

انتشارات دانشگاه شیراز

شماره انتشار ۴۰۵

شیمی آلی آزمایشگاهی

روشها و فنون در مقیاسهای زیاد و کم

دکتر سیده مونا حسینی سروری

عضو هیات علمی دانشگاه شیراز

سرشناسه	: حسینی سروری، مونا، ۱۳۵۱ -
عنوان و نام پدیدآور	: شیمی آلی آزمایشگاهی روشها و فنون در مقیاسهای زیاد و کم / مونا حسینی سروری.
مشخصات نشر	: شیراز: دانشگاه شیراز، ۱۳۸۹.
مشخصات ظاهری	: ۳۴۹ ص.: مصور، جدول، نمودار.
فروست	: دانشگاه شیراز: شماره انتشار ۴۰۵.
شابک	: 978-964-462-410-0
وضعیت فهرست نویسی	: فیبا
موضوع	: شیمی آلی - دستنامه های آزمایشگاهی
موضوع	: شیمی آلی - آزمایش ها - راهنمای آموزشی (عالی)
شماره افزوده	: دانشگاه شیراز
رده بندی کنگره	: ۱۳۸۹ ش ۵ ح ۱ / OD۲۶۱
رده بندی دیویی	: ۵۴۷/۰۰۷۸:
شماره کتابشناسی ملی	: ۲۰۶۷۳۴۵:

شیمی آلی آزمایشگاهی روشها و فنون در مقیاسهای زیاد و کم

● نویسنده:	دکتر حیده مونا حسینی سروری
● ناشر:	مرکز نشر دانشگاه شیراز
● لیتوگرافی، چاپ و صحافی:	چاپخانه مؤسسه پرستان کتاب
● نوبت چاپ:	اول / ۱۳۸۹
● شمارگان:	۱۰۰۰
● صفحه آرای:	زهرا سبحانی
● بها:	۶۵۰۰۰ ریال

حق چاپ برای مرکز نشر دانشگاه شیراز محفوظ می باشد.

شورای انتشارات دانشگاه شیراز

دکتر مصطفی	سعادت (معاون پژوهشی و رئیس شورای انتشارات)
دکتر محمد علی	رنجبر (رئیس مرکز نشر دانشگاه شیراز)
دکتر مظفر	اسدی
دکتر محمد	امامی
دکتر حسن	ایزدی
دکتر محمد جواد	سلیمان پور
دکتر نظام الدین	فقیه
دکتر ایوب	کریمی جشنی
دکتر نجفعلی	کریمیان
دکتر محمد علی	گودرزی
دکتر مهدی	محبی فانی

فهرست مطالب

عنوان

پیشگفتار

صفحه

۱	فصل اول: آشنایی با آزمایشگاه
۱	ایمنی در آزمایشگاه
۸	تجهیزات ایمنی در آزمایشگاه
۱۱	نکات مهم برای جلوگیری از بروز حادثه
۱۲	مواد شیمیایی سمی
۲۷	دور ریختن مواد زائد شیمیایی و نظافت پس از آزمایش
۳۱	تنظیم دفتر کار آزمایشگاه و گزارش نتایج
۳۴	مقدمه ای بر آزمایشها در مقیاس زیاد و کم
۳۵	ظروف شیشه ای آزمایشگاهی
۴۱	فصل دوم: اصول فنی و یا روشهای آزمایشگاه شیمی آلی
۴۱	فن اول روش های حرارت دادن مخلوطهای واکنش
۴۱	۱-۱: سنگ جوش
۴۴	۲-۱: حمام های حرارتی
۵۰	۳-۱: اجاق الکتریکی
۵۲	۴-۱: جلیقه حرارتی
۵۲	۵-۱: بازروانی مخلوط واکنش
۵۷	۶-۱: تبخیر تا مرحله خشک شدن حلال
۶۰	فن دوم صاف کردن
۶۰	۱-۲: سر ریز کردن
۶۱	۲-۲: صاف کردن به کمک جاذبه زمین
۶۲	۳-۲: کاغذ صافی

۶۵	۴-۲: صاف کردن با خلاء
۶۸	۵-۲: کمک صافی
۶۹	۶-۲: منبع ایجاد خلاء
۷۰	۷-۲: صاف کردن در مقیاس کم
۷۴	فن سوم تبلور مجدد: خالص سازی جامدات
۷۷	۱-۳: تئوری تبلور مجدد
۷۹	۲-۳: مراحل تبلور مجدد
۹۶	۳-۳: خلاصه دستور کار تبلور مجدد در مقیاس زیاد
۹۷	۴-۳: آزمایشهای پیشنهادی: روش مقیاس زیاد
۱۰۱	۵-۳: تبلور مجدد در مقیاس کم
۱۰۵	۶-۳: نکات مهم برای تبلور مجدد
۱۰۷	فن چهارم استخراج Extraction
۱۰۸	۱-۴: استخراج مایع - مایع
۱۱۵	۲-۴: استخراج اسید - باز
۱۲۰	۳-۴: استخراج در مقیاس زیاد
۱۲۲	۴-۴: اطلاعات اضافی در مورد استخراج
۱۲۸	۵-۴: استخراج در مقیاس کم
۱۳۳	۶-۴: خشک کردن مایعات آلی
۱۴۲	۷-۴: روش اضافه کردن و خارج نمودن ماده خشک کننده در مقیاس زیاد
۱۴۳	۸-۴: روش خشک کردن حلال آلی در مقیاس کم
۱۴۴	۹-۴: بازیابی جسم آلی از محلول آلی استخراج شده خشک
۱۴۵	۱۰-۴: آزمایشهای پیشنهادی روش کار در مقیاس زیاد
۱۶۰	فن پنجم نقطه ذوب
۱۶۰	۱-۵: نقطه ذوب

۱۶۱	۵-۲: نقطه ذوب جسم خالص
۱۶۳	۵-۳: اثر ناخالصیها در نقاط ذوب
۱۶۷	۵-۴: حالت‌های دیگری از نحوه ذوب شدن مخلوطها
۱۶۸	۵-۵: روش ها و دستگاههای اندازه گیری نقطه ذوب
۱۷۱	۵-۶: روش تجربی برای تعیین نقطه ذوب
۱۷۹	فن ششم نقطه جوش و تقطیر
۱۸۱	۶-۱: نقطه جوش
۱۸۸	۶-۲: آزمایشهای پیشنهادی:
۱۹۰	۶-۳: تقطیر
۱۹۱	۶-۴: تقطیر ساده
۱۹۴	۶-۵: روشهای تقطیر ساده
۲۰۵	۶-۶: تقطیر در خلاء
۲۱۳	۶-۷: تقطیر جزء به جزء
۲۳۱	۶-۸: تقطیر جزء به جزء محلولهای غیر آئینه آل
۲۳۵	۶-۹: تقطیر با بخار
۲۴۱	۶-۱۰: تصحیح دماسنج
۲۴۳	۶-۱۱: آزمایشهای پیشنهادی و دستور کار
۲۵۱	فن هفتم تصعید Sublimation
۲۵۴	۷-۱: دستگاه تصعید
۲۵۶	۷-۲: آزمایش پیشنهادی و دستور کار
۲۵۸	فن هشتم کروماتوگرافی
۲۵۹	۸-۱: کروماتوگرافی نازک لایه
۲۶۱	۸-۲: موارد استفاده از کروماتوگرافی نازک لایه TLC
۲۶۲	۸-۳: اصول کروماتوگرافی نازک لایه

- ۲۷۵ ۴-۸: آزمایشهای پیشنهادی و روش کار
- ۲۸۱ ۵-۸: کروماتوگرافی ستونی LC
- ۲۹۸ ۶-۸: آزمایش پیشنهادی و روش کار
- ۳۰۱ ۷-۸: کروماتوگرافی ستون خشک
- ۳۱۴ ۸-۸: کروماتوگرافی لحظه ای
- ۳۱۷ ۹-۸: کروماتوگرافی ستونی با کارائی بالا
- ۳۲۴ ۱۰-۸: کروماتوگرافی کاغذی
- ۳۲۸ ۱۱-۸: کروماتوگرافی گازی GLC
- ۳۴۳ فن نهم پلاریمتری
- ۳۴۳ ۱-۹: مخلوطی از ایزومرهای فعال نوری: جداسازی/ تفکیک
- ۳۴۹ ۲-۹: دستگاه اندازه گیری فعالیت نوری (پلاریمتر)

فهرست اشکال

شکل	صفحه
شکل ۱: برخی دستگاههای حرارتی	۳
شکل ۲: آتش سوزی	۴
شکل ۳: دوش آزمایشگاه	۵
شکل ۴: نحوه شکستن صحیح یک لوله شیشه ای	۶
شکل ۵: محل شستشوی چشم	۱۰
شکل ۶: بعضی از ترکیباتی که تولید پراکسید می کند	۲۰
شکل ۷: نحوه تولید پراکسید	۲۰
شکل ۸: علائم	۲۷
شکل ۹: مثالی از نکات ایمنی که در ابتدای دستور کار هر آزمایش وجود دارد	۲۷
شکل ۱۰: الف) ظروف آزمایشگاهی در مقیاس زیاد ب) ظروف آزمایشگاهی در مقیاس کم	۳۶
شکل ۱۱: محل اتصال دو قطعه شیشه ای را باید گریس زد	۳۸
شکل ۱-۱: طرح های مختلفی از حمام بخار	۴۷
شکل ۲-۱: تهیه حمام شن	۴۹
شکل ۳-۱: اجاق الکتریکی و نمونه ای از قطعات آلومینیومی	۵۱
شکل ۴-۱: نمونه ای از منتل حرارتی	۵۲
شکل ۵-۱: دو دستگاه ساده بازروانی الف) مقیاس زیاد ب) مقیاس کم	۵۳
شکل ۶-۱: بازروانی مخلوط واکنش در مقادیر اندک	۵۴
شکل ۷-۱: بازروانی در شرایط خشک	۵۶
شکل ۸-۱: نحوه سوار کردن دستگاه رفلکس همراه با ظرف محتوی معرف	۵۶

- شکل ۶-۳۴: دستگاه تقطیر با بخار آب با روش مستقیم ۲۴۱
- شکل ۶-۳۵: تصحیح دماسنج ۲۴۳
- شکل ۷-۱: نمودار فازهای یک جزء ۲۵۲
- شکل ۷-۲: چند نوع دستگاه تصعید ساده و پیشرفته ۲۵۵
- شکل ۸-۱: مراحل کروماتوگرافی نازک لایه ۲۶۱
- شکل ۸-۲: پوشاندن صفحات کروماتوگرافی نازک لایه در اندازه کوچک (میکرو) ۲۶۶
- شکل ۸-۳: تهیه صفحه کروماتوگرافی نازک لایه در اندازه بزرگ ۲۶۷
- شکل ۸-۴: الف) لوله موئین ب) لکه گذاری ۲۶۸
- شکل ۸-۵: محفظه ظهور ۲۶۸
- شکل ۸-۶: روش سریع برای انتخاب حلال ظهور جهت کروماتوگرافی نازک لایه ۲۷۲
- شکل ۸-۷: دستگاه لامپ UV ۲۷۲
- شکل ۸-۸: اسپری کننده معرفهای ظهور ۲۷۴
- شکل ۸-۹: بر همکنش بین آلومینا با ترکیبات مختلف ۲۸۵
- شکل ۸-۱۰: مراحل جداسازی مخلوط دو ترکیب A, B در کروماتوگرافی ستونی ۲۸۶
- شکل ۸-۱۱: ستونهای کروماتوگرافی ۲۹۱
- شکل ۸-۱۲: ستون کروماتوگرافی ۲۹۲
- شکل ۸-۱۳: انواع منبع ذخیره حلال برای کروماتوگرافی ستونی ۲۹۳
- شکل ۸-۱۴: الف) مقایسه باندهای افقی و غیر افقی در ستون کروماتوگرافی ب) تفکیک نامناسب ۲۹۴
- شکل ۸-۱۵: ستون کروماتوگرافی در عمل شستشو توسط حلال ۲۹۶
- شکل ۸-۱۶: الف) قرار دادن پنبه درون پی پت حجمی ب) کروماتوگرافی

- ۲۹۷ ستونی در مقیاس کم
- ۳۰۳ شکل ۸-۱۷: لوله نایلونی برای کروماتوگرافی ستون خشک
- ۳۰۶ شکل ۸-۱۸: نمودار تعیین قطر و ارتفاع یک ستون خشک
- ۳۰۸ شکل ۸-۱۹: ستون نایلونی پر شده و مراحل جداسازی
- ۳۱۰ شکل ۸-۲۰: الف) شستشوی ستون خشک ب) بریدن ستون خشک
- ۳۱۴ شکل ۸-۲۱: دستگاه کروماتوگرافی لحظه ای
- ۳۱۶ شکل ۸-۲۲: مراحل یک کروماتوگرافی لحظه ای در مقیاس کم
- ۳۱۹ شکل ۸-۲۳: یک دستگاه کروماتوگرافی با کارایی بالا
- شکل ۸-۲۴: نمونه ای از یک پمپ رفت و برگشتی دو سر پرکین - المر
- ۳۲۰
- ۳۲۲ شکل ۸-۲۵: سرنگ تزریق نمونه
- ۳۲۲ شکل ۸-۲۶: ستونهایی که معمولاً برای hplc بکار برده می شوند
- شکل ۸-۲۷: کروماتوگرام آنیلین های دارای گروه استخلافی کلر که توسط
- ۳۲۳ hplc جدا شده اند
- ۳۲۵ شکل ۸-۲۸: کروماتوگرافی کاغذی
- شکل ۸-۲۹: الف) یک ستون انباشته شده برای GC ب) یک ستون موئین
- ۳۲۹
- ۳۳۰ شکل ۸-۳۰: مراحل جداسازی
- ۳۳۰ شکل ۸-۳۱: شمای یک دستگاه کروماتوگرافی گازی
- ۳۳۱ شکل ۸-۳۲: آشکار ساز گرما رسانایی
- ۳۳۲ شکل ۸-۳۳: آشکار ساز یونش شعله ای
- ۳۳۲ شکل ۸-۳۴: واکنشهای شیمیایی در آشکار ساز یونش شعله ای
- ۳۳۳ شکل ۸-۳۵: تجزیه اجزای یک نمونه
- ۳۳۵ شکل ۸-۳۶: اثر پهنای باند در تفکیک اجزا

- شکل ۹-۱: احیاء ۲- بوتانون توسط NaBH_4 و تولید مخلوط راسمیک از ۲ بوتانل
 ۳۴۵
- شکل ۹-۲: تفکیک یک آمین
 ۳۴۶
- شکل ۹-۳: ساختار کمپلکس بین Eu(hfc) و α - فنیل اتیل آمین
 ۳۴۸
- شکل ۹-۴: پیوند بین 3 و 5 - دی بنزوات فینیل گلیسین با ستونکروماتوگرافی کایرال
 ۳۴۹
- شکل ۹-۵: شمای یک دستگاه پلاریمتر
 ۳۴۹
- شکل ۹-۶: دستگاه پلاریمتر
 ۳۵۰

فهرست جداول

صفحه	جدول
۱۵	جدول ۱: برخی مواد شیمیائی ویژه که در آزمایشگاههای آلی بسیار کاربرد دارند
۲۶	جدول ۲: حلالهای معمول آلی
۴۴	جدول ۱-۱: تعدادی از مایعات مناسب برای حمام بخار آورده شده است
۶۳	جدول ۱-۲: چند نوع کاغذ صافی
۸۵	جدول ۱-۳: حلالهای مناسب برای تبلور مجدد
۸۶	جدول ۲-۳: جفت حلالهای معمول برای تبلور مجدد
۱۱۵	جدول ۱-۴: حلالهای استخراج
۱۱۹	جدول ۲-۴: pH مورد نیاز برای استخراج اسیدها و بازهای مختلف
۱۳۶	جدول ۳-۴: خشک کن های جامد
۱۳۷	جدول ۴-۴: خصوصیات حلالها و ماده خشک کن مناسب آنها
۱۵۰	جدول ۵-۴: کافئین موجود در غذاها و داروهای معمولی
۱۷۲	جدول ۱-۵: نقطه ذوب استاندارد
۱۷۷	جدول ۲-۵: نقاط ذوب تعدادی از ترکیبات
۱۸۳	جدول ۱-۶: تغییرات نقطه جوش به ازاء تغییر جزئی فشار
۱۸۵	جدول ۲-۶: نقطه جوش و طول زنجیره برای آلکانهای خطی
۱۸۶	جدول ۳-۶: نقطه جوش و جانشینی گروه هیدروکسیل
۱۸۷	جدول ۴-۶: نقاط جوش الکلهای شاخه دار شدن
۲۰۶	جدول ۵-۶: نقطه جوش بر حسب درجه سانتی گراد در فشارهای پائین
۲۱۵	جدول ۶-۶: تقطیر ساده مخلوط بنزن و تولوئن
۲۲۵	جدول ۷-۶: بشقابک نظری مورد نیاز برای جداسازی مخلوطها
۲۳۳	جدول ۸-۶: آزنوتروپ با جوشش مینیمم

۲۳۴	جدول ۶-۹: آزنوتروپ با جوشش ماکزیمم
۲۳۸	جدول ۶-۱۰: نقطه جوش و ترکیب درصد تقطیر با بخار آب
۲۴۷	جدول ۶-۱۱: بعضی از مایعات معمولی
۲۵۳	جدول ۷-۱: فشار بخار جامدات در نقطه ذوب
۲۶۴	جدول ۸-۱: فعالیت آلومینا
۲۸۹	جدول ۸-۲: ترتیب شستشو جسم حل شونده
۲۹۰	جدول ۸-۳: ستون کروماتوگرافی
۲۹۵	جدول ۸-۴: نسبت حجمی دو حلال
۳۱۰	جدول ۸-۵: حجم حلال برای شستشوی ستونهای کروماتوگرافی خشک در ابعاد مختلف
۳۳۴	جدول ۸-۶: ستونهای ویژه GC
۳۳۷	جدول ۸-۷: فازهای ساکن GLPC
۳۳۸	جدول ۸-۸: تکیه گاههای جامد
۳۴۶	جدول ۹-۱: اسیدها و بازهای فعال نوری برای تفکیک

پیشگفتار

پروردگار را سپاس می گویم که توفیق آن را یافتم تا در تدوین و نگارش کتاب شیمی آلی آزمایشگاهی در سطح کارشناسی و کارشناسی ارشد درباره فنون و روشهای آزمایشگاه شیمی آلی گامی بردارم.

آزمایشگاه شیمی آلی یکی از بنیانی ترین و جالب ترین واحدهای آموزشی دانشگاهی برای رشته های شیمی زیست شناسی مهندسی و دارووسازی می باشد. رمز موفقیت یک دانشجو در فراگیری صحیح عملی و انجام اصول تنوری می باشد.

دستور کار آزمایشگاههای شیمی آلی سالهاست هیچگونه تغییری نیافته است و با توجه به پیشرفت روزافزون علم تصمیم بر بازنگری و تدوین کتابی شد که به روشها و فنون اساسی و پایه همگام با پیشرفتهای بپردازد.

این کتاب عنوان "شیمی آلی آزمایشگاهی اصول فنی و روشها در مقیاس زیاد و کم" علاوه بر اینکه بر اساس سر فصل های مصوب درس آزمایشگاه شیمی آلی تدوین شده مطالب اضافه برای هر فن آزمایشگاهی در دو مقیاس زیاد و کم را نیز بیان نموده است.

در بسیاری از پروژه های تحقیقاتی مواد آلی بسیار ارزشمند و گران قیمت سنتز می شود که هر گرم از آنها هزاران ریال ارزش دارد بنابراین چنین موادی را نمی توان در مقیاسهای زیاد در حد کیلوگرم تهیه نمود بنابراین آشنایی با روشهای مقیاس کم از ارزش بالایی برخوردار است که در این کتاب بدانها نیز اشاره شده است.

کتاب حاضر شامل دو فصل اصلی می باشد که فصل اول مربوط به آشنایی با آزمایشگاه و رعایت اصول ایمنی و فصل دوم در برگیرنده نه فن از فنون اصلی آزمایشگاهی است. بعلاوه کوشش شده تا حد ممکن موثر و قابل استفاده باشد. در تمام فنون آزمایشگاهی علاوه بر ارائه اطلاعات تنوری از شکلهای گوناگون برای نمایش فنون استفاده شده است تا دانشجو با یک نگاه بتواند به راحتی وسیله مورد نظر برای انجام

یک فن آزمایشگاهی را انتخاب کرده و آزمایش را براحتی انجام دهد که در کمتر کتاب فارسی بدین امر مهم پرداخته شده است. بسیاری از شکلها و دستور کارها جدید بوده است و در تدوین آنها از بسیاری از سایتهای اینترنتی استفاده شده است.

با تمام احوال خوانندگان این کتاب ممکن است متوجه نقیصه هایی شوند که امید دارم همکاران محترم دانشگاهی و دانشجویان محترم نظرات اصلاحی خود را از من دریغ ندارند. و با سپاس از تمامی اساتید و همکاران محترم .

کلام آخر، یاد آوری این حقیقت که سالهاست این آرزو را دارم که نخستین نوشته هایم را به نام عزیزانم بیارایم که تمامی عمر خود را فقط و فقط به آرزوی پیشرفت و موفقیت من میوختند و فقط سوختند. سپاسگزار همه خوبیها و فداکاریهایشان، استاد زندگی پدر فرزانه ام پروفیسور سید علی اکبر حسینی (روحش شاد)، و مادرم، هستم و سپاسگزار نعمتهای بی پایان خدای عزیز.

دکتر سیده مونا حسینی سروری

دانشیار بخش شیمی دانشگاه شیراز

۱۳۸۹