



הפרדה אלכוהולית

ניסוי חקר בנושאים: קישור בין מולקולרי, כימיה אורגנית (ניסוי ברמה 2- ניסוי מתקדם מלא)

מכשור: כרומטוגרף גזים

רקע תאורטי: כרומטוגרפית גזים

כרומטוגרפיה:

כרומטוגרפיה היא שיטה להפרדה ולזיהוי מרכיבים בתערובת. הכרומטוגרפיה כוללת טכניקות רבות, ובכללותה היא מהווה כיום את הטכנולוגיה האנליטית הנפוצה ביותר, במחקר מדעי והן בתעשייה וברפואה. בשיטות כרומטוגרפיות ניתן להפריד תערובות עשירות מרכיבים לחומרים המרכיבים אותן. ורגישות השיטה מאפשרת זיהוי והפרדה גם של חומרים המצויים בכמויות זעירות ביותר בתוך התערובת. הפשוטה בשיטות הכרומטוגרפיה הנה כרומטוגרפית הנייר. כאשר מטפטפים, לדוגמא, טיפת דיו במרחק מה מקצהו של נייר סופג, ומעמידים את הנייר בתוך כלי המכיל נוזל בתחתיתו (כך שכתם הדיו נמצא מעל לפני הנוזל אשר בכלי) מטפס הנוזל במעלה הנייר בשל כוחות נימיים (קפילריים). הנוזל שמטפס במעלה הנייר מפריד את הדיו למרכיבים השונים, כיוון שהמרכיבים השונים נעים במהירויות שונות. לפיכך, נוצרת על פני הנייר סדרת כתמים אשר המרחק ביניהם הולך וגדל ככל שהזמן גדל.

כל השיטות הכרומטוגרפיות מבוססות על עיקרון זה: קצב נדידה שונה של חומרים הנישאים על ידי זרימה קבועה של נוזל או גז דרך תווך הקבוע במקומו. התווך הקבוע מכונה **הפזה הנחה**, ואילו הנוזל או הגז הזורמים דרכו מכונים **הפזה הנעה**.

קצב המעבר של חומר מסוים דרך הפזה הנחה נקבע על ידי חלוקתו בין שתי הפזות. כלומר, תלוי גם בכוחות הפועלים בין מולקולות החומר למולקולות הפזה הנחיתה וגם בכוחות הפועלים בין מולקולות החומר למולקולות הפזה הניידת. בכרומטוגרפית הנייר, לדוגמא, תלויה מהירות תנועת חומר מסוים על פני הנייר בנטייה של מולקולות החומר להתמוסס בנוזל לעומת נטייתן להיקשר (להיספח) אל הנייר. ככל שחומר נספח חזק יותר אל הפזה הנחה, כך תהיה מהירות התקדמותו איטית יותר. וככל שמסיסותו של חומר בנוזל גבוהה יותר כל תהיה מהירות התקדמותו על פני הפזה הנחה גבוהה יותר.

החלוקה בין שתי הפזות תלויה, אם כן, ביחס בין שתי תכונות פסיקליות. וההפרדה מבוססת על כך שלחומרים שונים תכונות פסיקליות שונות, ולפיכך קבועי חלוקה ומהירויות נדידה שונים. ככל שקבועי החלוקה שונים יותר זה מזה, כך תהיה הפרדה טובה יותר.

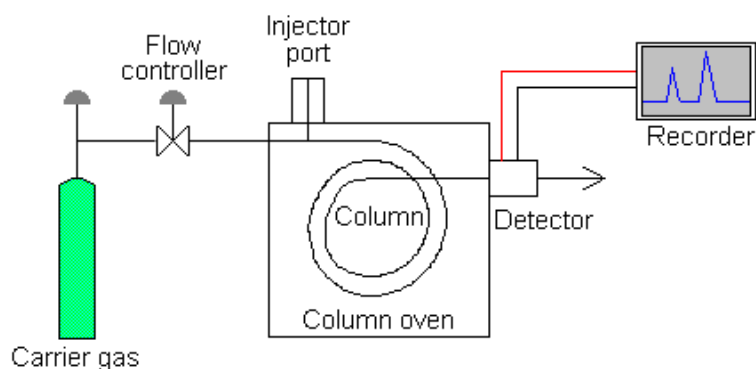
התכונות המעורבות בתהליך ההפרדה תלויות בטיבן של שתי הפזות. לדוגמא, כאשר הפזה הנחה עשויה מחומר קוטבי (פולרי), היא קושרת אליה חזק יותר חומרים קוטביים (קשרים בין מולקולריים) ואלה נעים דרכה בקצב איטי יותר מחומרים שאינם קוטביים.



קיימות שיטות כרומטוגרפיות רבות ושונות. השיטות השונות נקראות לעיתים על פי הפזה הנחה (כרומטוגרפית נייר, כרומטוגרפית עמודה), או על פי הפזה הנעה (כרומטוגרפית גז GC, כרומטוגרפית נוזל HPLC). השיטות השונות דורשות מכשור וציוד שונה, ומתאימות כל אחת לסוגי חומרים ספציפיים.

כרומטוגרפית גזים:

בכרומטוגרפית גזים, בה תשתמשו בניסוי זה, מזרימים גז דרך צינור צר המכיל אבקה בעלת שטח פנים גדול. הצינור המכיל את הפזה הנחה מכונה עמודת ההפרדה, והגז המוזרם דרכו מכונה הגז הנושא, ומהווה את הפזה הנעה. איור מס' 1 מתאר באופן סכימטי את המבנה של כרומטוגרף הגזים.



- 1 – מיכל הגז הנושא
- 2 – ווסת זרימה
- 3 – מערכת הכנסת הדוגמא
- 4 – תנור
- 5 – עמודת ההפרדה
- 6 – גלאי
- 7 – רשם

איור 1: תיאור סכימטי של מרכיבי כרומטוגרף גזים.

הגז הנושא מוזרם בקצב קבוע דרך עמודת ההפרדה, ואליו מזריקים את התערובת. הזרימה הקבועה של הגז הנושא גורמת לדחيفת התערובת דרך החומר הדחוס בעמודה, ותוך כדי כך מופרדת התערובת למרכיביה על פי נטייתם להיספח אל החומר שבעמודה. ביציאה מן העמודה נבדקים החומרים על ידי גלאי המחובר למחשב. על הצג מתקבל רישום הנקרא כרומטוגרמה המראה את יציאת החומרים כפונקציה של הזמן. כרומטוגרפית הגזים הנה שיטה אנליטית איכותית וכמותית. זמני היציאה מן העמודה מאפיינים את המרכיבים השונים, ומאפשרים לזהותם באופן איכותי. ומדידת השטח שמתחת לשיאים (פיקים) בכרומטוגרמה מספקת מידע כמותי. ככל שהדוגמא מכילה יותר מן החומר, כך השטח שמתחת לשיאו גדול יותר.

הקולונה, והפזה הנחה:

הקולונה היא העמודה המכילה את הפזה הנחה, ניתן להכין קולונות באורכים ובקטרים שונים בהתאם לתנאי ההפרדה. חומר המילוי של הקולונה מהווה את הפזה הנחה. הפזה הנחה יכולה להיות מוצק או נוזל בעל נדיפות נמוכה. קיים מגוון רחב מאד של קולונות המכילות חומרי מילוי שונים, המתאימים להפרדת חומרים שונים. בניסוי שלנו, נשתמש בקולונה המכילה פזה נחה מוצקה מסוג Porpak-Q.



ה-Porpak-Q עשוי מפולימרים מצולבים (דיוויניל-בנזן / אתיל וויניל-בנזן). המולקולות המופרדות יוצרות קשרים שונים עם הפזה הנחה (מדובר בקישור בין מולקולרי), מאחר שהפזה הנחה הנה א-פולרית (לא פולרית) הקשרים הנוצרים בין הפזה הנחה לחומרים המופרדים הנם קשרי ואן-דר ולס.

הוראות כלליות

חובה להשתמש בכפפות ולהרכיב משקפי מגן .

הקפידו על :

- מילוי מדויק אחר ההנחיות לבצוע הניסוי.
 - דווח ברור ומאורגן של התצפיות (מומלץ לארגן את התצפיות בטבלה)
 - חלוקת תפקידים בתוך הקבוצה ושיתוף כל חברי הקבוצה בפעילות.
 - שימוש בשפה מדעית נכונה ומדויקת לכל אורך התהליך.
- בדקו שנמצאים ברשותכם כל הציוד והחומרים הדרושים לביצוע הניסוי .

ציוד וחומרים:

גז כרומטוגרף

בקבוקון עם פקק גומי המכיל תערובת כהלים

בקבוקונים עם כהלים שונים

נייר סינון

כלי לכרומטוגרפיה

עיפרון

מהלך הניסוי:

שלב א': טרום חקר- הצגת התופעה ומערכת הניסוי

חלק ראשון – תעלומת בקבוקי הכוהל של שומר מחסן הכימיקלים

אופן הפעלת המכשיר יוסבר לכם על ידי המדריך.

ברשותכם בקבוקון המכיל תערובת של שלושה כהלים: מתאנול, אתנול, 1-פרופנול ביחסים של 1:1:1.

- הזריקו את התערובת להרצה בכרומטוגרף הגזים בתנאי ההפעלה הבאים:

לחץ: 20 psi

inj. A Temp: 150°C

det. A Temp: 250 °C

טמפרטורת התנור: 150°C Temp

- התבוננו בכרומטוגרמה ורשמו תצפיות

כל קבוצה מקבלת בקבוקון של דוגמא שלקח שומר מחסן הכימיקלים.



- הזריקו את דוגמת הנעלם לגז כרומטוגרף.

- התבוננו בכרומטוגרמה ורשמו תצפיות

ידוע כי התערובת מכילה בעיקר אתאנול ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$), וכוהל אחר מתאנול ($\text{CH}_3\text{-OH}$) או 1-פרופנול ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$) בריכוזים נמוכים. גלו האם הדוגמא שלכם מכילה בנוסף לאתאנול גם מתאנול או 1-פרופאנול, ועזרו לשומר להחליט האם כדאי לשתות מן הבקבוק.

חלק שני - שינוי תנאי ההזרקה

ברשותכם בקבוקון המכיל תערובת של שלושה כהלים: מתאנול, אתנול, 1-פרופנול ביחסים של 1:1:1. את ההזרקה לכרומטוגרף הגזים נעשה באותם תנאים כמו בחלק הראשון, למעט טמפרטורת התנור, אותה נעלה (בעזרת המדריך) ל- 170°C , כפי שמפורט להלן.

- הזריקו את התערובת להרצה בכרומטוגרף הגזים בתנאי הפעלה הבאים:

תנאי הפעלה:

לחץ: 20 psi

inj. A Temp: 150°C

det. A Temp: 250°C

טמפרטורת התנור: 170°C Temp:

- התבוננו בכרומטוגרמה ורשמו תצפיות

לאחר סיום חלק זה, יש בידכם 2 כרומטוגרמות: הראשונה (נעשתה בחלק הראשון) בטמפרטורת תנור של 150°C , והשנייה שהתקבלה כעת בתנאים של 170°C בתנור.

שלב ב' - מהלך החקר

1. נסחו לפחות 5 שאלות רלוונטיות ומגוונות שמתעוררות בעקבות הניסוי שביצעתם.

- בחרו שאלה אחת מהשאלות שהעליתם.
- נסחו שאלה זאת כשאלת חקר, בצורה בהירה ובמידת האפשר כקשר בין שני משתנים.
- נסחו בצורה בהירה ועניינית השערה המתייחסת לשאלה שבחרתם לחקור.
- נמקו את השערתכם על בסיס ידע מדעי רלוונטי ונכון.

2. תכננו ניסוי שיבדוק את השערתכם.

- הגדירו את המשתנה התלוי ואת המשתנה הבלתי תלוי.
- ציינו את הגורמים הקבועים.
- פרטו את כל שלבי הניסוי, כולל שלב הבקרה.
- הכינו רשימה מפורטת של חומרים וציוד הדרושים לביצוע הניסוי המתוכנן.
- קבלו את אישור המורה למהלך הניסוי שהצעתם.
- העבירו ללבורנט/ית את רשימת הציוד והחומרים.



3. בצעו את הניסוי שהצעתם כפי שאושר על ידי המורה.
- הציגו את התצפיות ואת התוצאות בצורה מאורגנת (טבלה, תרשים, גרף וכו')
 - פרשו ונתחו את התוצאות.
 - הסיקו מסקנות רבות ככל האפשר על סמך כל תוצאות הניסוי.
 - התייחסו לקשר שבין המסקנות לשאלת החקר והשערה.
 - חפשו בספר הלימוד ובמקורות נוספים מידע על הגורמים שעשויים להשפיע על צורת הכרומטוגרמה ועל טיב ההפרדה והסבירו את מסקנותיכם על בסיס ידע מדעי רלוונטי ונכון.
4. בדיון המסכם הקבוצתי
- התייחסו בביקורתיות לתוצאות הניסוי (מבחינת דיוק, הנתונים, מגבלות הניסוי וכו')
 - התייחסו בביקורתיות למידת ההתאמה בין המסקנות להשערות (תוקף המסקנות)
 - במידת הצורך הצביעו על השינויים הרצויים בתהליך החקר (בניסוח השערה, בתכנון הניסוי וכו')
 - רשמו שאלות נוספות שהתעוררו בעקבות הניסוי כולו.
 - הכינו את סיכום ניסוי החקר של קבוצתכם להצגה בפני הכיתה.
5. הכינו דווח בכתב, הכולל את כל שלבי הפעילות ואת הרקע המדעי המתאים.
אם חסר לכם מידע חפשו במקורות מידע מתאימים והוסיפו רשימה ביבליוגרפית.
6. הגישו דו"ח מאורגן, אסתטי וקריא.

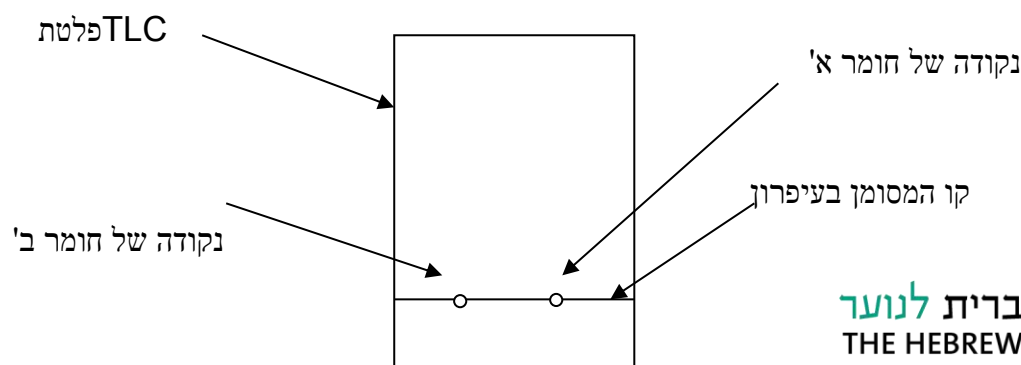
כרומטוגרפיה בשכבה דקה:

זיהוי אבקות נעלם באמצעות TLC ושימוש בנורת UV

חלק זה יתבצע כאשר נוצר עומס על מכשיר הגז כרומטוגרף. בחלק זה נתעמק בעיקרון ההפרדה על ידי כרומטוגרפיה, ונבצע הפרדה ב-T.L.C.

לפניכם פלטת T.L.C.

- ציירו בעיפרון קו ישר במרחק 1.0 ס"מ מקצה נייר הכרומטוגרמה.
- על גבי הקו יש להניח בעדינות, באמצעות קפילרה, נקודה קטנה של החומר הנעלם נקודה קטנה של חומר א' ונקודה של חומר ב'.
- רשמו בעיפרון מהי כל נקודה.
- המתינו שהנקודות יתייבשו.





- החומר המריץ בניסוי זה הוא תמיסת אתנול 80% אצטון 20%.
לתוך כלי מתאים מזגו את תמיסת המריץ, בגובה המתאים לקו אותו ציירתם על הכרומטוגרמה.
מהי הפזה הנעה?

- מהי הפזה הנחה?

- הניחו את הכרומטוגרמה בתוך הכלי.
- תנו לנוזל המריץ "לעלות" על גבי הכרומטוגרמה, עד כשני ס"מ מהסוף .
- לאחר גמר ההרצה, בדקו במנורת UV וסמנו באמצעות עפרון את החומרים שהרצתם על פלטת ה-TLC.
- בהתבסס על תוצאות הכרומטוגרמה, מהי האבקה הנעלמת?
- _____
- _____