

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

آزمایشگاه مبانی شیمی

آلی

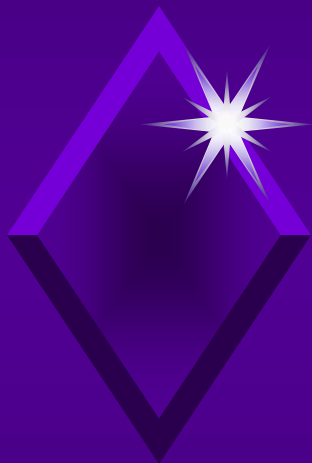
(رشته زیست شناسی)

یک واحد عملی

مؤلف: طیبه پرتوی

تهیه کننده: دکتر علی رضا بنایی

دانشگاه پیام نور مرکز اردبیل



عناوین آزمایشهای مطرح شده :

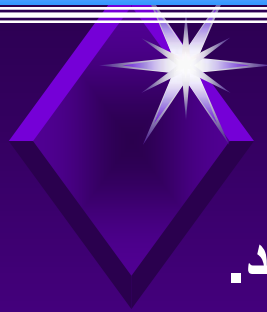


1. تعیین نقطه ذوب
2. تقطیر ساده و جزء به جزء
3. استخراج
4. نوبلور کردن
5. کروماتوگرافی
6. آنالیز کیفی
7. آبیگری از سیکلوهگزانول
8. جانشینی الکتروفیلی آروماتیکی

نقطه ذوب

- پیش زمینه و تئوری
- استفاده ها
- تکنیک های اندازه گیری و ابزار
- محدوده نقطه ذوب
- محدوده نقطه ذوب مواد شناخته شده مخلوط و مجهول

نقطه ذوب



تئوری و زمینه

a. نقطه ذوب

- دمایی است که در آن تبدیل فاز بین جامد و مایع اطلاق می افتد.
- دمایی است که در آن بین کریستالهای منظم و جامد و حالت قرار گرفتن شانس در مایع تعادل وجود دارد.

b. محدوده نقطه ذوب

- اولین نقطه (دمای پایین) دمایی است که اولین قطره مایع در بین کریستالها تشکیل میشود.
- نقطه دوم (دمای بالا) دمایی است که کل توده جامد به مایه شفاف تبدیل میشود.

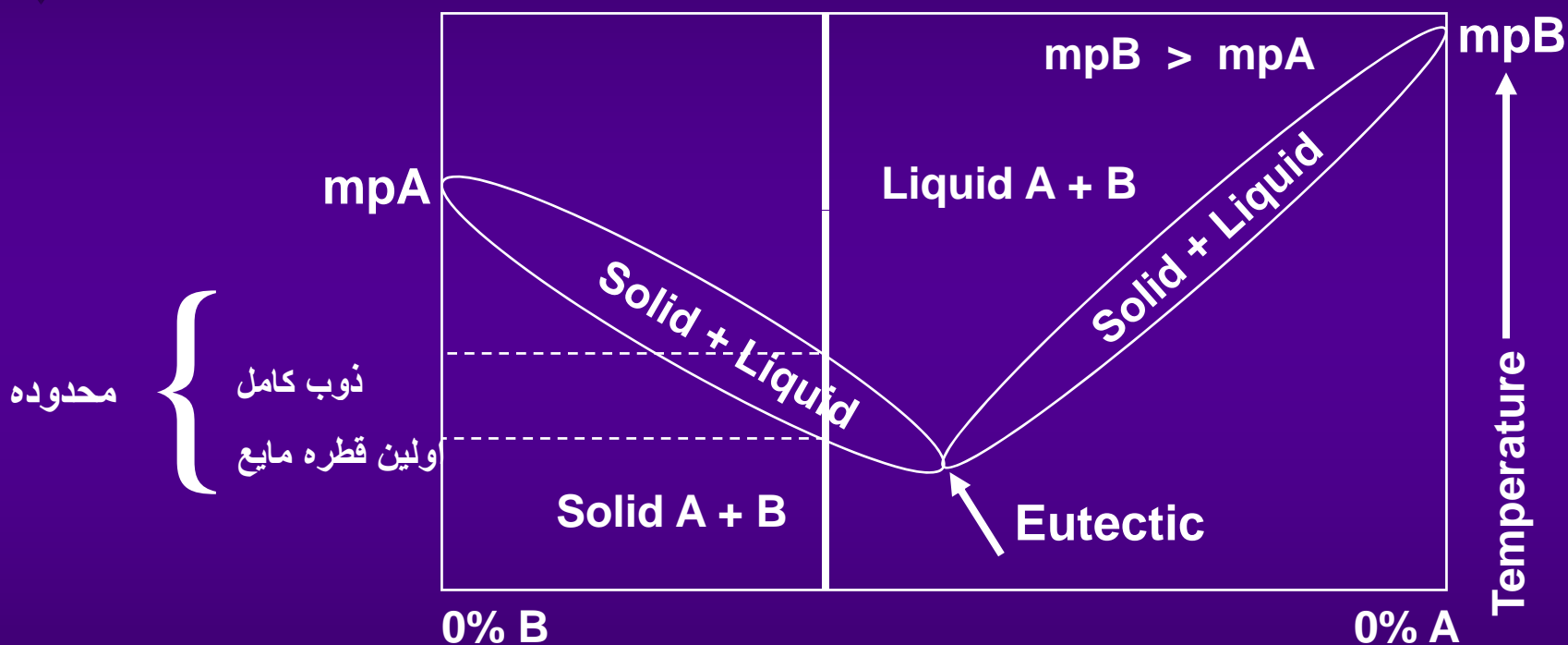
c. استفاده

- شناسایی مواد
- اثبات خلوص ماده

نقطه ذوب

نقطه ذوب خلوص ماده را از دو طریق نشان میدهد:

1. مواد خالص تر نقطه ذوب بالاتری دارند.
2. محدوده ذوب مواد خالص باریک تر است.



3. با افزایش ماده ناخالص B نقطه ذوب کاهش مییابد.

4. نقطه اوتکتیک محدودیت حلالیت B در A بنا براین کمترین نقطه ذوب مخلوط A/B را دارد (توجه: در اوتکتیک نقطه ذوب تیز - محدوده ذوب نداریم).



بخش تجربی

1. تعیین نقطه ذوب برای

a. دو ترکیب شناخته شده

b. مخلوطی از دو ترکیب شناخته شده

c. یک ترکیب ناشناخته

d. مخلوطی از یک ترکیب ناشناخته و شناخته شده

2. تشخیص ترکیب ناشناخته.

وسایل و ابزار

1. لوله موین

2. دستگاه نقطه ذوب

1. آوردن:

- تهیه دستگاه تعیین نقطه ذوب از اتاق تجهیزات
 - انتخاب دو ترکیب با نقطه ذوب شناخته شده
 - آوردن ماده ناشناخته از اتاق تهیه
- (توجه: شماره ترکیب ناشناخته را در دفتر یادداشت بنویسید)

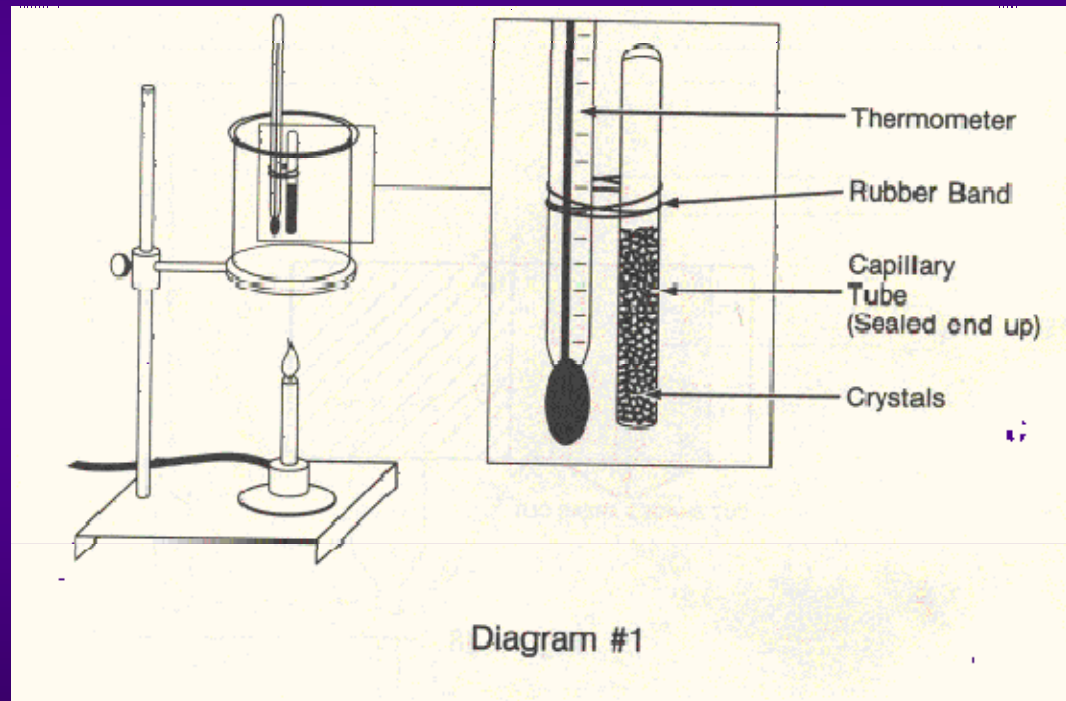
2. پرکردن لوله مویین

- با سر پهن اسپاتول نمونه را بصورت پودر در آورید
- قسمت باز لوله مویین را وارد نمونه کنید (1-2 میلی متر از نمونه)
- از طرف بسته لوله مویین آنرا داخل یک لوله شیشه ای بیاندازید تا نمونه در طرف بسته لوله مویین جمع شود. اگر لازم باشد این عمل را تکرار کنید.





شکل دستگاه‌های مورد استفاده





شکل 2



نقطه ذوب



3. بدست آوردن محدوده نقطه ذوب

- a. لوله مویین را در دستگاه نقطه ذوب قرار دهید.
- b. افزایش دمای دستگاه را به گونه ای تنظیم کنید که 2-3 درجه در دقیقه بالا برود.
- c. تعیین نقطه ذوب تقریبی
- d. اجازه دهید سرد شده و محتویات آن نیمه جامد شود.
- e. دستگاه نقطه ذوب را
- f. اجازه دهید دمای دستگاه 10 درجه پایین بیاید.
- g. دستگاه را دوباره تنظیم کنید که دمای آن 5/0 درجه در دقیقه بالا رود.
- h. محدوده نقطه ذوب را بدست آورید .

نقطه ذوب



4. لوله موین را بصورت زیر تهیه کنید:

a. دو ماده معلوم

b. نمونه ای مخلوط 1:1 از دو ماده معلوم.

c. نمونه ترکیب مجهولو

5. محدوده نقطه ذوب هر نمونه را تهیه کنید.

6. از روی جدول نزدیک ترین نقطه ذوب به نقطه ذوب نمونه را بدست میآوریم.

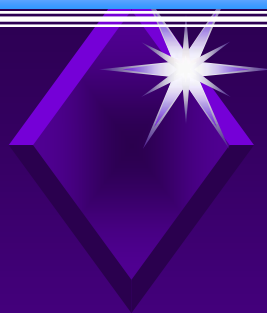
مخلوط 1:1 نمونه را درست میکنیم

7. رنج نقطه ذوب مخلوط شناخته شده / ناشناخته را تعیین میکنیم.

8. اگر اختلاف نقطه ذوب مخلوط و ترکیب ناشناخته بیش از چند درجه باشد مخلوط دیگری تهیه و نقطه ذوب آنرا تعیین میکنیم.

9. این فرآیند را با مواد شناخته شده دیگر ادامه میدهیم تا اختلاف به حداقل

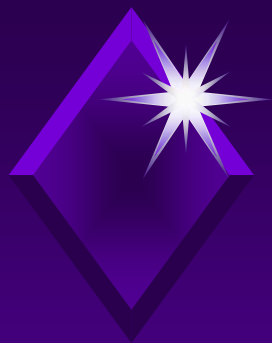
نقطه ذوب



10. مقادیر را با مراجع مقایسه میکنیم.

11. نام آیوپاک ترکیب ناشناخته را مشخص میکنیم.

12. فرمول مولکولی آنرا تعیین میکنیم.



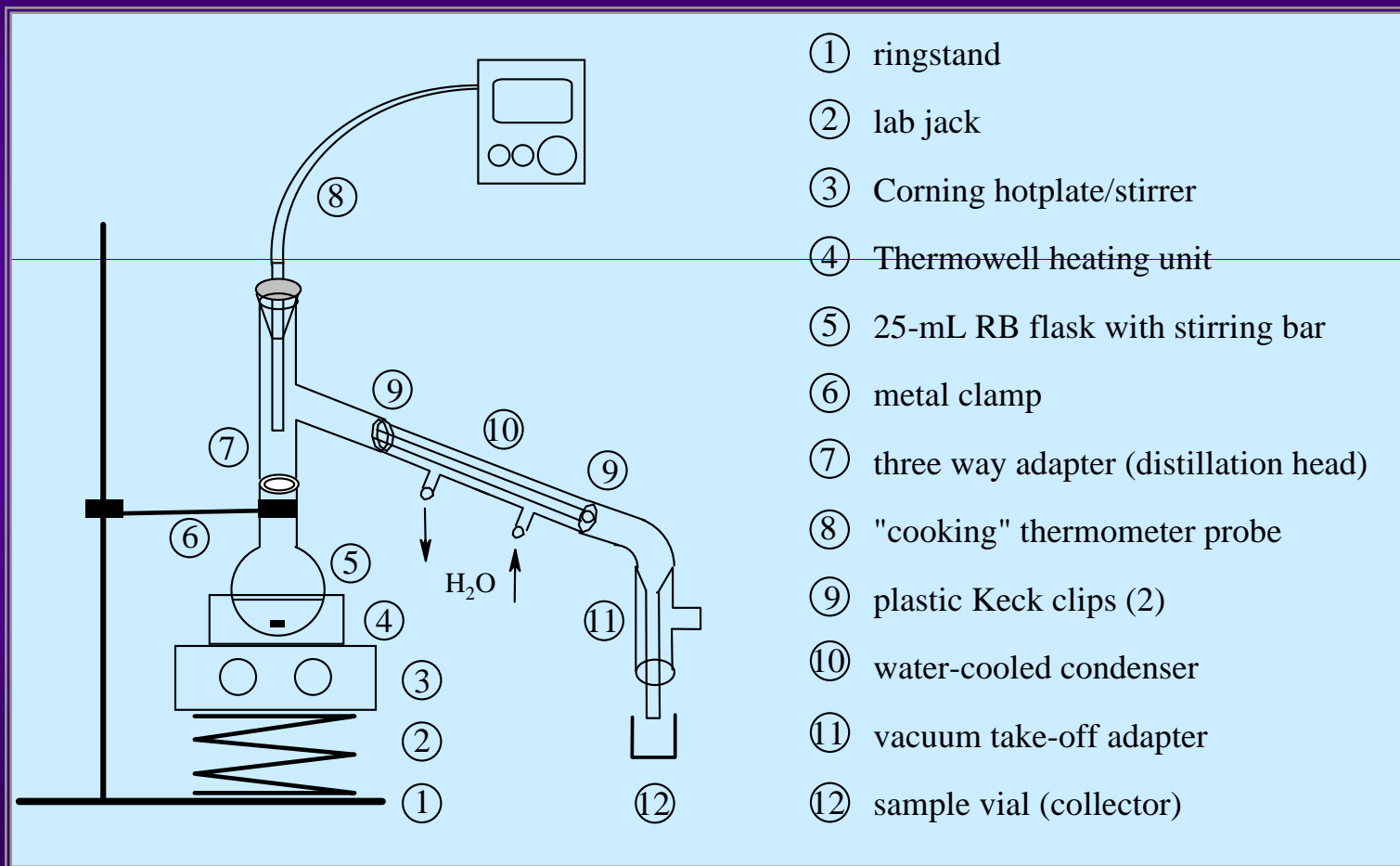
آزمایشگاه مبانی شیمی آلی

تقطیر ساده و جزء به جزء

تقطیر یک **تکنیک خالص سازی** است که در آن ترکیباتی با نقطه جوش متفاوت با استفاده از کنترل حرارتی از هم جدا میشوند. بخاراتی که در اثر حرارت مناسب ایجاد میشوند توسط یک مبرد جمع آوری شده و نسبت به مخلوط اولیه خالص تر هستند. مخلوط متانول/آب برای مقایسه کارایی از طریق هر دو روش تقطیر میشود و در بار دوم با قرار دادن ستون تقطیر جزء به جزء با روش اول مقایسه میشود.



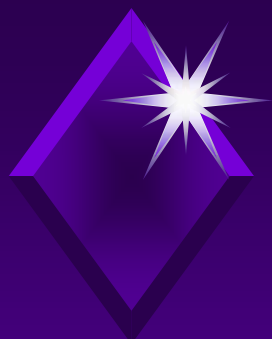
آماده سازی دستگاه تقطیر ساده



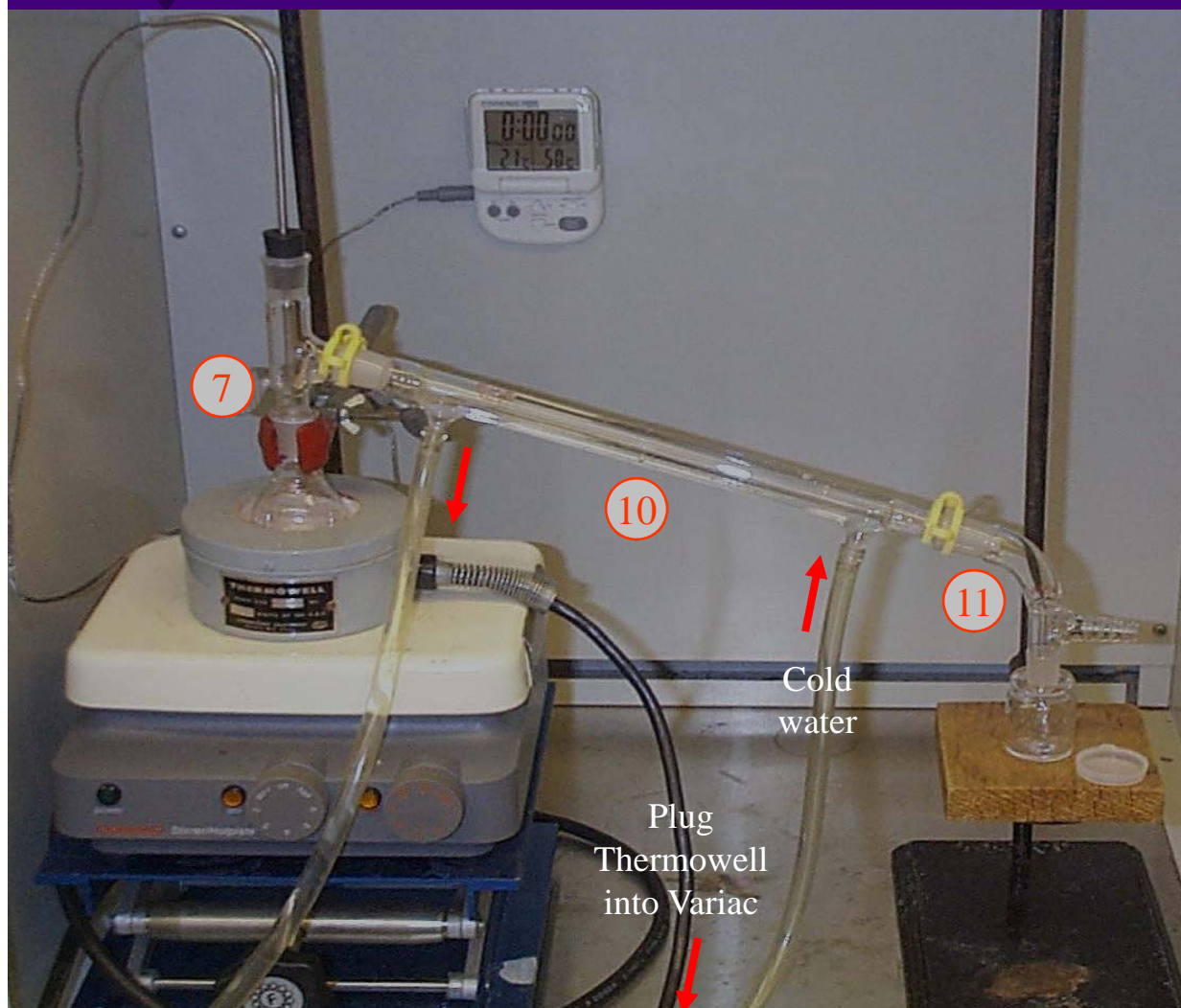


آماده سازی دستگاه تقطیر ساده

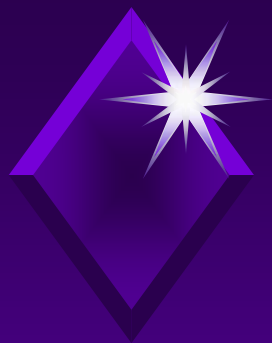




آماده سازی دستگاه تقطیر ساده



- ① ringstand
- ② lab jack
- ③ Corning hotplate/stirrer
- ④ Thermowell heating unit
- ⑤ 25-mL RB flask with stirring bar
- ⑥ metal clamp
- ⑦ three way adapter (distillation head)
- ⑧ "cooking" thermometer probe
- ⑨ plastic Keck clips (2)
- ⑩ water-cooled condenser
- ⑪ vacuum take-off adapter
- ⑫ sample vial (collector)



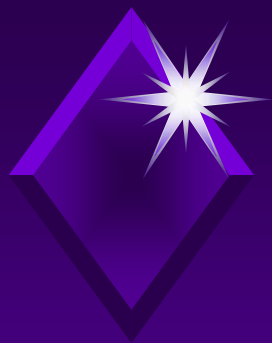
تقطیر ساده در مقابل تقطیر جزء به جزء

- در حالت ایده ال بطور موثری مایعات را بر اساس افزایش نقطه جوش از هم جدا میکند.
- در حقیقت در اغلب موارد جدا سازی ناقص است (هم پوشانی دارد) مخصوصا در مواردی که نقطه جوش مواد به هم نزدیک باشد یا ابزار های مورد استفاده قدرت جدا سازی کافی نداشته باشد.
- نوعا انتظار داریم که برای اجرای یک تقطیر خوب تغییرات رنج نقطه جوش بین 2-5 درجه باشد (پهن شدن بیشتر این رنج نشان دهنده مواد با خلوص کمتر میباشد).

مورد استفاده
تمیز کردن اولیه
جدا سازی بهتر

اختلاف نقطه جوش
50 درجه یا بیشتر
بیش از 10 درجه

روش
تقطیر ساده
تقطیر جزء به جزء

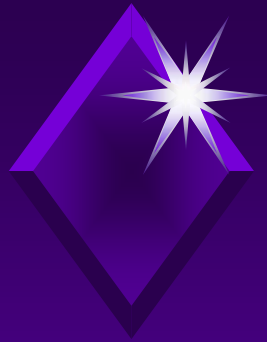


تقطیر جزء به جزء

فاکتور های تاثیر گذار روی کارایی تقطیر:
(چگونه تقطیر در خالص سازی نمونه کمک میکند)

1. **نوع مخلوط** – بزرگ بودن اختلاف نقطه جوش باعث تسهیل در جدا سازی با تقطیر میگردد
- *2.
3. کنترل دما -

وصل دستگاه تقطیر جزء به جزء



سر تقطیر

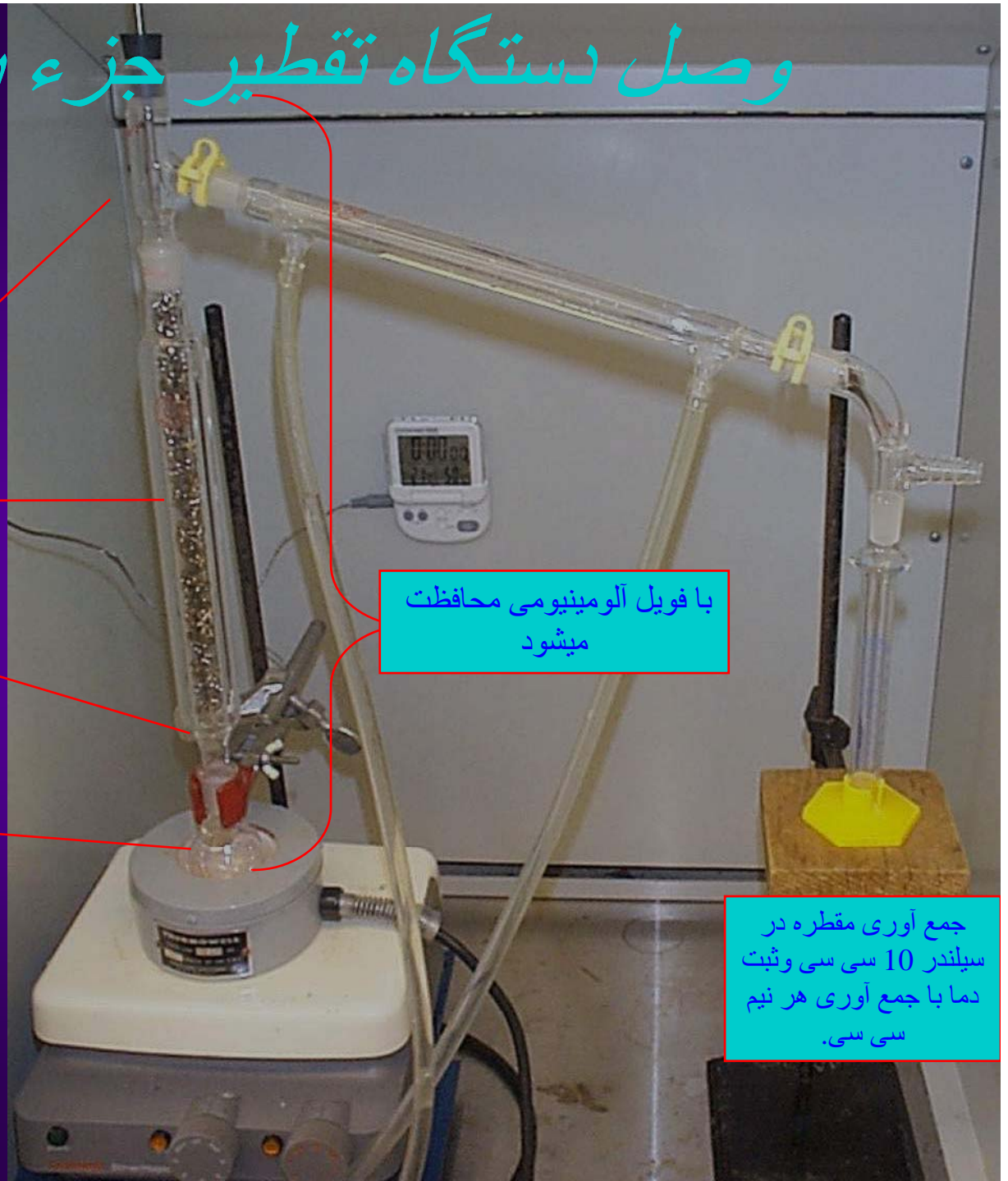
ستون پر شده با استیل ضد زنگ

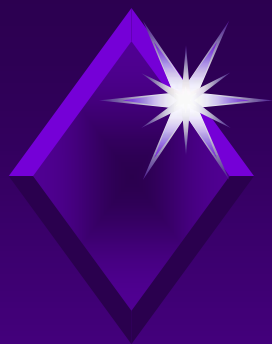
فقط یک بسط لازم است

بالون تقطیر

با فویل آلومینیومی محافظت
میشود

جمع آوری مقطره در
سیلندر 10 سی سی و ثبت
دما با جمع آوری هر نیم
سی سی.



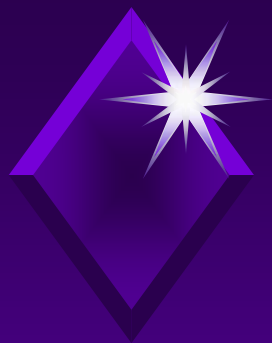


ستونهای تقطیر

1. ستونهای بلند پر شده با استیل
2. ستونهای کوتاه پر شده با استیل
3. ستونهای پر شده با مهرهای شیشه ای
4. ستونهای ویگرو

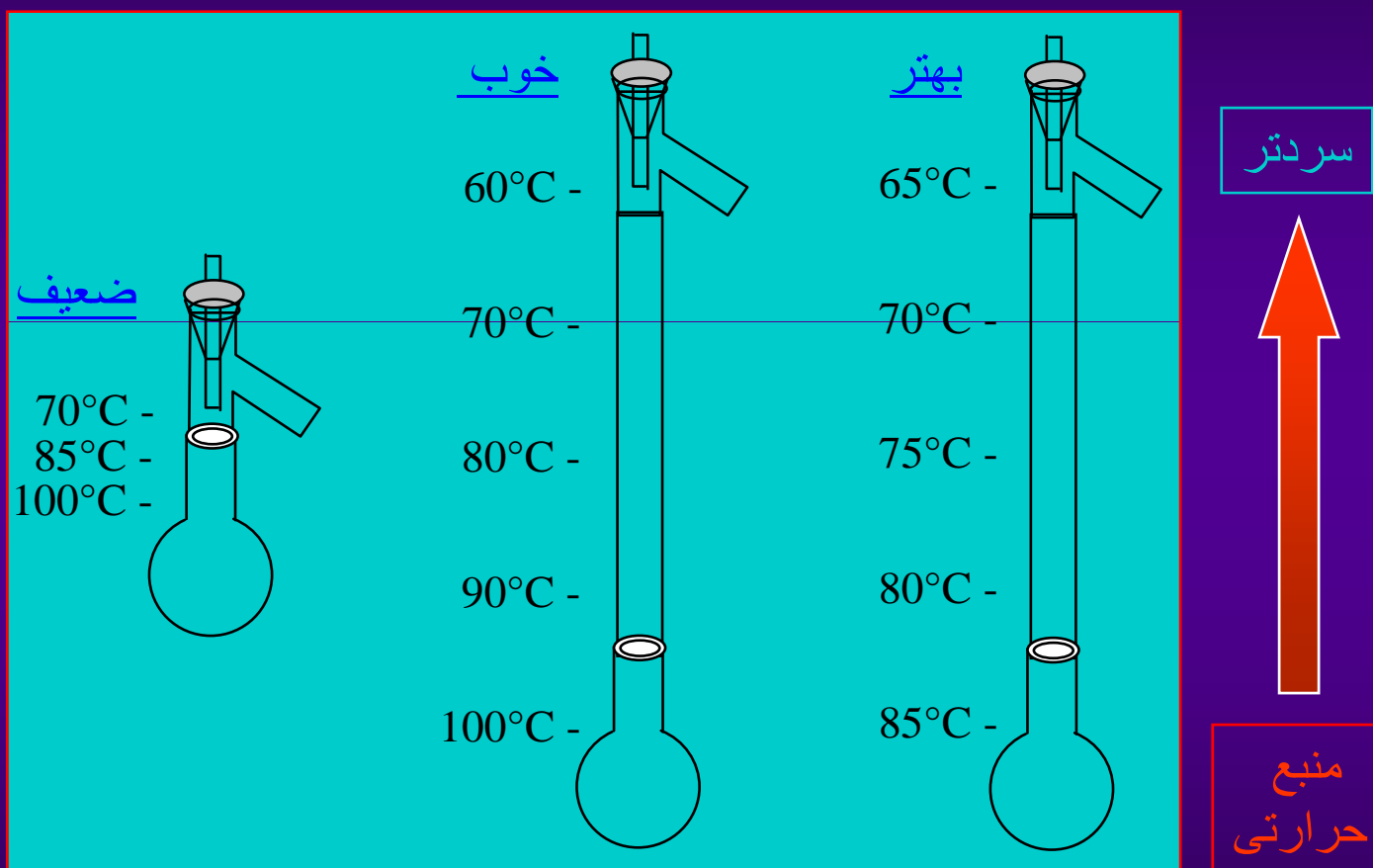
بهبود فرایند جدا سازی با افزایش سطح و با ایجاد تعادل بهتر مایع با بخار انجام میگیرد.



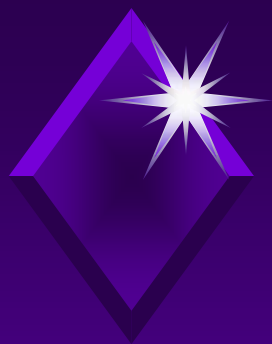


تغییرات دمایی

دستگاه تقطیر ساده گرا دیان
دمایی مناسبی را برای نمونه هایی
با نقطه جوش نزدیک هم
فراهم نمیکند.



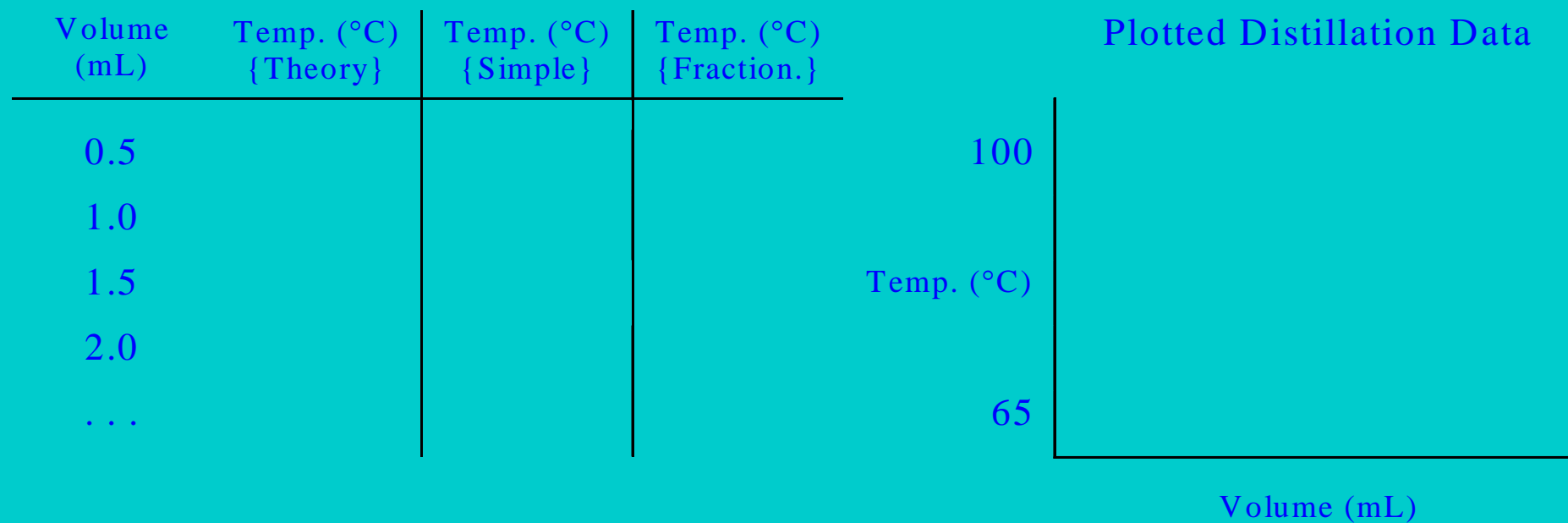
قرار دادن ستون تقطیر جز به جز در دستگاه تقطیر با افزایش سطح تماس و افزایش تعادل مایع بخار منجر به جداسازی و خالص سازی بهتر مایعات با نقاط جوش نزدیک هم میگردد.

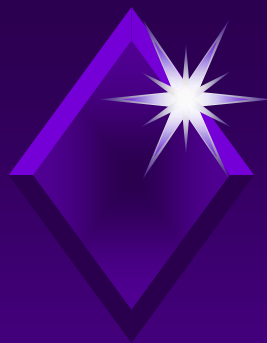


تقطير مخلوط متانول / آب

X % CH₃OH (methanol) 65°C { 10 mL mixture }
(100-X) % H₂O (water) 100°C

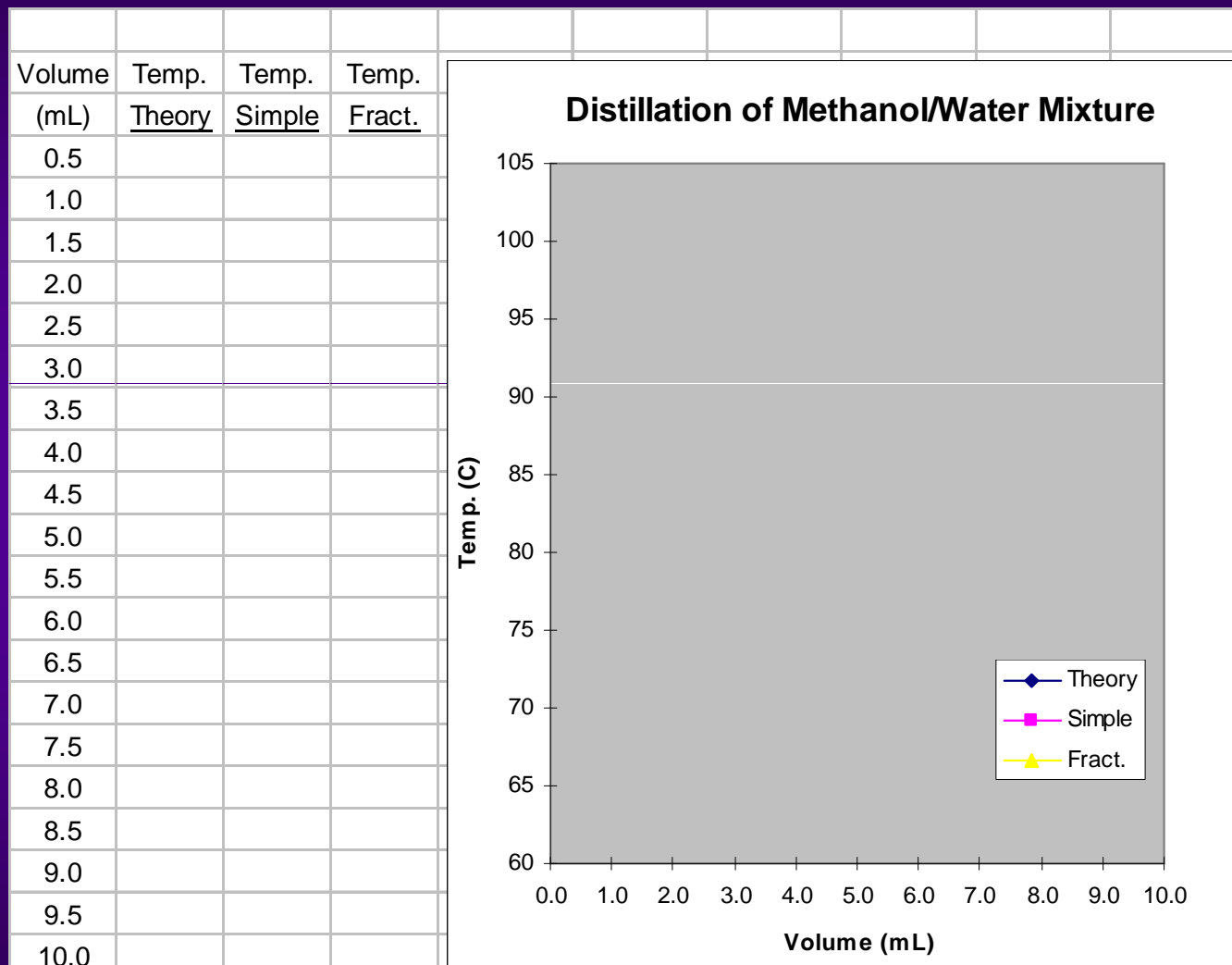
Data collection - *Temperature vs. Volume*





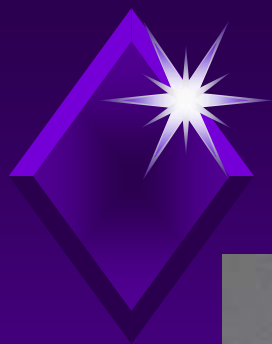
رسم داده‌های تقطیر با اکسل

داده های تقطیر خود را در برنامه اکسل وارد و بطور خودکار منحنی را رسم کنید.

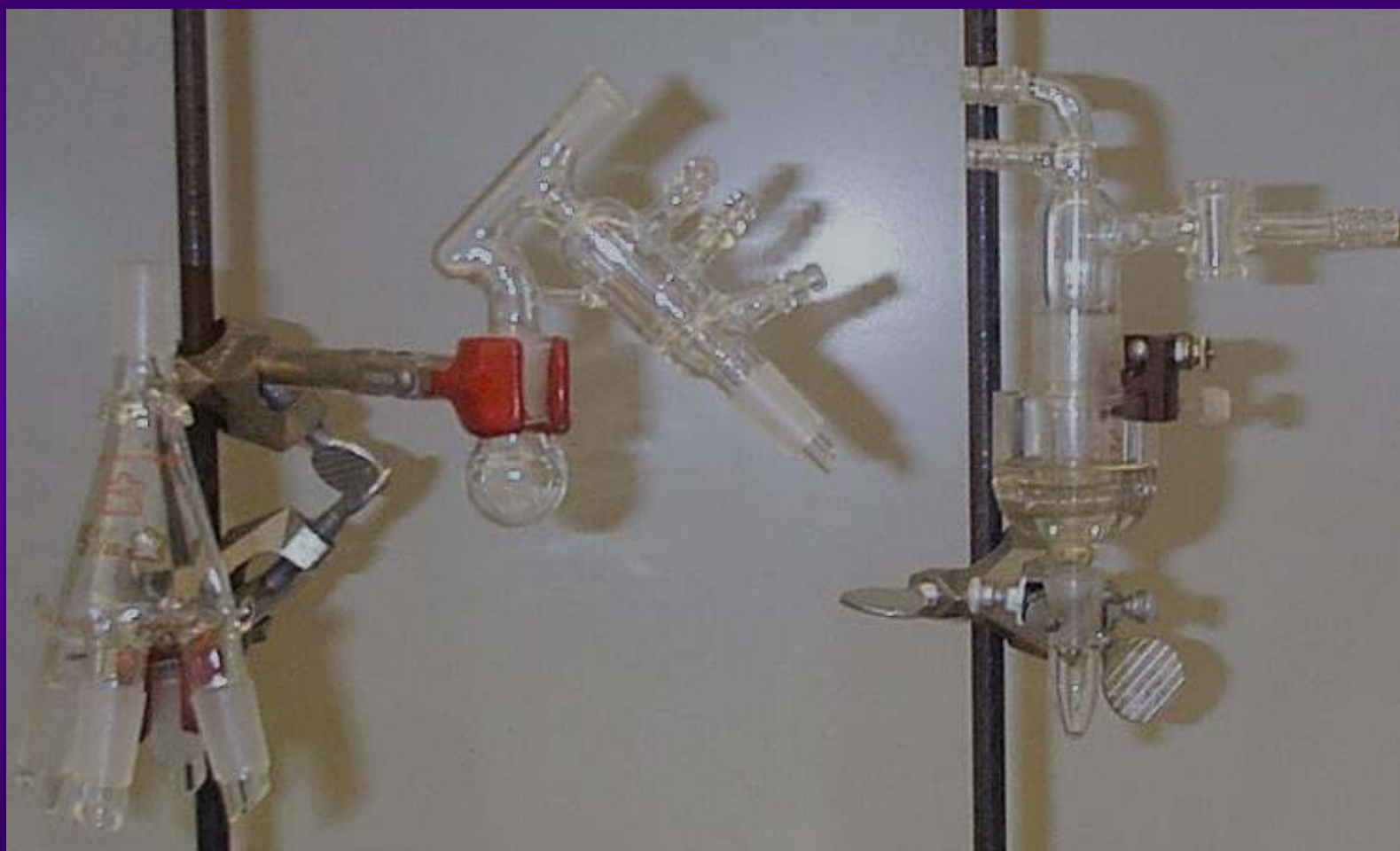


Distill.xls

Type of Column:	_____	% MeOH determined	_____ %
-----------------	-------	-------------------	---------



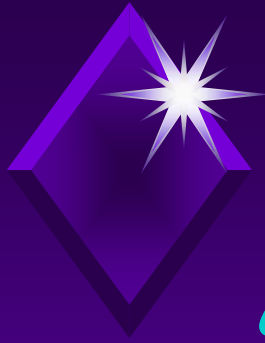
وسایل شیشه ای مخصوص تقطیر



distillation cow

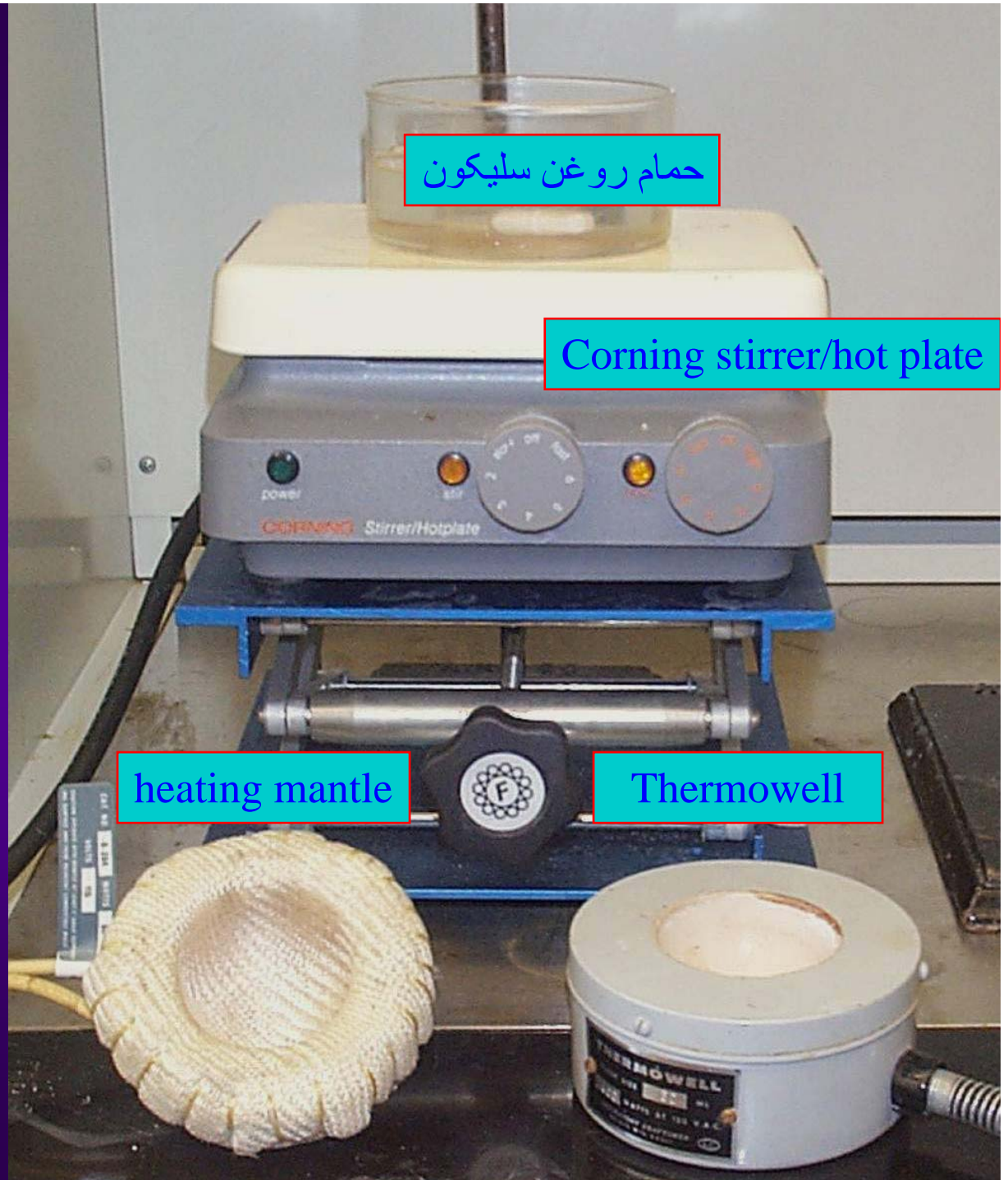
short-path distilling unit

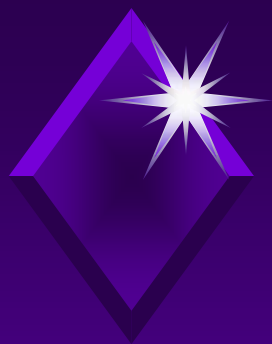
microdistillation unit



وسایل تقطیر

استفاده از روغن سلیکون حاوی
بهم زن باعث پخش مناسب حرارت
و میشود و دما مستقیماً با دماسنج
اندازه گیری میشود.

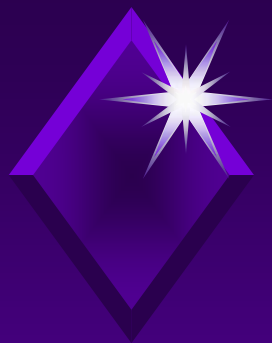




آزمایشگاه مبانی شیمی آلی

استخراج داروهای ضد درد

استخراج یکی از **تکنیک های جدا سازی** میباشد که در آن ترکیباتی با حلالیت های متفاوت با استفاده از حلالهایی با قطبیت مختلف جدا سازی میشود. این فرایند شیمیایی اساسی اغلب در واکنشهای اسید باز قابل برگشت انجام میگردد.



استخراج مایع - مایع

موارد ضروری برای استخراج مایع مایع:

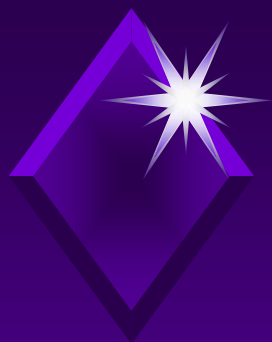
- دو مایع غیر قابل امتزاج با دانسیته های متفاوت
- و اندکس انعکاسی متفاوت

چرا ؟

تشخیص اینکه کدام لایه آلی و کدام آبی است و درک اینکه کدام ترکیب در کدام فاز حل میشود.



قیف جدا
کننده



استخراج مایع - مایع

غیر قابل اختلات <----- غیر قابل حل (مانند آب و روغن)

مایعات غیر قابل اختلات مایعاتی هستند که حلالیت / قطبیت متفاوت دارند در نتیجه در هم حل نمیشوند (در واقع کاملاً غیر قابل حل نیستند و مقداری در هم حل میشوند)
آنها بایستی از نظر فیزیکی (دانسیته) از هم جدا شوند و این جدا سازی قابل رویت باشد.



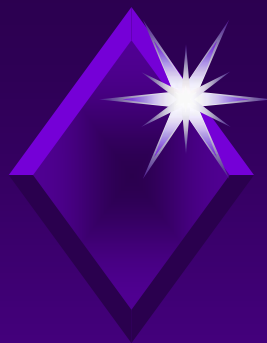
عبارتهای مرتبت

آب دوست	آبگریز
غیر قطبی	قطبی
لایه آلی	لایه آبی
فاز آلی	فاز آبی
{ لایه کلروفرم }	{ لایه آبی }
	امولسیون

مخلوط های غیر قابل امتزاج متداول

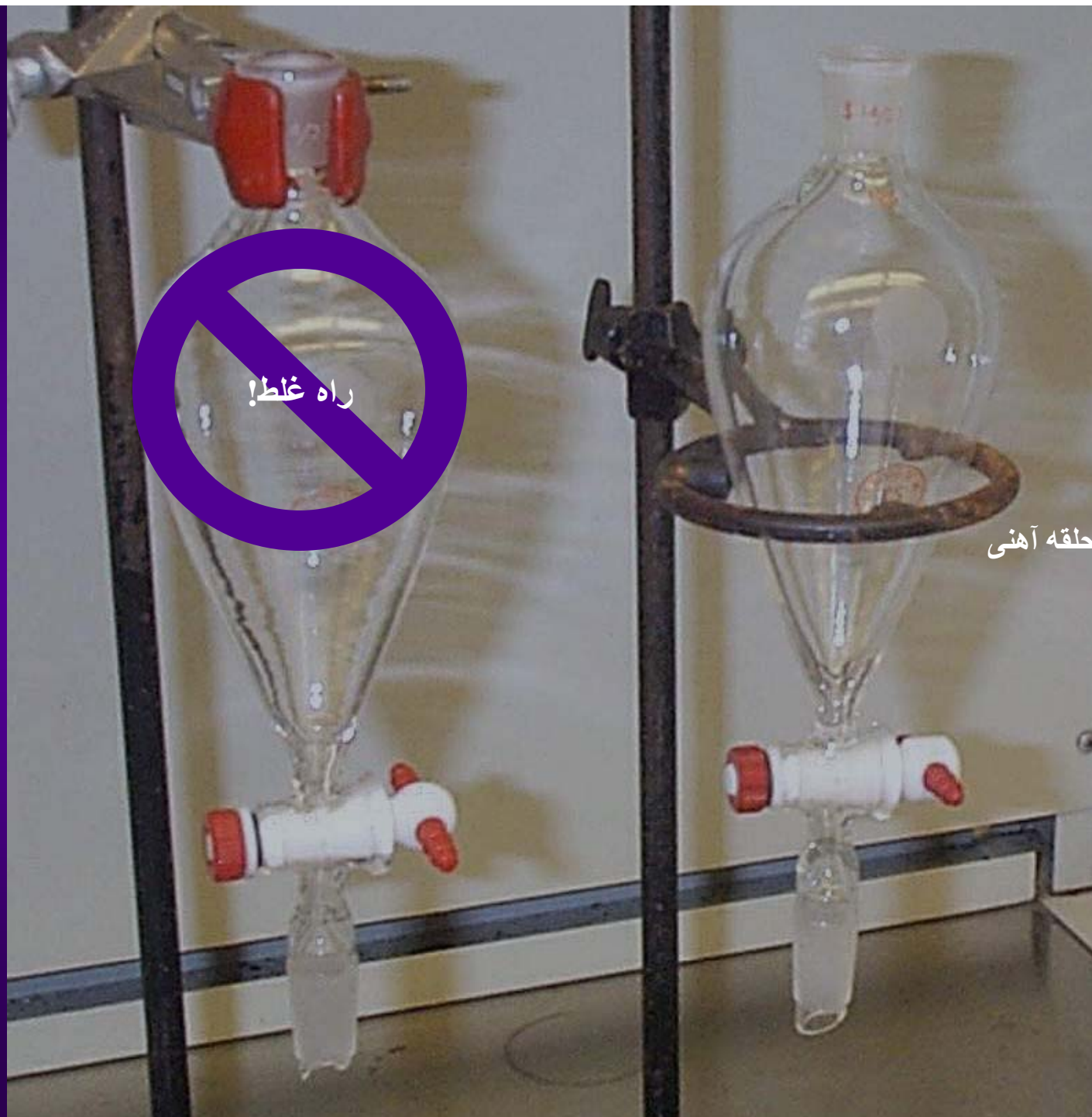
آب و روغن
تهیه سلاد → سرکه و روغن
استخراج اثر → آب و اثر

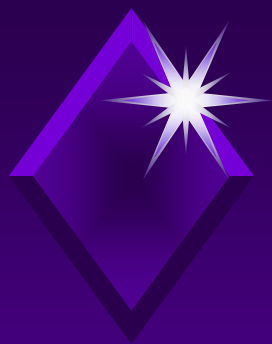
در استخراج از مخلوط آب و الکل نمیتوان استفاده کرد! چرا؟



استفاده مناسب از قیف جداکننده

1. استفاده از حلقه فلزی
برای نگه داری قیف
اشتباه است
2. در پوش را گذاشته برگردانید
بهم بزنید و شیر را برای
تخلیه باز کنید.





استخراج اسید و باز های عمومی

طبقه بندی اسید و باز ها بر اساس گروه عاملی

طبقه بندی	گروه عاملی	استخراج با	واکنش های اسید و باز
اسید های آلی قوی	کربوکسیلیک اسید	(5% NaHCO ₃) باز ضعیف	$\text{RCO}_2\text{H} \rightarrow \text{RCO}_2^- \text{Na}^+$
اسید های آلی ضعیف	فنل	(5% NaOH) باز قوی	$\text{ArOH} \rightarrow \text{ArO}^- \text{Na}^+$
باز های آلی	آمین	(5% HCl) اسید قوی	$\text{RNH}_2 \rightarrow \text{RNH}_3^+ \text{Cl}^-$
خنثی	[چیز های دیگر]	[اسید و باز قابل استخراج وجود ندارد]	Nothing happens!

گردش کاری دیاگرام استخراج اسید و باز
جداسازی اسیدها بازها و ترکیبات آلی خنثی

$\text{RCO}_2\text{H} / \text{ArOH} / \text{RNH}_2 / \text{RH}$
dissolved in diethyl ether

استخراج با
5% NaHCO_3

Aqueous Phase #1
 RCO_2Na dissolved
in aqueous base

Organic Phase #1
 $\text{ArOH} / \text{RNH}_2 / \text{RH}$
dissolved in Et_2O

RCO_2H = کربوکسیلیک اسیدها
 ArOH = فنل ها
 RNH_2 = آمین ها
 RH = ترکیبات دیگر (خنثی ها)

acidify
with HCl

RCO_2H

extract with
5% NaOH

Aqueous Phase #2
 ArONa dissolved
in aqueous base

Organic Phase #2
 RNH_2 / RH
dissolved in Et_2O

acidify
with HCl

ArOH

extract with
5% HCl

Aqueous Phase #3
dissolved RNH_3Cl

Organic Phase #3
 RH dissolved in Et_2O

make basic
with NaOH

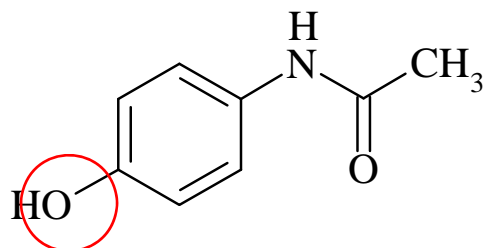
RNH_2

dry, filter &
concentrate

RH

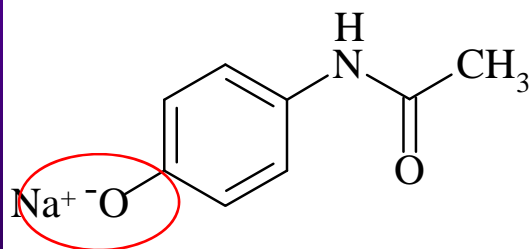
ساختارهای
شیمیایی

Acetamidophen



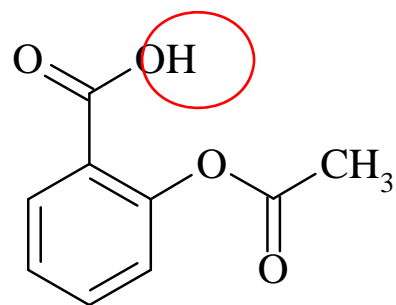
ACE (phenol)
[weak organic acid]

extract
with
aqueous
NaOH



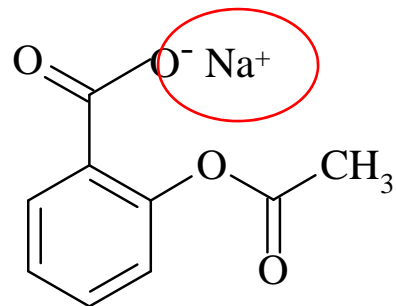
phenoxide salt
polar, water soluble

Aspirin



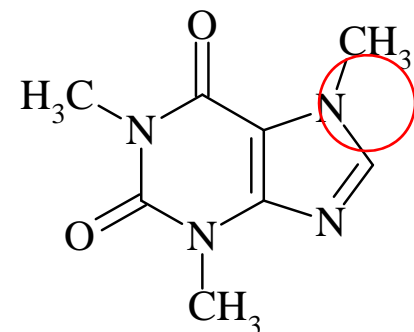
ASP (carboxylic acid)
[strong organic acid]

extract
with
aqueous
NaHCO₃



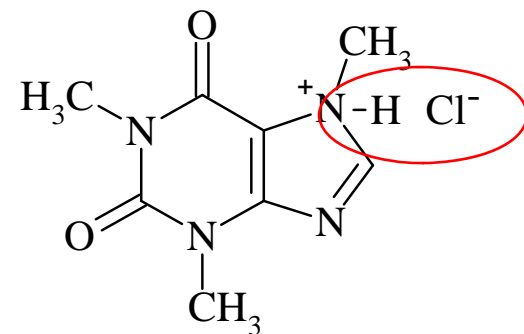
carboxylate salt
polar, water soluble

Caffeine

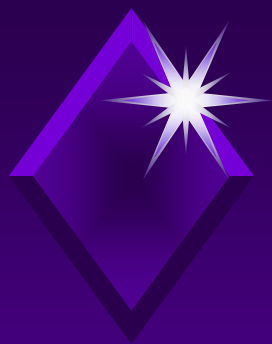


CAF (amine)
[organic base]

extract
with
aqueous
HCl

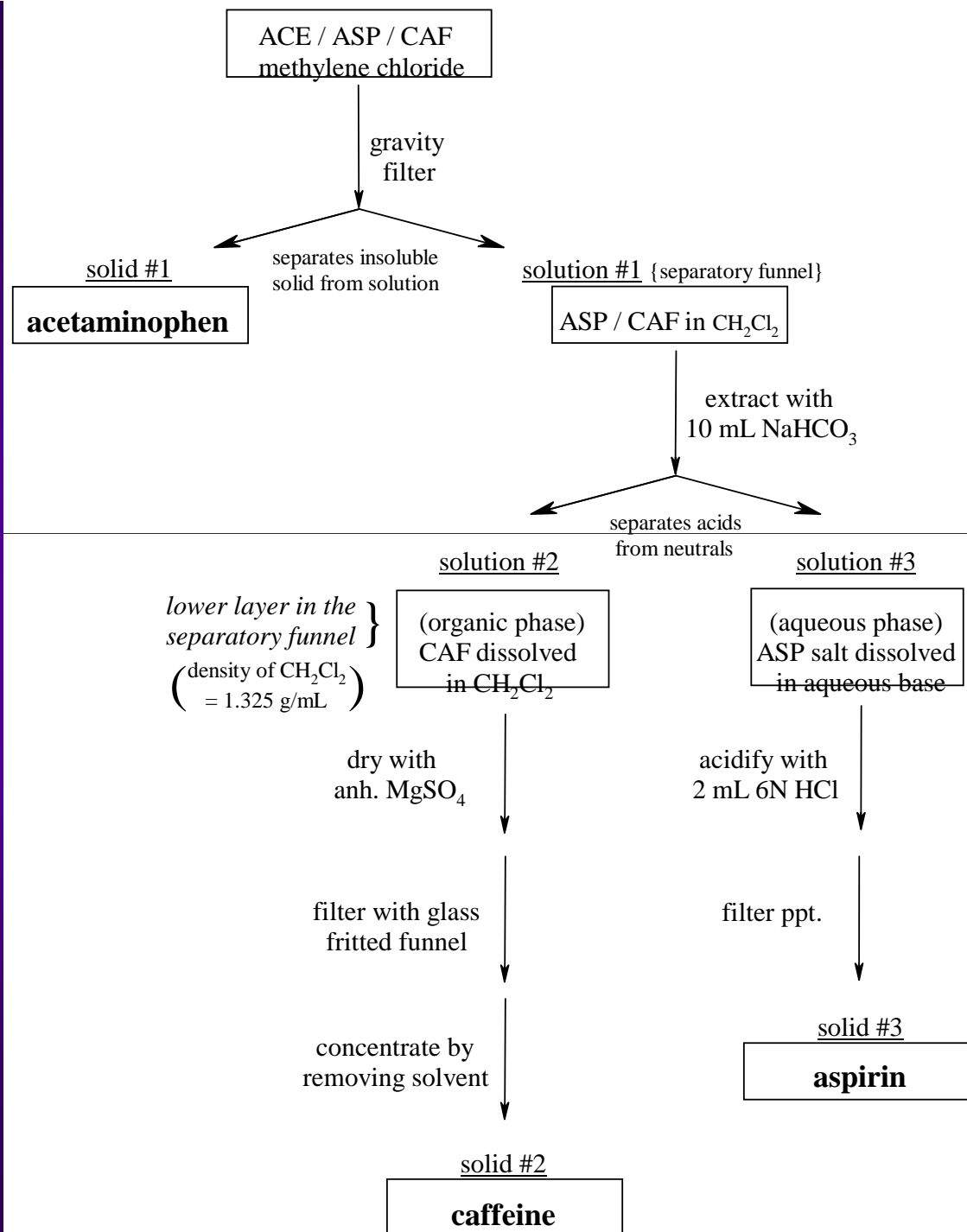


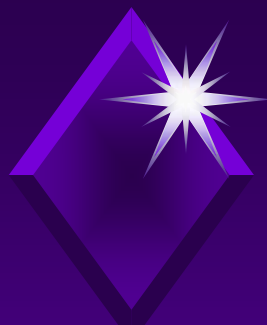
ammonium chloride salt
polar, water soluble



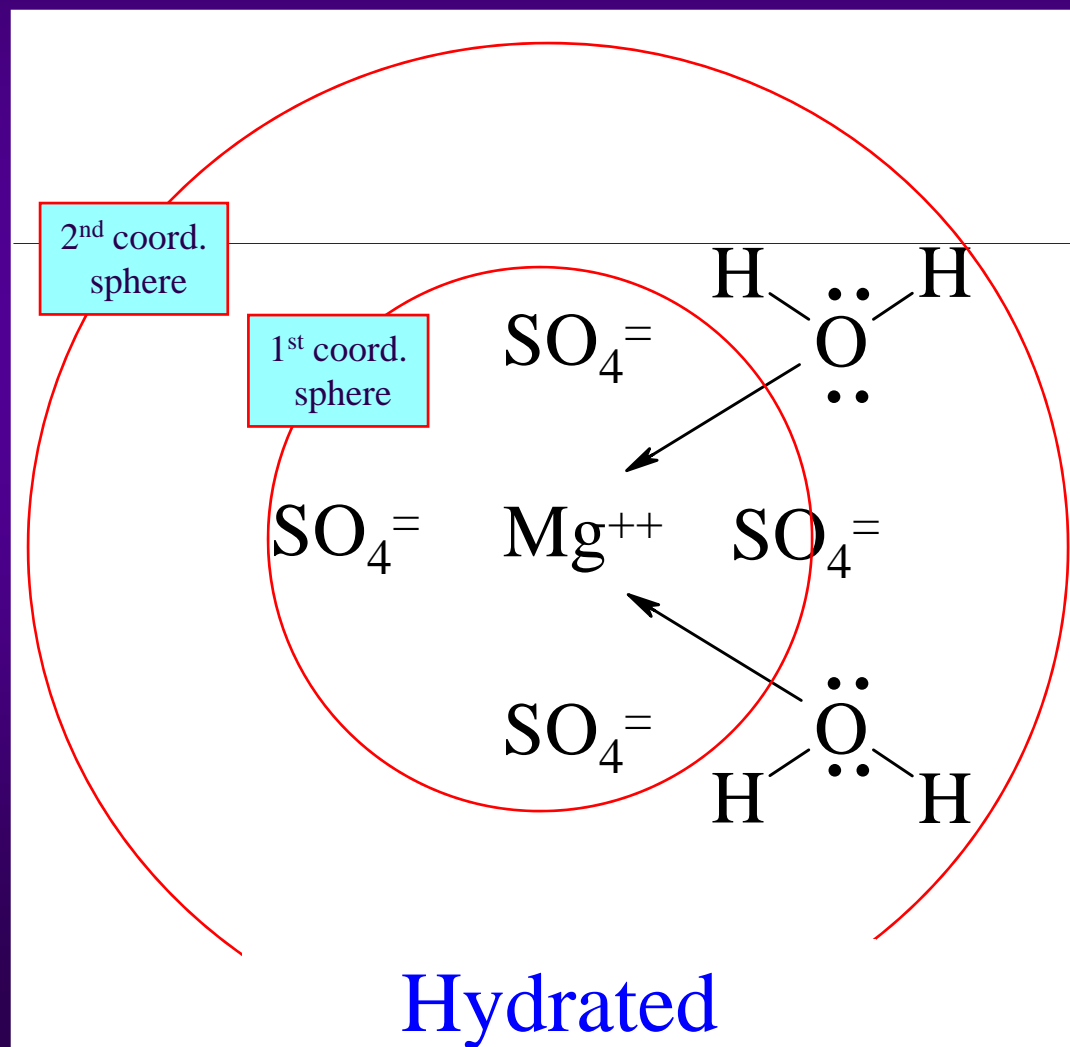
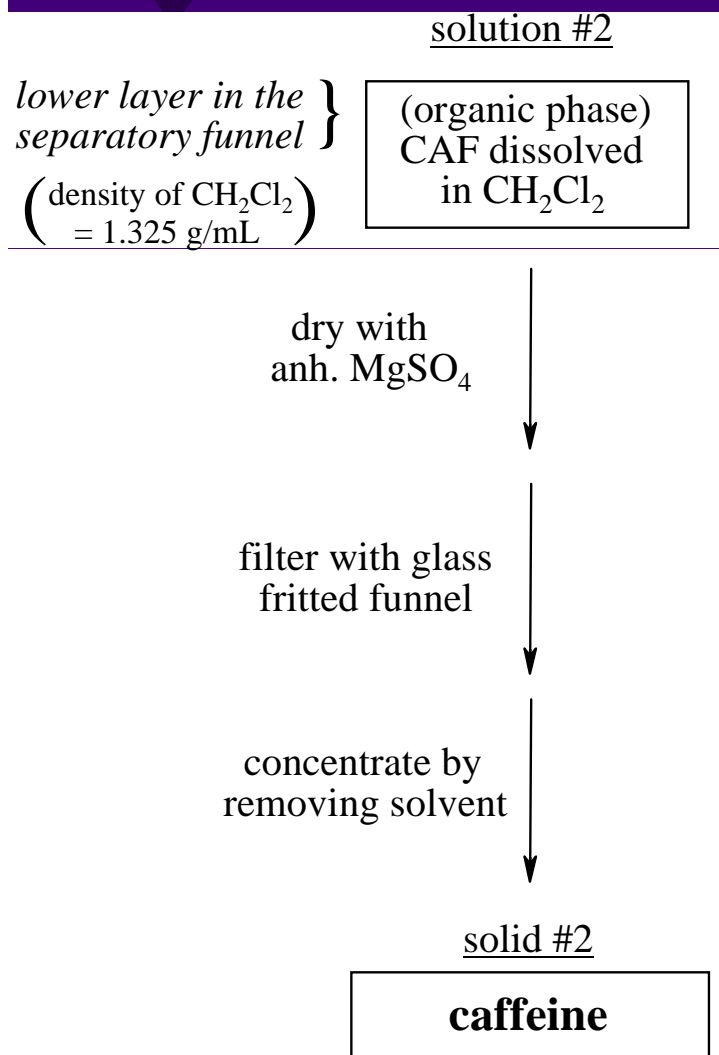
دیگرام گردش کاری استخراج

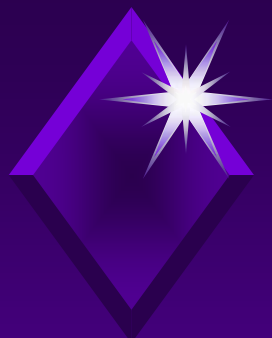
جدا کردن سه ترکیب از هم:
استوفنون، آسپرین و کافئین



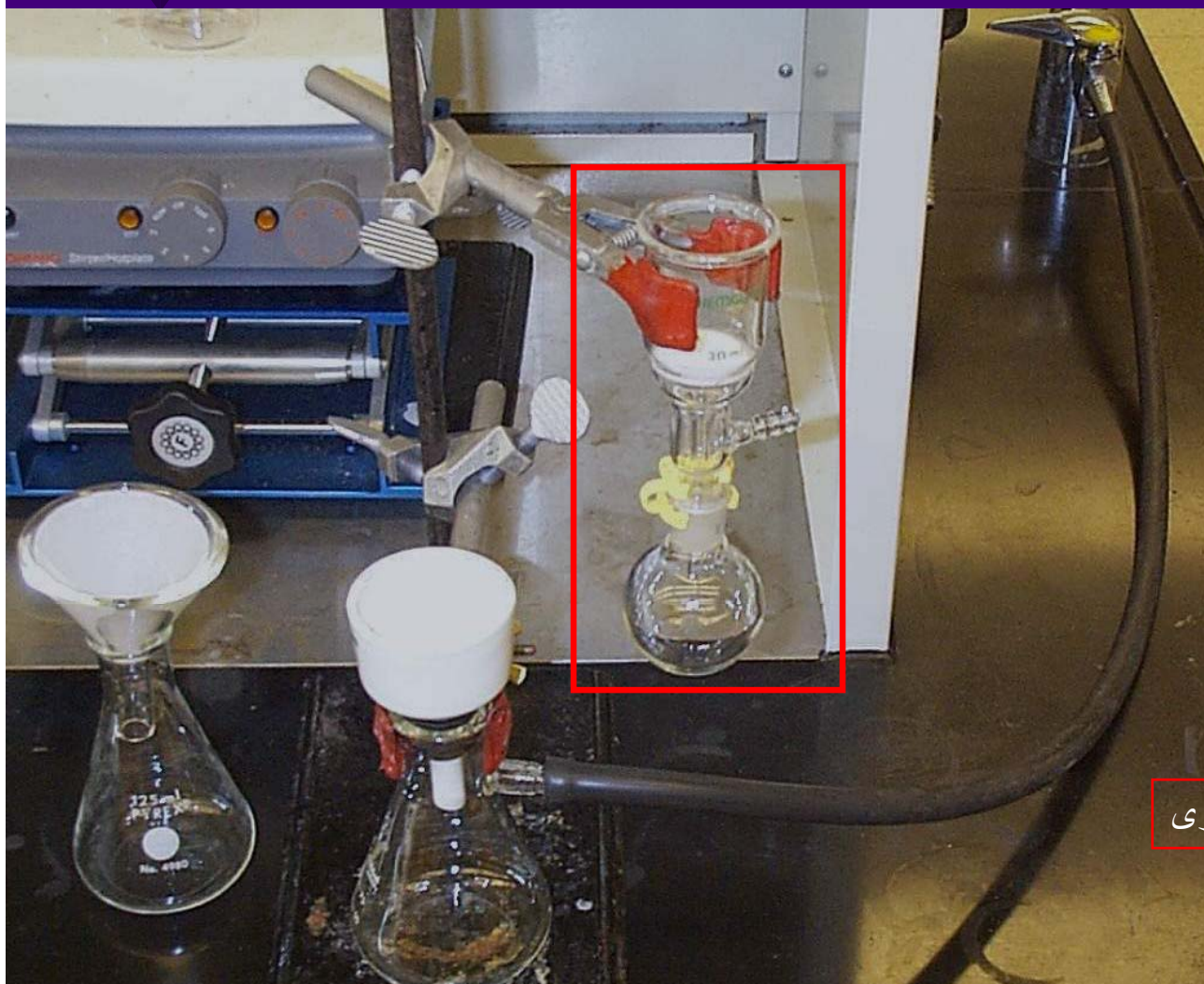


استفاده از عوامل خشک کننده





قیف شیشه ای

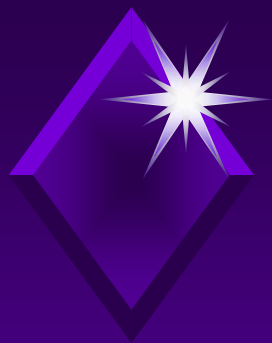


قیف شیشه ای

وصل به خلاء

• اعمال خلاء حد اقل برای 5-10 ثانیه

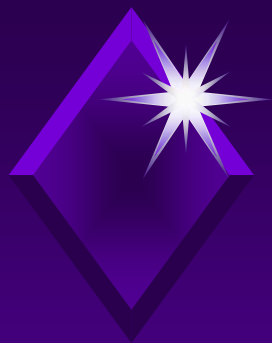
استفاده از یک بالون برای جمع آوری



آزمایشگاه مبانی آلی

کریستالیزه کردن استانیلید

نو بلور کردن یکی از **تکنیک های خالص سازی** است که در آن ماده جامد ناخالص در حداقل مقدار حلال داغ حل میشود و در اثر سرد کردن در محلول رسوب میکند.



نوبلور کردن

عوامل تاثیر گذار در حلالیت:

1. **خصوصیات حلال** – بر همکنش ماده حل شونده / حلال
“مشابه در مشابه حل میشود” (از روی قطبیت)
آب قطبی اکثرا ترکیبات (قطبی) و نمکهای معدنی را در خود
حل
میکند.
2. **حجم حلال** - مقدار ماده حل شونده در مقابل حجم حلال
3. **دمای حلال** - حلالیت با افزایش دما افزایش میابد.
بهم زدن سرعت حل شدن را افزایش میدهد اما مقدار حلالیت را نه)



حلال های نو بلور کننده

ایندکس قطبیت

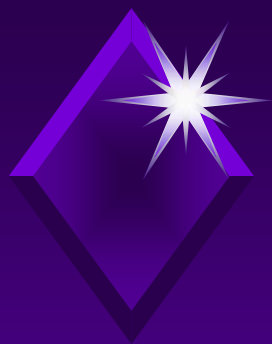
نام متداول حلالها

ساختار

(کمترین قطبیت)

0.0	hexane	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$
1.7	carbon tetrachloride	CCl_4
2.3	toluene	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$
2.9	diethyl ether	$(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{O}$
3.0	benzene	C_6H_6
3.4	methylene chloride	CH_2Cl_2
4.2	tetrahydrofuran (THF)	
4.3	ethyl acetate	$\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$
4.3	chloroform	CHCl_3
5.2	ethanol	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
5.4	acetone	$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{O}$
6.2	acetonitrile	CH_3CN
6.2	acetic acid	$\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$
6.4	dimethylformamide (DMF)	$(\text{CH}_3)_2\text{NCH}=\text{O}$
6.5	dimethyl sulfoxide (DMSO)	$(\text{CH}_3)_2\text{S}=\text{O}$
6.6	methanol	CH_3OH
9.0	water	H_2O

(بیشترین قطبیت)

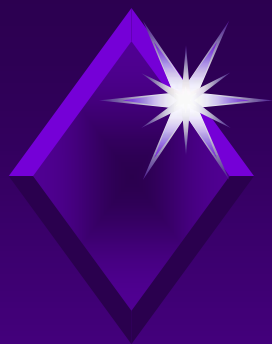


حلالهای نوبلور کننده

مهمترین حلال روی کره زمین.....



...اما نه در آزمایشگاههای آلی!

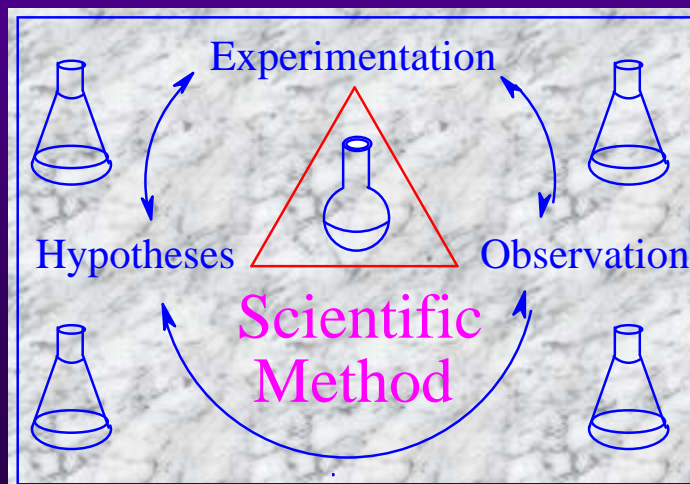


از تصورات خود استفاده کنید!

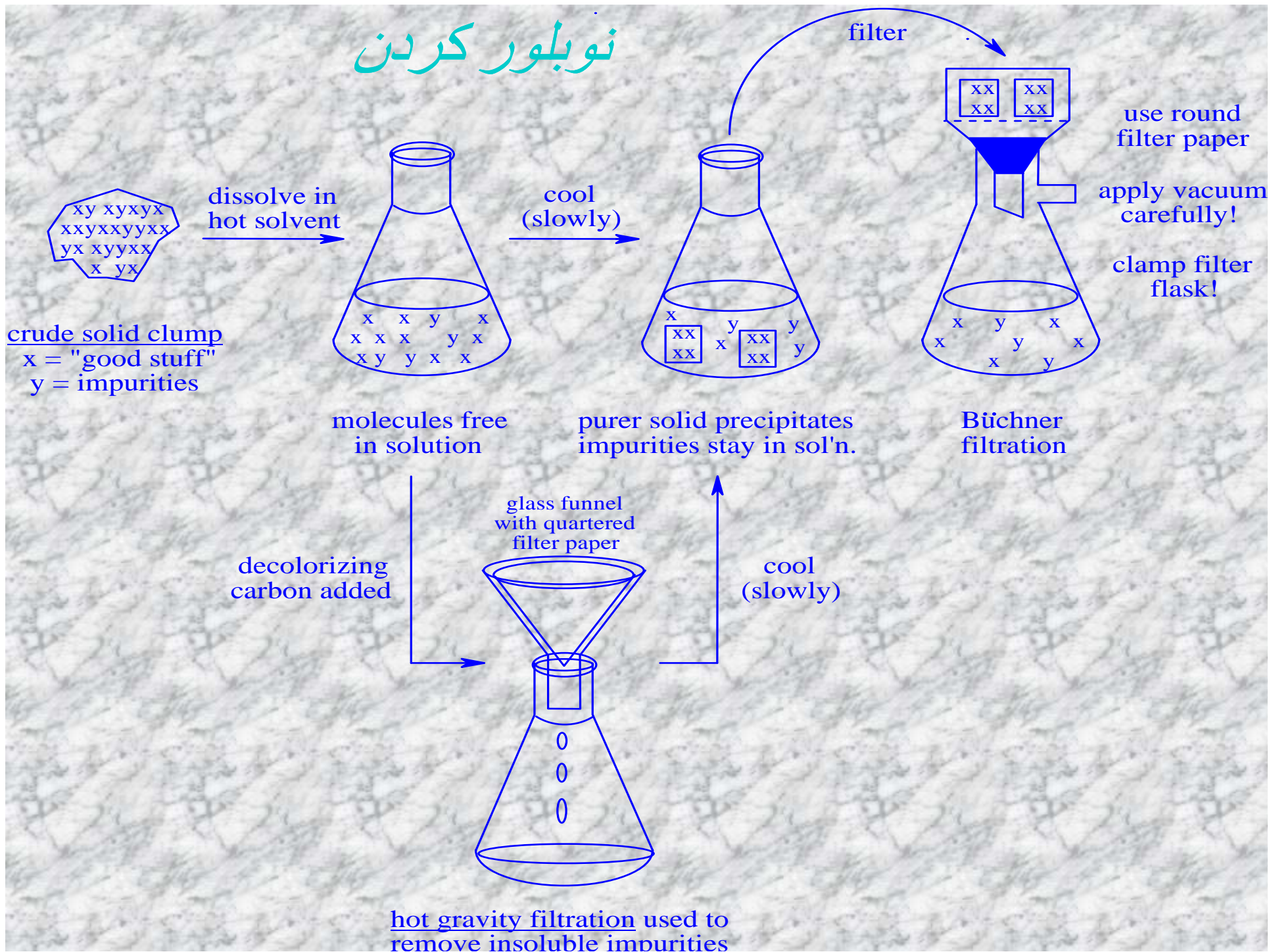
مشاهده در اشل بزرگ چه اتفاقی میافتد.

تصورات در سطح مولکولی چه اتفاقاتی میافتد.

- حلال اجازه حل شدن به مولکول و حرکت آزاد در داخل محلول را میدهد.
- کربن رنگ بر مولکولهای سنگین را جذب میکند (ناخالصی های رنگی).
- توجه کنید که با تغییر شکل و شبکه کریستالی جامدات باعث کاهش
- نقطه ذوب میشوند.



نوبلور کردن



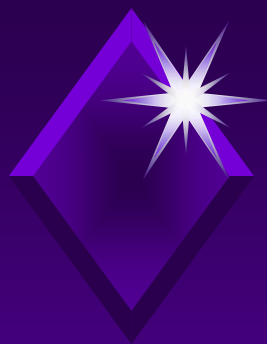
ابزار و وسایل و شیشه آلات مورد استفاده

صاف کردن ثقیلی
و داغ



وصل به خلاء با استفاده از
لوله لاستیکی سیاه

صاف کردن با قیف بختر در خلاء



نشان دادن وسایل اضافی و بحث بیشتر



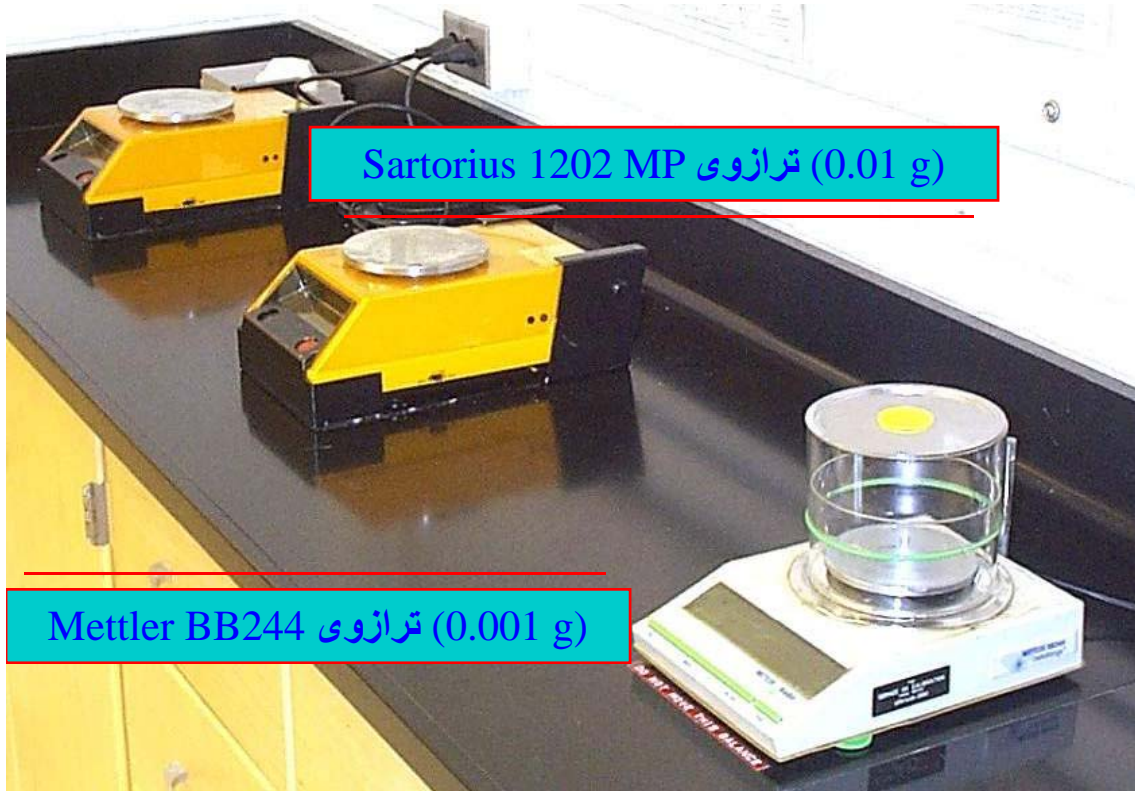
1. وسایل وزن کننده ترازو

2. ابزار اندازه گیری نقطه ذوب- چگونگی تعیین خلوص ماده با استفاده از نقطه ذوب محدوده ذوب مقادیر گزارش شده سرعت حرارت دادن- 1 درجه در دقیقه
3. **مراجع** مورد استفاده {کتابخانه شیمی}

Aldrich Catalog (2000-01)

CRC Handbook (81st Ed.)

Merck Index (Version 12.2)



Sartorius 1202 MP ترازوی (0.01 g)

Mettler BB244 ترازوی (0.001 g)

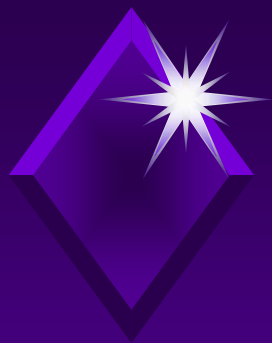
دستگاههای نقطه ذوب و ترازوهای مورد استفاده در
آزمایشگاههای آلی



لوله موئین آماده را در این قسمت
قرار دهید

نمونه را از این قسمت
ببینید

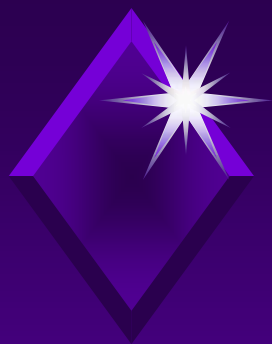
کنترل ولتاژ



آزمایشگاه شیمی آلی

کروماتوگرافی لایه نازک برای مواد دارویی

کروماتوگرافی روشی برای **جداسازی و تشخیص** ترکیبات
از یک مخلوط پیچیده است



” Color Writing “ کروماتوگرافی

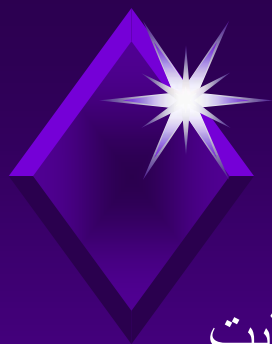
- یک روش آسان و عمومی برای **جداسازی** ترکیبات از مخلوط آنها میباشد.
- برای **شناسایی** یک ترکیب ناشناخته بوسیله مقایسه آن با ماده رفرنس استفاده میشود.
- هیچ محدودیتی در نوع نمونه وجود ندارد (آلی معدنی بیولوژیکی یا پزشکی)
- حساسیت بالایی دارد-حد تشخیص آن میکروگرم میباشد.

اجراء اساسی

1. فاز ثابت
2. فاز متحرک
3. مخلوط نمونه

انواع کروماتوگرافی

1. TLC- کروماتوگرافی لایه نازک
2. LC کروماتوگرافی مایع
- HPLC – کروماتوگرافی با کارایی بالا
3. GC گاز کروماتوگرافی

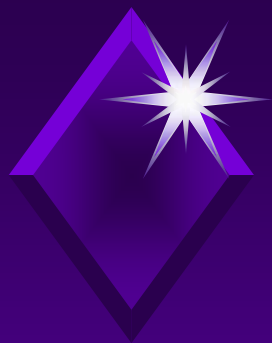


کروماتوگرافی

فاز ثابت

فاز متحرک

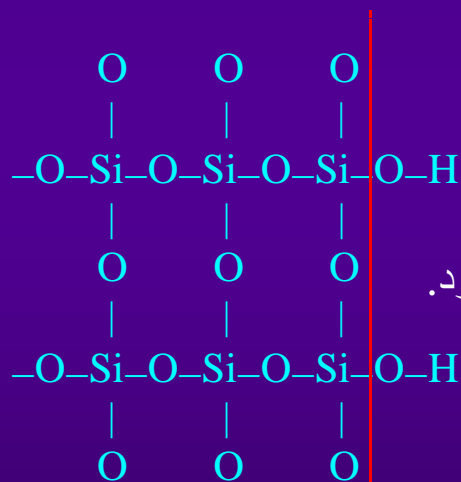
مانع حرکت!	باعث حرکت در فاز ثابت	چه کار انجام میدهد؟
سیال (مایع یا گاز)	جامدات ریز که سطح را پوشش میدهد	چی هست؟ (شکل فیزیکی)
با ایجاد برهمکنش سطحی روی حرکت نمونه تاثیر	نمونه را حرکت میدهد	چگونگی تاثیر روی حرکت نمونه
لایه نازک (250 میکرو متر) از $(SiO_2)_x$	98% ethyl acetate + 2% acetic acid	ویژگی های TLC



کروماتوگرافی لایه نازک

silica gel - silicon dioxide (SiO₂)_x

(فاز ثابت متداول و عمومی)



گروههای هیدروکسی روی
سیلیکاژل باعث قطبیت سطح میشود.

bulk (SiO₂)_x

سطح

صفحه TLC

صفحات 10*5 سانتی

متری

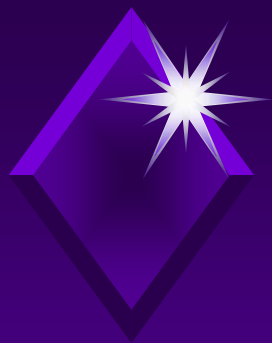
سلیکاژلی به ضخامت

250

میکرو لیتر آغشته به

فلوروسنت

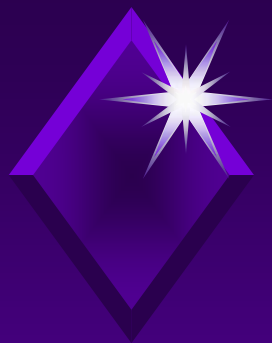
روی بستر پلاستیکی



کروماتوگرافی لایه نازک

چهار مرحله در TLC

1. اعمال نمونه
 2. گسترش حلال
 3. مشاهده لکه
 4. تفسیر نتایج
- برای گذاشتن محلول نمونه از لوله موئین استفاده میشود.
- وقتی است که جداسازی اطاق میافتد
- معمولاً زیر لامپ یووی لکه ها مشاهده میشود.
- مقایسه فاکتور های بازداری



1. اعمال نمونه (نقطه گذاری)

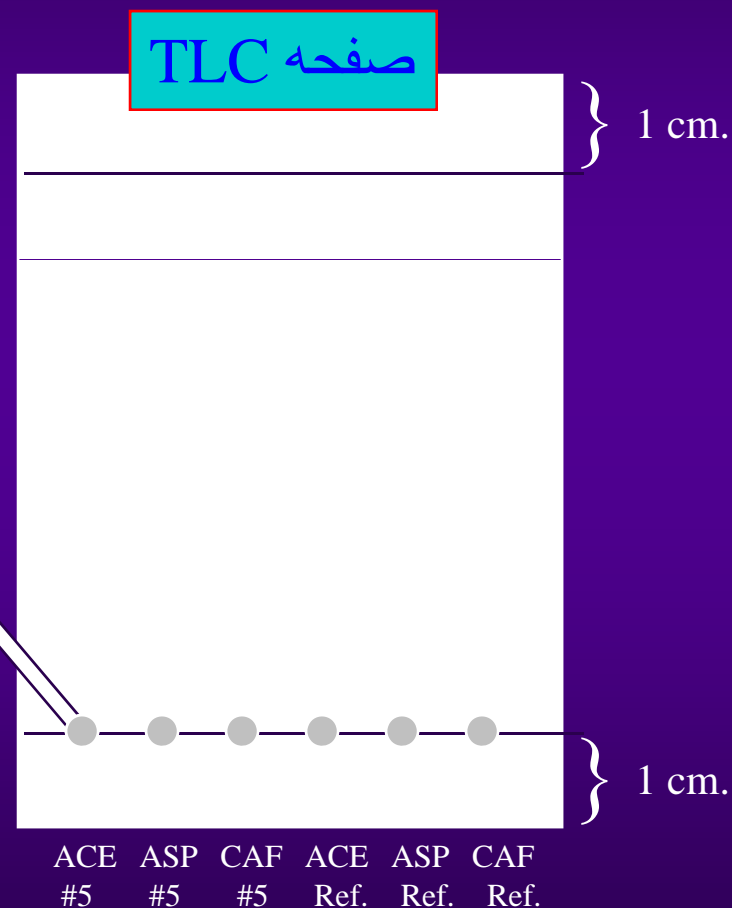
الف- با مداد خط نازکی
رسم کنید.

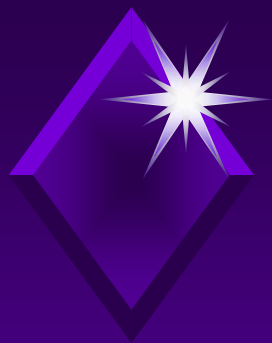
ب- نمونه جامد را در
متانول حل کنید.

ج- از لوله موئین برای انتقال
و نمونه گذاری استفاده کنید.

“خط پایین”

“خط شروع”





2. گسترش حلال روی صفحه TLC

{ در بسته شود }

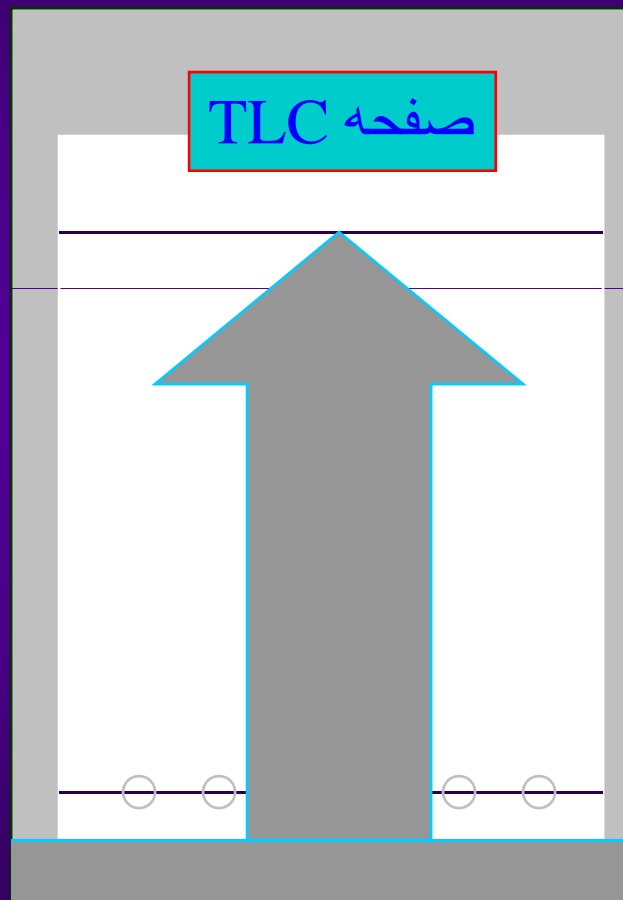
الف- صفحه TLC را در داخل ظرف گسترش قرار دهید.

ب- بر اساس **خصالت موپینه گی** محلول در پلیت بالا میرود.

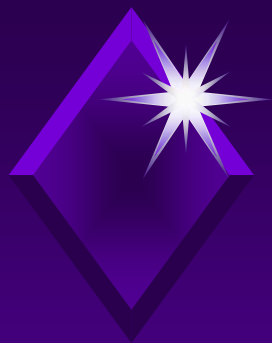
ج- وقتی حلال به بالای صفحه رسید آنرا خارج کنید.

توجه: در طی این حدود 20 دقیقه ترکیب از روی نقطه اولیه در طول سیلیکاژل کشیده میشود.

{ حلال گسترش دهنده
(فاز متحرک) }



اتاقک گسترش TLC
فقط یک ظرف شیشه ای حاوی حلال!

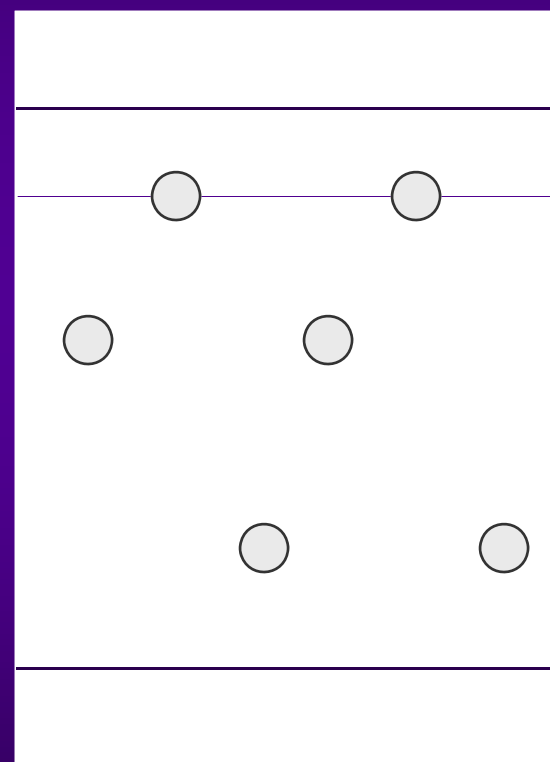
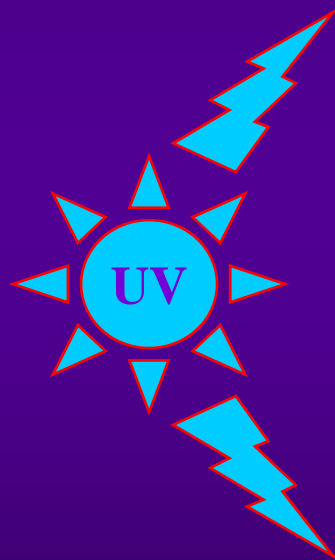


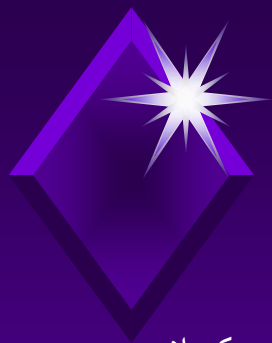
3. مشاهده لکه TLC

الف- اجازه دهید حلال روی سطح TLC گسترش پیدا کند.

ب- مشاهده نتیجه زیر نور UV
دنبال نقاط تیره بر روی زمینه سبز
فلوروسنت باشید }

ج- با نگاه کردن به لکه ها زیر لامپ UV آنها را با مداد علامت گذاری کنید.





4. تفسیر نتایج TLC

الف- تعیین فاکتو بازداری برای هریک از نقاط تشخیص داده شده.

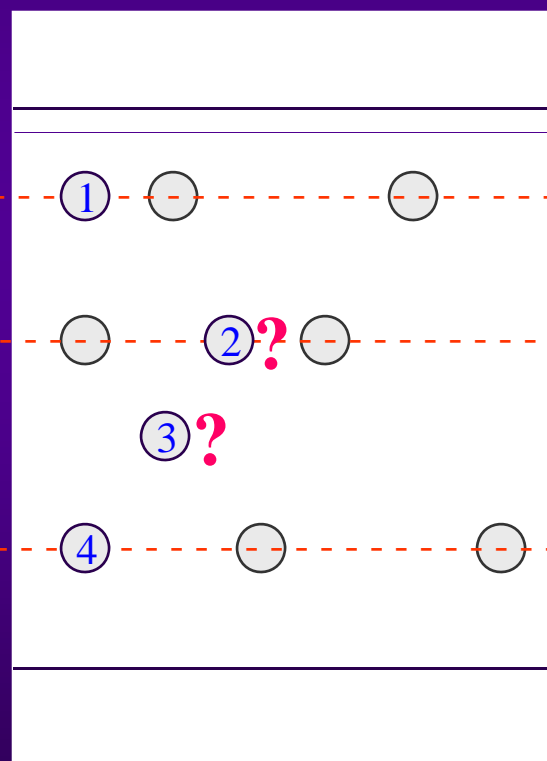
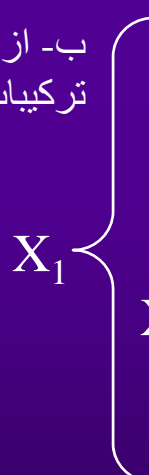
$$R_f = \frac{\text{مسافتی که لکه طی کرده است}}{\text{مسافتی که حلال حرکت کرده است}} = \frac{X}{Y}$$

ب- از لکه رفرانس برای تشخیص ترکیبات استفاده کنید.

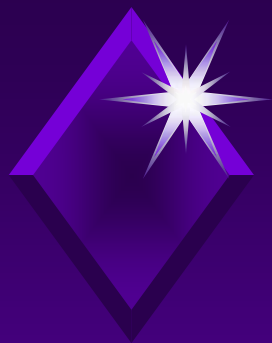
سایر لکه ها را چگونه تفسیر میکنید؟

سرانجام:

چگونه میتوان نمونه جدید را تشخیص داد؟



ACE ASP CAF ACE ASP CAF
#5 #5 #5 Ref. Ref. Ref.

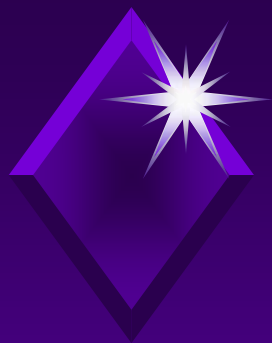


شیمی آلی

آنالیز کیفی ترکیبات آلی:
مشخص کردن ساختمان دو ترکیب ناشناخته

دو # هفته

1. درصد ترکیبات و فرمول مولکولی
2. تعیین وزن اکی والانی
3. تفسیر طیف HNMR



هفته بحث

مایعات ناشناخته

1. در صد سوختن- تعیین فرمول مولکولی

$$\left. \begin{array}{l} \% \text{ C} / 12.011 \text{ g/mol} = x \text{ moles C} \\ \% \text{ H} / 1.0079 \text{ g/mol} = y \text{ moles H} \\ \% \text{ atom} / \text{atomic wt.} = z \text{ moles} \end{array} \right\} \text{C}_x\text{H}_y\dots$$



توجه: هر فرمول یا معادله ای ممکن نیست!

2. آنالیز پروتون **NMR** – اجزاء را کنار هم قرار دهید.

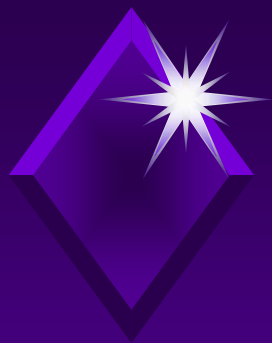
جامدات ناشناخته

1. تعیین نقطه ذوب

2. تعیین حلالیت

3. تعیین وزن اکی والانی اگر ناشناخته اسید باشد

$$\text{MW}$$

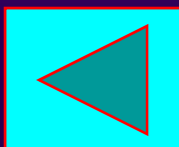


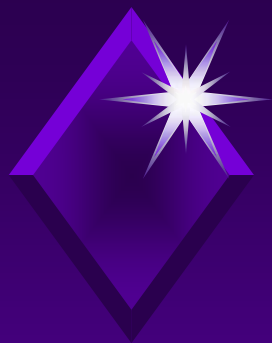
داده های درصد سوختن

تعیین فرمول مولکولی

1. داده های درصد سوختن مقادیر درصد C و درصد H را بدست میدهد.
2. تعیین درصد اکسیژن از کسر درصد کل ($100 - \text{total given} = \% \text{ O}$) حاصل
3. تقسیم درصد هر یک از عناصر بر وزن اتمی آن ($\% \text{ C} \div 12.011$).
4. نرمالیزه کردن (تقسیم هر یک از مقادیر به کوچکترین مقدار).
5. مقادیر نسبی را بدست میآوریم.
6. حذف فرمولهای ناممکن

نمونه	At.Wt.	نسبت مولی	نرمالیزه کردن	فرمول
57.8 % C	$\div 12.011$	$= 4.812$	$\div 2.413 = 1.994$	$\times 2 = 4$
3.6 % H	$\div 1.0079$	$= 3.572$	$\div 2.413 = 1.480$	$\times 2 = 3$
38.6 % O	$\div 15.9994$	$= 2.413$	$\div 2.413 = 1.000$	$\times 2 = 2$
				$\text{C}_4\text{H}_3\text{O}_2$?
				$\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$





تعیین وزن اکی والانی

{ با استفاده از تیتراسیون کربوکسیلیک اسیدها یا فنول ها }

وزن مولکولی اسید ناشناخته بوسیله تیتراسیون با باز استاندارد بدست میآید. ابتدا وزن دقیقی از اسید در اتانول یا آب حل میشود سپس با محلول 0.100 N NaOH در حضور فنول فتالین تیتر میشود. محلول بی رنگ اسیدی اولیه به بازی صورتی تبدیل میشود. سپس از فرمول زیر محاسبه میشود:

$$\text{وزن اکی والان} = \frac{\text{وزن اسید حل شده (mg)}}{\text{غلظت باز (mmol/mL)} \times \text{حجم باز (mL)}}$$

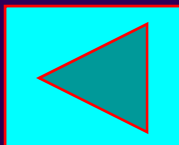
100-250 g/mol

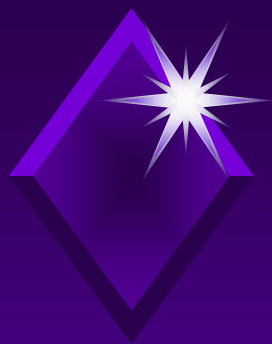
2.0-5.0 mL

ناشناخته 50 mg

باز 0.100 M
(0.1 mmol/mL)

وزن مولکولی = وزن اکی والان x گروههای اسیدی #
{ Eq.Wt. = M.W. بنابر این, برای همه اسید های تک عاملی }

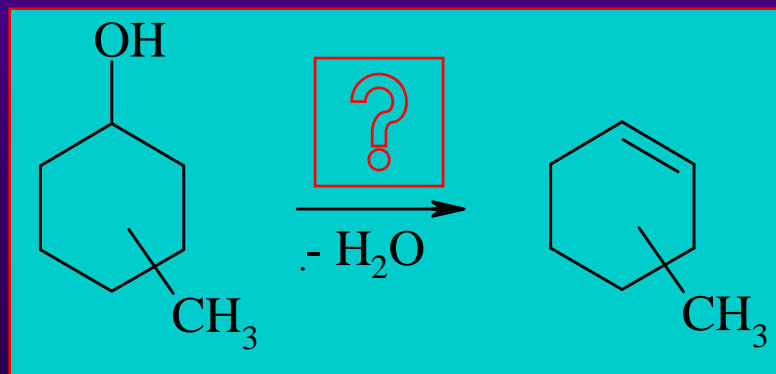


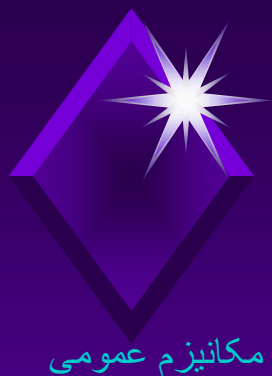


آزمایشگاه مبانی آلی

آبگیری از متیل سیکلو هگزانول

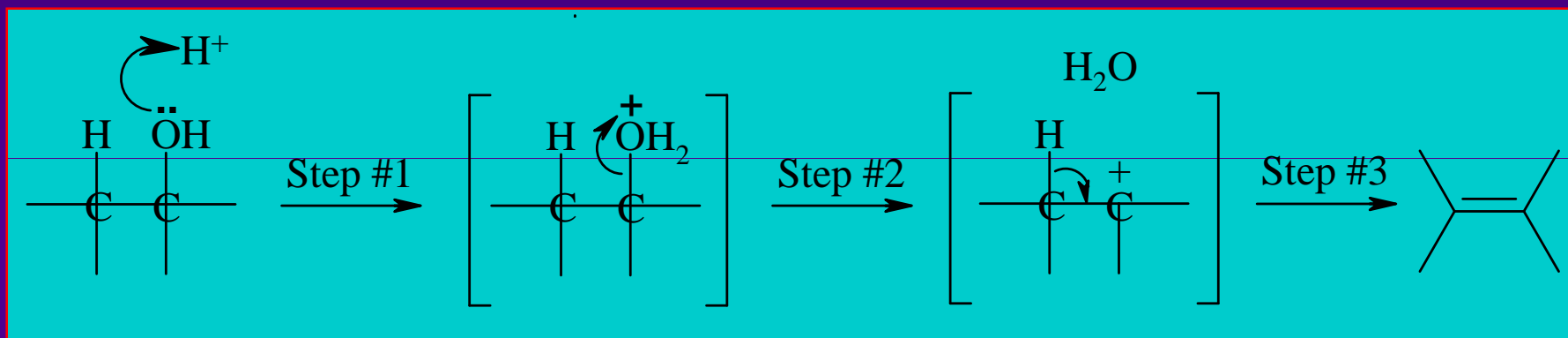
تا اینجا توجه خود را بر روی تکنیک های آزمایشگاهی تمرکز کردیم. و حالا روی واکنش های شیمیایی و مکانیزم آنها تاکید میکنیم و از مطالعه مکانیزم **E1** در آبگیری از متیل سیکلو هگزانول در محیط اسیدی میپردازیم.





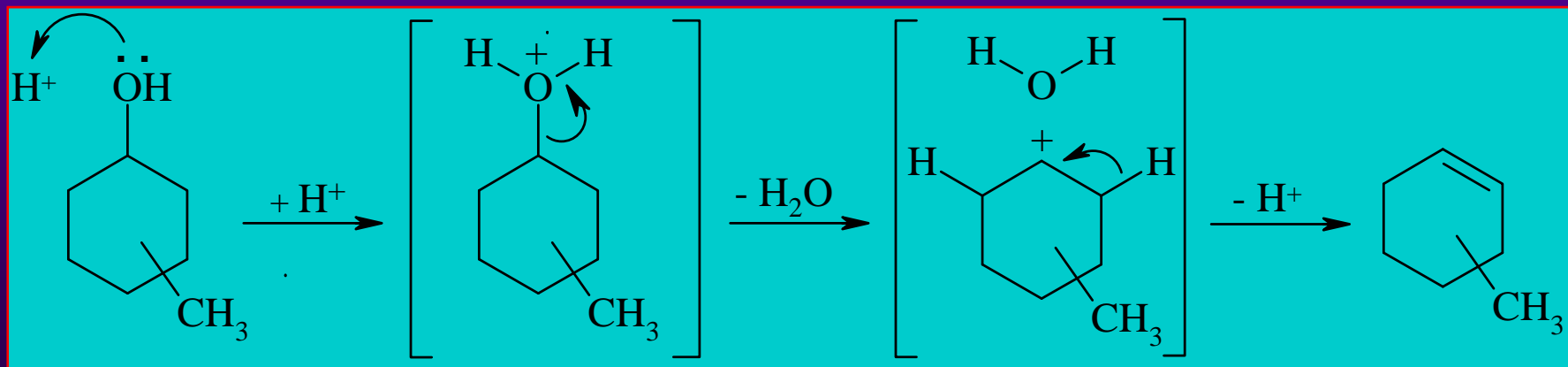
آبگیری از الکل ها

E1 مکانیزم

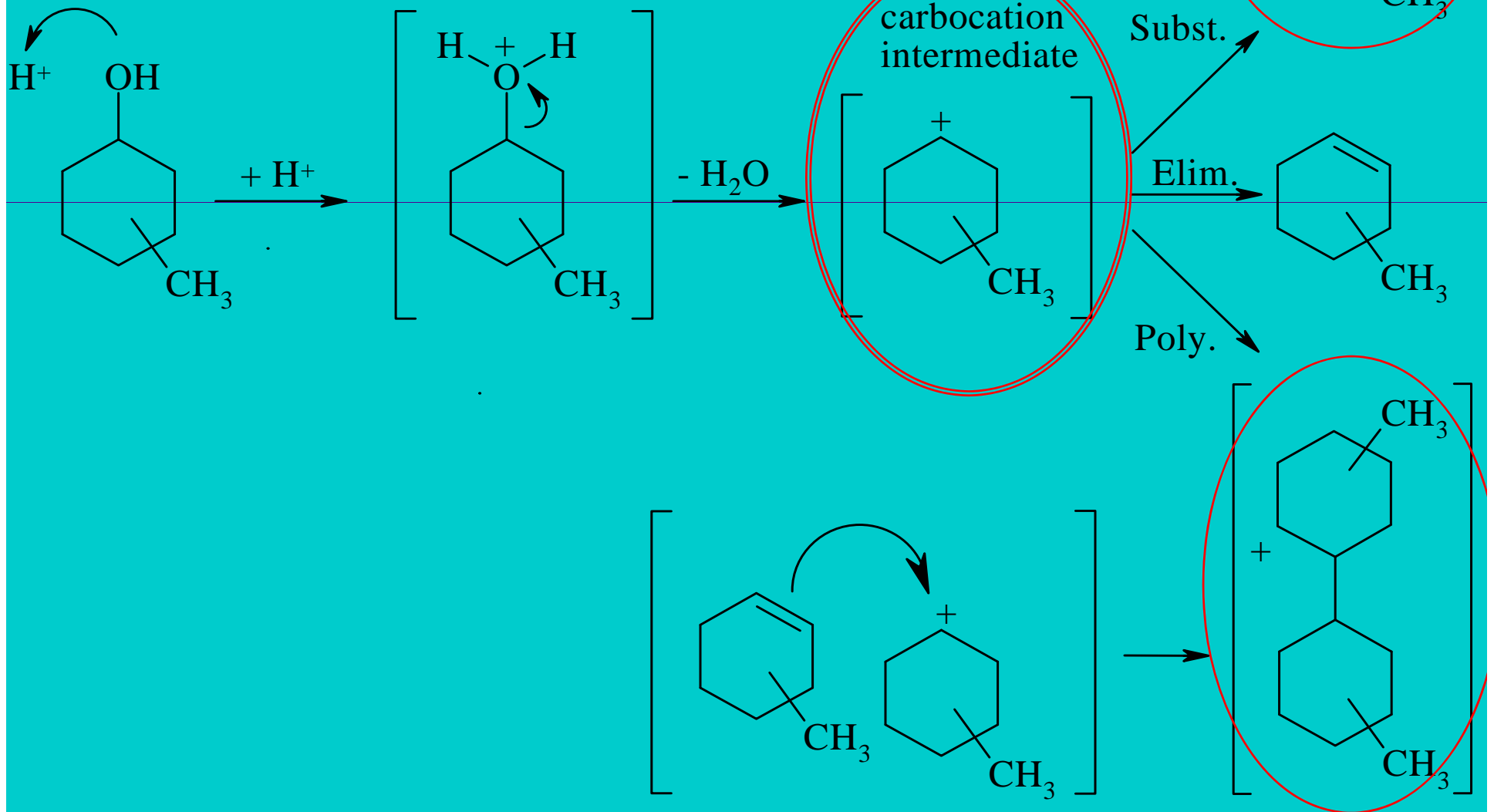


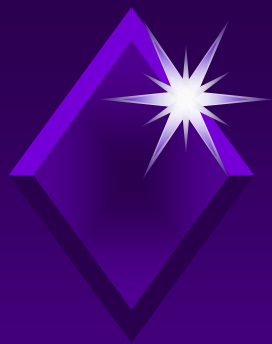
یون اکسونیوم
حدواسط

حدواسط
کربوکاتیون



آبگیری از متیل سیکلو هگزانول



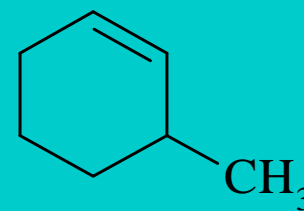
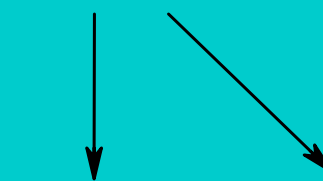
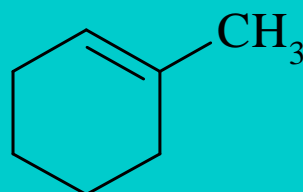
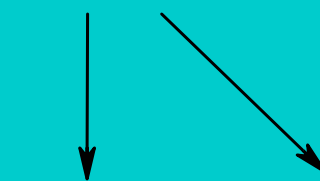
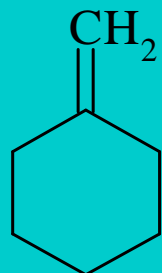
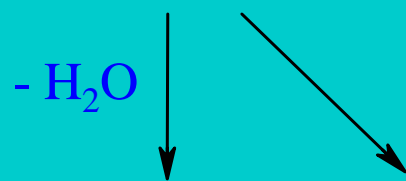
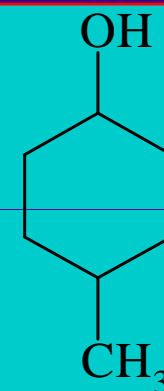
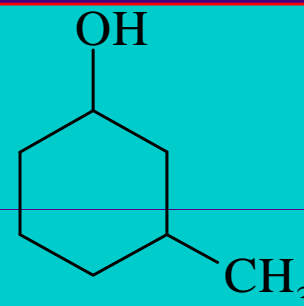
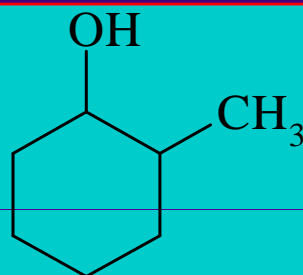
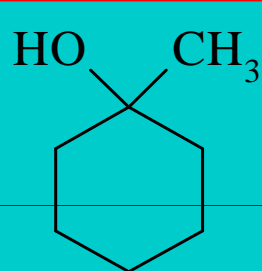


چهار ماده اولیه ممکن

Possible S.M.

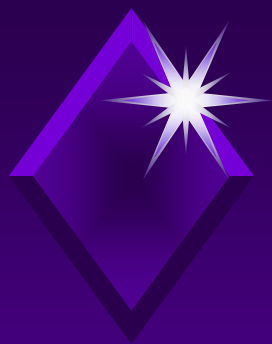


MW = 114.19



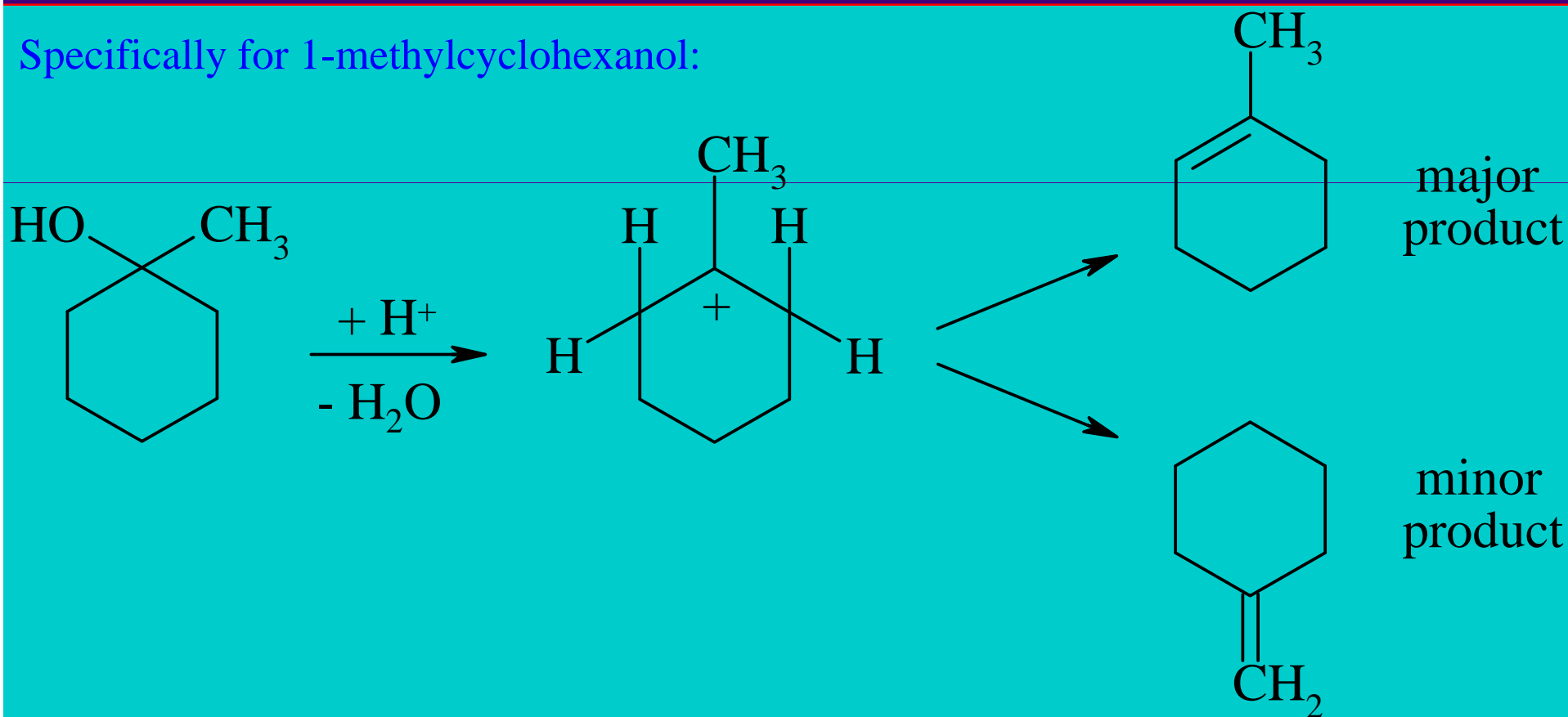
Possible Products



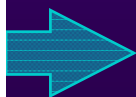


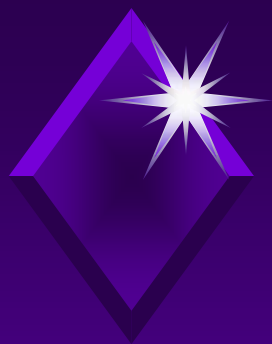
محصولات ممکنه مختلف

Specifically for 1-methylcyclohexanol:



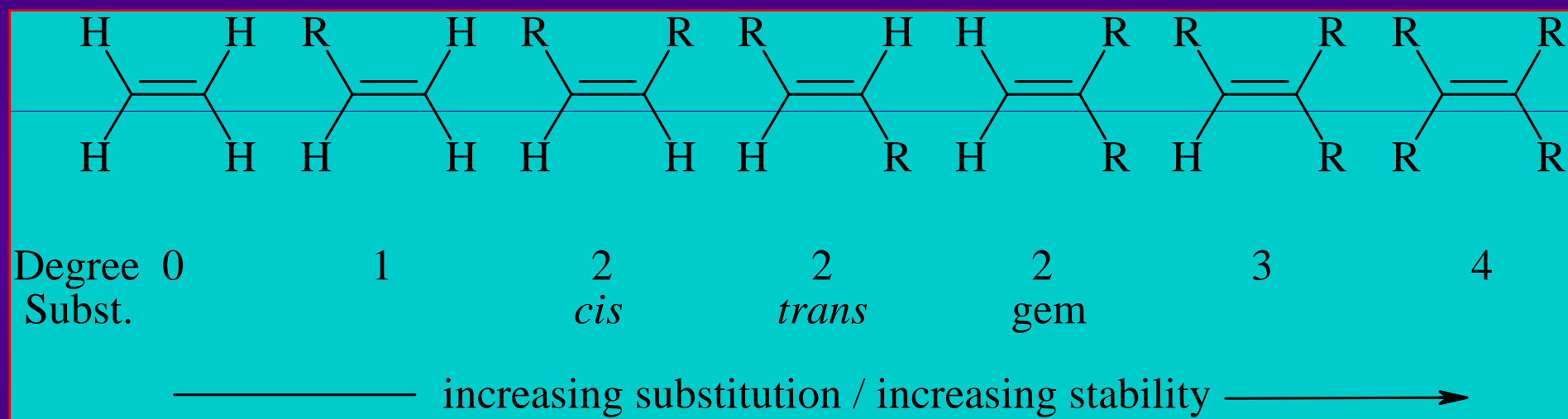
پیش بینی محصولات مختلف و مقادیر آنها (عمده در مقابل جزئی)





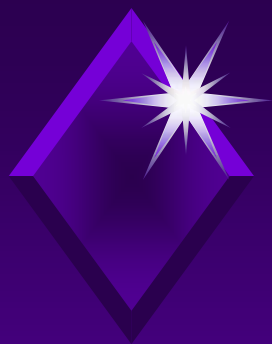
ترتیب پایداری نسبی آلکن ها

[همچنین بصورت سایدزف تلفظ میشود] {Russian chemist, 1841-1910} قانون زادزف



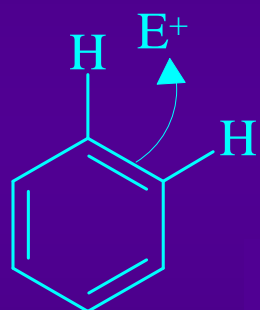
پیش بینی تشکیل محصولات بر اساس استخلاف آلکن ها

{پایداری بیشتر → C=C استخلاف بیشتر}

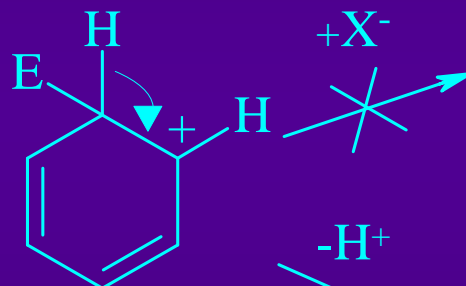


جانشینی الکتروفیلی آروماتیکی

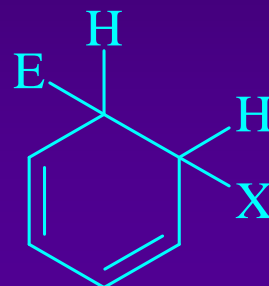
مکانیزم EAS



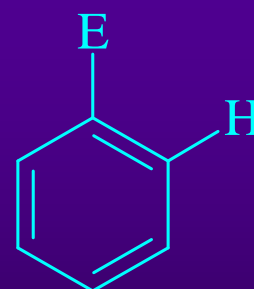
مرحله کند و
تعیین کننده سرعت



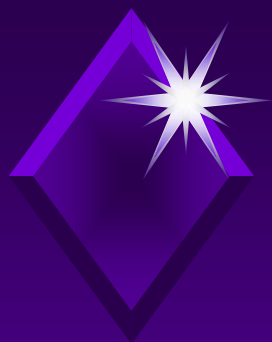
حدواسط کربوکاتیون
(آروماتیسیته از بین میرود)



افزایش الکتروفیلی
رخ نمی دهد



جانشینی الکتروفیلی
(اسید مصرف نشده)



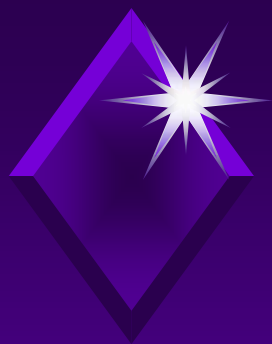
جانشینی الکتروفیلی آروماتیکی

پنج واکنش اساسی جانشینی الکتروفیلی آروماتیکی (EAS)

<u>نوع واکنش</u>	<u>معرفها</u>	<u>نام اجزاء E^+</u>	<u>نام محصول</u>
1. هالوژناسیون	X_2/LA	X^+ (halonium ion)	ArX (halobenzene)
2. نیتراسیون	HNO_3/H_2SO_4	NO_2^+ (nitronium ion)	$ArNO_2$ (nitrobenzene)
3. سولفوناسیون	fuming H_2SO_4	SO_3 (sulfonium ion)	$ArSO_3H$ (benzenesulfonic acid)
4. آلکیلاسیون FC	RX/LA	R^+ (carbocation)	ArR (alkylbenzene)
"	ROH/LA	"	"
"	$C=C/LA$	"	"
5. آسیلاسیون FC	$RC(=O)X/LA$	$RC^+=O$ (acylium ion)	$ArC(=O)R$ (acylbenzene)
"	$(RCO_2)O/LA$	"	"

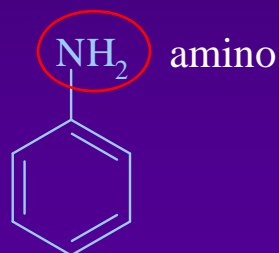
LA = لوئیس اسید (شامل H^+ , Fe, FeX_3 , AlX_3 , BF_3 , HBF_4 , که در حالی که $X = Cl$ or Br)

FC = Friedel-Crafts

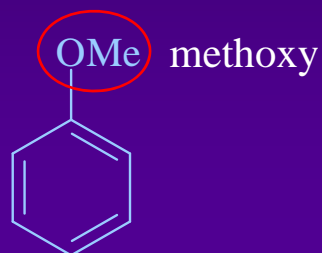


آزمایشگاه مبانی آلی

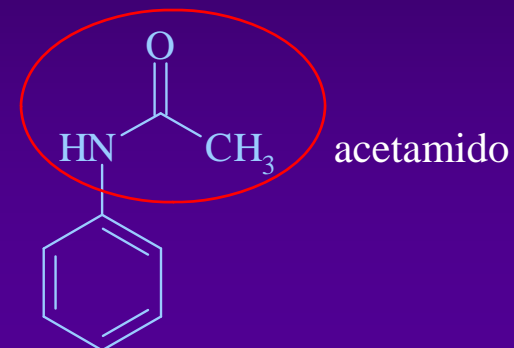
جانشینی الکتروفیلی آروماتیکی: بررسی فعالیت نسبی



aniline



anisole

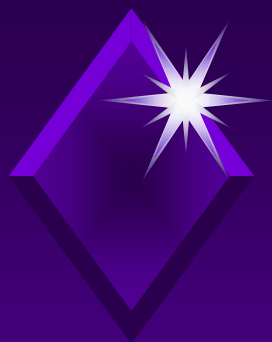


acetanilide

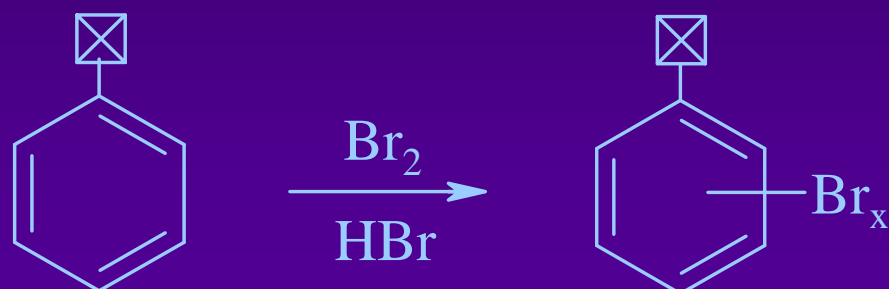
اطلاعات مواد اولیه

<u>معرف</u>	<u>ساختمان</u>	<u>گرم ها</u>	<u>M.W.</u>	<u>مولها</u>	<u>Lit. mp/bp</u>	<u>*راندمان %</u>
aniline	$C_6H_5NH_2$	0.093	93.13	0.001	b.p. 184°C	90%
anisole	$C_6H_5OCH_3$	0.108	108.15	0.001	b.p. 154°C	70%
acetanilide	$C_6H_5NHCOCH_3$	0.135	135.17	0.001	m.p. 114°C	90%

راندمان واکنش بروماسیون از این فرآیند بدست میآید.*



شمای واکنش



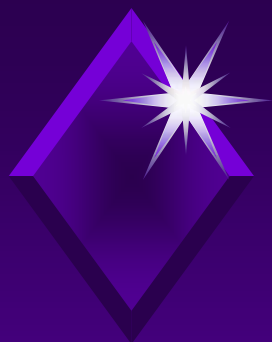
هر سه استخلاف هدایت کننده ارتو و پارا فعال کننده حلقه هستند.

⊠ - $-\text{NH}_2$, $-\text{OCH}_3$, $-\text{NHCOCH}_3$

$x = 1, 2, \text{ or } 3$

نقطه ذوب برای محصولات ممکنه گزارش شده در مراجع

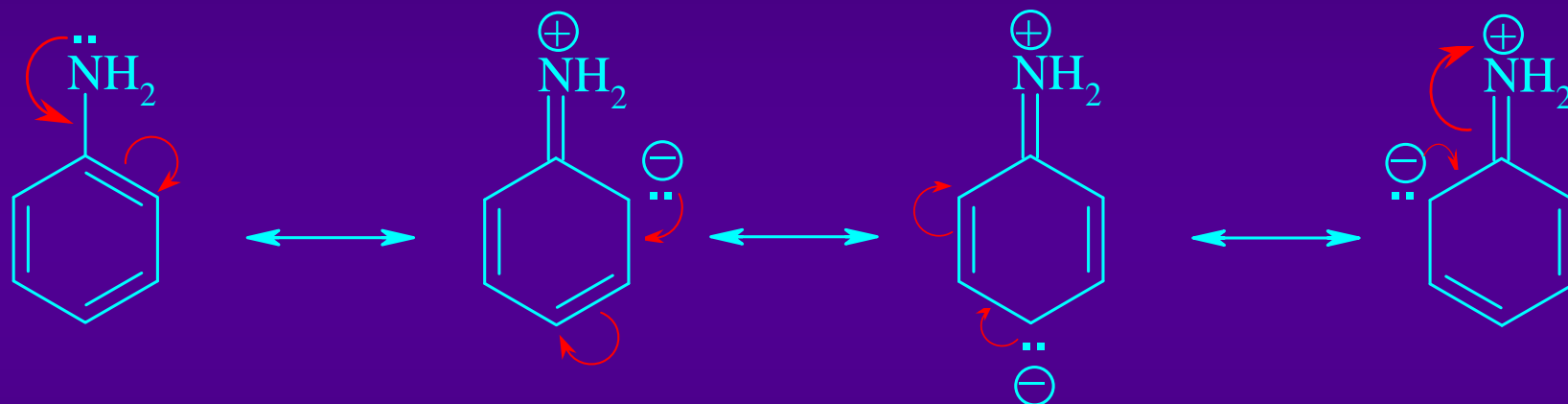
استخلافات	Acetanilide	Anisole	Aniline
2-Bromo	99	2	32
4-Bromo	168	13	66
2,4-Dibromo	145	63	80
2,6-Dibromo	209	13	88
2,4,6-Tribromo	232	87	122



جهت گیری ارتو و پارا (فعال کننده ها)

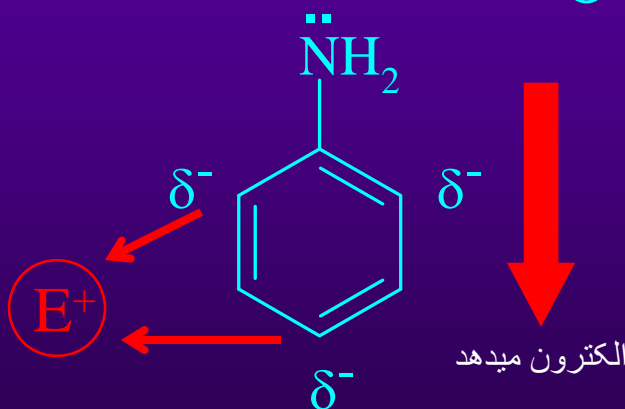
Aniline

ساختمانهای رزونانسی



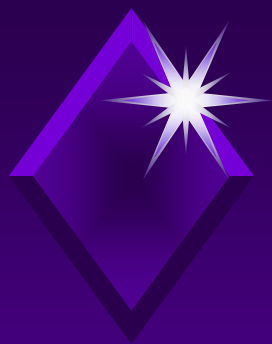
اثرات هدایتی

گروه آمینو الکتروفیل را به
ارتو و پارا هدایت میکند.



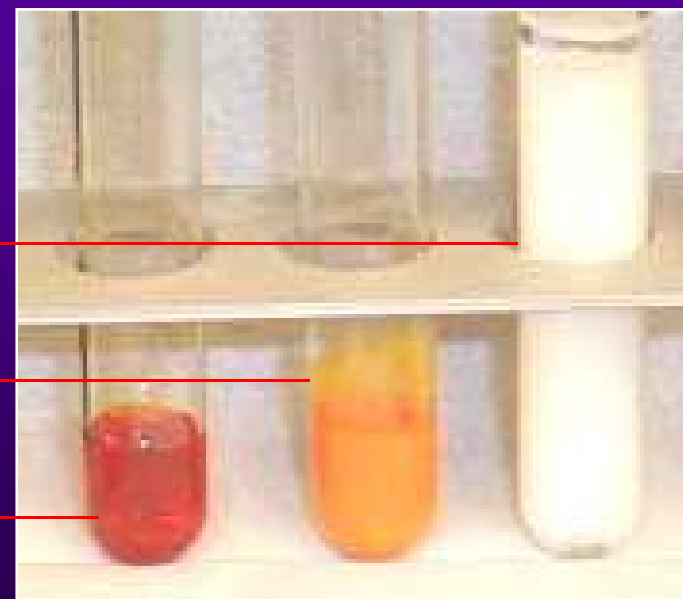
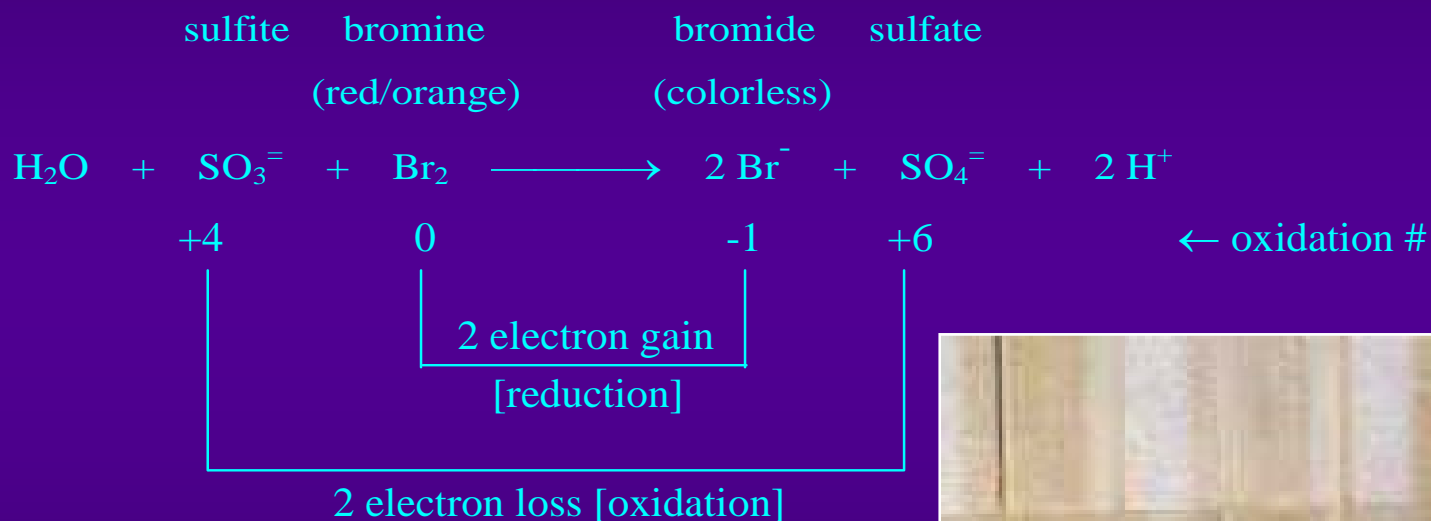
اثرات فعال کننده گی

گروههای آمینو حلقه را برای حمله
الکتروفیل آماده میکند.



خاموش کردن با NaHSO_3

واکنش اکسید احیاء - استفاده از سدیم بی سولفیت برای از بین بردن برم اضافی



+ محصول جامد
برم اضافی ندارد

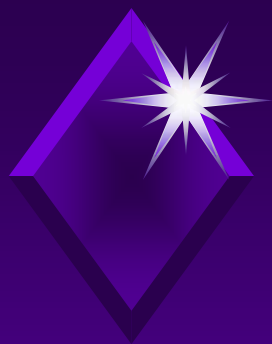
بعد از خنثی کردن با برم

+ محصول جامد
برم واکنش نداده

(20 min) پایان واکنش

قرمز نارنجی نشان
دهنده برم

(0 min) شروع واکنش



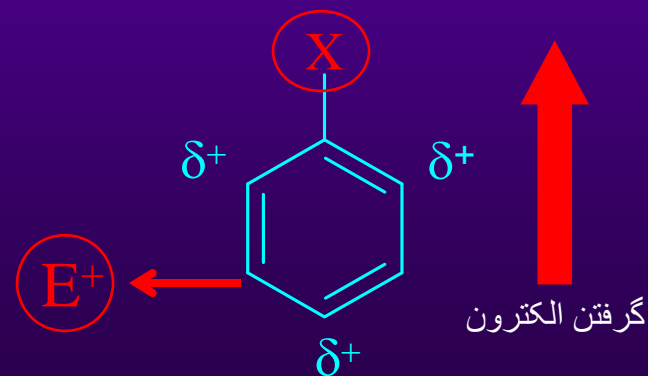
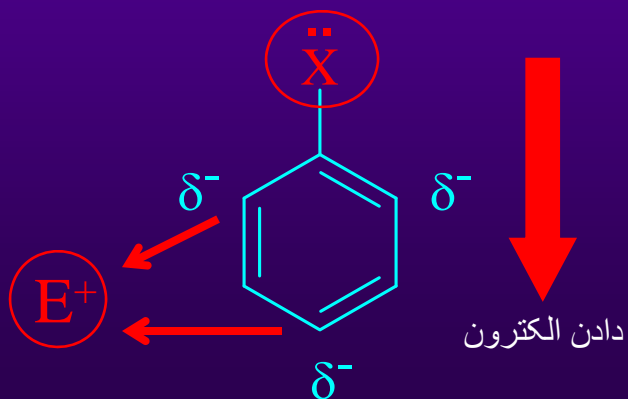
جهت گیری / فعالیت – EAS

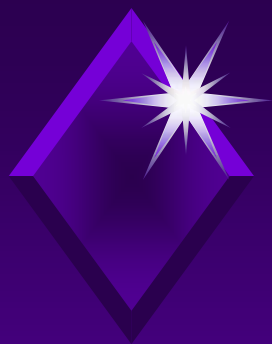
جهت گیری و فعالیت استخلافات در واکنش EAS
(اثر یک استخلاف در روی گروه بعدی)

{فعال کننده} هدایت کننده-*o,p*

{غیر فعال کننده} هدایت کننده-*m*

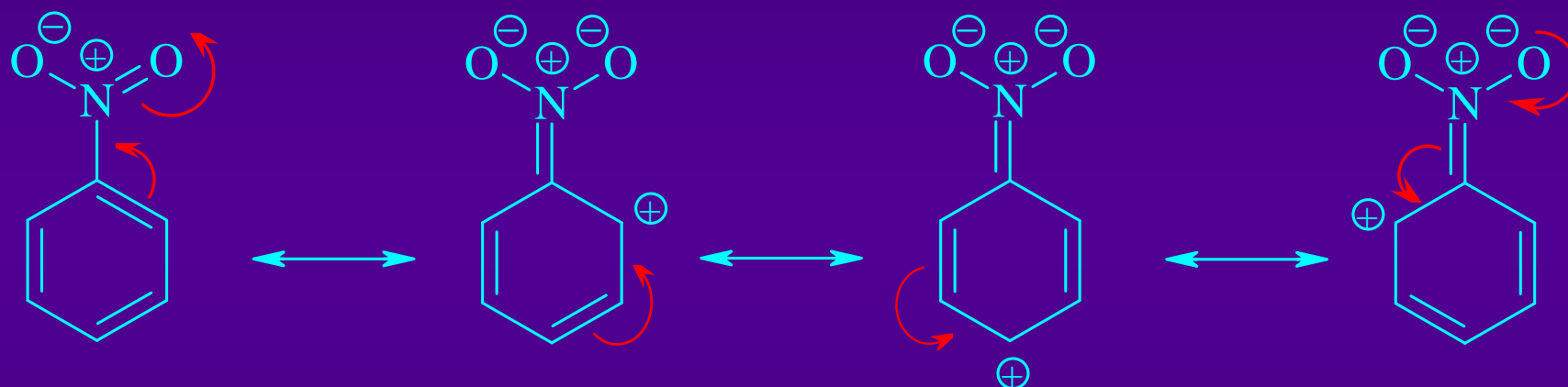
-NH ₂	(amino)	-C(=O)R	(ketone, aldehyde)
-OH, -OR	(hydroxy, alkoxy)	-SO ₃ H, -CO ₂ H	(sulfonic, carboxylic)
-NHC(=O)R	(amido)	-CN	(cyano)
-C ₆ H ₅ , -R	(aryl, alkyl)	-CX ₃	(trihalomethyl)
-X {deactivator!}	(halo)	-NO ₂	(nitro)
[دهنده الکترون π]		[قبول کننده الکترون π]	



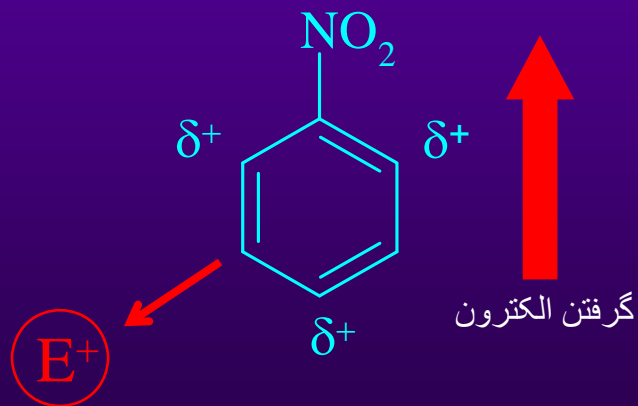


(غیر فعال کننده) هدایت کننده-*m*

Nitrobenzene



اثرات هدایت کننده گی
گروه نیترو هدایت کننده متا
میباشد.



اثرات غیر فعال کننده گی
گروه نیترو غیر فعال کننده حلقه
برای حمله الکتروفیل میباشد.

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