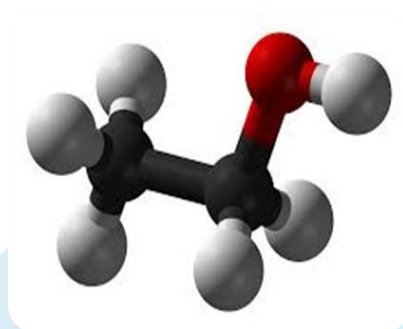
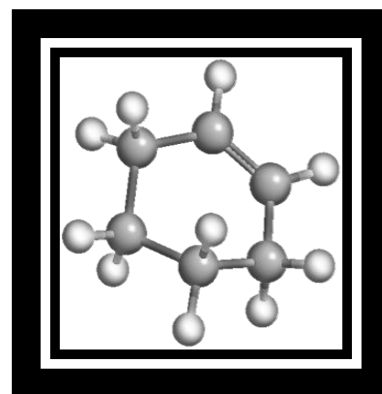
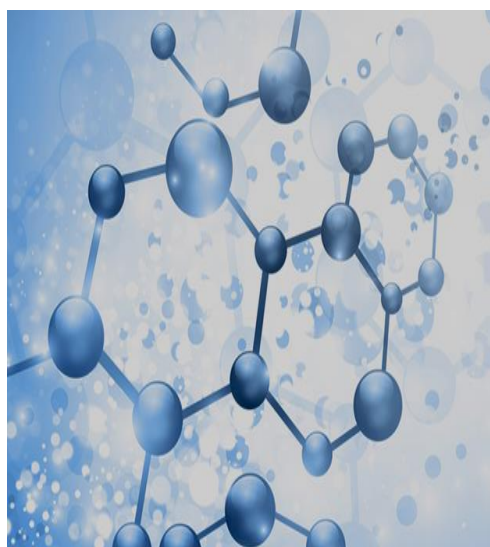


الكيمياء العضوية /1/

الجزء العملي



مشرف المقرر: د. بشرى نعمة

مدرّس الجزء العملي: مرام سمير عباس

قواعد وتقنيات العمل المخبري

مقدمة:

إن تعلم التعامل مع المواد الكيميائية، وتشغيل الأجهزة، هو جزء هام وضروري من ثقافة الصيدلاني، حيث ترتبط العلوم الصيدلانية التطبيقية ارتباطاً وثيقاً بالكيمياء من جميع الجوانب.

وهناك أمر آخر لا يقل أهمية، وهو تعلم إتقان العمل المخبري على أسس علمية تقنية.

وهكذا فإن الإتقان عنصر هام في التقنية الجيدة، وإن الإهمال في التعامل مع الكيماويات لا يقود فقط إلى نتائج خاطئة في بعض الأحيان، بل هو غالباً غير آمن، وكذلك فإن الإهمال في تشغيل الأجهزة لا يؤدي إلى أداء غير جيد للأجهزة فحسب، بل لا يخلو من الخطر أحياناً، لذا وجب دائماً التقيد بالقواعد العامة التالية لتفادي الوقوع في مصيدة الأخطار المخبرية.

يمكن تلخيص قواعد الأمان المخبري من خلال النقاط الأساسية التالية:

1. عود نفسك منذ اليوم الأول على العمل بانتباه، هدوء، دقة، إتقان ودون تسرع، مع الحفاظ على نظافة مكان عملك وغسل أدواتك وأجهزتك فوراً بعد الانتهاء من استخدامها.

2. لا تلوث المحاليل والمواد الكيميائية واحفظها في عبوات محكمة الإغلاق كي لا تتأثر بالحرارة والضوء والرطوبة، وانتبه إلى أهمية أن يكون لكل زجاجة محلول قطارة أو ماصة خاصة بها ولكل مادة كيميائية ملعقة خاصة أيضاً، ولا تعيد الجزء الباقي من المحلول إلى الزجاجة الأصلية منعاً لتلوثها.

3. لاتبذر باستخدام المواد الكيميائية وانتبه جيداً إلى إغلاق صنادير المياه واسطوانة الغاز وفصل سخانات والأجهزة من الكهرباء بعد الانتهاء من استخدامها.

4. لا توجه قوة أنبوب الاختبار نحو نفسك أو نحو زميلك لأن بعض المواد الكيميائية قد تتطاير فجأة أثناء التفاعل مسببة حوادث أليمة، وانتبه إلى عملية أخذ كميات محددة من المواد الكيميائية السائلة باستخدام الماصة لأنك يمكن أن تبتلع جزءاً من هذه السوائل إذا استخدمتها بعدم تركيز وانتباه، مما قد يشكل خطراً عليك وخاصة إذا كنت تتعامل مع محاليل معاكسة.

5. يمنع تناول الأطعمة والمشروبات والتدخين ضمن المخبر، كما يمنع شرب الماء باستخدام أدوات العمل مهما كانت نظيفة.

6. يجب الالتزام بارتداء الرداء الأبيض والقفازات الواقية حفاظاً على النظافة والسلامة، بالإضافة إلى ضرورة ارتداء النظارات المناسبة و الكمامات وخاصة في بعض التجارب التي تنتج عنها أبخرة أو غازات أو روائح كريهة.

7. يجب على الطالب تحضير التجربة وخطوات العمل قبل الدخول إلى المخبر كما يجب عليه

Page 3 | 50

2. يمنع حفظ أية مواد قابلة للاشتعال أو التطاير في مكان ساخن (أجهزة التدفئة، أو المجفف الكهربائي)، أو في أوعية رقيقة الجدران، ويتم الحفظ في زجاجات وقوارير سميكة الزجاج.
3. لا تشعل مصباح بنزن بالقرب من المواد المتطايرة والقابلة للانفجار، ولا تدعه مشتعلًا دون رقابة، وخاصة عندما لا تحتاجه، ولا ترمي السوائل القابلة للاشتعال أو المتطايرة في المجاري.
4. عند إعادة بلورة مادة ما بواسطة المواد العضوية القابلة للاحتراق، تتم البلورة بواسطة أجهزة خاصة تحتوي على مبرد (مكثف) مرتد.

العمل مع الحموض والأسس:

- تسبب الحموض المعدنية (حمض الكبريت، حمض الآزوت، حمض كلور الماء) وبعض الحموض العضوية عند سقوطها على الجلد حروقًا كيميائية، لذلك يجب مراعاة الشروط التالية عند العمل معها:
1. يتم أخذ كميات منها بصبها من خلال قمع زجاجي وتحت ساحة الهواء.
 2. يجب وضع نظارات لحماية العين.
 3. ينبغي على الطالب سكب الحمض على الماء وبكميات قليلة وعلى دفعات متتالية ثم يتم المزج بشكل جيد.
 4. تضاف قطع صغيرة من القلوي الصلب إلى الماء عندما يراد حله، ولا يجوز لمس هذه القطع باليد.

العمل مع الصوديوم المعدني:

1. يحفظ الصوديوم المعدني تحت طبقة من الكيروسين أو زيت الفازلين في وعاء سميك الجدران مغلق بسلامة فلينية.
2. تجري عملية قطعه على ورقة ترشيح جافة تمامًا.
3. يمنع رميه في المغاسل أو ترك بقاياه على الطاولة، بل يتم جمعها في قنينة صغيرة ذات فوهة واسعة وتحت طبقة من الكيروسين، ويضاف إلى الكميات القليلة جدًا من الصوديوم غير المتفاعل في حال التخلص منه كميات صغيرة وعلى دفعات من الكحول البوتيلي.
4. يؤخذ الصوديوم بواسطة ملقط.
5. يجب عدم تلامس الصوديوم مع الماء أو رباعي كلور الكربون.
6. لا يمكن استخدام الصوديوم لتجفيف المشتقات الهالوجينية للفحوم الهيدروجينية والمركبات الكربونيلية والحموض والكحولات ومركبات النترو.
7. لا تجري التفاعلات مع الصوديوم على حمام مائي بل يستبدل بحمام زيتي.

قواعد العمل بالزجاج:

1. يجب الحرص عند قطع الزجاجيات على أن يتم القطع بحيث لا تؤدي أطراف الزجاج المقطوع إلى جرح الأيدي.
2. يجب إدخال الأنابيب الزجاجية في السدادات بحركة دائرية دون الضغط عليها.
3. لا يجوز تسخين الأوعية الكيميائية سميكة الجدران والتي لا تتحمل الحرارة مثل البياشر الخزفية.
4. يجب ارتداء القناع الواقي أو النظارات الواقية عند معالجة الزجاج لحماية العين.

العمل مع المواد السامة:

يجب العمل مع المواد السامة مثل البروم والحموض المركزة تحت ساحة الهواء مع الالتزام بارتداء النظارات الواقية وبإشراف الأستاذ المشرف والمحضر المخبري.

المساعدات الأولية في الحوادث الناتجة عن العمل المخبري:

1. الجروح الناتجة عن الأدوات الزجاجية:
يجب تنظيفها للتخلص من بقايا الزجاج باستخدام ملقط أو بواسطة تيار الماء القوي، ثم يوقف نزيف الدم باستخدام محلول من الماء الأوكسجيني 3% والضغط قليلاً على مكان النزف، ثم يدهن مكان الجرح بمحلول اليود 5% ويوضع عليه ضماد.
2. الحروق الناتجة عن الحرارة:
يغسل مكان الإصابة بالماء البارد أولاً ثم تغسل بالإيتانول وتدهن أخيراً بالجليسيرول، أما إذا كانت الحرارة عالية والحرق شديد الاحمرار فيغسل أولاً بمحلول برمنغنات البوتاسيوم ثم بالإيتانول ثم يدهن بمرهم خاص بالحروق.
3. الحروق الناتجة عن الحموض أو القلويات:
تغسل أولاً بشكل جيد بالماء العادي، ثم يغسل مكان الإصابة بمحلول بيكربونات الصوديوم 1% وتوضع في العين قطرة من زيت معقم مثل زيت الزيتون في حال الحموض، أما في حال القلويات تغسل الإصابة بمحلول حمض البوريك 2% أو حمض الخل 2% أو حمض الليمون.

4. الحروق الناتجة عن البروم:

تعالج بغسل مكان الإصابة بالكحول، ثم يدهن بمرهم من أجل الحروق وإذا تم استنشاق أبخرة البروم فعندئذٍ يجب وضع قطعة من القطن المبلل بالكحول على أنف المصاب ثم إخراجة إلى الهواء الطلق.

5. الحروق الناتجة عن الفينول وهي حروق تسبب بياض الجلد:

يدهن مكان الإصابة بالجليسرول ويتابع ذلك حتى عودة الجلد إلى لونه الطبيعي الأصلي، ويغسل عندئذٍ بالماء ثم يوضع عليه كمادة من القطن المبلل بالجليسرول.

**** في حال بلع بعض الحموض:** تخفف بشرب كميات كبيرة من الماء مصحوباً بـ (محلول بيكربونات الصوديوم) ويعطى اللبن بكثرة ولا تعطى المقيئات.

**** في حال بلع بعض القلويات:** تخفف بشرب كميات كبيرة من الماء مصحوباً بالخل أو عصير الليمون أو عصير البرتقال، ولا تعطى أي مقيئات.

**** في حال بلع أملاح الغازات النقية أو مركبات الكروم أو الزرنيخ أو الزئبق:** يعطى المصاب مقيئاً مثل (ملعقة كبيرة من الخردل أو الملح أو كبريتات الزنك في كوب ماء فاتر).

**** حوادث العين:**

❖ في حال تلوث العين بالقلويات:

تغسل جيداً بالماء وبكميات كبيرة ثم بمحلول حمض البوريك 1%.

❖ في حال تلوث العين بالحموض أو البروم:

تغسل مراراً بمحلول بيكربونات الصوديوم 1% ثم بالماء، وإذا كان الحمض مركزاً تغسل أولاً بكمية كبيرة من الماء ثم بالبيكربونات ثم الماء مرة أخرى.

❖ في حال تلوث العين بالزجاج:

يزال الزجاج بلطف باستخدام ملقط ثم تغسل العين بالماء ويتم استدعاء الطبيب فوراً.

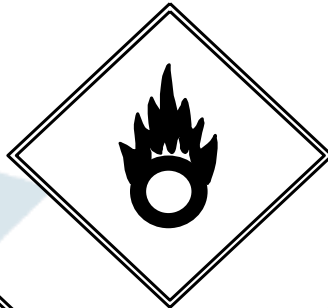
❖ عند تعرض العين لتأثير الدخان في حال الحرائق والأجواء الفاسدة التهوية في أماكن العمل يجب استخدام محلول مطهر.

عند حدوث حريق في المخبر:

1. يجب إغلاق صناديق الغاز ومفاتيح الكهرباء.
2. إبعاد كل المواد القابلة للاشتعال عن مكان الحريق.
3. ثم استخدام الرمل أو جهاز الإطفاء للسيطرة على الحريق ومنعه من الامتداد.
4. لا يجوز استخدام الماء إلا في حالة المواد سريعة الاشتعال التي تتحلل فيه مثل الكحولات أو الأسيتون لأنه في كثير من الأحيان قد يؤدي إلى توسيع منطقة الحريق، أما في حال المواد التي لا تتحلل في الماء مثل البنزن والإيتر فيجب استخدام الرمل أو المطفأة.



RADIOACTIVE



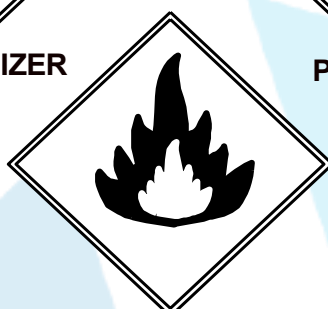
OXIDIZER



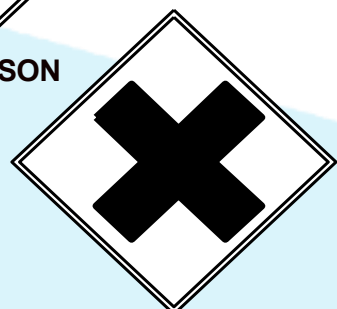
POISON



DANGEROUS



FLAMMABLE SOLID



HAZARD

أهم الرموز المتواجدة على العبوات الكيميائية

الجلسة (1): بعض العمليات الأساسية في مختبر الكيمياء العضوية
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>8</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>8</u>
<u>التسخين</u>	<u>8</u>
<u>التبريد</u>	<u>9</u>
<u>المحففات</u>	<u>9</u>
<u>حساب المردود المئوي للتفاعل الكيميائي</u>	<u>11</u>

الغاية من الجلسة: التعرف على أهم العمليات والتقنيات المستخدمة في الجزء العملي المقرر.

مقدمة نظرية:

التسخين:

يتم التسخين في المخابير 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 الأمانت التي تساعد على التجانس الحراري.

2. التسخين غير المباشر: ويتم في حمامات خاصة، ويكون بطيئاً نسبياً 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 لتثييت 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 المبرد بالجليد الجاف، حيث يمكن أن يصل التبريد هنا لدرجة (87- درجة مئوية) وذلك بإضافة قطع صغيرة من الجليد الجاف الذي يتم تكسيه 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 مئوية) 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 للاندخال 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 ليشكل 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:

- 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.
- أن لا يلعب العامل دور الوسيط في تفاعلات تقوم بها المادة العضوية كالتماثر مثلاً أو التكاثر أو الأكسدة الذاتية.
- أن لا ينحل إطلاقاً في السائل المراد تجفيفه.
- 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, $\text{Al}(\text{Hal})_3$
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، المغنيزيوم، والكالسيوم كموامل مجففة بكل الأحوال	

2. تجفيف المركبات العضوية الصلبة:

يمكن أن يجرى التجفيف بإحدى الطرق التالية:

- 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.
- بضغط الناتج بين ورقتي ترشيح أو أكثر.
- بالمحم في درجة حرارة مناسبة، نقل عن درجة انصهار المركب، أو بطريقة تسخين أخرى مناسبة، تسرع انطلاق آخر آثار الماء أو المحل.
- 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 المراد تجفيفها	المواد المجففة
H ₂ , O ₂ , N ₂ , CO, CO ₃ , SO ₂ , Paraffin's	CaCl ₂ , P ₂ O ₅ , H ₂ SO ₄
HCl	Ca Cl ₂ , H ₂ SO ₄
HBr	CaBr ₂
Amines , NH ₃	KOH
Alkenes	C Cl ₂ , H ₂ SO
Acetylenes	NaOH, P ₂ O ₅
Alkyl Chlorides	CaCl ₂
Ethers	CaCl ₂
Ozone	CaCl ₂ , P ₂ O ₅

حساب المردود المئوي للتفاعل الكيميائي:

يعبر 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

جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>12</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>12</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>13</u>
<u>ملاحظات ومقارنات بين درجات انصهار بعض المواد</u>	<u>14</u>
<u>النتائج العملية والمناقشة</u>	<u>15</u>

الغاية من الجلسة: التعرف على درجة الانصهار كخاصية فيزيائية هامة ودراسة طرق قياسها.

مقدمة نظرية:

* إن درجة انصهار مركب نقي هي خاصية 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 تماماً 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 غالباً 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 العملي

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 البنزويك، حمض الساليسيليك، غليسرين.

الأدوات المستخدمة:

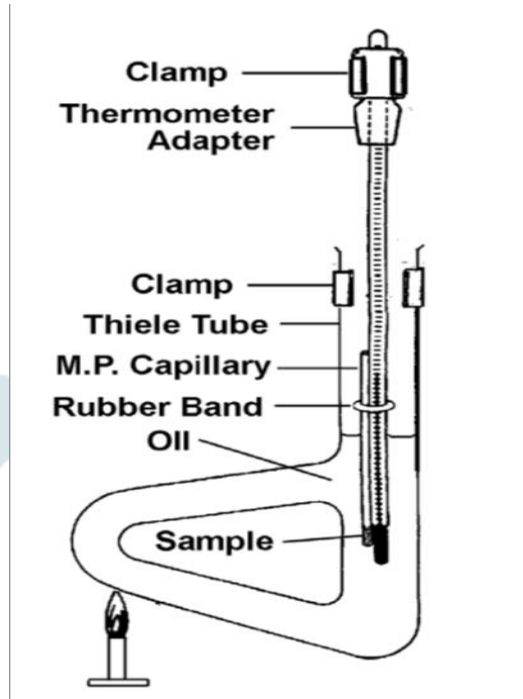
أنبوب شعري، أنبوب اختبار، ميزان حرارة.

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 ألا 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°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، و قِيم 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 توقع لهويتها أو درجة انصهارها؟؟؟؟؟**

.....

.....

.....

الجلسة (3): اختيار المذيب المناسب لإعادة البلورة
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>17</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>17</u>
<u>الشروط الأساسية التي يجب مراعاتها عند اختيار المذيب المناسب</u>	<u>17</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>18</u>
<u>النتائج العملية والمناقشة</u>	<u>20</u>

الغاية من الجلسة: دراسة مفهوم القطبية واختبار الذوبانية، وطريقة إجراء هذا الاختبار.

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 المنقاة 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 البنزويك، حمض الساليسيليك، الاسيت انيليد، ماء، أسيتون، كلوروفورم، إيثانول.

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، إيثانول، تولوين، بنزن...) ثم رج الأنبوب قليلاً أو حرك محتواه باستخدام قضيب زجاجي ولاحظ قابلية المادة للذوبان، فإذا لم تذوب 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	الكثافة gr/ml	الانحلالية في الماء gr/100ml	قابلية 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 Chloroform	1.49	لا يذوب	—
حلقي الهكسان Cyclohexane	0.78	لا يذوب	+++
ثنائي كلور ميثان Dichloromethane	1.34	لا يذوب	—
إيثانول (95%) Ethanol	0.81	∞	++
ثنائي إيثيل إثير Diethyl ether	0.71	7	++++
خلات الإيثيل Ethylacetate	0.90	8	+++
هكسان Hexane	0.66	لا يذوب	+++
الإيثر 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		الكحول الإيثيلي		كلوروفورم	
		ساخن	بارد	ساخن	بارد	ساخن	بارد	ساخن	بارد
بنزوات الصوديوم									
حمض البنزويك									
أسيت أنيليد									
حمض الساليسيليك									

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

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

الجلسة (4): إعادة البلورة
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>21</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>21</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>21</u>
<u>خطوات إعادة البلورة بشكل عام</u>	<u>22</u>
<u>فصل البلورات</u>	<u>23</u>
<u>النتائج العملية والمناقشة</u>	<u>24</u>

الغاية من الجلسة: دراسة طريقة إعادة البلورة كإحدى الطرق الهامة لتنقية المركبات الصلبة.
مقدمة نظرية:

إعادة البلورة **Recrystallization**: هي إحدى أهم الطرق المستخدمة لتنقية المركبات العضوية، وهي تعتمد على اختيار المذيب المناسب الذي تتحل 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 البنزويك، أسيت أنيليد، فحم فعال، منظفات 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 تعلّمت 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 البنزويك (قس درجة انصهارها) وضعها في أرلينة سعة 150ml، ثم أضف إليها 25ml من الماء وسخن حتى الغليان بوجود كرات زجاجية صغيرة تسمى منظّمات 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 وحرك جيداً (انتبه إلى ضرورة ألا تتأخر في هذه المرحلة كي لا تبرد العينة وتبدأ البلورات بالظهور قبل التخلص من الفحم).
3. رشح المحلول الساخن للتخلص من المواد غير المنحلة (التي تتضمن بشكل أساسي الفحم الفعال الذي امتزّت على سطحه الشوائب والمعادن 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. تذكر هنا سبب استخدامك للماء كمذيب مناسب لإعادة البلورة بالاعتماد على النتائج التي توصّلت إليها في الجلسة السابقة.

يمكن توضيح خطوات التجربة بالتفصيل كالتالي:

****المرحلتان الأولى والثانية:** 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 النقية 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.

الجلسة (5): التسامي (التصعد)
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>25</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>25</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>25</u>
<u>شكل يوضح تصعد اليود وكلوريد الأمونيوم</u>	<u>26</u>
<u>النتائج العملية والمناقشة</u>	<u>26</u>

الغاية من الجلسة: التعرّف على طريقة التسامي المستخدمة في تنقية بعض المركبات في شروط خاصة.
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 النفثالين أو الكافور بطريقة التسامي.

الأدوات المستخدمة:

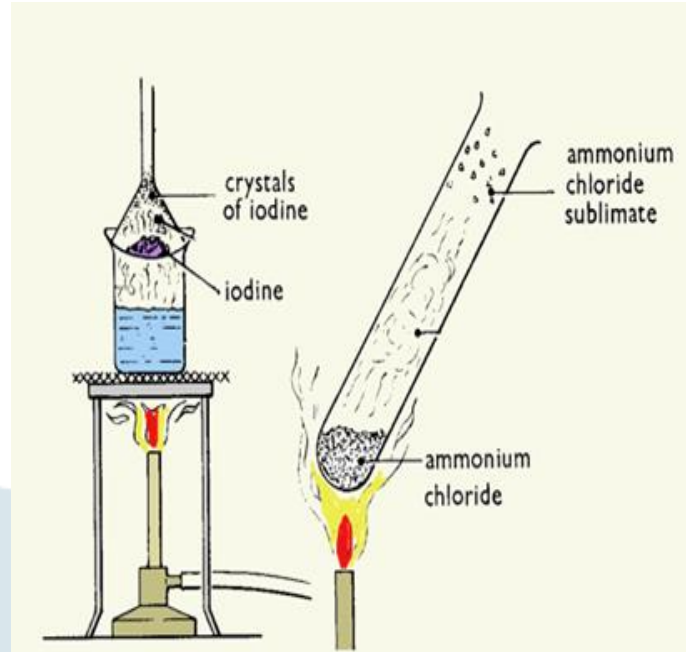
جفنة خزفية، قمع ترشيح زجاجي مناسب لتطبيق التجربة، صوف زجاجي، ورق ترشيح، حامل معدني، سخان.

المواد اللازمة:

عينة مشوبة من النفثالين أو الكافور.

خطوات العمل:

1. خذ عينة مشوبة من الكافور أو النفثالين، 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، وفسر النتيجة منطقياً..

.....

.....

.....

.....

.....

الجلسة (6): التقطير البسيط
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>27</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>27</u>
<u>أنواع التقطير</u>	<u>27</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>29</u>
<u>النتائج العملية والمناقشة</u>	<u>30</u>

الغاية من الجلسة: التعرف على مفهوم التقطير وأنواعه، وطريقة التقطير البسيط بشكل خاص كتقنية لفصل وتنقية السوائل.

مقدمة نظرية:

عمليات التقطير Distillation operation: تستعمل عادة عمليات التقطير لفصل وتنقية السوائل، إذ يسخن السائل حتى درجة الغليان (التي تعرف 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 ويزيادة درجة الغليان يتقطر السائل الذي يليه وهكذا حتى تنتهي عملية الفصل.

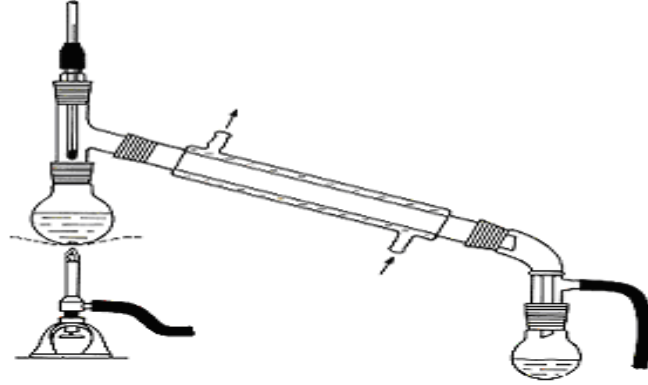
للتقطير عدة أنواع:

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 فوريرز 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:

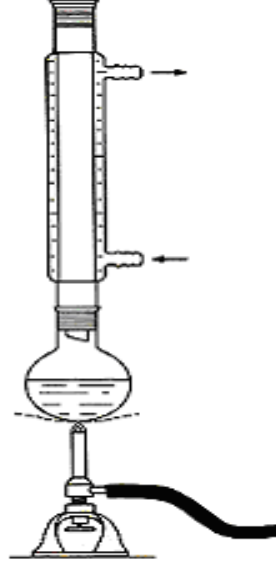
يستعمل مع المواد السائلة التي تتفكك حرارياً قبل وصولها إلى درجة الغليان تحت الضغط الجوي العادي، ومع السوائل ذات درجات الغليان المرتفعة والتي تكون عملية تقطيرها تحت الضغط الجوي العادي صعبة ومعقدة.

4. التقطير البخاري (الجرف بالبخر) 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

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:

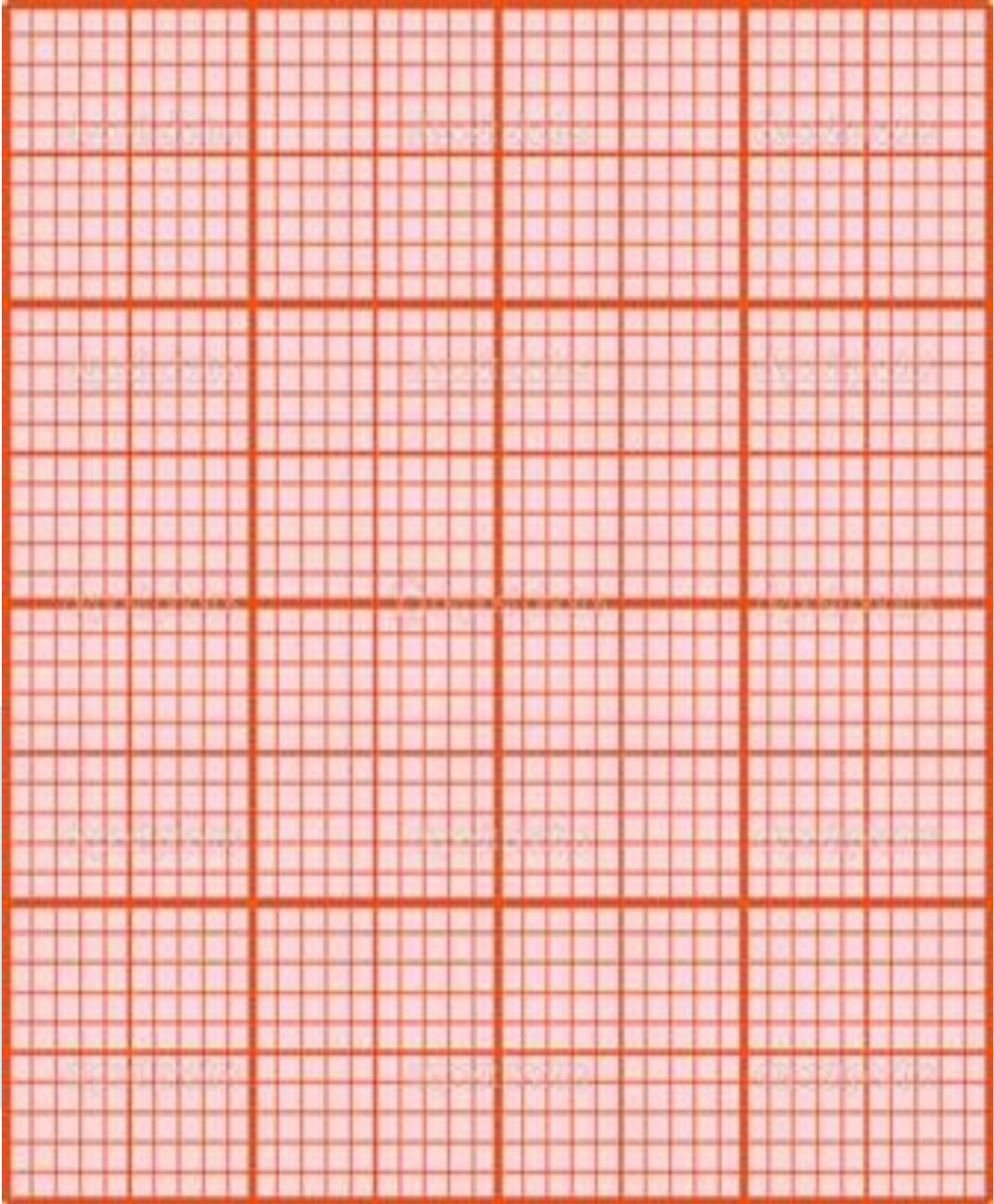
مزيج الكحول والكلوروفورم، منظّات الغليان لتجنب ظاهرة فوق التسخين.

خطوات العمل:

1. ضع في دورق التقطير مزيجاً مؤلفاً من كحول وكلوروفورم وأضف إليه منظّات الغليان.

- ## النتائج العملية والمناقشة

-



الجلسة (7): استخلاص الكافيين من أوراق الشاي
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>32</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>32</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>32</u>
<u>ملاحظات هامة</u>	<u>34</u>
<u>المحلات المستخدمة في عمليات الاستخلاص</u>	<u>34</u>

الغاية من الجلسة: دراسة تقنية الاستخلاص كطريقة لفصل المركبات العضوية وتنقيتها.
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 أو كربونات الكالسيوم، كلوروفورم أو كلوريد الميثيلين، إيتير 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 واغلبها 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 الميثيلين 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 المغنيزيوم 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 إيتير البترول حتى ظهور المعلق الأبيض.
12. رشح الناتج في قمع عادي واغسل الناتج بقليل من إيتير البترول.
13. جفف الراسب وزنه وزناً دقيقاً واحسب المردود.

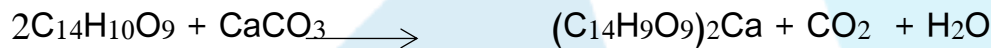
14. يمكن إعادة بلورة الناتج باستخدام الماء.

**يتم هذا النوع من الاستخلاص باستخدام قمع الفصل Separating funnel ، حيث يصب فيه المحلول المراد استخلاصه والمحل المستخلص، هذا و ينبغي أن لا يزيد محتوى قمع الفصل على ثلثي حجمه. يغلق قمع الفصل بسدادة محكمة، تمسك السدادة بيد والصنبور باليد الأخرى ويخفض 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 تتفصل الطبقات بوضوح حينها تنزع السدادة وتفصل الطبقة السفلية بهدوء عن العلوية وذلك من خلال فتح الصنبور السفلي.



ملاحظات هامة:

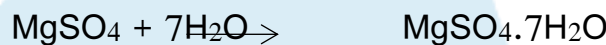
✓ يضاف محلول خلات الرصاص أو كربونات الكالسيوم لترسيب أملاح الحموض العفصية غير المنحلة، حيث تتحول التئنيات إلى مركبات شحيحة الذوبان وفق المعادلة:



حمض ثنائي الجاليك

ثنائي جالات الكالسيوم

✓ تضاف كبريتات الصوديوم أو المغنيزيوم اللامائية للتجفيف وفق المعادلة:



- ✓ 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 نحملة 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.
- تتقسم المحلات المستخدمة في عملية الاستخلاص إلى:
1. محلات أخف من الماء مثل الإيتر والبنزن.
 2. محلات أثقل من الماء مثل الكلوروفورم وكلوريد الميثيلين 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 التوزيع كبيراً للمادة المنحلة في المحلين المستخدمين.
 2. أن تكون نسبة امتزاج المحلين المستخدمين أقل ما يمكن.
 3. أن يتحقق فاصل جيد وواضح بين المحلين.

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

جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>36</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>36</u>
<u>اختبار ليبيغ</u>	<u>37</u>
<u>الكشف عن الأزوت</u>	<u>38</u>
<u>الكشف عن الهالوجينات</u>	<u>39</u>

الغاية من الجلسة: دراسة اختبارات التحليل الكيفي لأهم 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 بنوية:

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، وتعرف باسم التحليل الكمي.

3. عمليات التحليل الخاصة:

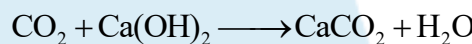
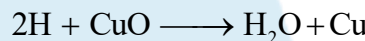
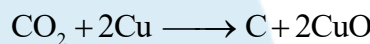
وهي مجموعة التحاليل التقنية والفنية الكيماوية الأخرى التي تهتم الكيميائي في متابعة أبحاثه ودراساته حول التفاعلات الكيماوية بما في ذلك دراسة حركية تفاعل ما وآليته... الخ. نطلق عليها اسم التحاليل الخاصة.

4. عمليات تحليلية كيفية:

يقصد بها تحديد مكونات العينة، أو التأكد من وجود مواد معينة 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 الشاردية، وبما أن العناصر الموجودة في المادة العضوية (إلى جانب الكربون والهيدروجين 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 شاردية. وأكثر الطرق استعمالاً لتفكيك المواد العضوية هي أكسدة أو صهر المادة العضوية مع المعدن القلوي كالصوديوم أو البوتاسيوم.

الكشف عن الكربون والهيدروجين (اختبار لبيغ)

تعد طريقة لبيغ أكثر الطرائق المستخدمة في تعيين الكربون والهيدروجين في المركبات العضوية. وكانت هذه الطريقة قد استخدمت بصورة واسعة منذ القرن التاسع عشر بعد أن استخدمها لبيغ 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 أكسيد النحاس) فينطلق نتيجة ذلك غاز ثاني أكسيد الكربون الذي يعكر رائق الكلس، كما يمكن الكشف في الوقت نفسه عن الهيدروجين في المادة المدروسة وذلك عند ظهور قطرات من الماء على الجوانب البارد للجهاز، وذلك وفق المعادلات التالية:



أما الأوكسجين الذي تحويه المادة العضوية فمن الصعب الكشف عنه 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 يجتاها 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.

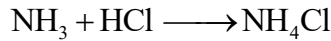
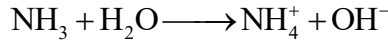
****ملاحظة:** تؤخذ كمية زائدة من أوكسيد النحاس، حتى لا يتم ضياع الكربون على شكل أول أكسيد الكربون CO , الذي لا يعكر رائق الكلس.

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، وتتجم 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 نيترو نتريلات، ونشادري يوجد في الغالب على شكل أمينات وأميدات.

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 عليه من رائحته الواخزة أو بتلوينه لعباد الشمس الأحمر باللون الأزرق، أو بتشكيلة لأبخرة كلور الأمونيوم مع حمض كلور الماء:



تجربة (2):

1. يؤخذ أنبوب اختبار ويوضع 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.

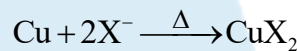
الكشف عن الهالوجينات

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

تجربة (3):

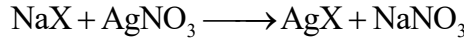
خذ سلك نحاسي طوله (10cm) تقريباً واثنى إحدى نهايتيه بشكل حلقة وثبت نهايته الثانية بسدادة فلين، أمسكها بملقط، سخن السلك من طرف الحلقة واستمر في التسخين حتى يختفي ظهور اللهب الأخضر، حينها أبعد السلك عن اللهب ورش عليه قليل من المادة العضوية المراد فحصها، ثم أعد التسخين مرة أخرى فيتوهج لبضع ثوان، ويتلون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



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

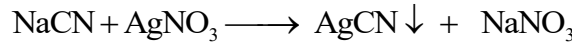
الكشف عن الهالوجينات بطريقة الرشاحة الصوديومية:

يتم ذلك بإضافة بضع نقاط من حمض الآزوت الممدد إلى جزء من الرشاحة الصوديومية المخصصة لاختبار الكشف عن الهالوجينات، حيث يصبح المحلول حامضياً بعد الإضافة، إذ يمكن اختبار الوسط بورقة عباد الشمس، بعدها تضاف زيادة من محلول نترات الفضة، فيكون تشكل الراسب دليل على وجود الهالوجين كما توضح المعادلة التالية:

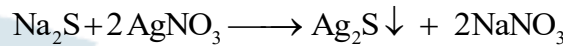


يترك المحلول قليلاً ليركن ثم يعالج الراسب بماءات الأمونيوم، فإذا كان الراسب أبيض وانحل بماءات الأمونيوم فهذا يدل على وجود الكلور، أما إذا الراسب أصفر باهت وضعيف الانحلال بماءات الأمونيوم فإن ذلك يدل على وجود البروم، وإذا كان الراسب أصفر وعديم الانحلال بماءات الأمونيوم دل ذلك على وجود اليود، وهنا لابد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

1. نحمض بـ حمض 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 :

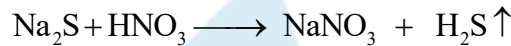


راسب أبيض

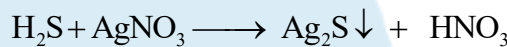
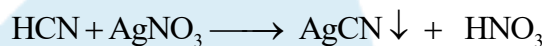


راسب أسود

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



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



الجلسة (10): اصطناع الباراسيتامول مخبرياً

جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>41</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>41</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>42</u>
<u>معادلة الاصطناع</u>	<u>43</u>

الغاية من الجلسة: اصطناع الباراسيتامول مخبرياً.

مقدمة نظرية:

- ❖ إن الأسماء التجارية لبارا هيدروكسي الأسيت أنيليد هي بارا سيتامول أو أسيت أمينوفين.
- ❖ وهو يعد من مشتقات الأنيلين ويستخدم كمسكن للألم.
- ❖ يتميز الباراسيتامول عن الأسبرين أنه لا يسبب نزيفاً في المعدة وهومفيد بالنسبة للمرضى الذين يتحسسون بالأسبرين، كما أنه أسرع امتصاصاً منه.
- ❖ يحضر باراسيتامول من بارا أمينو الفينول الذي يحضر بدوره بدءاً من بارا نترو الفينول.
- ❖ تتم نترجة الفينول باستخدام حمض الآزوت الممدد وحمض الكبريت المركز أو باستخدام أملاح النترات.
- ❖ يتم فصل بارا نترو الفينول بواسطة الجرف البخاري لنواتج تفاعل النترجة حيث ينجرّف أورثو نترو الفينول مع بخار الماء.
- ❖ يعالج المتبقي بمحلول بيكربونات الصوديوم لتعديل الوسط ثم تعالج الرشاحة بالفحم الفعال لإزالة اللون.
- ❖ يحمض الوسط ثانياً بـ حمض 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 الإيثيلي و الإيتير.

❖ يتم إرجاع بلورات بارا ننترو 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:

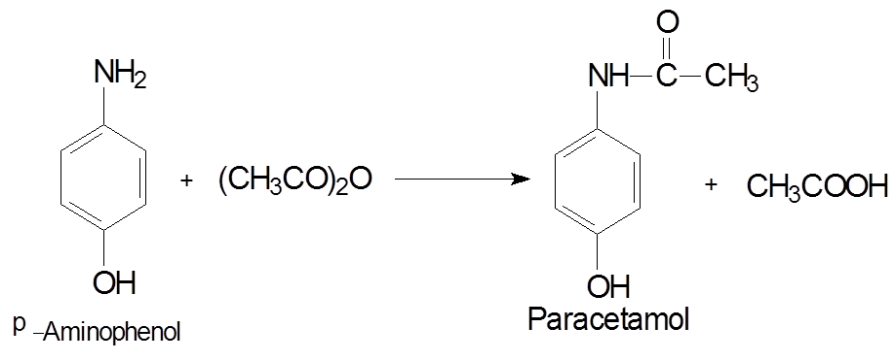
بارا أمينو فينول، بلا ماء حمض الخل، خلات الصوديوم المائية $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ، محلول حمض كلور الماء المركز، فحم فعال، ثلج مجروش، ورق ترشيح.

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 رائحة حمض الخل من البلورات.

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

7. أعد البلورة باستخدام الماء الساخن.



الجلسة (11): تحضير الأسبرين مخبرياً
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>44</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>44</u>
<u>ملاحظات هامة</u>	<u>45</u>
<u>معادلة الاصطناع</u>	<u>46</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>46</u>

الغاية من الجلسة: 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.

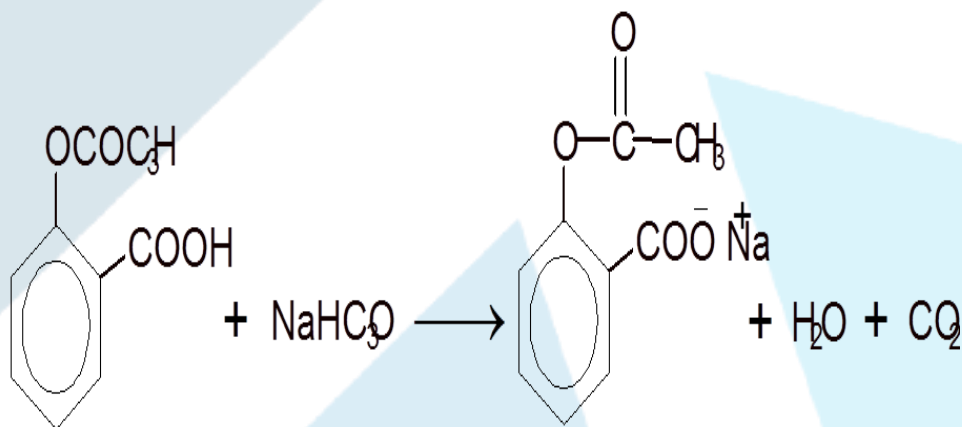
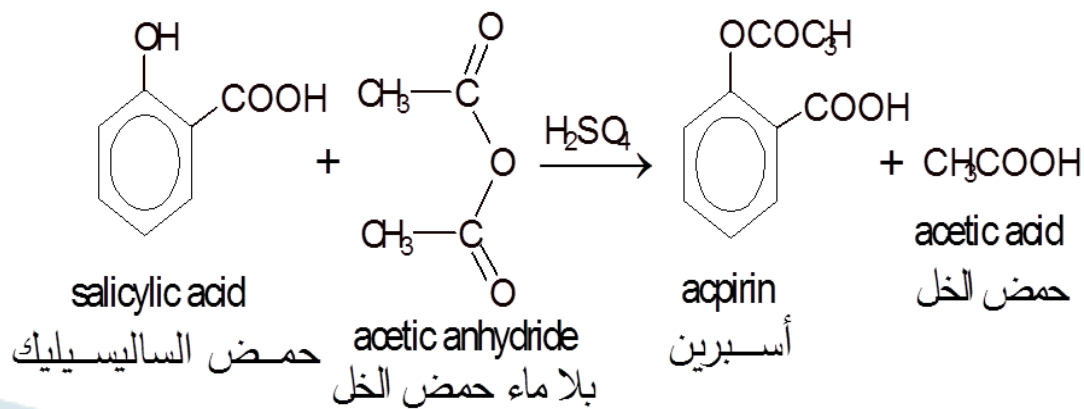
- ❖ تمكن الكيميائي هوفمان من حل هذه المشكلة عندما استطاع اصطناع حمض أستيل الساليسليك الذي يملك الصفات الطبية نفسها ولا يسبب تهيجاً كبيراً للأغشية المخاطية وليس له طعم غير مستحب، وقد أطلق على المنتج الجديد اسم الأسبرين.
- ❖ حمض الساليسليك (حمض α - هيدروكسي البنزويك) هو حمض ثنائي الوظيفة فهو فينول لأنه 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 فلدي تفاعله مع بلا ماء حمض الخل يشكل أستيل حمض الساليسليك (الأسبرين)، بينما يقود التفاعل مع زيادة من الكحول إلى تشكيل سالييلات الميثيل.

ملاحظات هامة:

- ✓ يعد بلا ماء حمض الخل كاشف أسيلة فعال فهو يتفاعل بسرعة مع الكحولات أو الفينولات معطياً إستر أسيات.
- ✓ تستعمل في تجربة تحضير الأسبرين زيادة من بلا ماء حمض الخل لأن قسماً منه يستهلك من أجل تحويل حمض الساليسليك 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 الساليسليك غير المتفاعل (الذي يمكن أن ينتج عن عملية الأستلة غير الكاملة أو من حلمة 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 تتحلل 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 الإيثانول والماء، ولا يستخدم الماء بمفرده لأن الأسبرين سيتحلله 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.

معادلات الاصطناع:



الجزء العملي

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 تسخيناً 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 80 درجة مئوية.

الجلسة (12): دراسة خواص الأسبرين مخبرياً
جدول المحتويات

Contents

العنوان	رقم الصفحة
<u>الغاية من الجلسة</u>	<u>48</u>
<u>مقدمة نظرية</u>	<u>48</u>
<u>الجزء العملي</u>	<u>48</u>
<u>التجربة الأولى: البرهان على غياب المجموعة الفينولية في الأسبرين</u>	<u>49</u>
<u>التجربة الثانية: حلمة الأسبرين</u>	<u>49</u>

الغاية من الجلسة: دراسة خواص الأسبرين المحضر مخبرياً، ومقارنتها مع خواص الأسبرين الموجود في الصيدليات.
مقدمة نظرية:

تعتبر عملية دراسة وتحليل المادة الفعالة المستخدمة لتحضير الدواء والتأكد من هويتها ومدى نقاوتها، من أهم العمليات التي يجب إجراؤها قبل تحويلها إلى الشكل الصيدلاني المطلوب، وبناءً على ذلك لا بد من دراسة خواص عينات الأسبرين المحضرة مخبرياً في الجلسة الماضية للتأكد من الهوية والنقاوة والمردود التفاعلي.

الجزء العملي

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؟
- ✓ نظم نتائجك في الجدول التالي:

اسم المادة	اللون الناتج	التفسير العلمي

التجربة الثانية:

حلمة الأسبرين

- ✓ امزج 1gr من الأسبرين مع 15ml من هيدروكسيد الصوديوم 10% في حوجة 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؟

.....

.....

.....