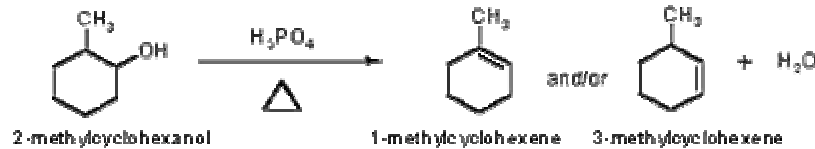


כימיה אורגנית – דו"ח מכין

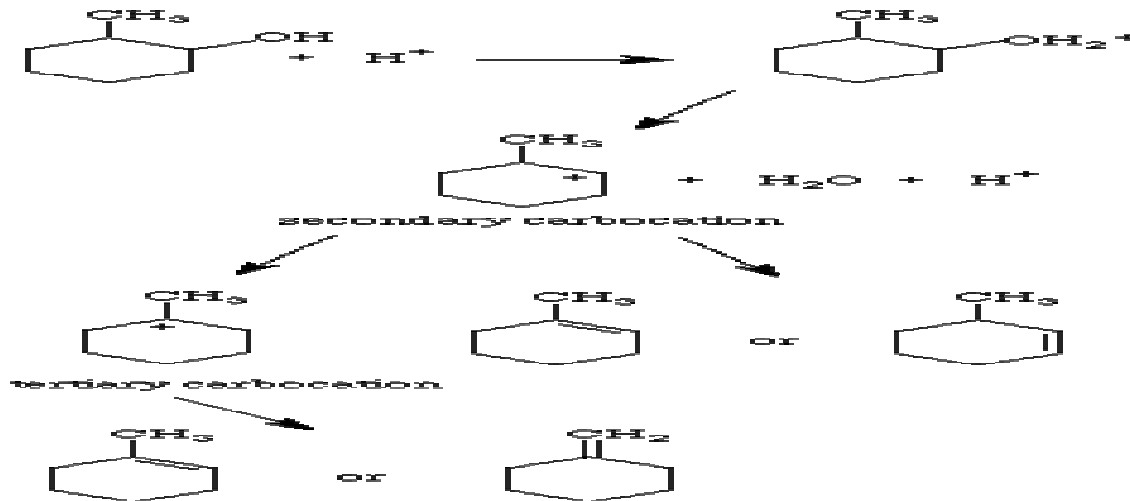
נושא המעבדה : הכנת אלקנים ע"י דהידרציה של כהלים.
מטרות הניסוי : הכנת איזומרים של 2 מתיל ציקלוהקסאן.

משוואת התגובה



מנגנון התגובה המלאה

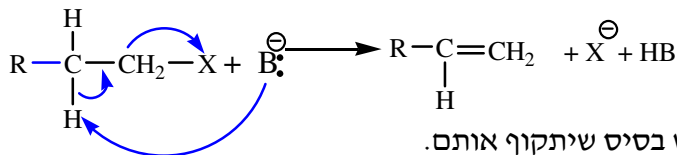
בניסוי שלפנינו מנגנון אלימינציה.



תהליכי אלימינציה

אלימינציה :

מימן (המימן הקשור לפחמן הצמוד לפחמן אליו מחובר ההלוגן) קצת חיובי – בעל אופי חומצי ויוכל להגיב עם בסיסים (B). ייווצר אלקן.



E2 אלימינציה

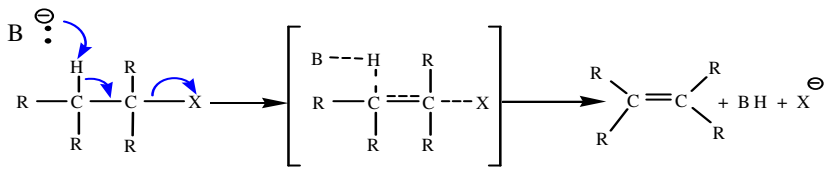
מותקפים מימני β שמעט חומציים ולכן דרוש בסיס שיתקוף אותם. ככל שהטמפרטורה גבוהה התהליך מהיר יותר. הבסיס יתקוף את מימן α והפחמן יצור קשר כפולים הפחמן השכן – ההלוגן עוזב. התהליך מתרחש בצעד אחד, ללא קרבוטיון.

מתי נקבל E2

1. ככל שישנם יותר קבוצות R האלקן יציב יותר ולכן אלקיל הליד שלישוני – E2
2. הנוקלאופיל מסועף ולכן יהי לו קשה לתקוף את הפחמן. (לא יהיה SN2)
3. כל היונים ההלוגנים הם נוקלאופילים טובים אך בסיסים גרועים, E2 דורש בסיס חזק עם ריכוז גבוה. מים – בסיס חלש לא נקבל E2!
4. כלל זייצב- המימן ירד מפחמן העני במימנים.

תיווצר תחרות בין SN2 ל-E2.

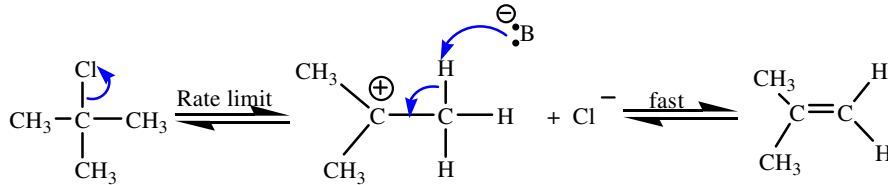
אם האלקיל הליד הוא שלישוני – E2 יצא לפועל. (אלא אם יש בסיס חזק מאוד ומסועף)
 אם האלקיל הליד הוא ראשוני – SN2 יצא לפועל.



נוקלאופיל חלש ובסיס חזק (חומרים מסועפים) – תהיה אלימינציה נוקלאופילים מצוינים ובסיסים גרועים (הלוגנים) – SN2 תמיד.

אלימינציה E1

בסיס חלש שמתפקד בחלקו כנוקלאופיל וחלקו כבסיס – שלב קובע המהירות כאשר ריכוז הבסיס נמוך וחלש יתבצע באלקיל הליד 3°



המנגון בניסוי שלפנינו הוא מנגון אלימינציה מטיפוס E1.

טבלת נתונים פיסיקליים

נוסחא מולקולארית	מסה מולקולארית [g/mol]	נק' התכה [°C]	נק' רתיחה [°C]	צפיפות [g/ml]	שם התרכובת
C ₇ H ₁₄ O	114.19	7	165	0.93	2-methyl-cyclohexanol, (50/50 of cis-(d,l) and trans-(d,l))
H ₃ PO ₄	98	42.35	158	1.685	phosphoric acid
C ₇ H ₁₂	96.17	-121	110	0.8102	1-methyl-cyclohexene
C ₇ H ₁₂	96.17	-115.5	104	0.7990	3-methyl-cyclohexene
Na ₂ SO ₄	142.037	880-888	1100	2.68	Sodium Sulfate

תשובות לשאלות הכנה

הערה: חלק מהתשובות כבר הופיעו בדו"ח, אך לצורך תשובות מסודרות, תיתכן כפילות.

1. בתגובה מתקבלים 2 אלקנים, כאשר היחס בין התוצרים מושפע מ-:

א. יחס הציס והטראנס של חומר הגלם.

ב. יחסי היציבות של הקרבוקסילציות ה-II וה-III.

ג. זמן התגובה.

תוצר נוסף יהיה מולקולה של מתילן ציקלוהקסאן.

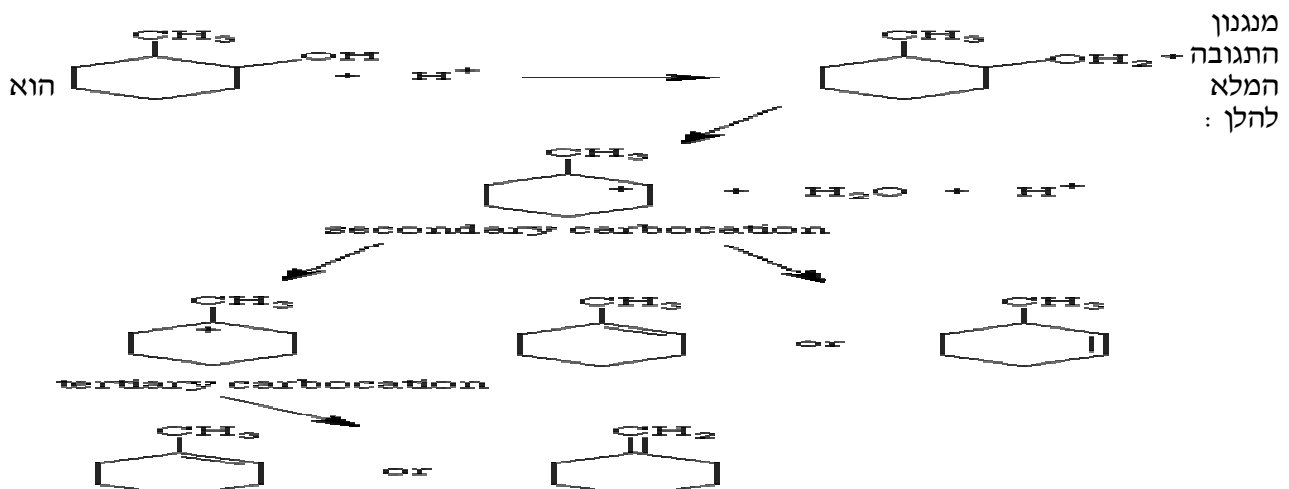
מבחינה תרמודינמית התוצר המועדף הוא 1-methylcyclohexene בגלל שלו אנטלפיית היווצרות נמוכה יותר,

ואחריו בא 3-methylcyclohexene ובסוף methylenecyclohexane.

מבחינה קינטית העדיפות היא בסדר הפוך מכיוון של methylenecyclohexane – יציבות גדולה יותר (קרבוקסילציה שלישונית).

מהירות התגובה היא בהתאם ליציבות הקרבוקטיון, 1-methylcyclohexene הוא קרבוקטיון שלישוני ולכן יציב יותר ובהתאם גם יגיב יותר מהר.

כך שהתוצר המועדף לגבינו הוא 1-methylcyclohexene.



מנגון התגובה המלא להלן:

2. התוצרים שיתקבלו הם :
 א. methylenecyclohexene
 ב. 3-methylcyclohexene
 כאשר העדיפות היא לתוצר א' מאותן סיבות בשאלה 1.
 3. תגובות E2/ E1 :



2 המנגנונים העיקריים הם דהידרציה ודה-הידרוהלוגנציה.
 למשל – דהידרציה כהלים, דה-הידרוהלוגנציה של אלקיל הלידים.
 3 השלבים העיקריים באלימינציה הם :

- א. הסרת פרוטון
 ב. קשר פחמן-פחמן
 ג. שבירת קשר של הקבוצה העוזבת.
 המנגנון בניסוי שלנו הוא אלימינציה מסוג E1.

4. כלל זייצב - כאשר מדובר על אלימינציה של הלואלקאנים, מתרחשת התגובה לפי הכלל המנוגד לכלל מרקובניקוב (ראו להלן), הידוע בשם **כלל זייצב**. לפי כלל זה, באלימינציה של מימן ואטום אחר ממולקולה פחמימנית, המימן עוזב את הפחמן שאליו קשור המספר הקטן ביותר של מימנים. אטום **ההלוך** עוזב את הפחמן שאליו הוא קשור.

5.

- א. תפקיד החומצה התגובה הוא לשבור את הקשר ההידרוקסילי של כוהל המטרה (קרבוקסילציה ראשונית).
 ב. התגובה לא תתרחש ללא חומצה, ייתכן ומחמצן חזק גם ייתן תוצאות דומות.
 ג. החומצה היא קטליטית, אין היא מגיבה עם הכוהל, אך היא מעודדת את יציאת מולקולת המים ממנו.
 ד. חומצה גופריתית תתפקד כמו החומצה הזרחתית, שניהן חומצות חזקות, אולם בנוכחות חומצה הידרוברומית נקבל אלקיל הליד, ובמקרה של ח. האצטית נקבל אותה תגובה כמו עם החומצה הזרחתית אך היא תתרחש לאחר זמן רב.
 6. טמפי הזיקוק חשובה כי במידה ולא נשאר נוזל במיכל הזיקוק, החום בו עלול להדליק את אדי הפחמימנים בניסוי.
 7. זיקוק רגיל נעשה תוך חימום ישיר של חומרי המטרה לזיקוק, בעוד שזיקוק בקיטור נעשה תוך כדי הזרמת אוויר חם למקום האחסון של חומרי המטרה. זיקוק בקיטור נחשב לבטוח יותר כאשר מדובר בחומרים דליקים.
 8. 2 הנוזלים העיקריים הם :
 א. 1-methylcyclohexene
 ב. 2-methyl-cyclohexanol
 נוזל א' הידרופובי, נוזל ב' נמס במים (יוצר קשרי מימן).
 9. החומר המייבש הוא סופח מים.

10. כרומטוגרפיה גזית היא אחת הטכניקות היותר נפוצה מבין שיטות הכרומטוגרפיה השונות שיטה זו מיושמת כמעט בכל תחום שבו מבצעים הפרדה וזיהוי של חומרים כולל מחקרים ביוטכנולוגיים, בשיטה זו (GC), הפאזה הנעה היא גז (אציל, על-מנת שלא יגיב עם החומרים בתערובת). ההפרדה נעשית בעמודת הפרדה או **בנים (Capillary)** דק וארוך (אורכו עשוי להגיע ל-100 מטרים). שיטה זו מתאימה רק לחומרים המתאדים או רותחים בטמפרטורות נמוכות יחסית. זיהוי החומרים המופרדים נעשה על-ידי גלאים משוכללים, המתרגמים את הנתונים לצורה גרפית. **זמן הנדידה** של כל אחד מהחומרים בתערובת - הזמן שעובר עד שהם חוצים את העמודה לאורכה - תלוי בנקודת הרתיחה שלהם, בעיקר, ופחות באינטראקציות עם הפאזה הנחה. לפיכך, השיטה יעילה במיוחד להפרדה של סדרות הומולוגיות - תרכובות אורגניות המשתייכות לאותה משפחה, אך הנבדלים זה מזה באטום פחמן אחד (לדוגמא : האלקאנים מתאן, אתאן, פרופאן, בוטאן). כל אטום פחמן נוסף מגביר את חוזקה של המולקולה, ובכך את נקודת הרתיחה שלה ; לכן החומרים מגיעים אל הגלאי לפי סדר גודל המולקולה.

ההפרדה ב-GC נעשית במהירות, תוך מספר דקות. אחד מחסרונות השיטה הוא שהתערובת הנבדקת רותחת ונהרסת; אם לא ניתן לוותר עליה, יש להשתמש בשיטה אחרת. חסרון נוסף הוא מחירם של מכשירי ה-GC, המתחיל בעשרות אלפי דולרים.

מהלך הניסוי :

בנינו את מערכת הזיקוק ע"פ הנחיית המרצה, לגולת הזכוכית הוכנסו 10 מ"ל 2 מתיל ציקלוהקסאנול, ו-3 מ"ל חומצה זרחתית 85%, חיממנו עד לטמפי של 95°C ושמרנו על טמפי זו, זיקקנו עד לאיסוף 10 מ"ל, יש לציין כי בתחילת הניסוי לא שמנו לב לתחילת תהליך הזיקוק וזאת מפני שקיבלנו ראש זיקוק עם זווית מעוקלת שלא אפשרה זיקוק מתאים, לאחר שהחלפנו את ראש הזיקוק – התחלנו לקבל תוצר זיקוק בצורה משביעת רצון! את תוצר הזיקוק הפרדנו לפאזה אורגנית (עליונה עכורה) ולפאזה מימית (תחתונה שקופה), השכבה המימית הייתה כתוצאה מתוספת החומצה הזרחתית לכוהל וכמובן כתוצאה מהדהידרציה. ייבשנו את הפאזה האורגנית ע"י הוספת Na_2SO_4 אל מימי, עד לקבלת פאזה צלולה, את הפאזה הצלולה שיפינו לכלי נקי.

תוצאות הניסוי

משקל הכלי הנקי (משורה) : 25.7318 גר'
משורה מלאה בפאזה האורגנית : 32.1370 גר'

$$m_f = 32.1370 - 25.7318 = 6.4052 \text{ g}$$

תוך הנחה שהפאזה האורגנית היא בעיקר 3-methyl-cyclohexene + 1-methyl-cyclohexene שהם בעלי אותה נוסחא מולקולארית: חישוב הנפח התקני לכמות חומר כזו (ניקח צפיפות של 0.8 ג'מ"ל צפיפות ממוצעת של 2 התוצרים הצפויים רק לצורך נוחות החישוב : כך שאם קיבלנו תוצר זיקוק בנפח של 10 מ"ל היינו אמורים לקבל 8 ג' תוצר. חישוב ניצולת :

$$\eta = \frac{6.4052}{8} \cong 0.8$$

כלומר אחוז הניצולת הוא 80% בקירוב.

חישוב סטייה בין המסה הצפויה לבין המסה שהתקבלה בפועל :

$$r = \frac{|m_{theoretical} - m_{actual}|}{m_{theoretical}} \cdot 100 = \frac{|8 - 6.4052|}{8} \cdot 100 = 19.93\%$$

($r =$ סטייה באחוזים)

תגובות של התוצרים

חומר מבדקים		מגיב
תוצר	ציקלוהקסאן	ברום
אין שינוי צבע	צבא כתום-אדום	KMnO_4
אין שינוי צבע	צבע ורוד	

מסקנות מהניסוי

- הברום הגיב עם התוצר, דבר שמעיד על קיום קשרים כפולים בתוצר, התרחשה תגובת ברומיזציה והברום סופח לאלקן, לכן הצבע האדום נעלם.
- ה- KMnO_4 הוא בעל צבע ורוד מטבעו, בתגובה עם התוצר נעלם צבעו וזאת מפני ש- KMnO_4 בתגובה עם אלקנים יוצר דיאולים.
- לאור החישובים התקבלו סטייה של 20% בקירוב, וניצולת של 80% לנוכח התנאים הלא אידיאליים של הניסוי ולאור העובדה שבעת החלפת ראשי הזיקוק אבד חומר שהיה במצב גזי, זהו מצב סביר מאוד.

כימיה אורגנית – מעבדה

דו"ח מעבדה

מס' 4

אספירינקזיה

פאספירין

ומיצוי קופאין

מפליקה

שם הסטודנט	ת.ז. :
זמיר זוהר	027414200
סימון רז	036300820
מסי קבוצה	261040220/1
שם המרצה	ד"ר איריס ויץ
תאריך הגשה	9/11/2005

כימיה אורגנית – מעבדה מס' 4 – דו"ח מכין

ייצור אספירין

נושא המעבדה :

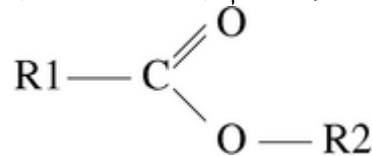
- הכרת תגובות אסטרופיקציה
- התנסות בשיטות הפרדה

מטרות הניסוי :

- הכנת אספירין מחומצה סליצילית
- מיצוי קופאין מעלי תה ב-2 שיטות.

אסטרים :

אסטרים (Esters) הם קבוצה של תרכובות אורגניות. כמה מהחומרים החשובים ביותר בעולם החי משתייכים לקבוצה זו: רוב השומנים, למשל, הינם אסטרים; חומרים רבים מספור, הנותנים לפירות (ולכמה ירקות) את טעמם וריחם המתוק הינם אסטרים. האסטרים מתאפיינים כתרכובות כימיות בעלות הקשר הכימי המתואר בתרשים:

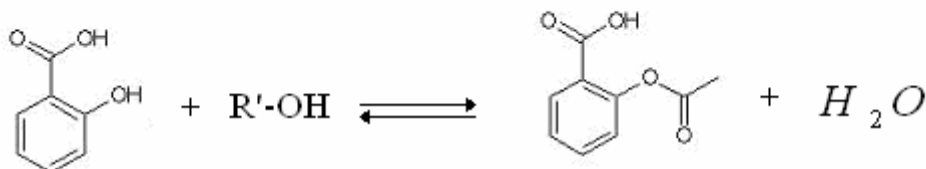


קשר זה נקרא קשר אסטרי.

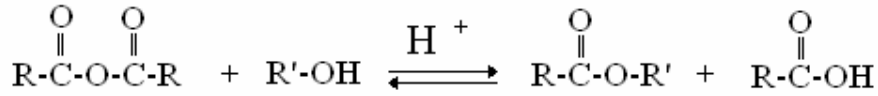
אסטרופיקציה – הכנת תרכובות אסטריות.

קיימות מס' שיטות אסטרופיקציה:

- שיטת פישר לסינתזת אסטרים, בשיטה זו בתגובה בין חומצה קרבוקסילית וכוהל מתקבל בתהליך הפיך אסטר, וכתוצאה מדהידרציה, תוצר הלוואי הוא מים. המנגנון הסכמטי לשיטה זו נראה כך:



- אלכוהוליזה של אל מימה, גם תהליך זה הוא הפיך, ובו יש תגובה בין אל מימה לבין חומצה קרבוקסילית, הנותנת את התוצרים שהם אסטר ותוצר לוואי שהוא ח. קרבוקסילית שהיא נגזרתה של האל מימה. תהליך זה נראה באופן סכמטי כך:



תוצר הלוואי הוא זהו גם התהליך בו נשתמש בניסוי זה.

ג. אלכוהוליזה של אציל הלידים, כאשר מתגובה של כוהל עם אציל הליד מתקבל אסטר וחומצה הלידית מתאימה לאציל ממנו הותמרה.

או בצורה סכמטית (כאשר ההליד הוא עם אטום כלור) :

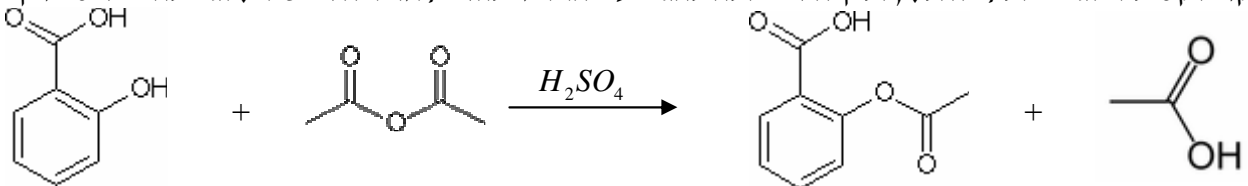


ד. ניתן להפיק גם אסטרים מתגובה בין חומצה קרבוקסילית לבין תיוניל כלוריד.

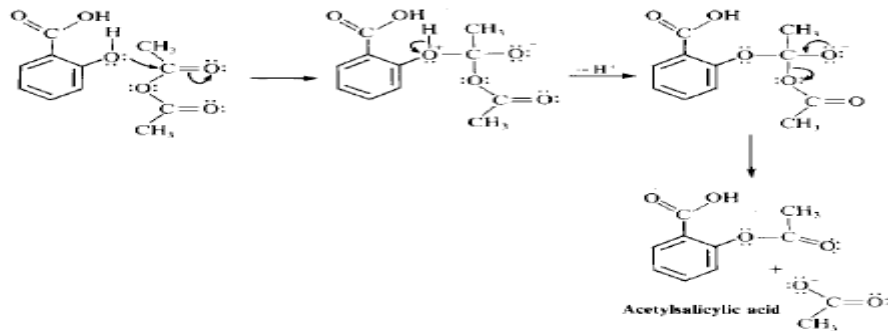
יש לציין שבתהליך ייצור האספירין, חומצה סליצילית היא תרכובת בי-פונקציונאלית, היא גם חומצה קרבוקסילית וגם פנול (כוהל), ולכן היא יכולה להגיב עם התוצר לוואי (חומצה אצטית) וגם להגיב אספירין

משוואת התגובה

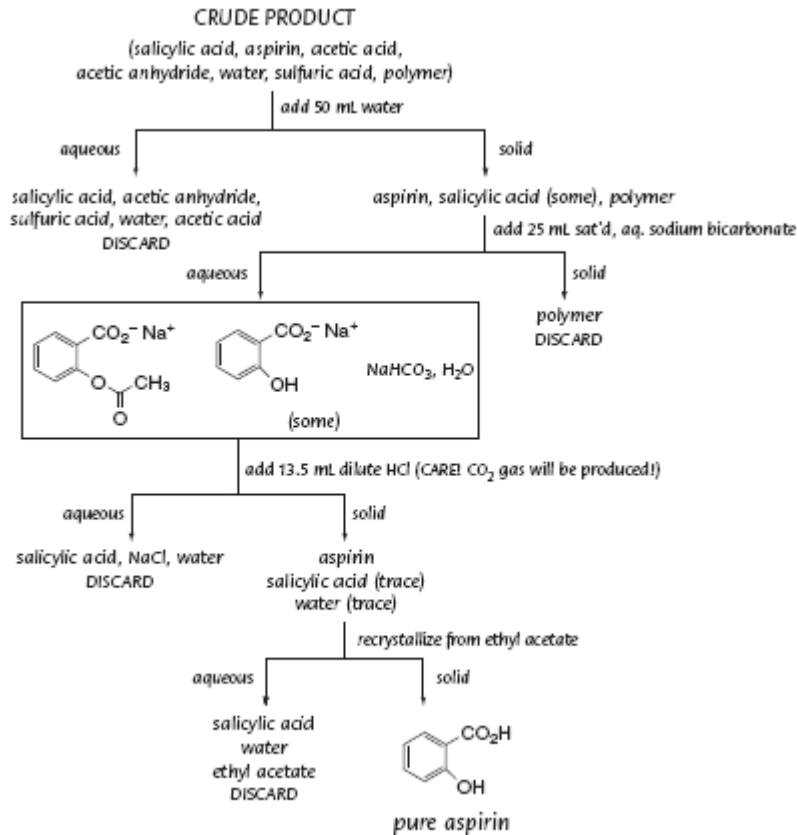
יש לציין שבתהליך ייצור האספירין, חומצה סליצילית היא תרכובת בי-פונקציונאלית, היא גם חומצה קרבוקסילית וגם פנול (כוהל), ולכן היא יכולה להגיב עם התוצר לוואי (חומצה אצטית) וגם להגיב אספירין.



משוואת התגובה המלאה

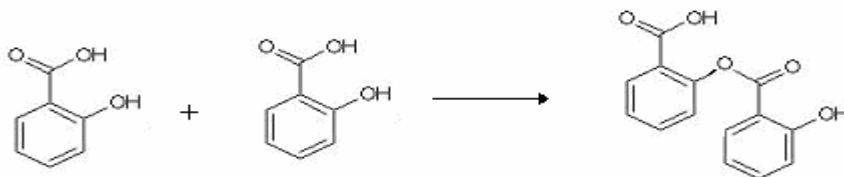


מנגנון התהליך המלא לייצור אספירין



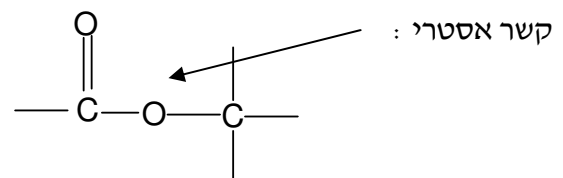
ניתן לראות בתרשים זה בצורה מרוכזת את כל הדרכים לייצור אספירין, השלבים השונים להפרדתו ואת כל תוצרי הלוואי האפשריים לתהליך זה, בין אם החומצה הסליצילית הגיבה עם עצמה ונתנה פולימר, או בין אם הופר השיווי משקל, ומתקבלים התוצרים בחזרה.

הפולימר של חומצה סליצילית מתקבל כמו כן בתגובה בין הקבוצה הפנולית של מולקולת חומצה סליצילית אחת לבין קבוצה קרבוקסילית של מולקולת חומצה סליצילית אחרת. מנגנון הפלמור יראה באופן סכמטי בצורה כזו:



מנגנון התגובה

את האספירין מייצרים באמצעות אסטור (או אסטרפיקציה) של חומצה סליצילית. החומצה מגיבה עם אנהידריד אצטטי (שתי מולקולות של חומצה אצטית (חומץ) אשר חוברו יחדיו, תוך פליטת מולקולת מים) לקבלת אסטר (אספירין) וחומצה אצטית.



זוהי תגובת שיווי משקל, תמיד יש נוכחות של המגיבים והתוצרים.
לכן ניתן להגדיל את הניצולת (תוצרים = אסטר + מים) ע"י:

1. סילוק המים.
2. הוספת כהל בעודף.

← לפי עקרון לה-שטליה.

אסטור מתרחש רק בנוכחות חומצות מינראליות חזקות, הפועלות כזרז, לכן הכמות שלהן אינה משתנה במהלך התגובה.

טבלת נתונים פיזיקאלית :

שם החומר	מבנה / נוסחא מולקולארית	שם לפי I.U.P.A.C.	משקל מולקולארי $g/mole$	נקי רתיחה T_c^o	נקי התכה T_c^o	צפיפות g/cm^3	הערות
אספירין		acetylsalicylic acid	180.16	138-135	-----	1.40	מתפרקת בחום רב
חומצה סליצילית	ראה תרשים תגובה	2-Hydroxybenzoic acid	138.12	211	157	1.44	מתפרקת בחום יש להימנע ממגע
אנהידריד אצטי		Acetyl oxide	102.09	139	-73	3.5	יש להימנע ממגע
חומצה גופריתית	-----	sulphuric acid	98.08	280	3	1.84	יש להימנע ממגע
ליגראין (פטרול אתר) אתאנול	תערובות שונות C_2H_5OH	Petrol ether	-----	-----	-----	-----	דליק
		ethanol	46.1	79	-117	0.8	דליק

תשובות לשאלות ההכנה :

1. תפקיד החומצה הגופרתית הוא לצורך הפרוטוניזציה במנגנון האסטרופיקציה, החומצה משמשת כקטליטית בלבד, ומספיקה כמות קטנה ממנה, ולראייה בהוראות התדריך עבור 5 גר' חומצה, מספיקות 3 טיפות חומצה גפרתית בלבד. חומצה אצטית היא חומצה חלשה, ואינה משחררת באופן מלא פרוטונים לתמיסה באופן שתגובת האסטרופיקציה תתרחש בתנאים הרצויים.
2. משמשים בתגובה באנהידריד אצטי כי ע"פ מנגנון האסטרופיקציה, הפרוטונים החופשיים מהחומצה המינראלית משפיעים על קשר ה"פחמן-חמצן-פחמן" במולקולה של האנהידריד ועל הקשר הרזוננטיבי הקרבוקסילי בחומצה הסליצילית, תגובה בין חומצה אצטית וחומצה סליצילית תיתן אספירין מכיוון שהחומצה האצטית מגיבה עם הקב' הפנולית של החומצה הסליצילית ומתרחשת תגובת אסטרופיקציה לכל דבר.
3. התערובת מגובשת באתאנול ומים מכיוון שאספירין נמס טוב באתאנול ואינו נמס כלל במים, כך שבתחילה נקבל פאזה של אתאנול עם אספירין, ושנוסיף מים, נקבל משקע של אספירין, כמו כן שיירי חומצה ואנהידריד יישארו מומסים במים, באופן זה לא רק שהמים והאתאנול מאפשרים לנו להפריד את האספירין מהתערובת, אלא מאפשרים לקבל אותו בצורה נקייה.
4. גיבוש :
בעיה שכיחה היא סינתזה או הכנה של חומרים טהורים. לעתים טבעו של התהליך מוליד לקבלת תוצר מוצק, המכיל כמויות זעירות של מזהם מוצק, שהשתמשו בו בהפקת התוצר הטהור. ככלל התערובת המכילה את הזיהומים מומסת בכמות מינימאלית של ממים חם, ומושהית להתקרר. התוצר הטהור המתגבש בעת הקירור, מסונן לאחר מכן על-מנת להפרידו מהנוזל. לפעמים יש צורך בגיבושים חוזרים אחדים, על-מנת לקבל תוצר טהור. הבעיה העיקרית במקרה זה, היא למצוא ממיס, שבו יתמוסס התוצר הרצוי טוב יותר בטמפרטורות גבוהות מאשר בנמוכות, הפרדת חומר ע"י ייבוש המלא או החלקי מתוך התערובת.
5. תהליך האסטרופיקציה בסיומו רגיש ללחות, לפיכך מכיוון שאנו עובדים במערכת פתוחה, האוויר הלח עלול להשפיע על הניסוי, צינור הייבוש מכיל חומר היגרוסקופי המבטיח ספיחת

המים מהאוויר הנכנס למערכת, האוויר היבש יחדור למערכת, ונקבל תהליך אסטור נקי ויעיל יותר.

מהלך הניסוי :

1. שקלנו 5.0004 גרם של חומצה סליצילית על מאזניים אנליטיות.
2. אל החומצה הוספנו 7 מ"ל אנהידריד אצטי ועוד 3 טיפות של חומצה גופרתית H_2SO_4 .
3. חיממנו את התערובת מעל אמבט חם בטמפ' של $50^{\circ}C - 60^{\circ}C$ עד לקבלת תמיסה צלולה בעלת צבע צהוב כתום.
4. המשכנו לחמם עוד 15 דק' הורדנו את התמיסה מהחימום וקיררנו באיטיות לטמפ' החדר ולאחר מכן העברנו לאמבט קרח. (דגש על האיטיות).
5. לאחר שהתקררה התמיסה הוספנו 75 מ"ל מים מזוקקים, וערבבנו את המשקע שנוצר.
6. סיננו את התמיסה במשפך ביכנר.
7. חיממנו 15 מ"ל של אתנול בכוס כימית והוספנו אליו את התסנין (האספירין) ערבבנו את התמיסה עד להפיכתה לצלולה ובעלת צבע אחיד והוספנו עוד 40 מ"ל מים חמים (לא רותחים).
8. קיררנו את התמיסה באמבט קרח עד להיווצרות של גבישים.
9. סיננו פעם נוספת במשפך ביכנר. והמתנו עד לייבוש מלא (לא אופטימלי).
10. את התסנין שקלנו במאזניים אנליטיות. וחישבנו נצולת.

תוצאות הניסוי :

קיבלנו לאחר תהליך ההפקה אבקה (גרגירים דקים) בגוון לבנבן של חומר, נמצא שמסתו הייתה 4.1408 גר'.
נוכל כעת לחשב ניצולת (בהשען על הידיעה כי יחס המולים בין המגיבים לתוצרים הוא 1:1) :

$$\eta = \frac{4.1408}{5.0004} \cdot 100 = 82.81\%$$

בתנאים אחרים ניתן היה להניח כי מדובר בניצולת טובה, אך יש להתחשב בעובדה כי לא עבדנו בתנאים אידיאליים, וכן האבקה לא עברה ייבוש כיאות כך שיייתכן והיא לחה ומסתה קטנה מהערך שקיבלנו, כיוון שידוע שאספירין מתפרק בחום, אין טעם לנסות לייבשו בתנור.

הדגימה שנלקחה להזרקה למכשיר ה-HPLC, היא הדגימה מהניסוי שלנו.
מצורף העתק תרשים מה-HPLC (אשר בראשו כתוב משקע), וניתן לראות כי כבר מערך של דקה ניתן לראות שינוי בגרף, מטבלאות נתונים גילינו שאספירין נקי מתחיל להראות על הגרף מ-0.993 דקות, לכן בהתחשב והדוגמה כאמור לא נקייה, ניתן להניח כי לפחות חלקה הגדול מכיל אספירין.

מסקנות

1. תהליך ייצור האספירין פשוט, ואינו דורש פעולות מורכבות.
2. למרות שלא בוצע ייבוש ראוי לשמו לתוצר שהופק, הניצולת מצטיירת כגבוהה.

מיצוי קפאין מעלי תה

נושא המעבדה :

התנסות בשיטות הפרדה

מטרות הניסוי :

מיצוי קופאין מעלי תה .

בחלק זה אין תגובות כימיות כלשהן (לפחות לא כאלה שאנו יודעים עליהן או אמורים לדון בהן) , מדובר בתהליך מיצוי סטנדרטי.

מיצוי :

- השיטה מבוססת על מסיסות שונה של חומרים בממיסים שונים.
- דוגמא - יוד נמס מעט במים אבל הוא נמס היטב בציקלוהקסאן.
- המיצוי הוא הפרדת מרכיב אחד (או מספר מרכיבים) מתוך תערובת חומרים באמצעות ממס בררני אשר ממיס בתוכו את החומר/ים המבוקש/ים אך לא את האחרים.
- ניתן למצות לממס את החומר הרצוי, או את החומר הלא רצוי, כדי לנקות את הנותר. סכימת מיצוי לדוגמא :



טבלת נתונים פיזיקאלית :

הערות	צפיפות g/cm^3	נק' התכה T_c^o	נק' רתיחה T_c^o	משקל מולקולארי $g/mole$	שם לפי I.U.P.A.C.	מבנה / נוסחא מולקולארית	שם החומר
	1.23	236-8	-----	194.19	3,7-dihydro-1,3,7-trimethyl-1h-purine-2,6-dione	$C_8H_{10}N_4O_2$	קפאין
	2.7-2.95	825	-----	100.09	CALCIUM CARBONATE	$CaCO_3$	קרבוט הסידן
	2.68	844	-----	142.04	Disodium sulfate	Na_2SO_4	נתרן סולפאט
רעיל מאוד מתפרק בחום	2.55	75	----	379.33	lead diacetate	$(CH_3COO)_2Pb$	עופרת אצטט
דליק	0.79	-95	56.5	58.08	2-propanone	$(CH_3)_2CO$	אצטון

אנקדוטה מעניינת : עופרת אצטט מוכר עוד מימי הביניים במדע האלכימיה וכינויו היה " המלח של סטורן ", סטורן (כרונוס) במיתולוגיה היוונית-רומית היה מפורסם בזה שאכל את ילדיו , דבר שלבסוף הביא למותו, זאת בהשלכה לאופייה הרעיל של התרכובת ששימשה כרעל, טעמה הוא מתוק ובימי הביניים שימשה את האצילים להרעיל את אויביהם בכך שהזמינו אותם לארוחה והגישו להם משקה עם המלח הנ"ל .
במינונים נמוכים העופרת יכולה לגרום להפרעות עצביות וכתוצאה למחלות נפש, הסברה היא שברומי העתיקה הרתיחו יין ומיץ ענבים בסירי עופרת וכך גרמו לייצור המלח הנ"ל, וזו יכולה להיות הסיבה שדמויות מפתח ברומי חלו במחלות נפש.

מהלך הניסוי :

1. ע"ג פלטה חשמלית חיממנו כוס כימית ובה 400 מ"ל מים מזוקקים.
2. במהלך החימום תוך ערבוב (ע"י בוחש מגנטי), הוספנו 20 ג' במדויק נתרן קרבונט (Na_2CO_3) וחיכינו עד שהתערובת תגיע לטמפ' של 40°C , (זאת מכיוון שמלח זה נמס במים טוב יותר בחימום).
3. הוספנו לתערובת 20 ג' במדויק עלי תה והבאנו לרתיחה תוך כדי ערבוב גם ע"י בוחש מגנטי וגם מדי פעם עם מקל זכוכית כדי שלא יידבקו לא תה ולא מלח לתחתית הכוס.
4. המשכנו לחמם תוך ערבוב עד שנוותרו לנו 100 מ"ל נוזל (בקירוב טוב) – ע"פ הנחיית המרצה.
5. הורדנו את הכוס מהחימום וסיננו את הנוזל תוך כדי שיפוי לכוס נקייה.
6. בשלב זה העברנו דגימת משקע להזרקה ל-HPLC.
7. את התסנין העברנו למשפך מפריד, שאותו נאלצנו להחליף בגלל ברז לא תקין ☹️
8. בסיום השיפוי העברנו דגימה של תסנין להזרקה ל-HPLC.
9. את ההפרדה ביצענו עם אתנול מכיוון שהוא בטוח יותר מפטרול אתר / די כלורו מתאן (פחות דליק), ביצענו שטיפה והפרדה 3 פעמים, כל פעם עם 20 מ"ל אתנול.
10. בסיום ההפרדה התקבלו פאזה אורגנית ופאזה מימית, הפאזה האורגנית רוכזה בגולת זכוכית.
11. את הפאזה האורגנית העברנו לאוואפורטור, שם המרצה הראתה לנו איך להשתמש במכשיר ומטרת השימוש בו הייתה לנדף מהתסנין את האתנול, ובגולה נותרה אבקה בצורת גרגרים.
12. את דוגמת האבקה הרצנו ב-HPLC.

תוצאות הניסוי :

1. התקבל תרשים (ראה תרשים בנספח) המעיד חד משמעית על קפאין.
2. התרשים הראה כי התקבל קפאין בניקיון של 94.4%.
3. בתהליך זה, ע"פ הנחיית המרצה, לא פעלנו ע"פ הוראות תדריך המעבדה, כאמור לא המתנו עד שבחימום יישארו לנו 20 מ"ל נוזל, אלא המשכנו כשהגענו ל- 100 מ"ל, כמו כן לא יישנו את התוצר הנתרן סולפאט, זאת כדי להוכיח כי גם אם לא עושים הפרדה מיטבית עדיין מקבלים קופאין בדרגת ניקיון גבוהה.
4. לפי התרשים HPLC של המשקע ההתחלתי (מצורף בהתאם), לא ניתן להבחין דדוקטיבית בדבר, רק ניתן לראות כי קיים חומר מסוים בריכוז גבוה.
5. ע"פ תרשים ה-HPLC של התסנין ניתן לראות כי התקבל קפאין בריכוז של $0.056 \frac{\text{mg}}{\text{liter}}$ כלומר מתוך 20 ג' תה קיבלנו 0.056 ג' קפאין.

אחוז הקפאין בתה :

$$\%_{\text{caffeine}} = \frac{0.056}{20} \cdot 100 = 0.28\%$$

מסקנות :

1. ניתן להניח כי החומר שמופיע בתרשים ה-HPLC של המשקע הוא Na_2CO_3 .
2. למרות שחרגנו מהוראות התדריך (שוב, ע"פ הנחיית המרצה) בכל זאת קיבלנו קפאין בדרגת ניקיון גבוהה, כך שניתן להגיד שהשיטה שבה נקטנו להפרדת הקפאין יעילה.
3. ניתן לומר ע"פ תוצאות החישוב כי כמות הקפאין בתה קטנה.
4. מומלץ לבדוק תקינות משפך מפריד בטרם התחלת הניסוי כדי לא לאבד זמן וחומרים.

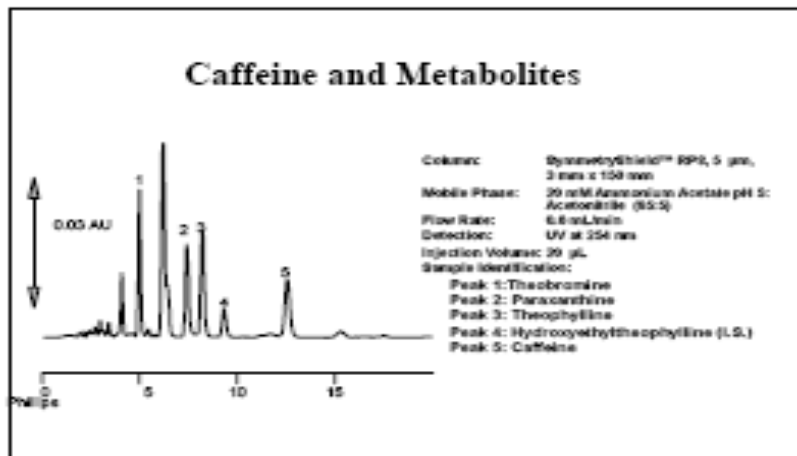
נספחים

נספח 1 : HPLC

כרומטוגרפיית נוזל בלחץ גבוה

בשיטה זו, הידועה כ-HPLC (באנגלית: Chromatography High Pressure Liquid), מומסת התערובת בפאזה הנעה (ממס זה או אחר), המוזרק בלחץ גבוה אל עמודה או ניס. גם כאן מחכה לחומרים גלאי בקצה העמודה, המתרגם את הנתונים לצורה גרפית. ב-HPLC, אולם, ההפרדה מבוצעת על-ידי הבדלים בקוטביות של חומרי התערובת. חומרים קוטביים (הידרופיליים) נמשכים לפאזה הנחה ונשארים זמן רב יותר בעמודה, וחומרים הידרופוביים (שומנים, למשל) ממהרים להגיע לקצה. גם שיטה זו טובה להפרדת סדרות הומולוגיות, שכן כל אטום פחמן נוסף מוריד מקוטביות המולקולה.

תרשים סכמטי של HPLC :



נספח 2 : IR

ספקטרום בליעה באינפרא אדום (IR)

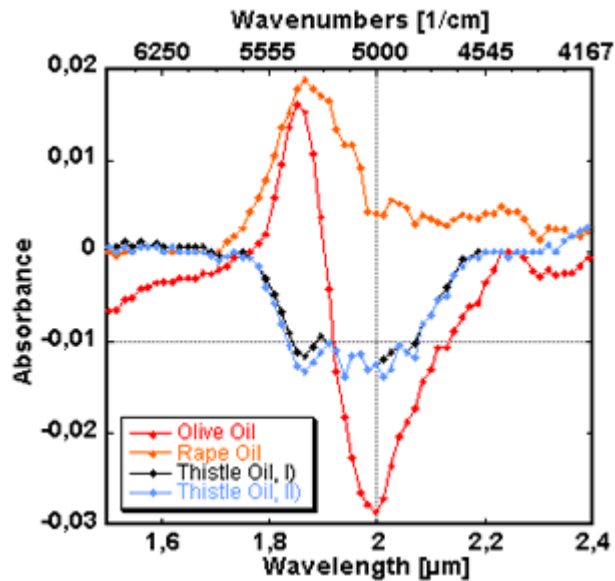
קרינה אינפרא אדומה (Infra Red, IR) הנה קרינה בלתי נראית (לעין האנושית) בעלת תדירות ואנרגיה נמוכות יותר מאלה של האור הנראה. בדיקת הבליעה של קרינת ה-IR על ידי חומרים אורגנים, מהווה אחת הדרכים השימושיות ביותר בכימיה אורגנית לזיהוי חומרים ולקביעת דרגת ניקיונם. במבוא תיאורטי זה, ננסה להסביר בקצרה את עקרונות הבליעה באינפרא-אדום: ניתן להסתכל על האטומים במולקולה כעל כדורים המחוברים זה אל זה בקפיצים (הקפיצים מייצגים את הקשרים בין האטומים במולקולה). למבנה כזה של כדורים וקפיצים יש סט של תדירויות טבעיות, בהן מתנדודים הכדורים. התדירויות תלויות במסות הכדורים, ובחוזק הקפיצים המחוברים ביניהם. באופן אנלוגי למודל של הכדורים והקפיצים מתנהגות מולקולות: לכל מולקולה סט של תדירויות המאפיינות אותה, ותלויות במסות האטומים

ובחזק הקשרים ביניהם. כאשר מקרינים את המולקולות בקרינה בעלת תדירות זהה לזו של אחת מן התדירויות הטבעיות, יכולות המולקולות לבלוע קרינה זו. לפיכך, מתוך מדידת תדירויות הקרינה הנבלעות על ידי מולקולה מסוימת, ניתן ללמוד על תדירויות הקשרים האופייניות לה, ומכאן ניתן ללמוד על הקשרים עצמם.

ספקטרום הבליעה של חומר באינפרא-אדום מציג את אחוז הבליעה (או אחוז ההעברה) של קרינת האינפרא-אדום על ידי חומר מסוים כפונקציה של תדירות הקרינה. דוגמא לספקטרום בליעה ב-IR (בתחום האינפרא-אדום)

ספקטרום IR

מכשיר למדידת בליעת ב-IR נקרא ספקטרומטר IR. חלקיו העיקריים הם מקור הפולט קרינת IR, סריג המפרק את הקרינה לאורכי גל שונים, גלאי הרגיש לקרינה ורשם. בין מקור הקרינה לסריג מציבים את הדוגמא הנבדקת. הקרן עוברת דרך הדוגמא, ומגיעה אל הגלאי (דרך הסריג). הגלאי משווה את עוצמת הקרינה העוברת את הדוגמא לעוצמה של קרן ייחוס (קרן מקבילה שאינה עוברת דרך הדוגמא. השוואה זו נעשית בכל אחת ואחת מן התדירויות הכלולות בתחום המדידה של המכשיר, על ידי סיבוב של הסריג. סיבוב הסריג מתוזמן עם מערכת הרישום, וזו רושם את אחוז הבליעה עבור כל תדירות. למשל, תרשים של זיהוי שמן צמחי בתערובת מימית תחת ספקטרומטר IR :



נספח 3 :

תוצאות דגימות HPLC (מצורפות בהתאם)

כימיה אורגנית - מעבדה
דו"ח מעבדה מס' 6

הכנת

פוליאמינס

שם הסטודנט	ת.ז. :	מס' קבוצה	261040220/1
זמיר זוהר	027414200	שם המרצה	ד"ר איריס ויץ
סימון רז	036300820	תאריך הגשה	28/12/2005

כימיה אורגנית – מעבדה מס' 6 – דו"ח מכין

הכנת פולימרים

נושא המעבדה

מעבדה בפולימרים.

מטרות הניסוי

הכנת פולימרים אורגניים וסיווגם לסוגים, הכרת שיטות פלמור ומנגנוניהן.

רקע תיאורטי

עיקרון השיטה ומשוואות הסינתזה:

סוג הפולימר תלוי במבנה המונו-מרים, בקבוצות הפונקציונאליות שלהם ובתהליך המתרחש, אם במנומר ישנם קשרים כפולים או משולשים הפלמור יתקבל על ידי תגובת סיפוח, אם במנומר ישנן מספר קבוצות פונקציונאליות כגון: חומצה, כהל, אציל הליד, הפלמור יתרחש בתגובת דחיסה. בדרך כלל הפולימרים מתחלקים לשתי קבוצות:

פולימרים של דחיסה

הם פולימרים המתקבלים בתגובת דחיסה, בהם יחידות המונו-מר יוצרים קשר כימי תוך שחירור (איבוד) מולקולות קטנות כגון מים, אמוניה או מתנול. פלמור על ידי דחיסה יוצא לפועל כאשר למונו-מר יש שנים או יותר קבוצות פונקציונאליות המסוגלות להגיב ולקשור את המונו-מרים בשרשרת, בפלמור מסוג זה מתקבלים אסטרים, אמידים, אמינים ואתרים על ידי תגובות התמרה נוקלאופילית או לפעמים על ידי אלקילציה של תרכובות ארומאטיות, על ידי התמרה אלקטרו-פילית.

פולימרים של סיפוח

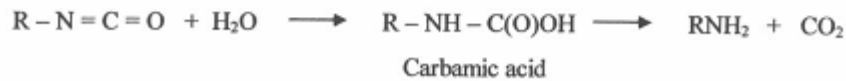
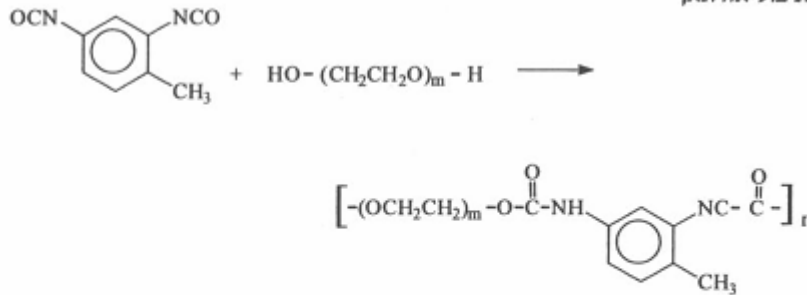
הם פולימרים המתקבלים בתגובת סיפוח בהם מופיעים כל יחידות המונו-מרים. פלמור על ידי סיפוח יוצא לפועל בדרך כלל על ידי חיבור קשר כפול פחמן - פחמן או פחמן - חמצן או פחמן - חנקן. בהתאם לסוג המונו-מר הפלמור יכול להתקבל במנגנונים שונים, למשל מנגנון אלקטרו-פילי, נוקלאו-פילי או מנגנון בו מעורבים רדיקלים חופשיים. תחילת הפלמור מתרחשת על ידי כמות קטליטית של מעיל/מגיב התחלתי המתחיל את הפולימריזציה של המונו-מר או המונו-מרים.

משוואת התגובה בניסוי / עבור פולימרים שונים

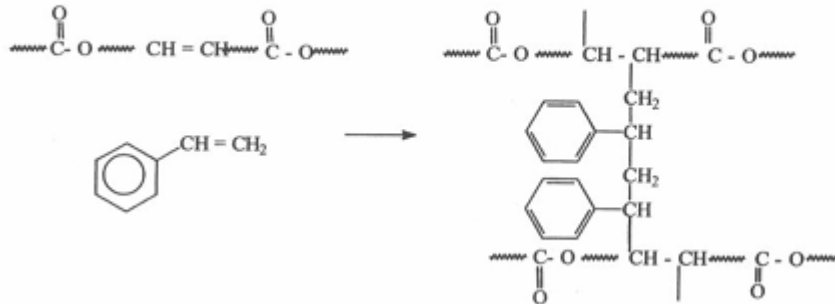
א. הכנת פוליאמיד (ניילון 6-6)



ב. הכנת פוליאורתאן



ג. צילוב שרף פוליאסטר עם סטירן (הכנת פוליאסטר משורין בסיבי זכוכית)



תשובות לשאלות ההכנה

1. פולימרים תרמופלסטיים- לפולימר מסוג זה תכונות פלסטיות והינו מושפע מחום, פולימר מסוג זה יתרכך בחימום ויתקשה בקירור, בדרך זו ניתן לעצבו מחדש לצורות שונות. פולימרים תרמופלסטיים הם בעלי מבנה קווי, מבנה של שרשראות קוויות בעל צפיפות גדולה, פולימרים אלו גמישים.
חומרים תרמוסטיים-פולימר מסוג זה אינו ניתן לעיצוב מחדש, לפולימרים מסוג זה מבנה שרשראות מצולבות ומסועפות דבר המקנה צפיפות קטנה יותר מאשר לפולימרים התרמופלסטיים, חומרים אלו אינם גמישים.
2. א. פולי-אמיד (ניילון 6-6)- חומר זה מתרכך בזמן חימום ומתקשה בקירור, החומר גמיש, ונוצר בצורת חוט מתוח, לכן פולימר זה הוא תרמופלסטי.
 ב. פוליאורתאן- חומר זה הינו בעל שרשראות מצולבות לכן פולימר זה הינו תרמו-סטאטי.

טבלת נתונים פיסיקליים

נוסחא מולקולארית	מסה מולקולארית [g/mol]	נק' התכה [°C]	נק' רתיחה [°C]	צפיפות [g/ml]	שם לפי I.U.P.A.C.	שם התרכובת
C ₆ H ₁₆ N ₂	116.1254	42	204	0.848	Hexamethylenediamine	הקסאמתיל די-אמיד
C ₈ H ₁₄ O ₄	146.14	152	337	1.36	hexanedioic acid	חומצה אדיפית
CH ₂ CL ₂	84.93	-95	40	1.32	Methylene Chloride	מתילן כלוריד
(CH ₃ CO) ₂ O	102.09	-73	139	1.08	Acetyl oxide	אנהידריד אצטי
H ₂ SO ₄	98.08	3	280	1.84	sulphuric acid	חומצה גפריתית

מהלך הניסוי + תוצאות וחישובים

יירשמו בכתב יד ויוגשו בתום המעבדה ע"פ הנחיית המרצה.

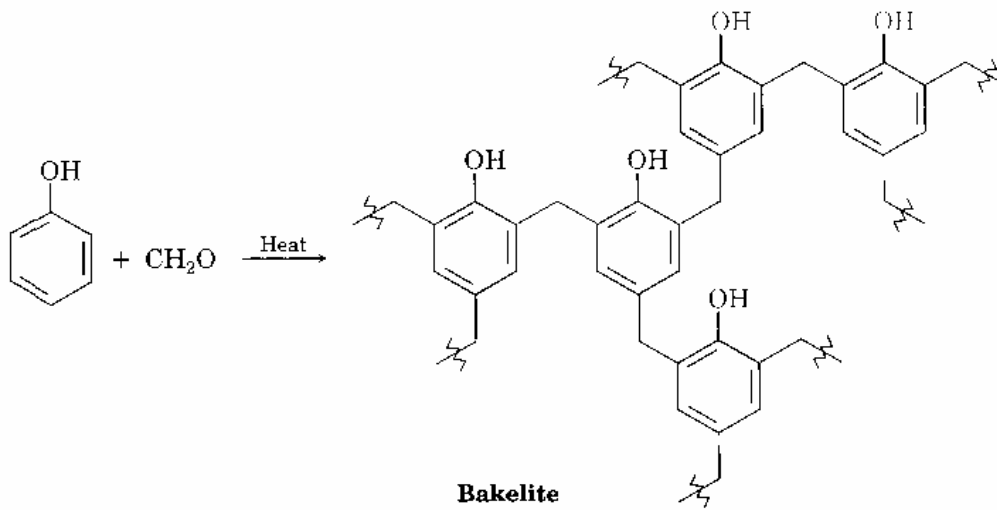
סיכום ומסקנות

1. למדנו להכיר פולימרים ושיטות להכנתם.
2. למדנו על גורמים ותגובות המשפיעים על יציבות ועמידות פולימרים.

תשובות לשאלות הסיכום

1. **חומרים תרמופלסטיים**
 חומר תרמופלסטי הוא חומר בעל תכונות פלסטיות: הוא מתרכך בזמן חימום ומתקשה בזמן קירור, כך שאפשר לעצב אותו מחדש שוב ושוב פולימרים תרמופלסטיים הם בעלי מבנה קווי. ניילון (פוליאמיד) ופוליפרופילן הם דוגמה לפולימר תרמופלסטי.
חומרים תרמוסטטיים
 חומר תרמוסטטי מתרכך בזמן חימום, ובחימום נוסף מתקשה באופן בלתי הפיך, כך שאינו ניתן בחימום חוזר ואי אפשר למחזרו פולימרים תרמוסטטיים הם על פי רוב בעלי מבנה מסועף ומצולב; ככל שההסתעפויות בשרשרת הפולימר רבות, כך החומר צפוף פחות וככל שקיימים יותר קשרי צילוב בפולימר, כך החומר קשה יותר ואינו גמיש. בקליט ופוליסטירן הם דוגמאות לחומר תרמוסטטי.

2. להלן נוסחת המבנה ודרך הייצור של בקליט:



3. הפולימר המתקבל מחומצה טרפאתאלית ואתילן גליקול הוא PET, פולי אתילן טרפאתאלט או בשמו המסחרי פוליאסטר, מנגנון הפלמור הוא פלמור של דחיסה, כאשר לפני הדחיסה החומצה והגולרם לפני התגובה :

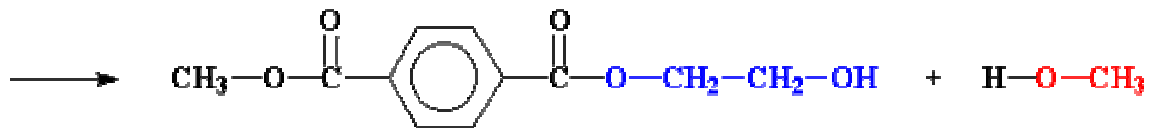
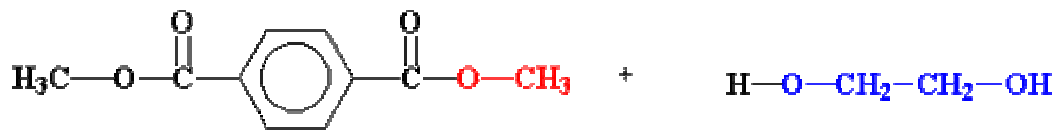


This is dimethyl terephthalate.

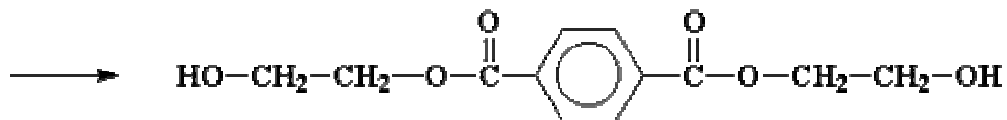
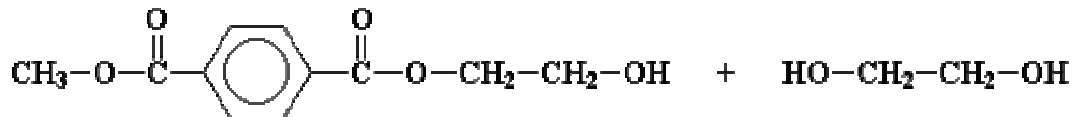


This is ethylene glycol

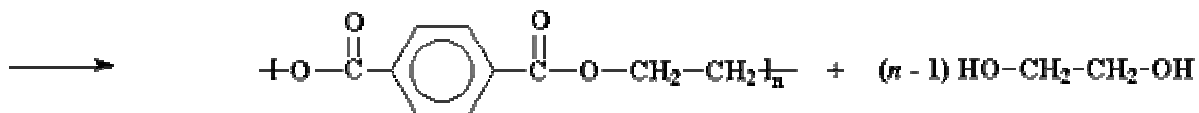
החומרים לאחר האסטרופיקציה :



ולאחר הדחיסה (של 2 יחידות אסטר) :



ועבור (n יחידות) :



poly(ethylene terephthalate)

הערה : תרשימים ותמונות של מנגנונים נלקחו מהאינטרנט.

כימיה אורגנית - מעבדה

דו"ח מעבדה מס' 5

הכנת

הסול

הפואיז

261040220/1	מס' קבוצה	ת.ז. :	שם הסטודנט
ד"ר איריס ויץ	שם המרצה	027414200	זמיר זוהר
20/12/2005	תאריך הגשה	036300820	סימון רז

כימיה אורגנית – מעבדה מס' 5 – דו"ח מכין

הכנת בוטיל ברומיד

נושא המעבדה

- א. התמרה נוקלאופילית של כהלים.
ב. הכרת תגובת S_N2 .

מטרות הניסוי

- א. הכנת n - בוטיל ברומיד.

רקע תיאורטי

כהלים עוברים התמרה נוקלאופילית בסביבה חומצית חזקה. החומצה מבצעת פרוטונציה לקבוצת ההידרוקסיל, קבוצת OH שהיא "קבוצה עוזבת גרועה" ונוקלאופילית והופכת אותה "לקבוצה עוזבת טובה" H_2O .

בשלב הבא מתבצעת התקפה נוקלאופילית של הליד, במקרה זה Br^- על הפחמן ובו זמנית ניתקת הקבוצה ההידרוקסילית שעברה פרוטונציה ויצירת האלקיל הליד. תגובה זו היא תגובה מסוג S_N2 . מהירות התגובה לקבלת אלקיל הליד תלויה במנגנון, האם הוא S_N1 או S_N2 וכמובן שבאופי של חומר המוצא (המגיב) כהל שלישוני מגיב מיד בטמפ' החדר בתגובה מסוג S_N1 בעוד שכוהל שניוני מגיב לאט במנגנונים S_N1 או S_N2 , כהל ראשוני עובר תגובה במנגנון S_N2 אך נדרש לכך חימום.

מנגנון S_N1 :

במנגנון זה יוצאת הריאקציה לפועל ב-2 שלבים עוקבים, השלב האיטי – השלב קובע המהירות, שבו מתקבל חומר הביניים, ושלב מהיר – שלב קבלת התוצר. בשלב המהיר מתפרק האלקיל הליד וליון קרבוניום, שהוא חומר הביניים הפעיל של הריאקציה. היווצרות חומר הביניים מותנית במדיום פולארי שייצב את היונים הנוצרים. בשלב המהיר, הבא מייד לאחר השלב האיטי, מתקשר הנוקלאופיל במקום האניון שעזב, כיוון שבשלב האיטי משתתף רק האלקיל הליד זוהי ריאקציה מסוג ראשון וריכוז האלקיל הליד משפיע לבדו על מהירות הריאקציה. כיוון שהריאקציה עוברת דרך יון קרבוניום, שהוא מישורי, הריאקציה אינה מפקחת מרחבית ותתרחש רצמיזציה. המעבר דרך קרבוקטיון גורם גם לקבלת תוצרים שונים מן המצופה עקבות אלימינציה שלו

מנגנון S_N2 :

השוני בין תגובה זו לקודמת הוא הפיקוח המרחבי על מהלך הריאקציה, כיוון שהיקשרות לנוקלאופיל והתנתקות הקבוצה העוזבת מתרחשים בו זמנית, חייב הנוקלאופיל לתקוף את הפחמן מן הצד הנגדי לקבוצה העוזבת. במהלך הריאקציה נכנסות 3 הקבוצות האחרות למישור אחד (כאשר מדובר על קבוצות נפחיות, המעבר קשה יותר, הריאקציה מועטת, דרושה יותר אנרגיה והריאקציה לא בהכרח תצא לפועל) ואשר ממנו הן יוצאות לאחר עזיבת הקבוצה העוזבת – אך בכיוון ההפוך, במהלך תגובה זו יש היפוך קונפיגורציה המכונה היפוך ולדן. המשמעות : כאשר מתבצעת ריאקציה זו על חומר בעל פעילות אופטית, גם לתוצר תהיה פעילות כזו. סדר הפעולות של אלקיל

העדפות S_N1 S_N2

סדר הפעילות של אלקיל הליד ב-2 המנגנונים הפוך, ב-S_N1 הריאקציה פעילה יותר ככל שיון הקרבונים המתקבל יציב יותר, לכן סדר הפעילות הוא כסדר היציבות של יוני הקרבונים (היציב ביותר יון שלישוני).

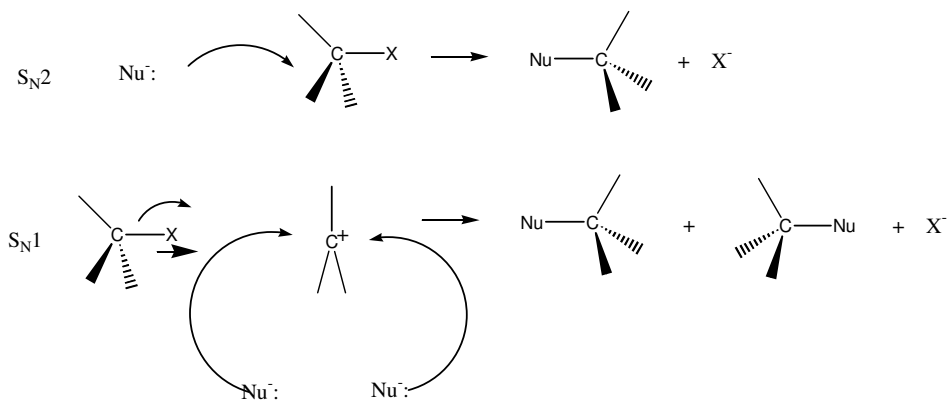
ב-S_N2 המצב הפוך, ככל שגדל מסי' המתמירים הפחמן ממוסך יותר וקשה לתקוף אותו, לכן סדר הפעילות במנגנון זה הפוך.

באופן מעשי יון קרבונים שניוני הוא מקרה ביניים ויכול לבחור את 2 המנגנונים.

יון ראשוני יגיב תמיד ב-S_N1 ויון שלישוני יגיב תמיד ב-S_N2.

ניתן לאלץ יון שלישוני להגיב במנגנון S_N2 ע"י שימוש בנוקלאופיל חזק, אך הריאקציה תהיה איטית מאוד, מאידך ניתן להתמיר יון ראשוני דרך S_N1 ע"י מלח שהקטיון שלו יוצר עם ההליד מלח קשה תמס שישקע ויצא מן המערכת.

מנגנון סכמטי עבור תגובות התמרה:



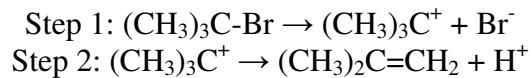
תגובות מתחרות

לתגובת התמרה S_N1 יש תגובה מתחרה E1 שזו תגובת אלימינציה יש עדיפות לתגובת התמרה. בתנאים מסוימים ניתן ליצור עדיפות לאלימינציה.

E1 בתגובה מתרחשת שבירת קשר תוך מולקולארי וקבלת קרבו-קטיון, לאחר מכן יש מסירת פרוטון

מהקרבוקטיון (כתלות בערך pKa. קצב התגובה תלוי כמעט לחלוטין בריכוז הסובסטרט. דוגמא

לתגובה:

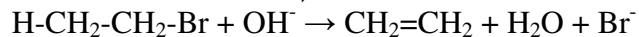


תגובת אלימינציה זו מושפעת מיציבות הקרבוקטיון, ככל שהוא יציב יותר משך הזמן לתגובה ארוך

יותר ולכן ניתן להבחין בקרבו-קטיונים יציבים בתגובה מסוג זה.

לתגובת S_N2 יש תגובה מתחרה של E2 תגובת אלימינציה.

אלימינציה מסוג E2 – זוהי תגובה המתרחשת במהלך אחד:



החלקים העיקריים בתגובה הם: שבירת קשרי ה: פחמן-חמצן, פחמן-הלוגן, ולאחר מכן יצירת קשר כפול בין אטומי הפחמן.

הערות כלליות:

- קצב התגובה תלוי בעיקר באקטיביות ההלוגנים.

- מתקיימת "תחרות" על סוג התגובה בין E1 ל SN1 וכמו כן E2 ל SN2. כלומר בין מנגנוני אלימינציה ומנגנוני התמרה. בעקרון מנגנוני התמרה הם עדיפים על אלימינציה, בתנאים מסוימים אפשר להוביל לכך שתגובת האלימינציה תועדף.

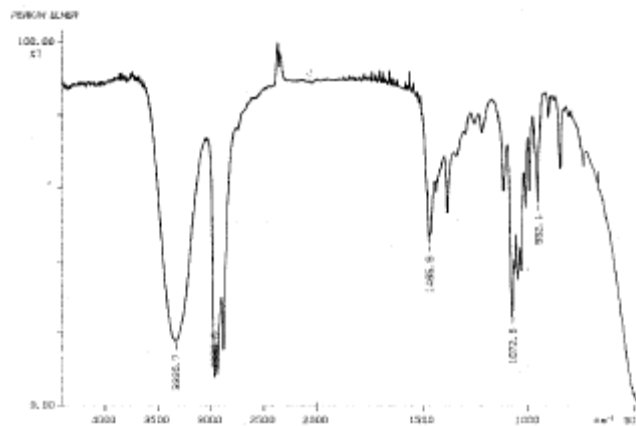
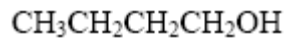
ספקטרוסקופיה IR

באופן כללי זוהי דרך להערכת הויברציות של מולקולות. לכל קבוצה פונקציונאלית או מבנית במולקולה יש את תדר הרטט האופייני לה. תכונה זו ספציפית מאוד ולכן ניתן להשתמש בה על מנת לאפיין הרכיבי תמיסות לא ידועות. שיטה זו כל כך מדויקת כך שההתייחסות היום לבדיקה זו כ"טביעת אצבע" מולקולארית. חשוב לציין שזוהי דרך זיהוי בלבד, ללא התערבות מבנית כלשהי.

דוגמא לתרשים IR של בוטאנול :

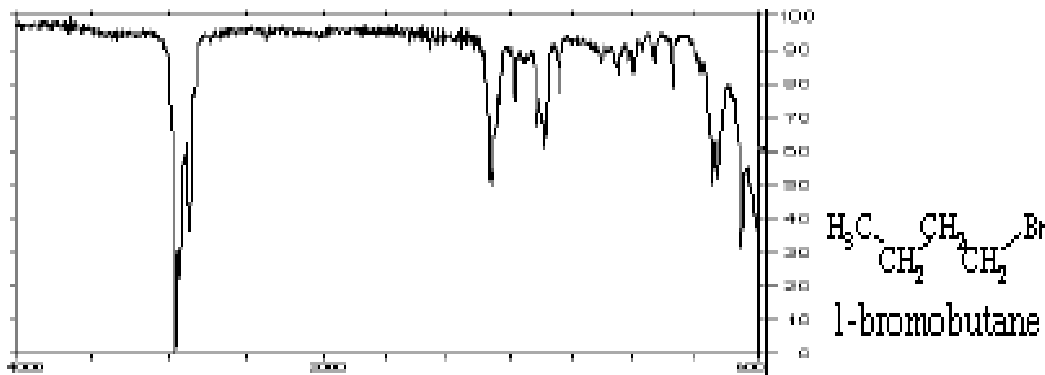
Alcohols

n-Butanol

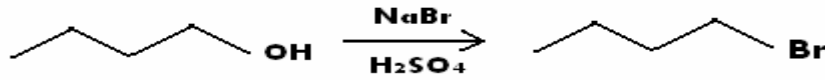


00/10/20 00:00 1-Butanol
% T scan, 4.0cm⁻¹, speed none

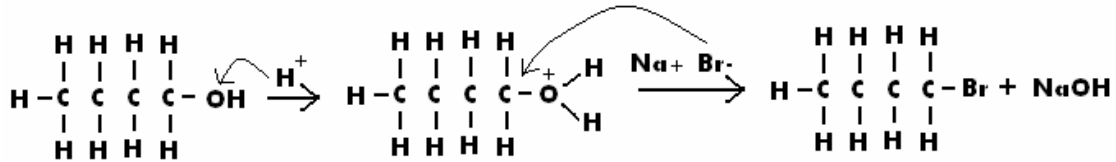
דוגמא לתרשים IR של 1-ברומו – בוטאן :



משוואת התגובה בניסוי



מנגנון התגובה



תשובות לשאלות

1. מנגנון התגובה מתואר בסרטוט, תגובת התמרה בכוהל ראשוני מסוג $\text{S}_{\text{N}}2$.
2. אנו משתמשים במלכודת בסיסית בכדיי לסתור את אדי החומצות המסוכנים העולים להתנדף בתהליך:
 - א. $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{NaSO}_4 + \text{HBr}$ חומצה חזקה ומסוכנת מלכודת ה- NaOH סותרת את החומצה, ותיווצר התגובה הבאה:

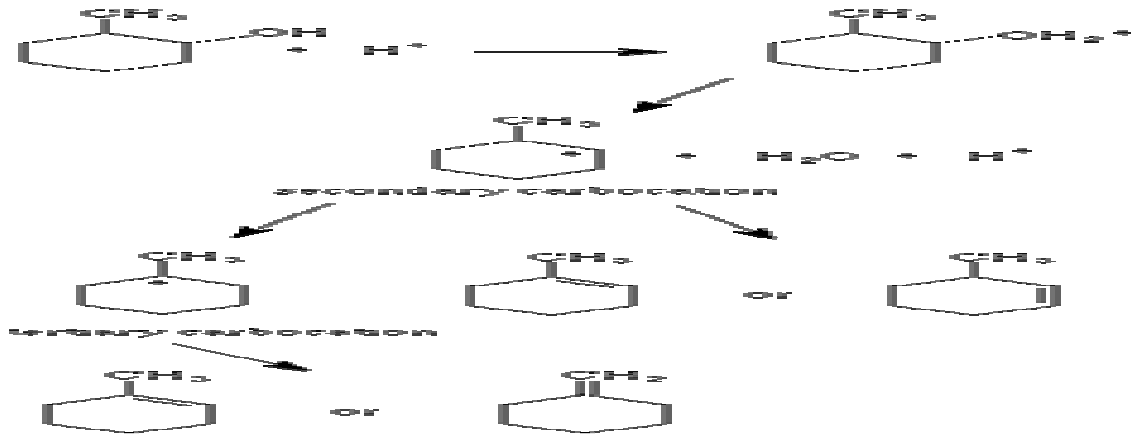
$$\text{HBr} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaBr} + \text{H}_2\text{O}$$
 כמו כן עלולה להתנדף בתהליך זה חומצה גפרתית והמלכודת תסתור אותה באופן הבא:

$$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaHSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$
 - ב. תפקיד השטיפות הוא לנקות חומרים לא רצויים, לנקות את התוצר משאר החומרים הלא רצויים, בוטיל ברומיד לא נמס במים ולכן אחרי שטיפה תיווצרנה שכבות, כך נוכל להפריד בקלות את הפרקציות. למשל המלח סודיום קרבונט מיועד לשטוף את הפאזות משאריות חומצות מינראליות שייתכן ונשארו בה, ע"פ התגובות הנ"ל:

$$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaHCO}_3 \rightarrow \text{NaHSO}_4 + \text{H}_2\text{CO}_3$$
 א. שאינה מסוכנת ומסיסה טוב מאוד במים כך שקל לסלק חומרים אלה מהפאזה האורגנית.

$$\text{HBr} + \text{NaHCO}_3 \rightarrow \text{NaBr} + \text{H}_2\text{CO}_3$$
 ב. פחמתית- שוב קל לסלק חומרים אלו מהפאזה האורגנית.
3. נראה בכלליות מה קורה בתגובת התמרה של כהל שלישוני. כפי שניתן לראות:
 - א. יכולה להתרחש אלימינציה (דהידרציה), תוצרים- 1 מתיל ציקלוהקסאן + 3 מתיל ציקלוהקסאן.
 - ב. יכול להתרחש שחלוף, תוצרים- מתילן ציקלוהקסן + מתיל ציקלוהקסאן
 - ג. יכולה להתרחש התמרה, תוצרים- 1 ברומו 2 מתיל ציקלוהקסן + חומצה ברומית אותה יש לסתור ולהפוך למלח ומים.

להלן תרשים לקבלת האפשרויות 'א' + 'ב' :



5. ניתן לבדוק זאת על ידי הוספת תמיסת $KMnO_4$ אשר צבעה כתום-סגול, ניתן יהיה לראות בבירור האם התוצר מכיל בוטן, אם התוצר מכיל בוטן יעלם הצבע, כאשר $KMnO_4$ מגיב עם אלקנים הוא מאבד את צבעו, כמו כן ניתן לבדוק זאת על ידי הוספת ברום (Br_2) ושינוי הצבע (תגובת סיפוח ברומיזציה).

טבלת נתונים פיסיקליים

מצב החומר	צפיפות g/ml	משקל מולקולארי g/mol	נ.היתוך °C	נ.רתיחה °C	השם סיסטמתי	השם לפי I.U.P.A.C.	נוסחה מולקולארי
גז חסר צבע	2.37	56	-185	-6.3	בוטן	1butene	C_4H_8
נוזל לבן/ ללא צבע	1.27	136.9	-112	102	בוטיל ברומיד	1- bromobutane	C_4H_9Br
נוזל חסר צבע	1.34	98.08	10	290	חומצה גופרתית	sulfuric acid	H_2SO_4
נוזל חסר צבע	0.81	74.12	-89	118	בוטנול	1-Butanol	C_4H_9OH
מוצק לבן ללא ריח	2.13	43	318	1390	הידרוקסיד הנתרן	sodium hydroxide	NaOH
אבקה לבנה		102.89	755	1390	סודיום ברומיד	sodium bromide	NaBr
גרגירים לבנים		851	2.532	105.99	סודיום קרבוט	Sodium carbonate	Na_2CO_3

מהלך הניסוי

החומרים שהוכנסו לקולבה :

- 33 ג' מלח של סודיום ברומיד.
- 30 ג' מים מזוקקים.
- 22.2 מ"ל בוטאנול.
- 25 מ"ל ח. גפריתית. – מוסיפים לאחר קירור

כיוון שקיבלנו (כרגיל) ציוד לא תקין, במקרה הזה פלטת חימום לא תקינה, הבוחש המגנטי בתערובת לא הסתובב ונוצר משקע של המלח. הכנו את התערובת מחדש והבאנו לרתיחה.

חיברנו את המלכודת הבסיסית וחיממנו במשך כ-45 דקות בטמפי של 100°C .
הבחנו ביצירת 2 פאזות כאשר העליונה נהייתה עכורה:



קיררנו את המערכת, והרכבנו מחדש את המערכת כדי שנוכל לזקק את התוצר המבוקש. זיקקנו בטמפי של כ- 115°C עד שראינו כי לא מתקבל יותר תוצר, הזיקוק מתבסס על נקי הרתיחה של ה- 1 ברומבוטאן שהיא 102°C ואנו יכולים להיות משוכנעים כי בכלי איסוף תוצרי הזיקוק, בזיקוק של 115°C יתקבל לנו בין השאר גם התוצר המבוקש.

תמונה של מערכת הזיקוק :

הפרדנו את השכבות כפי שמתואר בתדריך וקיבלנו פאזה אורגנית לאחר היבוש עם כלוריד הסידן אותה סיננו לכלי נקי ושקלנו.

תוצאות וחישובים

מסת המגיב (סודיום ברומיד) – 33 ג'.
מס' המולים של המגיב –

$$n_{NaBr} = \frac{m}{M} = \frac{33_g}{102.89_{g/mol}} = 0.32_{mol}$$

הנפח של הכוהל הדרוש :

$$d_{butanol} = 0.81_{g/ml} \quad V_{butanol} = \frac{m}{d} = \frac{18}{0.81} = 22.2_{ml}$$

מסת בוטיל הברומיד הצפויה – נחשב מתוך מס' המולים של הבוטאנול :

$$n_{butanol} = \frac{18_g}{74.12_{g/mol}} = 0.243_{mol} \quad n_{butanol} = n_{butyl-bromide} = 0.243_{mol}$$

$$m_{butyl-bromide} = n \cdot M = 0.243_{mol} \cdot 136.9_{g/mol} = 33.246_g$$

חישוב מסת התוצר שנתקבלה :

מסת הכלי הריק – 38.84 ג'
מסת הכלי לאחר סינון התוצר אליו – 53.76

מסת התוצר הסופי :

$$m = 53.76 - 38.84 = 14.92_g$$

נחשב ניצולת :

$$\eta = \frac{14.92_g}{33.246_g} \cdot 100 = 44.8\%$$

סיכום ומסקנות

1. מאוד מתסכל לקבל ציוד לא תקין ב-3 מעבדות רצופות ☺
2. למדנו להכין תוצר המתבסס על תגובת התמרה מסוג SN2.
3. ביצענו זיקוק אזאוטרופי.
4. יישמנו שיטות הפרדה שנלמדו במעבדות קודמות כגון : זיקוק, ייבוש, סינון.
5. לא ביצענו זיקוק שלישי ע"פ הנחיית המרצה כך שיייתכן והתוצר שקיבלנו אינו בדרגת הניקיון הגבוהה ביותר, וכנגזרת מכך הניצולת אף קטנה יותר.

תשובות לשאלות הסיכום

תשובות לשאלות ההכנה 1-3 ניתנו בחלקו של הדו"ח המכין.

4. מנגנונים להתמרה נוקלואופילית של כהלים שונים :

