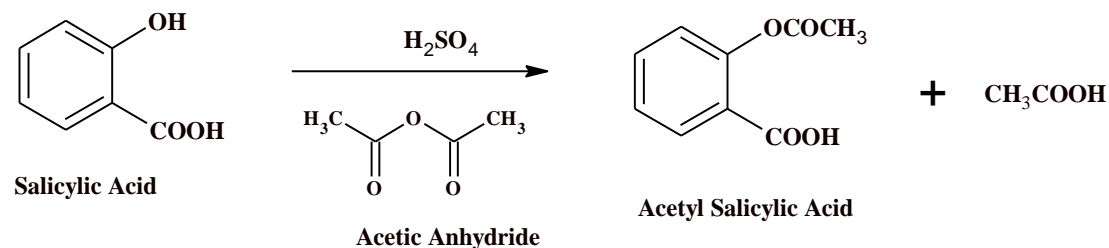


دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی
جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلیشن گروه فنلی

توضیح تئوری آزمایش:

استیلیشن (استیله شدن) برای گروه OH فنلی با استفاده از انیدرید استیک در حضور مقدار کمی اسید سولفوریک غلیظ به عنوان کاتالیزور انجام می گیرد.

استیله شدن گروه OH فنلی در اسید سالیسیلیک (ارتو هیدروکسی بنزویک اسید) تولید استیل سالیسیلیک اسید (ASA = Acetyl Salicylic Acid) یا آسپیرین (aspirin) می نماید.



پرسش کلاسی اول: مکانیسم واکنش استیله شدن گروه فنل در اسید سالیسیلیک را بنویسید.

چرا در این واکنش استفاده از اسید استیک به جای اسید سولفوریک به عنوان کاتالیزور مناسب نیست؟



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلیشن گروه فنلی

مواد مورد نیاز: اسید سالیسیلیک، انیدرید استیک، اسید سولفوریک غلیظ (۹۸٪)، اتانول، آب مقطر، یخ، حلال های TLC: کلروفرم، اتیل استات،

متانول

پرسش کلاسی دوم: جدول اطلاعات MSDS برای مواد مطرح در این واکنش را کامل نمایید.

Chemical Name	Molecular Weight	Solid / Liquid	Consumed Amount in Protocol in mg or mL & in mol	Safety / Toxicity Notes
Salicylic acid	C ₇ H ₆ O ₃ : Mwt = 138.12			
Acetic anhydride	C ₄ H ₆ O ₃ : Mwt = 102.09 d = 1.0820 g/mL			
Sulfuric acid				
Aspirin	C H O: Mwt =			

وسایل مورد نیاز: سه عدد بشر بزرگ (۲۵۰ میلی لیتری)، یک بالن ته گرد (۱۰۰ میلی لیتری) همراه با درپوش مناسب، کندانسور یا مبرد، کریستالیزور،

گیره، پایه، هیتر استیرر (heater stirrer)، اسپاتول، پیپت، پیپت پاستور، همزن شیشه ای، استوانه مدرج، یک بشر ۵۰ میلی لیتری، ارلن خلا، قیف

بوخزر، کاغذ صافی، یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری، قیف شیشه ای، شیشه ساعت، تانک TLC، کاغذ TLC برش خورده، لوله موئینه



دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی
جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلیشن گروه فنلی
روش کار:

۱) سوار کردن سیستم (apparatus) برای اجرای واکنش:

الف- هیتر استیرر را بر روی پایه فلزی به صورت ثابت قرار داده، یک کریستالیزور یا بشر بزرگ (۲۵۰ میلی لیتری) را روی صفحه هیتر استیرر قرار دهید.

ب- سپس بالن ته گرد تمیز و خشک را با استفاده از یک گیره در ارتفاع مناسبی با فاصله کافی از سطح کف کریستالیزور یا بشر متناسب با اندازه بالن تنظیم و ثابت نمایید؛ یک مگنت را به داخل بالن واکنش وارد کرده، با تنظیم پیچ استیرر قدرت و سرعت هم خوردن در داخل ظرف را ارزیابی کرده، سپس پیچ استیرر را بسته مگنت را به حالت ساکن در داخل بالن در آورید.

پرسش کلاسی سوم: دستگاه هیتر استیرر با استفاده از چه سیستمی شرایط هم خوردن محتویات واکنش با مگنت را فراهم می سازد؟ با تصویر نشان دهید.

ج- یک کندانسور یا مبرد، با سایز متناسب با دهانه بالن، را که دو شلنگ پلاستیکی بر روی شیارهای ورودی و خروجی جریان آب شیر (آب شهر (tap water)) در آن ثابت شده، با استفاده از یک گیره مستقل در ارتفاع مناسب بر روی بالن به پایه متصل نمایید.

پرسش کلاسی چهارم: نقش کندانسور چیست؟ مسیر آب ورودی و آب خروجی آن چگونه است؟ با تصویر نشان دهید.

د- تهیه حمام آب (water bath): مقداری آب از آب شیر (آب شهری) را در داخل یک کریستالیزور یا بشر واکنش بریزید، به طوری که حدود نیمی از بالن واکنش در زمان اجرای سنتز در داخل آب قرار گیرد.

• معمولاً قبل از وارد کردن مواد واکنش در داخل بالن واکنش بهتر است موقعیت برای بالن خالی از مواد در اتصال به مبرد در داخل حمام آب تنظیم شده باشد.

پرسش کلاسی پنجم: دلیل کاربرد حمام آب در سنتز چیست؟ حمام بخار آب با حمام آب چه تفاوتی دارد؟



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

ه- یک دماسنج جیوه ای را با استفاده از سیم مسی یا نخ کاموا به گیره نگاهدارنده بالن به صورتی متصل نمایید که دمای داخل کریستالیزور یا بشر را نشان دهد.

- توجه کنید که بهتر است انتهای دماسنج در داخل آب حمام آب غوطه ور بوده، از کف ظرف کریستالیزور یا بشر کمی فاصله داشته باشد.
- و- پیچ دمای هیتر را تدریجی طوری تنظیم نمایید که دمای حمام آب تهیه شده در محدوده دمایی ۶۰ درجه سانتیگراد حفظ شود.
- در حالیکه به تنظیم شدن دمای حمام آب توجه دارید، مرحله ۲، آماده سازی محتویات بالن واکنش، را انجام دهید:

۲) آماده سازی محتویات بالن واکنش: بالن ته گرد (ظرف واکنش) را با داشتن درپوش مناسب در موقعیتی ثابت قرار دهید؛ برای این هدف از استند چوبی

یا یک گیره و پایه آزاد دیگر استفاده کنید. در ادامه مواد اولیه و واکنشگر را به ترتیب زیر به داخل بالن واکنش اضافه کنید:

الف- مقدار ۱ گرم (... مول) اسید سالیسیلیک خشک (عاری از آب و رطوبت) را به صورتی به ظرف واکنش (بالن ته گرد) منتقل نمایید که پودر بر روی دیواره های ظرف باقی نماند. در پایان این مرحله در بالن را با درپوش ببندید.

ب- مقدار ۱/۴ میلی لیتر (۰/۵۱۵ گرم، ... مول) انیدرید استیک را با استفاده از پیپت تمیز و مستقل با احتیاط لازم در زیر هود و تهویه مناسب به صورتی به ظرف واکنش (بالن ته گرد) منتقل نمایید که بر روی محتویات ظرف اضافه شود. در پایان این مرحله در بالن را با درپوش ببندید.

ج- در انتها پس از افزودن دو واکنشگر قبلی، مقدار ۳ قطره اسید سولفوریک غلیظ را با استفاده از پیپت معمولی یا پیپت پاستور اختصاصی با احتیاط لازم در زیر هود و تهویه مناسب به بالن واکنش اضافه کرده، در پایان این مرحله نیز در بالن را با درپوش بسته، آن را به آرامی به صورت دورانی تکان دهید تا سه جز موجود در داخل بالن مخلوط شوند.

پرسش کلاسی ششم: مقدار ماده اولیه و مقادیر مورد استفاده از دو واکنشگر مورد استفاده در این واکنش را بر حسب مول و نسبت مولی با نوشتن مراحل محاسبه گزارش نمایید.

۳) اجرای واکنش:



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

الف- زمانی که درجه حرارت دمای حمام آب در داخل کریستالیزور یا بشر که بر روی هیتر استیتر قرار داده شده بود به دمای حدود ۶۰ درجه سانتیگراد نزدیک شد، (دما به هیچ عنوان بالاتر از ۷۰ درجه سانتیگراد نباشد): اپتیم دمای واکنش حدود ۶۰ درجه سانتیگراد مورد نظر است) بالن واکنش را با استفاده از گیره در محل تعبیه شده اولیه (یعنی در ارتفاع مناسب در داخل حمام آب) به صورتی تنظیم نمایید که از کف کریستالیزور فاصله داشته باشد. سپس سپس بدون اتلاف وقت درپوش بالن را برداشته، بلافاصله با رعایت شرایطی که هوای بیرون به داخل بالن نفوذ نکند مبرد را در قسمت سر سمباده ای بالن تنظیم نموده، همه اتصالات شیشه ای را ثابت و کنترل نمایید: بین بالن و مبرد هیچ فاصله و منفذی وجود نداشته باشد. در ادامه شیر آب شهری که به شلنگ های متصل به مبرد وصل می باشد را باز کرده، برای عبور حداقل شدت از آب در داخل کندانسور تنظیم نمایید: با تماس دست بر روی کندانسور از خنک بودن، که نشان از کافی بودن شدت جریان آب در داخل جدار کندانسور دارد، اطمینان حاصل کنید. **ب-** در ادامه پیچ استیتر را طوری تنظیم نمایید تا چرخش یکنواخت مگنت (magnet) در داخل بالن واکنش، هم خوردن یکنواختی را برای محتویات مخلوط تامین کند. به این ترتیب با هم خوردن محتویات در دمای اپتیم انتظار می رود به تدریج محلولی شفاف در داخل بالن واکنش به دست آید. **ج-** پس از اینکه مخلوط یکنواختی در داخل بالن مشاهده شد، مدت ۱۵ دقیقه استیتر شدن برای محتویات بالن واکنش در داخل حمام آب با دمای حدود ۶۰ درجه سانتیگراد ادامه داده شود. انتظار می رود که در این مدت زمان سنتز محصول هدف از برخوردهای موثر بین ماده اولیه (سالیسیلیک اسید) و واکنشگر انیدرید استیک در حضور اسید قوی (اسید سولفوریک) در دمای اپتیم گفته شده کامل شود. **پرسش کلاسی هفتم:** اگر در این مرحله حرارت داخل ظرف واکنش بیش از ۶۰ درجه سانتیگراد باشد، چه اشکالی برای سنتز مورد نظر محتمل است؟

• در حالیکه منتظر کامل شدن واکنش هستید، مرحله ۴، آماده سازی مقدمات مراحل work up، را به شرح زیر انجام دهید:

(۴) آماده سازی مقدمات مراحل work up:

الف- تهیه بشر آب با دمای اتاق: در دمای اتاق به حدود یک سوم از یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری آب شهری وارد نمایید.

ب- تهیه حمام یخ (بشر آب با دمای خنک): با افزودن مقداری از آب شهر و مقداری یخ به حدود یک سوم از یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری دیگر یک حمام آب یخ برای گروه خود تهیه کنید.



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

ج- تهیه بشر با آب مقطر خنک: حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر را در یک بشر کوچک وارد کرده، بشر را با گیره در داخل حمام یخ (تهیه شده در

۴-ب) ثابت کنید تا آب داخل آن برای استفاده در مرحله بعدی (work up) خنک شود.

۵) مراحل work up برای واکنش:

الف- پس از طی شدن زمان ذکر شده برای تکمیل سنتز در مرحله ۳-ج، حرارت و استیر را قطع کرده، کندانسور را از بالن واکنش جدا کرده، درپوش را بلافاصله روی بالن قرار داده، آن را از داخل حمام آب خارج کنید.

ب- سپس بالن واکنش را در حالیکه درپوش آن حفظ شده، برای دقایقی در بشر آب با دمای اتاق (تهیه شده در ۴-الف) قرار دهید تا به دمای اتاق (۲۵ درجه سانتیگراد) نزدیک شود.

ج- در ادامه بالن واکنش را در حالیکه درپوش آن حفظ شده، به بشر حمام آب یخ منتقل کنید؛ در این شرایط درپوش را برداشته، محتویات بالن را با همزن شیشه ای به آرامی هم بزنید. به این ترتیب دمای بالن واکنش و محتویات آن خنک تر از دمای اتاق (خنک تر از ۲۵ درجه سانتیگراد) می شود؛ در این دما حلالیت جامدات در داخل بالن واکنش کاهش یافته، رسوب در بالن واکنش ظاهر می شود.

د- در این مرحله با استفاده از استوانه مدرج حدود ۲۰ میلی لیتر آب مقطر خنک از بشر با آب خنک (تهیه شده در ۴-ج) برداشته و به یک بشر کوچک منتقل کنید؛ و محتویات بالن واکنش را به تدریج و در حال هم زدن به این بشر (با آب مقطر خنک) اضافه کرده، مخلوط را با همزن شیشه ای به خوبی هم بزنید. در این مرحله به تدریج ذرات رسوب در مخلوط ظاهر می شود. اضافه کردن آب مقطر خنک و هم زدن را تا جایی ادامه می دهید که مقدار رسوب در بالن واکنش در گذر زمان بیشتر نشود و ثابت بماند.

در زمانی که منتظر کامل شدن رسوب از مخلوط واکنش هستید مرحله ۶، آماده سازی سیستم قیف بوخنر در خلا، را نیز دنبال کنید.

پرسش کلاسی هشتم: رنگ ذرات رسوب ظاهر شده چیست؟ بر اساس تفاوت خصوصیات فیزیکوشیمیایی و حلالیت ماده اولیه (اسید سالیسیلیک) و محصول واکنش (استیل اسلیسیلیک اسید) ظهور رسوبات را استدلال نمایید.

۶) آماده سازی سیستم قیف بوخنر در خلا:



دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

برای جدا کردن رسوبات از مخلوط، اصول صاف کردن مخلوط با استفاده از سیستم خلا را به کار می گیریم: به این منظور قیف بوختر متناسب با قطر دهانه ارلن خلا به صورت عمومی در اختیار کلاس می باشد.

الف- ابتدا کاغذ صافی به اندازه قطر داخلی قیف بوختر مورد استفاده گروه خود بریده، در داخل قیف قرار دهید.

ب- سپس قیف بوختر را بر روی ارلنی که به خلا آبی (آسپیراتور) وصل است قرار دهید.

ج- آب شیر فراهم کننده خلا آبی را باز کرده، کمی آب مقطر از داخل قیف بوختر و کاغذ صافی داخل آن عبور دهید تا کاغذ صافی با رطوبتی که به خود می گیرد به خوبی بر روی سطح قیف بوختر ثابت شود. در این مرحله از آب به عنوان حلال اصلی مخلوط واکنش برای آماده سازی سیستم بوختر استفاده شد.

در این مرحله و قبل از عبور دادن محتوای بالن از قیف لازم است توجه شود که بین کاغذصافی و قیف بوختر به هیچ عنوان فضای آزاد برای عبور هوا و ذرات مخلوط باقی نماند.

۷) ادامه مراحل work up: جدا کردن رسوبات به دست آمده:

بالن واکنش با رسوبات حاصل در قسمت ۵- د را به سکوی سیستم بوختر خلا که در مرحله ۶ آماده شده انتقال داده، مخلوط داخل بالن را همراه با حرکات دورانی و هدایت محتوای بالن با استفاده از یک همزن شیشه ای به آرامی و به تدریج بر روی کاغذ صافی داخل بوختر اضافه کرده، مخلوط واکنش را در خلا صاف کنید.

در ادامه مقداری آب مقطر را به داخل بالن واکنش تخلیه شده وارد کرده، رسوبات باقیمانده در دیواره های ظرف را نیز به صورت یکنواخت بر روی کاغذ صافی منتقل کرده، صاف کنید.

در این مرحله پیشنهاد می شود با احتیاط و به آرامی آب مقطر سرد در مقادیر کم بر روی رسوبات جمع شده روی کاغذ صافی اضافه کرده، به طوریکه منجر به پارگی کاغذ صافی نشود با استفاده از هم زدن شیشه ای هم زده و در خلا تخلیه شود. به این ترتیب مواد محلول در آب از میان رسوبات شسته می شوند.



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

برای خاتمه دادن به مرحله صاف کردن در خلا، باید ابتدا شلنگ خلا را از ارلن جدا کرده، سپس شیر آب را بست: در کلاس آموزشی برای حفظ دوام شرایط خلا در سیستم خلا شلنگ خلا با بست دائمی فیکس شده است؛ پس با توجه به ضعیف بودن شدت آب در کلاس برای خاتمه دادن به این مرحله کافی است شیر آب را ببندید.

سپس قیف بوخزر را از روی ارلن خلا برداشته آن را بر روی کاغذ صافی از قبل آماده شده برگردانید: قیف بوخزر را با آب شهر شستشو داده برای استفاده عمومی به سکو منتقل کنید.

کاغذ صافی حاوی رسوب را به یک بشر ۵۰ میلی‌لیتری (بشر A) جهت کریستال‌گیری منتقل کنید.

پرسش کلاسی نهم: آیا رسوب صاف شده خالص است؟ آیا امکان وجود ماده اولیه در میان این رسوبات هست؟ با چه آزمایشی به این سوال پاسخ دهیم؟ چگونه ماهیت رسوبات حاصل تایید می‌شود؟

۸) س کریستال‌گیری رسوبات حاصل:

به منظور خالص کردن رسوبات محصول (به منظور جدا کردن محصول (آسپیرین) از ماده اولیه واکنش نداده احتمالی (سالیسیلیک اسید)) با توجه به تفاوت در حلالیت ماده اولیه و محصول از روش کریستال‌گیری به شرح زیر استفاده می‌شود:

الف- تهیه الکل گرم: حدود ۱۵ میلی‌لیتر الکل اتیلیک (اتانول) را در یک ارلن مایر ریخته، روی حمام بخار آب بگذارید تا گرم شود.

پرسش کلاسی دهم: انتخاب الکل اتیلیک به عنوان حلال کریستال‌گیری برای آسپیرین بر چه اساسی می‌باشد؟

پرسش کلاسی یازدهم: چرا از حرارت مستقیم برای گرم کردن الکل اتیلیک استفاده نمی‌شود؟

ب- بشر A (حاصل در انتهای مرحله ۷) را روی حمام بخار آب قرار داده، بلافاصله مقدار کمی (حدود ۵ میلی‌لیتر) الکل گرم تهیه شده در قسمت

۸-الف را با استفاده از پیپت به آرامی از داخل ارلن مرحله ۸-الف برداشته، بر روی رسوبات جامد بر روی کاغذ صافی در بشر A در شرایطی

اضافه کنید. برای حل شدن رسوبات روی کاغذ صافی در حلال گرم از هم‌زن شیشه‌ای کمک بگیرید؛ در انتها کاغذ صافی که رسوبات بر روی آن

وارد حلال شده، با استفاده از پنس یا هم‌زن شیشه‌ای از بشر خارج کرده، به زباله مخصوص مواد شیمیایی منتقل کنید.



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلیشن گروه فنلی

در این مرحله در صورتی که محتوای بشر A (رسوبات در الکل داغ) شفاف نباشد، چند میلی لیتر بیشتر از الکل اتیلیک گرم مجدداً از ارلن به بشر اضافه شود. در این مرحله اگر با افزودن حلال داغ همچنان رسوبات حل نشده باقی ماند، نشانگر این است که ماهیت شیمیایی مواد حل نشده متفاوت از مواد حل شده می باشد؛ در این صورت برای حذف جامدات حل نشده از صاف کردن در گرما مطابق قسمت ج استفاده می شود.

ج- صاف کردن در گرما: برای اجرای این مرحله لازم است از یک ارلن و قیف شیشه ای معمولی استفاده می شود. به این منظور یک کاغذ صافی را مناسب با اندازه قیف شیشه ای گروه خود به صورت چین دار آماده کرده، آن را بر روی قیف شیشه ای بر روی ارلن قرار دهید. سپس حدود ۵ میلی لیتر الکل گرم تهیه شده در ۸-الف را از روی کاغذ صافی بر روی قیف به داخل ارلن عبور دهید و بلافاصله این مجموعه را بر روی حمام بخار قرار دادید. به این ترتیب کل سیستم در حال حرارت غیرمستقیم به اندازه کافی گرم و آماده عبور دادن محتویات بشر A از این سیستم می باشد. بلافاصله محتوای بشر A را از این مجموعه بر روی حمام بخار عبور داده، محلول شفاف جمع آوری شده در ارلن را روی سکوی آزمایشگاه قرار دهید.

د- پس از اینکه دمای ارلن به دمای اتاق نزدیک شد، به محتویات ارلن به آهستگی و با استفاده از پیپت پاستور قطره قطره آب مقطر خنک (تهیه شده در ۴-ج: آب مقطر در داخل بشر که در حمام یخ سرد شده است) اضافه نمایید تا محتوای بشر به تدریج کدر شود؛ این کدورت نشان از شروع تشکیل کریستال در محلول اولیه می باشد. افزودن آب را تا جایی ادامه می دهیم که با اضافه کردن آب سرد مقدار کریستال ها افزایش قابل مشاهده نداشته باشد. در ادامه با استفاده از هم زن شیشه ای به محتویات ارلن فرصت می دهیم تا رشد کریستالی پیش برود؛ پس از آن مدتی ارلن را بیحرکت روی سکوی آزمایشگاه قرار می دهیم تا تشکیل کریستال کامل شود و به حالت ثبات برسد.

پرسش کلاسی دوازدهم: کریستال های محصول چه شکلی دارند؟

ه- یک ارلن با قیف معمولی شیشه ای و کاغذ چین دار آماده کرده، مخلوط را بر روی آن صاف کنید. کاغذ صافی حاوی کریستال های صاف شده را از روی قیف به روی شیشه ساعت منتقل کرده؛ با برچسب نام گروه بر روی شیشه ساعت در کنار پنجره آزمایشگاه قرار دهید تا کامل خشک شود.



دانشکده داروسازی دانشگاه علوم پزشکی شیراز

دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی

جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلشن گروه فنلی

۹) اجرای TLC: به منظور تایید سنتز محصول و تمایز آن از مواد اولیه مورد استفاده و نیز تعیین حدود خلوص محصول از تکنیک کروماتوگرافی

TLC

استفاده می شود:

الف- به این منظور در تانک مناسب TLC، حلال مناسب به حجم کل ۲ mL شامل ۰/۷ mL اتیل استات و ۱/۳ mL کلروفرم وارد کنید و درپوش تانک را قرار دهید. بهتر است یک تکه کاغذ صافی در دیواره داخلی تانک قرار گیرد تا اشباع بودن تانک از بخار حلال با مشاهده رطوبت حلال روی کاغذ صافی تعبیه شده تایید شود.

ب- مقدار کمی از اسید سالیسیلیک (ماده اولیه) و کریستال محصول (آسپیرین) را در لوله آزمایش کوتاه (micro tube) وارد کرده، حدود ۰/۵ میلی لیتر حلال مناسب (متانول یا اتانل پیشنهاد می شود) به هر یک اضافه کنید تا کامل حل شود.

ج- کاغذ TLC برش داده شده در ابعاد مناسب را بر روی سکوی کار خود آماده نمایید. با مداد نرم یک خط مستقیم برای محل بارگیری لکه از نمونه ها رسم نمایید. سپس با استفاده از لوله موئینه از هر یک از محلول های حاصل در لوله های میکرو در ب (ماده اولیه) و ج (کریستال محصول) یک لکه بر روی خط بارگیری نمونه بر روی کاغذ TLC گذاشته، پس از خشک شدن لکه ها کاغذ را در داخل تانک TLC قرار دهید.

د- پس از جابجایی حلال تا حد مناسبی از کاغذ TLC (کمی پایینتر از انتهای کاغذ صافی حد نهایی برای عبور حلال می باشد) آن را از تانک خارج کرده، به صورت افقی روی میز قرار دهید تا خشک شود.

ه- کاغذ TLC خشک شده را به جعبه لامپ UV منتقل کرده نقاط رنگی را با مداد علامت بزنید. مقادیر R_f برای ماده اولیه و محصول را محاسبه کرده، با هم مقایسه نمایید.

پرسش کلاسی سیزدهم: تفاوت R_f در TLC برای مواد اولیه و محصول را گزارش و استدلال نمایید.

۱۰) محاسبه بازده: پس از تایید خلوص محصول با استفاده از کروماتوگرافی TLC، در روز دیگری با هماهنگی کلاس با کارشناس به آزمایشگاه

مراجعه کرده، کریستال های خشک شده بر روی کاغذ صافی را وزن کرده، بازده محصول را با نوشتن روش محاسبه گزارش نمایید.



دستور کار آزمایشگاه شیمی آلی II عملی
جلسه دوم: سنتز آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید) از اسید سالیسیلیک: واکنش استیلیشن گروه فنلی
پرسش کلاسی چهاردهم: بازده سنتز آسپیرین از اسید سالیسیلیک برای گروه خود را محاسبه کرده، گزارش نمایید. فرمول محاسبه بازده را نیز بنویسید.