

اندازه‌گیری دمای جوش

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

۱-۵- آزمایش اندازه‌گیری دمای جوش

هدف: اندازه‌گیری دمای جوش مایعات به روش

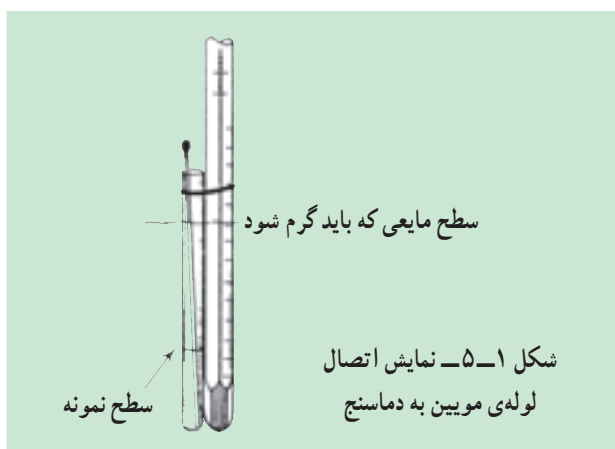
نیمه میکرو.

دمایی که در آن فشار بخار مایع برابر فشار محیط شود، دمای جوش آن مایع در آن فشار نامیده می‌شود. دمای جوش مایع خالص تا زمانی که تمام مایع تبخیر شود ثابت می‌ماند. در یک ظرف باز حداکثر فشار بخاری که هر مایع ممکن است داشته باشد فشار اتمسفری است. دمای جوش هر مایع با تغییر فشار خارجی تغییر می‌کند؛ برای مثال دمای جوش آب در فشار 70°C برابر $97/7^{\circ}\text{C}$ و در فشار 80°mmHg برابر $101/4^{\circ}\text{C}$ و در فشار 76°mmHg برابر 100°C است. دمای جوش استاندارد هر مایع، دمایی است که در آن فشار بخار مایع برابر 76°mmHg باشد. روش‌های اندازه‌گیری دمای جوش به مقدار نمونه‌ای که در اختیار داریم بستگی دارد. برای مقادیر کم از روش لوله‌ی موئین و برای مقادیر زیاد از روش تقطیر ساده استفاده می‌کنند که شرح آن بعداً خواهد آمد.

۲-۵- روش اندازه‌گیری دمای جوش برای مقادیر کم

وسایل و مواد لازم

بشر 25°mL ؛ لوله‌ی موئین؛ همزن شیشه‌ای؛ چراغ بوتزن یا گرم‌کن برقی؛ گلیسرین؛ پارافین مایع؛ استون؛ آب مقطر؛ اتانول.



روش کار

در این روش از لوله‌ی موئین و حمام پارافین یا گلیسرین مانند تعیین دمای ذوب استفاده کنید. یک لوله‌ی موئین را از یک سر روی شعله چراغ بوتزن قرار دهید تا سرخ و مسدود شود. سپس لوله‌ی موئین را به طور معکوس به وسیله‌ی نخ به دماسنج متصل کنید (سر باز لوله‌ی موئین مجاور مخزن جیوه قرار گیرد)؛ آن‌گاه دماسنج را در لوله‌ی آزمایش تمیز و خشک قرار دهید که شامل 2° قطره از مایعی که منظور اندازه‌گیری دمای جوش آن است؛ مثلاً اتیل الکل (اتانول) (سر باز لوله‌ی موئین در مایع ولی نخ در بالای مایع داخل لوله باشد). لوله‌ی آزمایش را در یک حمام پارافین یا گلیسرین وارد و آن را به وسیله‌ی یک گیره‌ی متصل به پایه ثابت کنید. مایع داخل حمام را به وسیله‌ی شعله چراغ بوتزن ضمن به هم زدن آن، گرم کنید تا از دهانه‌ی باز لوله‌ی موئین دیگر حبابی خارج نشود. در این حالت، شعله‌ی

را که از طرف مری آزمایشگاه در اختیار شما قرار می‌گیرد، اندازه بگیرید.

ذکر چند نکته - اگر فشار جو ۱ اتمسفر، 760 mmHg نباشد و بخواهید از روی دمای جوش خوانده شده به دمای جوش نرمال برسید، یک راه تقریبی آن است که به ازای هر 1° mmHg اختلاف فشار $3^\circ \text{ C} / 0$ به دمای خوانده شده اضافه یا کم کنید. ارتباط دما و فشار چند مایع در جدول ۲-۵ نشان داده شده است.

چراغ را خاموش کنید و منتظر بمانید تا در اثر سرد شدن حمام، مایع در لوله‌ی موین بالا رود (چرا مایع در لوله بالا می‌رود؟).

پس از بالا رفتن مایع در لوله‌ی موین، بار دیگر مایع حمام را به آرامی گرم کنید تا خروج اولین حباب مشاهده شود. در این حالت، دمایی را که دماسنج نشان می‌دهد، دمای جوش مایع در آن فشار می‌نامند.

آزمایش ۱ - به طریق یاد شده، دمای جوش نمونه‌های معلوم مانند آب، اتانول، سپس دمای جوش یک نمونه‌ی ناشناخته

جدول ۱-۵- دمای جوش نرمال و ضریب تصحیح دمای جوش یا تغییر فشار چند مایع متداول برای کاربردهای بعدی

نمونه	دمای جوش نرمال ($^\circ \text{C}$)	تغییرات دما با تغییر فشار $\Delta T / 1^\circ \text{ mmHg} (^\circ \text{C})$
استون	۵۶/۱	۰/۳۹
آب	۱۰۰/۰	۰/۳۷
نیتروبنزن	۲۱۰/۹	۰/۴۸
کینولین	۲۳۷/۵	۰/۵۹
بنزوفنون	۳۰۵/۹	۰/۶

جدول ۲-۵- تغییر دمای جوش چند مایع برحسب تغییر فشار روی آن‌ها

فشار روی مایع mmHg	دمای جوش ($^\circ \text{C}$)		
	اتانول	آب	آنیلین
۷۸۰	۷۹	۱۰۰/۷۳	۱۸۵/۶
۷۷۰	۷۸/۶	۱۰۰/۳۷	۱۸۴/۹
۷۶۰	۷۸/۳۲	۱۰۰/۰۰	۱۸۴/۴
۷۵۰	۷۸	۹۹/۶۳	۱۸۳/۳
۷۴۰	۷۷/۶	۹۹/۲۶	۱۸۳/۸
۱۰۰	۳۴/۳	۵۱/۵۸	۱۲۱
۲۰	۷/۱	۲۲/۱۴	۸۱/۹

پرسش‌ها

- ۱- دمای جوش را تعریف کنید. کاهش فشار محیط چه تأثیری روی دمای جوش دارد؟
- ۲- دمای جوش نرمال چه مفهومی دارد؟
- ۳- چه عواملی دمای جوش مایع را افزایش یا کاهش می‌دهد؟
- ۴- توضیح دهید چگونه از طریق دمای جوش به خالص بودن ماده‌ی آلی پی می‌بریم؟
- ۵- اثر فاصله‌ی جسم از سطح زمین بر روی دمای جوش را بیان کنید.
- ۶- در آزمایش نقطه جوش، دمای جوش مایعی 78°C اندازه‌گیری شده است. اگر فشار هوای آزمایشگاه، 740 mmHg باشد، دمای جوش استاندارد مایع فوق را به دست آورید.

تبلور

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

- ۱- آزمایش تبلور ساده با مواد مختلف را انجام دهد.
- ۲- آزمایش تبلور جزء به جزء را با استفاده از حلال مناسب انجام دهد.

۱-۶- تبلور

نخواهند بود. گاهی عمل خالص کردن در نتیجه‌ی یک بار تبلور کامل نمی‌شود و لازم است عمل تبلور را چندین بار تکرار کنید. عمل تبلور وقتی کامل است که حداکثر محصول به دست آید. در عمل تبلور، حلالیت معمولاً با افزایش دما، افزایش می‌یابد. برای بی‌رنگ کردن ماده‌ی مورد نظر از زغال حیوانی استفاده می‌شود. در این حالت، باید محلول را گرما گرم صاف کرد تا زغال از محلول جدا شود. معمولاً برای این که زودتر بلور تشکیل شود، چند دانه بلور کوچک از ماده‌ی مورد نظر را به محلول می‌افزایند یا این که دیواره‌ی ظرف محتوی محلول صاف شده را با همزن شیشه‌ای خراش می‌دهند.

یکی از روش‌های مهم برای خالص کردن مواد، عمل تبلور است. مفهوم تبلور، جدا کردن یک ماده به صورت بلور از ناخالصی‌های همراه آن است.

عمل تبلور به دو طریق صورت می‌پذیرد:

الف) در اثر سرد کردن ماده‌ی مایع ناخالص تا زیر دمای انجماد آن.

ب) در اثر حل کردن ماده‌ی جامد ناخالص در یک حلال گرم و سرد کردن محلول.

عمل تبلور با استفاده از حلال شامل چندین مرحله به ترتیب

زیر است:

۱- انتخاب حلال مناسب.

۲- حل کردن ماده‌ی جامد در یک حلال گرم.

۳- صاف کردن محلول گرم برای جدا کردن ناخالصی‌های

انحلال ناپذیر در حلال.

۴- سرد کردن محلول تا تبلور کامل

۵- عمل صاف کردن و جدا کردن بلورها

۶- شستن بلورها با حلال به مقدار کم و معمولاً به صورت

سرد.

۷- خشک کردن بلورها

اگر ماده‌ی جامد را در حلالی حل کنید و مجدداً حلال را

تبخیر کنید، امکان تشکیل بلور وجود دارد، اما بلورها خالص

۲-۶- ویژگی حلال تبلور

۱- حلال مناسب، حلالی است که در دمای پایین جسم را حل نکند و یا کم حل کند، اما در دمای بالا قسمت اعظم یا تمام ماده را حل کند.

۲- ناخالصی‌ها باید در هر دمایی به گونه‌ی حل ناپذیر یا کاملاً حل‌پذیر در حلال باشند.

۳- حلال باید دمای جوش پایین داشته باشد و به آسانی تبخیر شود.

۴- حلال و ماده‌ی حل شونده نباید با یکدیگر وارد واکنش

شیمیایی شوند. در عمل تبلور می‌توان از یک حلال خالص یا از مخلوط دو حلال برای خالص کردن مواد استفاده کرد.

۳-۶ - تبلور با یک حلال خالص

در عمل تبلور، مسأله‌ی قطبیت حلال بسیار مهم است؛ از این رو برای متبلور کردن ترکیب‌های غیرقطبی، باید از یک حلال غیر قطبی استفاده کرد. معمولاً باید از حلالی که کم‌ترین قطبیت را داراست شروع کرد و به حلال مناسب رسید. اغلب حلال‌های آلی آتش‌گیر هستند؛ بنابراین، ضمن گرما دادن محلول، بهتر است از وسایل گرم‌کننده‌ی برقی استفاده شود. حلال‌های معمولی عبارت‌اند از: آب، متانول، استیک اسید، اترنفت. حلال‌هایی که کم‌تر استفاده می‌شوند عبارت‌اند از: اتر، کلروفرم، اتیل استات و دی‌متیل فرم‌امید (به هنگام کار کردن با این حلال‌ها باید احتیاط‌های لازم رعایت گردد).

۴-۶ - تبلور با مخلوط دو حلال

اگر در آزمایشگاه حلال مناسبی برای ماده‌ی جامد موردنظر پیدا نشود، باید از مخلوط دو حلال استفاده کرد. انتخاب این دو حلال بدین صورت است: یکی از آن‌ها باید کاملاً در سرما ماده را در خود حل کند، اما حلال دوم حتی در گرما هم آن را حل نکند. حال اگر این دو حلال با یک‌دیگر مخلوط شوند، می‌توان از روش زیر برای متبلور کردن ماده استفاده کرد:

ماده‌ی مورد نظر را در حلال اول در یک ارلن در سرما حل می‌کنند و بر روی گرم‌کن گرما می‌دهند. وقتی محلول به جوش آمد، حلال دوم را کم‌کم به آن می‌افزایند. با اضافه شدن هر قطره، محلول کدر می‌شود و با به هم زدن، کدوری آن از بین می‌رود. آن قدر از حلال دوم اضافه می‌کنند تا با اضافه کردن یک قطره محلول به صورت کدر باقی بماند (مانند عمل تیتراسیون). حال در ارلن را می‌بندند و محلول را سرد می‌کنند. برای متبلور کردن با دو حلال، بیش‌تر از این حلال‌ها استفاده می‌شود:

آب و الکل، آب و استیک اسید، استون و آب، دی‌اکسان و آب، متیلن کلرید و متانول، اتر و اترنفت، اتر و متانول، متانول و آب.

وسایل لازم

لوله‌ی آزمایش متوسط پیرکس؛ گیره‌ی لوله‌گیر چوبی؛

چراغ بونزن.

مواد لازم

بنزوئیک اسید؛ استانیلید؛ نفتالن؛ اتانول؛ کلروفرم؛ استون؛ زغال حیوانی؛ سولفانیلیک اسید.

روش کار

برای تعیین حلال مناسب ۱/۰ گرم از ماده‌ی نرم شده را در لوله‌ی آزمایش می‌ریزند. قطره قطره از حلال به آن می‌افزایند و خوب به هم می‌زنند. هنگامی که حجم حلال به یک میلی‌لیتر رسید آن را تا نزدیکی دمای جوش گرم می‌کنند. (در مورد حلال‌های اشتعال‌پذیر باید دقت شود).

۱- اگر جسم حل شونده در یک میلی‌لیتر حلال سرد به آسانی یا کمی حل شود، حلال مناسب نیست.

۲- اگر جسم در یک میلی‌لیتر از حلال گرم حل نشود، مقدار بیش‌تری از حلال در حجم‌های ۵/۰ میلی‌لیتری به آن می‌افزایند و گرم می‌کنند. اگر تا ۳ میلی‌لیتر از حلال نتوانست در دمای نزدیک جوش جسم را حل کند، این حلال نیز مناسب نیست.

چنانچه جسم در این مقدار حلال گرم حل شود، لوله آزمایش را سرد می‌کنند تا بلورها تشکیل شوند. اگر بعد از چند دقیقه سرد کردن، بلور تشکیل نشد، آن را در حمام یخ قرار می‌دهند. در صورت عدم تشکیل بلور، حلال مناسب نیست. در صورت تشکیل بلور، باید به مقدار حلال و جسم توجه شود. همین آزمایش را با چند حلال دیگر نیز انجام دهید تا بهترین حلال به دست آید.

اگر جسم در یک حلال بسیار انحلال‌پذیر، و در حلال دیگر انحلال‌ناپذیر باشد، می‌توان از مخلوط این حلال‌ها استفاده کرد و نتیجه‌ی بهتری به دست آورد.

دو حلال باید در یک‌دیگر اختلاط‌پذیر باشند. ابتدا جسم را در حلالی که قابلیت حل‌کنندگی آن زیاد است حل می‌کنند و حلال دیگر را که جسم در آن کم حل می‌شود، به حالت گرم و کم‌کم اضافه می‌کنند تا محلول اندکی کدر شود. با افزودن یکی دو قطره از حلال اول کدر بودن را از بین می‌برند و مخلوط را در دمای معمولی سرد می‌کنند تا بلورها جدا شوند.

و با علامت (-) برای انحلال ناپذیر، مشخص کنید. برای هر کدام بهترین حلال را با توجه به مطالب بالا انتخاب کنید.

مطابق جدول ۶-۱ چند جسم ناشناخته را که از طرف متصدی آزمایشگاه داده می شود با علامت (+) برای انحلال پذیر

جدول ۶-۱- انتخاب مناسب ترین حلال

مناسب ترین حلال	حلالیت			ماده‌ی مورد نظر
	کلروفرم سرد گرم	اتانول سرد گرم	آب سرد گرم	
				A
				B
				C
				D

۲ تا ۳ میلی لیتر دیگر از حلال بیفزایید و گرم کنید تا جسم حل شود. اگر محلول حاصل، رنگی باشد آن را سرد کنید و به آن ۲/۰ تا ۳/۰ گرم زغال فعال بیفزایید. محلول را بجوشانید و سپس با قیف آب گرم صاف کنید. محلول صاف شده را سرد و با قیف بوختر صاف کنید. بلورها را خشک کنید و دمای ذوب آن‌ها را اندازه بگیرید.

۶-۷- متبلور کردن بنزوئیک اسید

۲/۵ گرم بنزوئیک اسید را در ۱۵mL متانول حل کنید و مطابق آزمایش بالا عمل نمایید. برای شستن بلورها در روی صافی بوختر از متانول ۵۰٪ استفاده کنید.

۶-۸- متبلور کردن سولفانیلیدک اسید

۲/۵ گرم سولفانیلیدک اسید ناخالص را به ۴۰mL آب بیفزایید و مطابق آزمایش «۱» عمل نمایید.

۶-۵- متبلور کردن استانیلید

۲ گرم استانیلید تجارته را در یک بشر ۲۰۰ میلی لیتری بریزید. به آن ۴۰mL آب بیفزایید و گرم کنید تا به جوش آید. در صورت لزوم، مقدار کمی آب اضافه کنید. در صورت رنگی بودن محلول ۳/۰ گرم زغال فعال به آن بیفزایید و با قیف آب جوش، محلول را صاف کنید؛ سپس محلول صاف شده را به مدت ۳۰ دقیقه سرد و با قیف بوختر صاف کنید. بلورهای حاصل را دوبار و هر بار با ۵ میلی لیتر آب مقطر بشوید؛ آن گاه در آن ۱۰۰°C خشک کنید و دمای ذوب آن را اندازه بگیرید.

۶-۶- متبلور کردن نفتالن

۲/۵ گرم نفتالن را در یک بالن تقطیر بریزید و به آن ۱۲/۵ میلی لیتر اتانول ۹۵٪ بیفزایید. چند عدد سنگ جوش (یا چینی شکسته) در داخل بالن بیندازید. خنک کننده را برای رفلاکس بر دهانه‌ی بالن نصب کنید و محلول را بجوشانید. در صورت لزوم

پرسش‌ها

- ۱- شرایط لازم برای حلال مناسب چیست؟
- ۲- آیا می‌توان مخلوط‌های زیر را از راه تبلور مجدد در آب از یک‌دیگر جدا کرد؟
 - الف) استامید از استانیلید
 - ب) نفتالن از استانیلید
 - ج) بنزویک اسید از استانیلید
- ۳- حلال مناسب برای یک جسم آب است. آن را در مقدار زیادی آب گرم حل و سپس سرد می‌کنیم، بلور تشکیل نمی‌شود. علت را توضیح دهید.
- ۴- اثر حلال‌های زیر بر روی جسمی، به ترتیب آمده است. حلال مناسب این جسم را تعیین کنید.
 - اتانول (+)، آب (-)، کربن تتراکلرید (-)، کلروفرم (+)
- ۵- برای بی‌رنگ کردن محلول تبلور از چه ماده‌ای استفاده می‌کنیم؟
- ۶- چگونه می‌توان محلول تبلور را از سایر مواد جدا کرد؟
- ۷- در عمل تبلور سرعت سرد کردن محلول داغ چه تأثیری بر درجه خلوص بلورها دارد؟
- ۸- چرا محلول داغ را صاف می‌کنیم؟
- ۹- هر یک از موارد زیر چه اشکالی در عمل تبلور مجدد ایجاد می‌کند؟
 - الف) استفاده از حلال زیادی در تبلور
 - ب) استفاده از حلال کم در تبلور
 - ج) قرار دادن محلول داغ در حمام یخ
 - د) اگر بلورهای صاف شده در مرحله آخر شسته نشود

جداسازی (استخراج)

هدف

جداسازی شامل کلیه‌ی اعمالی است که به کمک آن‌ها می‌توان اجزای یک مخلوط همگن (یک‌نواخت) یا ناهمگن (غیریک‌نواخت) را بدون ایجاد تغییر شیمیایی در آن اجزا، از یک‌دیگر جدا کرد.

به‌منظور ساده شدن این بررسی، مخلوط‌های مهم را به سه‌دسته تقسیم می‌کنیم:

(الف) مخلوط جامد در جامد،

(ب) مخلوط جامد در مایع،

(ج) مخلوط مایع در مایع.

اکنون روش‌های جداسازی هر یک را بررسی می‌کنیم:

۱-۷- مخلوط جامد در جامد

برای جدا کردن اجزای چنین مخلوط‌هایی از هم، راه‌های متفاوتی وجود دارد که مهم‌ترین آن‌ها بدین شرح است:

(الف) شست‌وشو: در این عمل از اختلاف چگالی مواد استفاده می‌شود. ابتدا مخلوط را با آسیاب نرم می‌کنند و جریان آب را از روی آن به آرامی عبور می‌دهند. آب، مواد سبک وزن را به همراه خود می‌برد و مواد سنگین‌تر برجای می‌مانند. اما این روش کامل نیست و نیاز مجدد به خالص کردن مخلوط دارد.

(ب) استخراج: یکی از راه‌های استخراج شامل جدا کردن یک جامد از مخلوط آن به کمک یک حلال مناسب است. در این وضعیت، حلال، یکی از اجزای سازنده را در خود حل می‌کند و در شمار دیگر نامحلول باقی می‌ماند؛ به این وسیله، اجزا از هم جدا می‌شوند. این عمل، توسط دستگاه سوکسله، انجام می‌شود. در این آزمایش، مواد براساس تفاوت در قابلیت حل شدن اجزای جامد از مخلوط جدا می‌شوند.

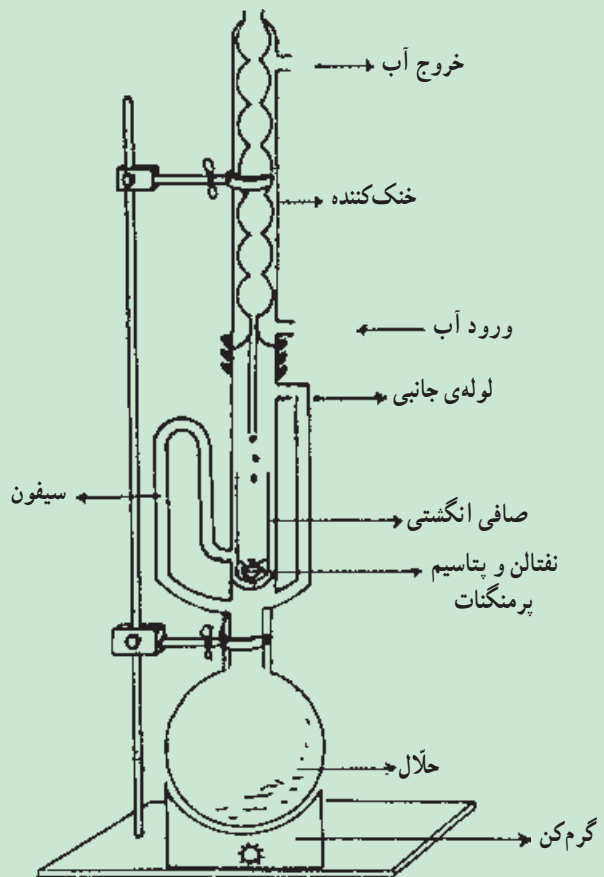
مواد و وسایل لازم

نفتالن ۳ گرم؛ پتاسیم پرمنگنات ۲ گرم؛ ۳۵۰ میلی‌لیتر تولوئن؛ دستگاه سوکسله؛ گرمکن؛ ترازو؛ پایه و گیره؛ بالن تقطیر؛ خنک‌کننده.

روش کار

مخلوطی از ۲ گرم پتاسیم پرمنگنات و ۳ گرم نفتالن را درصافی انگشتی دستگاه سوکسله قرار دهید و در داخل بالن نیز ۲۵۰ تا ۳۵۰ میلی‌لیتر تولوئن بریزید و دستگاه را مطابق شکل آماده کنید. خنک‌کننده را به‌صورت عمودی وصل کنید و ورودی و خروجی لوله‌های آب را به خنک‌کننده متصل کنید.

اکنون گرم‌کن را روشن کنید. تولوئن به تدریج گرم می‌شود و به جوش می‌آید. بخارهای حاصل از لوله‌ی جانبی، وارد خنک‌کننده و در آن‌جا مایع می‌شوند و به داخل استوانه و صافی انگشتی می‌ریزند. این حلال، نفتالن را درخود حل می‌کند و حجم محلول در ظرف استوانه‌ای، به تدریج افزایش می‌یابد. هنگامی که فشار به حد معینی رسید، سیفون، محلول موجود را به داخل بالن تخلیه، هدایت می‌کند و این عمل مجدداً تکرار می‌شود و حلال مسیر بسته‌ای را طی می‌کند؛ هم‌چنین هر بار قسمتی از نفتالن را در خود حل و به داخل بالن منتقل می‌کند. پس از چند بار تخلیه به‌وسیله‌ی سیفون، گرم‌کن را خاموش کنید و بدون بستن آب ورودی به خنک‌کننده، بگذارید تمامی بخارهای موجود در خنک‌کننده مایع شوند. پس از سرد شدن، دستگاه را با دقت باز کنید. صافی انگشتی را خارج کنید و زیر کلاهک قرار دهید تا حلال اضافی تبخیر شود. حال، پتاسیم پرمنگنات بر جای مانده را وزن کنید و با وزن اولیه‌ی آن مقایسه کنید. محتویات بالن را تقطیر و حلال را جدا سازید. وزن نفتالن به‌دست آمده را تعیین کنید.



شکل ۱-۷

پرسش‌ها

- ۱- یک حلال مناسب برای عمل جداسازی باید چگونه باشد؟
- ۲- چرا تولوئن، نفتالن را در خود حل می‌کند، در حالی که پتاسیم پرمنگنات را حل نمی‌کند؟
- ۳- چرا با تبخیر محلول داخل بالن، می‌توان نفتالن را جدا کرد؟

۷-۲- جدا کردن جامد از مایع

هدف: جدا کردن مخلوط‌های همگن (محلول) بر اساس

تغییر حالت فیزیکی

برای جدا کردن مواد جامد نامحلول در مایع از عمل

صاف کردن با کاغذ صافی و گاهی از پشم شیشه و یا سفال استفاده می‌شود؛ هم‌چنین، جهت تسریع عمل، از قیف بوختر

همراه خرطوم آبی یا پمپ تخلیه، نیز در مخلوط‌های یک‌نواخت یا غیریک‌نواخت از اعمالی مانند سرریز کردن، تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء، تقطیر با بخار آب، تبلور یا کروماتوگرافی استفاده می‌شود. شما در این آزمایش، روش تبلور را به کار می‌برید.

مواد و وسایل لازم

مس II سولفات؛ بشر ۴۰۰ میلی لیتری؛ ارلن؛ شیشه‌ی ساعت؛ توری؛ سه پایه؛ قیف بوختر همراه با خرطوم آبی؛ خاک اره؛ کاغذ صافی؛ قیف شیشه‌ای.

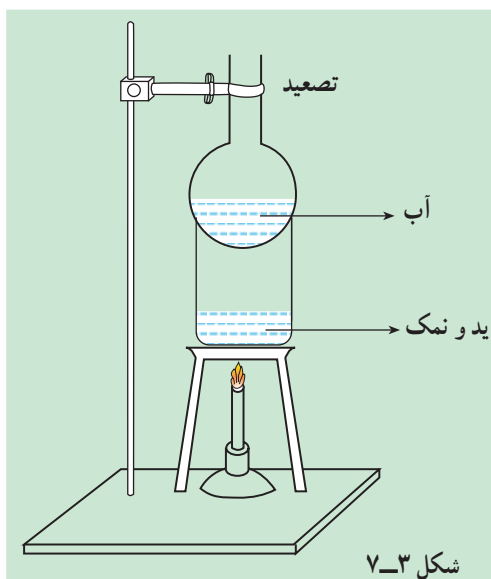
روش کار

محلول سیر شده‌ای از مس II سولفات را در گرما تهیه کنید و آن را روی قیف شیشه‌ای و ارلنی که هر دو قبلاً گرم شده‌اند، صاف کنید؛ سپس دهانه‌ی ارلن را با شیشه ساعت بپوشانید و ظرف را در یک بشر

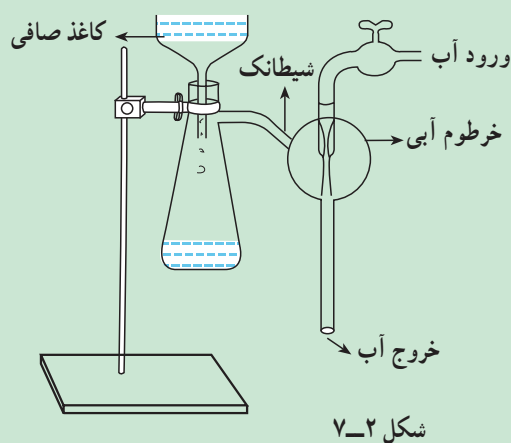
بزرگ قرار دهید و اطراف آن را از خاک اره پر کنید؛ آن‌گاه آن را برای ۲۴ ساعت ساکن بگذارید. پس از آن، با قیف بوختر، بلورها را از مایع اضافی جدا و بین دو لایه‌ی کاغذ صافی خشک کنید.

پرسش

۱- علت تسریع عمل صاف کردن به وسیله‌ی قیف بوختر را شرح دهید.



شکل ۷-۳



شکل ۷-۲

۷-۳- تصعید (تبدیل جامد به بخار)

هدف: وقتی در آزمایشگاه، حلال مناسب در اختیار نباشد یا آن که استفاده از حلال در نظر نباشد، می‌توان از فرآیند تصعید برای جدا کردن اجزای برخی از مخلوط‌ها استفاده کرد.

وسایل و مواد لازم

بشر؛ بالن ته‌گرد؛ گیره و پایه؛ سه پایه؛ توری نسوز؛ مخلوط ید و نمک طعام.

احتیاط: این آزمایش را زیر هود انجام دهید. بخار ید سمی است و بر سلول‌های بینایی به شدت اثر می‌کند.

روش کار

مقدار کمی ید و نمک طعام را در یک بشر بریزید و دهانه‌ی آن را با بالن ته‌گردی که دارای آب سرد و یخ است بپوشانید. بشر را به آرامی گرم کنید. ید متصاعد می‌شود و بخارهای آن در سطح بیرونی بالن سرد، می‌نشینند.

پرسش‌ها

- در چه وضعیتی می‌توان اجزای مخلوط جامد را از راه تصعید از هم جدا کرد؟
- چرا با گرم کردن ملایم، ید تصعید می‌شود، در حالی که نمک طعام تصعید نمی‌شود؟
- چند مخلوط دوتایی دیگر را نام ببرید که از راه تصعید بتوان اجزای آن‌ها را از هم جدا کرد.

۱- به جای ید بهتر است از بنزوئیک اسید استفاده شود.

تقطیر

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

- ۱- تقطیر ساده را انجام دهد.
- ۲- تقطیر جزء به جزء را انجام دهد.

۱-۸- تقطیر

طرق مختلف تخلیص ترکیب‌های آلی عبارتند از: تقطیر، استخراج (عصاره‌گیری به وسیله‌ی حلال‌ها) و تبلور (کریستالیزاسیون). اکنون به بررسی تقطیر می‌پردازیم:

نیروهای جاذبه‌ی موجود بین مولکول‌ها در مایع‌های آلی نسبتاً ضعیفند. از این رو مایع‌های آلی در دماهای نسبتاً پایین به جوش می‌آیند و چون دمای جوش آن‌ها پایین است، احتمال تجزیه شدن ماده‌ی آلی وجود دارد اگر بخارهای حاصل از جوشاندن یک مایع آلی را وارد خنک‌کننده کنیم به مایع تبدیل می‌شوند. به مجموعه‌ی اعمال بخار شدن از راه جوشش و مایع شدن بخارها در خنک‌کننده و جمع‌آوری مایع حاصل در یک ظرف، تقطیر می‌گویند.

چون جاذبه‌های بین مولکولی در ترکیب‌های مختلف متفاوت است، ترکیب‌های آلی مختلف در دماهای متفاوت تقطیر می‌شوند. بنابراین، عمل تقطیر را نه تنها برای جدا کردن ترکیب‌های آلی فرار از مواد غیر فرار مورد استفاده قرار می‌دهند، بلکه برای جدا کردن مخلوط ترکیب‌های آلی با دماهای جوش مختلف نیز به کار می‌برند.

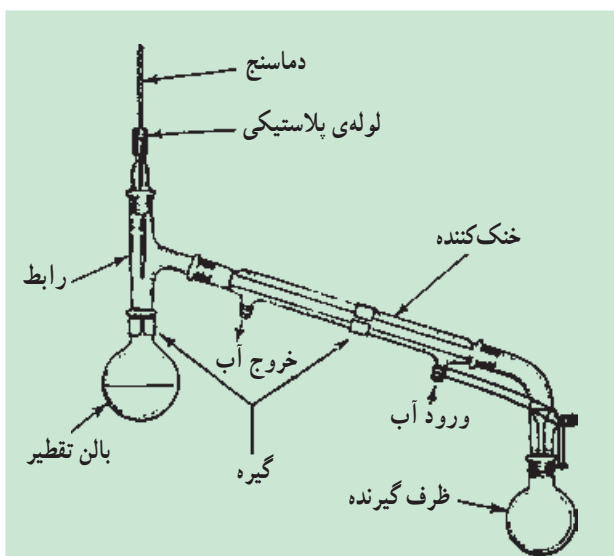
۲-۸- انواع تقطیر

انواع تقطیر عبارتند از: تقطیر ساده، تقطیر جزء به جزء، تقطیر در خلأ (فشار کم) و تقطیر با بخار آب.

در شکل ۱-۸ دستگاه تقطیر ساده را مشاهده می‌کنید.

در عمل تقطیر رعایت این نکات ضروری است:

- ۱- حجم مایع تقطیر شدنی نباید از $\frac{2}{3}$ حجم بالن تقطیر باشد.



شکل ۱-۸- دستگاه معمولی تقطیر ساده

۲- انداختن چند عدد سنگ جوش (یا چینی شکسته) در بالن تقطیر به منظور توزیع یک نواخت گرما و جلوگیری از پریدن مایع، الزامی است.

۳- برای پی بردن به دمای جوش مایع‌ها یا مخلوط چند مایع، مخزن جیوه‌ی دماسنج باید اندکی پایین‌تر از شاخه‌ی جانبی رابط قرار گیرد (محل جریان بخارها).

۴- اتصال لوله‌ی ورود و خروج آب به خنک‌کننده به‌گونه‌ی صحیح باشد (ورود آب از قسمت پایین و خروج آب از قسمت بالایی).

۵- برای گرم کردن بالن معمولاً از حمام‌های روغنی یا وسایل گرم‌کننده‌ی برقی استفاده می‌شود. اما چنان‌چه مجبور باشیم از شعله استفاده کنیم باید توجه داشت که با گذاردن یک توری فلزی روی سه پایه در زیر بالن، شعله‌ی چراغ گاز به طور گسترده به تمام نقاط بالن انتقال یابد تا بدین وسیله از گرم شدن موضعی بالن جلوگیری شود.

۶- محل ارتباط و تماس شیشه‌آلات باید با روغن مخصوص (روغن سیلیکون) قبل از نصب دستگاه، چرب شود. این امر برای اجتناب از چسبندگی و قفل شدن رابط‌ها در اثر گرم‌است.

۷- برای مقادیر کم مایع نباید از بالن‌های تقطیر بزرگ استفاده کرد، زیرا سبب از بین رفتن بخشی از مایع می‌شود.

۸- انتخاب خنک‌کننده به نوع تقطیر، سرعت تقطیر و دمای جوش مایع مورد نظر بستگی دارد.

۹- قبل از انجام تقطیر، ترکیب مورد نظر را در بالن تقطیر می‌ریزیم و آن را توزین می‌کنیم و بعد از عمل تقطیر نیز مجدداً بالن را وزن می‌کنیم و به این ترتیب مقدار مایع تقطیر شده مشخص می‌شود.

۱۰- سرعت تقطیر مناسب (تنظیم دمای لازم) یک یا دو قطره در هر ثانیه است.

۱۱- هیچ‌گاه نباید بالن تقطیر را تا خشک شدن و از بین رفتن کامل مایع تقطیر شدنی گرما داد.

۳-۸- تقطیر ساده

هدف: اندازه‌گیری دمای جوش کربن‌تتراکلرید^۱ و

جداسازی تولوئن از کربن‌تتراکلرید.

اگر فقط یک جسم فرار داشته باشیم و تفاوت دمای جوش این جسم با ناخالصی‌های موجود در آن زیاد باشد (حدود 30°C) برای جدا کردن این ماده از ناخالصی‌ها از تقطیر ساده استفاده می‌شود. از تقطیر ساده معمولاً در جداسازی مخلوط مایعاتی که دمای جوشی بین 40°C تا 150°C دارند استفاده می‌شود، زیرا بالاتر از دمای 150°C بسیاری از ترکیب‌های آلی تجزیه می‌شوند و در دمای جوش زیر 40°C نیز نمی‌توان مایعی را در یک دستگاه ساده، بدون هدر رفتن مقدار زیادی از آن، تقطیر کرد. این نوع تقطیر در صنعت کاربرد زیادی ندارد؛ مگر برای مواردی که برای جداسازی، درجه‌ی خلوص بالا مورد نظر نباشد یا اندازه‌گیری دمای جوش ترکیب خالص در نظر باشد، زیرا همیشه فشار بخار جزء دارای دمای جوش پایین‌تر، بر فشار بخار جزء دیرجوش‌تر اثر می‌گذارد و پاره‌ای از مولکول‌های با دمای جوش بالاتر را نیز همراه خود می‌کشاند؛ برای مثال هنگامی که مخلوطی با مقادیر مساوی از اتانول که مایعی بی‌رنگ است، با دمای جوش 78°C و آزو بنزن که جامدی است نارنجی رنگ، با دمای جوش 297°C را در یک بالن تقطیر معمولی تقطیر می‌کنیم (به‌رغم اختلاف 219°C در دمای جوش آن‌ها) حتی قطره‌های اولیه مایع جمع شده درگیرنده، در اثر وجود مولکول‌های آزو بنزن، رنگی هستند.

آزمایش اندازه‌گیری دمای جوش کربن‌تتراکلرید
به‌روش تقطیر ساده

توجه: «هیچ وقت دستگاه بسته را گرم نکنید.»

وسایل لازم

بالن ته‌گرد 100mL ؛ سه راهی تقطیر؛ دماسنج (150°C -)؛ خنک‌کننده (مبرد)؛ رابط قطره‌گیر؛ بالن جمع‌آوری‌کننده؛ دو استوانه‌ی مدرج 100mL ؛ دو عدد پایه؛ دو عدد شاخک‌گیر؛ گیره‌ی بالن؛ گیره‌ی خنک‌کننده؛ سنگ‌جوش.

مواد لازم

کربن‌تتراکلرید

روش کار

۱- در یک بالن ته‌گرد 100mL خشک، مقدار 30mL

۱- کربن‌تتراکلرید در گروه مواد زیان‌آور (سمی) طبقه‌بندی شده است؛ از تنفس بخارهای آن خودداری کنید.

آزمایش

جدا کردن بنزن^۱ از تولوئن.

هدف

جداسازی بنزن از تولوئن از راه تقطیر جزء به جزء.

وسایل لازم

سه عدد پایه؛ سه عدد شاخک گیره؛ دو عدد گیره‌ی بالن؛ گیره‌ی خنک‌کننده (مبرد)؛ منبع گرمایی (حمام روغنی یا گرم‌کن برقی یا چراغ بونزن و توری)؛ بالن تقطیر سمباده‌ای ۲۵۰ mL؛ ستون تقطیر؛ سه راه تقطیر؛ دماسنج؛ خنک‌کننده؛ قطره‌گیر؛ بالن جمع‌آوری کننده یا استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL.

مواد لازم

بنزن، تولوئن.

روش کار

دستگاهی مانند شکل ۲ - ۸ نصب کنید.

مخلوطی شامل ۵۰ میلی‌لیتر بنزن و ۵۰ میلی‌لیتر تولوئن تهیه نمایید. آن را در یک بالن ته‌گرد ۲۵۰ mL مناسب بریزید. چند عدد سنگ جوش به آن بیفزایید و دستگاه تقطیر جزء به جزء را نصب کنید. دستگاه باید کاملاً خشک باشد. بالن را به ملایمت گرم کنید تا مخلوط به جوش آید. گرما دادن را طوری تنظیم کنید که مایع به آرامی و منظم تقطیر شود (۵۰ تا ۶۰ قطره در هر دقیقه). بهتر است که ستون تقطیر به وسیله‌ی پنبه‌ی نسوز یا پشم شیشه یا پارچه‌ی کتان پوشانده شود. مطمئن شوید که جریان آب از درون خنک‌کننده به طور منظم می‌گذرد و هیچ شعله‌ای در نزدیکی ظرف جمع‌کننده نیست. به علت این که تفاوت دمای جوش بنزن و تولوئن در حدود ۳۰°C است، بهتر این است که به تغییر دمای جوش مخلوط در سه گستره‌ی ۸۰ تا ۹۰°C، ۹۰ تا ۱۰۰°C، ۱۰۰ تا ۱۱۰°C توجه نماییم. برای این منظور، مایع حاصل از تقطیر در فاصله‌ی دمایی ۸۰ تا ۹۰°C را در استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL برجسب‌دار A، و مایع تقطیر شده در فاصله‌ی دمایی ۹۰ تا ۱۰۰°C را در استوانه‌ی مدرج B و مایع تقطیر شده در فاصله‌ی دمایی ۱۰۰ تا ۱۱۰°C را در یک استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL

کربن تتراکلرید خشک و خالص را با استفاده از یک قیف تمیز و خشک بریزید. چند قطعه سنگ جوش به آن بیفزایید و با رعایت نکات ضروری در تقطیر که قبلاً اشاره شد، دستگاه تقطیر را نصب و تمام اتصالات را محکم کنید (شکل ۱-۸).

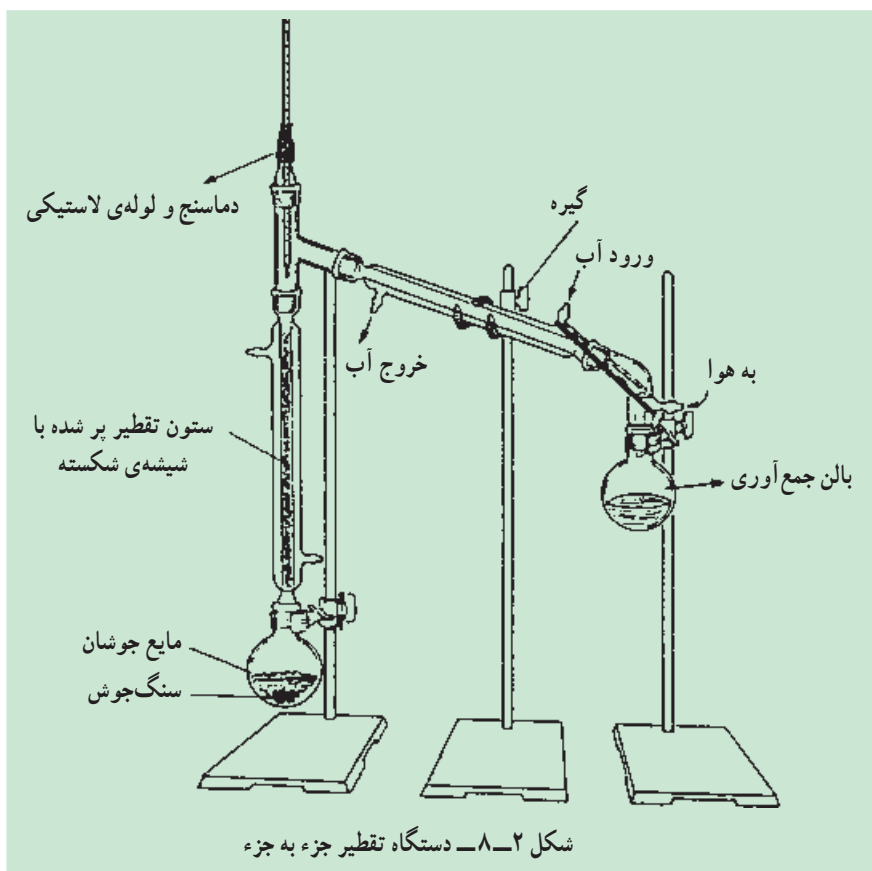
از یک استوانه‌ی مدرج به منظور بالن جمع‌آوری کننده استفاده کنید. بالن تقطیر را به آرامی گرم کنید تا این که مایع درون آن به جوش آید.

گرما دادن را به گونه‌ای تنظیم کنید که بخارها از دیواره‌ی بالن بالا روند و از دماسنج بگذرند و به خنک‌کننده (مبرد) برسند. هنگامی که اولین قطرات مایع تقطیر شده در خنک‌کننده ظاهر شد، دما را ثبت کنید. عمل تقطیر مایع را به آهستگی ادامه دهید و دمای تقطیر را به طور منظم نسبت به حجم ماده‌ی تقطیر شده - هنگامی که مقادیر تقطیر شده، ۵، ۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ میلی‌لیتر و ... جمع‌آوری شد - یادداشت کنید. عمل تقطیر را هنگامی که ۲ تا ۳ میلی‌لیتر از مایع تقطیر شونده در ته بالن باقیمانده است، قطع کنید. اگر دمای جوش به دست آمده با دمای واقعی داده شده در کتاب مرجع تفاوت داشته باشد علت آن را بنویسید. کربن تتراکلرید مصرف شده را به شیشه‌ای بریزید که برای این منظور در اختیار شما گذاشته می‌شود. از روی اعداد به دست آمده نمودار تقریبی تقطیر را برای کربن تتراکلرید خالص (دماها روی محور عمودی و حجم تقطیر شده روی محور افقی) رسم کنید و درباره‌ی آن توضیح دهید.

۴-۸ - تقطیر جزء به جزء

منظور از تقطیر جزء به جزء، جدا کردن اجزای مخلوط براساس فرآر بودن آن‌هاست به عبارت دیگر، منظور جدا کردن چند مایع با دمای جوش متفاوت، از مخلوط است. برای جدا کردن دو مایع از راه تقطیر جزء به جزء لازم است از دمای جوش اجزای موجود در مخلوط یا فشار بخار هر یک از آن‌ها اطلاعاتی در دست داشته باشیم. با این اطلاعات می‌توان پیش‌بینی کرد که آیا عمل جدا کردن اجزای مخلوط از یک‌دیگر امکان‌پذیر است یا نه؟

۱- بنزن در گروه مواد زبان‌آور (سمی) طبقه‌بندی شده است؛ از تنفس بخارهای آن خودداری کنید. بنزن از راه پوست نیز جذب می‌شود. مراحل آزمایش زیر هود انجام گیرد. می‌توان از محلول اتانول و آب یا محلول استن و آب به جای محلول بنزن و تولوئن استفاده کرد.



استوانه‌ی A و مایع جمع‌آوری شده بین 90°C تا 100°C را در استوانه‌ی B جمع‌آوری نمایید. هنگامی که دماسنج درجه 100° را نشان داد، تقطیر را متوقف کنید. بالن را کمی سرد کنید و محتویات استوانه C را به آن بیفزایید. مجدداً تقطیر را ادامه دهید، مایع جمع‌آوری شده بین 80°C تا 90°C را در استوانه‌ی A، مایع جمع‌آوری شده در گستره‌ی 90°C تا 100°C را در استوانه‌ی B، مایع جمع‌آوری شده‌ی گستره‌ی 100° تا $110/6^{\circ}\text{C}$ را در استوانه‌ی C جمع‌آوری نمایید. هنگامی که دماسنج $110/6^{\circ}\text{C}$ را نشان داد، تقطیر را متوقف و بالن را کمی سرد کنید. محتویات لوله‌ی آزمایش (باقی مانده‌ی تقطیر اول) را به آن بیفزایید و مجدداً تقطیر را ادامه دهید و اجزای A و B و C را جمع‌آوری کنید. بعد از جمع‌آوری مایع استوانه‌ی C، گرم کردن را قطع و بالن را سرد کنید و بگذارید ستون خنک شود، بالن را خارج کنید و باقی مانده‌ی آن را در لوله‌ی آزمایش معین بریزید. در این جا مرحله دوم تقطیر تمام شده است. مانند مرحله اول تقطیر، حجم نمونه در هر استوانه و لوله‌ی آزمایش را اندازه بگیرید و نسبت به حجم کل محلول محاسبه نمایید.

جمع‌آوری کنید.

عمل تقطیر را هیچ‌گاه تا حد خشک شدن بالن ادامه ندهید. وقتی که ۲ تا ۳ میلی لیتر از مایع در بالن باقی ماند، تقطیر را متوقف کنید و باقی مانده را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. حجم مایع موجود در هر یک از استوانه‌ها و حجم باقی مانده در لوله‌ی آزمایش را اندازه بگیرید. حجم کل محصول را محاسبه کنید. نسبت حجم هر جزء به کل را برحسب درصد مشخص کنید.

دومین مرحله‌ی تقطیر

مایع جمع‌آوری شده در استوانه‌ی A را در بالن تقطیر خشک و تمیز بریزید و به آن چند عدد سنگ جوش بیفزایید. مجدداً دستگاه تقطیر جزء به جزء را نصب و عمل تقطیر را شروع کنید. هنگامی که دماسنج درجه‌ی 90° را نشان دهد، تقطیر را متوقف کنید. بالن را کمی سرد نموده محتویات استوانه‌ی B را به آن بیفزایید. مجدداً بالن را گرم کنید و تقطیر را ادامه دهید. مایع جمع‌آوری شده در گستره‌ی 80° تا 90°C را در

از تقطیر در فاصله‌ی ۸۰ تا ۹۰°C را افزایش داد به گونه‌ای که آخرین مایع حاصل از تقطیر در ۸۰ تا ۹۰°C به طور عمده بنزن باشد. با آزمایش شیمیایی می‌توان این موضوع را اثبات کرد.

چون دمای جوش بنزن (۸۰°C) پایین‌تر از دمای جوش تولوئن (۱۱۱°C) است، می‌توان انتظار داشت که مایع حاصل از تقطیر در فاصله‌ی ۸۰ تا ۹۰°C بیش‌تر محتوی بنزن باشد. با تکرار فرآیند تقطیر به شرح بالا، می‌توان نسبت درصد مایع حاصل

مطالعه‌ی آزاد

برخی از مخلوط‌های آلی مانند یک ترکیب خالص در فشار ثابت دمای جوش ثابتی دارند. به این مخلوط‌ها، مخلوط آزوتروپ گفته می‌شود.

جدا کردن مایع‌هایی که با هم مخلوط آزوتروپ می‌سازند آسان نیست، زیرا مخلوط آزوتروپ، مخلوطی از دو یا چند مایع است که در فشار ثابت دمای جوش ثابتی دارد. دلیل آن این است که غلظت اجزای تشکیل دهنده‌ی بخارهای متصاعد شده از مخلوط آزوتروپ در حال جوش با غلظت اجزای خود مخلوط یکسان است؛ از این رو، غلظت مخلوط آزوتروپ با جوشیدن تغییر نمی‌کند. و نمی‌توان این مخلوط‌ها را از طریق تقطیر جزء به جزء از هم جدا کرد. برای برطرف کردن این مشکل مایع دیگری به مخلوط اضافه می‌کنند تا آزوتروپ دیگری به دست آید. راه دیگر برای حل این مشکل، تغییر دادن فشار است؛ برای مثال، ۹۵٪ اتیل الکل و ۵٪ آب، آزوتروپ تشکیل می‌دهند که در ۷۸/۱۵°C می‌جوشد (دمای جوش اتیل الکل خالص ۷۸/۳°C است). برای از بین بردن این دمای آزوتروپی به آن بنزن اضافه می‌کنند. در نتیجه آزوتروپ دیگری (آزوتروپ سه‌تایی، ۷/۵٪ آب، ۱۸/۵٪ اتیل الکل و ۷۴٪ بنزن با دمای جوش ۶۴/۹°C) با درصد آب بیش‌تر ایجاد می‌شود. بدین ترتیب، قسمت اعظم آب خارج می‌شود و الکل و بنزن باقی می‌مانند که از راه تقطیر جزء به جزء به سادگی از هم جدا می‌شوند.

جدول ۱-۸- چند مخلوط آزوتروپ

ترکیب‌های مخلوط	درصد وزنی	دمای جوش اجزاء خالص (°C)	دمای جوش آزوتروپ (°C)
ایزوپروپیل الکل	۸۷/۴	۸۲/۳	۸۰/۴ {
آب	۱۲/۶	۱۰۰/۰	
اتیل الکل	۲۰/۰	۷۸/۳	۶۵/۰ {
کربن تتراکلرید	۸۰/۰	۷۶/۵	
اتیل استات	۶۹/۰	۷۷/۱	۷۱/۸ {
اتیل الکل (اتانول)	۳۱/۰	۷۸/۳	
فرمیک اسید	۲۲/۶	۱۰۰/۸	۱۰۷/۳ {
آب	۷۷/۴	۱۰۰/۰	

۱- معنای تقریبی کلمه‌ی آزوتروپ، «هم‌جوش» یا جوشش با دمای ثابت است.

پرسش‌ها

- ۱- تقطیر را تعریف کنید.
- ۲- چرا بالن تقطیر را در شروع عمل تقطیر نباید بیش از $\frac{2}{3}$ حجم آن از مایع پر کرد؟
- ۳- چرا گرما دادن مایع در دستگاه تقطیری که تمام اتصالات آن محکم بوده هیچ راه خروجی به جو نداشته باشد، خطرناک است؟
- ۴- آیا از راه تقطیر ساده می‌توان به ماده‌ی خالص دست یافت؟ چرا؟
- ۵- تفاوت تقطیر ساده و تقطیر جزء به جزء را شرح دهید.
- ۶- اگر دماسنج را بالاتر از شاخه جانبی سه‌راهی قرار دهیم، چه اشکالی در نتیجه آزمایش خواهد داشت؟
- ۷- اگر سرعت تقطیر خیلی بالا باشد، چه تأثیری در نتیجه آزمایش به وجود خواهد آمد؟