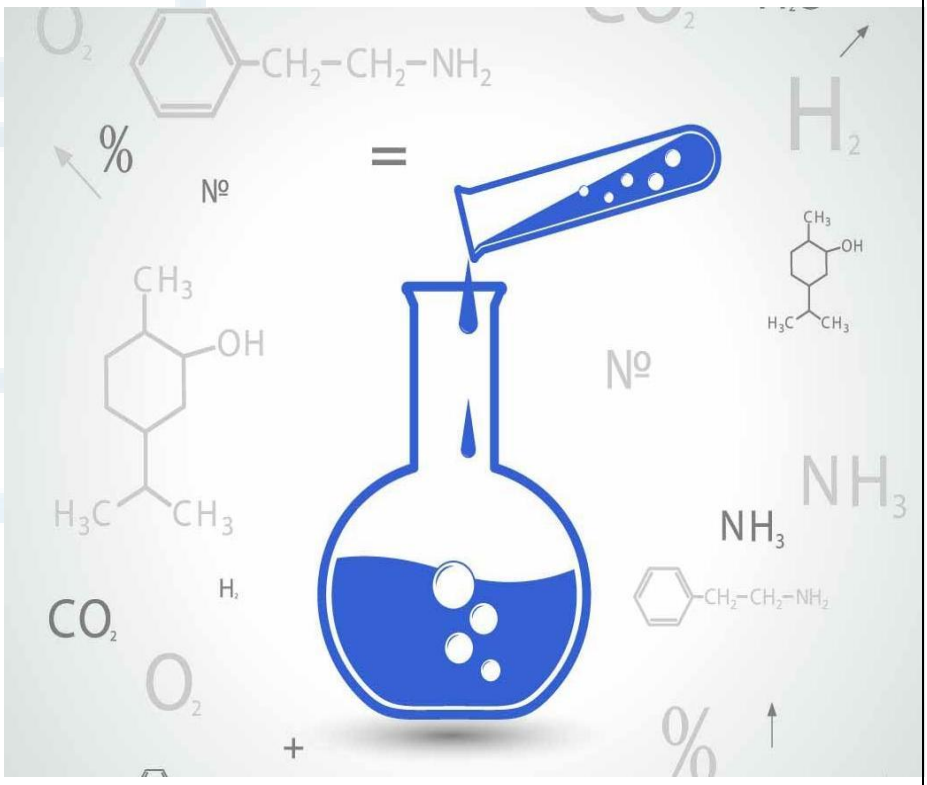
ORGANIC CHEMISTRY-1

الكيمياء العضوية-1 الجزء العملي

مشرف الجزء العملي: مرام سمير عباس

مشرف المقرر: د. بشرى عيسى نعمة



2020-2021

كلية الصيدلة

جامعة المنارة

الجلسة 1: بعض العمليات الأساسية في مختبر الكيمياء العضوية

مقدمة نظرية:

التسخين:

يتم التسخين في المخابر الكيميائية بطرق مباشرة أو غير مباشرة، وهذا يعتمد على درجة الحرارة المطلوبة، وسرعة الوصول إليها، وكذلك طبيعة المواد المسخنة.

1. التسخين المباشر: يجري التسخين هنا بواسطة مصباح بنسن أو باستخدام مقاومة كهربائية مختلفة الأشكال والأحجام، ويمكن الوصول بها بسرعة إلى درجات حرارة عالية نسبياً، أما مصباح البنسن فهو يعطي لدى احتراق الغاز ثلاث مناطق في اللهب، تكون فيها درجات الحرارة مختلفة، وهي كالتالي:

- منطقة لونها أزرق ناتجة عن احتراق مزيج الغاز مع الهواء.

- منطقة لونها أحمر خفيف ناتج عن احتراق كامل للغاز.

- المنطقة ذات اللهب المؤكسد، وهي تشغل وسط الشعلة، وأسفلها، وتكون كمية الأوكسجين كبيرة لذلك يكون الاحتراق في هذه المنطقة كاملاً، وفيها درجة الحرارة أعلى.

*عند استخدام مصباح البنسن يفضل التسخين باستخدام شبكة الأميانت التي تساعد على التجانس الحراري.

2. التسخين غير المباشر: ويتم في حمامات خاصة، ويكون بطيئاً نسبيا في الوصول إلى الدرجة المطلوبة، ومن الحمامات المعروفة هناك الحمام الهوائي، المائي، الرملي، الزيتي.

التبريد:

تتطلب بعض التحضيرات الكيميائية درجات منخفضة من الحرارة أقل من درجة حرارة الجو المحيط بالتجربة، لذا يتم اللجوء هنا إلى تبريد الوسط التفاعلي، أو مزيج التفاعل إلى الدرجة المطلوبة.

*يتم عادةً تمرير تيار مائي جاري لتثبيت درجة حرارة التفاعل بدرجة أقل من حرارة المختبر، حيث يستخدم الماء بصورة واسعة كأحد المواد الرخيصة، والمتوفرة، والتي تتمتع بسعة حرارية كبيرة.

*يستخدم الجليد أو الثلج المجروش للتبريد أيضاً، وقد يضاف له قليل من الملح، والماء عند الاستعمال لتحسين عملية نقل الحرارة، إذ يؤدي مزج الجليد مع الماء بنسبة (1:3) إلى التبريد حتى الدرجة (18- درجة مئوية).

*للوصول إلى درجة حرارة أقل يستخدم الأسيتون المبّرد بالجليد الجاف، حيث يمكن أن يصل التبريد هنا لدرجة (87- درجة مئويةْ) وذلك بإضافة قطع صغيرة من الجليد الجاف الذي يتم تكسيره بحذر، وباستعمال قناع واقٍ أو نظارات إلى الأسيتون.

*تحضر كل هذه المزائج في ترمس (وعاء ديوار) للتقليل من تبادل الحرارة مع الوسط المحيط.

*إذا كانت درجات الحرارة المطلوبة أكثر انخفاضاً فيستخدم الآزوت السائل الذي يعطي تبريداً حتى (196- درجة مئويةْ) في هذه الحالة من الضروري تجفيف الترمس (وعاء ديوار) جيداً قبل وضع الآزوت فيه .

المجففات:

1. تجفيف المركبات العضوية السائلة:

كثيراً ما تضطر بعد عملية فصل ناتج من خليط التفاعل لإزالة الشوائب القابلة للانحلال في الماء، وذلك من خلال الغسل المائي، عندها سيحوي الناتج المفصول كمية صغيرة من الماء منحلة أو معلقة به، مع العلم بأن إزالة هذه الآثار من الماء بعمليات التقطير (حتى ولو كان الفرق كبيراً بين درجتي غليان المركب العضوي السائل والماء) تكون غير مجدية.

*تدعى عملية فصل الماء هذه بالتجفيف، وتعتمد على السماح للماء بالتفاعل مع مركب لا عضوي ليشكّل فيما بعد مركبات مائية (هيدرات) غير منحلة.

*ينحل عامل التجفيف عادة في النواتج كثيرة الرطوبة مشكلاً طبقة مائية، تفصل في قمع الفصل، ثم تضاف كمية أخرى من عامل التجفيف لتنتزع بقايا الرطوبة، وتفصل بالترشيح.

*يفضل استخدام كميات كبيرة من عامل التجفيف، كي لا يتم فقد أي كمية من المادة العضوية عن طريق الادمصاص على سطح العامل المجفف.

*تعتبر المقدرة التجفيفية للمادة المجففة كبيرة إذا امتلكت هذه المادة فعالية كافية واستطاعت امتصاص كمية كبيرة من الرطوبة.

ملاحظات يجب أخذها بعين الاعتبار عند اختيار العامل المجفف:

a. احتمال التفاعل بين العامل المجفف، والمادة المراد تجفيفها، فمثلاً: لا تستعمل كربونات البوتاسيوم في تجفيف المركبات الحمضية كالحموض الكربوكسيلية، بل تستعمل كبريتات الصوديوم أو المغنيزيوم.

b. أن لا يلعب العامل دور الوسيط في تفاعلات تقوم بها المادة العضوية كالتماثر مثلاً أو التكاثف أو الأكسدة الذاتية.

c. أن لا ينحل إطلاقاً في السائل المراد تجفيفه.

d. أن يكون رخيص الثمن.

يوضح الجدول التالي عوامل التجفيف الشائعة لمختلف أصناف المركبات العضوية السائلة:

المركب العضوي السائل	عامل التجفيف
فحوم هيدروجينية مشبعة	$CaCL_2$, $CaSO_4$, Na
المشتقات الهالوجينية	P_2O_5, H_2SO_4, $CaCL_2$, (K_2CO_3)
الكحولات	CaO, BaO, $CuSO_4$, Ca, $AL(Hal)_3$
الإيتر البسيط	$CaCl_2$, $CuSO_4$, Na
الكيتونات	K_2CO_3
الأسس العضوية (الأمينات)	KOH, NaOH , K_2CO_3
كبريت الكربون	P_2O_5
يمكن استخدام سلفات الصوديوم، المغنزيوم، والكالسيوم كعوامل مجففة بكل الأحوال	

2. تجفيف المركبات العضوية الصلبة:

يمكن أن يجرى التجفيف بإحدى الطرق التالية:

A. بالهواء الطلق: ويتم ذلك بتغطية الناتج الموضوع على ورقة الترشيح، أو زجاجة ساعة بقمع مقلوب، كي يمنع تلوث الجسم المتبلور بالغبار، والسماح للهواء بالمرور إليه.

B. بضغط الناتج بين ورقتي ترشيح أو أكثر.

C. بالمحم في درجة حرارة مناسبة، تقل عن درجة انصهار المركب، أو بطريقة تسخين أخرى مناسبة، تسرع انطلاق آخر آثار الماء أو المحل.

D. في المجففات الزجاجية في درجات الحرارة العادية.

3. تجفيف المركبات العضوية الغازية:

يبين الجدول التالي عوامل تجفيف مختلفة تستخدم لتجفيف بعض الغازات والسوائل ذات درجات غليان منخفضة.

المواد المجففة	المواد المراد تجفيفها
$CaCl_2$, P_2O_5 , H_2SO_4	H_2, O_2, N_2, CO, CO_3, SO_2, Paraffin's
$Ca\ Cl_2$, H_2SO_4	HCl
$CaBr_2$	HBr
KOH	Amines , NH_3
$C\ Cl_2$, H_2SO	Alkenes
NaOH, P_2O_5	Acetylenes
$CaCl_2$	Alkyl Chlorides
$CaCl_2$	Ethers
$CaCl_2$, P_2O_5	Ozone

حساب المردود المئوي للتفاعل الكيميائي :

يعبّر المردود المئوي لكل تفاعل كيميائي عن كمية المادة المتفاعلة التي تحولت إلى ناتج يمكن فصله، ويحسب كالتالي:

$$\text{المردود المئوي} = \frac{\text{الناتج الحقيقي}}{\text{الناتج النظري}} \times 100$$

حيث الناتج الحقيقي هو وزن أو حجم (في حالة غاز) الناتج الذي يفصل فعلاً، والناتج النظري هو وزن أو حجم (في حالة غاز) الناتج الذي يمكن أن يشكل من المواد المتفاعلة فيما إذا كان التفاعل يتم 100% كما في المعادلة المتوازنة.

الجلسة 2: تحديد درجات انصهار بعض المواد العضوية

مقدمة نظرية:

* إن درجة انصهار مركب نقي هي خاصة مميزة (محددة) له مثل الكثافة ودرجة الغليان، وهي لا تتعلق بكمية المادة الموجودة، بل تعتبر معياراً لتحديد مستوى النقاوة حيث ينصهر المركب غير النقي ضمن مجال حراري أعلى بمقدار 2 درجة تقريباً.

* يتم تحديد درجة الانصهار عادةً من أجل التعرف على العينات المجهولة وتوصيف المركبات الجديدة المصطنعة، مع الانتباه إلى وجوب الحذر من التسخين القوي والسريع لأنه يؤدي إلى تفكك المادة.

* تعرف درجة انصهار مركب ما بأنها: درجة الحرارة التي يتحول فيها المركب من الحالة الصلبة إلى الحالة السائلة، بمعنى أدق هي درجة الحرارة التي تكون عندها المادة الصلبة في حالة توازن مع مصهورها.

* تسجل درجة الانصهار تجريبياً بشكل مجال يبدأ عند درجة انصهار أول بلورة (درجة الحرارة التي تظهر عندها أول نقطة سائلة) حتى درجة الحرارة التي تختفي عندها تماما آخر بلورة (أي عندما يتحول المركب الصلب بالكامل إلى سائل).

* يؤدي التلوث الطفيف للمادة العضوية إلى انخفاض كبير في درجة الانصهار كما يؤدي إلى مجال انصهار أكبر.

* من الصعب الحصول على قيمة درجة الانصهار الصحيحة تجريبياً حيث أنه غالبا ما يحصل الكيميائي فقط على مجال انصهار بحدود 2-3C.

* يعرف مجال الانصهار بأنه المجال الكائن بين درجة الحرارة التي تبدأ عندها المادة بالانصهار والدرجة التي تصبح عندها تامة السيولة.

الجزء العمـــلي:

الهدف من التجربة:

تحديد درجة انصهار بعض المركبات الكيميائية العضوية بطريقة تجريبية يدوية، وبطريقة آلية (باستخدام الجهاز الخاص بقياس درجات الانصهار)، ثم المقارنة بين القيم الناتجة في الحالتين.

المواد المستخدمة:

الأسيت أنيليد، حمض البنزوئيك، حمض الساليسيليك، غليسرين.

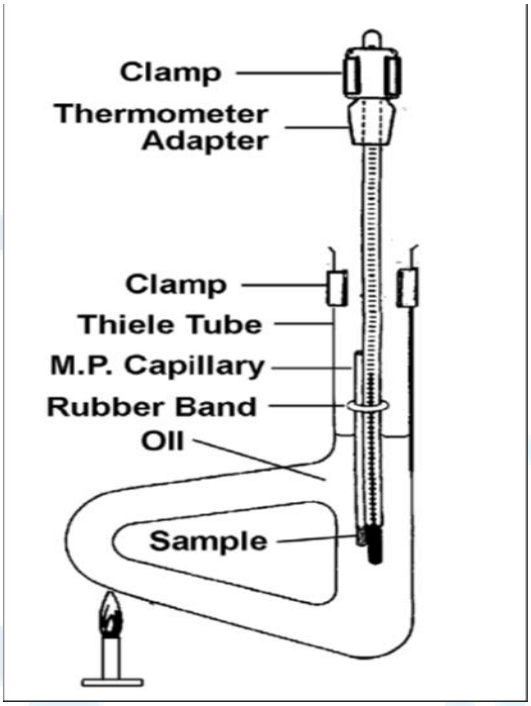
الأدوات المستخدمة:

أنبوب شعري، أنبوب اختبار، ميزان حرارة.

طريقة العمل:

1. ضع كمية صغيرة من المادة الصلبة المراد تحديد درجة انصهارها في أنبوب شعري مغلق من أحد طرفيه.
2. أربط ميزان الحرارة بالأنبوب الشعري (بواسطة حلقة مطاطية , بحيث يكون مستوى المادة الصلبة بجوار مستودع الزئبق).
3. ضع ميزان الحرارة المربوط مع الأنبوب الشعري ضمن كأس من الماء (أو الغليسرين حسب درجة الانصهار المتوقعة للمادة حيث يكون الحمام الزيتي أكثر أماناً وخصوصاً أن أغلب المواد التي ندرسها درجة انصهارها تتجاوز المئة درجة مئوية) ثم سخن بالتدريج وببطء مع التحريك الجملة (ميزان حرارة والأنبوب الشعري) وانتبه ألّا تدع الماء يدخل ضمن الأنبوب الشعري.
4. للحصول على مجال الانصهار لاحظ وسجل درجة الحرارة التي تظهر عندها أول نقطة سائلة في قعر الأنبوب ودرجة الحرارة التي تتحول عندها كامل المادة إلى سائل.
5. احسب متوسط القيمتين للحصول على درجة الانصهار.

ميزان الحرارة مع الأنبوب الشعري



الشكل الذي يمثل التجربة العملي

ملاحظات:

- ✓ تستخدم هذه الظاهرة من أجل تحديد تطابق مادتين لهما نفس درجة الانصهار، ومن أجل ذلك نمزج كمية متساوية من المادتين ويقاس درجة الانصهار، إذا كانت درجة انصهار المزيج ثابتة دون تغير فإن ذلك يدل على تطابق المادتين، أما إذا كانت أصغر فيدل ذلك على أن المادتين مختلفتين والمزيج غير نقي.
- ✓ توجد علاقة محددة بين درجة انصهار مادة والبنية الجزيئية لها فقد لوحظ أن المواد ذات الجزيئات المتناظرة تنصهر عند درجات حرارة أعلى من درجة حرارة المواد ذات الجزيئات الأقل تناظراً مثال: البارافينات غير المتفرعة تملك درجات انصهار أعلى من المتفرعة لأنه في الجزيئات غير المتفرعة تكون هناك نقاط تماس بين الجزيئات أكبر منه في المتفرعة وهذا بدوره يؤدي إلى زيادة القوى الجزيئية وبالتالي زيادة درجة الانصهار.
- ✓ تزداد درجة انصهار المواد مع زيادة درجة تجمع وترابط الجزيئات مثلاً: الإسترات غير القادرة على تشكيل روابط هيدروجينية تنصهر عند درجة حرارة أخفض من الأحماض الكربوكسيلية الموافقة القادرة على تشكيل روابط هيدروجينية مثل حمض الخل.
- ✓ مركبات مفروق تملك درجات انصهار أعلى من نظيرها المقرون.

- ✓ يتم استخدام أنبوب شعري رقيق الجدران لكي تنتقل درجة حرارة الحمام بسهولة إلى المادة الموجودة داخل الأنبوب، كما يُربط هذا الأنبوب بحيث تكون المادة على مستوى مستودع الزئبق وذلك لكي نحصل على قراءة دقيقة وصحيحة، ففي هذه الحالة تكون درجة حرارة المادة هي نفسها درجة حرارة الحمام التي يقيسها ميزان الحرارة.
- ✓ يتم استخدام حمام زيتي في حال كانت درجة الحرارة المتوقعة للمادة أكبر من $100^{o}C$، كما يتم استخدام حمام مائي في الحالة المعاكسة.

النتائج العملية والمناقشة:

**عندما تنتهي من الجزء العملي قُم بتنظيم نتائجك في الجدول التالي:

اسم المادة	الصيغة الكيميائية	درجة الانصهار

**قارن بين درجات انصهار المواد السابقة، وَ قيّم مدى منطقية نتائجك بالاعتماد على نوع الروابط التي قد يشكلها كل مركب بين جزيئاته.

ملاحظة: للإجابة عن السؤال السابق تذكر مفهوم الرابطة الهيدروجينية بين الجزيئية التي تنشأ بين هيدروجين مرتبط بذرة شديدة الكهرسلبية في جزيء أول مع ذرة شديدة الكهرسلبية في جزيء آخر.

.....:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

**ما هو نوع الحمام المستخدم مع المادة المجهولة التي لا يوجد أي توقّع لهويتها أو درجة انصهارها؟؟؟؟؟

.....

.....

https://manara.edu.sy/

الجلسة 3: اختيار المذيب المناسب لإعادة البلورة

مقدمة نظرية:

اختيار المذيب المناسب Selecting of perfect solvent:

يعتمد نجاح عملية إعادة البلورة على اختيار المذيب المناسب، حيث من الضروري الأخذ بعين الاعتبار الخواص الكيميائية للمادة المراد تنقيتها.

الشروط الأساسية التي يجب مراعاتها عند اختيار المُحل المناسب:

1. يجب أن تكون المادة المراد تنقيتها سيئة الانحلال فيه في الحالة الباردة وجيدة الانحلال فيه في الحالة الساخنة أو عند درجة الغليان.
2. يجب أن تبدي الشوائب إما انحلالية عالية أو سيئة جداً في الحالة الساخنة بالمقارنة مع انحلالية المادة المراد تنقيتها.
3. يجب على المذيب ألا يتفاعل مع المادة المراد تنقيتها.
4. يجب أن يفصل بسهولة عن سطح البلورات الثابتة المتشكلة عند غسله وتجفيفه.
5. يجب أن تكون درجة غليانه أقل من درجة انصهار المادة المنقّاة على الأقل ب 10-15 درجة مئوية حيث أنه في الحالة المعاكسة يمكن أن تشكل المادة مع المذيب سائلاً زيتي القوام يصعب تنقيته.

ملاحظة: يُعتمد على قاعدة الشبيه يحل الشبيه في اختيار المذيب المناسب، وذلك من أجل المركبات ذات البنية البسيطة لأنها لا تطبق بشكل دائم مع المركبات ذات البنية المعقدة.

الجزء العملي:

الهدف من التجربة:

دراسة ذوبانية بعض المركبات الكيميائية الصلبة.

المواد اللازمة:

بنزوات الصوديوم، حمض البنزوئيك، حمض الساليسيليك، الاسيت انيليد، ماء، أسيتون، كلوروفورم، إيتانول.

الأدوات اللازمة:

1. أنابيب اختبار قطرها مناسب
2. سخان

طريقة العمل:

1. ضع كمية قليلة جداً (0.2gr) من المادة الصلبة المراد اختبار ذوبانيتها في الأنبوب ثم أضف إليه أحد المذيبات (ماء، أسيتون، إيتانول، تولوين، بنزن...) ثم رج الأنبوب قليلاً أو حرك محتواه باستخدام قضيب زجاجي ولاحظ قابلية المادة للذوبان، فإذا لم تذب على البارد سخّن الأنبوب بحذر وانتباه على السخان دون توجيه فوهته نحو نفسك أو نحو زميلك..
2. ابدأ دائماً باختبار الذوبانية مع الماء لأنه المذيب الأرخص ثمناً والمتوفر دائماً.

ملاحظة هامة: لا تضع كمية كبيرة من المادة الصلبة في الأنبوب لأن عملية الذوبانية هي عملية نسبة وتناسب، وانتبه جيداً إلى طريقة رج أنبوب الاختبار وكمية المذيب الموضوعة فيه بحيث ألا تؤذي نفسك.

يوضّح الجدول التالي نسبة امتزاج عدد من المحلات مع الماء:

المحل Solvent	كثافة gr/ml	الانحلالية في الماء gr/100ml	بلية الاشتعال
حمض الخل Acetic acid	1.05	∞	+
أسيتون Acetone	0.79	∞	+++
بنزن Benzene	0.88	لا يذوب	+++
ثنائي كبريتيد الكربون Carbon disulphide	1.25	لا يذوب	++++
راعي كلوريد الكربون Carbon tetrachloride	1.59	لا يذوب	_
كلوروفورم Choroform	1.49	لا يذوب	_
حلقي الهكسان Cyclohexane	0.78	لا يذوب	+++

ثنائي كلور ميتان Dichloromethane	1.34	لا يذوب	_
إيتانول (95%) Ethanol	0.81	∞	++
ثنائي إيتيل إيتر Diethyl ether	0.71	7	++++
خلات الإيتيلEthylacetate	0.90	8	+++
هكسان Hexane	0.66	لا يذوب	+++
الإيتر البترولي Petroleum ether	0.64	لا يذوب	++++
تولين Toluene	0.87	لا يذوب	++
الماء Water	1.00	∞	_

النتائج العملية والمناقشة:

**بعد الانتهاء من العمل المخبري قُم بتنظيم نتائجك في الجدول التالي:

المحل / المادة	الماء		الأسيتون		لكحول الإيتيلي		كلوروفورم	
	بارد	ساخن	بارد	ساخن	بارد	ساخن	بارد	ساخن
بنزوات الصوديوم								
حمض البنزوئيك								
أسيت أنيليد								
حمض الساليسيليك								

https://manara.edu.sy/

**هل تخضع جميع المركبات السابقة لظاهرة الشبيه يحل الشبيه؟؟ اعتمد على الصيغ الكيميائية لكل من المركبات الصلبة والمحلات في تفسير ذوبانيتها.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

https://manara.edu.sy/

الجلسة 4: إعادة البلورة

مقدمة نظرية:

إعادة البلورة Recrystallization: هي إحدى أهم الطرق المستخدمة لتنقية المركبات العضوية، وهي تعتمد على اختيار المذيب المناسب الذي تنحل فيه هذه المادة ثم الترشيح للتخلص من الشوائب و أخذ الرشاحة التي تحتوي المركب النقي ثم التبريد للحصول على البلورات النقية.

الجزء العملي:

الهدف من التجربة:

تنقية بعض المواد العضوية الصلبة بطريقة إعادة البلورة.

المواد المستخدمة:

حمض البنزوئيك، أسيت أنيليد، فحم فعال، منظمات غليان.

الأدوات المستخدمة:

أرلنماير عدد 2، قضيب تحريك زجاجي، قمع ترشيح، أسطوانة مدرجة، ميزان، سخان.

خطوات إعادة البلورة بشكل عام:

A. اختر المذيب أو زوج من المذيبات المناسبة لعملية البلورة بناءً على ما تعلّمته في جلستك السابقة.
B. أذب المركب المشوب.
C. انزع الألوان من المحلول.
D. رشح المواد الصلبة المعلقة.
E. بلور المركب في حمام ثلجي، ثم اجمع البلورات بعد غسلها بالمذيب، وجففها.

خطوات العمل المخبري:

1. خذ عينة مشوبة (1-2gr) من الأسيت أنيليد أو حمض البنزوئيك (قس درجة انصهارها) وضعها في أرلينة سعة 150ml، ثم أضف إليها 25ml من الماء وسخن حتى الغليان بوجود كرات زجاجية صغيرة تسمى منظمات

الغليان، تستخدم لتنظيم عملية التسخين ومنع ظاهرة الفوران، حيث تعمل هذه المواد على جعل درجة الحرارة واحدة في كل جزء من أجزاء المحلول.

2. أضف كمية إضافية من الماء الساخن حتى انحلال كامل المادة العضوية.

3. أضف كمية من الفحم الفعال وحرّك جيّداً (انتبه إلى ضرورة ألّا تتأخر في هذه المرحلة كي لا تبرد العينة وتبدأ البلورات بالظهور قبل التخلص من الفحم).

3. رشّح المحلول الساخن للتخلص من المواد غير المنحلة (التي تتضمّن بشكل أساسي الفحم الفعال الذي امتزّت على سطحه الشوائب والمعقدات الملونة).

4. اترك الرشاحة تبرد ببطء حتى ظهور البلورات وانتهاء عملية البلورة.

5. افصل البلورات عن السائل بالترشيح وجففها ثم قس درجة انصهارها وقارنها مع درجة انصهار المادة المشوبة.

6. من خلال دراستك لتجربة قياس درجات الانصهار.. كيف يمكنك تفسير الاختلاف بين درجتي انصهار المادة قبل وبعد التنقية.

7. تذكّر هنا سبب استخدامك للماء كمذيب مناسب لإعادة البلورة بالاعتماد على النتائج التي توصّلت إليها في الجلسة السابقة.

<u>يمكن توضيح خطوات التجربة بالتفصيل كالتالي:</u>

**<u>المرحلتان الأولى والثانية:</u> إذابة المادة المشوبة في المُحل على الساخن، ثم إضافة الفحم الفعال والترشيح، وذلك مع الانتباه إلى وجوب استخدام مبرد عكوس في بعض الحالات.

**المرحلة الأخيرة: تكون بعد ترشيح المحلول الساخن والتخلص من الشوائب حيث يوضع المحلول النهائي في الثلج حتى ظهور البلورات النقية التي تكون صغيرة وناعمة في هذه الحالة نتيجة التبريد السريع أما عند التبريد البطيء فينتج بلورات أكبر حجماً، وإذا كان هناك صعوبة في ظهور البلورات قم بتحريك جدران الأنبوب باستخدام قضيب زجاجي لحث عملية البلورة.

فصل البلورات:

كما ذكرنا سابقاً من أجل الحصول على البلورات التقية تترك الرشاحة الساخنة لتبرد تدريجياً حتى الوصول إلى درجة حرارة الغرفة، أو تُبرّد بسرعة من خلال وضع الدورق الذي يحوي الرشاحة في وعاء ماء بارد، أو ثلج، لكن عملية التبريد هذه تؤدي إلى تشكيل بلورات ناعمة صغيرة، في حين يؤدي التبريد البطيء إلى تشكيل بلورات كبيرة.

تتبلور بعض المواد بصعوبة حتى بعد تبريد المحلول، ترتبط هذه الظاهرة في الغالب بالنمو البطيء جداً للبلورات، أو التشكل البطيء لمراكز التبلور، في الحالة الأولى يتطلب التبلور فترة طويلة، أما الحالة الثانية، فيمكن التغلب عليها بإنشاء مركز تبلور صناعي، وذلك بإضافة بلورة نقية من نفس المادة العضوية المراد تنقيتها ويمكن تسريع التبلور من خلال تبخير جزء من المحلول أي زيادة تركيز المادة المنحلة.

عند بلورة مادة لها درجة انصهار منخفضة في الغالب تنفصل البلورات من المحلول بهيئة زيتية، ومن أجل بلورة مثل هذه المواد يمدد المحلول بكمية قليلة من المذيب النقي، ثم يتم تسخينه حتى الغليان وانحلال الزيت، وبعدها يترك ليبرد ببطء شديد .

تعتبر عملية البلورة منتهية عندما لا تظهر أي بلورات جديدة، وعندها تفصل البلورات المتشكلة عن المحلول الأم بالترشيح تحت ضغط منخفض (تحت الفراغ)، وبعد انتهاء الترشيح، يفصل الجهاز عن صنبور الماء، وتغسل البلورات بكمية قليلة من المحل البارد، وتحرك بواسطة قضيب زجاجي، ثم يوصل من جديد جهاز الترشيح تحت الفراغ مع صنبور الماء، ويرشح المحلول. تضغط البلورات بعد غسلها، وهي في قمع بوخنر، ومن

ثم تنقل إلى ورقة ترشيح أخرى، وتجفف تبعاً لخواص المادة إما في الهواء أو من خلال تغطيتها بورقة ترشيح أخرى لبعض الوقت.

النتائج العملية والمناقشة:

احسب المردود النقي الذي حصلت عليه في نهاية تجربتك، وفسّر النتيجة منطقياً..

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

الجلسة 5: التسامي (التصعّد)

مقدمة نظرية:

التسامي (التصعيد) Sublimation:

يعبر عنه بحالتين:

الأولى هي تحول المادة العضوية من الحالة الصلبة إلى الحالة البخارية دون المرور بالحالة السائلة، أما الثانية فهي تكاثف البخار المتشكل للمادة العضوية إلى الحالة الصلبة دون المرور بالحالة السائلة.

الجزء العملي:

دراسة وتطبيق بعض طرق فصل المركبات العضوية كالتصعد

الهدف من التجربة:

تنقية عينة مشوبة من النفتالين أو الكافور بطريقة التسامي.

الأدوات المستخدمة:

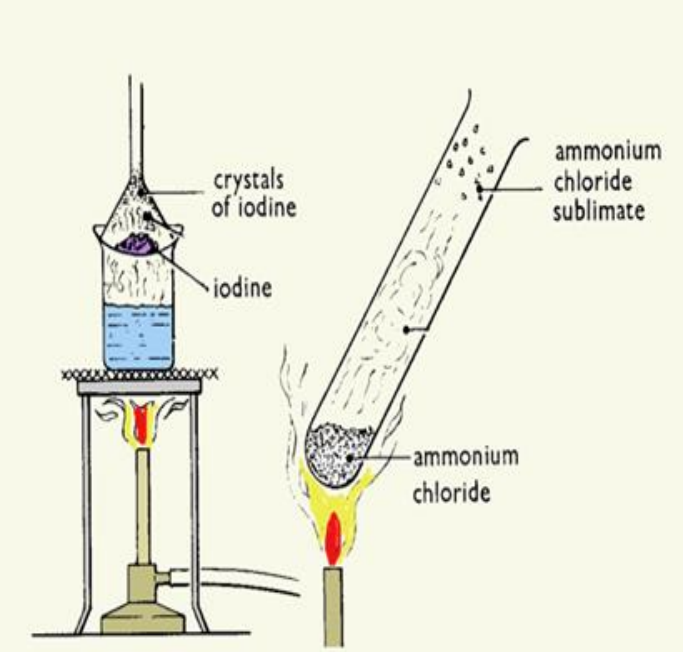
جفنة خزفية، قمع ترشيح زجاجي مناسب لتطبيق التجربة، صوف زجاجي، ورق ترشيح، حامل معدني، سخان.

المواد اللازمة:

عينة مشوبة من النفتالين أو الكافور.

خطوات العمل:

1. خذ عينة مشوبة من الكافور أو النفتالين، حدد وزنها ثم ضعها في جفنة خزفية ثم خذ ورقة ترشيح واثقبها عدة ثقوب وغط بها الجفنة الخزفية.
2. خذ قمعاً زجاجياً عادياً وأغلق بغير إحكام وبقطعة من الصوف الزجاجي نهاية الأنبوبة.
3. ثبت القمع على ورقة الترشيح بواسطة حامل معدني.
4. سخن بلطف دون أن تنصهر المادة العضوية ثم حرر القمع من الحامل المعدني، وانزعه مع ورقة الترشيح عن الجفنة.
5. خذ ورقة ترشيح نظيفة واجمع عليها البلورات المتشكلة ثم قس درجة انصهارها.



الشكل يوضح عملية تصعد اليود وكلوريد الأمونيوم

النتائج العملية والمناقشة:

احسب المردود النقي الذي حصلت عليه في نهاية تجربتك، وفسّر النتيجة منطقياً..

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

الجلسة 6: التقطير البسيط

مقدمة نظرية:

عمليات التقطير Distillation operation: تستعمل عادة عمليات التقطير لفصل وتنقية السوائل، إذ يسخن السائل حتى درجة الغليان (التي تعرّف بأنها درجة الحرارة التي يتساوى ضغط بخار المركب مع الضغط الخارجي المطبق عليه)، تمرر بعدها الأبخرة ذات درجة الحرارة الثابتة عبر مكثف بارد، فتتكاثف وتشكل القطارة التي يكون لها درجة غليان هي نفسها درجة حرارة الأبخرة المتكاثفة.

في مزيج من السوائل يتقطر أولاً السائل الذي يملك درجة غليان أخفض وبزيادة درجة الغليان يتقطر السائل الذي يليه وهكذا حتى تنتهي عملية الفصل.

للتقطير عدة أنواع:

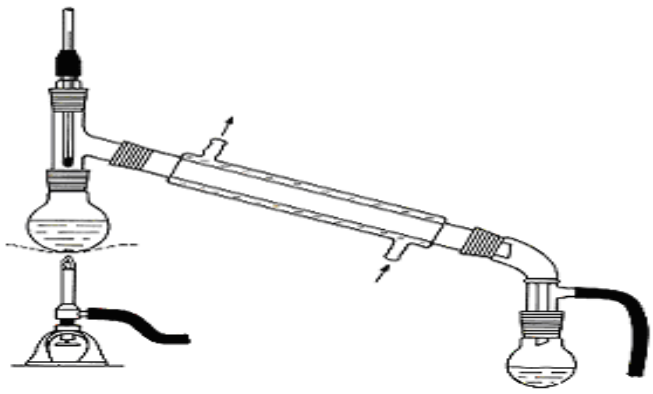
1. التقطير البسيط Simple Distillation:

وهو يعتبر من أهم الطرق المستخدمة في تنقية السوائل، حتى أنه يعتبر الطريقة المثلى لفصل سائل عن المواد الشائبة غير الطيارة.

عند التقطير البسيط يمر بخار السائل من دورق التقطير إلى مبرد مائي أو هوائي مائل فيه تتكاثف أبخرة هذا السائل.

يتم فصل مزيج السوائل في مرحلة التبخر عندما يكون الفرق بين درجات غليان هذه السوائل كبيراً (25 درجة مئوية).

يتألف جهاز التقطير البسيط من دورق فورتز يحتوي على ميزان حرارة، أما القسم الثاني فيه فهو عبارة عن مبرد مستقيم يتكاثف فيه بخار السائل المتقطر، والقسم الثالث يكون عبارة عن مستقبل.



جهاز التقطير البسيط

2. التقطير المجزأ Fractional Distillation:

يستعمل هذا النوع من التقطير لفصل سوائل متقاربة في درجة غليانها.

3. التقطير تحت الفراغ Vacuum Distillation:

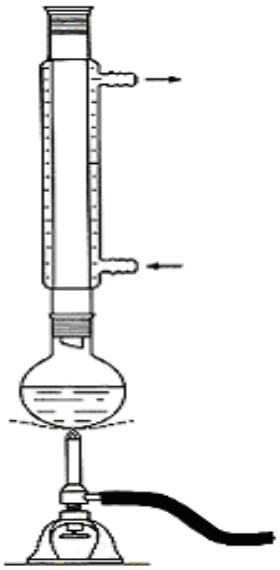
يستعمل مع المواد السائلة التي تتفكك حرارياً قبل وصولها إلى درجة الغليان تحت الضغط الجوي العادي، ومع السوائل ذات درجات الغليان المرتفعة والتي تكون عملية تقطيرها تحت الضغط الجوي العادي صعبة ومعقدة.

4. التقطير البخاري (الجرف بالبخار) Steam Distillation:

تعد هذه الطريقة عملية سهلة وناجحة لفصل وتنقية المركبات العضوية التي لا تنحل أو تنحل بصعوبة كبيرة في الماء، وهي تصلح لتنقية نواتج التفاعل عندما تكون الشوائب كبيرة صعبة التطاير.

5. التقطير المرتد Simple reflux:

وهو العملية التي تسمح بتسخين سائل ما إلى أعلى درجة حرارة ممكنة تحت الضغط الجوي (هي درجة غليان السائل) لمدة طويلة (20 ساعة وأكثر) وذلك دون خسارة في السائل لأن الأبخرة المنطلقة تتكاثف في المبرد الصاعد مرتدة إلى الدورق.



جهاز التقطير المرتد

https://manara.edu.sy/

الجزء العملي:

الهدف من التجربة:

فصل مزيج مكون من الكلوروفورم والكحول بطريقة التقطير البسيط.

الأدوات اللازمة:

جهاز التقطير البسيط الموضح في الشكل التالي:

المواد اللازمة:

مزيج الكحول والكلوروفورم، منظمات الغليان لتجنب ظاهرة فوق التسخين.

خطوات العمل:

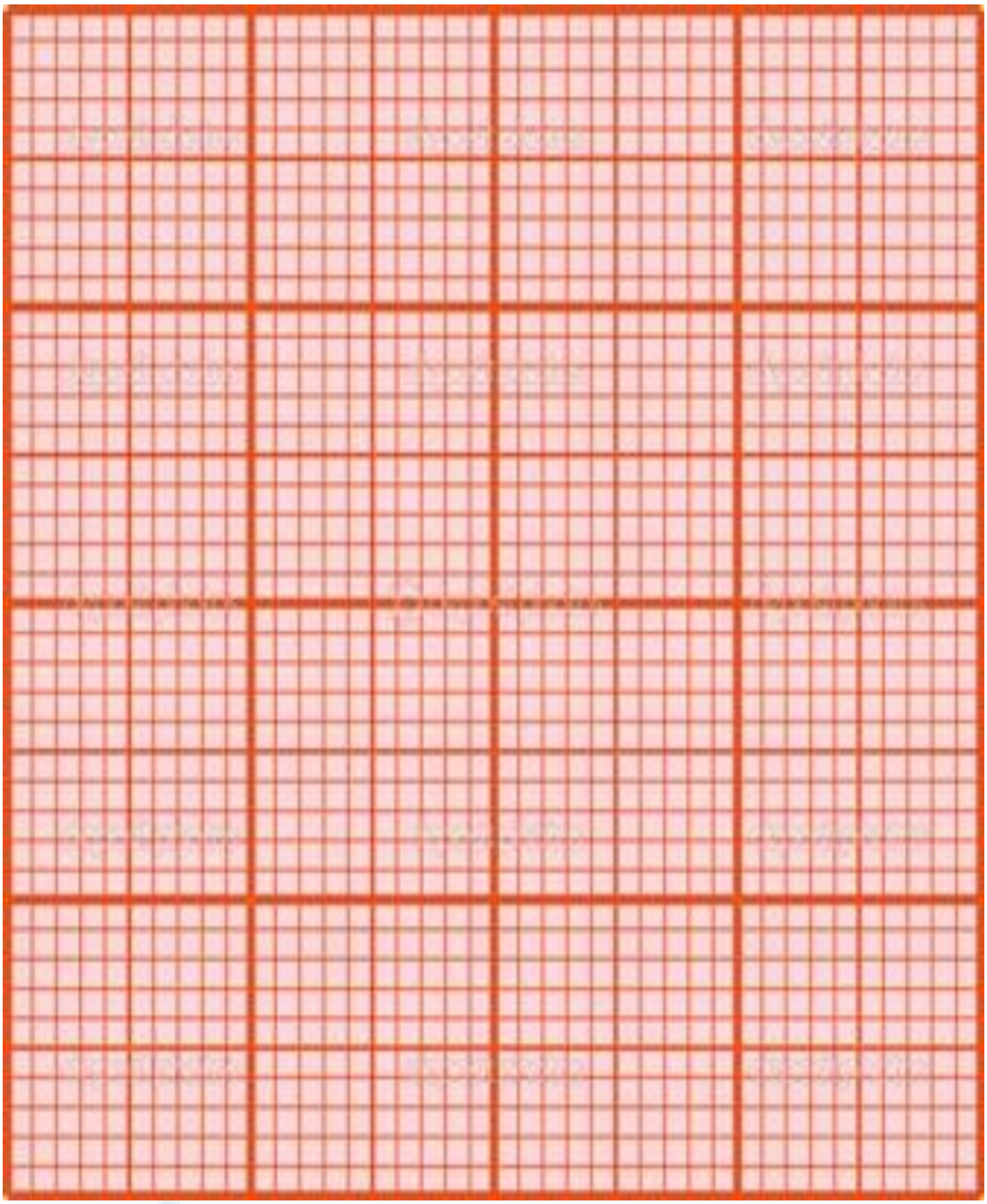
1. ضع في دورق التقطير مزيجاً مؤلفاً من كحول وكلوروفورم وأضف إليه منظمات الغليان.
2. سخن على نار هادئة، وعند بدء الغليان اضبط كمية الحرارة المقدمة، وابدأ بجمع القطارة الأولى عند ثبات درجة الحرارة على قيمة محددة (لأن القطرات الأولى الساقطة قبل ثبات درجة الحرارة هي رؤوس التقطير).
3. سجل هذه الدرجة وحجم السائل المتقطر أولاً.
4. بعد الانتهاء من جمع القطارات المتكاثفة يتوقف تقطير المادة الأولى وتبدأ درجة الحرارة بالارتفاع ثانيةً، عندها استبدل دورق الجمع، واجمع بعض القطرات المتساقطة في وعاء آخر وهي عبارة عن خليط لذيول المادة الأولى مع رؤوس المادة الثانية.

5. استمر بالجمع حتى ثبات درجة الحرارة الثانية وعندما تبدأ المادة الثانية بالتقطير استبدل الإناء ثانيةً وابدأ بجمع السائل الثاني مسجلاً درجة الحرارة والحجم.

النتائج العملية والمناقشة:

1. ارسم الخط البياني الذي يوضّح علاقة درجة الحرارة بالزمن موضّحاً رؤوس التقطير والذيول والعتبات لكل من السائلين المدروسين.
2. من خلال فهمك للتجربة السابقة، اشرح ما يحصل في حال استبدلنا المزيج السابق بآخر يحوي محلولاً مائياً لكبريتات النحاس؟

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....



MANARA UNIVERSITY

الجلسة 7: استخلاص الكافيين من أوراق الشاي

مقدمة نظرية:

الاستخلاص Extraction:

هو إحدى الطرق العملية الهامة المستعملة في فصل المركبات العضوية وتنقيتها ويمكن تعريفه بأنه عملية فصل مركب من مزيج بواسطة مذيب مناسب.

يستخدم الاستخلاص عملياً في فصل مركب عضوي من محلول ما أو فصل مادة معلقة في محلول ما.

يتم الاستخلاص بواسطة خض المحلول المائي مع مذيب عضوي لا يمتزج مع الماء، ومن ثم السماح للطبقتين السائلتين بالانفصال عن بعضهما البعض.

يدعى المذيب العضوي بشكل عام المذيب المستخلص ويعتمد اختياره على عاملين أساسيين:

1. قدرته الجيدة على إذابة المادة المراد استخلاصها.
2. سهولة فصله عن المذاب.

الجزء العملي:

الهدف من التجربة:

استخلاص الكافيين الموجود في عينة من أوراق الشاي.

المواد اللازمة:

أوراق الشاي، خلات الرصاص أوكربونات الكالسيوم، كلوروفورم أوكلوريد الميتلين، إيتر البترول

الأدوات اللازمة:

قمع فصل، بيشر، ورق ترشيح، جهاز تقطير بسيط، قضيب زجاجي، سخان، قمع ترشيح.

خطوات العمل:

1. ضع في بيشر 10gr من أوراق الشاي مع 200ml من الماء واغلها مدة ربع ساعة مع التحريك بقضيب زجاجي بين الحين والآخر.
2. رشح المزيج الساخن من خلال قمع الترشيح يحتوي على قطع من القطن.

واضغط أوراق الشاي المتجمعة في القمع كي تحصل على أكبر كمية ممكنة من المحلول.

3. أضف محلول خلات الرصاص (5gr في 50ml ماء) أو 10gr من كربونات الكالسيوم واغل المزيج لمدة 5 دقائق.
4. ركز المحلول بواسطة التبخير حتى ثلث حجمه، برد ثانية، وفي حال تشكل عكر رشح ما سبق، وفي حال عدم تشكل عكر تابع العمل.
5. ضع المحلول المركز بعد تبريده في قمع الفصل وأضف إليه 20ml من الكلوروفورم أو كلوريد الميتلين وخض القمع جيداً.
6. افصل الطبقة السفلية (الكلوروفورم) وضعها في أرلنماير.
7. أضف إلى الطبقة المائية في قمع الفصل 10ml من الكلوروفورم وخض من جديد ثم افصل الطبقة السفلية وأضفها فوق الطبقة المفصولة سابقاً.
8. أضف إلى محلول الكلوروفورم الناتج 3gr من كبريتات الصوديوم أو المغنزيوم الصلبة اللامائية، وحرك ما سبق جيداً ثم رشح المحلول.
9. صب محلول الكلوروفورم الجاف في حوجلة تقطير وقطر المحلول باستخدام مبرد عادي حتى يبقى في حوجلة التقطير 5ml تقريباً.
10. ضع الباقي في بيشر سعته 50ml واغسل حوجلة التقطير بـ 3ml كلوروفورم واسكبها في البيشر.
11. ركز محلول الكلوروفورم حتى حوالي 4ml تقريباً، وأضف إلى المحلول المركز 8ml من إيتر البترول حتى ظهور المعلق الأبيض.
12. رشح الناتج في قمع عادي واغسل الناتج بقليل من إيتر البترول.
13. جفف الراسب وزنه وزناً دقيقاً واحسب المردود.
14. يمكن إعادة بلورة الناتج باستخدام الماء.

**يتم هذا النوع من الاستخلاص باستخدام قمع الفصل Separating funnel ، حيث يصب فيه المحلول المراد استخلاصه والمحل المستخلص، هذا وينبغي أن لا يزيد محتوى قمع الفصل على ثلثي حجمه.

يغلق قمع الفصل بسدادة محكمة، تمسك السدادة بيد والصنبور باليد الأخرى ويخضخض مرات عدة، ثم يقلب بحيث تغدو السدادة في الأسفل ويفتح الصنبور بحذر وببطء لتعديل الضغط داخل القمع وتكرر هذه العملية عدة مرات حتى انعدام تغير الضغط، ويوضع شاقولياً في حلقة مناسبة مثبتة على حامل حتى تنفصل الطبقات بوضوح حينها تنزع السدادة وتفصل الطبقة السفلية بهدوء عن العلوية وذلك من خلال فتح الصنبور السفلي.

https://manara.edu.sy/

ملاحظات هامة:

- ✓ يضاف محلول خلات الرصاص أو كربونات الكالسيوم لترسيب أملاح الحموض العفصية غير المنحلة، حيث تتحول التنينات إلى مركبات شحيحة الذوبان وفق المعادلة:

$$2C_{14}H_{10}O_9 + CaCO_3 \longrightarrow (C_{14}H_9O_9)_2Ca + CO_2 + H_2O$$

حمض ثنائي الجاليك — ثنائي جالات الكالسيوم

- ✓ تضاف كبريتات الصوديوم أو المغنزيوم اللامائية للتجفيف وفق المعادلة:

$$MgSO_4 + 7H_2O \longrightarrow MgSO_4.7H_2O$$

- ✓ ينتمي الكافيين إلى فصيلة أشباه القلويات وهي من المنتجات الطبيعية التي تصنعها النباتات، وهو عبارة عن بلورات بيضاء إبرية تملك الصيغة العامة : $C_8H_{10}N_4O_2$ ، ويملك الكافيين خواص أساسية قاعدية بسبب وجود ذرة نتروجين أمينية، كما أنه جيد الانحلال في الماء والكلوروفورم.
- ✓ لتحديد انتهاء عملية الاستخلاص، تؤخذ عدة قطرات من السائل المستخلص الأخير(المحلول المائي) وتبخر على زجاجة ساعة حتى الجفاف، فإذا تبخر السائل دون باقٍ دلّ ذلك على انتهاء الاستخلاص.
- ✓ لضمان سير عملية الاستخلاص بشكل جيد دون تشكل مستحلب يجب الانتباه إلى:

تحريك قمع الفصل بشكل دائري وبلطف بينما نحمله باليد في وضع أفقي، وفي حال تشكل مستحلب يمكن التخلص منه عن طريق تحريكه بشدة بقضيب زجاجي، أو إشباع الطبقة المائية باستعمال كمية من الملح، أو اللجوء إلى عملية الطرد المركزي.

<u>تنقسم المحلات المستخدمة في عملية الاستخلاص إلى :</u>

1. محلات أخف من الماء مثل الإيتروالبنزن.
2. محلات أثقل من الماء مثل الكلوروفورم وكلوريد الميتلين ورباعي كلور الكربون.

**تفيدنا هذه المعلومة في تحديد الطبقة العلوية والسفلية (تمييز الطبقة المائية عن العضوية) أثناء الفصل.

- ✓ إن الاستخلاص على دفعات متعددة يقدم للمجرب مردوداً أكبر منه على دفعة واحدة، وغالباً ما يتحقق ذلك بمراعاة شروط ازدياد فعالية الفصل الآتية:

1. أن يكون عامل التوزع كبيراً للمادة المنحلة في المحلين المستخدمين.
2. أن تكون نسبة امتزاج المحلين المستخدمين أقل ما يمكن.
3. أن يتحقق فاصل جيد وواضح بين المحلين.

https://manara.edu.sy/

الجلسة 9+8: التحليل الكيفي للكشف عن العناصر في المركبات العضوية

مقدمة نظرية:

يستخدم المخبري عدة طرق في تحاليله المختلفة، والتي تعتمد في مجملها على التفاعلات الكيميائية، وخاصة التفاعلات المميزة التي تؤدي إلى ظهور لون أو تشكل راسب أو انطلاق غاز، أو تشكل مركب صلب متبلور ...الخ.

إن هذه الطرائق يطلق عليها اسم الطرائق التقليدية في التحليل، وذلك تمييزاً لها عن الطرائق الفيزيائية الكيميائية التي تعتمد على الآلة في إنجاز التحاليل الكيماوية، والجدير بالذكر أن العمليات التحليلية التي يحتاجها المخبري يمكن تلخيصها بالأنماط التالية:

1. عمليات تحليلية بنيوية:

ويكون القصد منها التعرف على بنية مركب ما، وهي في مجموعها عمليات تحليلية كيفية وكمية تفيد في معرفة تركيب مركب جديد، ثم عزله عن طريق استخلاص المنتجات الطبيعية، أو عبر تفاعل اصطناع، أو عند دراسة آلية معينة في اختبارات البحوث والتطوير.

2. عمليات تحليلية كمية:

ويكون الغاية من هذه التحاليل، معرفة التركيب الكمي لمركب أو مزيج من المواد وتحديد هذا التركيب وزنياً أو حجمياً ...الخ وتعرف باسم التحليل الكمي.

3. عمليات التحليل الخاصة:

وهي مجموعة التحاليل التقنية والفنية الكيماوية الأخرى التي تهم الكيميائي في متابعة أبحاثه ودراساته حول التفاعلات الكيماوية بما في ذلك دراسة حركية تفاعل ما وآليته ...الخ. نطلق عليها اسم التحاليل الخاصة.

4. عمليات تحليلية كيفية:

يقصد بها تحديد مكونات العينة، أو التأكد من وجود مواد معينه فيها، أو التأكد من نقاوتها، وخلوها من شوائب معينة، وتمتد هذه العمليات لتشمل مزائج المركبات، وتعرف باسم التحليل الكيفي.

التحليل العنصري الكيفي لمادة عضوية يعتمد بشكل أساسي على التفاعلات الشارديه، وبما أن العناصر الموجودة في المادة العضوية (إلى جانب الكربون والهدروجين هناك P,S,N, I, Br,CL,O,...) ذات طبيعة مشتركة غير قابلة للتشرد في المحلات القطبية مثل الماء، لذا لابد من تحويل عناصر المادة العضوية إلى مركبات ذات طبيعة شاردية ويتم ذلك بأكسدة المادة العضوية حيث يتحول الكربون إلى غاز ثاني أكسيد الكربون أو

الكربونات، ويتحول الكبريت إلى حمض كبريت أو كبريتات، ويتحول الفوسفور إلى حمض فوسفور أو فوسفات وتتحول الهالوجينات إلى حمض هالوجينية، وأملاح هاليد لهذه الحموض، أو أنها تنطلق حرة بفعل أكسدتها.

أما النتروجين فينطلق حراً أو على شكل مركبات بسيطة يسهل الكشف عنها وهكذا يمكننا التعرف على العناصر المشكلة للمركبات العضوية بعد تحويلها إلى مركبات شارديه.

وأكثر الطرق استعمالاً لتفكيك المواد العضوية هي أكسدة أو صهر المادة العضوية مع المعدن القلوي كالصوديوم أو البوتاسيوم.

الكشف عن الكربونات والهيدروجين (اختبار ليبيغ):

تعد طريقة ليبيغ أكثر الطرائق المستخدمة في تعيين الكربون والهدروجين في المركبات العضوية. وكانت هذه الطريقة قد استخدمت بصورة واسعة منذ القرن التاسع عشر بعد أن استخدمها ليبيغ بصورة موفقة في عام 1831.

يمكن الكشف عن الكربون في المواد العضوية وذلك إما بتسخين المادة العضوية تسخيناً مباشراً لتعطي بقايا متفحمة أو هباب الفحم دليلاً على وجود الكربون أو أن تحرق المادة العضوية يوجد مؤكسد (مثل أوكسيد النحاس) فينطلق نتيجة ذلك غاز ثاني أوكسيد الكربون الذي يعكر رائق الكلس، كما يمكن الكشف في الوقت نفسه عن الهدروجين في المادة المدروسة وذلك عند ظهور قطرات من الماء على الجوانب البارد للجهاز، وذلك وفق المعادلات التالية:

$$CO_2 + 2Cu \longrightarrow C + 2CuO$$
$$2H + CuO \longrightarrow H_2O + Cu$$
$$CO_2 + Ca(OH)_2 \longrightarrow CaCO_2 + H_2O$$

أما الأوكسجين الذي تحويه المادة العضوية فمن الصعب الكشف عنة بشكل مباشر في التحليل الكيفي، لذلك نلجأ إلى التحليل الكمي.

تجربة (1):

1. ضع في أنبوب اختبار جاف ومقاوم للانصهار حوالي 0.5gr من مسحوق اوكسيد النحاس و0.1gr من المادة العضوية المراد دراستها، واخلط جيداً، وأضف للمزيج 1.5gr من أوكسيد النحاس أيضاً. ثم ضع في القسم الأعلى من الأنبوب قطعه صغيرة من القطن (بحيث لا تمنع انطلاق الغازات المتشكلة) تحتوي على قليل من مسحوق كبريتات النحاس اللامائية.

2. أغلق أنبوب الاختبار بسدادة مطاطية يجتازها أنبوب زجاجي مثني بشكل زاوية قائمة، ثم ثبت أنبوب الاختبار على حامل بصورة مائلة قليلاً وادخل نهاية الأنبوب المثني في أنبوب اختبار فيه رائق الكلس.
3. سخن الأنبوب الحاوي على المادة المدروسة بلطف، فإذا كانت المادة المدروسة حاوية على الكربون، سيتأكسد إلى غاز ثاني أوكسيد الكربون، الذي يعكر محلول رائق الكلس بسبب ترسيب كربونات الكالسيوم، وإذا احتوت المادة على الهيدروجين، فسوف يتأكسد إلى ماء الذي ما إن لامس كبريتات النحاس اللامائية البيضاء، تحولت مباشرة إلى اللون الأزرق وقد تظهر قطرات من الماء على جدار أنبوب الاختبار.

**ملاحظه: تؤخذ كمية زائدة من أوكسيد النحاس، حتى لا يتم ضياع الكربون على شكل أول أكسيد الكربون CO , الذي لا يعكر رائق الكلس.

الكشف عن الآزوت:

يمكن الكشف عن الآزوت بطريقة سهلة وبسيطة للغاية، تستخدم عادة لتفريق الأقمشة الصوفية عن الأقمشة اللاصوفية وذلك بحرق قطعة من القماش فالنسيج الصوفي ينكمش بالتسخين ويطلق رائحة الشعر المحروق، وتنجم هذه الرائحة عن البروتينات كالحم والجلد، والجلاتين، والكازئين، وغيرها،ولكن هناك طرق كيميائية للكشف عن الآزوت الذي يمكن أن يكون على نوعين: غير نشادري ويوجد في الغالب على شكل نترو نتريلات، ونشادري يوجد في الغالب على شكل آمينات وآميدات .

الكشف عن الآزوت النشادري:

إذا سخنت المادة العضوية الحاوية على الآزوت النشادري مع زيادة من الكلس الصودي (NaOH + CaO) ينطلق غاز النشادر الذي يمكن التعرف علية من رائحته الواخزة أو بتلوينه لعباد الشمس الأحمر باللون الأزرق، أو بتشكيلة لأبخرة كلور الأمونيوم مع حمض كلور الماء:

$$NH_3 + H_2O \longrightarrow NH_4^+ + OH^-$$
$$NH_3 + HCl \longrightarrow NH_4Cl$$

https://manara.edu.sy/

تجربه (2):

1. يؤخذ أنبوب اختباروبوضع فيه 0.2gr من المادة العضوية ويضاف إليها 1g من الكلس الصودي المسحوق الناعم.
2. يسد الأنبوب بسدادة ذات أنبوب انطلاق ويسخن بالتدريج فينطلق غاز النشادر الذي يمكن التعرف عليه بالشم الحذر، أو بتقريب ورقة عباد الشمس الحمراء المبللة بالماء من فوهة الانطلاق أو بتقريب قضيب مغموس بحمض كلور الماء المركز، انظر الشكل أدناه.

الكشف عن الهالوجينات

طريقة السلك النحاسي (باختبار بيلشتاين)

يطبق هذا الاختبار على المادة العضوية المراد دراستها مباشرة ,حيث يعتبر اختباراً أولياً للكشف عن الهالوجينات في المادة العضوية وتكمن أهمية هذه الطريقة في أننا لا نحتاج لعملية الانصهار الصوديومي من جهة كما أن الكشف لا يتأثر بوجود الآزوت في المادة

تجربه (3):

خذ سلك نحاسي طوله (10cm) تقريباً واثني إحدى نهايتيه بشكل حلقة وثبت نهايته الثانية بسدادة فلين، أمسكها بملقط، سخن السلك من طرف الحلقة ونستمر في التسخين حتى يختفي ظهور اللهب الأخضر يبعد السلك عن اللهب رش علية قليل من المادة العضوية المراد فحصها، أعد التسخين مرة أخرى فيتوهج لبضع ثوان، ويتلون اللهب باللون الأخضر، أو الأخضر المزرق نتيجة تشكل هاليدات النحاس المتطاير بدرجات الحرارة العالية:

$$Cu + 2X^- \xrightarrow{\Delta} CuX_2$$

يشير اللون الأخضر على الكلور، واللون الأزرق المخضر على وجود البروم، أما اللون الأزرق البنفسجي فيشير إلى اليود.

الكشف عن الهالوجينات بطريقة الرشاحة الصوديومية:

يتم ذلك بإضافة بضع نقاط من حمض الآزوت الممدد إلى جزء من الرشاحة الصوديومية المخصصة لاختبار الكشف عن الهالوجينات وبعد الإضافة يصبح المحلول حامضاً، يمكن اختبار الوسط بورقة عباد الشمس، ثم

تضاف زيادة من محلول نترات الفضة، فيكون تشكل الراسب دليل على وجود الهالوجين كما توضح المعادلة التالية:

$$NaX + AgNO_3 \longrightarrow AgX + NaNO_3$$

يترك المحلول قليلاً ليركن ثم يعالج الراسب بماءات الأمونيوم، فإذا كان الراسب أبيض وانحل بماءات الأمونيوم فهذا يدل على وجود الكلور، أما إذا الراسب أصفر باهت وضعيف الانحلال بماءات الأمونيوم فإن ذلك يدل على وجود البروم، وإذا كان الراسب أصفر وعديم الانحلال بماءات الأمونيوم دل ذلك على وجود اليود، وهنا لابد من الإشارة إلى الملاحظات التالية:

1. نحمض بحمض الآزوت، لأن الرواسب المتشكلة لا تنحل فيه هذا من جهة، ومن جهة ثانية، إذا احتوت الرشاحة على مركبات سيانيد الصوديوم، وكبريت الصوديوم Na_2S ، $NaCN$، فإنها تعيق الكشف عن شوارد الهاليدات، حيث يتشكل راسب أبيض من سيانيد الفضة $AgCN$ وراسب أسود من كبريت الفضة Ag_2S كما توضح المعادلات التالية :

$$NaCN + AgNO_3 \longrightarrow AgCN\downarrow + NaNO_3$$

راسب أبيض

$$Na_2S + 2\,AgNO_3 \longrightarrow Ag_2S\downarrow + 2NaNO_3$$

راسب أسود

لذلك نحمض بحمض الآزوت، ونسخن حتى الغليان من أجل طرد شوارد السيانيد وشوارد الكبريت المجودتين في الرشاحة، كما توضح المعادلات التالية:

$$NaCN + HNO_3 \longrightarrow NaNO_3 + HCN\uparrow$$
$$Na_2S + HNO_3 \longrightarrow NaNO_3 + H_2S\uparrow$$

2. إذا لم يتم التخلص من كامل H_2S، HCN أثناء التسخين فسوف يتفاعلان مع $AgNO_3$ ويتشكل الراسبان Ag_2S و $AgCN$ على الترتيب.

$$HCN + AgNO_3 \longrightarrow AgCN\downarrow + HNO_3$$
$$H_2S + AgNO_3 \longrightarrow Ag_2S\downarrow + HNO_3$$

https://manara.edu.sy/

الجلسة 10: اصطناع الباراسيتامول مخبرياً

مقدمة نظرية:

3. إن الأسماء التجارية لبارا هيدروكسي الأسيت أنيليد هي بارا سيتامول أو أسيت أمينوفين.
4. وهو يعد من مشتقات الأنيلين ويستخدم كمسكن للألم.
5. يتميز الباراسيتامول عن الأسبرين أنه لا يسبب نزيفاً في المعدة وهومفيد بالنسبة للمرضى الذين يتحسسون بالأسبرين، كما أنه أسرع امتصاصاً منه.
6. يحضر باراسيتامول من بارا أمينو الفينول الذي يحضر بدوره بدءاً من بارا نترو الفينول.
7. تتم نترجة الفينول باستخدام حمض الآزوت الممدد وحمض الكبريت المركز أو باستخدام أملاح النترات.
8. يتم فصل بارا نترو الفينول بواسطة الجرف البخاري لنواتج تفاعل النترجة حيث ينجرف أورتونترو الفينول مع بخار الماء.
9. يعالج المتبقي بمحلول بيكربونات الصوديوم لتعديل الوسط ثم تعالج الرشاحة بالفحم الفعال لإزالة اللون.
10. يحمض الوسط ثانيةً بحمض كلور الماء لتشكيل مادة زيتية القوام تتبلور بعد ذلك لإعطاء بلورات عديمة اللون والرائحة تنصهر عند الدرجة 114 مئوية ، تكون هذه البلورات ذوابة في الماء الساخن والكحول الإيتيلي و الإيتر.
11. يتم إرجاع بلورات بارا نترو الفينول بالزنك وبوجود حمض كلور الماء، كما يحض باراسيتامول من معالجة بارا أمينو فينول مع بلا ماء حمض الخل.

الجزء العملي:

الهدف من التجربة:

تحضير الباراسيتامول مخبرياً.

الأدوات اللازمة:

بيشر سعة 100ml، بيشر سعة 400ml، أرلنماير سعة 125ml، أسطوانة مدرجة سعة 25ml، مكثف هوائي، قمع ترشيح عادي، قضيب تحريك زجاجي، حمام مائي.

المواد اللازمة:

بارا أمينو فينول، بلا ماء حمض الخل، خلات الصوديوم المائية CH3COONa.3H2O ، محلول حمض كلور الماء المركز، فحم فعال، ثلج مجروش، ورق ترشيح.

خطوات العمل:

1.ضع 3.1gr من بارا أمينو فينول في أرلنماير سعة 125ml مجهز بمكثف هوائي وأضف إليها 10ml من الماء.

2.أضف إلى المعلق الناتج 3.5ml من بلا ماء حمض الخل مع تحريك المزيج.

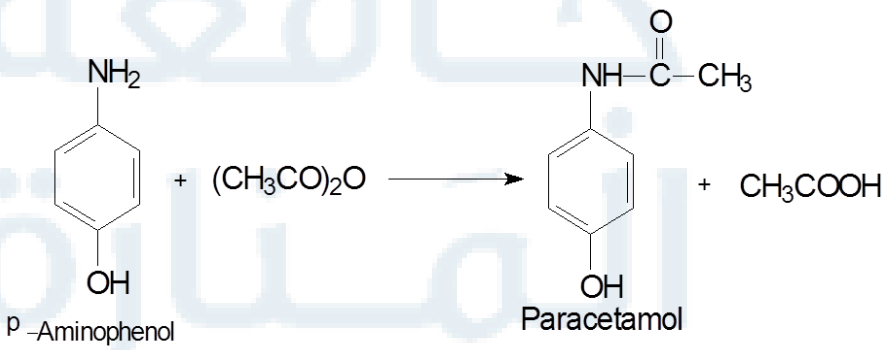
3.سخن المزيج على حمام مائي في درجة الغليان مع تحريك المزيج بشكل جيد وبشكل دوري حتى ذوبان بارا أمينو فينول بشكل كامل (حوالي 10 دقائق).

4.برّد مزيج التفاعل في حمام ثلجي حتى يبدأ مركب أسيت أمينوفين بالبلورة (إذا لم تظهر البلورات حكّ الجدران الداخلية للأرلنماير بواسطة قضيب زجاجي).

5.رشح الراسب المتشكل واغسله على ورقة الترشيح عدة مرات بقليل من الماء المقطر البارد لإزالة بقايا حمض الخل التي تصاحب البلورات المتشكلة، واستمر بعملية الغسل حتى تختفي تقريباً رائحة حمض الخل من البلورات.

6.جفف البلورات بضغطها بين ورقتي ترشيح، ثم جففها في الهواء.

7.أعد البلورة باستخدام الماء الساخن.



الجلسة 11: اصطناع الأسبرين مخبرياً

مقدمة نظرية:

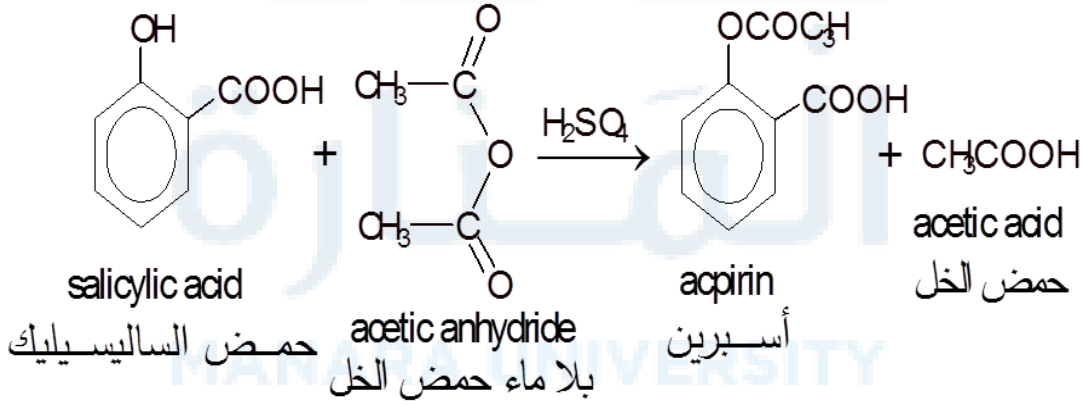
- ❖ يعد الأسبرين واحداً من الأدوية الأكثر شيوعاً في الحياة المعاصرة.
- ❖ بدأ تاريخ الأسبرين عام 1763 م عندما أرسل القس إدوارد ستون ورقة إلى الجمعية الملكية في لندن يشرح فيها نجاح لحاء الصفصاف في معالجة القشعريرة بالإضافة إلى استخدامه كمسكن قوي للألم وكمضاد التهاب وخافض للحرارة، حيث تمكن الكيميائيون لاحقاً من فصل المادة الفعالة في خلاصة الصفصاف وهي حمض الساليسليك ،كما تمكنوا من تحضيرها كيميائياً وبكميات كبيرة من أجل الاستخدام الطبي، إلا أن استخدامها أصبح محدوداً جداً بسبب خواصها الكيميائية التي تسبب تهيجاً شديداً في الأغشية المخاطية للفم والمريء والمعدة.
- ❖ جرت المحاولات الأولى لحل هذه المشكلة عن طريق استخدام مادة أقل حموضة هي ملح ساليسيلات الصوديوم، إلا أن نجاحها كان جزئياً على الرغم من أنها تسبب تهيجاً أقل، لأن طعمها الحلو قليلاً كان غير مستحب لذا لم يتقبل معظم الناس تناولها.
- ❖ تمكن الكيميائي هوفمان من حل هذه المشكلة عندما استطاع اصطناع حمض أستيل الساليسليك الذي يملك الصفات الطبية نفسها ولا يسبب تهيجاً كبيراً للأغشية المخاطية وليس له طعم غير مستحب، وقد أطلق على المنتج الجديد اسم الأسبرين.
- ❖ حمض الساليسيليك (حمض _ α _ هيدروكسي البنزوئيك) هو حمض ثنائي الوظيفة فهو فينول لأنه يحتوي المجموعة OH_ الفينولية وهو حمض كربوكسيلي لأنه يحتوي على مجموعة كربوكسيلية مرتبطة بالحلقة العطرية، وبالتالي فهو يعطي نوعين مختلفين من تفاعلات الأسترة، حيث يشارك في التفاعل بمثابة غول أو حمض فلدى تفاعله مع بلا ماء حمض الخل يشكل أسيتيل حمض الساليسيليك (الأسبرين)، بينما يقود التفاعل مع زيادة من الكحول إلى تشكيل ساليسيلات الميتيل.

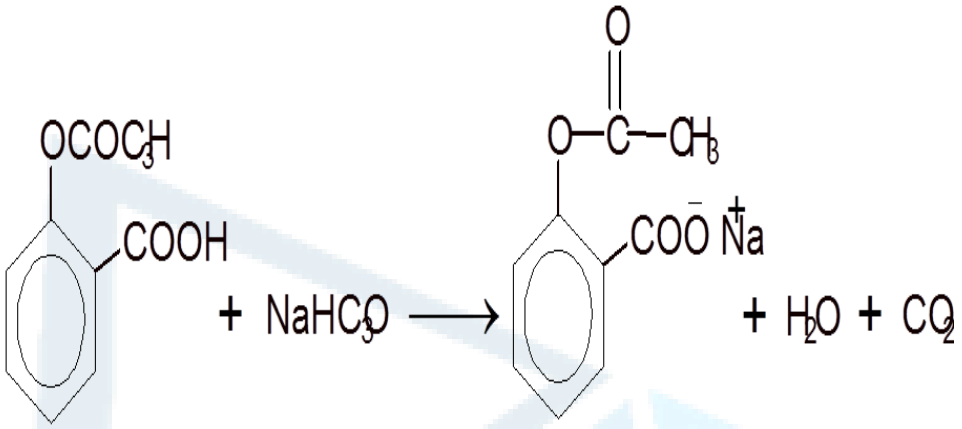
ملاحظات هامة:

- ✓ يعد بلا ماء حمض الخل كاشف أسيلة فعال فهو يتفاعل بسرعة مع الكحولات أو الفينولات معطياً إستر أسيتات.
- ✓ تستعمل في تجربة تحضير الأسبرين زيادة من بلا ماء حمض الخل لأن قسماً منه يستهلك من أجل تحويل حمض الساليسيليك إلى أسبرين والجزء الآخر هو بمثابة مذيب في التفاعل.

- ✓ ليس من الضروري تسخين المزيج إلى درجة الغليان ويكفي تسخينه في حمام مائي (50-60 درجة مئوية) وذلك بسبب الفعالية العالية لبلا ماء حمض الخل.
- ✓ يضاف بعد انتهاء التفاعل الماء للتخلص من الزيادة من بلا ماء حمض الخل (حيث يتم تحويله إلى حمض الخل المنحل في الماء) ومن أجل ترسيب الأسبرين الخام.

- ✓ إن أغلب الشوائب التي يمكن مصادفتها في الأسبرين الخام هي بقايا حمض الساليسيليك غير المتفاعل (الذي يمكن أن ينتج عن عملية الأستلة غير الكاملة أو من حلمهة الناتج خلال مراحل الفصل) بالإضافة إلى البوليميرات المتشكلة من اتحاد جزيئات حمض الصفصاف مع الأسبرين.
- ✓ يتفاعل أستيل حمض الصفصاف مع بيكربونات الصوديوم ويشكل معها أملاح صوديومية منحلة في الماء أما المواد الثانوية الناتجة عن التفاعل فلا تنحل في محلول بيكربونات الصوديوم، ونظراً إلى الاختلاف الملاحظ في سلوك هذه المركبات اتجاه هذا الملح يمكن اتباع طريقة تعتمد على هذا السلوك لتنقية الأسبرين.
- ✓ يمكن تنقية الأسبرين بإعادة بلورته باستخدام مزيج من الإيتانول والماء، ولا يستخدم الماء بمفرده لأن الأسبرين سيتحلمه تدريجياً لدى تسخينه مع الماء.
- ✓ يجري عادةً الكشف عن بقايا حمض الساليسيليك في الأسبرين والتأكد من نقاوته باللجوء إلى التفاعل مع كلوريد الحديد حيث يتفاعل حمض الساليسيليك مع كلوريد الحديد مشكلاً معقدات ملونة (الاختبار المميز للمجموعة الفينولية)، أما في حال غياب اللون في محاليل الاختبار فإن ذلك دليل على نقاوة الأسبرين.
- ✓





الجزء العمـــلي:

الهدف من التجربة:

تحضير الأسبرين مخبرياً.

الأدوات اللازمة:

أرلنماير، قضيب زجاجي، حمام مائي، حمام ثلجي، قمع ترشيح.

المواد اللازمة:

حمض الساليسيليك، بلا ماء حمض الخل، حمض الكبريت المركز.

خطوات العمل:

- ضع في أرلينماير صغير 4gr من بلورات حمض الساليسيليك وأضف إليها 7ml من بلا ماء حمض الخل مع التحريك المستمر، ثم أضف قطرتين من حمض الكبريت المركز واستمر بالتحريك بواسطة القضيب الزجاجي ولاحظ ارتفاع درجة حرارة المزيج أثناء انحلال حمض الساليسيليك.
- سخن المزيج تسخينا لطيفاً على حمام مائي بدرجة 50 درجة مئوية لمدة 25 دقيقة لاحظ أثناء ذلك تحول المحلول إلى كتلة صلبة.
- برد المزيج المتفاعل مع التحريك المستمر وأضف إليه 50ml من الماء المقطر البارد، حرك جيداً لحلمهة المتبقي من بلا ماء حمض الخل غير المتفاعل ثم برد في حمام ثلجي

لإتمام الترسيب ورشح الناتج على قمع عادي واغسل الراسب وهو على القمع بقليل من الماء البارد لإزالة بقايا حمض الخل التي تصاحب البلورات المتشكلة واستمر بعملية الغسل حتى تختفي رائحة حمض الخل من البلورات.

- جفف البلورات عن طريق الضغط بين أوراق الترشيح أو بفرن درجة حرارة 80درجة مئوية.

https://manara.edu.sy/

الجلسة 12: دراسة خواص الأسبرين مخبرياً

الهدف من الجزء العملي:

دراسة خواص الأسبرين المحضر مخبرياً، ومقارنتها مع خواص الأسبرين التجاري.

الأدوات اللازمة:

أنابيب اختبار، جهاز تقطير.

المواد اللازمة:

كلوريد الحديد، حمض الساليسيليك، أسبرين تجاري، هيدروكسيد الصوديوم، حمض الكبريت الممدد.

التجربة الأولى:

البرهان على غياب المجموعة الفينولية في الأسبرين:

- ✓ حضر 3 أنابيب اختبار وضع في كل منها 5ml ماء ساخن ثم أضف إلى الأنبوب الأول بضع بلورات من حمض الساليسيليك، وإلى الأنبوب الثاني بضع بلورات من الأسبرين الذي حضرته مخبرياً، وإلى الأنبوب الثالث بضع بلورات من الأسبرين التجاري.
- ✓ خض الأنابيب من أجل تسريع انحلال هذه المواد في الماء.
- ✓ أضف إلى كل منها قطرة من محلول كلوريد الحديد 0.1N ماذا تلاحظ؟
- ✓ نظّم نتائجك في الجدول التالي:

اسم المادة	اللون الناتج	التفسير العلمي

التجربة الثانية:

حلمهة الأسبرين:

- ✓ امزج 1gr من الأسبرين مع 15ml من هيدروكسيد الصوديوم 10% في حوجلة صغيرة مجهزة بمكثف هوائي في وضعية التقطير المرتد.
- ✓ اغل المزيج بلطف لمدة 20 دقيقة ثم برّد المحلول وأضف إليه عدة قطرات من حمض الكبريت الممدد حتى يترسب ملح حمض الساليسيليك.
- ✓ رشح لفصل حمض الساليسيليك الصلب واحتفظ بالرشاحة وأعد بلورته بالماء الساخن وتأكد من تطابقه مع حمض الساليسيليك الموجود لديك وذلك بالتفاعل مع محلول كلوريد الحديد الممدد والمعتدل أو بتجفيفه وقياس درجة انصهاره (156°C).
- ✓ إن الرشاحة الأصلية تحتوي على حمض الخل الناتج عن تفاعل الحلمهة تأكد من ذلك بواسطة ورقة عباد الشمس ماذا تلاحظ؟

.....

.....

.....