

آزمایش تعیین نقطه ذوب

روش آزمایش

لوله ی موپین را از انتهای باز در توده نرم شده ی مخلوطی از اسید سینامیک و اوره فرو کرده تا مقداری از آن داخل لوله شود. ماده باید در انتهای بسته لوله کاملا متراکم شود. بهترین راه انجام این کار آن است که در خاتمه لوله موپین را از درون یک قطعه لوله شیشه ای بزرگتر که تقریبا به طول ۶۰ سانتیمتر باشد، بر روی سطح محکمی رها کنید. نمونه باید به اندازه ای باشد که پس از عمل تراکم لوله موپین را تا عمق ۲-۳ میلی متر پر کند. این مقدار نباید بیشتر باشد. سپس لوله را داخل دستگاه تعیین دمای ذوب قرار داده و و محدوده ی نقطه ی ذوب را یاد داشت می کنیم.

در این محدوده اولین نقطه (دمای پایین) دمایی است که اولین قطره مایع در بین کریستالها تشکیل می شود. نقطه دوم (دمای بالا) دمایی است که کل توده جامد به مایع شفاف تبدیل می شود.

این عمل را برای مخلوط های ۱۰۰٪ اسید سینامیک، ۹۰٪ اسید سینامیک و ۱۰٪ اوره، ۸۰٪ اسید سینامیک و ۲۰٪ اوره، ۷۰٪ اسید سینامیک و ۳۰٪ اوره، ۶۰٪ اسید سینامیک و ۴۰٪ اوره، ۵۰٪ اسید سینامیک و ۵۰٪ اوره انجام می دهیم.

دستگاه تعیین نقطه ذوب

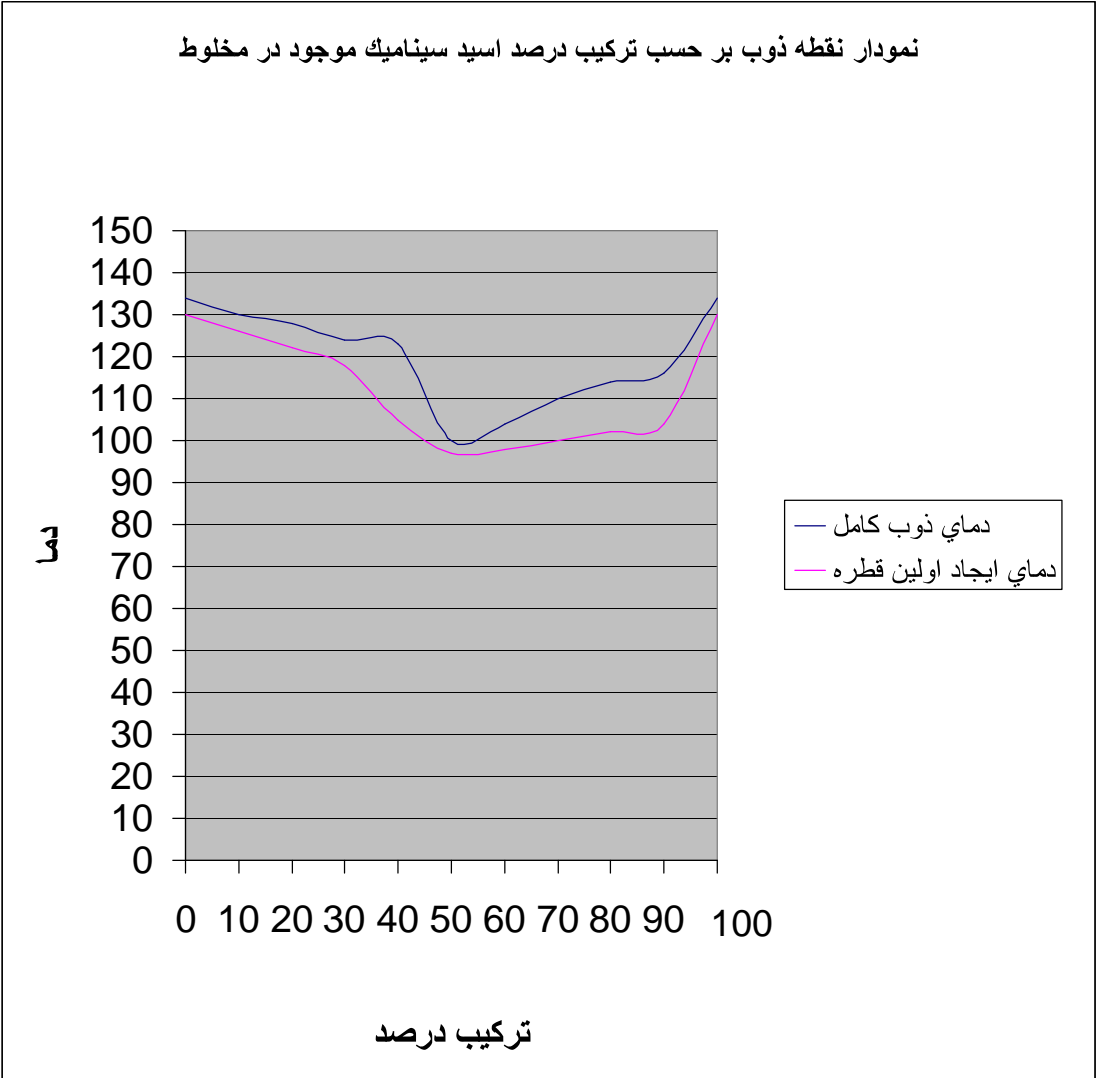
دستگاه زیر برای تعیین نقطه ی ذوب مواد استفاده می شود. این دستگاه از طریق تابش نور انرژی گرمایی مورد نیاز برای ذوب را فراهم می آورد و توانایی ذوب سه نمونه را دارد. معمولا از نمونه هایی که دمای ذوب نزدیک به هم دارند استفاده می شود. ذره بینی که در قسمت بالایی وجود دارد جهت سهولت در دیدن قطرات می باشد. دمای ذوب از طریق دماسنج جیوه ای که در دستگاه تعبیه شده است خوانده می شود. کنترل کننده ی دما سرعت افزایش دما را مشخص می کند.



نتایج آزمایش

ترکیب درصد سینامیک اسید	ترکیب درصد اوره	دمای ایجاد اولین قطره	دمای ذوب کامل
٪۱۰۰	٪۰	۱۳۰	۱۳۴
٪۹۰	٪۱۰	۱۰۴	۱۱۶
٪۸۰	٪۲۰	۱۰۲	۱۱۴
٪۷۰	٪۳۰	۱۰۰	۱۱۰
٪۶۰	٪۴۰	۹۸	۱۰۴
٪۵۰	٪۵۰	۹۷	۱۰۰
٪۴۰	٪۶۰	۱۰۵	۱۲۳
٪۳۰	٪۷۰	۱۱۸	۱۲۴
٪۲۰	٪۸۰	۱۲۲	۱۲۸
٪۱۰	٪۹۰	۱۲۶	۱۳۰
٪۰	٪۱۰۰	۱۳۰	۱۳۴

نمودار آزمایش



آزمایش تقطیر ۱

روش انجام آزمایش تقطیر ساده:

یک بالن ته گرد برداشته و درون گرم کن (Heater) قرار می‌دهیم (حرارت باید به طور یکنواخت باشد) و یک سه راهی به سر آن اضافه می‌کنیم. دماسنج و مبرد را به سه راهی متصل کرده و استوانه ای در زیر مبرد می‌گذاریم تا نمونه تقطیر شده جمع‌آوری شود. در اتصالات از روغن برای چرب کردن آنها استفاده می‌کنیم به دو دلیل که هم منافذ را پر کند تا بخارات از آنها عبور نکند و همچنین در هنگامی که گرم می‌شوند بتوان به راحتی از هم جدا کرد. سپس ورودی آب سرد را به قسمت پایین مبرد و خروجی را به بالای آن متصل می‌کنیم تا مبرد کاملاً از آب پر شود. در این حالت هر چه در مبرد پیش می‌رویم دمای آن کمتر می‌شود و بخارات به تدریج سرد می‌شوند. دماسنج نیز باید دقیقاً در جریان بخارات باشد. قبل از آزمایش چند عدد سنگ جوش برای جلوگیری از پدیده فوق جوش در بالن می‌اندازیم. در بالن از یک سوم تا دو سوم آن از محلول مجهول می‌ریزیم. کمتر از آن ممکن است به طور کامل بخار شود و بیشتر از آن در اثر انبساط از بالن سرریز کند. با چکیدن اولین قطره از مبرد به داخل استوانه دمایی که دماسنج نشان می‌دهد بیانگر نقطه جوش مایع مجهول خواهد بود.

52°C = دمای خوانده شده از دماسنج

با مراجعه به هند بوک و با کمک بوی آن در می‌یابیم که ماده مجهول استون است.

بعد از چکیدن اولین قطره Heater را خاموش و بالن را سرد می‌کنیم. دقت شود که باز کردن اجزای دستگاه تقطیر بعد از سرد شدن کامل صورت گیرد به این علت که استون به شدت فرار است.

روش انجام آزمایش تقطیر جزء به جزء:

دستگاهی که در تقطیر ساده توضیح داده شد برای تقطیر جزء به جزء نیز به کار می‌رود با این تفاوت که بین بالن و سه راهی یک ستون تقطیر سینی دار قرار می‌دهیم. مخلوط دو جزئی مجهول را در بالن ریخته (تقریباً ۲/۳ بالن) و با چکیدن اولین قطره دمای جوش جز اول را یادداشت می‌کنیم که ۵۴ درجه می‌باشد. سپس اجازه می‌دهیم دما حدوداً ۵ درجه بالا رود تا هر چه از جز اول در فاز میانی مانده است گرفته شود و حجم ماده اول را یادداشت ($V=3.2cc$) و استوانه را خالی می‌کنیم. با ادامه دادن حرارت نهایتاً دما در ۹۵ درجه ثابت خواهد شد که دمای جوش جز دوم می‌باشد.

$$C)^{\circ}C \Rightarrow \text{Acetone (b.p. = } 56.6^{\circ}\text{B.P.1 = 5}$$

$$C)^{\circ}C \Rightarrow \text{Water (b.p. = } 100^{\circ}\text{B.P.2 = 9}$$

خطاهای موجود در آزمایش:

۱. مهمترین خطا در این آزمایش اختلاف ارتفاع و در نتیجه اختلاف فشار است. میدانیم که نقطه جوش یک مایع دمایی است که در آن فشار بخار مایع با فشار اتمسفر برابر شود. دمایی که برای مواد مختلف در مراجع آمده است برای فشار در نزدیکی سطح دریا می باشد. با توجه به اینکه در آزمایشگاه فشار محیط کمتر از فشار سطح دریاست دمای جوش مایع کمتر از مقدار آن در کتابهای مرجع است.
۲. خطاهای تصادفی مانند جمع شدن ماده در مبرد و جریان ناگهانی آن.
۳. عمود نبودن ستون تقطیر و محکم نبودن رابطها بر نتیجه کار اثر می گذارد.
۴. زاویه مبرد و ستون تقطیر در نتیجه آزمایش اثر گذار بوده و بهتر است ۴۵ درجه باشد.
۵. مخزن دماسنج چنانچه پایینتر از محل اتصال مبرد نباشد بر نتیجه کار تاثیر دارد.
۶. گریس کاری بیش از اندازه یا کمتر از مقدار لازم نیز ممکن است اشکال پیش بیاورد.
۷. و نهایتاً به خطاهای شخصی در خواندن دما می توان اشاره کرد.

نتیجه آزمایش:

از تقطیر ساده برای شناسایی مواد مجهول، تعیین نقطه جوش و خالص سازی مخلوطی که اختلاف نقطه جوش اجزاء آن بالا باشد استفاده می شود و چنانچه این اختلاف زیاد نباشد (کمتر از 80 C) از تقطیر جزء به جزء استفاده می شود.

خواص فیزیکی مواد بکار برده شده:

آب		استون	نام
H2O		CH3COCH3	فرمول
۱۸/۰۱۶		۵۸/۰۸	جرم مولکولی
col. lq. hex. solid		col. lq.	رنگ، شکل بلوری و ضریب شکست نور
۱/۰۰		۰/۷۹۲	وزن مخصوص
۰		-۹۴/۶	نقطه ذوب °C
۱۰۰		۵۶/۵	نقطه جوش °C
.....	آب سرد	∞	انحلال پذیری
.....	آب گرم		
∞	دیگر واکنشگرها		
			در ۱۰۰ قسمت
			آب
			الکل
			اتر

آزمایش تقطیر ۲

روش انجام آزمایش تقطیر با بخار آب:

در قسمت اول هدف اندازه گیری نقطه جوش زایلین می باشد. برای این کار 50 cc زایلین را پس از هموزن کردن درون بالن می ریزیم و سپس چند سنگ جوش برای جلوگیری از پدیده فوق جوش درون بالن می اندازیم، سپس 50 cc آب را به بالن اضافه می کنیم و دستگاه تقطیر ساده را تهیه می کنیم.

مشاهده می شود در دمای 131 C سرعت محصول تقطیر ثابت می شود. بنابراین در می یابیم دمای جوش زایلین در فشار آزمایشگاه (حدود ۱ اتمسفر) 131 C می باشد که با تقطیر با بخار آب قصد داریم نقطه جوش آن را پایین بیاوریم.

برای این منظور قسمت دوم بدون تغییر در سیستم به بالن خالی محتوی 5 سنگ جوش 50 cc زایلین و 50 cc آب می افزاییم و شروع به حرارت دادن می کنیم تا سرعت محصول تقطیر ثابت شود، سپس دما را از روی دماسنج میخوانیم دمای مشاهده شده 89 C می باشد. همچنین نسبت زایلین به آبی که حاصل تقطیر می باشد و در استوانه جمع آوری شده است را هم محاسبه می کنیم . همانطور که از خواص پیداست آب از نظر چگالی از زایلین سنگین تر است پس در قسمت پایین ظرف جمع می شود ولی رنگ آن به علت کمی اختلاط کمی شیری رنگ میشود.

نسبت زایلین و آب بدست آمده در محلول حاصل از تقطیر را محاسبه می کنیم:

$$\frac{28}{33} \times 100 = 85\%$$

$$\frac{5}{33} \times 100 = 15\%$$

در قسمت سوم، خروجی را وارد بالن کرده و 50 cc آب به آن اضافه می کنیم. در این مرحله 27cc خروجی داریم، نسبت اجزاء را از روی درجات استوانه اندازه گیری گیریم. دمای آزمایش 89C میباشد.

$$\frac{22}{27} \times 100 = 81\%$$

$$\frac{5}{27} \times 100 = 19\%$$

البته باید دما و نسبت مانند آزمایش قبل باشد که به دلیل خطای آزمایش کمی متفاوت می باشد. دلیل ثابت بودن هم این است که اضافه کردن نسبت بیشتری از آب هیچ تاثیری در فشار بخار مخلوط نخواهد داشت.

خطاهای آزمایش:

۱. چون آزمایش ما در مورد اندازه گیری نقطه جوش بوده و فشار و دما برای این آزمایش دارای اهمیت می باشد. طبق این رابطه:

$$P = \rho gh$$

ارتفاع بر مقدار فشار اثر گذار بوده و چون در شرایط آزمایشگاه h بیشتر از حالت استاندارد می باشد در نتیجه فشار بالاتر و نقطه جوش اندازه گیری شده پایین تر خواهد بود. (شرایط استاندارد فشار 1 atm و دمای ۲۵C میباشد.)

۲. دقت شود که دماسنج فقط در قسمتی از لوله که بخار است قرار گرفته و پایینتر نرود.

نتیجه آزمایش:

به طور خلاصه تقطیر با بخار آب روشی را فراهم می کند که به کمک آن می توان ترکیب های آلی مایع و جامدی را که فرار می باشند و در آب نامحلولند در شرایط نسبتا ملایم از ترکیب های غیر فرار جدا نمود.

خواص فیزیکی زایلن

فرمول مولکولی: C_8H_{10} ($C_6H_4C_2H_6$)

نام دیگر: Xylols

خواص مواد	وزن مولکولی	شکل و رنگ	چگالی	نقطه ذوب 0C	نقطه جوش 0C	حلالیت		
						آب	الکل	اتر
(o) زایلن	۱۱۶,۱	Col.lq	۰,۸۸۱	-۲۵	۱۴۴	i	s	∞
(m) زایلن	۱۰۶,۱	Col.lq	۰,۸۸۱	-47.87	۱۳۹,۳	i	s	∞
(p) زایلن	۱۰۶,۱	Col.lq	۰,۸۸۱	13.26	۱۳۸,۵	i	s	v.s
آب	۱۸,۰	Col.lq	۱,۰۰۰	۰	۱۰۰	—	—	—

آزمایش تبلور

شرح و روش آزمایش تبلور:

هدف از انجام این آزمایش، انتخاب حلال مناسب جهت خالص سازی مواد بلوری و تشکیل بلور از حلال مناسب و جدا کردن آن می باشد. در این آزمایش ، ۰.۱ گرم نفتالین را وزن نموده و اثر شش حلال متانول، اتانول، اسید استیک، استون، آب و تولوئن را بر روی آن می سنجیم. با انجام این آزمایش می توان حلال مناسب برای این ماده را انتخاب نمود. جهت انجام آزمایش درشش لوله آزمایش هر کدام به میزان ۰.۱ گرم نفتالین ریخته و به هر لوله آزمایش توسط پیپت ۱CC از هر کدام از شش حلال اضافه می کنیم. اگر ماده در حلال حل نشد 1cc دیگر از حلال به آن اضافه می کنیم این کار را تا اضافه کردن 3cc از حلال ادامه می دهیم اگر جسم حل نشد محلول را حرارت می دهیم. اگر جسم با حرارت دادن نیز حل نشد آن حلال مناسب نخواهد بود. زیرا حلال مناسب حلالی است که قابلیت انحلال ماده در دمای پایین و در حرارت کم در آن بسیار کم بوده و در حرارت بالا افزایش یابد.

باریختن حلال ها روی نفتالین متوجه خواهیم شد که در دمای معمولی و بدون حرارت دادن به راحتی در سه حلال اسید استیک ، تولوئن و استون حل شده و این خود بیانگر مناسب نبودن این حلال ها برای حل کردن نفتالین می باشد. سپس هر کدام از لوله های محتوی متانول ، اتانول و آب را حرارت می دهیم نفتالین در آب حتی با حرارت نیز حل نمی شود اما در دلوله شامل اتانول و متانول در دمای بالا حل می شود و این خود بیانگر مناسب بودن این دو حلال جهت حل نمودن نفتالین می باشد . جهت تعیین مناسب ترین حلال از بین چند حلال مناسب باید به فاکتورهایی چون قیمت، فراوانی، خاصیت آتشگیری، دمای جوش پایین تر... توجه نمود. اتانول به عنوان بهترین و مناسب ترین حلال برای نفتالین می باشد ، متانول به خاطر سمی بودن ، به خاطر بالا بودن قیمت نسبت به اتانول در مرتبه بعدی قرار می گیرند .

جهت تعیین مناسب ترین حلال برای استانیلید هم به روشی که در بالا ذکر شد عمل می کنیم. با ریختن حلال ها روی استانیلید خالص متوجه خواهیم شد که دردمای معمولی وبدون حرارت دادن استانیلید به راحتی در چهار حلال متانول، اتانول، اسید استیک واستون حل شده پس این حلالها مناسب نیستند. سپس هر کدام از لوله های محتوی تولوئن وآب را در حمام آب قرار می دهیم استانیلید در هر دو لوله دردمای بالا حل می شود که بیانگر مناسب بودن این دو حلال جهت حل نمودن استانیلید می باشد. آب به خاطر فراوانی و قیمت پایین تر نسبت به تولوئن برتری دارد، در نتیجه آب مناسب ترین حلال برای استانیلید خالص می باشد.

مرحله بعد: 0.1 گرم استانیلید ناخالص را درون ارلن ریخته، 30cc آب به آن اضافه کرده و آن را روی چراغ حرارت می دهیم. همزدن سرعت واکنش را افزایش می دهد. تا زمانیکه بلور سفید در ارلن باقی نماند حرارت دادن را ادامه می دهیم. سپس محلول را صاف می کنیم برای این منظور از قیف دو جداره استفاده میشود. در مرحله بعد برای تشکیل کریستالها از قیف بوخنر و پمپ خلا استفاده می کنیم.

بلورهای حاصل را پس از خشک کردن برای تعیین درجه خلوص آزمایش می کنند، به این ترتیب که نقطه ذوب آنرا اندازه گیری کرده و در صورت ناخالص بودن عمل کریستالیزاسیون دوباره تکرار می شود تا نقطه ذوب ثابتی برای جسم بدست آید.

خواص فیزیکی مواد مورد آزمایش :

Name	Acetic Acid	Toluene	Metanol	Etanol	Acetone	Naphthalene	Acetaldehyde
Formuls	CH ₃ CO ₂ H	C ₄ H ₅ CH ₃	CH ₃ OH	CH ₃ CH ₂ OH	CH ₃ COCH ₃	C ₁₀ H ₈	CH ₃ CHO
Formuls Weight	60.05	92.13	32.04	46.07	58.08	128.16	44.05
Forms and Color	Col,lq	Col,lq	Col,lq	Col,lq	Col,lq	Pl/al	Col,lq
Specific Gravity	1.049	0.866	0.792	0.789	0.792	1.145	0.783
Melting Point	16.7	-95	-97-8	-112	-94.6	80.2	-123.5
Boiling Point	118.1	110.8	64.7	78.4	56.5	217.9	20.2



خطاهای موجود در آزمایش :

۱. در هنگام ریختن هر حلال در لوله آزمایش ، باید توسط پیپت مخصوص خود به داخل لوله ریخته شود و از یک پیپت برای ریختن تمامی حلال ها استفاده ننمود، زیرا امکان انتقال مواد باقیمانده از حلال های دیگر توسط یک پیپت وجود دارد و ممکن است نتیجه آزمایش را جابه جا کند .

۲. همچنین خطا می تواند در اثر تصفیه و عبور مواد از صافی و عبور مقداری از ماده ناخالصی از صافی باشد.

آزمایش صابون

روش آزمایش

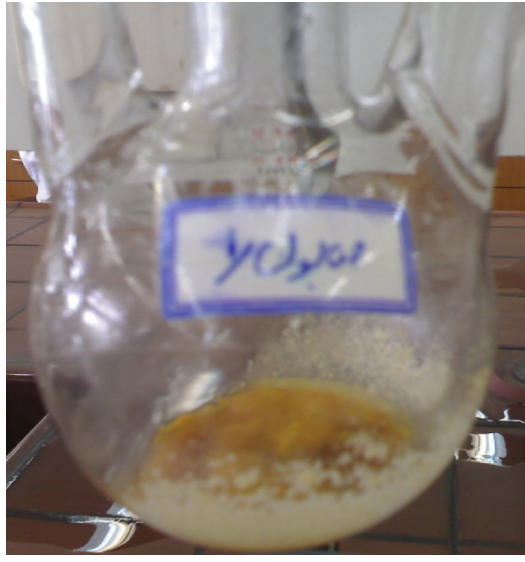
در یک بالن، ۵ گرم چربی را با ۴۰CC اتانول و ۳gr پتاسیم هیدروکسید ریخته و پس از شروع عمل رفلاکس به مدت ۳۰ دقیقه محلول را می جوشانیم.

توجه داشته باشید که اتانول فقط به عنوان حلال استفاده شده است و باید پس از اتمام واکنش از محلول خارج کنیم.

پس از اتمام ۳۰ دقیقه چند قطره از محلول را در مقدار کمی آب حل کنید که اگر قطره روغنی روی آب قرار نگرفت واکنش پایان یافته و اگر روغن در سطح آب مشاهده شد عمل رفلاکس را ادامه دهید. سپس الکل موجود در مخلوط را به وسیله تقطیر ساده جدا کنید و ماده باقیمانده در بالن را در ۷۵ CC آب مقطر گرم حل کنید. دقت کنید که حتما الکل موجود در بالن از مخلوط خارج شود سپس آزمایش های زیر را انجام دهید.

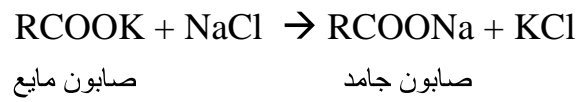


تقطیر ساده



صابون

۱. از این محلول را داخل بشر ریخته و به آن مقدار کافی از NaCl اضافه می کنیم طبق واکنش زیر مشاهده می شود که صابون مایع به صابون جامد تبدیل می شود.



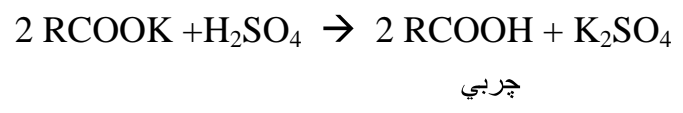
صابون جامد

۲. در دو ارلن به اندازه مساوی آب ریخته سپس در یکی از ارلن ها مقداری صابون مایع و در دیگری مقداری صابون جامد اضافه می کنیم و خوب تکان می دهیم. مشاهده می شود که صابون مایع خاصیت کف کنندگی بهتری دارد.



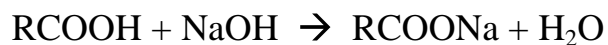
مقایسه خاصیت کف کنندگی

۳. ۵ CC از محلول صابون مایع را داخل بشر ریخته و به آن مقداری اسید سولفوریک اضافه می کنیم. طبق واکنش زیر مشاهده می شود که صابون مایع به چربی تبدیل می شود.



چربی

۴. چربی به دست آورده در قسمت سوم آزمایش را به کمک کاغذ صافی صاف می کنیم و در دو بشر کوچک مقداری از آن را می ریزیم.
در یکی از بشر ها مقداری NaOH اضافه می کنیم، طبق واکنش زیر مشاهده می شود که چربی به صابون جامد تبدیل می شود.



صابون جامد

در بشر دوم که مقداری چربی ریخته ایم مقداری آب اضافه می کنیم و مشاهده می شود که چربی در آب حل نشده و در سطح آب شناور می شود.



خواص فیزیکی مواد

اتانول C_2H_6O

وزن مولکولی: ۴۶,۰۷ گرم بر گرم مول

چگالی :

حالت فیزیکی : مایع بی رنگ

دمای ذوب : ۱۱۲- درجه سانتیگراد

دمای جوش : ۷۸,۴ درجه سانتیگراد

پتاسیم هیدروکسید KOH

وزن مولکولی : ۵۶,۱ گرم بر گرم مول

چگالی :

حالت فیزیکی : جامد سفید رنگ

دمای ذوب : ۳۸۰ درجه سانتیگراد

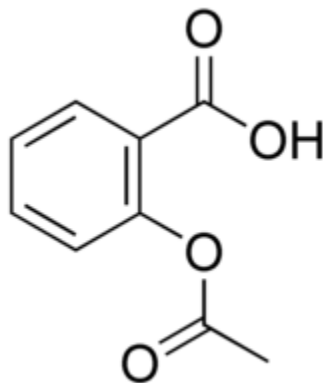
دمای جوش : ۱۳۲۰ درجه سانتیگراد

موضوع آزمایش : آسپرین

هدف آزمایش : آشنایی با روش سنتز آسپرین

تئوری آزمایش:

استیل سالیسیلیک اسید (آ اس آ) (نام شناخته شده تجاری آن آسپیرین است) یک داروی رایج است که بدون نسخه پزشک قابل تهیه است.



فردریک بایر (Fredrich Bayer) در سال ۱۸۲۵ دنیا آمد. پدر او یک نساج و رنگرز پارچه بود و طبق عادت آن زمان وی در ابتدا شغل و حرفه پدر را برای کار انتخاب کرد و پس از مدتی فعالیت با پدر، در سال ۱۸۴۸ تشکیلاتی مشابه برای خود راه اندازی کرد و در آن حرفه بسیار هم موفق شد. تا قبل از ۱۸۵۶ برای رنگرزی از مواد رنگی طبیعی استفاده می شد اما با کشف و صنعتی شدن ساخت رنگهای حاصل از مواد نفتی، بایر که پتانسیل موجود در این کشف را بخوبی احساس کرده بود با کمک شخصی بنام فردریک وسکوت (Friedrich Weskott) کمپانی Bayer را راه اندازی کرد.

بایر در ماه می سال ۱۸۸۰ در گذشت و تا آن زمان کمپانی هنوز در فعالیت رنگرزی مشغول بود، اما شرکت تصمیم گرفت با استخدام تعدادی شیمیدان نوآوری هایی در این صنعت بوجود آورد و این اتفاق هم افتاد اما نه در صنعت رنگرزی.

هنگامی که فلیکس هوفمن (Felix Hoffmann) در حال انجام آزمایش با یکسری از ضایعات رنگی بود تا شاید بتواند دارویی برای درمان درد ناشی از بیماری پدرش بدست آورد توانست به پودری دسترسی پیدا کند که امروزه شما آنرا به نام آسپرین می شناسید.

هوفمن آسپرین را کشف نکرد

تعجب نکنید! هوفمن آسپرین را دوباره کشف کرد. آسپرین چهل سال قبل توسط یک شیمیدان فرانسوی کشف شده بود، این شیمیدان بخوبی می دانست که پودر اسید استیل-سالی-سیلیک (acetylsalicylic acid) دارای خاصیت شفا بخشی بسیار می باشد. در واقع بیش از ۳۵۰۰ سال بود که بشر این پودر را می شناخت چرا که در سال ۱۸۰۰ یک باستان شناس آلمانی که در مصر تحقیق می کرد، با ترجمه یکی از پاپیروس های مصری متوجه شد که بیش از ۸۷۷ نوع مواد دارویی برای مصارف مختلف در مصر باستان شناخته شده بود که یکی از آنها همین پودر اسید بود که برای برطرف کردن درد از آن استفاده می شد.



Felix Hoffmann سازنده اولین قرص آسپرین

Fredrich Bayer ، موسس شرکت بایر در برخی از شواهد و نوشته های دیگری که در یونان بدست آمده است نیز مشخص شده که بشر حدود ۴۰۰ سال پیش از میلاد از شیره پوست درخت بید برای درمان تب و درد استفاده می کرده است. همچنین آنها هنگام زایمان زنان از این ماده برای

کاهش درد استفاده می کردند. امروزه مشخص شده که ماده موجود در این شیره چیزی جز اسید سالی-سیلیک نیست.

ثبت رسمی کشف آسپرین

در ماه مارچ ۱۸۹۹ کمپانی بایر رسماً "محصول خود بنام آسپرین را به ثبت رساند و به دنبال آن در سایر کشورهای جهان نیز تحقیقاتی گسترده راجع به این دارو انجام گرفت بگونه ای که هنگام بازنشستگی هوفمن در سال ۱۹۲۸، آسپرین در تمام دنیا شناخته شده بود. آسپرین از مهمترین اکتشافات هوفمن بود اما این تنها کشف او نبود. درست چند روز پس از کشف آسپرین هوفمن به ماده ای دست پیدا کرد که امروز در بازار بنام هروئین (Heroin) مشهور شده است. از این ماده مخدر در تمام مدت جنگ جنگ جهانی اول بعنوان یک دارو استفاده می شد اما امروزه در تمام کشور های جهان از فهرست دارو ها خط خورده است.



چارلز فردریک گرهارت. شیمیدان فرانسوی و کاشف آسپرین

عملکرد آسپرین چگونه است؟

آیا تا کنون سردرد داشته اید؟ حتماً برای شما اتفاق افتاده است، اغلب همه ما حتی یکبار تا کنون سردرد داشته ایم و داروهایی را برای بهبود سردردمان استفاده کرده ایم. این داروها به احتمال زیاد

از خانواده آسپرین بوده است. همچنین ممکن است آسپرین یا وابستگانش را برای ناراحتی های دیگری مثل التهاب (ورم مفاصل یا بخشهای دیگر بدن) و تب استفاده کرده باشید. آیا می دانید که حدود ۸۰ بیلیون قرص آسپرین هر ساله برای این ناراحتی ها و همین طور ناراحتی های زیاد دیگری خورده می شود؟ برای مثال میلیونها انسان آسپرین را برای کمک به پیشگیری از حمله های قلبی می خورند! یک دکتر دلایل خوبی داشته که می گفته " خوردن دو آسپرین و خوابیدن من تا صبح!" در این مقاله، دکتر لوک هوفمن اثرات آسپرین را می شناساند. شما در مورد فواید زیاد آسپرین و همچنین برخی دلایل منع خوردن این دارو را فرا می گیرید. شما همچنین می فهمید که چرا باید آن را آسپرین " داروی شگفت انگیزی که شگفت انگیز عمل می کند " نامید.

آسپرین چه می کند؟

آسپرین ناراحتی ها را از طریق توقف سلولها با ساخت پروستاگلاندین ها بهبود می بخشد. آیا می دانید آنزیم $COX-2$ چیست؟ $COX-2$ پروتئینی است که توسط سلولهای بدن ساخته می شود و کارش این است که شناورهای شیمیایی را اطراف سلولها می برد و پروستاگلاندین ها را دگرگون می کند. $COX-2$ را در بسیاری از بافت های معمولی می توان یافت، اما بیشتر در بافتهایی که از چند جا صدمه دیده باشند دیده می شود.

در نتیجه آسپرین به $COX-2$ می چسبد و اجازه انجام فعالیت هایش را نمی دهد. آسپرین شبیه قفلی است که به دوچرخه تان می زنید؛ دوچرخه با قفل رویش حرکت نخواهد کرد و $COX-2$ هم با آسپرین چسبیده به آن نمی تواند عمل کند. بنابراین با خوردن آسپرین علت ناراحتی هایی مثل گرفتگی عضلات شکم یا استخوان آسیب دیده انگشت که باعث درد شده، از بین نمی رود، اما آسپرین کم کننده نشانه های دردی است که در اعصابتان بوجود آمده است.

یک سؤال معمول در مورد آسپرین و داروهای دیگر است که " چگونه آسپرین محلی که درد می کند را می شناسد یا تشخیص می دهد؟ " جواب اینکه محل آن را نمی شناسد! زمانی که آسپرین

خورده می شود در معده یا دیگر راههای گوارشی، روده باریک و غدد بدن هضم می شود. سپس به جریان خون و بعد به تمام بدن می رود. با اینکه آسپرین در هر جایی از بدن وجود دارد، اما تنها در جاهایی که پروستاگلاندین ها تولید شده است یعنی همان نواحی آسیب دیده، عمل می کند. شما ممکن است بپرسید “ هر چند ساعت آسپرین بخورم تا اثر آسپرین های خورده شده بخوبی حفظ شود؟ ”

بدنتان در مورد غالب مواد شیمیایی از جمله آسپرین راههایی برای دفع آنها دارد. در این نمونه، کبد، معده و دیگر اندام هایتان آسپرین را تغییر می دهد به ... عجیب است! اسید سالیسیلاک! سپس این ماده شیمیایی به آرامی توسط کبد ریزتر می شود و همراه مواد شیمیایی دیگر روی اسید سالیسیلاک می چسبند. همین طور کلیه هاتان می تواند آن را به بیرون از خون برده و از طریق ادرارتان دفع کند. این مراحل تا دفع آسپرین ۴ تا ۶ ساعت طول می کشد. بنابراین شما نیاز دارید تا آسپرین دیگری بعد از ۶ ساعت بخورید تا اثر آن حفظ شود.

نکته اینکه آسپرین به تمام جریان خون می رود و بدن پروستاگلاندین ها را به چند دلیل نیاز دارد. پروستاگلاندین ها برای معده مفید هستند چون آنزیم دیگری به نام COX-۱ پروستاگلاندینی می سازد که به نظر می رسد جدار معده را مطلوب و محکم حفظ می کند. آسپرین از عملکرد COX-۱ جلوگیری می کند (آسپرین بطور غیر انتخابی از تولید کافی بیشترین پروستاگلاندین ها جلوگیری می کند). بنابراین جدار معده نازک شده و شیره گوارشی جدار معده را می سوزاند. این محتمل ترین دلیلی است که چرا آسپرین و وابستگی آنش معده را ناراحت می کند (همان طور که هوفمن بیان کرده علی رغم اینکه آسپرین یک نوع اسید هم هست) .

همچنین COX-۲ در چند بافت دیگر مانند مغز و کلیه عمل می کند؛ مقادیر معمولی داروی آسپرین احتمالاً بر روی این نواحی اثر زیادی نمی گذارد.

در محل‌های دیگری مانند خون پروستاگلاندین‌ها اعمالی را انجام می‌دهند که آسپیرین مانع چنین اعمالی نیز می‌شود.

داروهای آتالژزیک غیرمخدر معمولاً به دو دسته تقسیم می‌شوند:

۱. ضددردهای میتوز، که اثر ضددردی و ضد تبی دارند مانند استامینوفن.
۲. داروهای ضد درد و التهاب غیراستروئیدی، که شامل آسپیرین و سایر سالیسیلات‌ها - مشتقات آریل آلکانوئیک (مانند آلکوفناک و ایبوپروفن) - مشتقات آنترانیلیک (مانند مفنامیک اسید) - مشتقات پیرازولون (مانند دی‌پیرون واکسی فن بوتازون) - مشتقات ایندول (مانند ایندرمتاسین) - مشتقات ایندن (مانند سولینداک)

این داروها از لحاظ اینکه معمولاً همگی اسیدهای آلی ضعیف محسوب شده و با مکانیزم مشابهی عمل می‌کنند در یک مجموعه بحث می‌گردند و تحت عنوان داروهای شبیه به آسپیرین (Drug Aspirin Like) نیز مشهور شده‌اند.

به نظر می‌رسد، آسپیرین به علت قدمت و پیش‌پافتادگی مصرف، در مقایسه با سایر داروهای ضدالتهاب غیر استروئیدی، شهرت ضدالتهابی کمتری داشته باشد، لیکن به علت همین سابقه مصرف بی‌خطر و بی‌قابلیت تحمل زیاد هنوز هم اولین داروی انتخابی برای درمان اکثر موارد اختلالات مفصلی و عضلانی است. علاوه بر آن آسپیرین یک معیار استاندارد بوده و قدرت ضدالتهابی سایر داروها را با آن مقایسه می‌کنند.

آسپیرین یا استیل سالیسیلیک اسید در سال ۱۸۵۳ سنتز و در سال ۱۸۹۹ وارد درمان‌شناسی شد.

نام آسپیرین از کلمه آلمانی آن یعنی Acetyt spir Saure گرفته شده است، (Spirca نوع

گیاهانی که منشاء اصلی این ماده بودند و Saure به معنی اسید).

اثر بخشی آسپیرین و داروهای مشابه، تا حد زیادی مربوط به وقفه پروستاگلاندین ها است، (پروستاگلاندین ها همیشه از سلول هائی که دچار ضایعه می شوند سنتز و آزاد می شوند). این داروها موجب وقفه آنزیم سیکلو اکسیژناز می گردند.

این آنزیم، اولین کاتالیزوری است که موجب حلقوی و اکسیده شدن اسید آراشیدونیک گردیده و تولید پروستاگلاندین ها و ترومبوکسان $2A$ را باعث می شود. آسپیرین به طور اختصاصی این آنزیم را استیله می کند در حالی که مکانیسم دقیق سایر مواد به خوبی شناخته نشده است.

سنتز آسپیرین

آسپیرین نام تجاری اسید استیل سالیسیلیک است که به صورت قرص های سفید یا بلور های سوزنی شکل یا به صورت پودرهای بلورین موجود می باشد، آسپیرین یک مسکن موقتی و آبی خوبی است که تداوم افزایش تولید و فروش آن در طول ۲۰ سال گذشته قابل توجه بوده است و بخاطر فوایدش از سایر مسکن ها به طور چشم گیری پیشی گرفته است. بوسیله استیله کردن عامل هیدروکسی در سالیسیلیک اسید خشک میتوان براحتی آسپیرین تهیه نمود این عمل توسط ۲ روش انجام میشود:

۱- ترکیب با استیک انیدرید در حضور سولفوریک اسید غلیظ

۲- ترکیب با استیل کلراید در حضور پیریدین

آسپیرین نام تجاری اسید استیل سالیسیلیک است که در هوای خشک پایدار است و با کمی رطوبت هیدرولیز شده ، بوی استیک اسید از آن استشمام میشود.

وزن مولکولی آن ۱۸۰ و نقطه ذوب آن ما بین ۱۳۵ تا ۱۳۷ درجه و نقطه جوش آن ۱۴۰ درجه سلسیوس است که در این درجه حرارت تجزیه می گردد. آسپیرین در آب و بنزن به مقدار کم و در الکل و اتر به مقدار زیاد محلول می باشد ولی با کمی حرارت در آب حل میشود

مواد و وسایل مورد نیاز:

کاغذ صافی	حمام بن ماری	سالیسیلیک اسید خشک
پیپت	بشر	انیدرید استیک
پیست	دماسنج جیوه ای	سولفوریک اسید غلیظ
ارلن مایر	قیف بوخزر	آب مقطر

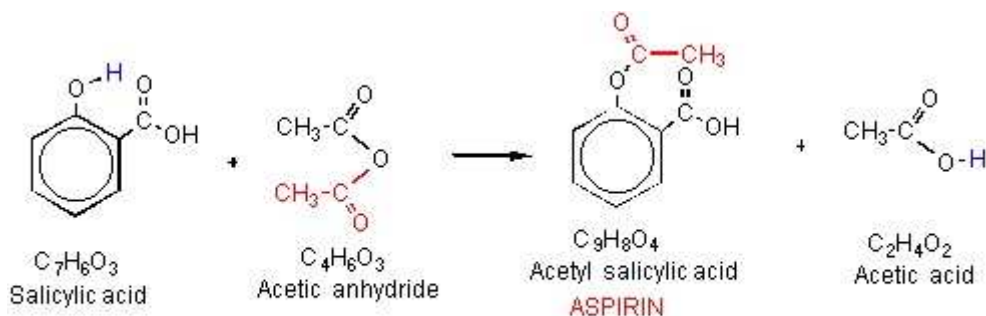
شرح انجام آزمایش:

۲.۵ گرم اسید سالیسیلیک را داخل ارلن خشک ریخته و ۳.۵ میلی لیتر انیدرید استیک و ۲ قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه میکنیم و با چرخش ارلن سعی میکنیم کلیه مواد با هم مخلوط شوند.

ارلن را به مدت ۱۵ دقیقه در حمام آب در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد نگه میداریم و در این مدت محتویات ارلن را با چرخش هم میزنیم.

پس از این مدت ۱۵ میلی لیتر آب سرد به ارلن اضافه میکنیم که اسپرین به صورت بلورهای جامد ظاهر میگردد سپس آن را با قیف بوخزر صاف میکنیم.

برای خالص سازی اسپرین مقدار بدست آمده را در ۳ میلی لیتر اتانول و ۷ میلی لیتر آب در دمای ۶۵ درجه حل میکنیم و کریستالیزه مینماییم.



خطای آزمایش :

چنانچه دمای بن ماری از ۶۰ درجه سانتی گراد بالاتر رود اسپرین تجزیه می شود.

نتیجه گیری :

با توجه به اینکه واکنش انجام گرفته از نوع جانشینی نکلئوفیلی می باشد و نکلئوفیل از طریق زوج الکترون اتم اکسیژن گروه الکلی سالیسیلیک اسید به کربن گروه کربونیل گروه انیدرید استیک حمله می کند و به دلیل خنثی بودن (نکلئوفیل آنیون نمی باشد) قدرت آن نسبتاً کم است از اسید سولفوریک به عنوان کاتالیزور استفاده می شود تا باعث فعال شدن مکانی گردد که نکلئوفیل می خواهد به آنجا حمله کند و نهایتاً در ملکول اسپرین یک پیوند استری تشکیل می شود.



محاسبات :

۳.۲ گرم : وزن کاغذ صافی همراه نمونه

۱.۳ گرم : وزن کاغذ صافی

۱.۹ گرم : وزن نمونه (مقدار گرم عملی)

$$(R) = \frac{\text{مقدار گرم نظری}}{\text{مقدار گرم عملی}} \times 100 = \left(\frac{1.9}{2.3} \right) \times 100 = 83\%$$

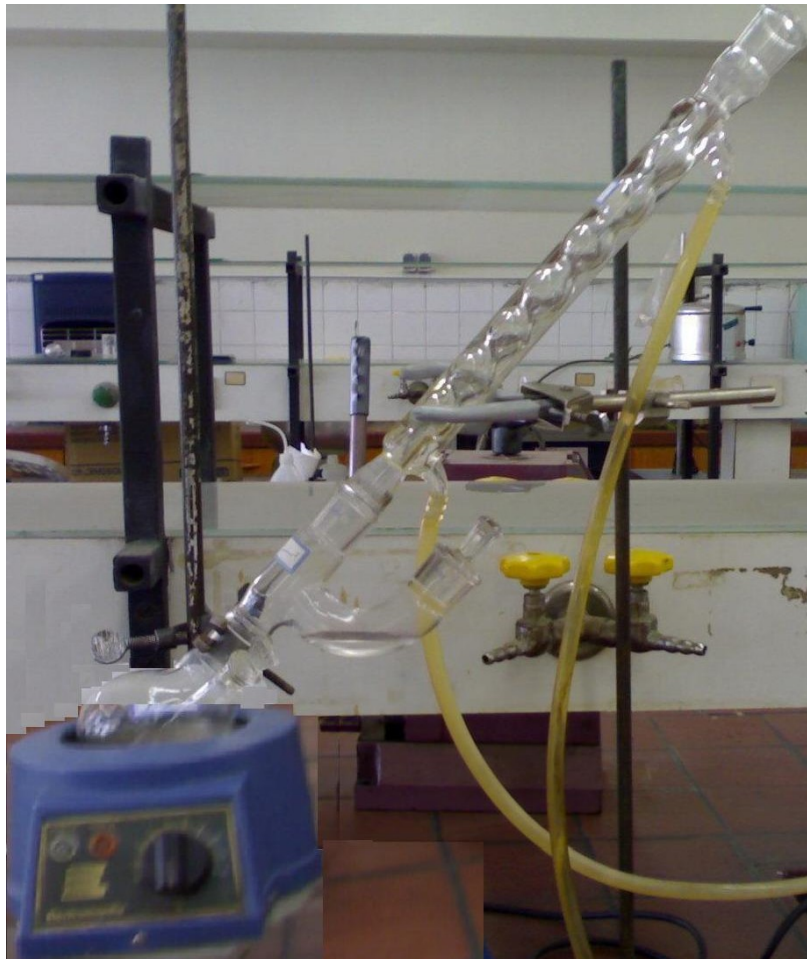
محدود کننده واکنش : استیک انیدرید

آزمایش استر فیکاسیون

روش آزمایش

۰,۲۵ مول ایزوآمیل الکل که معادل ۲۷,۱ سی سی از این ماده است به همراه ۰,۳ مول اسید استیک که معادل ۱۷,۳ سی سی می باشد را داخل یک بالن ته گرد می ریزیم. ۲ قطره اسید سولفوریک نیز به عنوان کاتالیزگر می ریزیم. سپس مخلوط را خوب به هم می زنیم. تعدادی سنگ جوش نیز داخل بالن می اندازیم.

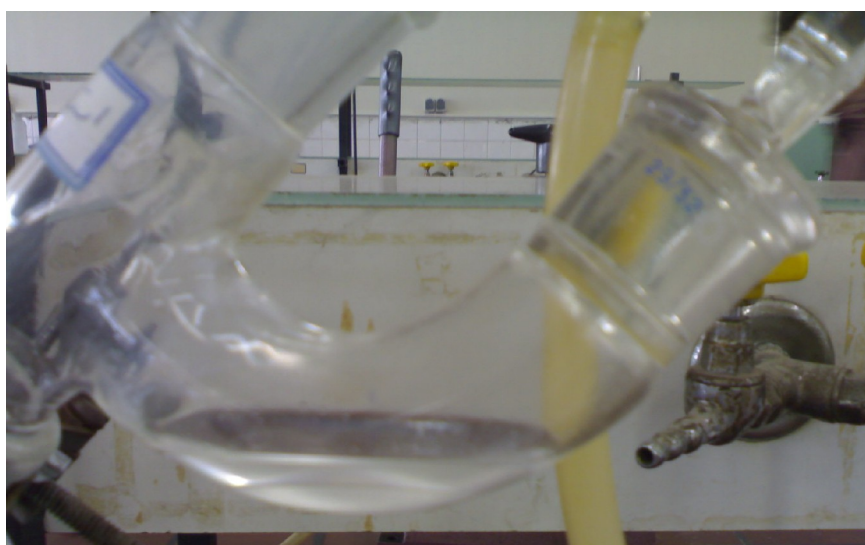
دستگاهی مطابق شکل زیر سوار می کنیم.



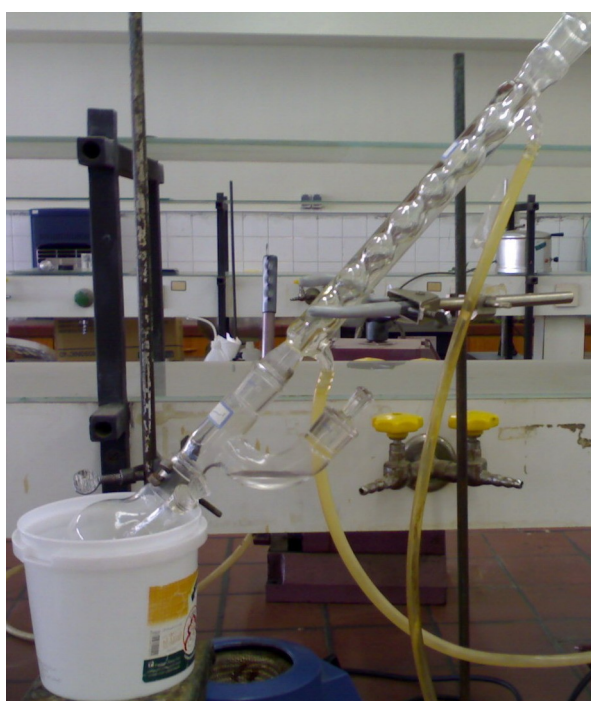
همانطور که در شکل مشاهده می نمایید شاخه ی جانبی trap جهت جمع کردن آب تولید شده در طی واکنش می باشد، پس توجه کنید که حجم کافی جهت جمع آوری داشته باشد. Heater را طوری تنظیم می کنیم که رفلکس به آرامی انجام شود. بعد از شروع رفلکس به

مدت ۱۵ دقیقه اجازه می دهیم که عمل رفلکس انجام شود و در طی این زمان واکنش به طور کامل انجام خواهد شد.

در پایان واکنش مشاهده می شود که حدود ۴,۵ سی سی آب و مقداری از استر که رفلکس شده ناحیه ای دو فازي در قسمت trap ایجاد می کند.



اجازه می دهیم دستگاه کمی خنک شود و از جوش بیفتد برای این منظور بالن را قبل از جدا کردن از دستگاه داخل سطل آب قرار می دهیم.



مرحله ی ۱: محلول درون بالن و محلول دو فازى درون trap را در قیف دکانتور می ریزیم. به محلول اجازه می دهیم تا به صورت دو فازى شود و سپس آب که فاز پایینی می باشد را از دکانتور خارج می کنیم.



استر را دو دفعه ی دیگر هر بار با ۱۵ سی سی آب مقطر شستشو می دهیم و سپس از دکانتور خارج می کنیم.

مرحله ی ۲: ۲۵ سی سی محلول ۰.۵٪ بی کربنات سدیم داخل دکانتور ریخته و به وسیله ی این ماده شستشو می دهیم. در این حالت بی کربنات سدیم با استیک اسید باقی مانده در محلول واکنش می دهد و محلول را خنثی کرده و نمک تولید می کند. یکی دیگر از محصولات خنثی شدن تولید گاز CO_2 می باشد بنابراین محلول را چند بار تکان می دهیم و خروجی دکانتور را باز می کنیم تا گاز خارج شود.

عمل جداسازی را تکرار می کنیم. سپس با استفاده از یه همزن مقدار کمی از محلول را روی کاغذ تورنسل ریخته و میزان PH محلول را اندازه گیری می کنیم. اگر محلول اسیدی باشد مجدداً محلول ۵٪ بی کربنات سدیم را درون دکانتور ریخته و مرحله ی دوم را تکرار می کنیم.

مرحله ی ۳ : ۲۵-۲۰ سی سی از محلول آب نمک را درون دکانتور ریخته، کمی تکان می دهیم و محلول را شستشو می دهیم. آب نمک آب پراکنده در محلول را به جذب کرده و سنگین تر شده و در فاز پایین قرار می گیرد. آب نمک را از دکانتور خارج می کنیم.

استر را از بالای دکانتور درون ارلن می ریزیم. زیرا اگر از خروجی پایینی دکانتور خارج کنیم امکان ورود مقداری آب باقی مانده در قسمت تحتانی به محلول استر وجود دارد بنابراین از بالای دکانتور فاز سبکتر را درون ارلن می ریزیم.

مرحله ی ۴ : به اندازه ی نصف قاشق چایخوری از کربنات پتاسیم K_2CO_3 و یا $MgSO_4$ داخل ارلن ریخته و درب ارلن را با چوب پنبه بسته تا رطوبت هوا وارد آن نشود و خوب تکان می دهیم. این ماده رطوبت زداست و آب باقی مانده در استر را جذب می کند. استر را به آرامی از ماده ی خشک کننده جدا می کنیم و حجم آن را اندازه گیری می کنیم.



نتایج آزمایش

در این آزمایش ۳۲ سی سی ایزو آمیل استات بدست آمده است.

حجم ایزو آمیل استات بدست آمده از واکنش
= بازده

حجم ایزو آمیل استات محاسبه شده از استوکیومتری

حجم ایزو آمیل استات محاسبه شده از استوکیومتری واکنش = ۳۷,۱۵ سی سی

$$\text{بازده} = \frac{۳۲ \text{ سی سی}}{۳۷,۱۵ \text{ سی سی}} * ۱۰۰ = \%۸۶$$



محاسبات استوکیومتری انجام شده

حجم ایزوآمیل الکل استفاده شده در واکنش =

$$0.25 \text{ mol} * 88.15 \text{ g gmol}^{-1} / 0.813 \text{ g cc}^{-1} = 27.1 \text{ cc}$$

حجم اسید استیک استفاده شده در واکنش =

$$0.3 \text{ mol} * 60.05 \text{ g gmol}^{-1} / 1.049 \text{ g cc}^{-1} = 17.3 \text{ cc}$$

حجم آب تولیدی محاسبه شده از استوکیومتری =

$$0.25 \text{ mol acetic acid} * (1 \text{ mol water} / 1 \text{ mol acetic acid}) * \text{خط بعد} \\ * 18.01 \text{ g gmol}^{-1} \text{ water} / (1 \text{ g cc}^{-1} \text{ water}) = 4.5 \text{ cc}$$

حجم ایزو آمیل استات محاسبه شده از استوکیومتری واکنش =

$$0.25 \text{ mol acetic acid} * (1 \text{ mol iAmyl acetate} / 1 \text{ mol acetic acid}) * \text{خط بعد} \\ * 130.18 \text{ g gmol}^{-1} \text{ iAmyl acetate} / (0.876 \text{ g cc}^{-1} \text{ iAmyl acetate}) = 37.15 \text{ cc}$$

خطای آزمایش

خطاهای موجود در این آزمایش عبارتند از :

۱. خطای اندازه گیری حجم مواد اولیه واکنش که خطای دید و خطای مدرج نمودن پیپت را شامل می شود.
۲. کامل انجام نشدن واکنش که سبب باقی ماندن مواد واکنش دهنده در محلول می شود.
۳. خارج شدن مقدار بسیار کم ایزو آمیل استات موجود در فاز آب
۴. باقی ماندن قسمت ناچیزی از موادی که برای شستشوی استر وارد محلول کردیم.
۵. و در نهایت خطای اندازه گیری حجم ایزو آمیل استات تولید شده که خطای دید و خطای مدرج نمودن استوانه ی مدرج را شامل می شود.

خواص فیزیکی مواد

ایزو آمیل استات $C_7H_{14}O_2$

جرم ملکولی : ۱۳۰,۱۸ گرم بر گرم مول

حالت فیزیکی : مایع بی رنگ

Specific gravity : $0.876^{15/4}$

دمای ذوب :

دمای جوش : ۱۴۲ درجه سانتی گراد

آب H_2O

جرم ملکولی : ۱۸,۰۱۶ گرم بر گرم مول

حالت فیزیکی : مایع بی رنگ

Specific gravity : 1.00^4

دمای ذوب : ۰ درجه سانتی گراد

دمای جوش : ۱۰۰ درجه سانتی گراد

ایزو آمیل الکل $C_5H_{12}O$

جرم ملکولی : ۸۸,۱۵ گرم بر گرم مول

حالت فیزیکی : مایع بی رنگ

Specific gravity : $0.813^{15/4}$

دمای ذوب : ۱۱۷,۲- درجه سانتی گراد

دمای جوش : ۱۳۲ درجه سانتی گراد

اسید استیک $C_2H_4O_2$

جرم ملکولی : ۶۰,۰۵ گرم بر گرم مول

حالت فیزیکی : مایع بی رنگ

Specific gravity : $1.049^{20/4}$

دمای ذوب : ۱۶,۷ درجه سانتی گراد

دمای جوش : ۱۱۸,۱ درجه سانتی گراد

موضوع آزمایش : استخراج

هدف آزمایش : جداسازی ماده از محلول

تئوری آزمایش:

انتقال یا جدا کردن یک ترکیب از یک حلال توسط حلال امتزاج ناپذیر دیگر را استخراج می گویند. اساس این روش اختلاف حلالیت یک جزء در دو حلال غیر قابل حل در یکدیگر است. عموماً ۲ فاز مورد استفاده یکی آب است که به آن فاز آبی و دیگری حلال آلی که به آن فاز آلی گویند.

در صورتی که محلولی را (جسم A در حلال (۱)) با حلال مخلوط نشدنی (حلال (۲)) در یک قیف جدا کننده بریزیم و به آرامی تکان دهیم، مقداری از جسم A به درون حلال (۲) وارد می شود. پس از جدا شدن دو لایه، حالت تعادل برای جسم A (از نظر مقدار) ایجاد می شود. این تعادل به یک ثابت تعادل (K) بستگی دارد که آن را ضریب توزیع یا ثابت جدا شدن می نامند و از رابطه مقابل بدست می آورند $K = S_{A1} / S_{A2}$ در این رابطه S_{A1}, S_{A2} غلظت جسم A (ماده حل شونده) بر حسب گرم در میلی لیتر در حالت تعادل در حلال های آلی و آبی هستند. این رابطه مستقل از غلظت کلی ماده و مقادیر حلال های مذکور و تابع نوع جسم حلال و غلظت موثر در هر فاز است.

کاربرد روش های استخراج:

استخراج یکی از مهم ترین و سودمندترین روش های جداسازی و تخلیص مواد است. این روش قدیمی در زندگی روزمره نیز مورد استفاده قرار می گیرد. برای مثال، تهیه چای از برگ چای و آب جوش یا تهیه قهوه از دانه های خرد شده قهوه، دو نمونه از فرایند استخراج از یک مخلوط جامد به وسیله یک حلال گرم (آب جوش) است.

معمولا با توجه به ماهیت ترکیبها آنها را با یکی از سه دسته حلال زیر استخراج می کنند:

۱- اخراج ترکیبات به وسیله آب:

از این روش برای جداسازی موادی که تا حدود زیادی قطبی هستند، نظیر نمک معدنی اسیدهای قوی، بازهای قوی، الکلها، اسیدهای کربوکسیلیک و بعضی آمینها استفاده می شود.

۲- استخراج به وسیله محلول اسیدی رقیق:

از این روش برای محلول قلیایی، مثل آمینهای آلی استفاده می شود. آمین به نمک اسید تبدیل می شود که محلول در آب است.

۳- استخراج به وسیله محلول بازی رقیق:

این محلول برای استخراج اسیدهای آلی به کار می رود.

برای جداسازی از ۲ روش استفاده میکنیم :

۱- جداسازی مایع - جامد (استخراج یک جسم جامد بوسیله یک حلال) :

از راه صاف کردن و بعد خالص کردن بلورها به روش تبلور انجام می شود.

۲- جداسازی مایع - مایع (اگر دو حلال مایع باشند) :

برای جداکردن دو مایع مخلوط نشدنی معمولا آنها را در قیف جدا کننده می ریزند تا دو لایه از یکدیگر

تفکیک شود و سپس با باز کردن شیر و قیف، آنها را جدا می کنند. معمولا این روش برای استخراج و

انتقال ترکیبات از حلالی به حلال دیگر انجام می شود.

مواد و وسایل مورد نیاز:

بنزوئیک اسید	هیدروکلریک اسید ۶مولار	بشر
پارانیتروانیلین	سولفات بدون آب	ارلن مایر
نفتالین	سدیم هیدروکسید ۶مولار	پایه نگه دارنده
دی کلرو متان	مقداری یخ	
سود ۳مولار	دکانتور	

شرح انجام آزمایش:

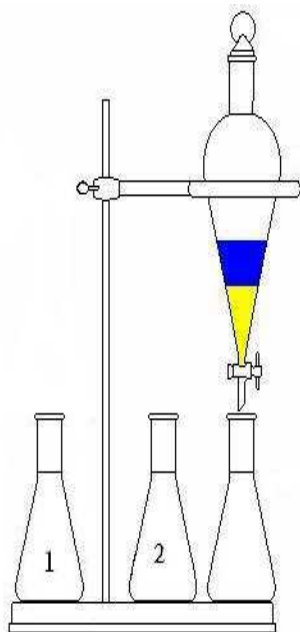
در این آزمایش استخراج بنزوئیک اسید، پارانیتروانیلین و نفتالین را به روش جداسازی مایع-مایع انجام میدهم .

۰/۴ گرم بنزوئیک اسید، ۰/۴ گرم پارانیتروانیلین و ۰/۲ گرم نفتالین را مخلوط کرده و در ۵۰ میلی لیتر دی کلرومتان حل میکنیم. محلول را در یک قیف جدا کننده (دکانتور) می ریزیم و به آن ۱۵ میلی لیتر محلول هیدرو کلریک اسید اضافه می کنیم. در دکانتور رامیبندیم و بعد از تکان دادن به مقدار کافی، دکانتور را روی حلقه که به پایه وصل شده است قرار می دهیم تا دو لایه از هم جدا شوند، در دکانتور را باز میکنیم و لایه زیرین (فاز آلی) را در بشر می ریزیم لایه بالایی (فاز آبی) را درون ارنل میریزیم. فاز آلی را دوباره به قیف جدا کننده منتقل میکنیم و دوباره عمل قبل را انجام میدهم و فاز آبی را به روی فاز آبی قبلی درون ارنل میریزیم ارنل را با شماره ۱ نامگذاری میکنیم سپس با فاز آلی ۲بار دیگر، هر بار با ۱۵ میلی لیتر محلول سود سوزآور ۳مولار عمل استخراج را انجام میدهم و لایه بالایی جدید(فازهای آبی) را به ارنل مایر شماره ۲ انتقال میدهم

فاز آلی را با سدیم سولفات بدون آب خشک میکنیم و حلال آنرا حرارت میدهیم تا تبخیر شود و نفتالین بصورت رسوب جامد ظاهر شود

به لایه آبی درون ارلن ۱ که حاوی پارانیتروانیلین و هیدروکلریک اسید است روی یخ قرار میدهیم و به آن محلول سدیم هیدروکسید ۶مولار اضافه میکنیم تا اسید خنثی شده و محیط قلیایی شود و رسوبهای پارانیتروانیلین ظاهر شود

ارلن مایر ۲ را با محلول اسید ۶مولار خنثی میکنیم تا رسوبهای بنزوئیک اسید ظاهر شود بعد رسوبها را با قیف بوخنر صاف میکنیم حدود ۲۵ میلی لیتر محلول هیدروکلریک اسید ۲۰٪ اضافه میکنیم تا pH محلول حاصل، اسیدی شود. در این حالت، رسوب سفید رنگی ظاهر می شود. این رسوب بلوری سفید رنگ بنزوئیک اسید است. آن را صاف میکنیم و با کمی آب سرد میشوییم.



موضوع آزمایش : ایزومریزاسیون

هدف آزمایش : تبدیل مالئیک اسید(فرم سیس) به فوماریک اسید(فرم ترنس)

تئوری آزمایش:

دو ترکیب که فرمول مولکولی یکسان ولی آرایش اتمی متفاوت داشته باشد ایزومر نامیده می شوند. به عبارتی ترکیباتی که دارای فرمولهای بسته مشابه ولی فرمولهای گسترده متفاوت باشند را ایزومری می گویند. چنین ترکیباتی در خواص شیمیایی و فیزیکی باهم فرق دارند. این کلمه از واژه یونانی ISOS به اضافه meros به معنای (ساخته شده از بخش های یکسان) گرفته شده است.

ریشه لغوی :

واژه ایزومری اولین بار به توسط برزیلیوس (J.J.Berzelius) برای معرفی ترکیبات شیمیایی گوناگون دارای ترکیب درصد عناصر یکسان ، به عبارت دیگر تناسبهای نسبی یکسان عناصر سازنده ، مورد استفاده واقع شد. این احتمال که یکسانی ترکیب درصد عناصر سازنده بتواند دلالت بر وجود دو یا چند ماده به عنوان ایزومرهای یکدیگر نماید، از تئوری ساختمانهای آلی مشتق شده است. در حالت کلی ، می توان ایزومرها را به دو نوع ایزومری ساختمانی یا ایزومر بنیادی و ایزومری فضایی تقسیم بندی نمود. که هر کدام از این ایزومرها دارای انواع مختلف می باشند:

ایزومری بنیادی :

۱. ایزومر اسکلتی (ساختاری)

۲. ایزومر موضعی

۳. ایزومر عاملی

ایزومر فضایی:

۱. ایزومر هندسی (سیس و ترانس)

۲. ایزومر نوری (R , S)

ایزومری ساختمانی:

ایزومر های بنیادی با هم ارتباط نزدیکی دارند .

از ایزومر اسکلتی میتوان n- بوتان و ایزو بوتان را نام برد، که هر دو دارای فرمول عمومی یکسان ولی مولکولها دارای بنیاد متفاوت هستند.

پروپیل کراید و ایزو پروپیل کلراید هر دو دارای فرمول مولکولی یکسان هستند ولی موضع اتم کلر در زنجیر سه کربنه دو ایزومر متفاوت است که این نوع ایزومری را ایزومری موضعی میگویند.

برای ایزومری عاملی می توان مثال اتیل الکل و متیل اتر را که دارای فرمول مولکولی

یکسان هستند ولی محل اتصال اکسیژن باعث ایجاد دو ایزومری با گروه های عاملی متفاوت می شود را نام برد.

علم شیمی آلی ، مبتنی بر ارتباط بین ساختار مولکولی و خواص ترکیب است. آن بخشی از این علم

که با ساختار در سه بعد می پردازد شیمی فضایی ، Stereo Chemistry ، نام دارد (واژه

یونانی: Stereos به معنای جامد) .

ایزومری فضایی:

یک بخش از شیمی فضایی ، ایزومری فضایی است. ایزومرها ترکیبات متفاوتی هستند که فرمول

مولکولی یکسانی دارند. ایزومرهای خاصی که فقط از نظر جهت گیری اتمها در فضا باهم تفاوت

دارند اما از نظر نحوه اتصال اتمها به یکدیگر ، شبیه یکدیگرند، ایزومرهای فضایی نام دارند.

ایزومری هندسی :

ترکیبات وقتی ایزومرهای فضایی یکدیگرند که در فضای کوئوردیناسیون خود لیگاندها یا گروههای یکسان داشته باشند ولی نحوه آرایش آنها در فضا متفاوت باشد. یک نوع این ایزومر فضایی ، ایزومری هندسی ، یا ایزومری سیس- ترانس ، است. در آلکنها ، وقتی گروههای مشابه در یک طرف پیوند دوگانه باشند، ایزومر سیس و اگر در دو طرف پیوند دوگانه باشند، ایزومر ترانس است. اگر دو گروه مشابه به یک کربن آلکن متصل باشد، ایزومری سیس و ترانس وجود ندارد. اما اگر گروههای مختلف به کربنهای پیوند دوگانه متصل باشند، ایزومری هندسی دیده می شود.

اگر در آلکنها ، فقط یک اتم هیدروژن و سه عامل جاننشینی دیگر داشته باشیم، بجای سیس و ترانس از سیستم Z و E استفاده می کنیم. روی کربن متصل به پیوند دوگانه دو گروه وجود دارد یکی از این دو گروه بر دیگری ارجحیت دارد. آن گروه را مشخص می کنیم. مشخص کردن آنها به عدد اتمی عنصر متصل به کربن بستگی دارد که هر چه بیشتر باشد، ارجحیت بیشتری دارد. در مورد ترکیبات کوئوردیناسیون ، این نوع ایزومری در اثر اشغال موقعیت های مختلف در اطراف اتم مرکزی توسط لیگاند بوجود می آید و در گونه های مسطح مربعی و هشت وجهی اهمیت بیشتری دارد. برای مثال در ایزومر سیس- دی کلرو دی آمین پلاتین (II) اتم های کلر روی گوشه های مجاور مربع (در امتداد یک ضلع) واقع شده اند، در حالیکه در ایزومر ترانس ، اتم های کلر گوشه های مقابل دور امتداد را اشغال می کنند. مثلا برای ترکیب دو فرمول گسترده فضایی می توان نوشت:

ایزومری نوری :

نوع دیگری ایزومر فضایی ، ایزومری نوری است. پاره های از مولکولها و یونها در دو شکل که قابل انطباق بر یکدیگر نیستند، رابطه بین آنها مثل رابطه دستهای راست و چپ است وجود دارند و از چنین مولکولها و یونهایی به عنوان نامتقارن یاد می شود و این ایزومرها را انانتیومر (تصویر آینه ای)

می‌نامند. این ایزومرها دارای خواص فیزیکی یکسان می‌باشند و تنها تفاوت ایزومرهای نوری تاثیر بر نور قطبی شده است.

این نوع ایزومری در مولکولهای کایرال وجود دارد. اگر دو ترکیب از هر لحاظ با هم مشابه باشند بر یکدیگر منطبق می‌شوند در حالیکه یک مولکول کایرال ممکن است دارای یک ایزومر فضایی باشد که بر تصویر آینه‌اش منطبق نیست (انانتیومر). تفاوت چنین ایزومرهایی مانند اختلاف دست چپ و راست است. ایزومر راست گردان (d) نور قطبی شده (نوری که در یک صفحه نوسان می‌کند) را به راست و ایزومر چپ گردان (L) آن به چپ می‌چرخاند. مخلوط مساوی از دو ایزومر را اسمیک می‌نامند، اثری بر نور قطبی شده ندارد.

شباهت و تفاوت ایزومرهای فضایی

تفاوت جفت ایزومرهای فضایی از نظر ساختار و بنابراین از نظر خواص بسیار کوچک است. اما از نظر همه خواص فیزیکی قابل سنجش ، با یکدیگر مشابهند مگر از نظر تاثیر بر نوعی نور غیر عادی. با استفاده از همین تاثیر متفاوت و دستگاه خاص مربوطه می‌توان دو ایزومر را از یکدیگر باز شناخت.

کاربرد متفاوت ایزومرهای فضایی

با وجود شباهت نزدیک ، وجود اینگونه ایزومرها ، یکی از سنجشگرهای بسیار حساس را برای تشخیص مکانیسم واکنشها در اختیار شیمی‌دان می‌گذارد. غالباً یکی از این ایزومرها برای مطالعه برگزیده می‌شود. نه به این دلیل که این ایزومرها از نظر شیمی سه بعدی‌اش با ترکیبهای دیگر فرق دارد، بلکه به این دلیل که این ترکیب می‌تواند نکته‌هایی را آشکار سازد که در ترکیبهای عادی پنهان‌اند و باز هم با وجود شباهت نزدیک دو ایزومر فضایی ، ممکن است یکی از آنها یک غذای مقوی یا یک آنتی بیوتیک یا یک داروی محرک قلب باشد، ولی ایزومر دیگر ترکیبی بی‌مصرف باشد.

برای اتمهای هیدروژن در متان سه آرایش امکان پذیر است که هم ارز باشند :

۱. آرایش مسطح که در آن اتم کربن در مرکز یک مستطیل یا مربع و اتمهای هیدروژن در چهار

گوشه آن قرار دارند.

۲. آرایش هرمی که در آن اتم کربن در راس هرم و اتمهای هیدروژن در چهار گوشه آن قرار دارند.

۳. آرایش چهار وجهی که در آن کربن در مرکز چهار وجهی و هر اتم هیدروژن در یک گوشه آن

است.

فعالیت نوری:

نور خواصی دارد که با در نظر گرفتن آن به عنوان یک پدیده موجی بخوبی درک می‌شوند. موجی

که در آن ارتعاشها بصورت عمود بر جهت حرکت نور روی می‌دهند. تعداد سطحهایی که از خط

مسیر نور می‌گذرند بی‌شمارند و نور معمولی در همه این سطوح در حال ارتعاش است. اگر مستقیماً

به باریکه‌ای از نور یک لامپ بنگریم، نوع ارتعاشهایی که روی می‌دهند و همگی عمود بر خط بین

چشمان ما و منبع نور (لامپ) هستند را نشان می‌دهد.

نور معمولی ، با عبور کردن از یک عدسی ساخته شده از ماده‌ای به نام "پلاروید" یا از یک قطعه

کلسیت (نوعی بلور) با آرایشی که به نام منشور نیکول معروف است، به نور قطبیده در سطح تبدیل

می‌شود. یک ماده فعال نوری ، ماده‌ای است که سطح نور قطبیده را می‌چرخاند. وقتی نور قطبیده

در حال ارتعاش در یک سطح معین ، از میان یک ماده فعال نوری می‌گذرد، در حال ارتعاش در یک

سطح دیگر پدیدار می‌شود.

پلاریمتر

چگونه می‌توان این چرخش سطح نور قطبیده یعنی این فعالیت نوری را تشخیص داد؟ این پدیده را

با استفاده از دستگاهی به نام پلاریمتر می‌توانیم تشخیص دهیم و اندازه گیری کنیم. ما نه تنها

می‌توانیم چرخیدن سطح و نیز جهت آن را تشخیص دهیم، بلکه مقدار این چرخش را هم می‌توانیم تعیین کنیم.

چرخش ویژه

از آنجا که چرخش نوری مورد توجه ما از مولکولهای مجزای ترکیبهای فعال ناشی می‌شود، مقدار چرخش به تعداد مولکولهای موجود در لوله که نور به آنها برخورد می‌کند، بستگی دارد. در مقایسه با یک لوله ۱۰ سانتیمتری، در لوله ۲۰ سانتیمتری امکان برخورد نور با مولکولها دو برابر است و در نتیجه چرخش نیز دو برابر است. اگر ترکیب فعال بصورت محلول باشد، تعداد مولکولهای برخورد کننده با نور، به غلظت محلول بستگی خواهد داشت.

در لوله‌ای بطور ثابت، در مقایسه با محلولی با غلظت یک گرم در ۱۰۰ ml حلال، در غلظت دو گرم در ۱۰۰ ml، تعداد برخورد بین مولکولها و نور دو برابر است و در نتیجه مقدار چرخش نیز دو برابر است. با روشن شدن اثر طول لوله و غلظت بر چرخش، معلوم می‌شود که مقدار چرخش و نیز جهت آن، یک خصلت مشخصه هر ترکیب فعال نوری است. چرخش ویژه یعنی تعداد درجه‌های چرخش مشاهده شده در صورتی که لوله‌ای بطول یک دسی‌متر، ۱۰ سانتیمتر مورد استفاده قرار گیرد و غلظت نمونه ۱ باشد.

معمولا این چرخش، با استفاده از لوله‌هایی با طولهای مختلف و غلظتهای متفاوت از رابطه زیر محاسبه می‌شود.

$$X = \alpha / (lXd)$$

(gr/ml) طول (dm) / چرخش مشاهده شده (درجه) = چرخش ویژه

در این رابطه، d نمایاننده چگالی یک مایع خالص یا غلظت یک محلول است.

چرخش ویژه نیز همانند دمای ذوب، دمای جوش، چگالی، ضریب شکست و... یکی از خواص یک

ترکیب است. به عنوان مثال ، چرخش ویژه ۲- متیل -۱- بوتانول بدست آمده از روغن فوزل چنین است.

انانتیومر

ایزومرهایی که تصویر آینه‌ای یکدیگرند را انانتیومر می گویند. دو اسید لاکتیک متفاوتی که مدل‌های فضایی متفاوتی دارند و ایزومر فضایی هستند، انانتیومر هستند (در زبان یونانی: enantio به معنای مخالف). دو ، ۲- متیل -۱- بوتانول ، دو ، Sec - بوتیل کلرید و غیره نیز انانتیومر هستند.

انانتیومرها خواص فیزیکی مشابهی دارند، مگر از نظر جهت چرخاندن سطح نور قطبیده.

به عنوان مثال ، دو ، ۲- متیل -۱- بوتانول دارای دمای ذوب ، دمای جوش ، چگالی ، ضریب

شکست و خواص فیزیکی دیگر یکسانند و تنها تفاوت آنها این است که نور قطبیده در سطح را یکی

به راست و دیگری به چپ می چرخاند. این واقعیت تعجب برانگیز نیست. چون برهمکنش‌های دو

نوع مولکول با دوستانشان باید یکسان باشد. فقط جهت چرخش متفاوت است. مقدار چرخش یکی

است. انانتیومرها خواص مشابهی دارند مگر از نظر واکنش با واکنشگرهای فعال نوری.

کایرالیته

مولکول‌هایی که بر تصویر آینه‌ای خود قابل انطباق نیستند، کایرال هستند. کایرالیته ، شرط لازم و

کافی برای موجودیت انانتیومرهاست. مثل این است که بگوییم: ترکیبی که مولکول‌هایش کایرال

هستند، می‌توانند بصورت انانتیومرها وجود داشته باشند. ترکیبی که مولکول‌هایش ناکایرال هستند

(فاقد کایرالیته) ، نمی‌توانند بصورت انانتیومرها وجود داشته باشند.

مخلوط راسمیک

مخلوطی از انانتیومرها به مقدار مساوی را مخلوط راسمیک می‌گویند. یک مخلوط راسمیک از نظر

نوری غیرفعال است. هنگامی که دو انانتیومر باهم مخلوط می‌شوند، چرخش ایجاد شده توسط یک

مولکول ، دقیقاً با چرخش مخالف ایجاد شده توسط مولکول انانتیومر خود خنثی می‌شود. پیشوند

برای مشخص کردن ماهیت راسمیک یک نمونه خاص بکار می‌رود، مانند (\pm) - لاکتیک اسید یا \pm
-۲- متیل -۱- بوتانول.

خوب است مخلوط راسمیک را با ترکیبی مقایسه کنیم که مولکولهایش به تصویر آینه‌ای خود قابل انطباق هستند. یعنی ترکیب ناکایرال. هر دو، دقیقا به دلیل یکسانی غیر فعال نوری هستند. به علت توزیع تصادفی تعداد زیادی مولکول، به ازای هر مولکولی که با نور برخورد می‌کند، مولکول دومی وجود دارد که تصویر آینه‌ای آن است و دقیقا طوری جهت گیری کرده است که اثر مولکول اول خنثی کند. در یک مخلوط راسمیک، مولکول دوم ایزومر مولکول اول ایزومر مولکول اول است. در یک ترکیب ناکایرال، مولکول دوم ایزومر مولکول اول نیست، بلکه مولکول دیگری همانند مولکول اول است.

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 واکنشهایی از این نوع با استفاده از کاتالیزور اسید انجام می شود. حلالیت این دو اسید متفاوت است. اختلاف دیگری که وجود دارد در نقطه ی ذوب آنهاست و سومین اختلاف تفاوت در pka و $pka2$ آنهاست.

باید به خاصیت مالئیک اسید توجه داشت زیرا در مالئیک اسید یک پیوند هیدروژنی درون مولکولی وجود دارد. این در حالی ست که در فوماریک اسید یک پیوند هیدروژنی بین مولکولی وجود دارد. میتوان این خصلت را به خاصیت سیس و ترانس در این مولکول ها نسبت داد. روش صنعتی تولید مالئیک انیدرید بسیار ارزان تر است. فاز بخار بنزن را توسط اکسیژن هوا و در حضور کاتالیزر پنتا اکسید وانادیم در دمای ۴۰۰ درجه سانتیگراد اکسید می کنند.



مالئیک اسید دارای ساختار سیس و واکنش داخلی آن تولید انیدرید می کند، فوماریک اسید دارای ساختار ترانس و واکنش داخلی آن تولید انیدرید نمی کند .

خصوصیات فیزیکوشیمیایی مالئیک اسید :

phase and Density	۱.۵۹ g/cm ³ , solid
water in Solubility	۲۵ °C , ۷۸ g/100 ml
Melting point	۱۳۱ °C
Boiling point	۱۳۵ °C
(pKa) Acidity	pka ₂ = ۶.۰۷ , pka ₁ = ۱.۸۷
Dipole moment	D ?

Systematic name	acid Butenedioic-(Z), Maleic acid
formula Molecular	C ₄ H ₄ O ₄
SMILES	OC(=O)C=CC(=O)O
Molar mass	۱۱۶.۱ g/mol
Appearance	white solid
CAS number	[۷-۱۶-۱۱۰]

مواد و وسایل مورد نیاز:

ترازو دیجیتالی	کاغذ صافی	مالئیک اسید
گرانول	پیپت	هیدرو کلریک اسید ۲۴٪
	پیست	حمام بن ماری
	ارلن مایر	قیف بوخنر

شرح انجام آزمایش:

۱۰ گرم مالئیک اسید را در ۳۰ میلی لیتر HCl ۲۴٪ حل کرده و در ارلن میریزیم و کمی حرارت میدهیم تا حل شود وقتی محلول زلال شد درون ارلن یک گرانول انداخته و آنرا در حمام بخار بمدت ۳۰ دقیقه بشدت حرارت میدهیم بعد از ۱۰ تا ۲۰ دقیقه رسوب سفیدرنگی ظاهر میشود بعد از اتمام ۳۰ دقیقه ارلن و محتویات آن را در دمای اتاق سرد می کنیم و به وسیله ی قیف بوخنر بلور های فوماریک اسید تشکیل شده را جدا می کنیم .

نتیجه :

۹.۹ گرم : وزن کاغذ صافی همراه نمونه

۱.۱۴ گرم : وزن کاغذ صافی

۸.۷۶ گرم : وزن نمونه (مقدار گرم عملی)

۱۰ گرم : مقدار گرم نظری

$$87.6\% = 100 \times (\text{مقدار گرم نظری} / \text{مقدار گرم عملی})$$

سوالات :

۱. سایر روشهای تهیه فوماریک اسید را ذکر کنید؟

فوماریک اسید به راحتی از اکسیداسیون فورفوران با سدیم کلرات در حضور کاتالیزور پنتا اکسید وانادیم تهیه می شود.

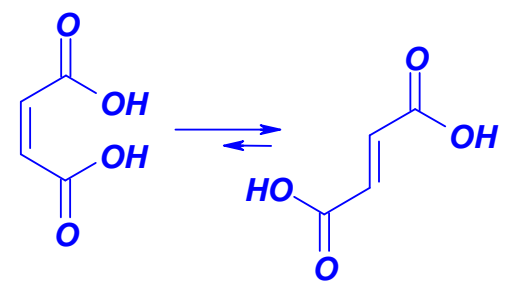
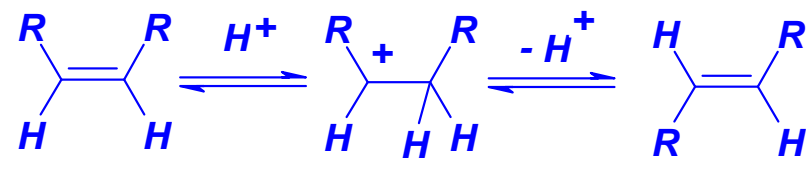
۲. داده های نقطه ذوب را پیدا کنید؟

مالئیک اسید دارای دمای ذوب ۱۳۱ درجه سانتیگراد است .

فوماریک اسید دارای نقطه ی ذوب ۲۸۷ درجه ی سانتیگراد است.

۳. هیدروژناسیون کاتالیتیکی مالئیک اسید و فوماریک اسید تولید چه محصولی میکند ؟ نام و واکنش را بنویسید .

هیدروژناسیون کاتالیتیکی مالئیک اسید و فوماریک اسید تولید سوکسینیک اسید می کنند



۴. در تعیین نقطه ذوب مالئیک اسید اگر افزایش دما به کندی صورت گیرد و نمونه به مدت طولانی حرارت داده شود، نقطه ی ذوب مشاهده شده پائین تر است، علت را توضیح دهید؟
ایزومر سیس به دلیل قطبیت بالاتر دارای نقطه ی جوش بیشتر است، اما بدلیل تقارن کمتر دمای ذوب کمتری دارد. (چون به خوبی در ساختار بلور جای نمی گیرد)

۵. چرا برای تعیین نقطه ی ذوب فوماریک اسید از لوله ی موئین بسته شده یا sealed استفاده می شود؟

چون فوماریک اسید در دمای بالاتر از ۲۰۰ درجه سانتیگراد بسرعت تصعید می شود، به همین دلیل از لوله ی موئین که یک طرف آن بسته است استفاده می شود.

۶. چگونه از مالیک اسید می توان مالئیک اسید را تهیه کرد؟
مالئیک اسید را می توان از حرارت دادن مالیک اسید با استیل کلراید و تقطیر کردن مخلوط در فشار برای جدا کردن مالئیک انیدرید و ئیدرولیز کردن باقی مانده محصول به وسیله ی جوشاندن با آب تهیه کرد.