

www.salampnu.com

سایت مرجع دانشجوی پیام نور

- ✓ نمونه سوالات پیام نور : بیش از ۱۱۰ هزار نمونه سوال همراه با پاسخنامه
- تستی و تشریحی
- ✓ کتاب ، جزوه و خلاصه دروس
- ✓ برنامه امتحانات
- ✓ منابع و لیست دروس هر ترم
- ✓ دانلود کاملاً رایگان بیش از ۱۴۰ هزار فایل مختص دانشجویان پیام نور

www.salampnu.com



Payam noor university

Lab organic chemistry 2



By: majid halimi MS.c of organic chemistry



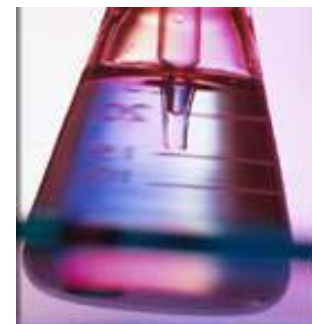
عنوان درس: آزمایشگاه شیمی آلی 2

مؤلف: طیبہ پرتوی

تعداد واحد درس: 1 واحد

تهیه کننده: مجید حلیمی

دانشگاه پیام نور مرکز بجنورد زمستان 85

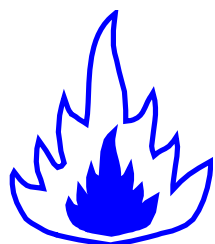


H																		He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac	104	105	106	107	108	109	110	111	112	113	114	115	116	117	118	
		La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

علايم در آزمايشگاه:



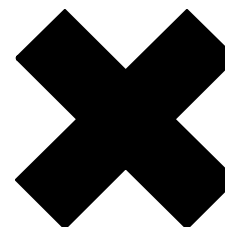
CORROSIVE



DANGEROUS
WHEN
WET



FLAMMABLE SOLID



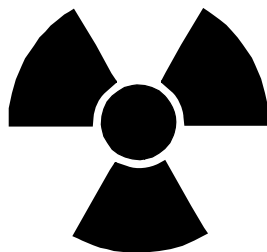
HAZARD



**ORGANIC
PEROXIDE**



POISON



RADIOACTIVE



BIOHAZARD



**FLAMMABLE GAS
FLAMMABLE LIQUID**

ایمنی در آزمایشگاه :

رعایت نکات زیر برای حفظ سلامتی شما در آزمایشگاه ضروری است:

- 1- استفاده از عینک ایمنی
- 2- تنها کار نکردن در آزمایشگاه
- 3- مطالعه دستور کار قبل از ورود به آزمایشگاه
- 4- اطلاع از مواد مورد آزمایش





- 5- از خوردن آدامس و مواد خوراكي خود داري كنيد.
- 6- در محيط آزمایشگاه سيگار نكشيد.
- 7- حمل ظروف شیشه اي با احتیاط .
- 8- براي تشخیص بوي ماده مستقبما آنرا نبوئيد .
- 9- آزمایش با مواد سمی و داراي بو را در زیر هود انجام دهید .





10- میز کار خود را بعد از اتمام آزمایش تمیز کنید .

11- داشتن روپوش سفید و ماسک .

12- توصیه می شود خانم ها از جواهرات استفاده نکنند.

13- خوردن يك لیوان شیر خوراکی بعد از هر آزمایش توصیه می شود .





هنگام مقابله با حوادث احتمالی ضمن حفظ خونسردی دستور کار زیر را انجام دهید:

الف) اگر روی پوست اسید ریخت ابتدا آن را با آب زیاد بشوئید و سپس با محلول 3% شستشو دهید

ب) اگر روی پوست مواد قلیایی ریخت ابتدا آن را با آب زیاد بشوئید و سپس با محلول 1% استیک اسید شستشو دهید

ج) چنانچه چشم آلوده به مواد شیمیایی شد از فواره چشم شوی استفاده کنید

د) اگر برم روی پوست ریخت روی موضع آلوده گلیسرین بریزید و پس از مدتی آنرا پاک کنید

ه) در مورد خراش و بریدگی های جزئی ابتدا موضع را با کمی اتانول تمیز کنید و بعد پانسمان شود

آزمایش شماره 1: اکسایش

Oxidation

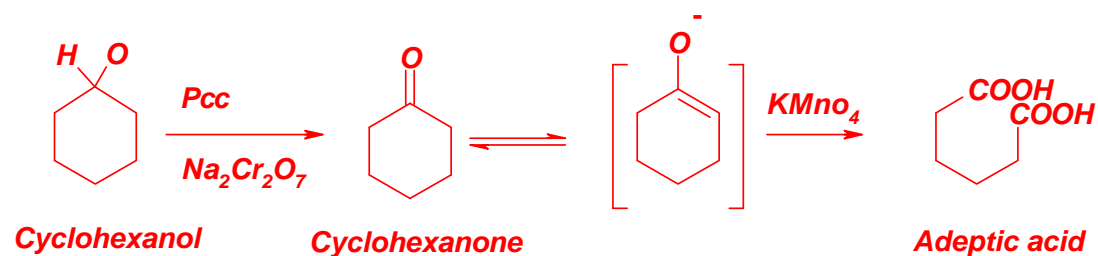


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث اکسیداسیون بیشتر آشنا شده و مباحث ارایه شده در درس تئوری را عیناً مشاهده نماید.

اکسایش سیکلو هگزانول به سیکلو هگزانون و سیکلو هگزانون به آدیپتیک اسید

در واکنش های اکسایش با توجه به نوع ماده اکسید شونده و محصول مورد نظر از معرفها و شرایط متفاوتی استفاده می شود. از جمله عوامل تعیین کننده غلظت معرف در محیط واکنش و دمای انجام واکنش می باشد.



روش کار :

مرحله 1: 081/0 گرم سدیم بیکربنات و 125 سی سی آب را در یک ارلن 250 مخلوط میکنیم و سپس به آن 19 سی سی اسید سولفوریک می افزائیم .

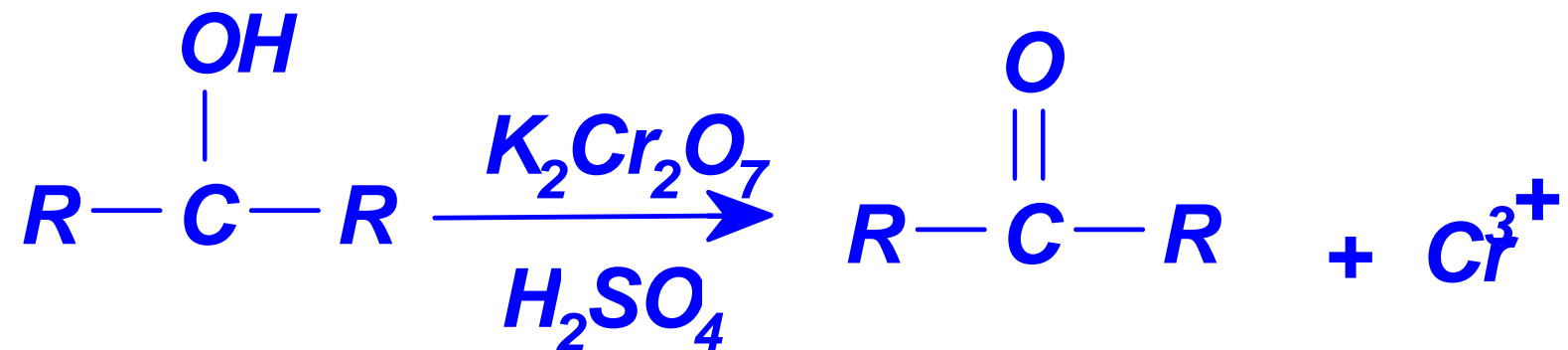
مرحله 2: 0/2 مول سیکلو هگزانون را به 75 سی سی آب افزوده و سپس محلول مرحله 1 را به آرامی به آن میافزاییم

مرحله 3: مخلوط را در حمام یخ گذاشته به مدت یک ساعت سپس به آن 100 سی سی آب افزوده و عمل تقطیر را انجام میدهیم .

مرحله 4: مقطره حاصل را در قیف جداکننده ریخته و فاز آبی و آلی را جدا میکنیم فاز آبی را تقطیر ساده میکنیم سیکلو هگزانون در دمای 152-155 جدا می شود.



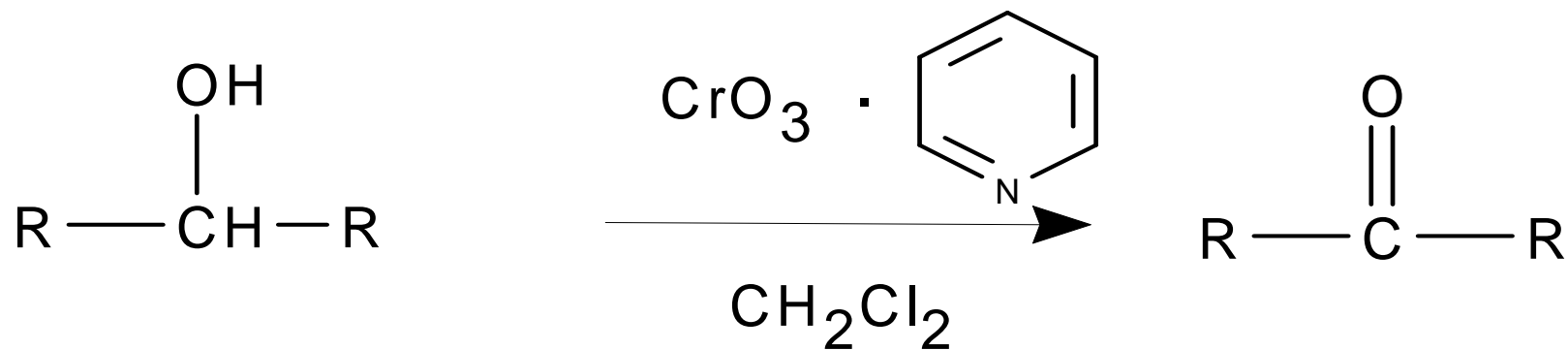
Oxidation of Secondary Alcohols



Jones Oxidation



Oxidation with Chromic Oxide and Pyridine



Sarett Oxidation

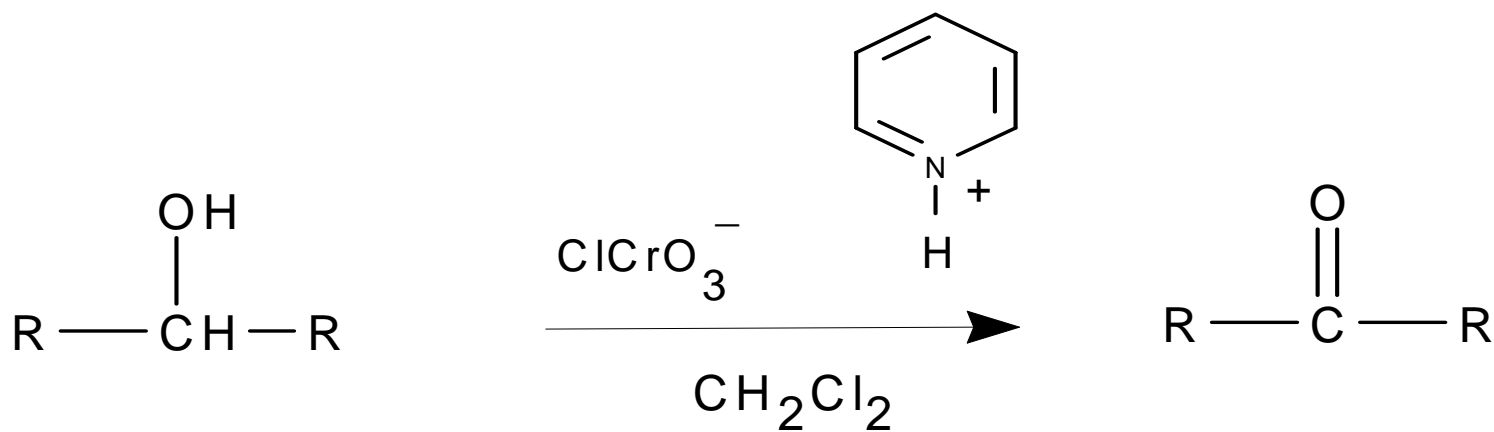


Important!!

- Sarrett reaction: Primary alcohols get oxidized to aldehydes
- Aldehydes are not further oxidized to carboxylic acids



Oxidation with Pyridinium Chlorochromate



“PCC” Oxidation

تهیه آدپتیک اسید:

مرحله 1: 1/0 مول سیکلوهگزانون + محلول 2/0 مول پتاسیم پرمنگنات + 250 میلی لیتر آب در یک ارلن 500 مخلوط کنید.

مرحله 2: به مخلوط 2 میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید 10% بیفزایید و دما را یادداشت کنید.

مرحله 3: مخلوط در حمام آب و یخ قرار داده شود تا دما به 45 درجه برسد برای مدت 10 دقیقه بگذارید بماند.





مرحله 4: براي كامل شدن واكنش مخلوط را براي 10-15 دقيقه رفلاكس كنيد.

مرحله 5: مخلوط را صاف كنيد, رسوب را با آب شسته و محلول زير صافي را حرارت دهيد تا حجم به 60-65 ميلي ليتر برسد.

مرحله 6: محلول صاف شده را با اسيد كلريدريك غليظ اسيدي كنيد و سپس 15 ميلي ليتر ديگر اسيد بيفزايد.

مرحله 7: آديپتيك اسيد رسوب خواهد كرد آنرا صاف نماييد و در مخلوط آب و اتانول تبلور مجدد گردد.

آزمایش شماره 2 : کاهش

Reduction



هدف رفتاری:

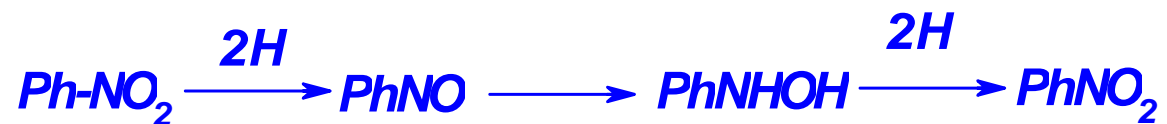
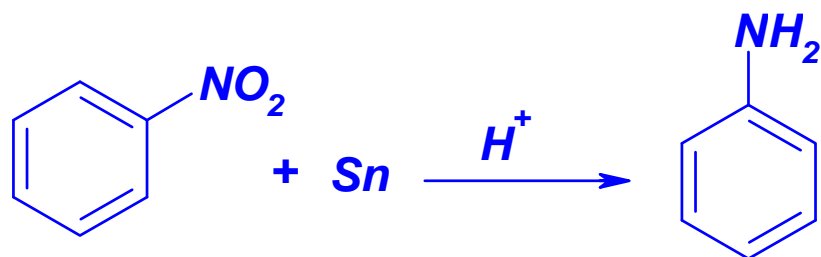
در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث کاهش بیشتر آشنا شده و کاهش ترکیبات آروماتیک نیترو دار شده را به خوبی انجام دهند



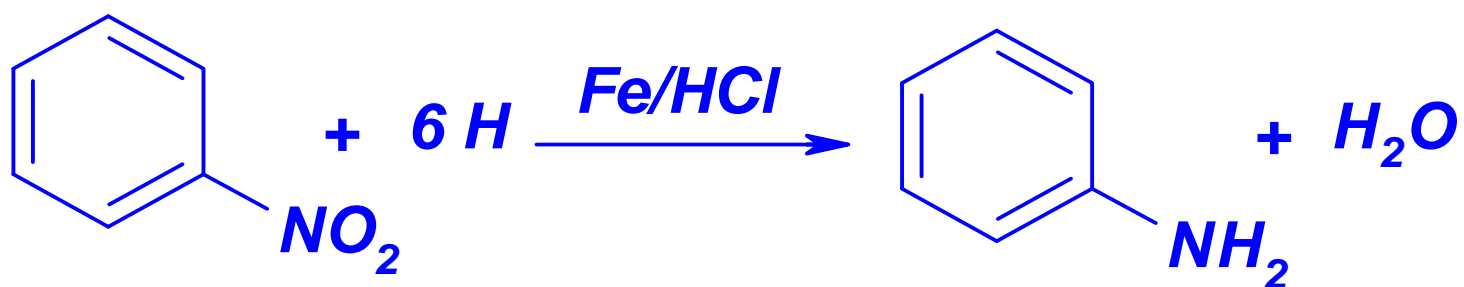
هرگاه جسمي با هيدروژن تركيب شود احيا شده است و يا هر گاه جسمي الكتروني بگيرد احيا شده است .
تركيبات آروماتيک نيترو بسته به قدرت معرف احيا کننده مي توانند به تركيبات متفاوتي تبديل شوند مثلا آهن و کلريدريك اسيد رقيق کلروراستانو و کلريدريك اسيد و يا هيدروژن و کاتاليزور پلاتين باعث احيا کامل تركيبات نيترو و تبديل آنها به آمين مربوط مي شود . ولي با استفاده از آمونيوم کلريد و پودر روي مي توان تركيبات نيترو را تا مرحله هيدروکسيل آمين احيا نمود .



هابر در سال 1900 مراحل احیا نیترو بنزن را بصورت زیر نوشت :



تهیه آنیلین از نیتروبنزن :



روش کار:

مرحله 1: 6 گرم نیتروبنزن + 12 گرم قلع در بالن 250 ریخته و در حمام یخ بگذارید.

مرحله 2: 27 میلی لیتر اسید کلریدریک را کم کم به آن اضافه نمایید دما از 60 درجه بالاتر نرود .

مرحله 3: مخلوط را به مدت یک ساعت رفلکس نمایید.





مرحله 4: پس از رفلکس 12 میلی لیتر آب اضافه کنید. محلول سود (15 گرم + 20 میلی لیتر) را به آن اضافه کنید.

مرحله 5: آنیلین را توسط بخار تقطیر نمایید.

مرحله 6: از اثر Salting out استفاده نموده و آنیلین را به فاز آلی آورده و سپس با اتر استخراج نمایید.

تهیه فنیل هیدروکسیل آمین :

مرحله 1: 25/4 میلی لیتر نیتروبنزن + 5/2 گرم کلرور آمونیوم + 50 میلی لیتر آب در بشر 100-150 بریزید.

مرحله 2: به مخلوط در حین هم زدن 5/7 گرم پودر روی به آهستگی اضافه کنید دمای واکنش دمای واکنش از 50-60 بیشتر نشود.

مرحله 3: پس از افزایش مخلوط واکنش به مدت 15 دقیقه بهم بزنید سپس مخلوط را صاف کنید.





مرحله 4: رسوب را با 5 میلی لیتر آب گرم بشوئید و به محلول زیر صافی 15 گرم سدیم کلراید بیفزایید و در حمام یخ بگذارید پس از مدتی بلورهای فنیل هیدروکسیل آمین ظاهر می شود .

مرحله 5: رسوب را صاف کرده برای تبلور کمی بنزن بیفزایید تا حل شود و سپس کمی اتر نفت به آن بیفزایید تا رسوب سوزنی شکل فنیل هیدروکسیل آمین تهیه شود.

آزمایش شماره 3: واکنش دیالز-آلدر

Dials-alder reaction

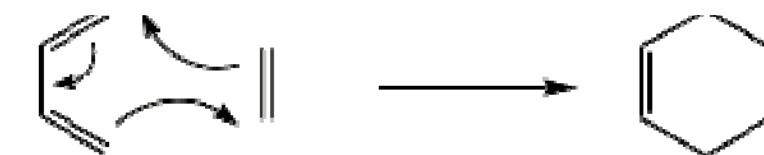
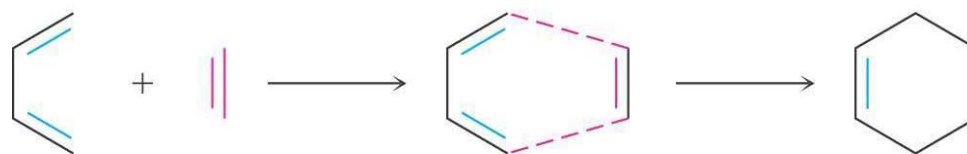


هدف رفتاری:

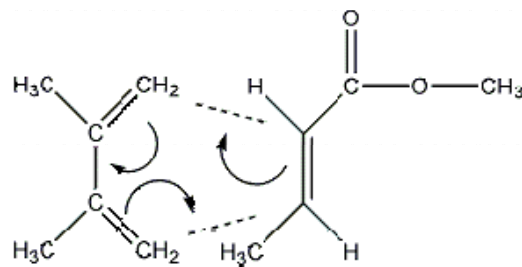
در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث دیالز-آلدر بیشتر آشنا شده و ترکیبات اندو واگزو را در این مبحث درک کنند.

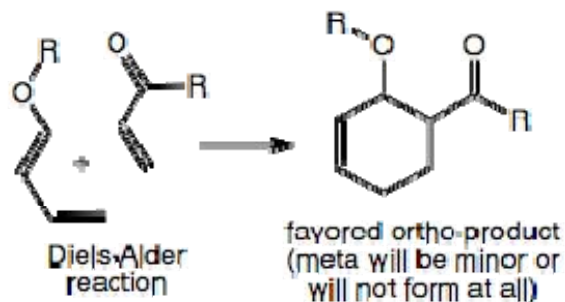
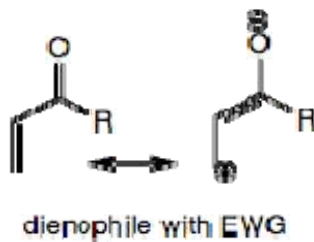
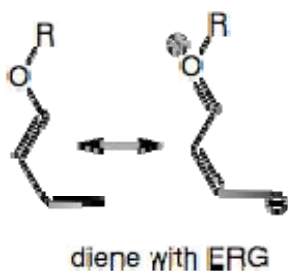
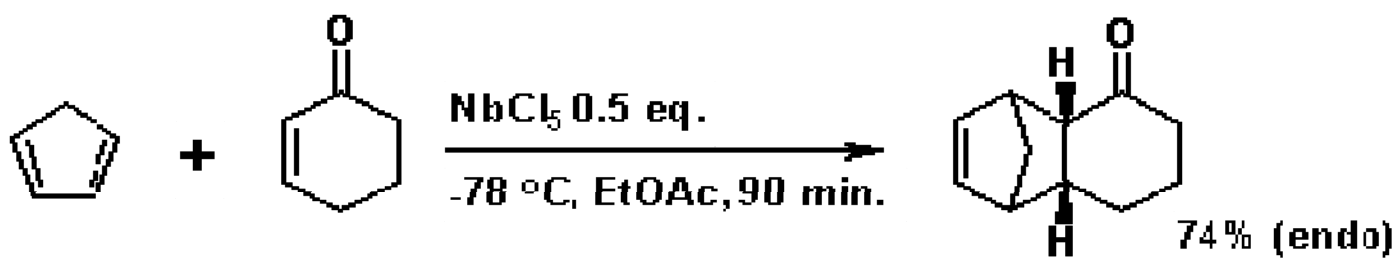
واکنش **دیلز-آلدر** بصورت همزمان انجام می شود و سرعت واکنشها با افزایش کاتالیزورهای اسیدی یا بازی جزءرادیکالی یا تابش نور تغییر نمی کند .

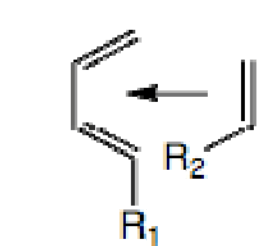
Cyclic transition state



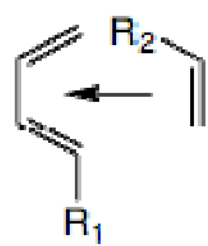
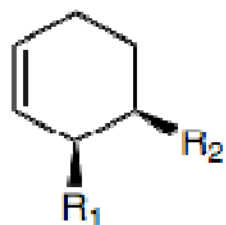
diene + dienophile



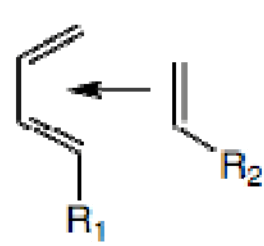
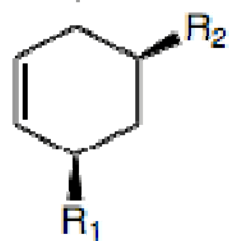




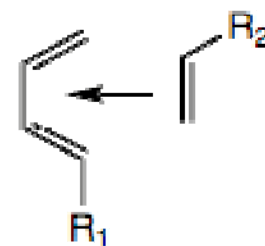
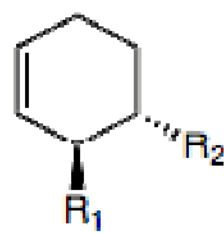
endo approach



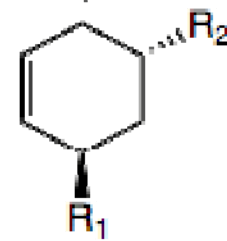
another endo approach

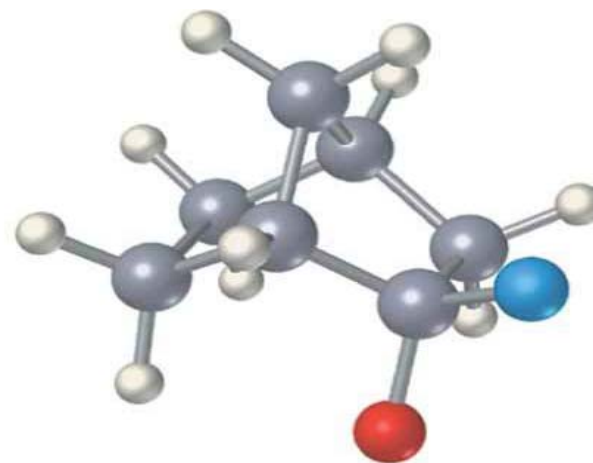
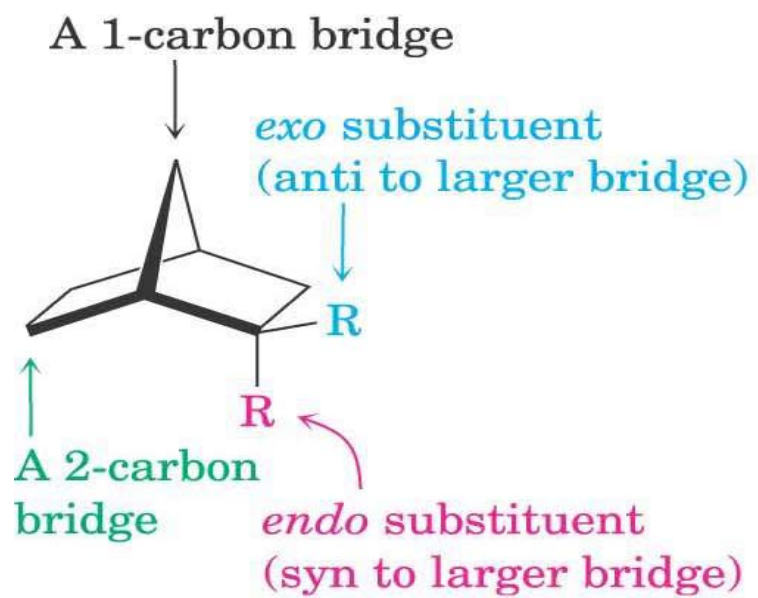


exo approach

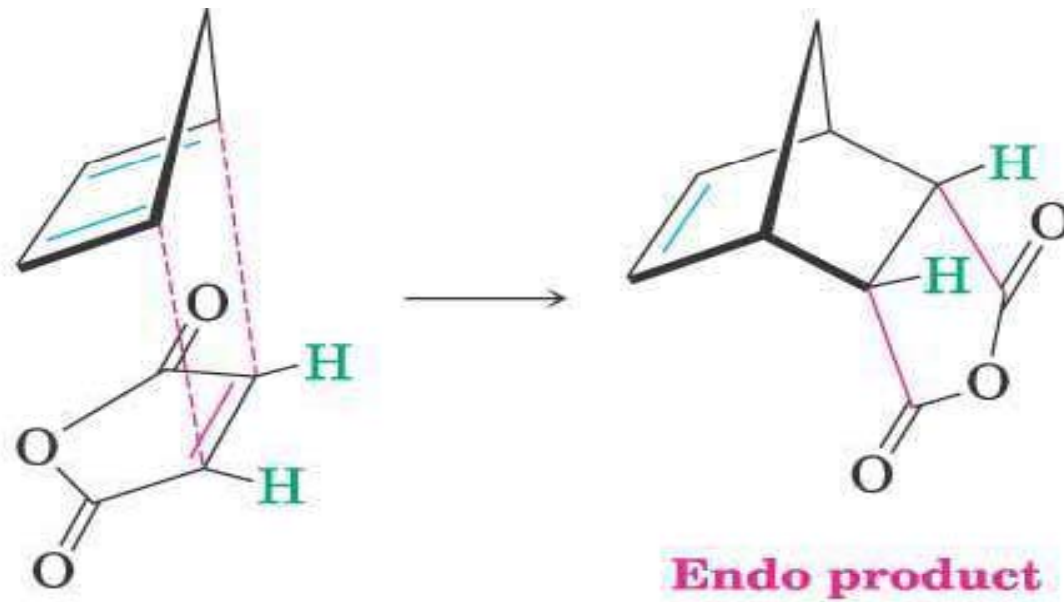


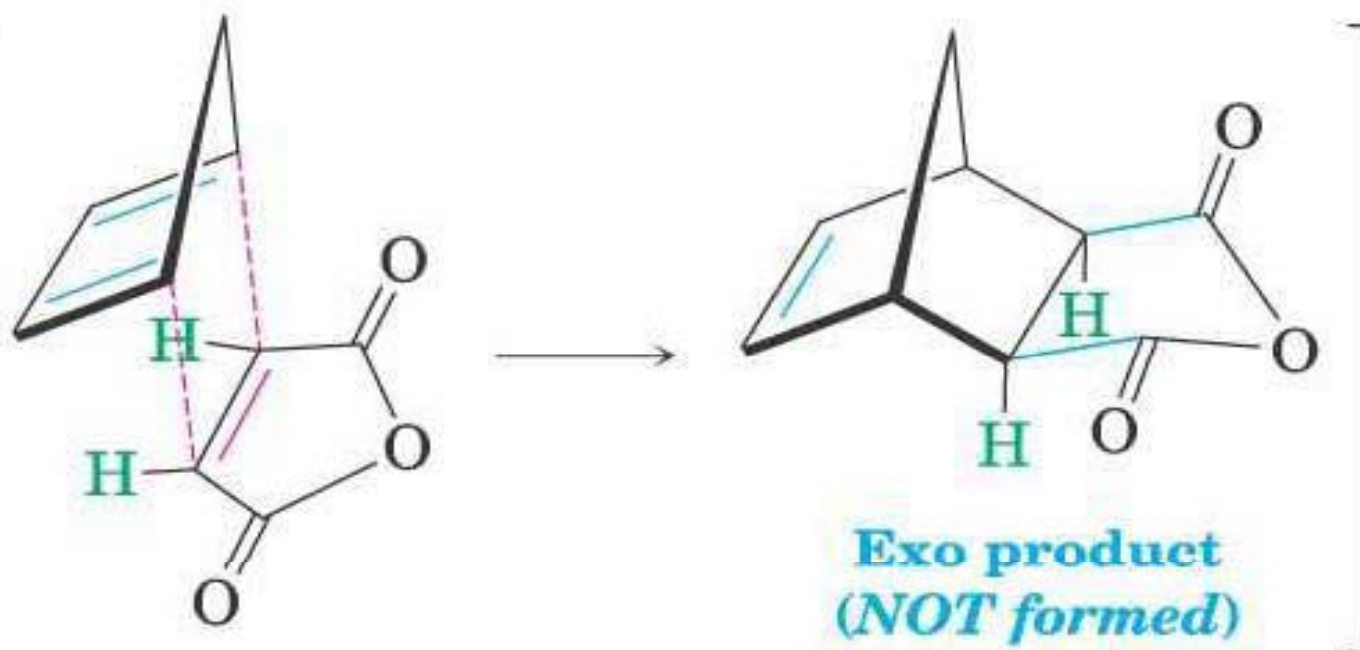
another exo approach

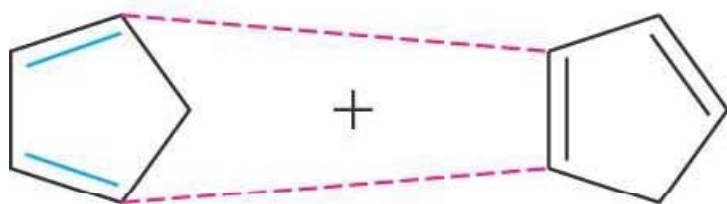




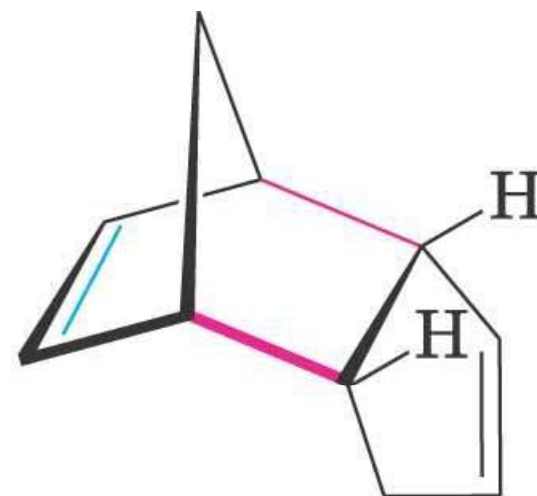
واکنش سیکلوپنتادی ان و انیدریدمالئیک :







25°C



**1,3-Cyclopentadiene
(s-cis)**

Bicyclopentadiene

روش کار:

مرحله 1: 6 گرم مالنیک انیدرید را در ارلن 250 بریزید و روی حمام بخار در 20 میلی لیتر اتیل استات حل کنید.

مرحله 2: 20 میلی لیتر اتر نفت اضافه کنید محلول را در حمام یخ سرد کنید و به آن 8/4 گرم سیکلو پنتا دی ان خشک بیفزایید.

مرحله 3: پس از افزایش ، رسوب سفید رنگ محصول تشکیل می شود روی حمام آب گرم رسوب را حل کنید و سپس بگذارید رسوب دهد و آنگاه صاف کنید.

آزمایش شماره 4: نوآرایی

rearrangement

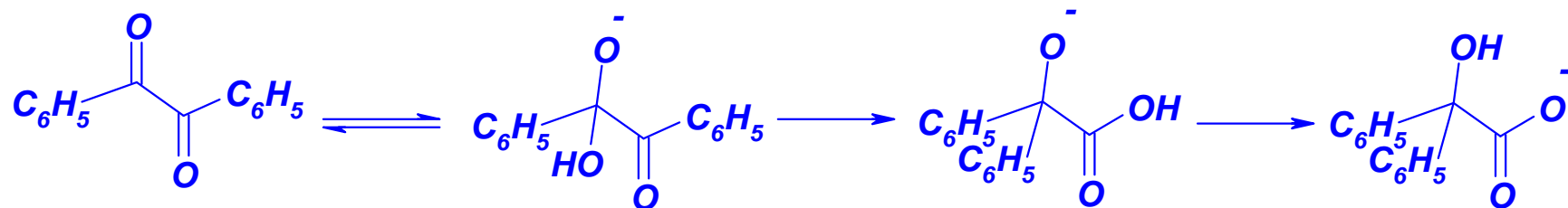


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث نوآرایی بیشتر آشنا شده و نوآرایی پیناکولی را عیناً مشاهده نمایند.

نوآرایی بنزیل به بنزلیک اسید

واکنش بنزیل با یک باز قوی در گرما به تشکیل نمک آلفا هیدروکسی دی فنیل استیک اسید منجر می شود.





تذکر:

واکنش با یون متوکسید در متانول همراه با نوآرایی است و محصول متیل استر بنزیلیک اسید می باشد .
*نوآرایی بنزیلیک اسیدی در مورد غالب 1 و 2- دی آریل دی کتونها مشاهده شده است . اما در ترکیبات
دی کتون آلیفاتیک انجام پذیر نیست و تراکم آدول صورت می گیرد .

روش کار:

مرحله 1: 5/3 گرم پتاسیم هیدروکسید + 7 سی سی آب در یک بالن 100 سی سی بریزید .

مرحله 2: به محلول حاصل 7/8 سی سی الکل خالص و 5/3 گرم بنزیل حاصل از تبلور اضافه کنید . (رنگ مخلوط آبی تیره)

مرحله 3: به مدت 20 دقیقه رفلکس و در حین رفلکس مخلوط را هم بزنید .

مرحله 4: مخلوط داخل بالن را در یک بشر بریزید و در حمام یخ بگذارید رسوب تشکیل می شود .



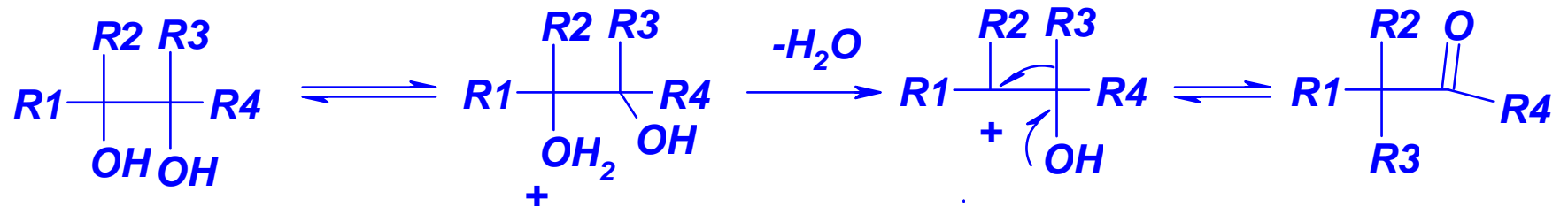


مرحله 5: رسوب را صاف وبا الكل سرد بشوييد .

مرحله 6: رسوب كه نمك پتاسيم مي باشد در 40 آب حل كرده و 2 تا 3 قطره هيدروكلريد اسيد غليظ به آن اضافه كنيد (رسوب قرمز)

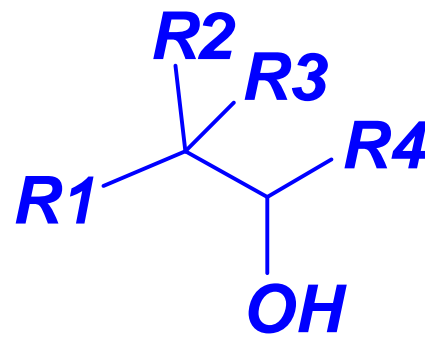
مرحله 7: صاف شود به محلول زير صافي كه بي رنگ مي باشد قطره قطره اسيد كلريد ريك اضافه شود رسوب بنزيليك اسيد نمايان مي گردد.

نوآرایی پیناکول - پیناکولون :





تهیه بنزو پیناکول :



$R = Ph$

روش کار:

تذکر: کلیه وسایل باید خشک باشد.

مرحله 1: 5/1 گرم پودر منیزیوم + 10 میلی لیتر اتر خشک + 15 میلی لیتر بنزن خشک را در یک ارلن 100 مخلوط کنید.

مرحله 2: سیستم رفلکس را ببندید و از بالای مبرد 5/4 گرم بلورید را به داخل بریزید محلول نسبتاً بی رنگی بدست می آید.





مرحله 3: 5/5 گرم بنزوفنون را در 8-10 میلی لیتر بنزن گرم بریزید و مبرد را برداشته به مخلوط اضافه کنید. رسوب سفید رنگ تشکیل میشود.

مرحله 4: در بالن را ببندید و به مدت 10 دقیقه به شدت تکان دهید تا محلول به رنگ قرمز در آید.

مرحله 5: محلول را در یک ارلن صاف کنید. منیزیم باقیمانده را با مخلوطی از 10 میلی لیتر اتر + 15 میلی لیتر بنزن استخراج کنید و در همان ارلن صاف کنید.



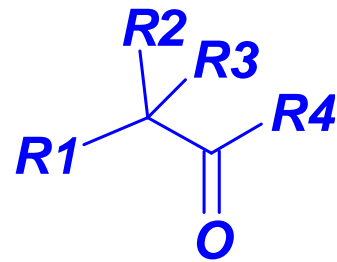


مرحله 6: به مخلوط صاف شده 8 میلی لیتر HCl غلیظ + 20 میلی لیتر آب + سدیم بی سولفیت اضافه کنید. مخلوط را به شدت بهم بزنید تا پیناکولات تجزیه شود.

مرحله 7: لایه آبی را جدا کنید و آنرا با 100 میلی لیتر اسید شستشو دهید .

مرحله 8: لایه آبی را تقطیر کرده و پس از خارج کردن حلال , بگذارید رسوب دهد رسوبات حاصله را صاف و با اتانول شستشو دهید .

تهیه بنزو پیناکولون



$R = Ph$

روش کار

مرحله 1: 3 گرم بنزوپیناکول + 15 میلی لیتر استیک اسید گلاسیال + یک تکه کوچک ید در یک بالن 100 بریزید

مرحله 2: مخلوط را به مدت 10 دقیقه رفلکس کنید.

مرحله 3: مخلوط سرد شود و به آن 15 میلی لیتر اتانول بیفزایید و به شدت بهم بزنید.

مرحله 4: بلورهای بنزوپیناکولون را صاف و با اتانول سرد بشوئید .

آزمایش شماره 5 : ایزومری شدن

isomerization



هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث ایزومری شدن بیشتر آشنا شده و ایزومری شدن فرم سیس مالئیک اسید به فرم ترانس را عیناً مشاهده نمایند.



خصوصيات فيزيكوشيميائي مالئيك اسيد :

General	
Systematic name	Maleic acid ,(Z)-Butenedioic acid
Molecular formula	$C_4H_4O_4$
SMILES	<chem>OC(=O)C=CC(=O)O</chem>
Molar mass	116.1 g/mol
Appearance	white solid
CAS number	[110-16-7]

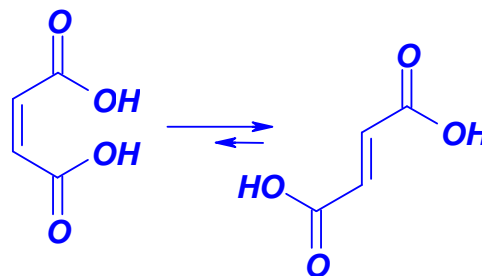
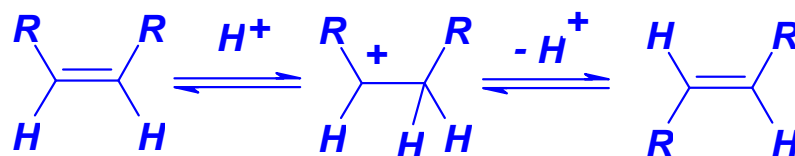


Properties

<u>Density and phase</u>	1.59 g/cm ³ , solid
<u>Solubility in water</u>	78 g/100 ml (25 °C)
<u>Melting point</u>	131 °C
<u>Boiling point</u>	135 °C <i>decomp.</i>
<u>Acidity (pK_a)</u>	p <i>k</i> _{a1} = 1.87, p <i>k</i> _{a2} = 6.07
<u>Dipole moment</u>	? <u>D</u>

ایزومری شدن مالئیک اسید به فوماریک اسید :

اغلب تر کیباتی که دارای پیوند های دوگانه کربن - کربن هستند به صورت دو ایزومر سیس و ترانس هستند. در آزمایشی که شرح داده می شود مالئیک اسید به ایزومر ترانس یعنی فوماریک اسید تبدیل می شود و اکنشهایی از این نوع با استفاده از کاتالیزور اسید انجام می شود.



روش کار :

هشدار :

- از تنفس یا تماس پوستی با پودر مالئیک اسید یا مالئیک ایندرید اجتناب کنید
- بخارات اسید کلرید ریک و ذرات مالئیک ایندرید نباید تنفس شوند.

مرحله 1: 10 گرم مالئیک اسید +30 سی سی اسید کلرید ریک 24% در ارلن 250 سی سی بیافزایید
و با حرارت ملایم جامد را حل کنید.

مرحله 2: پس از حل شدن برای 30 دقیقه روی حمام بخار به شدت حرارت دهید . بعد از 5 تا 10 دقیقه رسوب تشکیل می شود .

مرحله 3: پس از سرد شدن رسوب را صاف کنید و رسوب را با آب سرد بشویید

مرحله 4 : رسوب را خشک کنید و نقطه ذوب و راندمان را محاسبه کنید.

آزمایش شماره 6 : صابون

soap

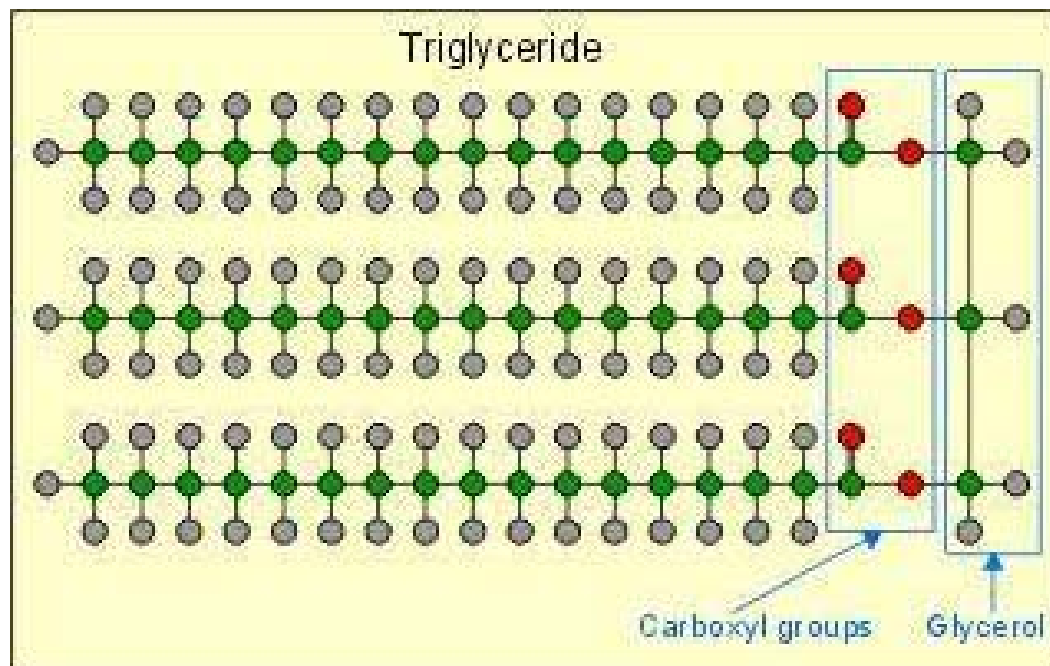


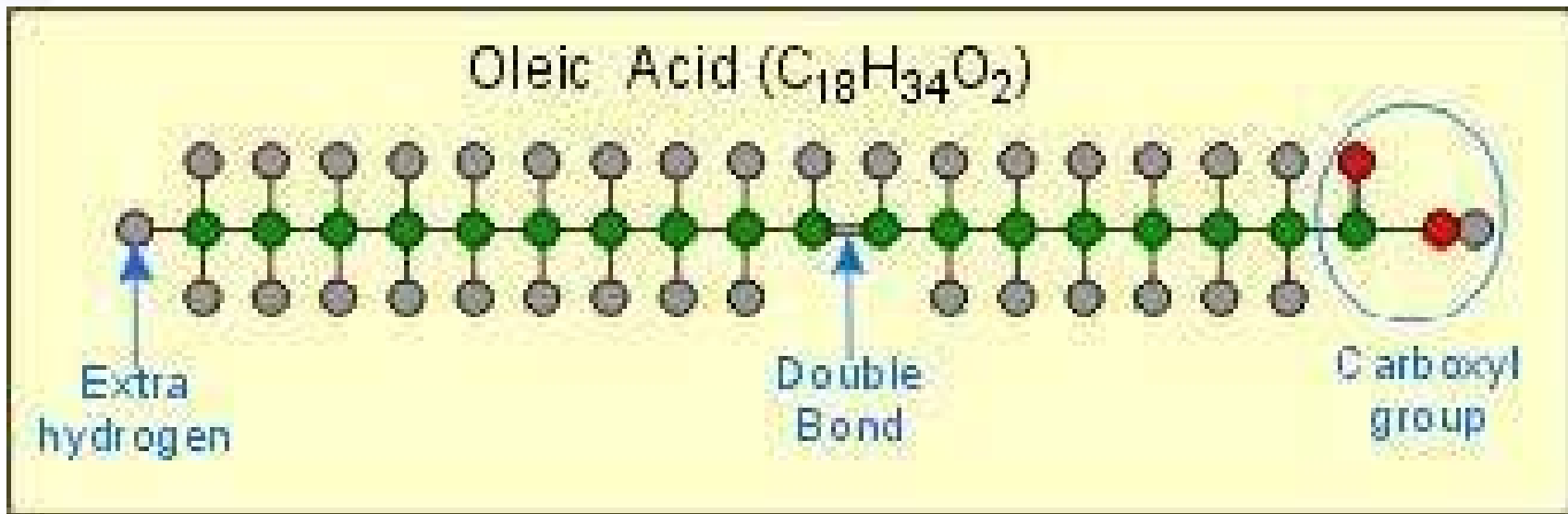
هدف رفتاری:

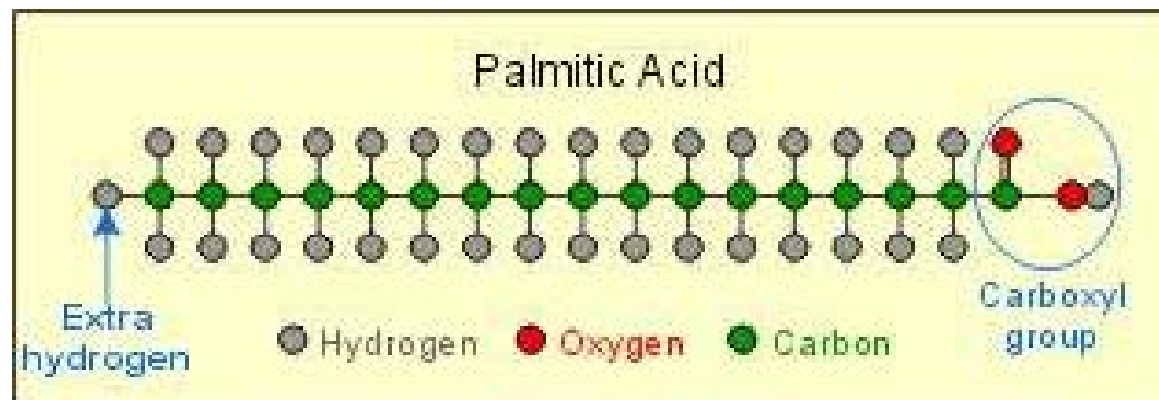
در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث صابونی شدن بیشتر آشنا شده و مباحث ارایه شده در درس تئوری را عیناً مشاهده نماید.



روندهای صابون سازی عملاً 2000 سال است که بدون تغییر باقی مانده است. روش عمل هیدرولیز قلیایی (صابونی شدن) چربی است.
روند صابونی شدن شامل حرارت دادن چربی با محلول قلیایی است. در واقع صابون مخلوطی از نمک های کربوکسیلیک اسیدها است که معمولاً گروههای آلکیل در آن یکسان نیست.
مولکولهای صابون دارای دو انتهای قطبی است که در آب حل می شود و انتهای طویل هیدروکربن است که در روغن محلول است.







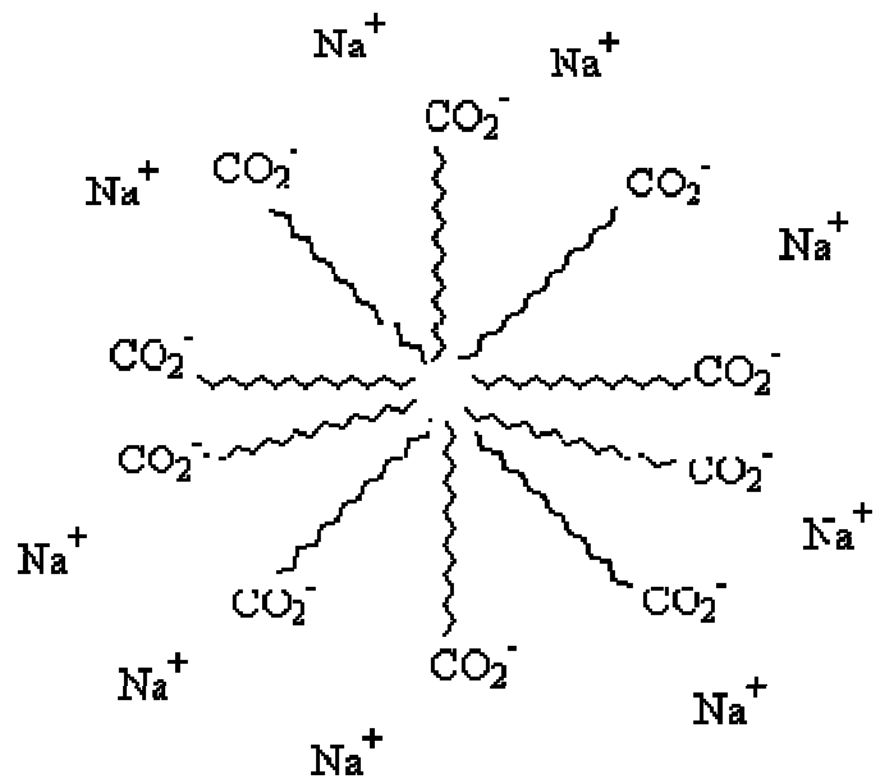
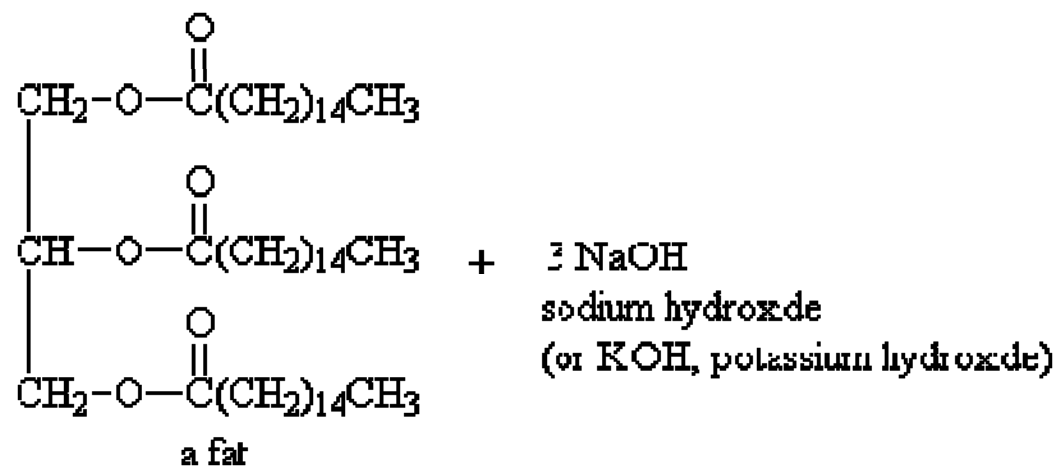
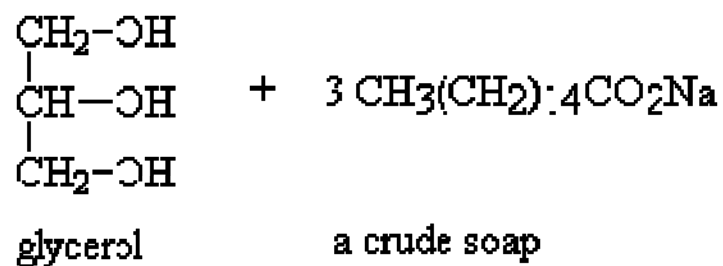


Diagram of Soap Micelle

©2001 A.M. Helmenstine
Licensed to About, Inc.



↓
saponification



روش تهیه :



مرحله 1 : 10 گرم از يك روغن يا چربي + محلول سود (10 گرم سود يا پتاس در 36 محلول 50% آب و اتانول) در بالن 250 اضافه شود

مرحله 2: مخلوط را به مدت 30 دقیقه رفلکس کنید بعد از آن الکل را تقطیر کنید

مرحله 3: 50 گرم سدیم کلرید + 150 آب سرد را به مخلوط حاصل اضافه کنید رسوبات صابون تشکیل می شود

مرحله 4 : صابون حاصل را صاف کنید و خشک نمایید

آزمایش شماره 7 : تهیه پارانیتر و استانیلید

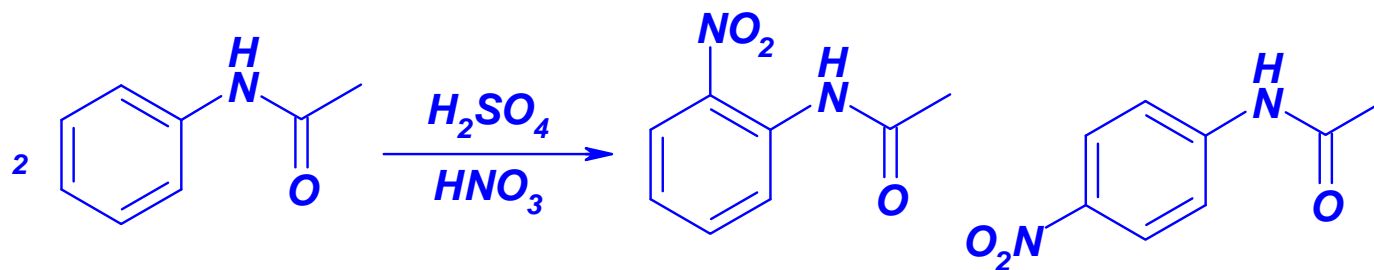
NITRO ACETANILID



هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با طرز تهیه پارانیتر و استانیلید از طریق نیترو کردن استانیلید آشنا شوند.

از طریق نیتراسیون کنترل شده می توان پارا نیترو استانیلید تهیه کرد



روش کار:

مرحله 1: در يك بشر 100 سي سي 8 گرم استانیلید + 8 ميلي لیتر استیک اسید گلاسیال + 16 ميلي لیتر سولفوریک اسید غلیظ در حال هم زدن اضافه کنید.

مرحله 2: بشر را در يك حمام یخ سرد کنید و درجه حرارت را به حدود 5 درجه سانتیگراد برسانید .





مرحله 3: محلولي از 4 ميلي ليتر سولفوريك اسيد غليظ و 4 ميلي ليتر نيتريك اسيد غليظ در يك لوله آزمايش تهيه کرده و در حمام يخ سرد کنید

مرحله 4: مخلوط نيتره کننده را به محلول استانيلايد ، قطره قطره و همراه با هم زدن اضافه کنید . بطوريکه دما از 10 درجه بالاتر نرود .





مرحله 5: پس از مرحله 4 بشر را در دمای آزمایشگاه به مدت 20 دقیقه بگذارید.

مرحله 6: محتویات را به يك بشر حاوي 100 ميلي لیتر آب و 50 گرم یخ اضافه کنید.

مرحله 7: رسوب حاصل را صاف و با اتانل 95 درصد کریستالیزه کنید .



خصوصيات فيزيكي :

Compound	Mol mass (g/mol)	Ortho mp (°C)	Meta mp (°C)	Para mp (°C)
Nitroacetanilide	180.16	94	155	214-217



Table of Reactants and Products (nitroacetanilide)

Reactants and Products	MW (g/mol)	Amounts	Wt./MW = mol	Density (g/mL)	Mp or Bp (°C)
Acetanilide	135.17g/mol	0.5g	0.004 mols	-----	Mp= 113-115°C
Nitric acid	63.01	0.5mL (0.6915g)	0.012 mols	1.383g/mL	Mp = -42 Bp = 121
Sulfuric acid	98.08g/mol	1.6mL (2.944g)	0.030 mols	1.84g/mL	Mp = 3 Bp = 280
nitroacetanilide	180.16g/mol	0.23g	0.0013 mols	-----	Mps: Ortho = 94°C Meta = 155°C Para = 214-217°C
Ethanol, 95%	46.07g/mol	10mL (7.89g)	0.171 mols	0.789g/mL	Bp = 78°C


آزمایش شماره 8 : تهیه پارا نیترو آنیلین

NITRO ACETANILID

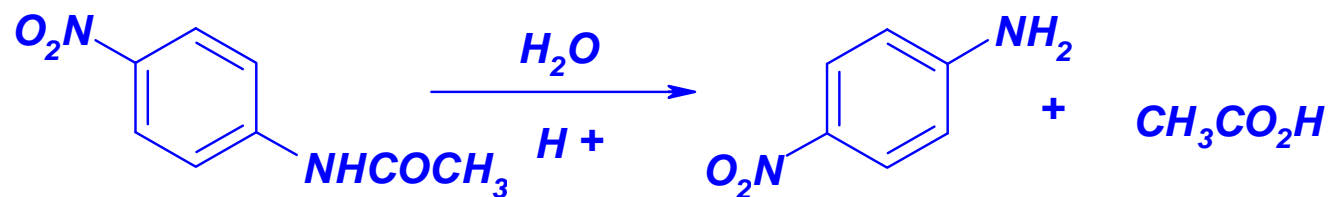


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث نیتراسیون ترکیبات آلی بیشتر آشنا شده و مباحث ارایه شده در درس تئوری را عیناً مشاهده نماید.



پارا نیترو استانیلید از طریق هیدرولیز در محیط اسیدی داستیله می شود و ایجاد پارا نیترو آنیلین می کند. بدین ترتیب گروه استیل که برای محافظت گروه عاملی آمین بکار رفته بود براحتی خارج می شود



روش کار :

مرحله 1: 10 گرم پارا نیترو استانیلید + 25 میلی لیتر آب + 30 میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ را در یک بالن رفلکس به مدت 20 دقیقه رفلکس کنید.

مرحله 2: وقتی واکنش کامل شد (چند قطره محلول را با 3 برابر حجمش توسط آب رقیق کنید اگر شفاف بود واکنش کامل است) حدود 50 میلی لیتر آب اضافه کنید.



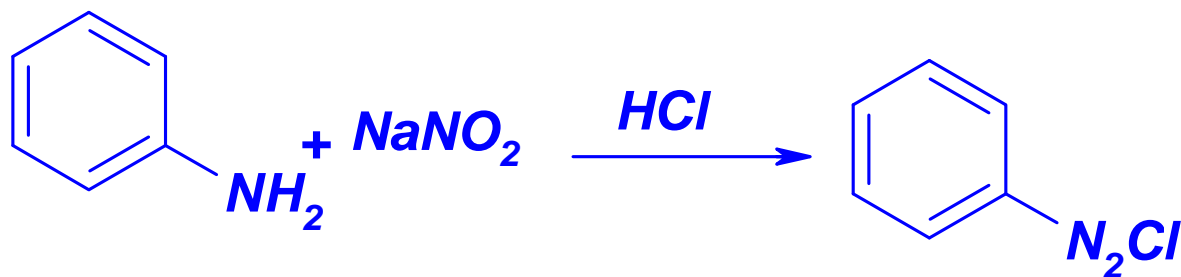


مرحله 3: مخلوط واکنش را در يك بشر بزرگ بریزید و 100 گرم یخ خرد شده به آن اضافه کنید سپس با آمونیاك غلیظ و سود 10 درصد محیط را قلیایی کنید.

مرحله 4: رسوب نارنجي متمایل به زرد را صاف کنید و با الکل 50 درصد و یا آب کریستالیزه کنید .

تهیه نمک دی‌آزونیوم کلرید

از واکنش آنیلین با نیتريت سدیم در محیط هیدروکلریک اسید نمک دی‌آزونیوم کلراید بدست می‌آید که در اثر واکنش با محلول بتا - نفتولات ایجاد بنزن آزو- بتا نفتول می‌کند.





روش کار :

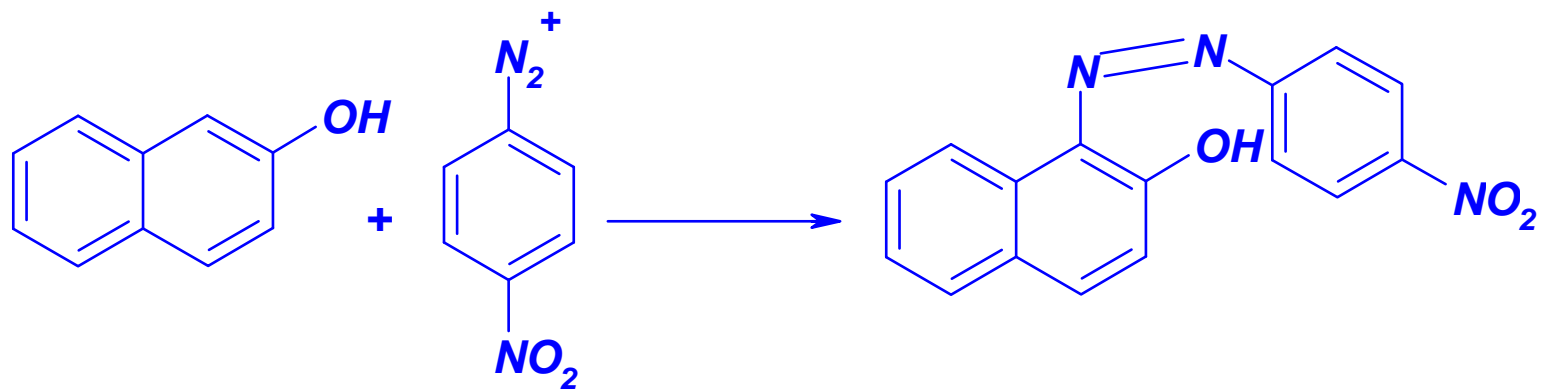
مرحله 1: 1 میلی لیتر آنیلین + 3 میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ + 5 میلی لیتر آب را در یک بشر 50 میلی لیتری مخلوط کنید .

مرحله 2: بشر را در حمام یخ سرد کنید تا دمای محلول 0-5 درجه برسد .

مرحله 3: 8/0 گرم سدیم نیتريت + 5 میلی لیتر آب را در یک بشر حل کرده و آن را در حمام یخ سرد کنید .

مرحله 4: محلول سدیم نیتريت را به آرامی و در حال هم زدن به محلول آنیلین اضافه کنید بطوریکه دما از 5 درجه بالاتر نرود.

رنگ قرمز پارا





روش کار :

مرحله 1: نمک دی آزونیوم را طبق مراحل قبل آماده کنید.

مرحله 2: 4/1 گرم بتا – نفتول را در 10 میلی لیتر محلول سود 10% حل کنید و در حمام یخ سرد کنید.

مرحله 3: مخلوط را به آهستگی و همراه با هم زدن به مخلوط حاوی بتا – نفتول اضافه کنید.

مرحله 4: پس از قرمز شدن همزدن را ادامه دهید تا کریستالها جدا شوند سپس آنها را صاف و با بنزن یا الکل کریستالیزه کنید .

آزمایش شماره 9 : تهیه متیل اورانژ

Methyl orange

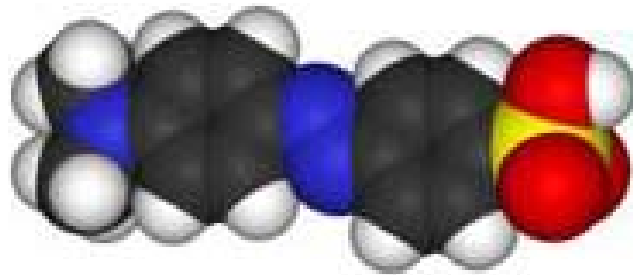
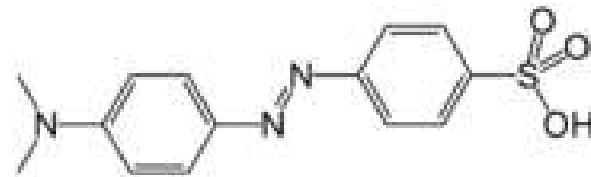


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با رنگهای آلی و سیستم های رنگیاری بیشتر آشنا شده و تغییرات در محیط اسیدی و بازی را درک کنند.

تهیه متیل اورانژ

متیل اورانژ از طریق جفت شدن سولفانیلیک اسید با N,N -دی متیل آنیلین تهیه می شود



خصوصیات فیزیکی و شیمیایی :

Systematic name	Sodium <i>p</i> -dimethylamino-azobenzenesulfonate
Chemical formula	C ₁₄ H ₁₄ N ₃ O ₃ SNa (sodium salt)
Molecular mass	327.34 g/mol
Density	x.xxx g/cm ³
Melting point	xx.x °C
Boiling point	xx.x °C
CAS number	[547-58-0]
SMILES	CN(C)C(C=C2)=CC=C2N=N C1=CC=C(S(=O)(O[Na])=O)C=C1
pKa	3.39
Disclaimer and references	

روش کار:

مرحله 1: 25/5 گرم سولفانيليك اسيد + 33/1 گرم كربنات سدیم در بالن توسط آب حل کنید .

مرحله 2: زمانی که دمای مخلوط به 10-15 درجه رسید 2 گرم نیتريت سدیم را در 5 سي سي آب حل کرده به آن اضافه کنید.

مرحله 3: در يك بشر 30 گرم یخ + 5 سي سي اسيد کلريدريك ریخته و محتویات بالن را توام با همزدن کم کم به آن مي افزاييم نمك دي آزونيوم رسوب مي کند.





مرحله 4: مخلوطي از 5/3 سي سي دي متيل آنيلين و 2 سي سي استيك اسيد را كم كم و با هم زدن به نمك دي آزونيم اضافه ميكنيد.

مرحله 5: بعد از نيم ساعت واكنش انجام شده و متيل اورانژ در فرم اسيدي تهيه مي گردد.

مرحله 6: 18 سي سي سود 20% اضافه مي كنيم و تا جوش حرارت مي دهيم نمك طعام اضافه کرده و 15 دقيقه در حرارت 80 تا 90 درجه نگه داريد. سپس مخلوط را سرد کرده و صاف كنيد.

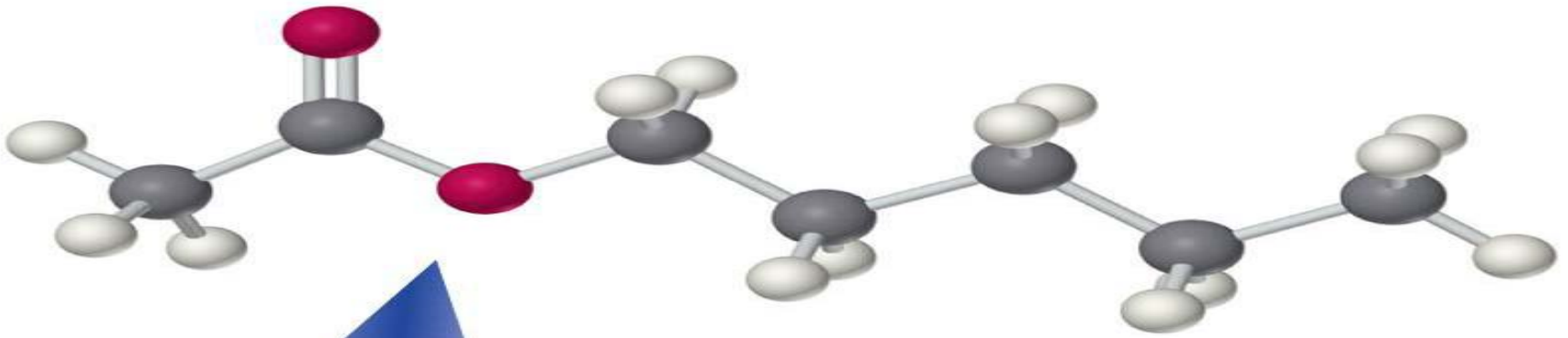
آزمایش شماره 10 : تهیه استر

Esters



هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با ترکیبات استرها بیشتر آشنا شده و مباحث ارایه شده در درس تئوری را عیناً مشاهده نماید.

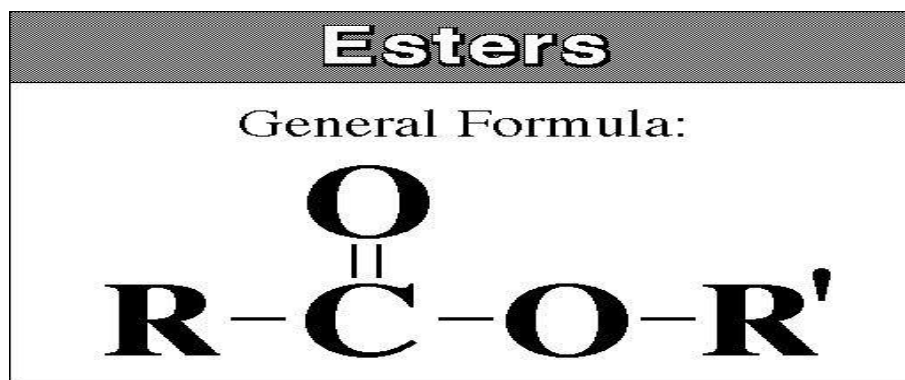


Pentyl acetate

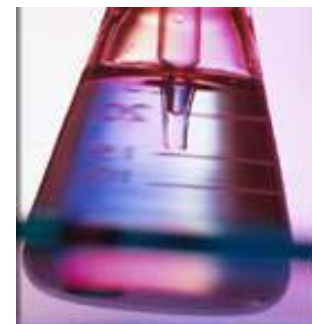




استرها در طبیعت به مقدار زیاد وجود دارند و به عنوان مواد خوش طعم کننده و خوشبوکننده مورد استفاده قرار می گیرند .
فرمول عمومی آنها به صورت زیر است :



یکی از گروههای عاملی مهم گروه عامل استری که با استفاده از روشهای متفاوتی می توان سنتز کرد. برای مثال از واکنش یک کربوکسیلیک اسید با یک الکل در حضور کاتالیزور اسیدی نظیر سولفوریک اسید، هیدروژن کلرید، پارا تولوئن سولفونیک اسید یا اسیدی که از یک رزین تبادل یونی حاصل می شود قابل تهیه است. این روش را استرس شدن فیشری گویند

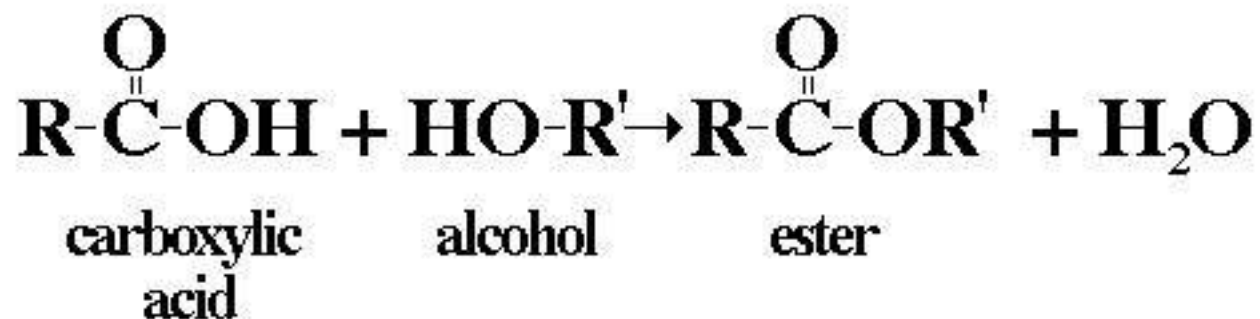


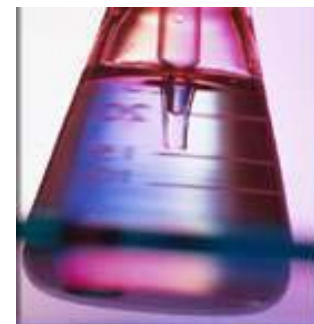
Esters

Preparation:

Esters are the products of the dehydration of a carboxylic acid and an alcohol.

This process is called *esterification*.

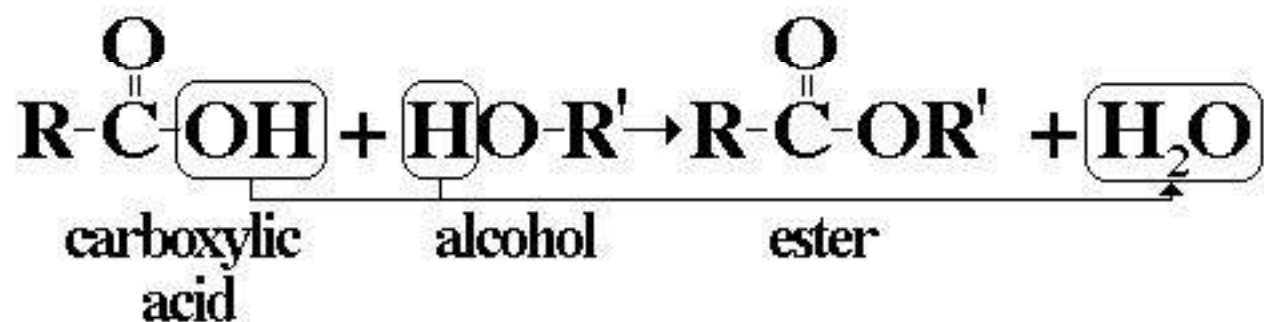




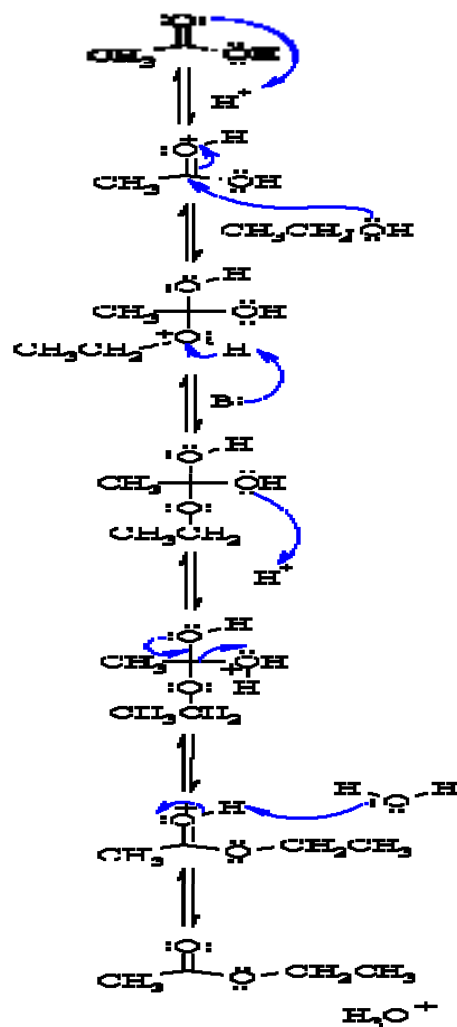
Esters

Preparation:

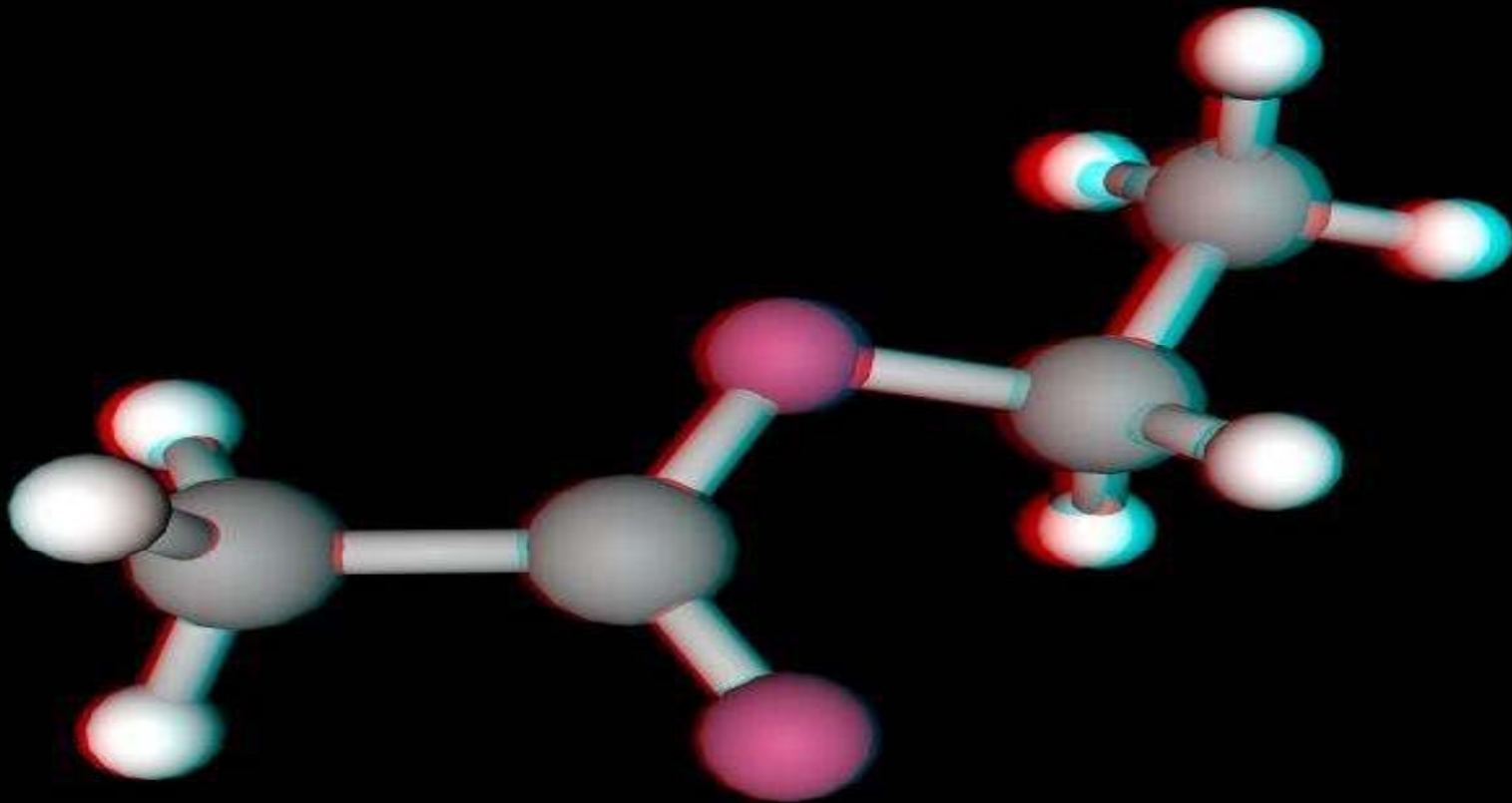
Esters are the products of the dehydration of a carboxylic acid and an alcohol. This process is called *esterification*.



مکانیسم :

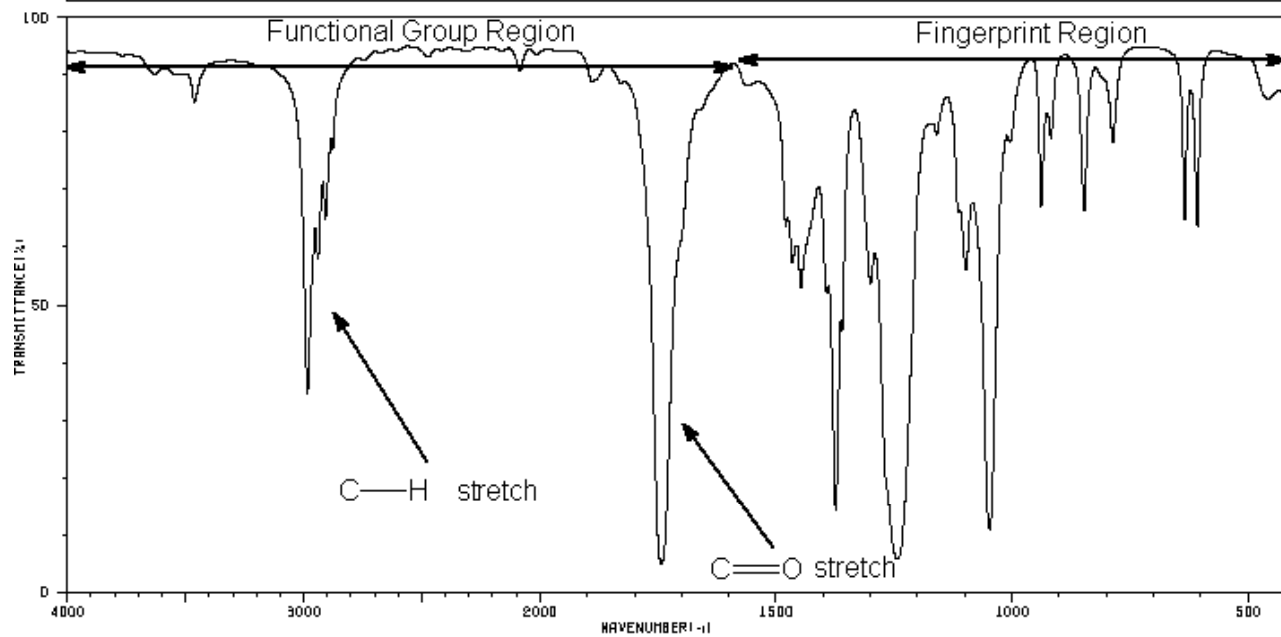


تهیه اتیل استات :

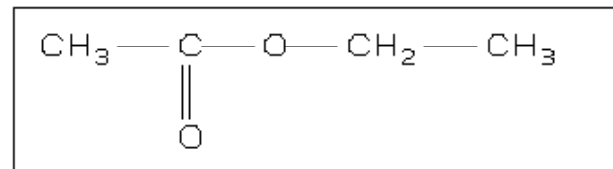


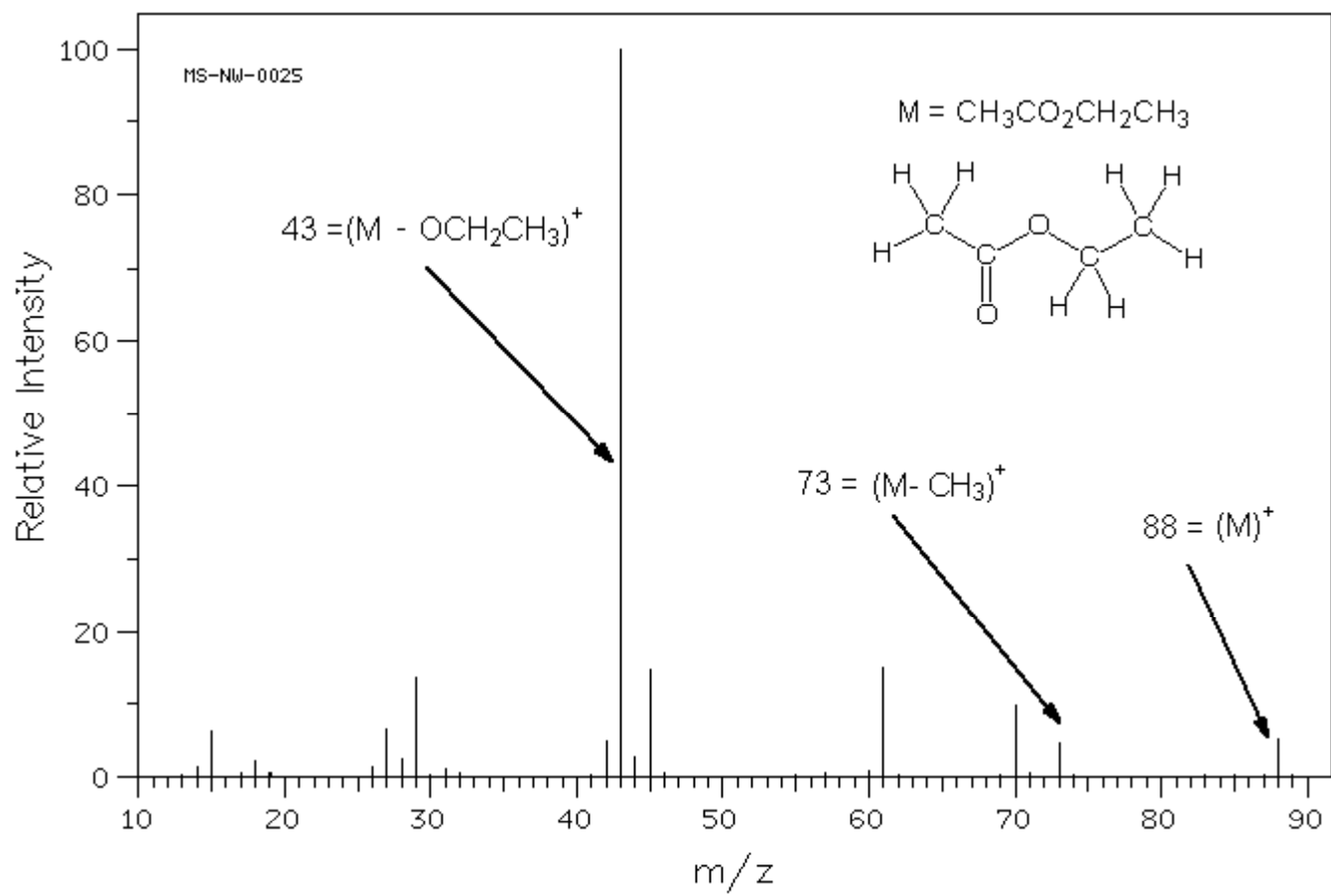


HIT-NO=1229	SCORE= ()	SDBS-NO=889	IR-NIDA-01804 : LIQUID FILM
ETHYL ACETATE			
C ₄ H ₈ O ₂			



3462	81	1480	60	1243	6	847	64
2983	33	1466	55	1160	77	786	74
2940	55	1448	50	1111	84	634	62
2908	62	1393	50	1098	53	608	60
2877	74	1374	13	1048	10	457	81
1889	86	1350	49	939	84		
1743	4	1301	52	917	77		





روش تهیه :

مرحله 1: 5 میلی لیتر اتیل الکل را در یک بالن 125 میلی لیتری ریخته و در حمام یخ قرار دهید.

مرحله 2: 5 میلی لیتر سولفوریک اسید به بالن اضافه کرده و مخلوط را هم بزنید.

مرحله 3: یک چوب پنبه دارای دو سوراخ را در دهانه بالن بگذارید. یک قیف جداکننده و یک لوله شیشه ای خمیده را از طریق دو سوراخ چوب پنبه وارد کرده و لوله شیشه ای را به یک مبرد که در حالت تقطیر قرار دارد وصل کنید بالن در حمام پارافین قرار گیرد.





مرحله 4: وقتی دما به 40 درجه رسید مخلوطی از 40 میلی لیتر الکل و 20 میلی لیتر استیک اسید گلاسیال را داخل قیف جداکننده بریزید و قطره قطره به داخل بالن اضافه کنید.

مرحله 5: استر حاصل به تدریج تقطیر می شود .

مرحله 6: مقطره حاصل را به قیف جداکننده بریزید و با محلول سود 2/0 نرمال شستشو دهید. این عمل را انجام دهید تا لایه بالایی اسیدی شود.

مرحله 7: لایه بالایی را جدا کنید و با آب شستشو دهید تا الکل خارج شود. سپس با کلسیم کلراید خشک کنید .

آزمایش شماره 11 : تهیه استوفنون اکسیم

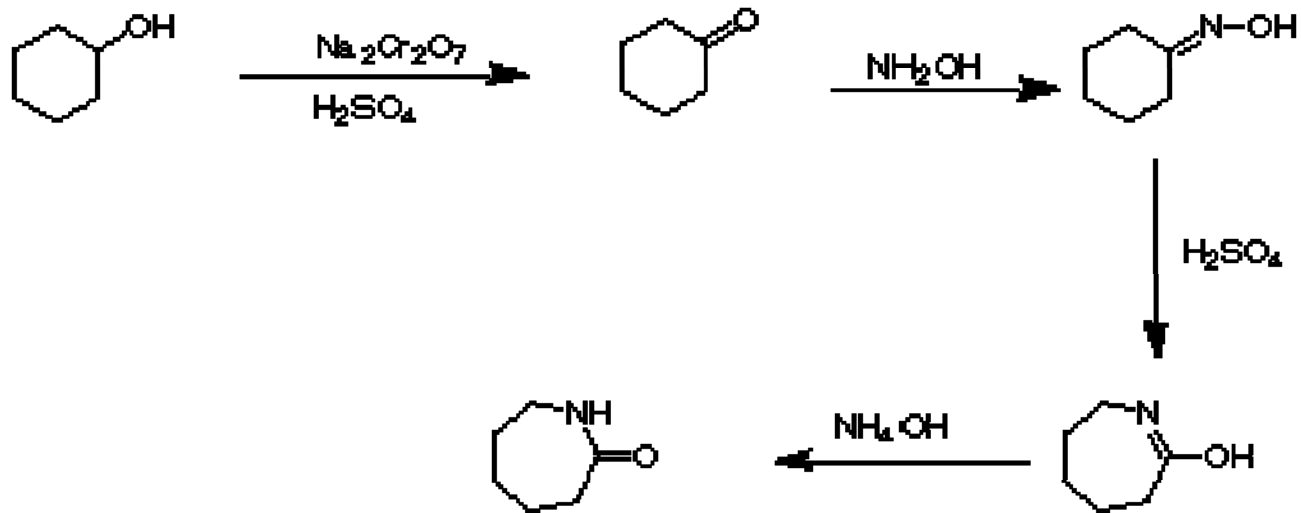
Acetaphenon oxim



هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث اکسیم ها بیشتر آشنا شده و مباحث ارایه شده در درس تئوری را عینا مشاهده نمایند.

سنتز استوفنون اکسیم :





روش تهیه:

مرحله 1: 2 میلی لیتر استوفنون + 20 میلی لیتر الکل آبی (15 میلی لیتر آب + 5 میلی لیتر اتانول) در یک ارلن اضافه کنید

مرحله 2: 2 گرم سدیم استات هیدراته + 2 گرم هیدروکسی کلراید آمونیوم به مخلوط داخل ارلن بیفزایید همزده تا استوفنون حل شود.

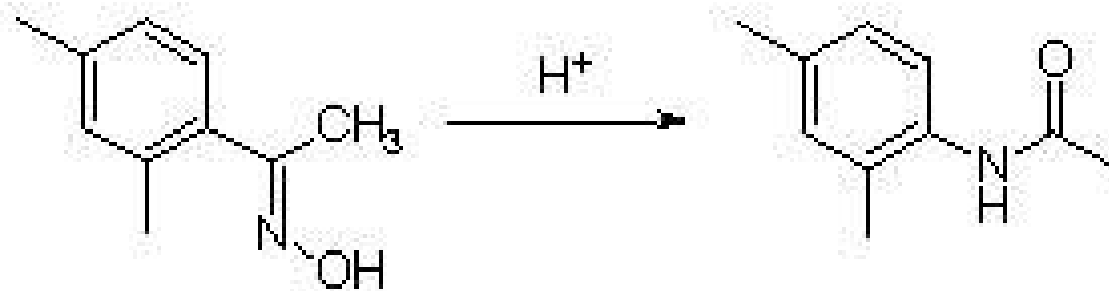
مرحله 3: محلول را حدود 20 دقیقه روی حمام بخار حرارت دهید و بهم بزنید.

مرحله 4: سپس در حمام یخ و نمک سرد کنید تا بلور اکسیم تشکیل شود.

مرحله 5: پس از تشکیل بلور 20 دقیقه دیگر در حمام یخ بگذارید بماند رسوب را صاف کنید و با آب تبلور مجدد نمایید.

نوآرایی بکمن :

وقتی یک اکسیم با اسید ترکیب شود به آمید تبدیل می شود. مکانیسم نوآرایی بکمن مثالی از انتقال 1,2 است که در آن یک گروه به اتم یا مرکز مجاور که کمبود الکترون دارد مهاجرت می کند. در این واکنش مرکز دارای کمبود الکترون، اتم نیتروژن است. مکانیسم واکنش در حضور اسید پروتیک به شرح زیر است :



روش تهیه :

مرحله 1: 2 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ را در یک بالن بریزید و روی حمام بخار تا دمای 90 درجه گرم کنید.

مرحله 2: 2 گرم استوفنون اکسیم خشک را کم کم به آن اضافه کنید و مرتب مخلوط را بهم بزنید.

مرحله 3: مخلوط واکنش را 15 دقیقه دیگر روی حمام بخار بگذارید.

مرحله 4: مخلوط را روی 50 گرم یخ خرد شده بریزید رسوب حاصل را صاف و با آب تبلور مجدد نمایید

آزمایش شماره 12 : واکنشهای واکنشگر گرینیارد

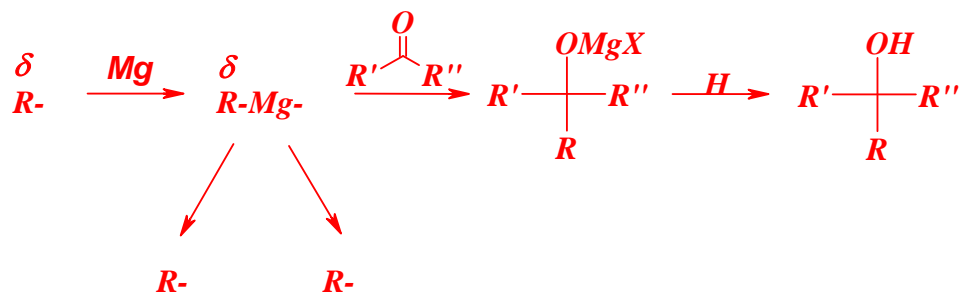
Grignard reagent

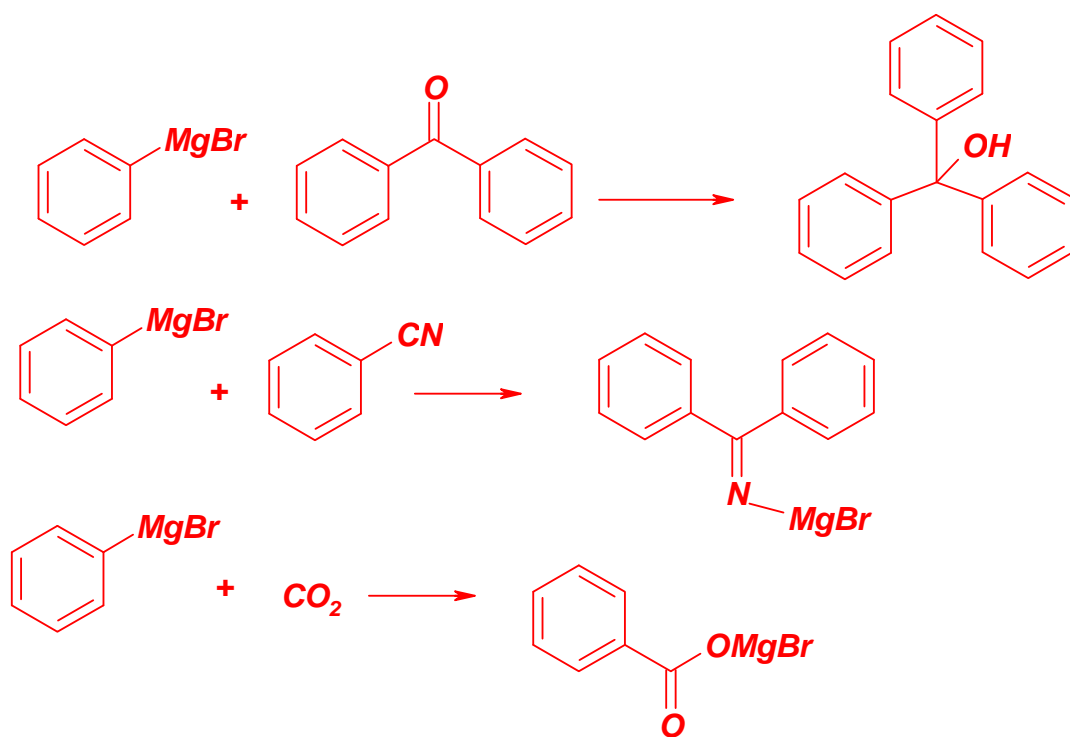


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث واکنشگرهای گرینیارد و موارد کاربردی در سنتز این ترکیبات آشنا شوند.

گروه کربونیل غالباً به عنوان گروه عاملی کلیدی در سنتز آلی محسوب می شود. دانشمندانی به نام های باربیر و گرینیارد شیمی ترکیبات آلی منیزم دار را توسعه دادند. آنها توانستند ترکیبات آلی منیزیم داری از آلکیل کلرید و منیزیم تهیه نمایند. گرینیارد موارد استفاده و شیمی این ترکیبات را در سال 1912 کشف کرد و برنده جایزه نوبل شد.





تهیه فنیل منیزیم برومید :

مرحله 1: 2/1 گرم نوار منیزیم در بالن ته گرد بریزید و مبرد را وصل کرده و سپس 50 میلی لیتر اتر خشک را به آن اضافه کنید .

مرحله 2: 6 سی سی بروموبنزن را در داخل قیف جداکننده بریزید و سپس یک میلی لیتر آنرا به مخلوط اضافه کنید

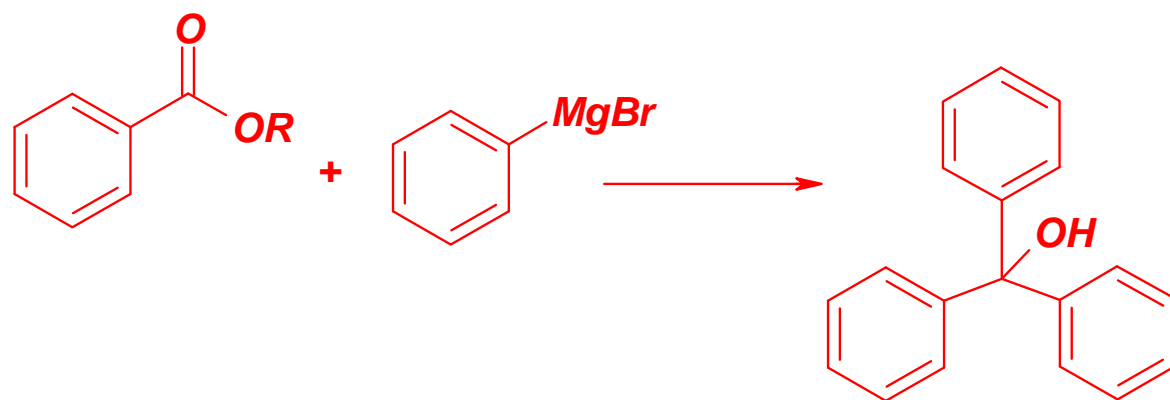




مرحله 3: مخلوط را رفلاکس کنید , بعد از شروع واکنش و در طول رفلاکس بروموبنزن باقیمانده را به صورت قسمت های یک میلی لیتری اضافه کنید.

مرحله 4: تشکیل رسوب وتیره شدن رنگ محلول و غلیظ شدن آن و پدیدار شدن رویه یا پوشش بر روی نوار منیزیم موید انجام واکنش است.

تهیه تري فنیل کربینول :



روش تهیه :

مرحله 1: 8 گرم بنزوفنون خالص + 25 میلی لیتر اتر خشک را در یک ارلن 125 بریزید.

مرحله 2: نمونه را حل کرده و در قیف جداکننده بریزید.

مرحله 3: 05/0 مول فنیل منیزیوم برومید را در یک فلاسک 250 میلی لیتری بریزید و شیر قیف جداکننده محتوی بنزوفنون را طوری تنظیم کنید که در هر ثانیه یک قطره به داخل فلاسک بریزد.





مرحله 4: مخلوط را به مدت 30 دقیقه رفلکس کنید.

مرحله 5: در يك ارلن 250 , 50 گرم یخ خرد شده + 50 ميلي ليتر محلول آبي سولفوريك اسيد 10 % اضافه کنید .

مرحله 6: پس از رفلکس محلول سرد شده و در طول اين مدت محلول اسيد سولفوريك نیز سرد مي شود





مرحله 7: 10 ميلي ليتر از اسيد سولفوريك را به مخلوط مي افزاييم .

مرحله 8: وقتي نمك ها انجام شده مخلوط را به قيف جدا كننده منقل كنيد و به آرامي تكان دهيد.

مرحله 9: لايه پاييني را دور بريزيد و لايه باقيمانده را (اتر) يك بار با 25 ميلي ليتر آب و بار ديگر با 25 ميلي ليتر محلول سدوم بي كربنات اشباع بشوييد و بالاخره دوبار با 25 ميلي ليتر محلول اشباع سدوم كلريد استخراج كنيد .





مرحله 10: محلول اتری باقیمانده را در ارلن 125 بریزید و با 10-15 گرم سدیم سولفات خشک خشک کنید.

مرحله 11: مخلوط را صاف کنید ، اتر را تبخیر کنید وقتی قسمت زیاد اتر تبخیر شد 75 سی سی هگزان اضافه کنید و مخلوط را حرارت دهید تا رسوب قابل ملاحظه ای ایجاد شود، رسوب را صاف کنید.

مرحله 12: رسوب را با هگزان تبلور مجدد کنید نقطه ذوب 155-160 می باشد.

set up in
fume hood

carefully
flame out

Physical Set Up - Grignard Reaction (50 mmol scale)

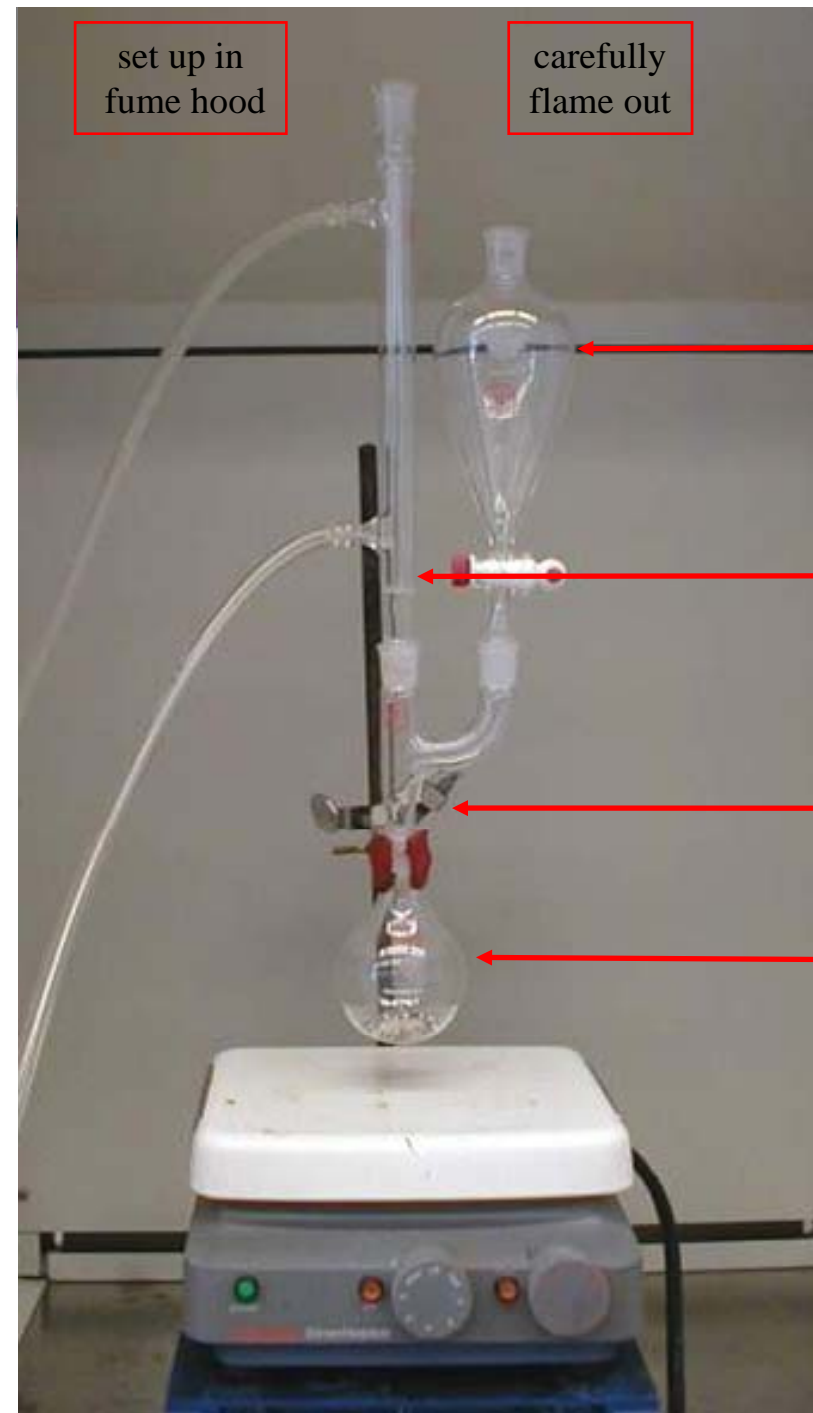
Separatory funnel needed for the
controlled addition of 3 solutions

A water-cooled condenser keeps
ether (Et_2O) vapors from escaping

Claisen adapter

100 mL RB flask containing
magnesium metal and stirring bar

*Three exothermic processes!
An ice-bath will be needed!*



آزمایش شماره 13 : تراکم های آلدهیدها و کتن ها

Aldehyde condensation

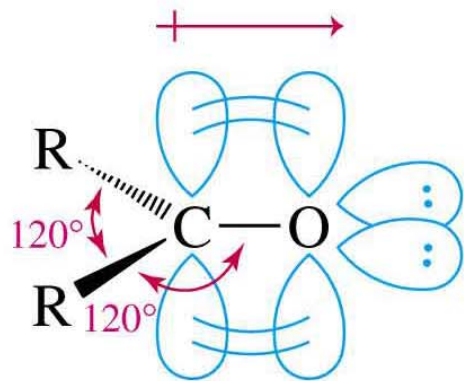


هدف رفتاری:

در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث تراکم آلی بیشتر آشنا شده و سنتز ترکیبات جدید را با این تکنیک فراگیرند.

تراکمهای آلدئیدها و کتنها:

گروه کربونیل به عنوان گروه عاملی کلیدی در شیمی آلی شناخته شده است. تراکمهای کربونیل که کاتالیزور آن باز است و در آنها پیوندهای کربن-کربن تشکیل می شود مهمترین سری واکنشهای آنهاست. از زمره واکنشهای مفید و متعدد می توان تراکم پرکین، کلیزن و نووناژل را نام برد.

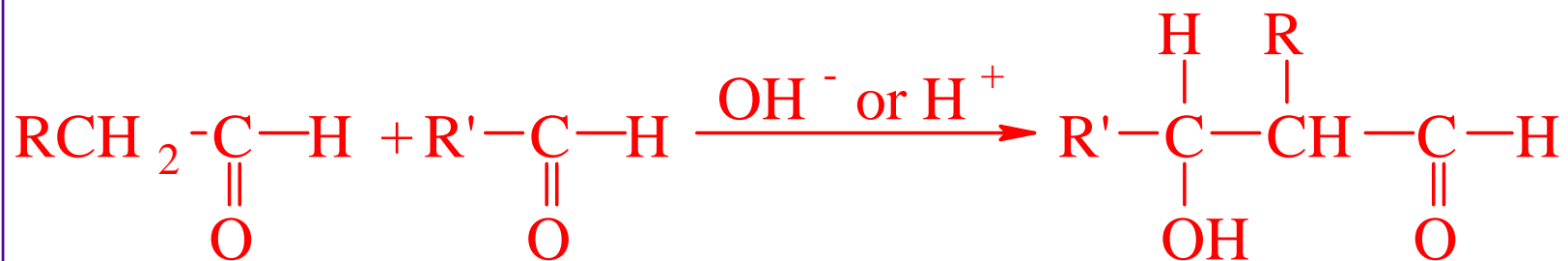
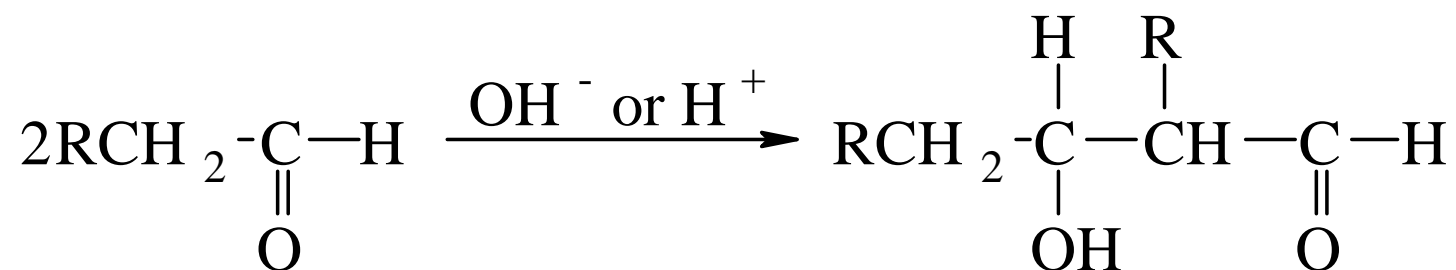


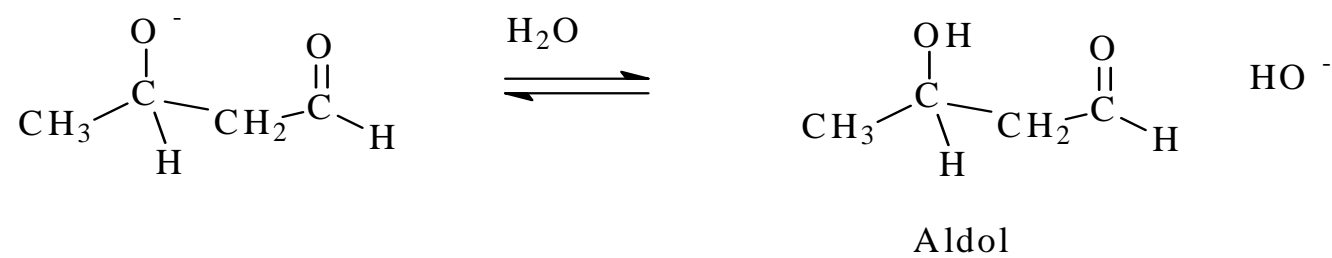
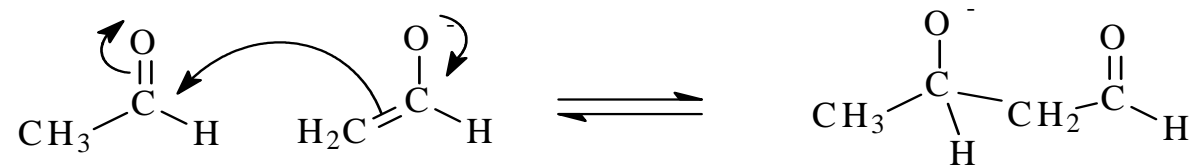
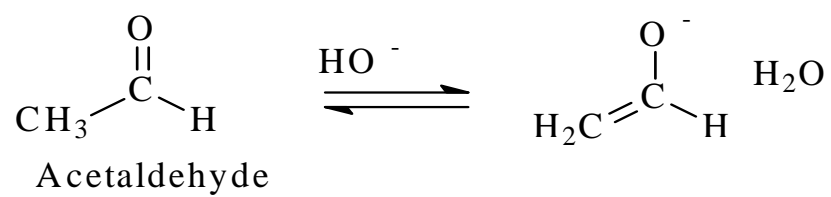
	<i>length</i>	<i>energy</i>
ketone $\text{C}=\text{O}$ bond	1.23 Å	178 kcal/mol (745 kJ/mol)
alkene $\text{C}=\text{C}$ bond	1.34 Å	146 kcal/mol (611 kJ/mol)

=>

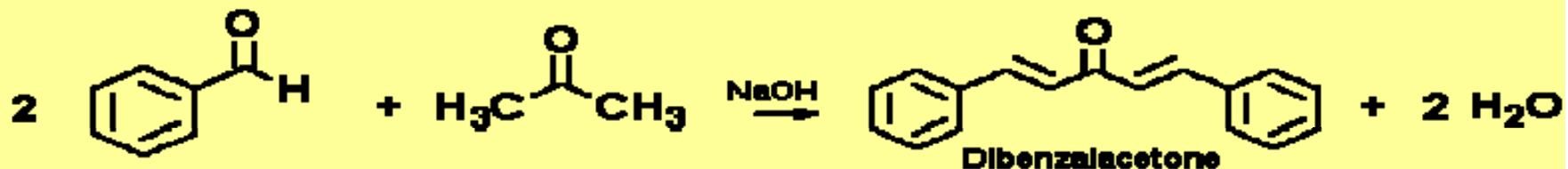


- Self Condensation
- Crossed Condensation

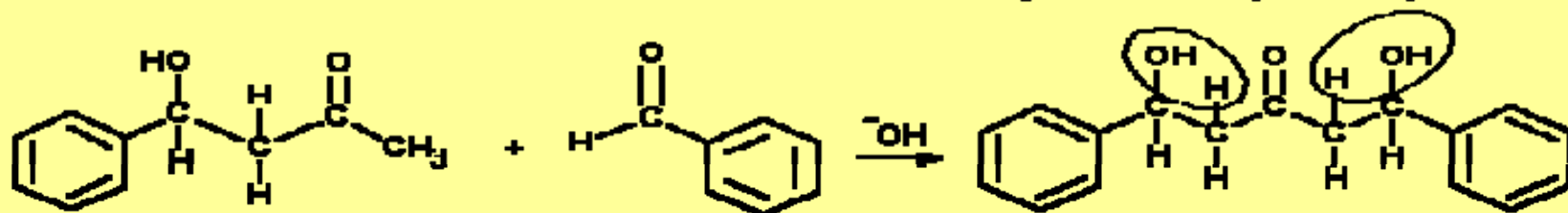
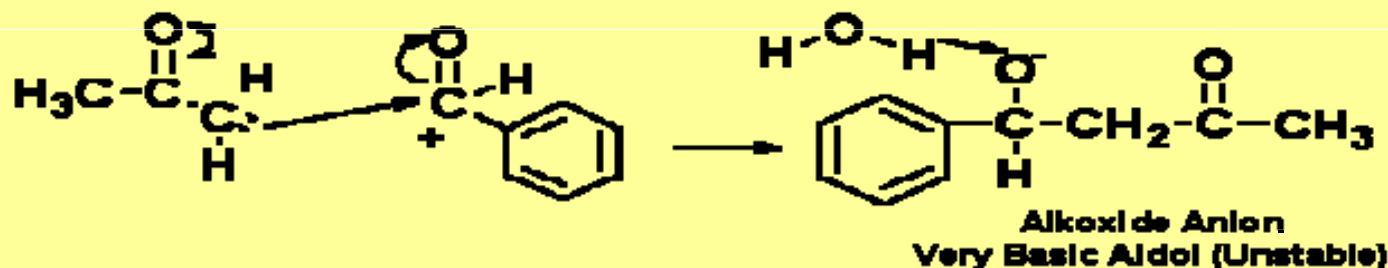
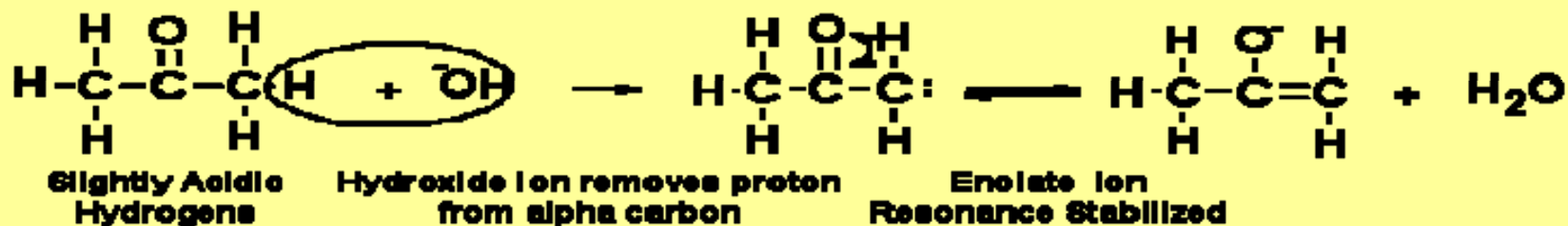




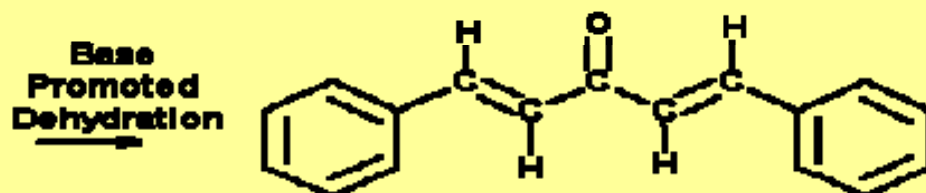
Stoichiometric Reaction



Reaction Mechanism



A proton on the 2nd alpha carbon is again removed by the hydroxide ion forming another enolate ion, which allows another addition of a benzaldehyde molecule



روش تهیه دی بنزال استن :

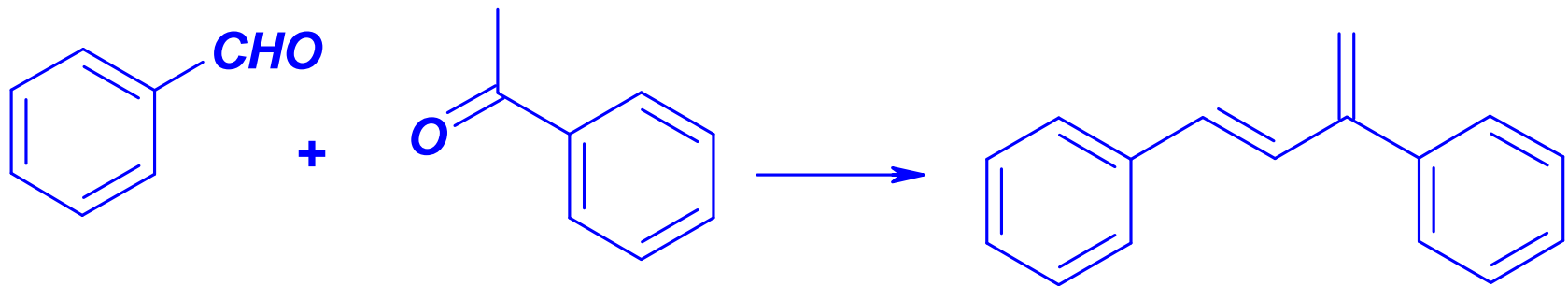
مرحله 1: 5 گرم سود + 25 میلی لیتر آب در یک ارلن 250 بریزید.

مرحله 2: 25 میلی لیتر اتانول به مخلوط اضافه کنید تا به دمای معمولی برسد.

مرحله 3: 9/2 گرم استن و متعاقب آن 5/10 میلی لیتر بنزآلدیید به محتوی ارلن اضافه کنید.

مرحله 4: رسوب زرد محصول می باشد آنرا صاف و با اتیل استات متبلور کنید.

چالكون : بنزال استوفنون



روش تهیه :

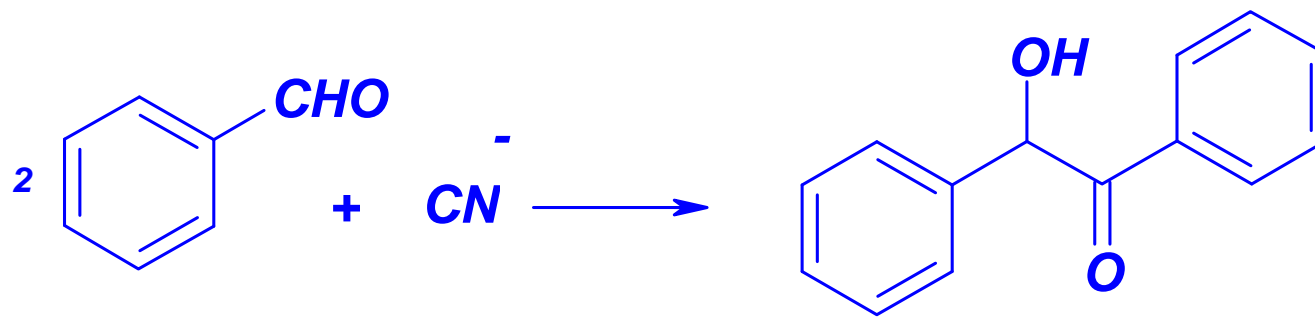
مرحله 1: 5 گرم سود + 45 میلی لیتر آب را در ارلن 250 حل کنید سپس 30 میلی لیتر اتانول 95 % اضافه کنید.

مرحله 2: دمای محلول را با وارد کردن يك دماسنج در حدود 15-30 کنترل نمایید.

مرحله 3: 12 میلی لیتر استوفنون اضافه کنید. سپس 5/10 میلی لیتر بنزآلدهید بیفزایید به مدت يك ساعت با کنترل دما هم بخورد.

مرحله 4: جامد بوجود آمده را با بوختر صاف کنید و توسط اتانول کریستالیزه نمایید

سنتز بنزوئین :





تذکر:

در تمام مراحل آزمایش در زیر هود انجام شود.
حتما از دستکش و ماسک استفاده شود.
سدیم سیانید با اسید تماس نداشته باشد چون تولید گاز سیانید هیدروپن میکند .

روش تهیه :

مرحله 1: یک گرم سدیم سیانید + 10 میلی لیتر آب در یک بالن 100 حل کنید.

مرحله 2: پس از حل کردن سدیم سیانید 10 میلی لیتر بنزالدیید اضافه کرده و سپس 25 میلی لیتر اتانول در بالن بریزید.

مرحله 4: رسوب زرد رنگ را صاف کنید و با محلول 50% آب و متانول بشوئید و آنرا متبلور کنید.

آزمایش شماره 14 : استیل سالیسیلیک اسید

Aspirin

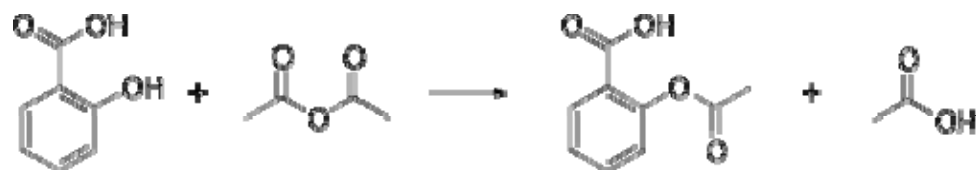


هدف رفتاری:

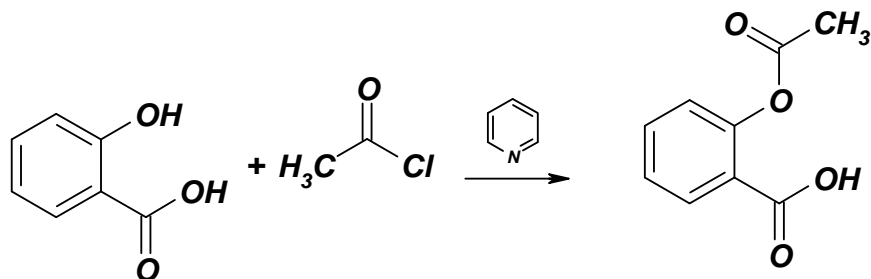
در این آزمایش انتظار می رود دانشجو با مبحث استریفیکاسیون بیشتر آشنا شده و مباحث ارائه شده در درس تئوری را عیناً مشاهده نماید.

سنتز استیل سالیسیک اسید : آسپرین

بوسیله استیله کردن عامل OH در سالیسیک اسید میتوان به راحتی آسپرین تهیه نمود . این عمل توسط دو روش انجام می شود.



روش اول: سنتز آسپرین با استفاده از استیک انیدرید



روش دوم: با استفاده از استیل کلراید

خصوصیات شیمیایی :



Chemical data

Formula



Mol. weight

180.16 g/mol

Synonyms

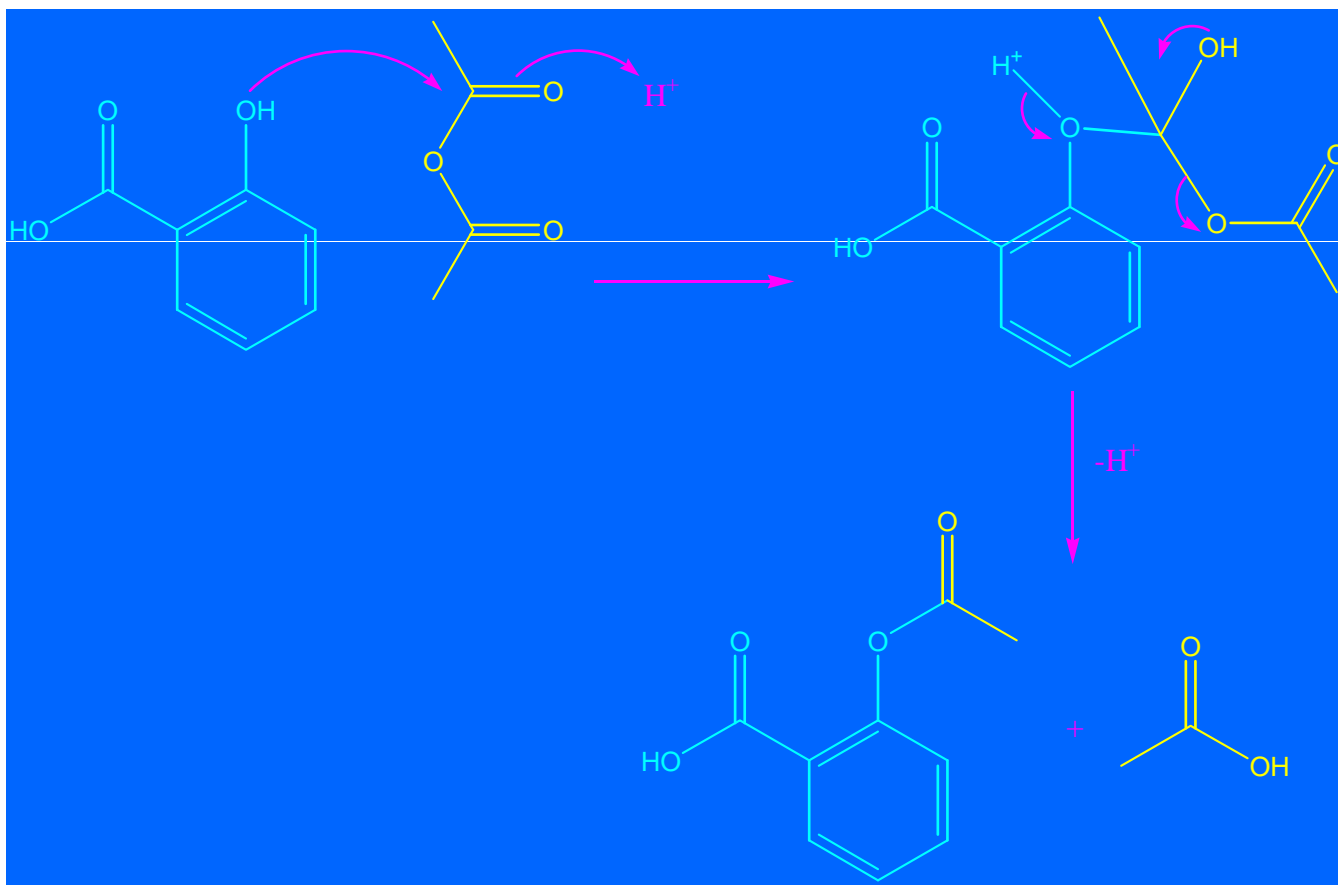
2-acetoxybenzoic acid
2-acetoxybenzoic acid
acetylsalicylate
acetylsalicylic acid
O-acetylsalicylic acid



خصوصیات فیزیکی:

Physical data

<u>Density</u>	1.40 g/cm ³
<u>Melt. point</u>	138-140 °C (-82 °F)
<u>Boiling point</u>	140 (decomposes) °C (Expression error: Unexpected (operator °F)
<u>Solubility in water</u>	1 mg/mL (20 °C)



روش کار : تهیه از روش اول

مرحله 1: 6 گرم سالسلیک اسید + $5/8$ میلی لیتر استیک انیدرید + 3-4 قطره سولفوریک اسید را در یک ارلن 250 بریزید.

مرحله 2: همراه با هم زدن مخلوط در یک حمام آب به مدت 15 دقیقه در دمای 60 درجه نگه دارید.

مرحله 3: محتویات ارلن را به یک بشر حاوی 100 میلی لیتر آب سرد اضافه کنید رسوبات تشکیل شده را صاف کنید و سپس در بنزن کریستالیزه نمایید.





روش کار : تهیه از روش دوم

مرحله 1: 6 گرم اسید سالیسیک را در 5 میلی لیتر پیریدین حل کنید و سپس در حمام یخ بگذارید.

مرحله 2: 5 میلی لیتر استیل کلراید را از داخل یک قیف دکانتور قطره قطره و همراه با هم زدن شدید به محلول اضافه کنید.

مرحله 3: مخلوط را پس از افزایش به مدت 5 دقیقه گرم کنید و سپس سرد کنید.

مرحله 4: حدود 60 میلی لیتر آب و یخ را به آن اضافه کرده و رسوبات حاصله را صاف کنید.

ضمائم:



© Photodisc





Erlenmeyer flask



Two-neck round-bottom boiling flask



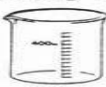
Round-bottom boiling flask



500 ml filter flask



Glass funnel (short stem)



Beaker



Powder funnel



Separatory funnel



Hirsch funnel



Büchner funnel*



West Condenser



Distilling Column (shown with packing)



Claisen adapter



Distillation adapter



Vacuum adapter



filter adapter



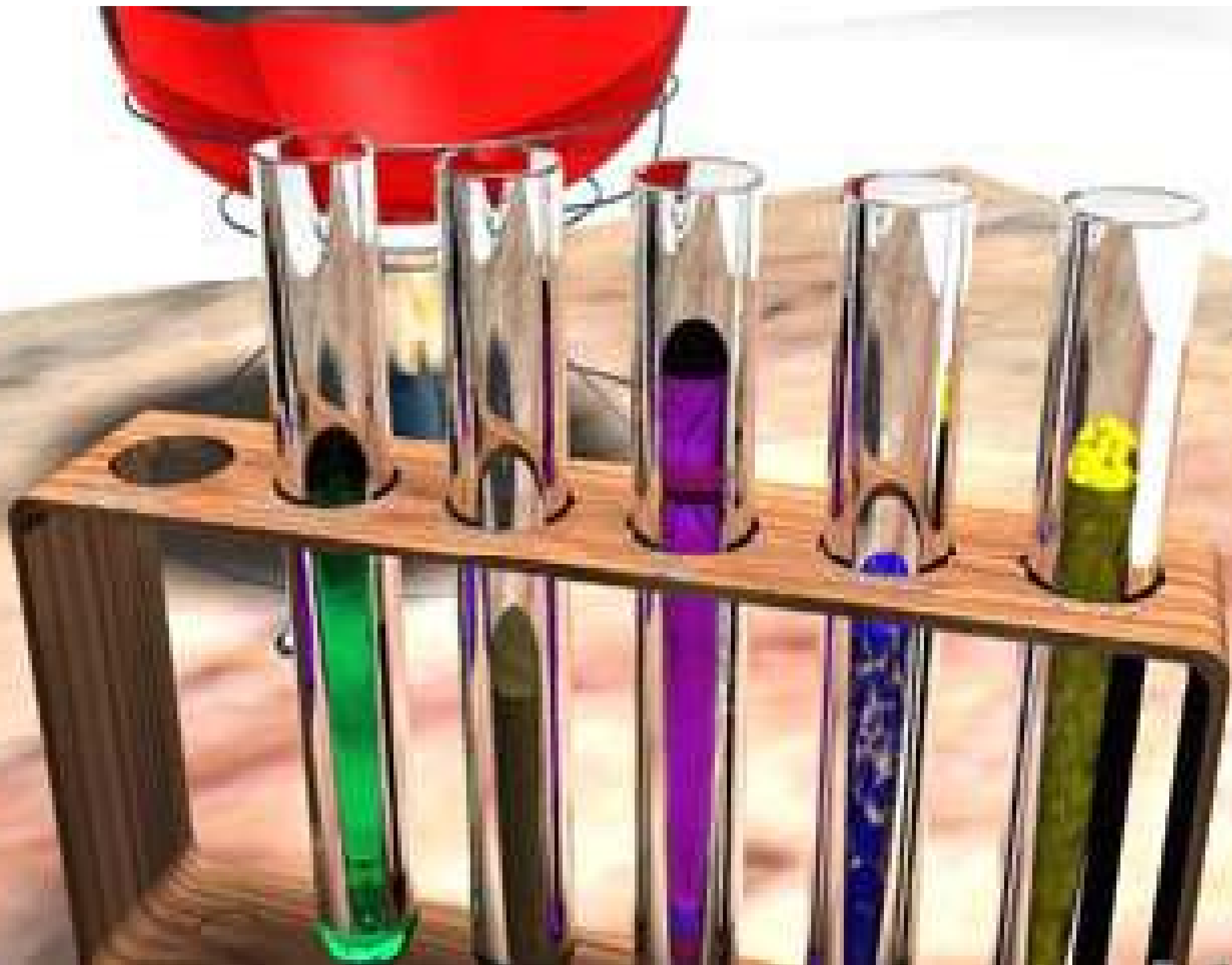
Drying tube



Clamp Holder



Clamp, extension







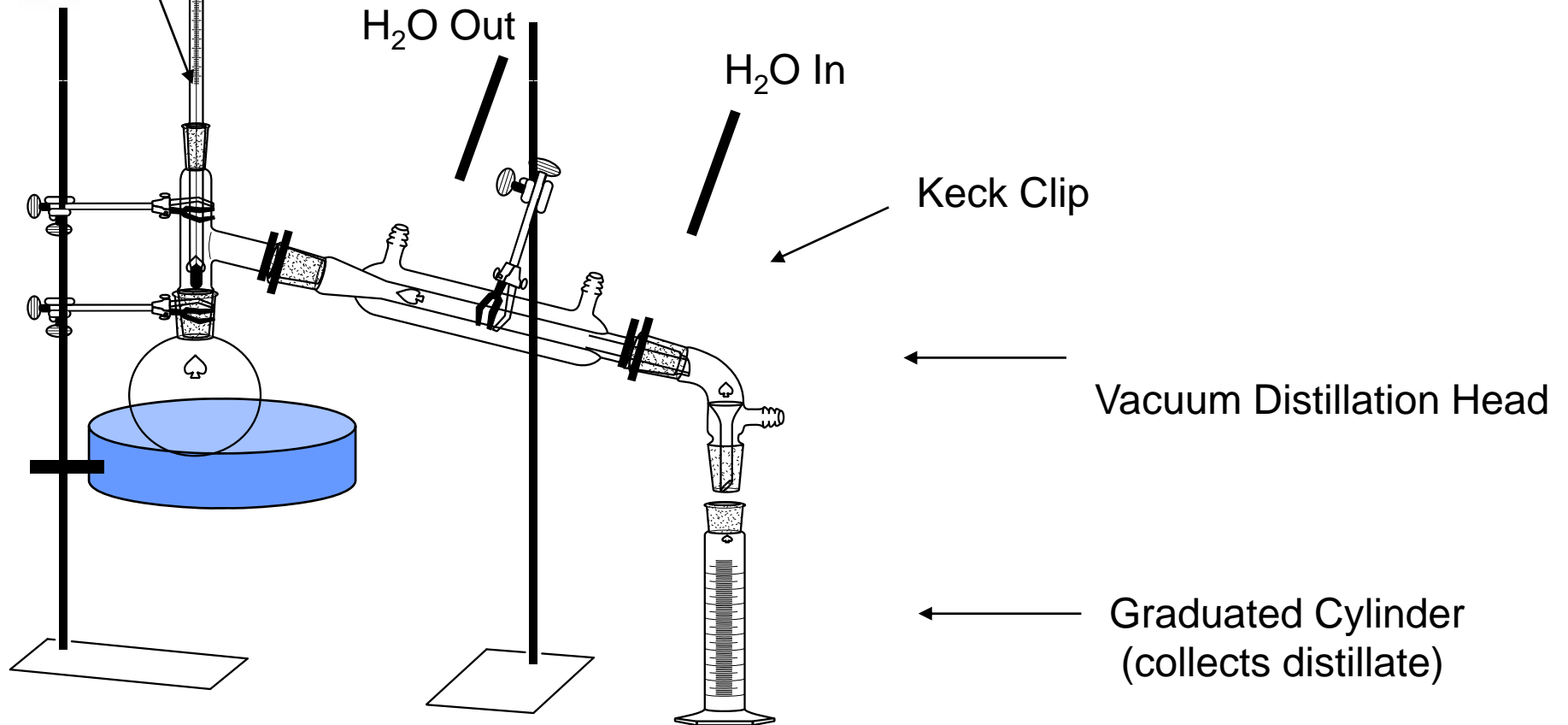
O-Chem Lab



Simple Distillation Set-Up

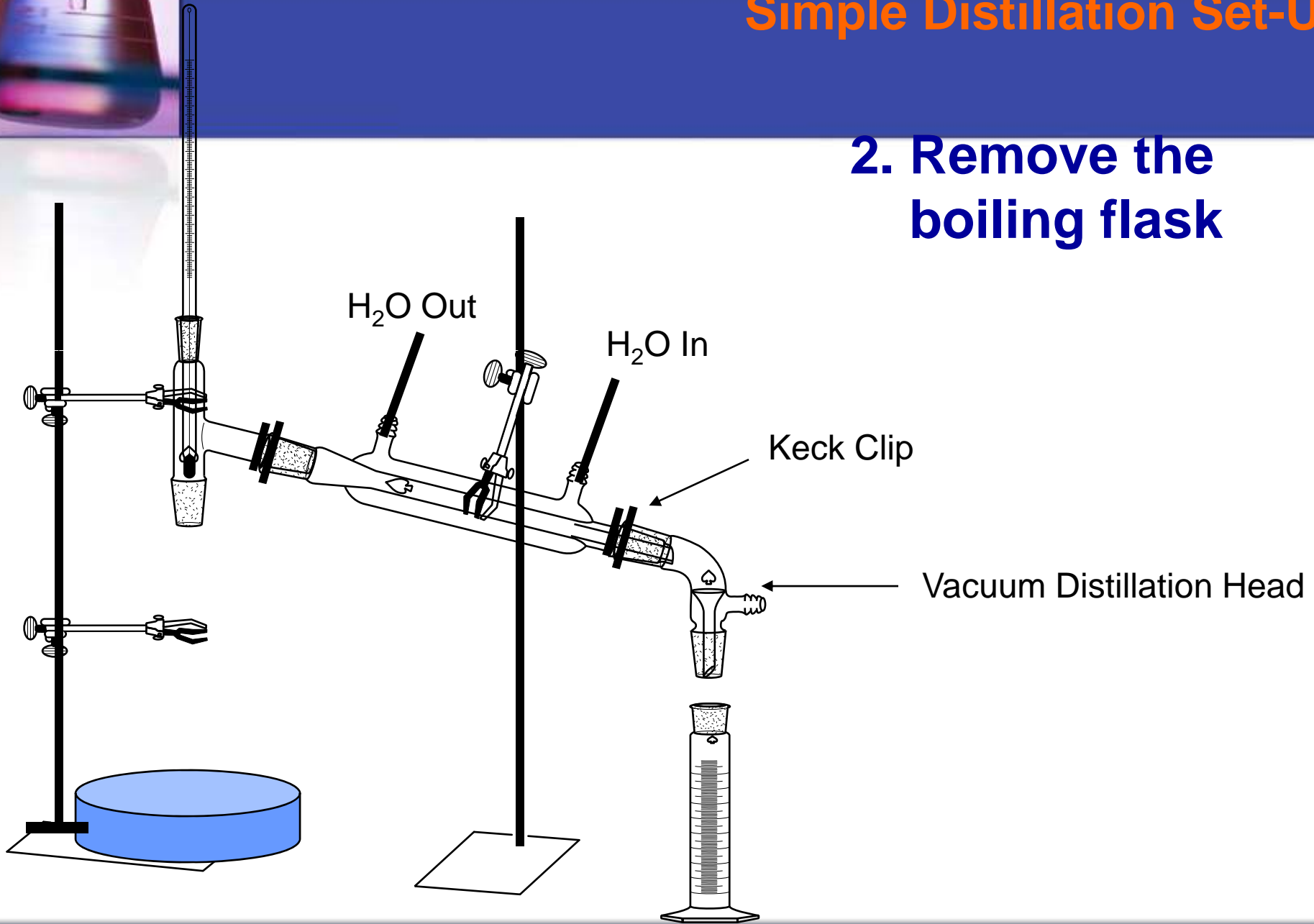
Distillation Head
Thermometer

1. Assemble the empty apparatus



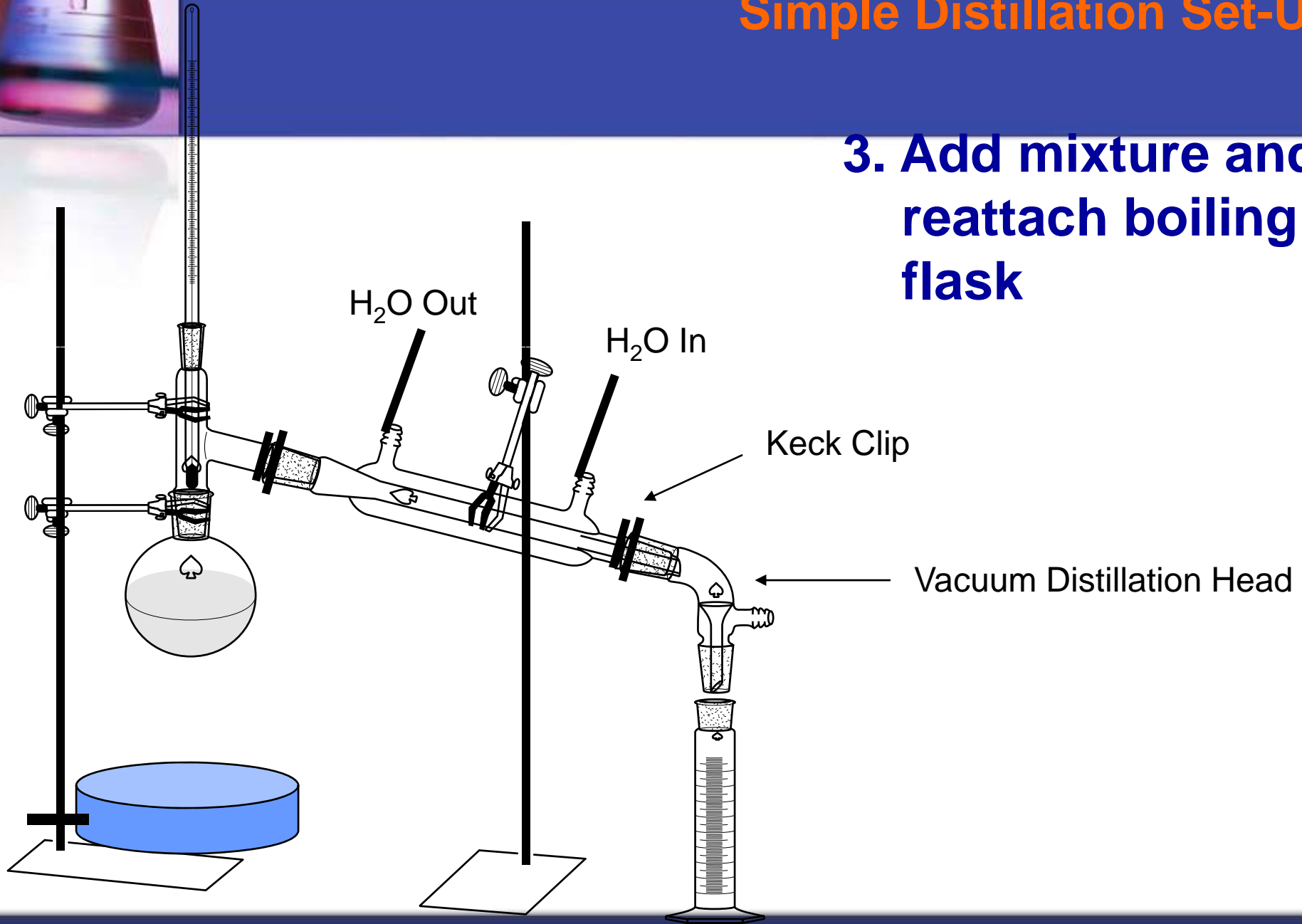
Simple Distillation Set-Up

2. Remove the boiling flask

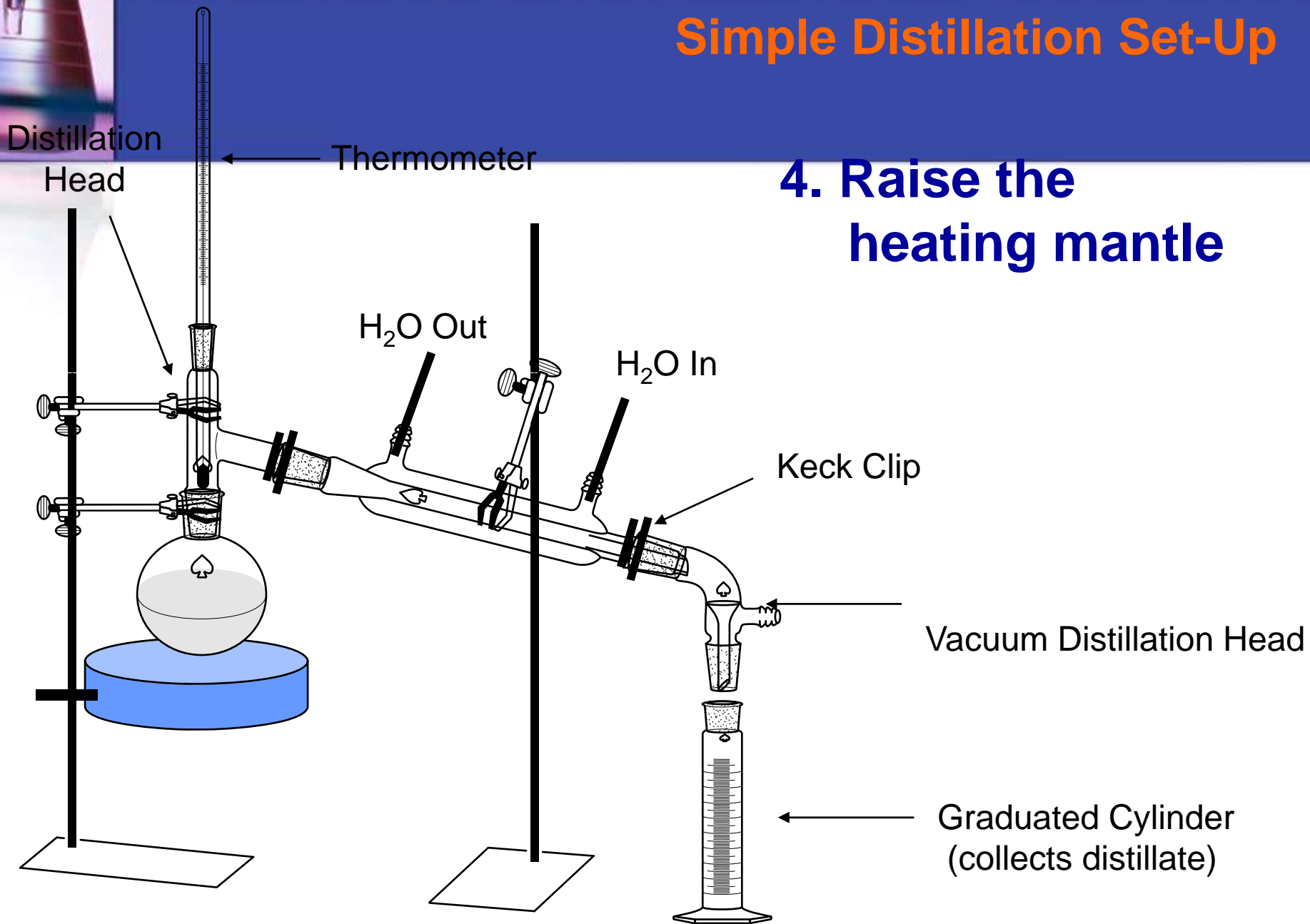


Simple Distillation Set-Up

3. Add mixture and reattach boiling flask

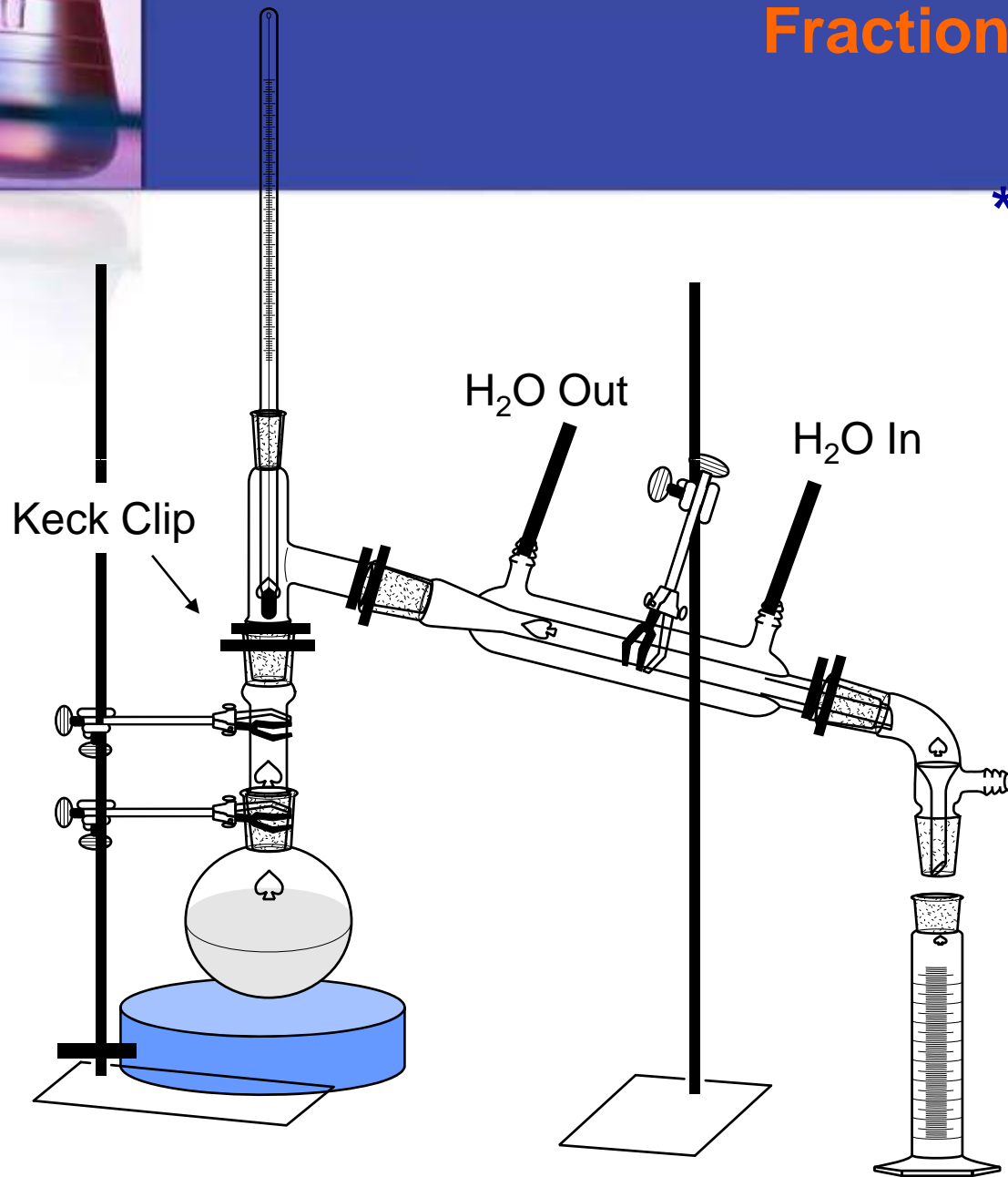


Simple Distillation Set-Up



4. Raise the heating mantle

Fractional Distillation Set-Up



* Note Keck clip
and placement of
clamp

www.salampnu.com

سایت مرجع دانشجوی پیام نور

- ✓ نمونه سوالات پیام نور : بیش از ۱۱۰ هزار نمونه سوال همراه با پاسخنامه
- تستی و تشریحی
- ✓ کتاب ، جزوه و خلاصه دروس
- ✓ برنامه امتحانات
- ✓ منابع و لیست دروس هر ترم
- ✓ دانلود کاملاً رایگان بیش از ۱۴۰ هزار فایل مختص دانشجویان پیام نور

www.salampnu.com