



دانشگاه علوم پزشکی و خدمات
بهداشتی درمانی تهران

دانشکده پیراپزشکی

آزمایشگاه شیمی عمومی

مدرس: دکتر ستاره

تدوین: خانم قدیم خانی

دانشکده شیمی

آزمایشگاه شیمی عمومی مکمل مطالب درس نظری است. زیرا آزمایشگاه محیطی است که احتمالاً قسمتی از آن چه را که به صورت نظری آموخته ایم با عمل توأم نموده و بین حقایق نظری و عملی رابطه ای نزدیک تر برقرار کنیم. مهم ترین قسمت در درس آزمایشگاه شیمی عمومی، توجه دانشجویان به فراگیری و به کار بردن تکنیک های عملی است که در رابطه با مواد و وسایل مختلف شیمی آلی منجر به نتایج تجربی بسیار جالبی خواهد گردید. برای حصول این اهداف پیشنهادهایی شده است که شما را در به ثمر رسانیدن اهداف و فراگیری بهتر این درس یاری خواهد کرد:

۱. هرگز آزمایشی را که هدف آن برای شما روشن نباشد، شروع نکنید. بنابراین، هر دانشجو قبل از ورود به آزمایشگاه باید به طور کامل در جریان موضوع مورد آزمایش قرار گرفته باشد. در غیر این صورت انجام آن به طور ناقص و یا تقلیدی صرفاً به نوعی آشپزی ساده تبدیل خواهد شد.

۲. کار عملی، توأم با تمیزی و نظافت در آزمایشگاه است و بی توجهی و کم اهمیتی در به کارگیری وسایل و مواد شیمیایی نه تنها نتایج ناموزون به بار دارد بلکه زمینه خطرات بزرگی را نیز فراهم می سازد.

۳. بر روی هم ریختن مواد شیمیایی توأم با آگاهی، هدف نهایی است. هم چنین اعمالی خودسرانه و بدون مشورت با مربی آزمایشگاه ممکن است به ایجاد خطرات پیش بینی نشده منجر شود. حال آن که به کار بردن ذوق و سلیقه شخصی و یا هر نوع ابتکار که احتمالاً به امور پژوهشی یا تحقیقاتی مربوط به این علم منجر می شود، باید با مشورت مربی آزمایشگاه صورت گیرد.

۴. زمان متوقف ساختن و یا قطع هر قسمت از آزمایش که به علت عدم دقت کافی صورت می گیرد، بهتر است طوری در نظر گرفته شود که ماده واسطه و یا نگهداری شده پایدار باشد.

۵. در آزمایشگاه باید ناظری دقیق بر مشاهدات بود و از تحولات مختلف هر واکنش در وقت لازم یادداشت برداری نمود و مواردی از قبیل تغییر رنگ، انجماد، انبساط، نحوه حرارت دادن و یا سرد کردن را که اغلب در تحلیل خصوصیات مجهول مفید است مورد توجه قرار داد.

۱-۱ اصول ایمنی در آزمایشگاه

آزمایشگاه‌های شیمی، عموماً اماکن خطرناکی هستند زیرا در آزمایشگاه مواد قابل اشتعال، لوازم شیشه‌ای و مواد مختلفی که هر یک به نحوی در ایجاد مسمومیت و آسیب رساندن به بدن مضر هستند وجود دارد، از طرفی چنان چه کلیه اصول ایمنی به موقع مورد توجه قرار گیرند این گونه خطرات احتمالی به حداقل مقدار خود تقلیل یافته و شاید یک آزمایشگاه از لحاظ خطر در ردیف یک آشپزخانه قرار گیرد.

معمولاً درصد اتفاقات در آزمایشگاه‌های آموزشی مدارس و یا دانشگاه‌ها نسبت به صنایع شیمیایی بیشتر به چشم می‌خورد، شاید دلیل آن عدم رعایت اصول ایمنی در آزمایشگاه است. خطرات ناشی از عدم رعایت اصول ایمنی در آزمایشگاه‌های شیمی به سه دسته تقسیم می‌شود.

۱. آتش سوزی یا انفجار

۲. تماس با مواد شیمیایی

۳. ابزار و وسایل شیشه‌ای

با توجه به این که چشم بیشتر از سایر اندام‌ها در معرض خطر است، استفاده از عینک ایمنی در آزمایشگاه در هر شرایطی الزامی است.

۱-۲ پیشگیری‌های لازم برای حوادث ناشی از آتش سوزی و یا انفجار:

۱. در آزمایشگاه شیمی حتی المقدور از به کار بردن شعله باید خودداری شود.

۲. چنان چه ناگزیر از به کار بردن شعله هستید، رعایت نکات زیر الزامی است:

الف) هرگز در ظرف سر باز ماده آلی قابل اشتعال را حرارت ندهید.

ب) چنان چه ماده آلی آتشگیری در حال تقطیر یا رفلکس است برای پیشگیری از انتقال شعله به دستگاه و احتمال نشت کردن، دستگاه را به طور کامل کنترل نمایید تا دچار حریق نشود.

ج) هرگز در نزدیکی شعله چراغ، مواد آلی فرار و قابل اشتعال را قرار ندهید، حتی در موقع انتقال از ظرفی به ظرف دیگر در محیط باز امکان آتشگیری را کاهش دهید.

د) در موقع تقطیر بهتر است قسمت خروجی را که مایع تقطیر شده از آن خارج می‌گردد در معرض شعله قرار ندهید.

۳. هرگز یک سیستم بسته را که در فشار زیاد کار می‌کند حرارت ندهید. زیرا افزایش فشار در ظرف سر بسته منجر به انفجار و آتش گرفتن مواد مورد نظر خواهد شد.

۴. در واکنش‌های گرمازا قبلاً پیش‌بینی‌های لازم در جهت به موقع خنک کردن ظرف مورد نظر را بنمایید.

۵. به طور کلی محیط آزمایشگاه را خوب شناسایی کرده، محل‌های دستگاه اطفای حریق را به خاطر بسپارید.

۱-۳ پیشگیری‌های لازم برای حوادث مربوط به مواد شیمیایی

۱. از تماس هر گونه مواد شیمیایی با پوست بدن خودداری کنید. برای این منظور، انتقال مواد جامد و مایع از ظرفی به ظرف دیگر باید به طور صحیح انجام گیرد. در صورت تماس هر گونه ماده شیمیایی با پوست بدن، ابتدا با آب و صابون کافی محل را بشویید. آن گاه مربی آزمایشگاه را مطلع کنید. مخصوصاً از تماس مواد شیمیایی با هر گونه جراحت یا زخم خودداری کنید. هرگز از حلال‌های شیمیایی موجود در آزمایشگاه برای پاک کردن لکه‌های ناشی از سایر مواد بر روی پوست یا لباس استفاده نکنید. همیشه در پایان هر جلسه آزمایشگاه دست‌ها را کاملاً با آب و صابون بشویید.

۲. معمولاً نیازی به چشیدن هیچ گونه ماده شیمیایی در آزمایشگاه وجود ندارد.

۳. از استنشاق هر گونه بو، دود و بخارات ناشی از مواد مختلف در آزمایشگاه پرهیز کنید.

۴. درهای آزمایشگاه همیشه باید باز باشد و راه‌های خروج اضطراری را به خاطر داشته باشید.

۵. هر نوع ماده شیمیایی که در آزمایشگاه پاشیده شده است باید بلافاصله پاک گردد. زیرا بر اثر گذشت زمان آثار نامطلوب بر روی زمین یا میز کار خواهد گذاشت.

۶. از محل خاموش کننده‌ها مطلع باشید و طرز کار با آن‌ها را بدانید. مثلاً خاموش کننده‌های دی‌اکسید کربن برای شعله‌های کوچک ناشی از مایع‌های آتشگیر، روغن‌ها و دستگاه‌های الکتریکی کوچک مفید است، ولی برای خاموش کردن شعله‌های منیزیم یا سدیم نباید به کار روند. از خاموش کننده‌های اسید و سود فقط برای

خاموش کردن مواد محترقه معمولی استفاده می‌شود و نباید از آن‌ها به جای خاموش کننده‌های دی‌اکسید کربن استفاده نمود.

۱-۴ پیشگیری‌های ایمنی مربوط به لوازم شیشه ای

۱. مهم‌ترین توصیه برای کاهش خطرات ناشی از ظروف شیشه‌ای آن است که از هر گونه فشار بی‌مورد بر این گونه وسایل خودداری گردد. چنانچه اتفاقی از این قبیل افتاد بهتر است مربی آزمایشگاه را مطلع نمایید.
۲. برای اتصال ظروف رده دار بیشتر از چوب پنبه یا در لاستیکی و یا لوله شیشه ای استفاده شود. ظروفی از قبیل بورت، قیف جداکننده و یا ظروف تقطیر همیشه قبل و بعد از مصرف، روغن کاری شوند.
۳. لوازم شیشه ای رده دار بلافاصله بعد از مصرف باید شسته شوند و دوباره در صورت لزوم روغن کاری شوند.
۴. روال عادی برای شستشوی ظروف شیشه ای ابتدا با آب و مایع ظرفشویی، سپس با مختصری استون و بالاخره چنانچه به تمیز کننده قوی‌تری نیاز باشد می‌توان از کرومیک اسید و یا در بعضی موارد از مخلوط اتانول و سود استفاده کرد.
۵. بهتر است چربی ظروف شیشه‌ای را در حد امکان قبلاً با پارچه‌ای پاک کرد و سپس به یکی از روش‌های ذکر شده در بالا تمیز نمود.

۱-۵ چنانچه حادثه‌ای اتفاق افتاد چه باید کرد؟

الف) آتش سوزی

۱. ابتدا خودتان را فوری از محیط شعله دور کنید، بلافاصله به مربی آزمایشگاه اطلاع دهید، آن‌گاه به اتفاق و فوراً چاره‌اندیشی کنید.
۲. در صورت امکان از پیشرفت شعله جلوگیری نمایید. برای این منظور هر نوع ماده آتش‌گیر را از کنار شعله دور کنید.
۳. چنان چه مجبور به استفاده از دستگاه حریق خاموش کن شدید، بهتر است دهانه خروجی لوله آن را در پایین ترین نقطه شعله آتش نگه دارید.

۴. اگر لباس‌تان طعمه حریق شد، شروع به دویدن نکنید. زیرا با این عمل احتمال سوختن بیشتر می‌شود.
۵. در موقعی که لباس شما شعله‌ور شد، بهتر است روی زمین بغلتید و سعی کنید که شعله به سر و صورت شما نرسد.
۶. در صورت بروز مرحله ۵ بهتر است بقیه افراد با پتوهای مخصوص به کمک بشتابند.
۷. در صورت سوختگی شدید فوراً به پزشک مراجعه کنید، مواد چرب را بر روی ناحیه سوخته شده قرار ندهید زیرا ممکن است مداوای بعدی را مشکل سازد. سوختگی‌های کوچک را می‌توان با پماد سوختگی معالجه کرد.
۸. یک دوش آب سرد که در آزمایشگاه وجود دارد می‌تواند بسیار مفید باشد.

ب) سوختن با مواد شیمیایی

۱. هنگام سوزش و یا خارش در پوست بدن (در آزمایشگاه) بلافاصله موضع را با آب و صابون بشویید.
۲. چنان‌چه سوختگی ضعیف و سطحی است ابتدا با آب و صابون موضع را بشویید و سپس محلول ۱۰٪ سدیم تیوسولفات به مدت ۳ ساعت استفاده کنید و یا از پمادهای سوختگی معمولی استفاده کنید. در غیر این صورت فوراً به پزشک مراجعه کنید.
۳. در صورتی که ماده‌ای با اثر خورندگی قوی با چشم شما تماس داشته، بلافاصله با مقدار زیادی آب شسته شود. استفاده از دوش مخصوص چشم مفید است، سپس به پزشک مراجعه شود.

۱-۶ عینک‌های ایمنی

- چشم‌ها جراحات پذیر می‌باشند. جراحات ممکن است از پاشیدن قطرات مواد شیمیایی خورنده یا بریدن به وسیله شیشه و مواد جامد به وجود آید. عینک‌های ایمنی با کناره‌های محافظت کننده یا عینک‌های نقابی را باید در تمام مدتی که در آزمایشگاه مشغول کار هستید بپوشید.
- عینک‌های طبی را نمی‌توان جانشین عینک‌های ایمنی نمود و باید پوشش‌های پلاستیکی برای آن‌ها تهیه کرد. عینک‌های نقابی بهتر از عینک‌های ایمنی می‌توانند از چشم‌ها محافظت کنند.

۷-۱ جراحات و بریدگی‌ها

۱. بریدگی جزئی ممکن است با به کار بردن صحیح کمک‌های اولیه درمان شود.
۲. چنان‌چه بریدگی جدی و عمیق باشد باید به پزشک مراجعه کرد.
۳. چنان‌چه خونریزی شدید ناشی از بریدن موضعی عارض گردد، بهتر است بالای بریدگی را محکم بسته و بلافاصله به پزشک مراجعه کرد.

۸-۱ روپوش آزمایشگاه

- به منظور محافظت لباس از خسارت ناشی از مواد شیمیایی و هر نوع حادثه در آزمایشگاه، مطلوب است که روپوش آزمایشگاهی، یا پیش بند لاستیکی مورد استفاده قرار داد.
- برای آزادی حرکات بازو، روپوش آزمایشگاهی نباید آستین‌های تنگ و چسبیده داشته باشد. در ضمن آستین‌های بیش از حد گشاد و آویزان، باعث افتادن وسایل شکستنی می‌گردند. روپوش‌های از جنس قابل اشتعال، باعث ایجاد خطرات جدی آتش‌سوزی در آزمایشگاه شیمی می‌گردند.
- کفش‌ها باید راحت باشد پنجه‌ها و قسمت‌های پشت پا را از پنجه تا مچ بپوشاند.
- در آزمایش‌هایی که لازم است از دستکش استفاده شود پوشیدن دستکش از نوع مقاوم، مطلوب است. دستکش‌های ارزان قیمت یک بار مصرف از جنس پلی‌اتیلن هم محافظ بهتری هستند که باید در دسترس باشند.

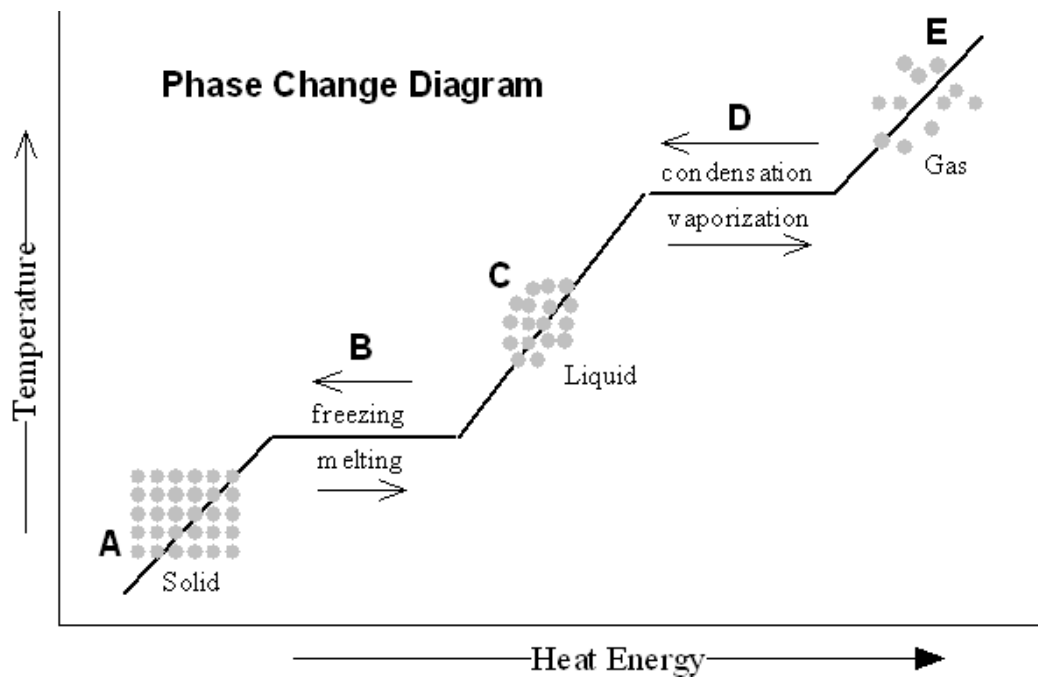
آزمایش شماره ۱

تعیین دمای ذوب به روش میکرو

۱-۱ مقدمه

در اثر جذب انرژی، آرایش منظم ذرات در یک ترکیب جامد و بلوری به آرایش نامنظم (حالت مایع) تبدیل می‌شود. این عمل را ذوب می‌گویند. پدیده ذوب وقتی روی می‌دهد که انرژی گرمایی بر نیروهای بین مولکولی که ذرات را در حالت جامد نگه می‌دارند فایق آید. نقطه ذوب یک ترکیب دمایی است که در آن، جسم به صورت مایع درمی‌آید. در این دما فشار بخار مایع و فشار بخار جامد برابرند و دو فاز مایع و جامد در حال تعادل هستند. دمای ذوب یک جسم خالص در طول عمل ذوب ثابت می‌ماند. در این دما فشار بخار مایع و فشار بخار جامد برابرند و دو فاز مایع و جامد در حال تعادل هستند. دمای ذوب یک جسم خالص در طول عمل ذوب ثابت می‌ماند. به عبارت دیگر، اگر به مخلوط مایع و جامد یک جسم خالص گرما بدهیم، تا وقتی که تمام جامد به مایع تبدیل نشود، دمای جسم بالا نمی‌رود و چنان چه گرم کردن متوقف شود، تا زمانی که تمام مخلوط جامد نشده است، دما پائین نمی‌رود. در شکل ۱-۱ رابطه بین تغییر فاز، حرارت کل داده شده و درجه حرارت مربوط به یک ترکیب خالص نشان داده شده است.

برخی از جامدات آلی در دمای ذوب شدن یا پیش از آن بر اثر گرما تجزیه می‌شوند. در این صورت می‌توان به جای نقطه ذوب دمای تجزیه را به عنوان یک خاصیت فیزیکی مورد استفاده قرار داد. بعضی از مواد فشار بخار بالایی دارند، به طوری که در نقطه ذوب خود یا پیش از آن تصعید می‌شوند. در این گونه موارد تعیین نقطه ذوب در لوله در بسته انجام می‌شود. بعضی مواد قبل از ذوب شدن حلال تبلور خود را از دست می‌دهند (عرق می‌کنند) در این حالت اولین قطره مایع دیده شده نقطه ذوب واقعی است.



شکل ۱-۱: تغییرات فاز با درجه حرارت و زمان

نقطه ذوب مشاهده شده به چندین عامل بستگی دارد: اندازه نمونه، کیفیت جزئی از نمونه، سرعت گرم کردن، خلوص و ماهیت نمونه. سه عامل اول باعث می‌شوند که نقطه ذوب مشاهده شده با نقطه ذوب حقیقی تفاوت پیدا کند، زیرا این عوامل زمان انتقال حرارت از مایع گرم به نمونه و هدایت آن در داخل نمونه را تغییر می‌دهند. هم چنین اگر مایع خیلی سریع گرم شود درجه حرارت گرماسنج از درجه حرارت حقیقی مایع عقب می‌ماند.

۲-۱ تصحیح دماسنج

درجه حرارت‌های ثبت شده در حین عمل تعیین نقطه ذوب یا نقطه جوش در آزمایشگاه با دماسنج معمولی خوانده می‌شود. چندین منبع خطا بر آن وجود دارد: دو خطای عمده نسبت به بقیه، سرد شدن جیوه در قسمت ستون جیوه که در تماس با جو است و دیگری درجه‌بندی مقیاس دماسنج تصحیح نشده می‌باشد.

هنگامی که از یک دماسنج طویل ۲۵۰ تا ۳۰۰ میلی‌متر استفاده می‌شود، ستون جیوه دماسنج در همان درجه حرارت حباب جیوه آن نیست، در واقع قسمتی از ستون جیوه دماسنج که بالاتر از سطح حمام نقطه ذوب (یا دهانه بالن تقطیر) قرار گرفته است توسط جو احاطه گردیده و سرد می‌شود. در نتیجه حرارت ثبت شده پایین‌تر از درجه حرارت واقعی حمام نقطه ذوب (بخار در بالن تقطیر) می‌باشد. برای نقاط جوش کمتر از ۱۰۰ درجه این سرد شدن، باعث خطای قابل ملاحظه‌ای نمی‌شود.

برخی دماسنج ها دارای مقیاس‌های مدرجی هستند که قبلاً برای ۷۶ میلی‌متر غوطه‌وری ستون جیوه تصحیح انجام شده است و درجه حرارت خوانده شده نباید تصحیح شود. در چنین دماسنج‌هایی علامتی روی ستون جیوه در ارتفاع ۷۶ میلی متر انتهای حباب جیوه (مخزن) رسم شده است.

بسیاری از خطاهای مربوط به خواندن درجه حرارت در کار عادی آزمایشگاهی می‌تواند به علت عدم تصحیح درجه بندی دماسنج باشد. برای اطمینان از صحیح بودن دماسنج می‌توان آن را با چندین درجه حرارت برای نقاط ذوب جامدهای خالص یا نقاط جوش مایعات خالص و مقایسه آن‌ها با نقطه ذوب و جوش معلوم آزمایش نمود. درجه حرارت‌های استاندارد در جدول ۱-۲ نشان داده شده است.

جدول ۱-۲ درجه حرارت‌های استاندارد برای تصحیح دماسنج

جامد	نقطه ذوب (°C)	مایع	نقطه جوش در mmHg ۷۶۰
یخ	۰	استون	۵۶/۱
پارا دی کلرو بنزن	۵۳	متانول	۶۵
نفتالین	۸۰	هگزان	۶۸
استانیلید	۱۱۴	اتانول	۷۸
بنزویک اسید	۱۲۱/۷	ایزوپروپیل الکل	۸۲
اوره	۱۳۲	آب	۱۰۰
بنزلیک اسید	۱۵۰	آنیلین	۱۸۴/۴
سالیسیلیک اسید	۱۵۷	نیتروبنزن	۲۱۰/۹
آنتراسن	۲۱۶	۲-برومو نفتالین	۲۸۱/۱

برای پیشگیری از هر گونه خطای اندازه‌گیری نقطه ذوب، لازم است به نکات زیر توجه شود:

الف) عمل حرارت دادن به آرامی انجام شود.

ب) دماسنج قبلاً با نقاط ذوب اجسام معلوم تصحیح شود.

ج) توجه به عمل تصعید برخی مواد آلی ضروری است.

د) حداقل ۲ تا ۳ بار نقطه ذوب جسم معلوم را اندازه‌گیری نموده، دقت شود که تفاوت‌ها بسیار ناچیز باشد (حداقل یک درجه سانتی‌گراد).

دمای ذوب هر ماده بلوری خالص، یک خاصیت فیزیکی آن ماده است و می‌توان از آن برای شناسایی یک ترکیب استفاده کرد. به طور کلی افزایش تدریجی و پی‌در‌پی ناخالصی به یک ماده خالص سبب می‌شود که به نسبت مقدار ناخالصی افزوده شده نقطه ذوب کاهش یابد.

۱-۳ تعیین دمای ذوب

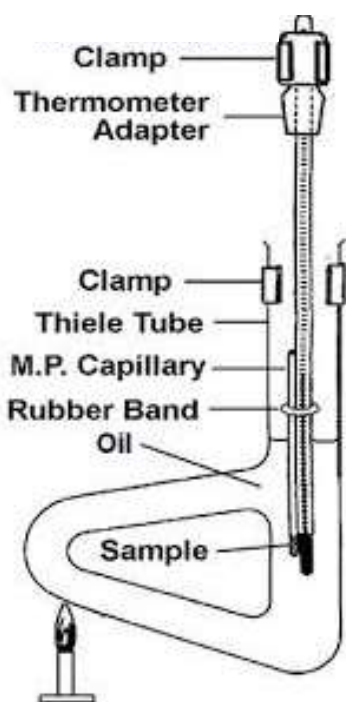
دمای ذوب را عمدتاً به دو طریق زیر تعیین می‌کنند:

۱- لوله تیل

۲- دستگاه‌های اندازه‌گیری دقیق میکروسکوپی

۱-۴-۱ لوله تیل

لوله تیل وسیله ساده‌ای است که به سهولت قابل دسترسی است و به نحوی طراحی شده است که وقتی در آن روغن می‌ریزیم و لوله را گرم می‌کنیم، در آن تبادل گرمایی صورت می‌گیرد. به نحوی که توزیع دما در سراسر روغن داخل لوله یکنواخت می‌شود. چنان‌چه لوله تیل در دسترس نباشد از یک بشر کوچک ۵۰ یا ۱۰۰ میلی‌لیتری می‌توان به عنوان حمام روغن استفاده کرد.



شکل ۱-۲ اندازه گیری نقطه ذوب به وسیله لوله تیل

۱-۴-۲ دستگاه اندازه گیری نقطه ذوب

با استفاده از دستگاه‌های میکروسکوپی نیز می‌توان نقطه ذوب نمونه را به صورت دقیق اندازه‌گیری نمود.



شکل ۳ دستگاه اندازه گیری نقطه ذوب

۱-۵ روش کار

مقدار کمی از ترکیب جامد را در هاون بسایید و به صورت پودر نرمی درآورید. یک لوله موئین به قطر حدود ۱-۲ میلی متر به طور حدود ۱۰ سانتی متر بردارید و یک انتهای آن را با استفاده از شعله مسدود کنید. انتهای باز لوله را در توده نرم شده فرو کنید تا مقداری از نمونه داخل لوله شود. سپس ته لوله را چند بار آهسته روی میز بزنید تا تمام پودر در انتهای آن قرار گیرد. سپس یک لوله شیشه‌ای به طول تقریبی یک متر را که ابتدا و انتهای آن باز است به طور عمودی روی میز قرار دهید و لوله موئین را از سمت انتهای بسته در آن رها کنید. طوری که ارتفاع نمونه درون لوله موئین به ۲-۳ میلی متر برسد. سپس لوله موئین را به کمک یک نخ یا کش به دماسنج متصل کنید به طوری که انتهای لوله موئین و بخش جیوه ای دماسنج هم تراز شوند (شکل ۱-۲). اکنون دماسنج و لوله موئین را به کمک پایه و گیره در داخل حمام روغن یا لوله تیل مطابق شکل ۱-۲ قرار دهید. حمام یا لوله تیل محتوی روغن را به آهستگی با شعله (چراغ بونزن) گرم کنید به طوری که ماکزیمم هر یک دقیقه ۲-۳ درجه سانتی گراد دما بالا برود. دمای ابتدا، وسط و انتهای ذوب شدن را از روی درجات دماسنج با دقت بخوانید و یادداشت کنید. تفاضل بین شروع نقطه ذوب و انتهای نقطه ذوب را دامنه ذوب می‌گویند. اگر دمای ذوب، یک ترکیب شناخته شده نیست معمولاً دو لوله موئین حاوی ترکیب آماده می‌کنند. با لوله موئین اول نقطه ذوب را سریعاً اندازه می‌گیرند. سپس دمای حمام یا لوله تیل را با دستمال مرطوب تا حدود ۳۰ درجه کاهش می‌دهند و با استفاده از لوله موئین دو نقطه ذوب را به آرامی و با دقت تعیین می‌کنند. اگر لوله موئین در دسترس نباشد با استفاده از یک لوله شیشه‌ای به قطر حدود ۵/۰ سانتی متر و طول ۲۵ سانتی متر لوله موئین بسازید.

اگر دستگاه میکروسکوپی در اختیار داشته باشید لوله‌های موئین را در داخل دستگاه گذاشته و ابتدای ذوب، وسط ذوب و انتهای ذوب را بخوانید و در دفترچه خود یادداشت کنید.

پرسش ها

۱. نقطه ذوب نمونه مجهول را به مسئول آزمایشگاه گزارش کنید.
 - ابتدای نقطه ذوب = ؟ وسط نقطه ذوب = ؟ انتهای نقطه ذوب = ؟
 ۳. نقطه ذوب را تعریف کرده و بگویید که به چه عواملی بستگی دارد.
 ۴. برای اندازه گیری دمای ذوب، چرا جسم را باید به صورت گرد درآوریم؟
 ۵. اگر انتهای لوله موپین خوب بسته نشده باشد چه اتفاقی می افتد؟
 ۶. چگونه از طریق تعیین دمای ذوب به خالص بودن ماده آلی پی می بریم؟
 ۷. منحنی تغییرات فاز با زمان و درجه حرارت را برای نمونه معلوم و مجهول رسم کنید.
 ۸. به نظر شما چه خطاهایی در آزمایش تعیین نقطه ذوب وجود دارد.
 ۹. اثر موارد زیر بر نقطه ذوب چیست؟
تقارن مولکولی، فشار، ایزومرها، پیوندهای بین مولکولی، ناخالصی ها
 ۱۰. در آزمایش تعیین نقطه ذوب اگر عمل حررت دادن را با سرعت افزایش دهید چه اتفاقی خواهد افتاد؟
 ۱۱. غیر از نقطه ذوب کدام ثابت های فیزیکی دیگر در تشخیص و شناسایی مواد آلی کاربرد دارند؟
 ۱۴. به چه دلیل نباید نمونه ای را که یک بار نقطه ذوب آن را تعیین کرده اید دوباره به کار ببرید؟ به نظر شما چه تغییرات فیزیکی یا شیمیایی در این نمونه اتفاق افتاده است؟
- برای جلسه بعد پیش گزارش بنویسید.
- میز کارتان را تمیز کنید و تحویل دهید و سپس آزمایشگاه را ترک کنید.

آزمایش شماره ۲

تعیین دمای جوش به روش میکرو

۱- مقدمه

فشار بخار مایعات، بر اثر گرم شدن آن‌ها زیاد می‌شود تا حدی که فشار بخار مایع برابر فشار هوا می‌شود.

در این حالت جوشیدن مایع قابل رویت است. این دما را نقطه جوش یا دمای جوش می‌نامند. با کاهش فشار، نقطه جوش نیز پایین می‌آید زیرا انرژی گرمایی کمتری برای برقراری تعادل بین فشار بخار مایع و فشار هوا لازم است. نقطه جوش در فشار یک اتمسفر را نقطه جوش عادی (نرمال) می‌گویند.

فرایند تبخیر و سپس میعان مجدد یک مایع را تقطیر می‌گویند. این روش برای جدا کردن مخلوط چند جزء که نقاط جوش متفاوتی دارند سودمند است. هم‌چنین یک روش اساسی برای تخلیص مایعات به شمار می‌آید. نقطه جوش مایع خالصی که در طول عمر تقطیر تجزیه نمی‌شود، دقیق و در تمام مدت جوش ثابت است.

تعیین نقطه جوش (bp=boiling point) با دو روش به آسانی امکان پذیر است:

استفاده از این دو روش به مقدار ماده موجود بستگی دارد.

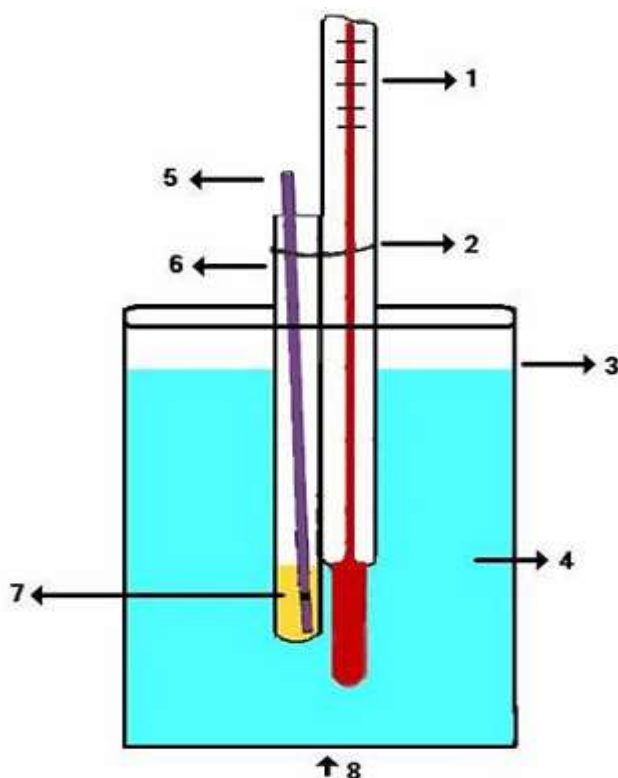
۱. چنان‌چه مایع به مقدار کافی یا زیاد در دسترس باشد، نقطه جوش آن را می‌توان به روش تقطیر ساده و به کمک دماسنج تعیین کرد.

۲. در صورتی که مقدار مایع کم باشد، از روش نقطه جوش میکرو استفاده می‌شود.

۲-۱ روش کار

در این روش از لوله آزمایشی به قطر داخلی ۵ میلی‌متر و طول تقریبی ۱۲ سانتی‌متر استفاده می‌شود. مقداری از مایع مورد نظر (۰/۲ تا ۰/۵ میلی لیتر) را به وسیله پی‌پت یا قطره‌چکان به درون لوله آزمایش بریزید. بعد از این لوله را به وسیله نخ یا نوار لاستیکی به دماسنج ببندید. همان‌گونه که در تعیین نقطه ذوب عمل کردید، موزن باشد که حلقه لاستیکی در بالای سطح مایع باشد. انتهای لوله و دماسنج باید در یک سطح باشند.

این مجموعه را در حمام روغن یا لوله تیل قرار دهید سپس لوله موئین را که وسط آن مسدود شده است را به درون لوله آزمایش کوچک بیندازید و مجموعه را به آرامی گرم کنید.



شکل ۲-۱: ۱- دماسنج ۲- بند لاستیکی ۳- بشر ۴- پارافین مایع ۵- لوله موئین ۶- لوله با قطر ۴ میلی‌متر، ۷- نمونه مایع ۸- شعله

پس از مدتی گرم کردن، جریان منظم و یکنواختی از حباب هوا از انتهای لوله موئین خارج می‌شود. در این مرحله دمای دماسنج را یادداشت کنید. با سرد شدن تدریجی لوله تیل سرعت خروج حباب کم می‌شود و لحظه ای فرا می‌رسد که جریان حباب هوا قطع می‌شود و سپس مقداری از مایع وارد لوله موئین می‌شود. در این لحظه نیز عدد دماسنج را بخوانید و ثبت کنید. این دما، نقطه جوش مایع است. سپس حرارت دادن را ادامه

دهید وقتی که تمام مایع از لوله مویین خارج شد نیز دمای دماسنج را بخوانید و یادداشت کنید. در تعیین نقطه جوش به روش میکرو مشکلاتی به شرح زیر پیش می آید:

چون مقدار مایع اندک است، در صورت افزایش ناگهانی گرما احتمال بخار شدن آن وجود دارد، و یا این که ممکن است نقطه جوش به دست آمده بیشتر از مقدار واقعی باشد. اگر گرم کردن کافی نباشد، در نزدیکی نقطه جوش، در صورت گرما، ممکن است مایع از لوله آزمایش، وارد لوله مویین شود، زیرا در این لحظه فشار بخار مایع پایین تر از فشار هواست. نقطه جوش به دست آمده در این روش به علت تجربه ناکافی آزمایش کننده و خطای چشم، تقریبی، و غالبا کمتر از مقدار واقعی است.

پرسش ها

۱. نقطه جوش نمونه مجهول را به مربی آزمایشگاه گزارش کنید.

خروج حباب‌های یکنواخت به صورت جویباری؟ $T1 = \dots\dots\dots$

قطع خروج حباب ها و تمایل به ورود مایع در لوله موئین ؟ $T2 = \dots\dots\dots$

خارج شدن مایع از لوله موئین ؟ $T3 = \dots\dots\dots$

۳. به نظر شما چه خطاهایی در آزمایش تعیین نقطه جوش به روش میکرو وجود دارد.

۴. اثر موارد زیر بر نقطه جوش چیست؟

تقارن مولکولی، فشار، ایزومرها، پیوندهای بین مولکولی، قطبیت، ناخالصی

۵. به نظر شما چه خطاهایی در تعیین نقطه جوش وجود دارد؟

- برای جلسه بعد پیش گزارش بنویسید.

- میز کارتان را تمیز کنید و تحویل دهید و سپس آزمایشگاه را ترک کنید.