لـ . عصمونة (عـلي)

المحتويات

الموضوع	رقم الصفحة
تحذيرات وقائية في المختبر	2
الاواني الزجاجية المستخدمة في المختبر	3
تجربة رقم (1): إيجاد درجة حرارة الانصهار (Melting point)	8
تجربة رقم (2): إيجاد درجة حرارة الغليان (Boiling point)	11
تجربة رقم (3): التقطير البسيط (Simple distillation)	14
تجربة رقم (4): التقطير التجزيئي (Fractional distillation)	17
تجربة رقم (5): التقطير البخاري (Steam distillation)	20
تجربة رقم (6): إعادة التبلور (Recrystallization)	23
تجربة رقم (7): التسامي (Sublimation)	27
تجربة رقم (8): الاستخلاص بالمذيبات (Solvent extraction)	29
المصادر	32

CamScanner

تحذيرات وقائية في المختبر

هنالك بعض التحذيرات الوقائية التي يجب إتباعها في مختبر الكيمياء العضوية لكي تضمن سلامتك اولاً ثم سلامة الاجهزة والمعدات المختبرية.

في البداية الاهمال ممكن أن يقود الى أخطار في بعض الاحيان تكون جسيمة اهم هذه التحذيرات تتلخص في النقاط التالية:

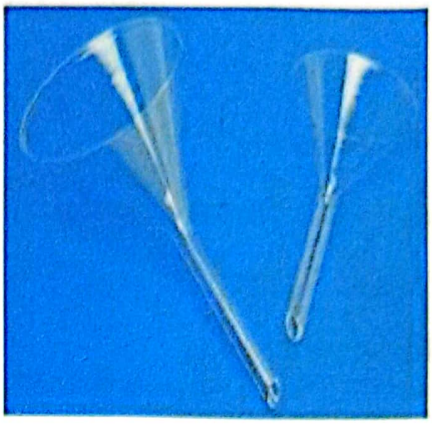
١. لا تمزج او تسخن اي مادة عضوية بالقرب من وجهك.
٢. لاتسخن اي نظام مقفل مهما كان نوعه وذلك تجنباً لحدوث انفجار.
٣. لاتسخن ابداً اي مذيب عضوي قابل للاحتراق مثل الايثر في وعاء مفتوح قرب النار ولكن يجب أن يتم التسخين في حمام مائي اذا كان ضرورياً.
٤. لا تستعمل اي حال من الاحوال يدك في تغطية اي وعاء زجاجي والسبب في ذلك هو احتمالية كسر الجهاز عند الضغط عليه وايذاء يدك لذلك يجب أن تستعمل غطاء فليني او مطاطي.
٥. لا تكشف عن اي مادة في داخل المختبر الا اذا كنت مستعداً لذلك بصورة اكيدة في ناحية طريقة العمل او من ناحية تجهيز المواد الازمة.
٦. الحذر الشديد يجب أن يتخذ عند التعامل مع المواد ذات الفعالية الشديدة مع الماء مثل الصوديوم وحامض الكلوروسلفونيك وكلوريد الاستيل. الحامض المركز يجب أن يضاف الى الماء وليس العكس.
٧. لا توجه فتحة انبوبة الاختبار نحوك في اي حال من الاحوال او لزميلك.
٨. اغسل مباشرةً بالماء عدة مرات عند تعرضك لأي مادة عضوية فعالة او مؤذية.

CamScanner

الاواني الزجاجية المستخدمة في المختبر

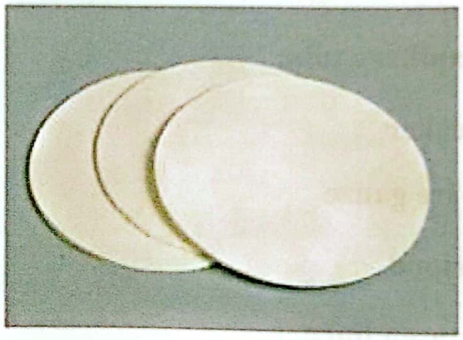
Clamp	ماسك
Boiling stone	حجر الغليان
Separation funnel	قمع الفصل
Heater	هيتر كهربائي
Mortar and pestles	مدقة وهاون
Stand	حامل
Thermometer	محرار
Stopper cork	سداد فلين
Rubber ring	حلقة مطاطية
Capillary tube	انبوبة شعرية
Beaker	كأس
Wire gauze	مشبك معدني
Tripod	حامل ثلاثي
Bunsen burner	مصباح بنزن
Rubber tube	انبوبة مطاطية
Round bottom flask	دورق تقطير
Condenser	مكثف مائي
Fractionating column	عامود التجزئة
Glass rode	محرك زجاجي
Conical flask	دورق مخروطي
Funnel	قمع
Adapter	وصلة
Sodium fusion	انبوبة صهر الصوديوم
Filter paper	ورقة ترشيح

CamScanner



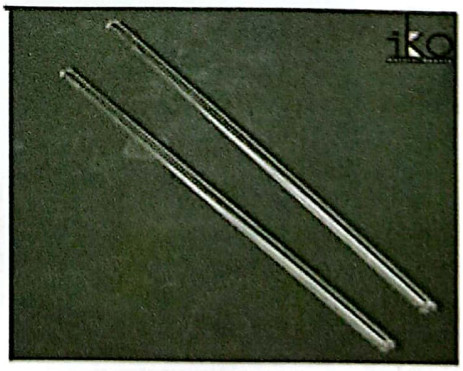
قمع

دورق مخروطي

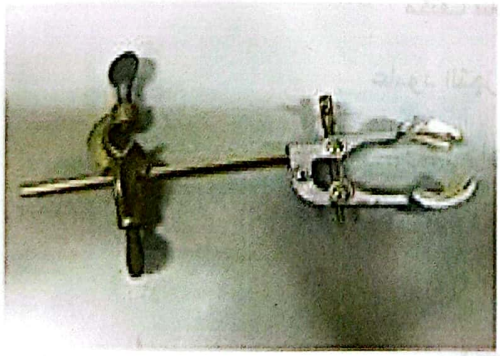


ورقة ترشيح

مدقة وهاون

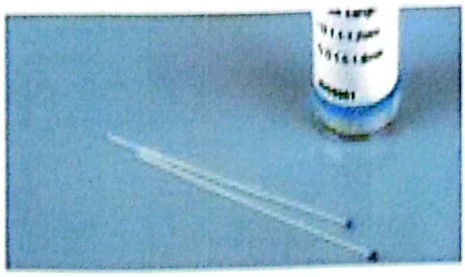


محرك زجاجي

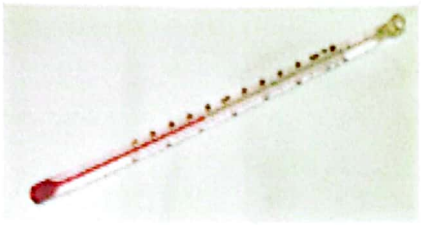


ماسك

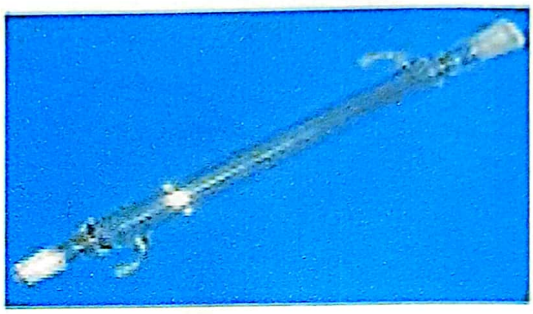
CamScanner



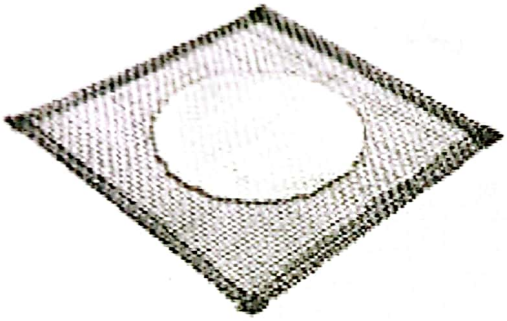
انبوبة شعرية



محرار

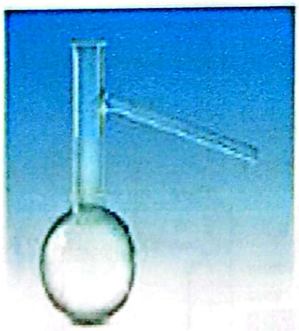


مكثف مائي



مشبك معدني

عامود التجزئة



دورق التقطير

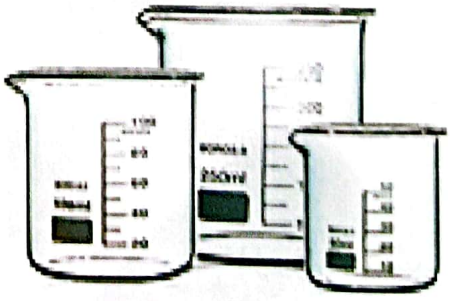
CamScanner

هيتر كهربائي

حجر الغليان

قمع الفصل

مصباح بنزن



كأس

حامل ثلاثي

CamScanner

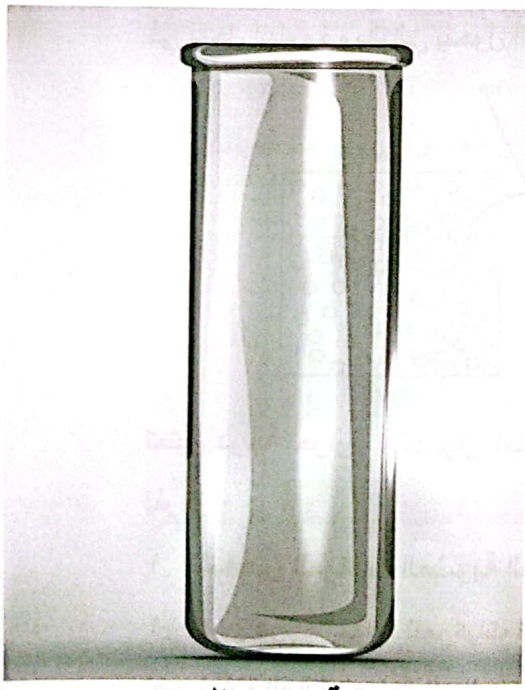
انبوبة مطاطية

حامل

سداد فلين

حلقة مطاطية

وصلة



انبوبة صهر الصوديوم

CamScanner

تجربة رقم (1)

اسم التجربة: إيجاد درجة حرارة الانصهار (Melting point)

نظرية التجربة:

تعرف درجة حرارة الانصهار للمركب النقي: هي تلك الدرجة الحرارية التي يكون فيها الطور الصلب والسائل في حالة توازن عند ضغط جوي واحد.

درجة الانصهار

الطور السائل ⟵ ⟶ الطور الصلب

المادة الصلبة: عبارة عن بلورات مكونة من الآف من الجزئيات (التي لا يمكن مشاهدتها بالعين المجردة) هذه البلورات مرتبطة مع بعضها بقوى تسمى فان درفالز وتكون ذات ترتيب منتظم.

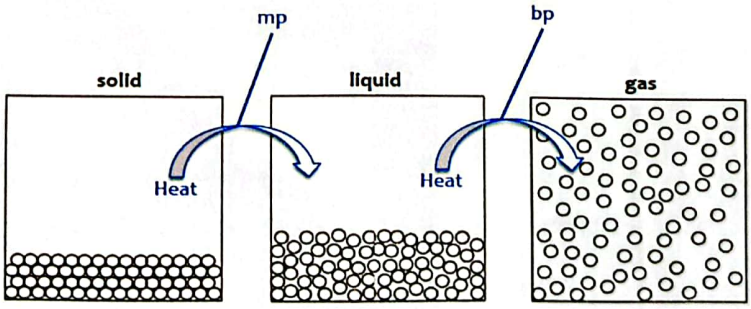
صفات المادة في الحالة الصلبة كما يأتي:

١. المسافات البينية بين الجزئيات تكاد تكون معدومة وقوى التجاذب تكون كبيرة.

٢. لا توجد حرية حركة او دوران بسبب وجود قوى فان درفالز.

٣. الشكل ثابت والحجم ثابت.

تستخدم الطاقة الحرارية للتغلب على الطاقة الشبكية التي تربط الجزئيات مع بعضها البعض في داخل البلورة وبالتالي يتحول النظام من الترتيب المنتظم (الصلب) الى الحالة العشوائية.



تعتبر درجة حرارة الانصهار احدى الثوابت الفيزياوية للمواد العضوية الصلبة وتستخدم لغرض:

١. تشخيص المركبات العضوية الصلبة.

٢. تعيين درجة النقاوة للمركبات العضوية الصلبة.

تقدر نقاوة المادة الصلبة بإيجاد مدى الانصهار. فإذا كان الفرق قليلاً (1-2) درجة منوية يمكن القول بأن المادة الصلبة نقية.

CamScanner

أما اذا كان الفرق كبير (اكثر من 3) درجة منوية فيعتبر المركب غير نقي:

وهذا يعود الى وجود الشوائب التي تعمل على خفض درجة حرارة الانصهار وتزيد من مدى الانصهار.

مدى الانصهار: الفرق في درجة حرارة الانصهار بين بداية الانصهار ونهاية الانصهار.

الطاقة الشبكية وايضاً درجة حرارة الانصهار تعتمد على:

١. الوزن الجزيئي.
٢. الجزئيات.
٣. استقطابية الجزئيات.

طريقة العمل:

١. خذ انبوبة شعرية طولها حوالي 6 سم من نوع الزجاج اللين ثم سد احد طرفيها على النار.
٢. وضع المادة المراد إيجاد درجة انصهارها على قطعة خزف مسامية جافة.
٣. أسحق المادة جيداً وضعها داخل الانبوبة الشعرية الى ارتفاع 1 ملم من طرف النهاية المسدودة.
٤. أربط الانبوبة الشعرية بالمحرار بواسطة حلقة مطاطية على أن يكون طرفها المحتوى على المادة قريباً من بصلة المحرار قدر الامكان ويوضعان سوية في بيكر يحتوي على زيت البارافين.
٥. ابدأ تسخين زيت البارافين تسخيناً بطيئاً جداً ثم سجل درجة الحرارة عند بداية الانصهار وعند نهايته.

ملاحظة: يفضل استعمال جهاز كوفلر بدل البيكر لأن التوزيع الحراري يكون منتظم اكثر.

العوامل المؤثرة على درجة حرارة الانصهار:

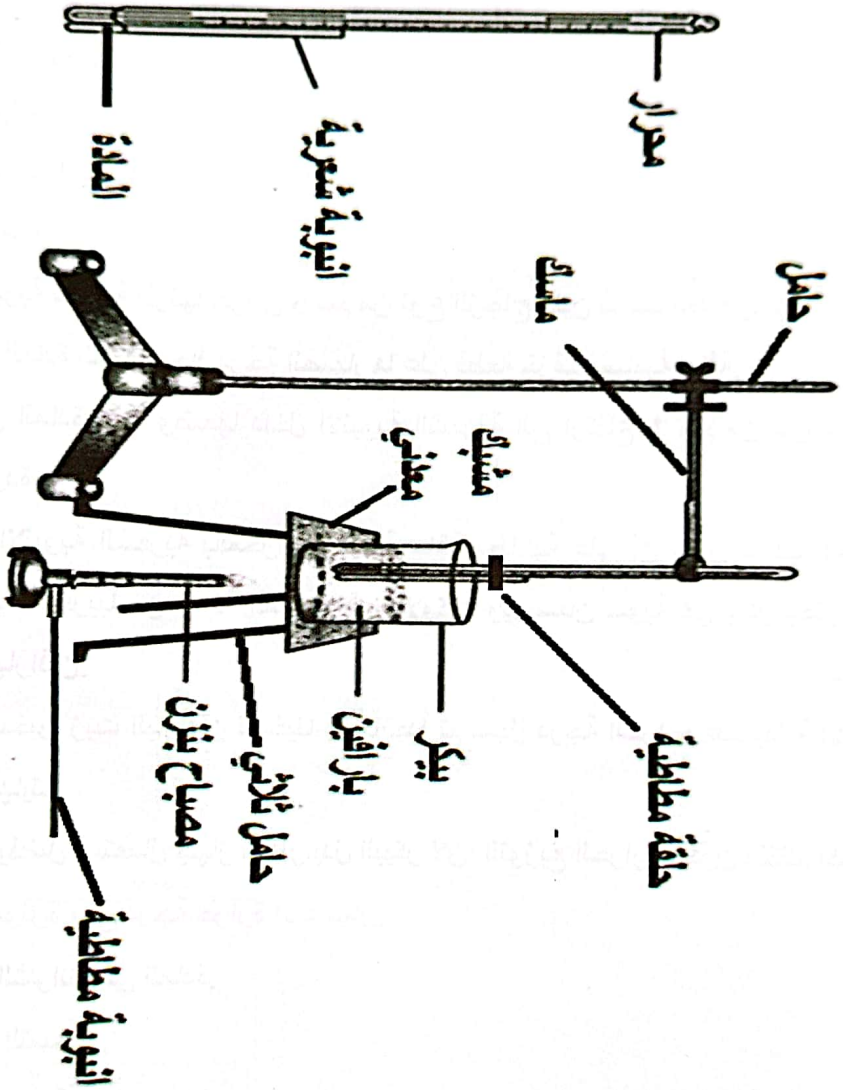
١. وجود الشوائب في المادة.
٢. سرعة التسخين.
٣. عدم صلاحية المحرار.

يفضل استخدام زيت البارافين في عملية التسخين للأسباب التالية:

١. قلة حرارته النوعية وبذلك يمكن تغيير درجة حرارته بسهولة سواء بالتسخين او التبريد.
٢. يمكن تسخينه لدرجة حرارة 220 درجة منوية دون أن يصحب اي تفكك (يمتلك درجة غليان عالية).
٣. غير قابل للاشتعال ومتوفر ورخيص وغير سام.

CamScanner

جهاز قياس درجة حرارة الانصهار



تجربة رقم (2)

اسم التجربة: إيجاد درجة حرارة الغليان (Boiling point)

نظرية التجربة:

تعرف درجة حرارة الغليان: هي تلك الدرجة الحرارية التي عندها الضغط البخاري (قابلية الجزئيات الموجودة على سطح السائل على التحول الى الحالة الغازية) يتساوى مع الضغط الجوي (760) ملم زئبق.

تعد درجة حرارة الغليان احدى الثوابت الفيزياوية للمركبات العضوية السائلة.

تستخدم درجة حرارة الغليان لغرض:

١. تشخيص المركبات العضوية السائلة.
٢. تحديد درجة النقاوة للمركبات العضوية السائلة.

يمكن تعيين او تحديد درجة حرارة الغليان بطريقتين:

١. طريقة التقطير البسيط في حالة الكميات الكبيرة.
٢. طريقة سيولوبوف (Siwoloboff) باستخدام زيت البارافيين في إيجاد درجة حرارة الغليان في حالة الكميات الصغيرة .

حرارة التبخير: مقياس مقدار الطاقة المستخدمة وذلك للتغلب على قوى التجاذب بين الجزئيات في السوائل وايضاً لفصل جزئيات المركبات العضوية السائلة.

القوى البينية بين الجزئيات تتضمن:

١. قوى فاندر فالز.
٢. قوة ثنائي القطب.
٣. قوة ثنائي القطب المحتث.
٤. قوة الاصرة الهيدروجينية.

درجة حرارة الغليان السوائل تتناسب عكسياً مع الضغط البخاري للسائل وطردياً مع الضغط المسلط على سطح السائل.

الشوائب تعمل دائماً على زيادة درجة حرارة الغليان للسوائل.

العوامل المؤثرة على درجة حرارة الغليان:

١. الشوائب
٢. القوى بين الجزيئات
٣. الضغط
٤. الوزن الجزيئي

CamScanner

لماذا نستخدم الانبوبة الشعرية وذلك:

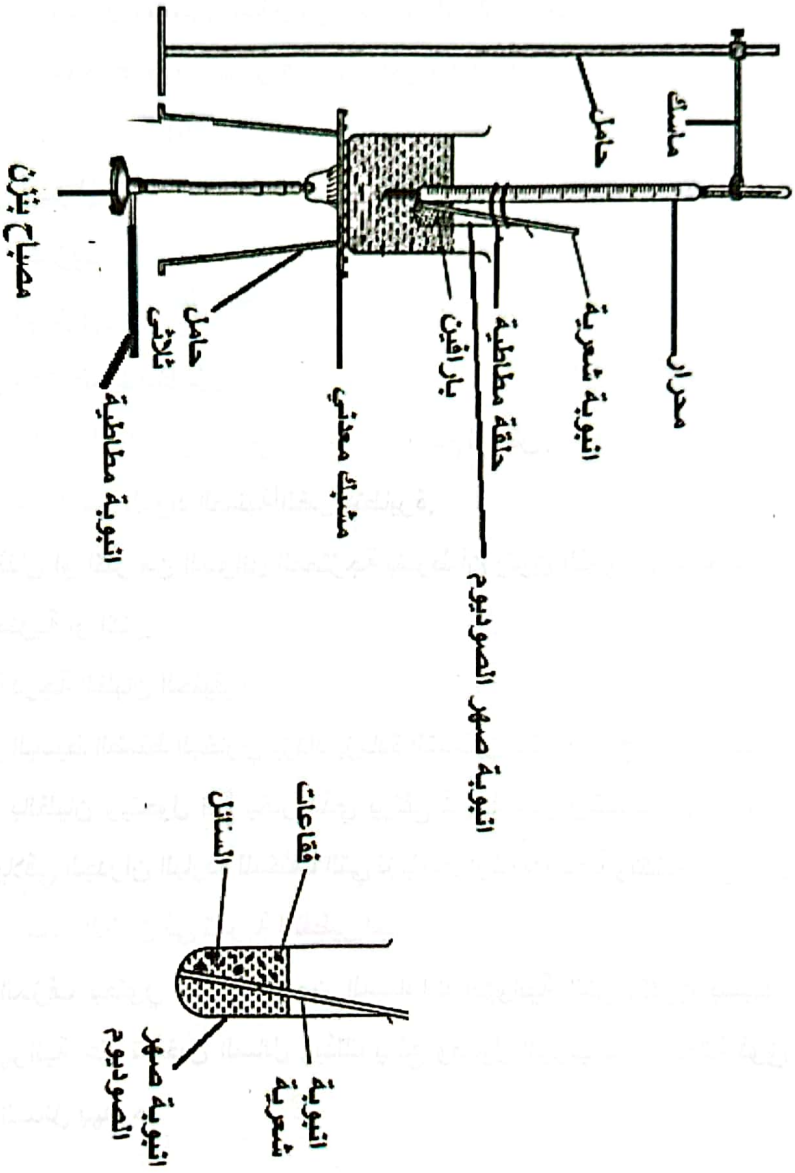
١. جدران الانبوبة رقيقة.
٢. تأخذ كمية قليلة من المادة.
٣. التوزيع الحراري الجيد.

طريقة العمل:

- لقياس درجة حرارة الغليان السائل ذا كمية كافية يمكن استخدام عملية التقطير البسيط اما إذا كان السائل بكميات قليلة يمكن استعمال الطريقة التالية:

١. ضع حوالي (2-3) مل من السائل المطلوب قياس درجة غليانه في انبوبة صهر الصوديوم.
٢. اخذ انبوبة شعرية وسد احد طرفيها على النار.
٣. وضع الانبوبة الشعرية بحيث تكون النهاية المفتوحة الى الاسفل اي داخل انبوبة صهر الصوديوم والنهاية المسدودة الى الاعلى.
٤. ثبت انبوبة صهر الصوديوم مع المحرار بواسطة حلقة مطاطية بحيث يكونان بنفس المستوى.
٥. ثبت المحرار بواسطة ماسك وباستخدام قطعة من الفلين ثم ضعها سوية في بيكر يحتوي على زيت البارافين.
٦. سخن البيكر على لهب المصباح الى أن تظهر الفقاعات من النهاية المفتوحة للأنبوبة الشعرية ويستمر التسخين بلطف لغاية خروج فقاعات سريعة ومستمرة.
٧. عند ذلك ابعد اللهب ثم اقرأ المحرار حال انقطاع خروج الفقاعات وبداية دخول السائل في الانبوبة الشعرية وتعتبر هذه درجة حرارة الغليان السائل عند الضغط الجوي الاعتيادي.

CamScanner



جهاز قياس درجة حرارة الغليان

تجربة رقم (3)

اسم التجربة: التقطير البسيط (Simple distillation)

نظرية التجربة:

عملية التقطير: تتضمن تسخين السائل الى الدرجة الحرارية التي يتحول فيها السائل الى بخار ثم تكثيف البخار مرة اخرى الى سائل في جزء اخر من الجهاز.

يقسم التقطير الى اربعة انواع:

١. التقطير البسيط.
٢. التقطير التجزيني.
٣. التقطير البخاري.
٤. التقطير تحت ضغط مخلخل.

يعتبر التقطير البسيط من اكثر الطرق شيوعاً ويستخدم لغرض:

١. تنقية السوائل من المواد الصلبة الغير متطايرة.
٢. فصل اثنان او اكثر من السوائل الممتزجة بشرط أن يكون الفرق في درجات غلياتهم 50 درجة منوية او اكثر.
٣. لمعرفة درجة الغليان الحقيقية.

في التقطير البسيط الضغط البخاري يزداد بزيادة التسخين حتى يصبح مساوي للضغط الجوي عندها يبدأ بالغليان ويتحول الى بخار الذي يرتفع في الجهاز وينساب الى الاسفل (اي الى المكثف) ويلاقي الجدران الباردة للمكثف التي تزيل حرارته تدريجياً وتكثفه الى سائل.

لماذا يستخدم حجر الغليان في تجربة التقطير البسيط.

لأن سطح الخزف يحتوي على عدد من المسامات الهوائية التي تتكون بسببها عدد من الفقاعات الهوائية عند تسخين السائل وبذلك يمنع وصول الجزئيات الى حالة فوق التسخين ويتم غليان السائل بهدوء.

طريقة العمل:

١. رتب الجهاز كما هو مبين في الشكل ثم ضع السائل المطلوب تقطيره في دورق التقطير واضف اليه حبيبات من الخزف الخشن التي تدعى بالحجر الغليان.
٢. اغلق فوهة دورق التقطير بسداد فلين التي تحمل محرار بحيث تكون بصلة المحرار امام الذراع الجانبية لدورق التقطير (الى الاسفل بقليل) وبذلك تستطيع قياس درجة حرارة البخار المكثف على بصلة المحرار والتي هي درجة حرارة غليان السائل الموجود بدورق التقطير ثم ثبت الدورق التقطير بواسطة الماسك على الحامل الثلاثي.

CamScanner

٣. ثبت سدادة مثقوبة في الناحية المتسعة من عنق المكثف وتمر خلال هذه الفلينة الذراع الجانبية لدورق التقطير ثم ثبت المكثف الماني بعد ربطه بأنابيب مطاطية باستعمال الماسك على الحامل الثلاثي وأربط الانبوبة المطاطية البعيدة عن النار بمصدر الماء ثم ضع دورق مخروطي (المستلم) لكي يتجمع فيه السائل المتقطر المراد تنقيته.

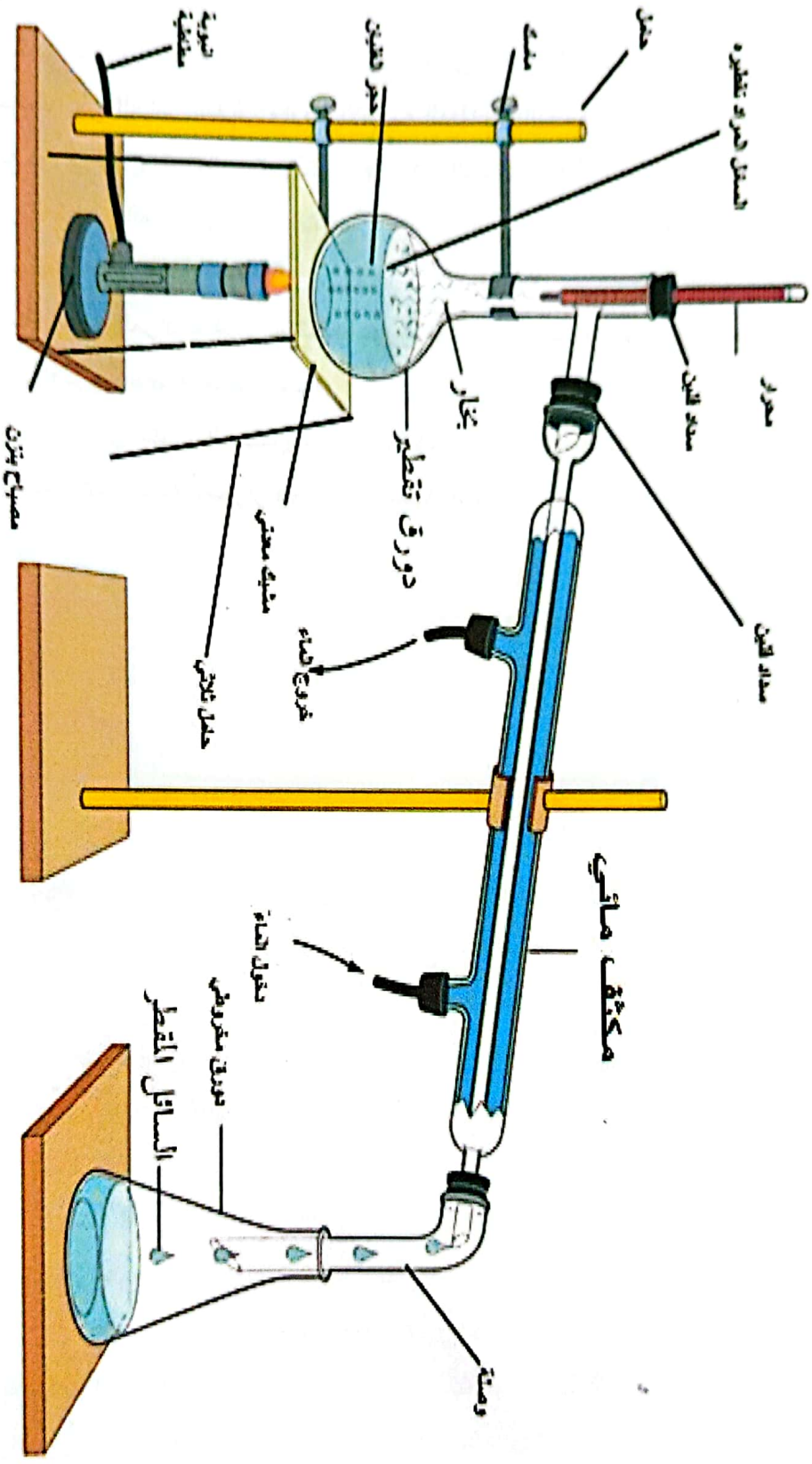
٤. مرر الماء في المكثف بواسطة الانبوبة المطاطية المربوطة بمصدر الماء الرئيسي ثم ابدأ التسخين.

٥. اجمع السائل المراد تقطيره باستخدام دورق او بيكر (المستلم) ثم سجل حجمه باستخدام انبوبة مدرجة خاصة لقياس الحجم.

ملاحظة: يجب أن يكون التسخين مناسب ودلالة التسخين المناسب هو وجود قطرة من السائل معلقة على بصلة المحرار طول فترة عملية التقطير.

CamScanner

جهاز التقطير البسيط



تجربة رقم (4)

اسم التجربة: التقطير التجزيئي (Fractional distillation)

نظرية التجربة:

يستعمل التقطير التجزيئي:

لفصل سائلين ممتزجين او اكثر بحيث يكون الفرق بين درجة حرارة غليانهما اقل من 50 درجة مئوية.

يتضمن قانون راؤولت (Raoult's Law):

الضغط البخاري لأي مكون في مزيج يساوي الضغط البخاري للمكون عندما يكون نقياً مضروباً في الكسر المولي للمكون نفسه في المزيج.

$$X_A + X_B = 1$$

$$P_{total} = P^0_A X_A + P^0_B X_B$$

X_A = الكسر المولي لـ A في المزيج.

X_B = الكسر المولي لـ B في المزيج.

P_{total} = الضغط البخاري الكلي في المزيج.

P^0_A = الضغط البخاري للمكون النقي A.

P^0_B = الضغط البخاري للمكون النقي B.

تجري عملية التجزؤ بواسطة عامود التجزئة الذي يتكون من وحدات تدعى الصفائح النظرية وتستخدم لزيادة سطح التبريد.

- يمكن إيضاح الدور الذي تلعبه هذه النتوءات عند بدء التسخين للسائلين الممزوجين

بخار هذين السائلين يتصاعد ويمر من خلال عامود التجزئة فيتكاثف بعض من البخار عند مروره فوق النتوء بسبب التبادل الحراري ويتساقط السائل الذي اقل تطايراً (ذات درجة حرارة غليان مرتفعة) ويعود الى دورق التقطير بينما يتصاعد بخار المواد الاكثر تطايراً (ذات درجة حرارة غليان منخفضة) وهكذا يتم فصل السائلين الممزوجين.

كفاءة عامود التجزئة تعتمد على:

١. عدد الصفائح النظرية (تتناسب طردياً).
٢. ارتفاع العامود (كمية السائل المتبقية في العامود) (تتناسب عكسياً).
٣. ارتفاع المكافئ للصفيحة النظرية الواحدة (تتناسب عكسياً).
٤. كمية المادة المقطرة في وحدة الزمن (تتناسب عكسياً).

CamScanner

٥. نسبة ارتداد = $\frac{\text{كمية المادة المقطرة}}{\text{كمية المادة المرتدة}}$ (تتناسب عكسياً).

طريقة العمل:

١. رتب الجهاز كما هو مبين في الشكل.

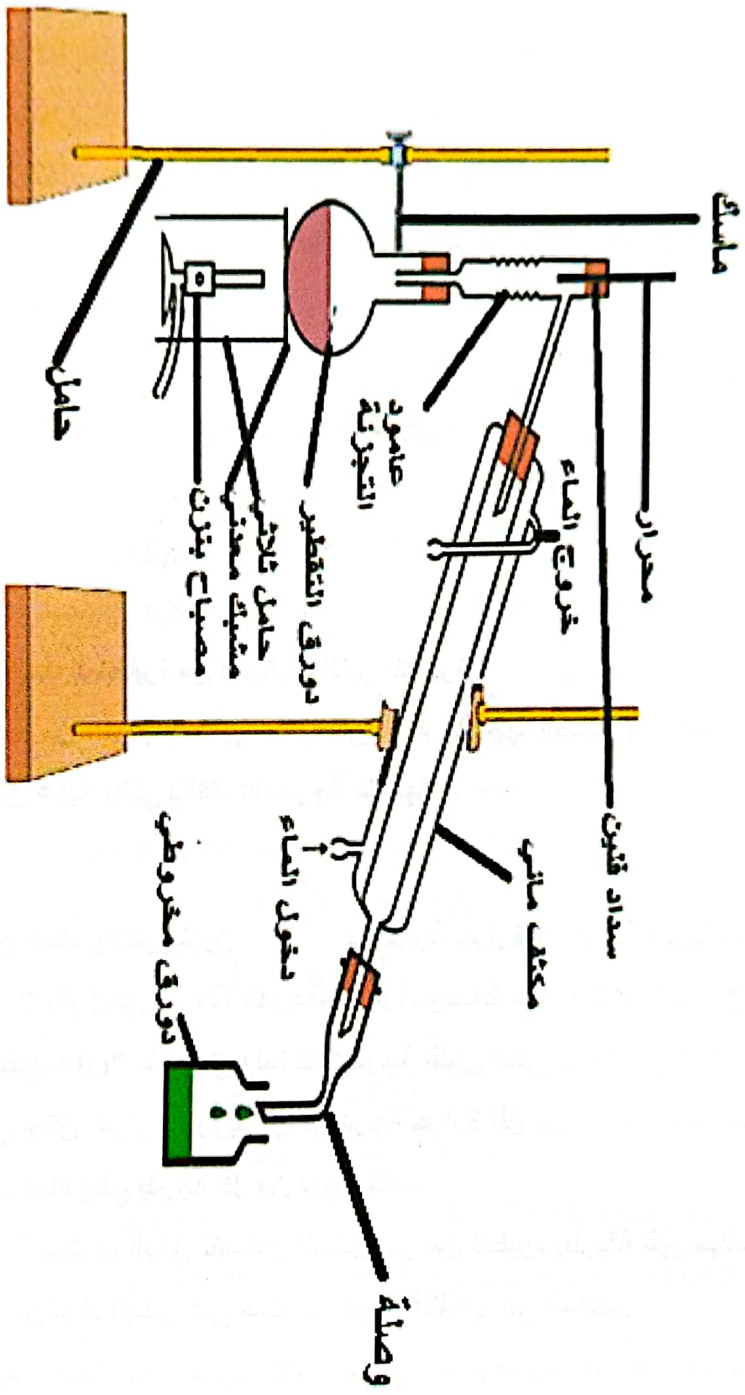
٢. ضع السائلين الممتزجين والمراد فصلهما في دورق التقطير ثم اضف بعض قطع من الخزف اي حجر الغليان ثم أربط الدورق بعامود التجزئة بحيث يثبت الطرف السفلي لعامود التجزئة بواسطة سداد فلين ثم ضع المحرار في الطرف العلوي من العامود وثبته بقطعة من الفلين مع مراعاة أن تقابل بصلة المحرار الذراع الجانبية للعامود والى الاسفل بقليل وذلك لتسجيل درجة الحرارة السائل الذي يمر الى المكثف ثم اربط المكثف وضع دورق الاستلام، ثم أربط مصدر الماء.

٣. مرر الماء بالمكثف وابدأ بالتسخين ببطيء بحيث لا يتجاوز ما يتكثف في دورق الاستلام قطرة كل (4-5) ثواني ومراعاة وجود القطرة المعلقة على بصلة المحرار.

٤. اجمع السوائل المقطرة عند درجات حرارية معينة وكل سائل في دورق منفصل عن الاخر.

٥. سجل درجات الحرارة وحجم السائل المقطر عند كل درجة.

CamScanner



جهاز التقطير التجزيئي

تجربة رقم (5)

اسم التجربة: التقطير البخاري (Steam distillation)

نظرية التجربة:

خليط من سائلين غير ممتزجين كل سائل يمتلك ضغط بخاري خاص به ولا يعتمد على الضغط البخاري للمادة الاخرى، عند زيادة حرارة الخليط فإن الضغط البخاري لكل مكون سوف يزداد حتى يصبح الضغط البخاري الكلي (الذي هو مجموع الضغوط البخارية للمكونات) مساوياً الى الضغط الجوي عندئذ يبدأ بالغليان عند درجة حرارة اقل من درجة الغليان الحقيقية لكل مكون على حدى أي بمعنى آخر فإن الخليط يتقطر عند درجة حرارة اقل من الغليان الحقيقية لأي من المكونات الخليط.

$$P_{total} = P_1 + P_2$$

P_{total} = الضغط البخاري الكلي ويعادل الضغط الجوي.

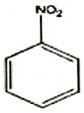
P_1 = ضغط بخار السائل (1).

P_2 = ضغط بخار السائل (2).

يستخدم التقطير البخاري لغرض:

١. فصل المركبات المتطايرة من المركبات الغير متطايرة.

٢. لتنقية العديد من المركبات الغير الذائبة في الماء بنوعيها الصلبة والسائلة والتي تمتلك درجة غليان عالية والتي تتفكك عند درجة غليانها.

يغلي خليط من الماء والنتروبنزين  في درجة حرارة 99 درجة مئوية ويكون ضغط بخار الماء 733 ملم زئبق في هذه الدرجة الحرارة، وضغط بخار النتروبنزين 27 ملم زئبق ومجموع ضغطيهما 760 ملم زئبق ولما كانت درجة غليان النتروبنزين هي 211 درجة مئوية وأن ذلك يعني يمكن غليان النتروبنزين في درجة حرارة اقل من درجة غليانه بمقدار 112 درجة مئوية والماء يغلي بدرجة اقل من درجة غليانه.

وفي هذه العملية يستخدم البخار لتسخين السائل اكثر من تقطيره بطريقة غير مباشرة اذ يعمل البخار المندفع من مولد البخار على حمله من دورق التقطير الى المكثف.

وتكون المركبات العضوية بصورة عامة تمتزج مع بعضهما لذا فإن الماء المستخدم غالباً وذلك كأحد السائلين في عملية التقطير البخاري وذلك لأنه:

١. يمتلك ضغط بخاري عالي.

CamScanner

٢. لا يمتزج مع معظم المركبات العضوية.

٣. متوفر وغير قابل للاحتراق وغير سام.

طريقة العمل:

١. رتب الجهاز كما هو مبين في الشكل.

٢. ضع ن- خلات البيوتيل الغير نقي في الدورق الدائري المتصل أحد اطرافه بالمولد البخاري والطرف الاخر بالمكثف.

٣. ابدأ بالتسخين الماء بالمولد البخاري (وهو عبارة عن دورق تقطير تسد فوهته فلينة تمر فيها انبوبة زجاجية طويلة لتعادل الضغط تسمى انبوبة الأمان) ثم اجمع السائل المقطر الذي يحتوي على المادة النقية والماء، وأستمر بالتسخين الى أن ينتهي المخلوط وتبدأ قطرات من الماء بالتقطير من المكثف فعند ذلك أسحب اللهب وافصل مولد البخار عن الجهاز فوراً وذلك لمنع رجوع السائل الى المولد نتيجة تخلخل الضغط.

٤. انقل المخلوط الى قمع الفصل واتركه جانباً حتى يكتمل وضوح الحد الفاصل بين السائلين ولإسراع عملية الفصل يمكن اضافة محلول مشبع من محلول ملح الطعام وهذه العملية تسمى بالإزاحة الملحية ويمكن توضيحها كما يلي إذا كان ذوبان بعض السوائل العضوية في الماء ذوباناً جزئياً فيمكن فصلها بسهولة وذلك بإضافة مادة الى الماء بحيث تكون قابلية ذوبان هذه المادة المضافة في الماء هي اكبر من قابلية لذوبان تلك المادة العضوية المراد فصلها ففي هذه الحالة يمكن اضافة ملح الذي هو شديد الذوبان في الماء فيذوب في الماء وبالتالي فإن الماء يترك المادة العضوية السائلة تنفصل بسرعة.

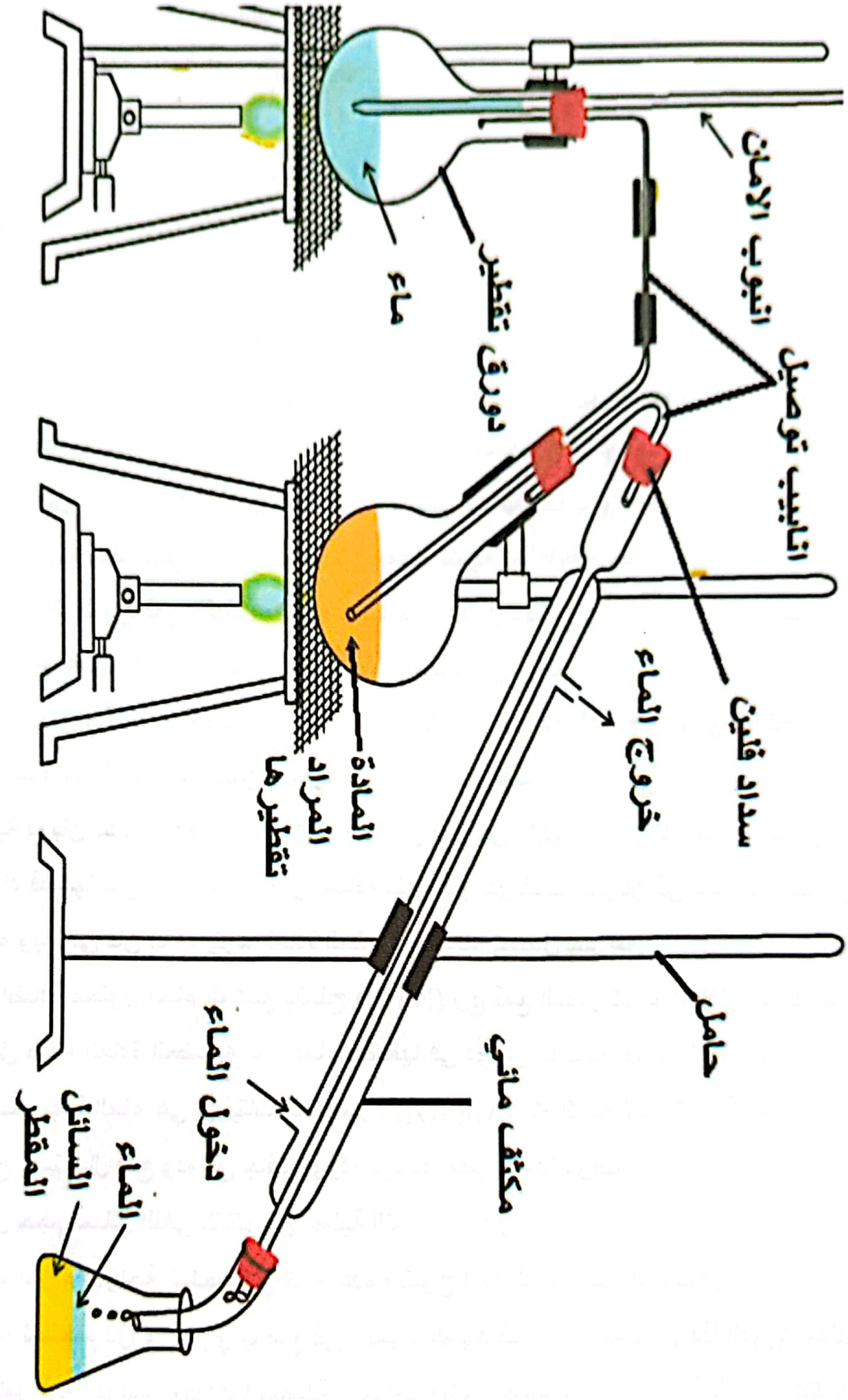
٥. بعد اضافة محلول الماء المشبع بالملح (NaCl) رج قمع الفصل ثم اتركه لفترة وبعد ذلك افصل طبقة المادة العضوية عن الماء وضعها في دورق جاف ثم أضف اليها مادة مجففة لتسحب بقايا الماء هي كبريتات المغنسيوم ($MgSO_4$) ثم اتركه لمدة 15 دقيقة بعد ذلك رشح باستعمال قمع ودورق جاف وورقة ترشيح مطوية عدة مرات.

٦. سجل حجم السائل النقي الناتج من عملية التقطير البخاري.

كذلك يتم إجراء الازاحة الملحية في حالة عدم وضوح الحد الفاصل بين السائلين.

ملاحظة: تستخدم دورق دائري يوضع فيها المواد المراد فصلها او تنقيتها وهذا الدورق مقفل فوهته تمر فيه انبوبتان احداهما متصلة بالمكثف وتكون قصيرة، اما الانبوبة الاخرى فتكون طويلة ومغمورة داخل السائل الموجود في الدورق اما طرفها الاخر فيتصل بمولد البخار بواسطة انبوبة مطاطية.

CamScanner



جهاز التقطير البخاري

تجربة رقم (6)

اسم التجربة: إعادة التبلور (Recrystallization)

نظرية التجربة:

تعد عملية إعادة البلورة من أكثر الطرق استخداماً لتنقية المواد العضوية الصلبة ويقصد بها اختيار بلورة أحد المركبات من المزيج من المواد العضوية الصلبة.

مبدأ التجربة:

يقوم على أساس الاختلاف في قابلية الذوبان بين المركبات إذ يجب أن تمتلك المادة الغير مرغوبة (أو الشوائب) الموجودة في المزيج خواص ذوبانية مختلفة عن المادة المرغوبة (أو المادة المراد إعادة بلورتها) في المذيب المختار.

خطوات عملية إعادة البلورة تتضمن:

١ـ اختيار المذيب المناسب.

٢ـ إذابة النموذج بأقل حجم ممكن من المذيب بواسطة التسخين.

٣ـ إزالة لون المحلول باستخدام الفحم المنشط.

٤ـ الترشيح الحار.

٥ـ تبريد الراشح.

٦ـ الترشيح تحت ضغط مخلخل (باستخدام جهاز بخنر).

٧ـ غسل البلورات.

٨ـ تجفيف البلورات.

١ـ اختيار المذيب المناسب:

لو نأخذ أي مصدر كيميائي ممكن أن نستخرج منه أو نتعرف على المذيب المناسب لمادة معروفة لدينا أو معلومة مثلاً نلاحظ أن حامض البنزويك أفضل مذيب له هو الماء.

أما إذا كان المركب مجهول لا توجد اعتبارات نظرية تستخدم في اختيار المذيب ما عدا قاعدة واحدة وهي (الشبيه يذيب الشبيه) لذلك يجب تحديد المذيب المناسب عملياً (بالتجربة) وذلك بالاعتماد على صفات المذيب المختار.

الصفات التي يجب أن يمتلكها المذيب:

١. أن يكون المذيب خامل كيميائياً تجاه المذاب.

٢. يجب أن لا يُذوب المادة وهو بارد وأن يُذوبها أثناء التسخين (الغليان).

٣. يذوب الشوائب كلياً وهو بارد أو تبقى غير ذائبة حتى لو كان ساخن (عند الغليان).

٤. يجب أن يكون عالي التطاير وبالتالي يمكن تبخيره بسهولة من البلورات.

CamScanner

٥. يجب أن يكون رخيص الثمن وغير قابل للاشتعال وغير سام.

٢- إذابة النموذج بأقل حجم ممكن من المذيب بواسطة التسخين.

الذوبانية: اختفاء جزئيات المذاب بين جزيئات المذيب.

عملية الذوبان تحتاج إلى طاقة هذه الطاقة تأتي من كسر قوة الترابط بين الجزيئات حيث تحرر طاقة هذه الطاقة يستفاد منها في عملية الذوبان.

٣- إزالة لون المحلول باستخدام الفحم المنشط.

(اي قصر اللون الذي سببتهُ الشوائب) وذلك من خلال عملية امتصاص وامتزاز الشوائب على سطح جزئيات الفحم المنشط.

٤- الترشيح الحار.

أ- لإزالة الشوائب الغير ذائبة وأيضاً الفحم المنشط.

ب- لمنع ترسيب المادة المرغوبة (لمنع فقدان أي كمية صغيرة من المركب المرغوب).

٥- تبريد الراشح: هناك نوعين من التبريد

أ- تبريد سريع: الذي يعطي بلورات كثيرة ذات حجم صغير.

ب- تبريد بطيء: الذي يعطي بلورات قليلة ذات حجم كبير.

البلورات الكبيرة تكون هي المفضلة لماذا.

لأنها سهلة الغسل والتجفيف وأقل تعرض للتلوث بالشوائب.

٦- الترشيح تحت ضغط مخلخل (باستخدام جهاز بخنر).

٧- غسل البلورات.

يجب أن تجري عملية الغسل للتخلص من الشوائب الذائبة العالقة بين المواد المبلورة والغسل يكون بكمية قليلة من المذيب المختار ويجب أن يكون بارد.

٨- تجفيف البلورات.

الفحم المنشط: عبارة عن مسحوق ناعم من الفحم المحضر من حرق العظام ويسمى ايضاً بالكاربون المنشط.

هنالك شروط يجب إتباعها عند اضافة الفحم الحيواني في حالة وجود الشوائب الملونة:

١. يضاف الفحم الحيواني بعد التأكد من ذوبان المادة العضوية في المذيب.

٢. عدم اضافة كمية كبيرة من الفحم الحيواني لأن الزيادة تؤدي الى امتصاص كمية من المادة المراد تنقيتها وبالتالي يسبب خسارة في كمية الناتج.

٣. يضاف الفحم الحيواني الى المحلول وهو ساخن (فترة التسخين تكون قليلة مع الرج) ولا يسخن لفترة طويلة لأن فعالية الفحم المنشط تقل بارتفاع درجة الحرارة.

CamScanner

طريقة العمل:

١- أوزن (1 غم) من المادة الغير نقية في بيكر سعته (100 مل) ثم أضف (25مل) من المذيب وقطع صغيرة من حجر الغليان سخن المحلول إلى درجة الغليان مع التحريك المستمر باستخدام قضيب زجاجي إلى أن تذوب المادة.

٢- ارفع البيكر عن النار وأضف قليل من الفحم الحيواني ثم اجعل المحلول يغلي لمدة دقيقة.

٣- رشح المحلول وهو ساخن للتخلص من الشوائب الغير ذائبة باستخدام دورق مخروطي وقمع زجاجي وورقة ترشيح مطوية. واغسل ورقة الترشيح بكمية قليلة من المذيب الساخن ثم تبريد الراشح باستخدام حمام ثلجي.

٤- رشح البلورات بعد ظهورها باستعمال قمع بخنر (ترشيح تحت ضغط مخلخل) وتغسل البلورات بكمية قليلة من المذيب البارد.

٥- بعد إتمام ترشيح بخنر ارفع ورقة الترشيح الحاوية على المادة من قمع بخنر وجففها على الهواء بوضع الورقة في زجاجة ساعة ،بعد التجفيف جيداً أوزن الراسب واحسب النسبة المئوية للمادة.

$$\text{النسبة المئوية للناتج} = \frac{\text{كمية الناتج المحضر عملياً}}{\text{كمية الناتج المحسوب نظرياً}} \times 100$$

CamScanner

جهاز اعادة البلورة

تجربة رقم (7)

اسم التجربة: التسامي (Sublimation)

نظرية التجربة:

عملية التسامي: تحول المادة من الحالة الصلبة الى الحالة الغازية دون المرور بالحالة السائلة.

عملية التسامي تكون مفضلة في تنقية المركبات العضوية الصلبة في حالة:

١. إذا كانت الشوائب غير متطايرة.

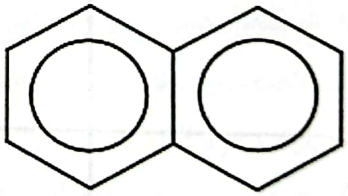
٢. إذا كانت المادة المرغوبة تمتلك ضغط بخاري عالي قريب من درجة انصهارها.

٣. إذا كانت الكمية قليلة (حيث يكون الفقدان الميكانيكي قليل جداً).

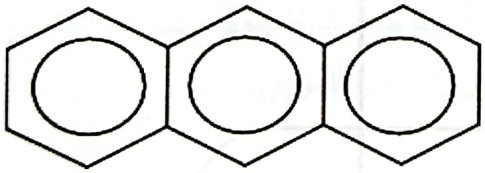
ملاحظة: إذا كانت الشوائب تمتلك ضغط بخاري عالي مقارب للضغط البخاري للمركب المراد تنقيته في هذه الحالة عملية الفصل تكون قليلة جداً، لذلك يفضل استخدام طريقة إعادة البلورة لتنقية المركب.

تتضمن عملية التسامي: تبخير المركب المرغوب فيه من النموذج الصلب الغير النقي بواسطة التسخين إلى درجة حرارية اقل من درجة الانصهار، ثم تكثيف البخار المتصاعد على سطح بارد إلى الحالة الصلبة.

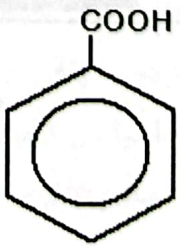
أمثلة على المركبات التي يمكن أن تتسامى: نفثالين والانثراسين وحامض البنزويك (مركبات عضوية) واليود (مركب غير عضوي).



نفثالين



الانثراسين



حامض البنزويك

I_2

اليود

طريقة العمل:

١ـ أوزن نصف غم من المادة العضوية الغير النقية (حامض البنزويك) في بيكر.

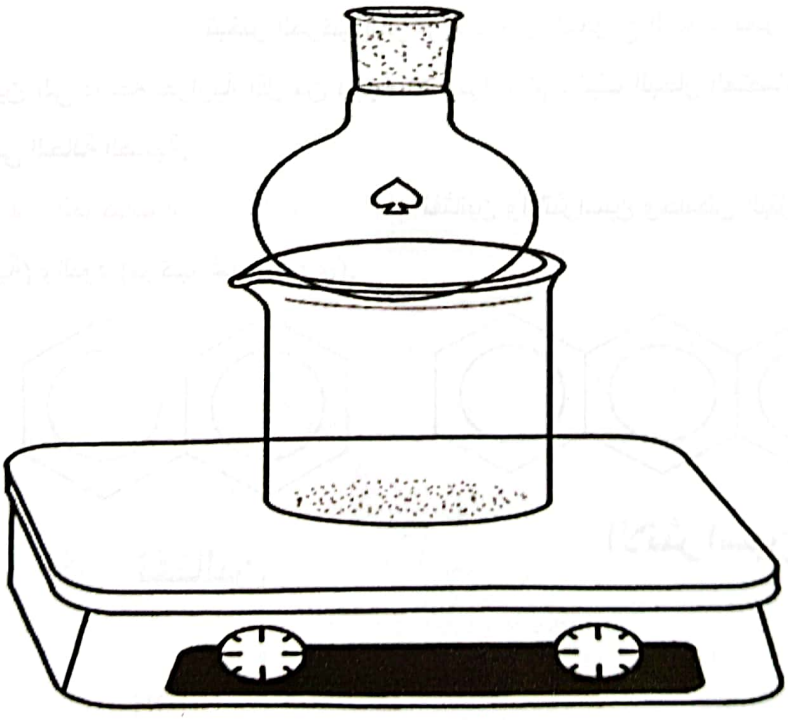
٢ـ ضع البيكر على مثبك معدني موضوع على حامل حديدي ثلاثي.

٣ـ ضع كمية من الماء البارد في دورق دائري وضعه على فوهة البيكر.

٤ـ ابدأ بالتسخين بحيث يكون التسخين بطيء جداً (نلاحظ تسامي المادة).

٥ـ بعد انتهاء العملية أبعد اللهب واجمع المادة النقية من السطح الخارجي للدورق بواسطة الحك على ورقة ترشيح موزونة واحسب النسبة الوزنية للناتج.

ممكن استخدام طريقة أخرى للتسامي وهي وضع المادة في زجاجة ساعة ويرتكز على حافتها قمع زجاجي ثم تسخن زجاجة الساعة وبعد انتهاء العملية نبعد اللهب وتجمع المادة النقية من السطح الداخلي للقمع بواسطة الحك على ورقة الترشيح.



جهاز قياس التسامي

CamScanner

تجربة رقم (8)

اسم التجربة: الاستخلاص بالمذيبات (Solvent extraction)

نظرية التجربة:

الغرض: فصل المواد العضوية سواء كانت صلبة أو سائلة.

الاستخلاص: هي إحدى الطرق المستخدمة في فصل المواد العضوية سواء كانت صلبة أو سائلة اعتماداً على قابلية المواد العضوية على الذوبان في المذيبات المختلفة حيث يستعمل مذيبين مختلفين عن بعضهما بالكثافة أي لا يمتزجان باستعمال قمع الفصل وغالباً ما يكون احد المذيبين هو الماء والمذيب الأخر عضوي مثل (الايثر ، كلوروفورم ، رابع كلوريد الكاربون).

ملاحظات هامة يجب إتباعها عند إجراء التجربة:

١- يجب أن تعاد عملية الاستخلاص عدة مرات والذي يحدد عدد المرات هو خواص المادة المستخلصة فمثلاً إذا كانت المادة ذات قطبية عالية تعاد عملية الاستخلاص اربع إلى ست مرات حيث إن الاستخلاص لعدة مرات يكون أكفأ من الاستخلاص لمرة واحدة.

٢- إن الذي يحدد حجم قمع الفصل هو حجم السائل المراد استخلاصه حيث يكون حجم القمع يساوي (٢،٤) مرة حجم السائل.

٣- تتبع كل عملية استخلاص بواسطة مذيب عضوي عملية تجفيف، كمية العامل تتحدد بأن نضيف العامل المجفف وندور الدورق إذا دار العامل المجفف بدوران العامل بسهولة تكون الكمية المضافة كافية، من العوامل المجففة (كبريتات المغنسيوم ، كلوريد الكالسيوم ، كبريتات الصوديوم ، كبريتات الكالسيوم ، كاربونات البوتاسيوم).

٤- التهوية المستمرة أثناء الرج وذلك بسبب:

أ- بالرج تتولد حرارة تبخر المذيب العضوي المستخدم فيزداد الضغط داخل القمع لذا نعمل على فتح صنبور قمع الفصل لخروج البخار لأنه إذا بقى سوف يعمل على رفع غطاء القمع وسكب محتويات القمع من المواد.

ب- للرج فائدة في زيادة المسامية السطحية لتداخل المذيبين مع بعضهما وبالتالي تكون عملية الاستخلاص سهلة.

ت- معرفة الطبقة العليا من السفلى إما من معرفة الكثافة أو تضاف كمية من الماء فالطبقة التي تزيد هي الماء والأخرى هي المادة العضوية.

CamScanner

طريقة العمل:

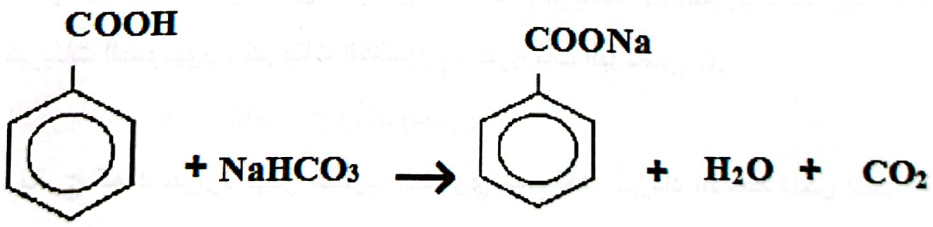
١- تذاب المواد بالايثر ونلاحظ المواد العضوية الصلبة ذابت والرمل لم يذب.

٢- نرشح للتخلص من الرمل ثم يضاف المذيب الاخر وهو الماء فلا يحصل أي انتقال لأي من المادتين لأن قابلية ذوبانها بالايثر اكبر لذا يجب أن نجري تفاعل كيمياني بسيط يعمل على تغير صفات إحدى المادتين ويحولها من مادة غير قابلة للذوبان إلى مادة قابلة للذوبان في الماء وهذه المادة هي حامض البنزويك الذي له القابلية على الذوبان بالايثر اكثر من الماء وذلك بإضافة بيكاربونات الصوديوم فيحصل التفاعل.

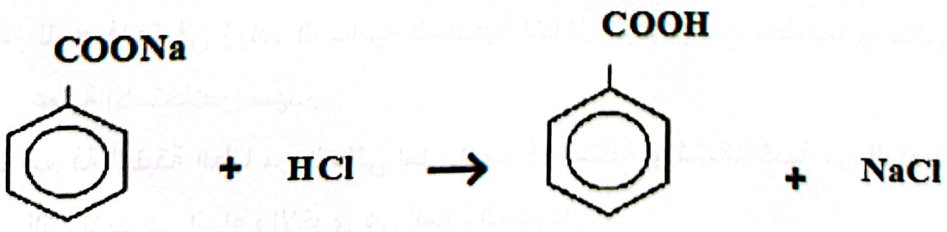
وبالمزج تتحول البنزوات من الايثر الى الماء واثناء الرج يفتح صنبور القمع لعدة مرات لتسريب الغازات المتولدة ثم يثبت القمع بصورة مستقيمة ويفتح غطاء القمع ويترك فترة قصيرة لكي تنفصل الطبقتين بصورة جيدة ثم تنزل الطبقة المائية الحاوية على بنزوات الصوديوم وهي الطبقة السفلى ثم يضاف حامض الهيدروكلوريك المخفف الى الطبقة المائية لإعادة بنزوات الصوديوم إلى حامض البنزويك ثم يترك ليترسب ويرشح اعتيادي.

٣- أما طبقة الايثر الحاوية على البيتانفثول فتنزل في دورق أخر ويضاف لها عامل مجفف ثم يرشح بعد فترة قصيرة ويبخر الايثر بالتسخين غير المباشر باستخدام حمام مائي وذلك لأن درجة غليان الايثر واطئة فترسب مادة البيتانفثول بعد تبريد بقية الايثر ثم يرشح ويجمع.

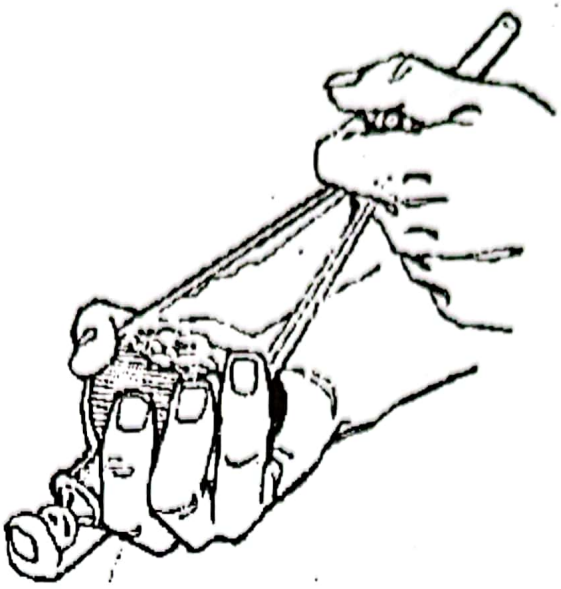
تفاعل حامض البنزويك مع بيكاربونات الصوديوم مكوناً بنزوات الصوديوم كما موضح في المعادلة التالية:



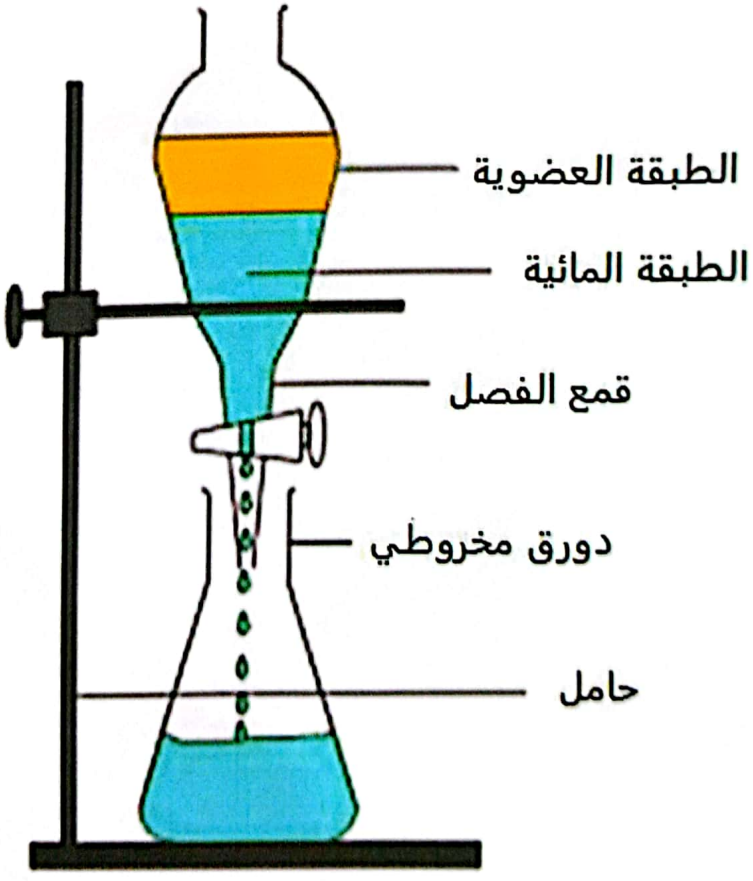
معادلة لاسترجاع حامض البنزويك:



CamScanner



الطريقة الصحيحة في مسك قمع الفصل عند الرج



قمع الفصل

المصادر:

حنان عبد الجليل راضي ومحمد احمد عبد ، الكيمياء العضوية العملي، كلية العلوم- قسم الكيمياء ، جامعة البصرة، سنة ٢٠٠٩م.

CamScanner