- بنزن
- ۵- دی متیل کلروکتان
- ۶- کلروفرم
- ۷- اتیل اتر
- ۸- اتیل استات
- ۹- استون
- ۱۰- پروپانول
- ۱۱- اتانول
- ۱۲- متانول
- ۱۳- آب



در یک کروماتوگرافی ستونی ساده نمونه را در بالای ستون می گذارند و در طول تفکیک از حلال واحدی استفاده می کنند. بهترین حلال انتخابی، حلالی است که بیشترین فاصله را در باند ها ایجاد کند. چون احتمالاً بهترین حلال در اثر تجربه بدست می آید، گاهی راحتتر است که در انتخاب حلال برای کروماتوگرافی ستونی از روش کروماتوگرافی لایه نازک استفاده شود.

تعداد زیادی از تجربه های کروماتوگرافی لایه نازک را می توان با استفاده از حلال های مختلف، در زمان نسبتاً کوتاهی انجام داد. معمولاً بهترین حلال یا مخلوط حلالی که به این روش به دست می آید برای کروماتوگرافی ستونی مناسب است.

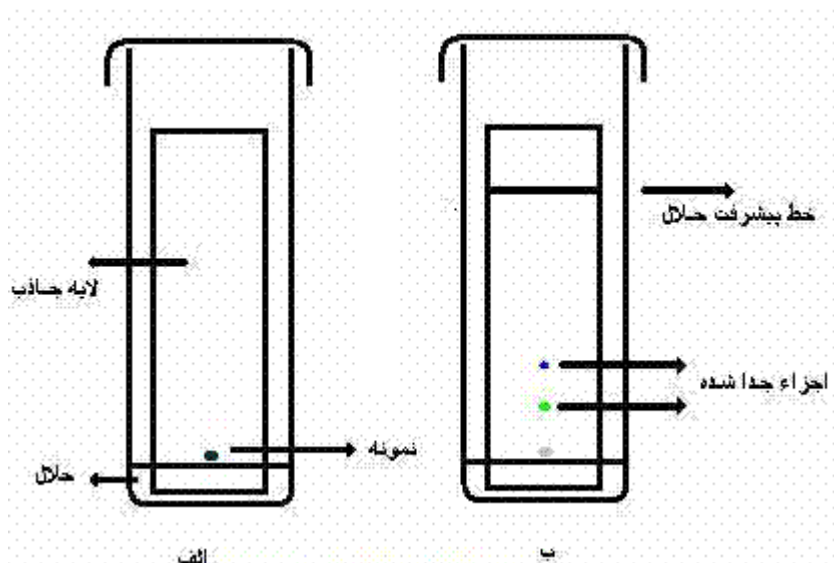
معمولاً از روشی که به استخراج تدریجی (یا جزء به جزء) معروف است استفاده می شود. در این روش برای ظهور کروماتوگرام از یک سری حلال هایی استفاده می کنند که قطبیت آن ها مرتباً رو به افزایش می رود. در شروع با یک حلال غیر قطبی (معمولاً هگزان) ممکن است یک باند به طرف پایین ستون حرکت کند و از آن خارج شود و در این حال باند های دیگر در نزدیکی ابتدای ستون باقی بمانند. سپس حلالی که قطبیت آن اندکی بیشتر است به کار می برند.

در حالت ایده آل باید یک باند دیگر خارج شود و در این حال بقیه باند ها در عقب آن باقی بمانند. چنانچه قطبیت حلال یکباره زیاد بالا رود، ممکن است تمام باند هایی که باقی مانده اند یکباره از ستون خارج شوند. بنابراین باید در هر مرحله قطبیت حلال به مقدار کم و با قاعده معینی افزایش یابد. بهترین راه انجام این کار آن است که از حلال های مخلوط استفاده شود و تعویض کامل حلال چندان مناسب نیست.

ستونی که خوب پر نشود اجزاء را هم خوب تفکیک نمی کند. جسم پر شده باید همگن باشد و در آن هوای محبوس یا حباب بخار وجود نداشته باشد.

کروماتوگرافی لایه نازک (Thin Layer Chromatography (TLC)

کروماتوگرافی لایه نازک یک روش مقدماتی برای آنالیز سریع کیفی است. کروماتوگرافی لایه نازک نوعی کروماتوگرافی جذبی جامد - مایع است و اصول آن مانند کروماتوگرافی ستونی است. ولی در این مورد جسم جاذب جامد را به صورت یک لایه نازک در روی یک قطعه شیشه یا پلاستیک محکم یا ورق آلومینیومی پخش می کنند. یک قطره از محلول نمونه یا مجهول را در نزدیکی لبه صفحه می گذارند و صفحه را همراه مقدار کافی از حلال استخراج کننده در ظرفی قرار می دهند. مقدار حلال باید آنقدر باشد که فقط به سطح زیر لکه برسد (شکل الف). حلال به طرف بالای صفحه می رود و اجزاء مخلوط را با سرعت های متفاوت با خود می برد. در نتیجه ممکن است تعدادی لکه روی صفحه ظاهر شود. این لکه ها روی یک خط عمود بر سطح حلال ظرف قرار می گیرند. (شکل ب)



این روش کروماتوگرافی بسیار آسان است و به سرعت هم انجام می شود. این روش برای تفکیک اجزاء یک مخلوط بسیار مفید است و همچنین می توان از آن برای تعیین بهترین حلال استخراج کننده جهت کروماتوگرافی ستونی استفاده کرد.

در TLC می توان از همان مواد جامد که در کروماتوگرافی ستونی استفاده می شود استفاده کرد و در این میان سیلیکا و آلومینا بیشتر به کار می رود. معمولاً جسم جاذب را با مقدار کمی از ماده نگهدارنده مانند گچ شکسته بندی، کلسیم سولفات و یا نشاسته مخلوط می کنند تا جسم جاذب چسبندگی لازم را پیدا کند و به صفحه بچسبد. صفحه ها را می توان قبل از مصرف تهیه کرد و یا از ورقه های پلاستیکی آماده که در بازار موجود است استفاده نمود.

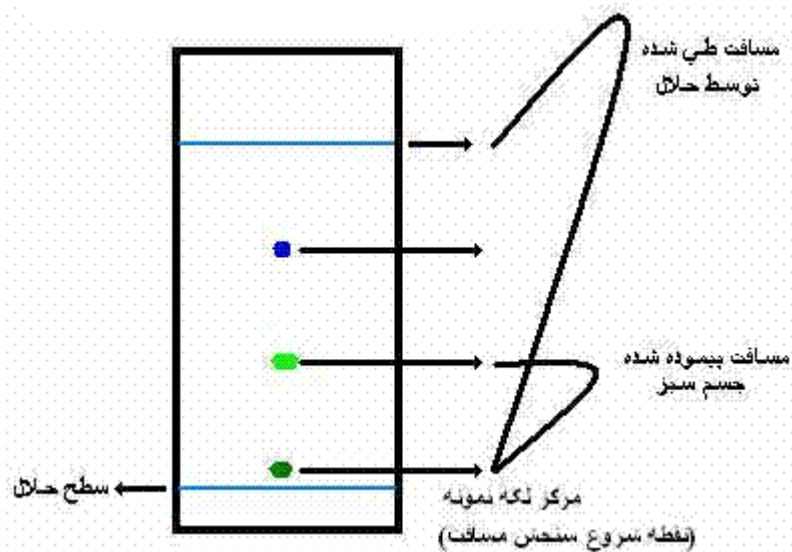
یکی از مزایای مشخص TLC آن است که احتیاج به مقدار بسیار کمی از نمونه دارد. در بعضی موارد می توان تا مقدار ۹ الی ۱۰ گرم را تشخیص داد. اما ممکن است اندازه نمونه تا ۵۰۰ میکرو گرم برسد. در نمونه های زیاد می توان از تجربه های تهیه ای استفاده کرد. در این تجربه ها لکه های مختلف را می تراشند و با یک حلال مناسب می شویند (استخراج می کنند). و برای شناسایی (از طریق طیف سنجی) به کار می برند.

تشخیص لکه های رنگین در روی کروماتوگرام آسان است و برای تعیین محل لکه های اجسام بی رنگ روش های متعددی وجود دارد. برای مثال می توان با تابش نور ماوراء بنفش به صفحه محل لکه، ترکیب هایی را که خاصیت فلورسانس دارند مشخص کرد. به روش دیگر می توان جسم جاذب را با ماده فلورسانس دار بی اثر دیگری مخلوط کرد. هنگامی که نور ماوراء بنفش به این صفحه بتابد، لکه اجسامی که نور ماورای بنفش را جذب می کنند ولی خاصیت فلورسانس ندارند در زمینه فلورسانس دار صفحه به صورت تیره رنگ ظاهر می شوند.



در بسیاری موارد دیگر، از معرف های آشکارساز دیگری استفاده می کنند. این معرف ها را می توان بر روی کروماتوگرام پاشید و لکه ها را ظاهر کرد. سولفوریک اسید، که بسیاری از ترکیبات آلی را به ذغال تبدیل می کند و محلول پتاسیم پرمنگنات نمونه هایی از معرف های آشکار ساز هستند که به این روش مصرف می شوند. ید نیز معرف آشکار ساز دیگری است که مصرف می شود. در این مورد صفحه را در ظرفی می گذارند که محیط آن از بخار ید اشباع باشد. بسیاری از ترکیبات آلی ید را جذب می کنند و لکه آن ها روی کروماتوگرام رنگین (معمولاً قهوه ای) می شود.

در شرایط معین سرعت حرکت ترکیب نسبت به سرعت پیشرفت حلال (Rf) خاصیت مشخصی از ترکیب است. برای تعیین این مقدار مسافتی را که جسم از خط شروع تا وسط لکه را طی کرده است اندازه می گیرند و آن را به مسافتی که حلال پیموده تقسیم می کنند. این مسافت را با خط شروع یکسانی می سنجند.



مسافت طی شده توسط لکه

$$R_f = \frac{\text{مسافت طی شده توسط لکه}}{\text{مسافت طی شده توسط حلال}}$$

مسافت طی شده توسط حلال



روش کار:

- ۱- کاغذ TLC را برداشته و از پایین کاغذ به اندازه ۱/۵ سانت بالا رفته و خطی افقی با مداد رسم می نمایم.
- ۲- از خط افقی کشیده شده ۵ سانت بالا رفته و خط افقی بعدی را می کشیم.
- ۳- لوله موئین را از وسط سر شعله گرفته و آن را کشیده تا نصف شود و سر آن باریک گردد.
- ۴- سر باریک لوله موئین را در جوهر زده و لکه ای از این جوهر را در وسط خط افقی اول که بر روی کاغذ TLC کشیده ایم، می گذاریم.
- ۵- از آنجا که حلال مناسب برای جوهر ترکیبی از آب و اتانول است، در این قسمت باید نسبتی از این دو حلال که بهتر بتواند این دو لکه را جدا کند را پیدا نمایم. بنابراین نسبت های ۵۰٪ به ۵۰٪ و ۸۰٪ به ۲۰٪ و ۲۰٪ به ۸۰٪ از حلال های آب و اتانول را تهیه کرده و در تانک های TLC می ریزیم.
- ۶- سپس کاغذ های TLC را درون تانک ها قرار داده و با شیشه ساعت درب ظرفها را می بندیم که نسبت حلال ها تغییر نکنند.
- ۷- حلال قطره جوهر را با خود به سمت بالا برده و نقطه های رنگی از هم جدا می شوند.
- ۸- از بین این سه حلال، حلالی مناسب است که فاصله نقاط رنگی جدا شده در آن بیشتر باشد.
- ۹- حال حلال مناسب را به مسئول آزمایشگاه گزارش داده و R_f نقطه های رنگی را گزارش می دهیم.