الكيمياء العامة

١ـ الكيمياء التحليلية

المرحلة الأولى

إعداد : أ.م. ابتهال إسماعيل محمد

كلية التربية للبنات/ قسم الاقتصاد المنزلي

المحاضرة الاولى / المفردة :
تسحيحات اكسدة – اختزال

تجارب على تفاعلات التعادل

تجربة رقم (١)

اسم التجربة

تحضير محلول (0.1 N) من حامض الهيدروكلوريك ومعايرته مع محلول قياسي من كاربونات الصوديوم

المواد و الادوات:-

١ ـ حامض الهيدروكلوريك

٢ـ كاربونات الصوديوم النقية

٣ـ المثيل الاحمر (دليل)

٤ـ ماصة

٥ـ دوارق مخروطية

٦ـ قناني حجمية

٧ـ سحاحة

٨ـ محرك وزجاجة ساعة

• لتحضير محلول قياسي تقريبي لحامض الهيدروكلوريك HCIيحسب حجم الحامض المركز ذي التركيز المعلوم من معرفة وزنه النوعي ودرجة تركيزه والحجم الملائم للتخفيف لغرض الحصول على محلول ذو عيارية تقريبية فإذا كان المطلوب تحضير محلول الهيدروكلوريك بعيارية (0.1 N) وزنه النوعي (1.18) وتركيزه 35% ووزنه المكافئ 36.5 فأن الحجم اللازم لتخفيفة يحسب كالأتي:-

N =1000xsp.grx%/Eq.W1

N=1000x1.18x0.35/36.5

= 11.3

وباستخدام قانون التخفيف ($N_1V_1=N_2V_2$) يمكن تحضير محلول (0.1 N) في لتر من الماء

$$11.3\ XV_1=0.1\ X1000$$

$$V_1=8.84$$

طريقة العمل :

١- تملأ السحاحة بحامض الهيدروكلوريك المراد إيجاد عياريته لحد العلامة .

٢- نأخذ بواسطة الماصة (10 مل) من محلول كربونات الصوديوم المعلوم العيارية (0.1N) ويتم نقله الى دورق مخروطي

٣- نضيف قطرتين دليل المثيل الاحمر (M.O) الى الدورق الخروطي الذي يحتوي على محلول Na_2CO_3 نلاحظ تلون المحلول باللون الاصفر .

٤ – نقوم بعملية التسحيح من حامض الهيدروكلوريك الموجود بالسحاحة ونستمر بالاضافة الى حين تلون المحلول باللون الاحمر عندها نغلي المحلول لمدة نصف دقيقة لطرد CO_2 يعود بعدها المحلول الى اللون الاصفر ويبرد المحلول ثم نستمر باضافة HCI قطره قطره لحين ظهور اللون الاحمر مرة ثانية ، يغلى المحلول فان ظهر اللون الاصفر يستمر بالتسحيح حتى يصبح اللون ثابت .

٥- نكرر العملية ثلاث مرات حتى نحصل على قراءات متقاربة او متطابقة .

٦- نستخرج الوسط الحسابي للقراءات الثلاث ومن ثم نوجد عيارية حامض الهيدروكلوريك .

المتوسط الحسابي = مجموع القراءات

عدد القراءات

باستعمال قانون التخفيف نسطيع حساب عيارية حامض الهيدروكلوريك

$HCI=Na_2CO_3$

$N_1V_1 = N_2V_2$

$$N_1 \times (V_1 + V_2 + V_3) = 0.1X10$$

المتوسط الحسابي $= \frac{V_1+V_2+V_3}{3}$

أسئلة المناقشة:

١ - لا يعد حامض الهيدروكلوريك_مادة قياسية ؟

٢- تعد كاربونات الصوديوم مادة قياسية أولية ....لماذا

٣- ماسبب استخراج المتوسط الحسابي للقراءات التي نحصل عليها عند إجراء التجربة وضحي ذلك ؟

٤- كيف يمكن ان نحضر محلول (0.1 N) من كاربونات الصوديوم ، بين الحسابات ؟

٥- لماذا لاتضاف أخر قطرة حقيقية بالماصة من المحلول عن طريق نفخها بالفم ؟

المحاضرة الثانية / المفردة :
تسحيحات حامض – قاعدة

تجربة رقم (٢)
اسم التجربة

- تحضير (0.1N) من هيدروكسيد الصوديوم ومقارنته مع محلول قياسي لحامض الهيدروكلوريك

المواد والأدوات:-

١- حامض الهيدروكلوريك

٢- هيدروكسيد الصوديوم النقية

٣- الفينونفثالين (دليل)

٤- ماصة

٥- دوارق مخروطية

٦- قناني حجمية

٧- سحاحة

٨- محرك وزجاجة ساعة

طريقة العمل :

١ - تملأ السحاحة بحامض الهيدروكلوريك المعلوم العيارية (قياسي)

٢- نأخذ بواسطة الماصة (10مل) من محلول هيدروكسيد الصوديوم وننقلة إلى دورق مخروطي .

٣- نضيف قطرتين من دليل الفينولفثالين) ph-ph (الدورق المخروطي الذي يحتوي على هيددروكسيد الصوديوم ،نلاحظ تلون المحلول باللون الوردي .

٤- نسحح مع حامض الهيدروكلوريك الموجود في السحاحة ونستمر بالإضافة إلى حين تغير لون المحلول من اللون الوردي الفاتح إلى عدم اللون عندها نكون قد وصلنا إلى نقطة التفاعل .

$$NaOH + HCl \xrightarrow{Ph - Ph} NaCl + H_2O$$

٥- تكرر العملية ثلاث مرات حتى نحصل على قراءات متقاربة او متطابقة

٦- نستخرج المتوسط الحسابي للقراءات الثلاثة لنوجد عيارية هيدروكسيد الصوديوم النقية .

المتوسط الحسابي= مجموع القراءات

عدد القراءات

باستعمال قانون التخفيف نسطيع حساب العيارية لهيدروكسيد الصوديوم

$NaOH = HCl$

$N_1V_1=N_2V_2$

الأسئلة و المناقشة:

١- لاتعد مادة هيدروكسيد الصوديوم مادة قياسية اولية ....بيني السبب ؟

٢- بيني بالحسابات كيف يمكن تحضير (لتر واحد من هيدروكسيد الصوديوم ذو عيارية (0.1 N) ؟

٣- لماذا تحفظ مادة هيدروكسيد الصوديوم في قناني من البولي اثلين او قناني المكسوه بشمع البرافين ؟

٤- ماهو مدى pH لدليل الفينولفثالين؟

٥- هل يمكن أستخدام دليل أخر في هذة التجربة للوصول الى نقطة انتهاء التفاعل ؟

المحاضرة الثالثة / المفردة :
تسحيحات حامض – قاعدة

تجربة رقم (٣)
اسم التجربة

- تعين كمية حامض الخليك في الخل

الجزء النظري :

- يحوي الخل اعتياديا على (4-5%) من وزنه حامض الخليك CH_3COOH لهذا يمكن اعتبار وزنه النوعي 1 ، يحضر الخل الجيد اعتياديا بفعل بكتريا خاصة مسببة تأكسد شراب كحولي مخفف ، اما الخل الرخيص فيحضر بتخفيف حامض الخليك الناتج من تقطير الخشب المضاف اليه بعض من المواد العضويه لتكسبه طعما ولونا شبيهين بالخل الجيد ، ويستعمل عادة محلول هيدروكسيد الصوديوم في تعيين نسبة الحامض في الخل وذلك بتسحيحها بوجود دليل الفينونفثالين وحامض – قاعدة .

كما في المعادلة الاتية :

$$NaOH + CH3COOH \xrightarrow{Ph - Ph} CH3COONa + H2O$$

طريقة العمل :

١- يوزن 50غم من الخل تنقل كلها الى قنينة حجمية سعة 250مل.

٢- يخفف الحامض المنقول الى القنينة الحجمية بالماء المقطر الى حد العلامة مع الرج المستمر للتاكد من المزج التام .

٣- ينقل 10 مل من الخل المخفف ويوضع في دورق مخروطي نظيف ثم يضاف له قطرتين من دليل الفينونفثالين (ماهو لون المحلول ؟)

٤- نسحح مع هيدروكسيد الصوديوم الى ان يتغير لون الدليل عندها تكون قد وصلنا الى نقطة انتهاء التفاعل.

المواد والأدوات:

- حامض الخليك

٢- هيدروكسيد الصوديوم النقية

٣- الفينونفثالين (دليل)

٤- ماصة

٥- دوارق مخروطية

٦- قناني حجمية

٧- سحاحة

٨- محرك وزجاجة ساعة

- نكرر عملية التسحيح عدة مرات ونجد المتوسط الحسابي

المتوسط الحسابي= مجموع القراءات

عدد القراءات

أ - وزن حامض الخليك في 50 غم من الخل

$$N_{base} \times V_{base} = N_{acid} \times V_{acid}$$

$$N_{base} \times V_{base} = \left(\frac{Wt}{eg.wt} \times \frac{1000}{v} \right) \times 10$$

$$= \left(\frac{wt}{60.05} \times \frac{1000}{250} \right) \times 10$$

ب – النسبة المئوية = $\frac{\text{وزن الحامض}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$

الأسئلة و المناقشة:

١- لماذا لا يمكن تحضير محلول قياسي لحامض الخليك بطريقة مباشرة بتخفيف حجوم مركزة ؟

٢- لماذا لا يمكن استعمال المثيل الأحمر أو المثيل البرتقالي في عملية التسحيح للحامض مع محلول عياري من هيدروكسيد الصوديوم ونضطر لاستخدام دليل (ph- ph) لتعيين نقطة انتهاء التفاعل ؟

٣- احسبي عياريه حامض الخليك وأوضحي كيف يمكن تحضير لتر واحد منه عياريته (2N) من محلوله المركز الذي تحتويه قنينة إذا كانت نقاوته 99% ووزنه النوعي (1) ووزنه المكافئ (60) ؟

٤- اكتبي الصيغه التركيبية لدليل (ph-ph) ؟

٥- اكتبي الصيغة التركيبية لحامض الخليك ؟

- المحاضرة الرابعة / المفردة :

تحضير عدد من المركبات العضوية

٢ - الكيمياء العضوية

- المرحلة الاولى :
- اعداد الاستاذ المساعد ابتهال اسماعيل محمد
- كلية التربية للبنات / اقتصاد منزلي

التجربة الأولى (التكنيك المختبري)
Determination of melting point
قياس درجة الانصهار

تعريف درجة الانصهار (Melting point) :

هي الدرجة الحرارية التي تتحول فيها المادة من الحالة الصلبة إلى الحالة السائلة ، أو هي الدرجة الحرارية التي تصبح عندها المادة الصلبة في حالة توازن مع سائلها ، أو هي درجة الحرارة التي يكون فيها للدقائق ما يكفي من الطاقة للتغلب على القوة التي تمسكها معاً في البلورة ويتم غالبا استخدام حمام زيتي بدل الحمام المائي في الكيمياء العضوية .

<u>العوامل المؤثرة على درجة الانصهار</u> :-

١- الوزن الجزيئي للمركب:

حيث كلما كان الوزن الجزيئي عالي كلما زادت قوة الترابط بين الجزيئات (فاندر فالز) وبالتالي يحتاج إلى طاقة عالية لكسر الأواصر مما يؤدي إلى زيادة درجة الانصهار .

$CH_3-(CH_2)_{16}-CH_3$ **اعلى درجة انصهار**

$CH_3-(CH_2)_{13}-CH_3$ **اقل درجة انصهار**

٢ـ طبيعة المركب العضوي :

اي طبيعة الاواصر التي تربط الجزيئات إذا كانت الأواصر ايونية مثل NaCl فأن الترابط بين الذرات يكون قوياً وبالتالي تكون درجة الانصهار عالية ، اما اذا كانت الاواصر تساهمية فسيكون درجة الانصهار قليلة .

٣ـ تناسق الجزيئات :

اي شكلها البلوري ، فكلما كان الشكل الهندسي معقد زادت درجة الانصهار .

٤ـ نقاوة المركب :

اي عدم احتواءه على شوائب ، والشوائب على نوعين : (عضوية ولا عضوية + رطوبة) حيث ان الشوائب العضوية واللاعضوية تؤدي الى تقليل درجة الانصهار وزيادة مدى الانصهار اما الرطوبة فأنها تؤدي الى زيادة درجة الانصهار

صفات الحمام الزيتي :

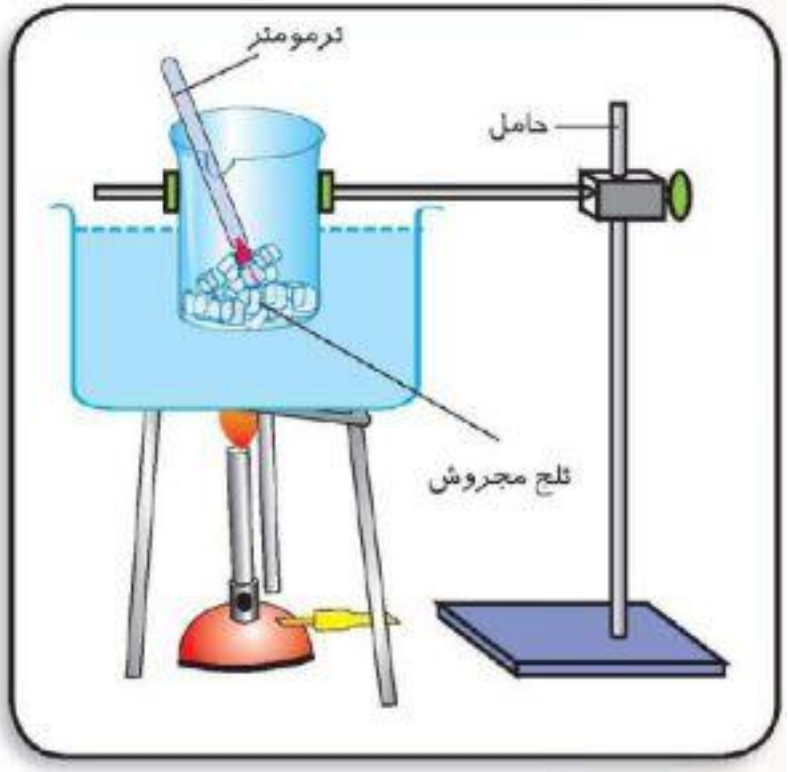
١. ذو درجة غليان عالية تصل الى (٣٠٠°م).
٢. لا يحرر ابخرة سامة .
٣. له كثافة اعلى من الماء يساعد ايصال الحرارة الى المواد بشكل هادئ ومتجانس .
٤. ذو شفافية عالية بحيث يمكن الرؤيا من خلاله .
٥. لا يتجزأ او يتفكك (حتى عند التسخين ولا درجات الحرارة العالية) .

طريقة العمل :

١. **تسحق بلورات المادة العضوية بحيث تكون بشكل دقائق صغيرة جداً (لماذا) وتملأ الانبوب الشعرية بالنموذج بوضع نهايتها المفتوحة في كمية صغيرة منه ومحاولة ادخال المادة العضوية بضربات خفيفة تم تقلب الانبوبة بصورة عمودية وتضرب نهايتها المغلقة على سطح منضدة العمل دون ان تمسها.**
٢. **تربط الانبوبة الشعرية بصورة عمودية على ساق المحرار بواسطة حلقة مطاطية بحيث تكون المادة المراد تعيين درجة انصهارها بموازاة بصلة المحرار .**
٣. **يتم تحضير الانبوبة الشعرية وذلك بلحم (غلق) احد اطرافها وذلك بتسخينها باستخدام مصباح بنزن وبحركة اسطوانية .**

- **٤-** يملأ بيكر صغير سعة ١٠٠ مل الى نصفه بزيت البارافين .
- ٥ - بعد ربط الجهاز كما مبين بالشكل (١) يسخن البارافين بصورة تدريجية على لهب واطئ بحيث يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة بالتدريج مع مراعاة استمرار تحريك الحمام الزيتي باستعمال المحرك الزجاجي .
- ٦- يراقب النموذج ودرجة الحرارة للمحرار وتسجل درجة احررة التي تبدأ عندها المادة بالانصهار (تدعى هذه الدرجة بداية الانصهار) وتسجل درجة الحرارة التي يتم فيها الانصهار كلياً (تدعى نهاية الانصهار) .
- ٧- اعد التجربة مع ملاحظة ما يلي :
- أ - تبريد الحمام الزيتي الى درجة حرارة المختبر وذلك بوضعه داخل حمام مائي .
- ب-اعادة الخطوة الالى والثانية .
- **المدى المسموح به هو (±٢) ، ويقصد بالمدى : بداية ونهاية انصهار المادة .**
-

شكل رقم (١) جهاز تعيين درجة الانصهار



أسئلة للمناقشة :

- لماذا يستخدم الزيت كحمام بدل الماء ؟
- ما هي صفات الحمام الزيتي؟
- لماذا تسحق المادة العضوية ؟
- لماذا تحرك محتويات البيكر (الحمام الزيتي)؟
- لماذا توضع الأنبوبة الشعرية بنفس مستوى بصلة المحرار؟
- لماذا توضع الأنبوبة الشعرية والمحرار المرتبط بها في وسط الحمام الزيتي ؟
- ما المقصود بمدى الانصهار ؟

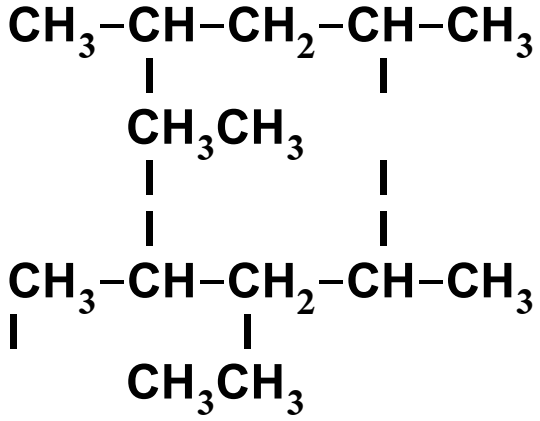
المحاضرة الخامسة / المفردة :
تحضير عدد من المركبات العضوية

التجربة الثانية

قياس درجة الغليان Determination of boiling point

تعريف درجة الغليان :
هي الدرجة التي يتساوى فيها ضغط بخار السائل مع الضغط الجوي (الضغط الخارجي المسلط)

العوامل المؤثرة على درجة الغليان :
١. طبيعة المركب العضوي :
هنا يلعب شكل المركب دور كبير في تغيير درجة الغليان حيث يكون المركب المتفرع اقل درجة غليان من المركب غير المتفرع لنفس النوع وبنفس الوزن الجزيئي، وذلك لقلة الاواصر التي تربط الجزيئات مع بعضها البعض مثلا :



اقل درجة غليان

أعلى درجة غليان

$$CH_3\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{–}CH_2\text{-}CH_3$$
$$\begin{array}{ccccccc} I & I & I & I & I & I & I \\ I & I & I & I & I & I & I \end{array}$$
$$CH_3\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{–}CH_2\text{-}CH_3$$

١. الوزن الجزيئي للسائل :

يؤثر الوزن الجزيئي للسائل على درجة الغليان حيث كلما زاد الوزن الجزيئي زاد درجة الغليان . (لماذا ؟)

١. الضغط الخارجي :

ان الكثير من السوائل العضوية تتفكك قبل الوصول الي درجة الغليان ، عند غليانها بالضغط الاعتيادي (الجوي) . لذلك يعمل على تقليل من درجة غليانها بتقليل الضغط الخارجي والمسلط للحصول على المركب العضوي بصورة غير متفككة من خلال ذلك نجد ان درجة الغليان تناسب طردياً مع الضغط الخارجي، فكلما زادت درجة الحرارة زادت درجة الغليان وبالتالي يزداد الضغط البخاري اذ يتناسب الضغط البخاري تناسباً طردياً مع درجة الحرارة .

١. نقاوة المركب :

حيث تؤثر الشوائب على درجة الغليان يوجد نوعين من الشوائب هنا :

أ- الرطوبة : تعمل على زيادة درجة غليان المركبات .

ب- مركبات عضوية او لا عضوية: تعمل على زيادة درجة الغليان .

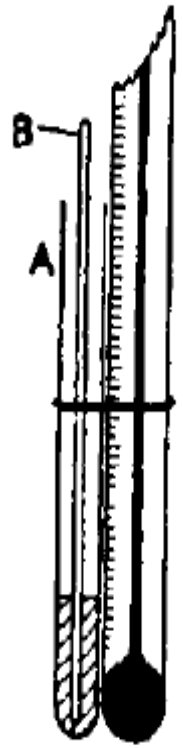
طريقة العمل :

طريقة سوليوبوف Siwoloboffs method

١. **يتم تحضير الانبوبة الشعرية كما في التجربة الاولي ، وذلك بلحم (غلق) احد اطرافها**
٢. **توضع كمية قليلة من السائل (0.25-0.5ml) في الانبوبة العريضة (انبوبة اختبار صغيرة مقاومة للحرارة) وتدخل الانبوبة الشعرية في السائل بحيث تكون النهاية المسدودة الى الاعلى .**
٣. **تربط انبوبة الغليان هذه بصورة عمودية على ساق المحرار بواسطة حلقة مطاطية بحيث يكون قعرها بموازاه بصلة المحرار . (انظر الشكل ٢)**
٤. **يحضر الحمام الزيتي من خلال مليء بيكر سعة ١٠٠ بزيت البارافين الشفاف .**
٥. **عند تسخين الحمام تدريجيا سوف تتحرر ببطء فقاعات هوائية من نهاية الانبوبة الشعرية المغمورة في السائل وعند وصول السائل الي درجة غليانه نلاحظ خروج الفقاعات الهوائية بشكل سريع ومستمر . سجل قراءة المحرار عند تحرر فقاعات سريعة ومستمرة التي تمثل درجة الغليان للسائل.**
٦. **اعد التجربة مع مراعاة مايلي:**

أ- **تبريد الحمام الزيتي الى درجة حرارة المختبر وذلك بوضعه داخل حمام مائي .**
ب- **اعادة الخطوة الاولى والثانية.**

شكل رقم (٢) تعيين درجة الغليان بطريقة سيولوبوف



أسئلة للمناقشة:

- عرف درجة الغليان . وما هي العوامل التي تؤثر عليها؟
- كيف يتم قياس درجة غليان سائل مختبرياً؟
- ما المقصود بمدى الغليان؟
- كيف يؤدي زيادة الوزن الجزيئي للمركب العضوي إلى زيادة درجة غليانه؟
- ماهي أهم القوى البينية الجزيئية التي يتم تكسيرها بالحرارة أثناء التسخين؟
- ماهي صفات الحمام الزيتي المستخدم لإيجاد درجة الغليان؟

المحاضرة السادسة / المفردة :
تنقية بعض الاملاح

التجربة الثالثة

أعادة البلورة Recrystallization او التنقية بالبلورة

Purification by Crystallization

عند تحضير المشتقات العضوية الصلبة لايكون الناتج في حالة نقية على الاغلب بل يحتوي على شوائب من المواد الاولية بنسبة قليلة او على شوائب لا عضوية فيجب ان تزال هذه الشوائب . ومن اهم طرق ازاله هذه الشوائب هي تنقيتها بأعادة بلورتها تعتمد التقنية بالبلورة على الفرق في ذوبانيتها في مذيب ما او مذيب ناتج من خلط عدة مذيبات خليط من عدة مذيبات .

تعد البلورة من الطرق المتبعة في تقنية المادة الصلبة وتتخلص بأذابة المادة في المذيب المناسب عند درجة غليانه ثم ترشيح المحلول الساخن لازالة المواد العالقة وغير الذائبة ثم يترك المحلول ليبرد حيث تترسب المادة العضوية الصلبة. يحدث احيانا عند ترشيح المحلول الساخن ان تترسب المادة العضوية على ورقة الترشيح دون ان تمر مع المحلول الساخن ولمنع هذه الظاهرة تذاب المادة العضوية المراد تنقيتها باقل كمية زائدة من المذيب تتراوح بين (٢٠-١٠٠%) واستخدم كمية صغيرة من المذيب الساخن لغسل ورقة الترشيح في حالة عدم ترسب المادة العضوية .

يبخر المحلول الى الحجم المناسب للتخلص من الزيادة في المذيب ويترك راكدا عند درجة حرارة الغرفة لتترسب المادة العضوية .

تكون بعض النماذج محتوية على مواد ذائبة ملونة تسبب تلون المحلول وبلورات المادة العضوية بلون اصفر او تسبب عتمة في الوان مادة عضوية ملونة .

وعندما يكون المحلول مصفراً او مائلا الى اللون البني او محتويا على لون معتم يعامل بالفحم الحيواني (وهو عبارة عن مسحوق ناعم للفحم المحضر من حرق العظام) وهذا المسحوق يجهز سطحا واسعا وفعالا لامتصاص المواد المذابة وخاصة البوليمرات (Polymers) والراتنج (Resins) والنواتج الثانوية (By Product) الفعالة والمتكونة بكميات ضئيلة في معظم التفاعلات العضوية .
يضاف الفحم الحيواني الى المحلول الساخن واستمرار تسخين المحلول فترة مناسبة مع الرج ، ثم يرشح المحلول يحدث الامتصاص بسرعة عالية ولا داعي لتسخين المعلق مدة طويلة خصوصا وان الفحم الحيواني يكون اقل فاعلية في درجات الحرارة ولكن النقطة المهمة التي يجب مراعاتها هي عدم اضافة الفحم الحيواني الا بعد التأكد من ذوبان المادة العضوية في المذيب كذلك عدم استخدام كمية زائدة من الفحم الحيواني لان اي زيادة منه سيؤدي الى امتصاص كمية المادة العضوية المراد تنقيتها ويسبب خسارة في كمية الناتج .
من الضروري ايضا عدم تحريك المحلول المشبع بالمذاب وعدم ادخال محرار او قضيب زجاجي فيه ، وعند الحاجة الى تقدير درجة الحرارة يمس الدورق بحذر بالاصابع دون تحريك المحلول .

ان عملية البلورة سوف لا تبدأ مباشرة بل بعد مدة تتراوح بين بضعة دقائق الى بضعة ساعات حتى ولو انخفضت درجة الحرارة الى الحد الذي يصبح فيه المحلول مشبعاً .

المذيبات : ان من اهم المذيبات المستخدمة في عملية البلورة هي الماء والميثانول والايثانول والاسيتون والايثر والكلوروفورم ورابع كلوريد الكاربون وغيرها .

ويعتمد اختبار المذيب المناسب على :

١. قوة اذابة عالية للمركب المراد تنقيته في الدرجات الحرارية العالية وقوة اذابة واطئة في درجة حرارة المختبر .
٢. يجب ان لا يذيب الشوائب او يذيب اقل ما يمكن منها .
٣. قابليته على انتاج بلورات كبيرة ذات اشكال خاصة .
٤. قلة درجة غليانه حت تسهل ازالته من بلورات المركب النقي (في عملية التجفيف).
٥. عدم تفاعله مع المركب المراد تنقيته .
٦. عند توفر اكثر من مذيب مناسب فيتم الاختيار على اساس توفره وعدم اشتعاله وعدم سميته .

في بعض الاحيان قد يصعب او يتأخر انفصال المذيب في المحلول ففي هذه الحالة يجب اجراء ما يلي:

١. **اضافة بلورة او بلورتين من المركب المذاب ان كانت متوفرة كي تعمل هذه البلورة كنواة تتجمع حولها بلورات المادة المراد تنقيتها .**
٢. **خدش جدران الدورق او البيكر الحاوي على المركب المراد جمعه بمحرك زجاجي حتى تعمل القطع الزجاجية المتكسرة كأنوية تتجمع حولها البلورات .**
٣. **اضافة كمية من مذيب اخر بحيث يمتزج امتزاج تام بالمذيب الاول ويكون اقل اذابة للمادة المذابة من المذيب الاول ففي هذه الحالة يعمل المذيب الثاني على دفع البلورات خارج المذيب الاول .**
٤. **التسخين حيث يبخر المحلول الى الحجم المناسب ويترك راكداً عند درجة حرارة الغرفة لتترسب المادة العضوية .**
٥. **التبريد حيث يبرد الاناء في حمام ثلجي لاتمام عملية البلورة ومن الضروري مشبعاً .**

طريقة العمل :

١. يوزن (0.5mg) من المادة الحاوية على شوائب (حامض البنزويك) وتوضع في بيكر ويضاف اليها (5ml) من الماء الساخن .
٢. يسخن المحلول الى ان يغلي ثم يرشح وهو ساخن لماذا ؟
٣. يبرد المحلول مع التحريك لحين ظهور البلورات .
٤. توزن ورقة الترشيح ثم ترشح البلورات .
٥. تسلم البلورات الى المشرف .
٦. تحسب النسبة المئوية الوزنية .

- النسبة المئوية الوزنية = $\frac{\text{وزن المادة النقية}}{\text{وزن النموذج}} \times ١٠٠$

مخطط العمل

- اذابة المركب المراد اعادة بلورته في مذيب مناسب اذابة تامة او شبه تامة
- المادة الصلبة + مذيب
- ↓
- تسخين لحد الغليان
- المادة مذابة في المذيب
- ترشيح وهو ساخن
- ↓
- الراشح
- الراسب يهمل
- ↓
- تبريد الراشح
- ←
- تكوين بلورات نقية
- ترشيح على ورقة موزونة
- ↓
- الراشح (يهمل)
- (الراسب (يوزن) وتحسب النسبة المئوية

أسئلة للمناقشة :

- ❖ على ما تعتمد تنقية المركب العضوي الصلب باعادة البلورة ؟
- ❖ ماهي صفات المذيب المستخدم في اعادة البلورة ؟
- لماذا يفضل التبريد التدريجي على التبريد المفاجئ في عملية اظهار البلورات في عملية البلورة ؟
- ماهو المخطط المثالي لعملية اعادة البلورة ؟
- بين اهمية اعادة البلورة للمركبات المحضرة وما الهدف المنشود منها ؟
- ❖ كيف يعامل مزيج البلورة في حالة الانتظار لمدة طويلة ولم تترسب بلورات؟

المحاضرة السابعة / المفردة :
تنقية بعض الاملاح

التجربة الرابعة
الاستخلاص Extraction

وهي من الطرق المستخدمة مختبريا ، حيث يخفف مزيج التفاعل بالماء ثم يستخلص بمذيب عضوي كالايثر بقمع الفصل .

رج قمع الفصل بهدوء لتفكيك المكونات بين السائلين عديمي الامتزاج (الايثر والماء) يرتفع الضغط عادة بسبب تبخر الايثر بتأثير حرارة اليد ، لذلك يمسك قمع الفصل جيداً بحيث يثبت السداد في موضعه بأحدى اليدين والصمام باليد الاخرى مع ملاحظة عدم الرج بقوة خشية لزيادة التبخر وزيادة ضغط الاثير داخل قمع الفصل ويفتح الصمام بحذر وتخفيف الضغط ومعادلته بالضغط الجوي .

تكرر عملية الرج بشدة وفتح الصمام لاخراج البخار الزائد ، وعند حصول حالة الاتزان يثبت قمع الفصل بحلقة معدنية ليستقر السائلان .

إن ناتج التفاعل العضوي ينتشر كميا او معظمه في الطبقة العلوية (طبقة الايثر) بينما الاملاح اللاعضوية ، الحوامض ، والقواعد تمر الى الطبقة المائية والتي يمكن ان تسحب وتجمع او تهمل .

عندما يجري التفاعل في محلول الكحول او الاسيتون يمكن ان تزال اغلبية المذيب بعملية الاستخلاص حيث ينتشر في الطبقة المائي ، وللتخلص من بقايا المذيب تكرر عملية الغسل مرتين او ثلاثاً .

- **تجفيف المستخلص**

تجفف الطبقة الايثرية باضافة كبريتات الصوديوم اللامائية او بترشيح المستخلص خلال طبقة من كبريتات الصوديوم اللامائية .

الغرض من الاستخلاص

- يستخدم لتنقية المواد العضوية من الشوائب ويتم ذلك من خلال وضع المادة المواد تنقيتها بين مذيبين غي قابلين للامتزاج وهذا يعتمد على قابلية ذوبان المادة او معامل الفصل بينهما .

معامل الفصل :هو نسبة تركيز المذاب في الطبقتين في درجة حرارة معينة ولاجل ان يكون الفصل تام يتم الاستخلاص عدة مرات .

١. يستخدم في فصل المواد المذابة من محاليلها او من خليط من المواد فاذا كانت المادة حامضية يتم غسلها ببيكاربونات الصوديوم $NaHCO_3$.

$$RCOOH + CCL_4 \quad NaHCO \quad RCOONa + CO_2 + H_2O$$

العوامل المهمة للحصول على استخلاص جيد :

١. اختيار مذيب مناسب لا يمتزج مع الماء او السائل الاصلي .
٢. تكون له قدرة عالية على الاذابة .
٣. متطاير يمكن التخلص منه بسهولة .
٤. يستخدم الاستخلاص لفصل مكونات المزيج باستخدام مذيب مناسب (ينتخب المذيب بدون مادة بشكل تام او كبير ولا يذوب المادة الاخرى).

طريقة العمل:

- التأكد من سلامة وسهولة حركة صمام قمع الفصل كما في شكل ٣.
- يضاف (15 ml) من محلول بيكاربونات الصوديوم تركيزه (10%) ، يرج القمع بقوة مع قلبه بحيث يكون صنبوره الى الاعلى ويفتح الصنبور بحذر بين فترة واخرى خلال 10 دقائق .

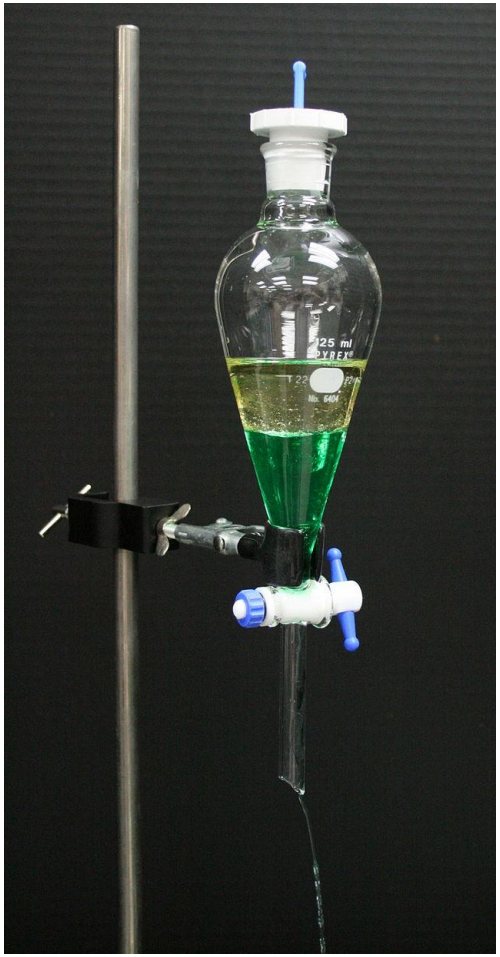
١. يوضع في القمع مذيب (CCL_4 5ml) الحاوي على قليل من حامض الخليك الذي يعد مادة شائبة .
٢. يرجع القمع الى وضعه الاصلي (يكون صنبوره الى الاسفل وفتحه السداد الى الاعلى) ويثبت على حامل حديدي ويفتح السداد ويترك الخليط الى ان ينفصل . وعندما ينفصل ستكون الطبقة العضوية CCl_4 الى الاسفل والطبقة المائية الى الاعلى .

- النسبة المئوية الحجمية $= \frac{\text{الوزن العملي}}{\text{الوزن النظري}} \times 100$

$$CCl_4 + CH_3COOH + NaHCO_3 + CO_2 \longrightarrow (CH_3COONa + H_2O) + CCl_4$$

(الطبقة العضوية) (الطبقة المائية)

شكل رقم (٣) قمع الفصل



أسئلة للمناقشة:

١.ما الغرض الرئيسي من تقنية الاستخلاص ؟
٢.لماذا يستخدم الايثر في التجربة ؟
٣.أين تقع الطبقة العضوية في قمع الفصل ؟
٤.ما هي معادلة استخلاص CCl_4 الحاوية على حامض الخليك ؟
٥.في حالة عدم معرفة طبيعة العلاقة بين ذوبان مذيب ما والماء كيف يمكنك تحديد موقع طبقة المذيب في قمع الفصل؟

المحاضرة الثامنة / المفردة :
التقطير بانواعه

التجربة الخامسة :
التقطير Distillation

التقطير : هي العملية التي يتم فيها تحويل المادة من الحالة السائلة الى الحالة البخارية ثم تكثيف البخار بالمكثف (التبريد) الى سائل مرة ثانية (سائل نقي) ، او هو تسخين السائل الى الدرجة الحرارية الى يتحول عندها الى بخار ثم تكثيف البخار ليعود الى سائل مرة اخرى واستقباله في جزء اخر من الجهاز . اي تحدث عمليتان في ان واحد (تبخر وتكيف)، التبخير هو عند تسخين السائل والتبريد يتم في جزء من الجهاز يدعى المكثف Condenser .

تنقية المواد العضوية السائلة :

- **التقطير البسيط (Simple Distillation)**

يتركب جهاز التقطير من دورق سعته (50ml) او اكثر ذو فتحة جانبية مزود بمحرار ومكثف ، دورق استلام (دورق مخروطي) . عند تسخين مادة في دورق التقطير بلهب ضئيل سوف يزداد الضغط البخاري للسائل الى ان يتساوى مع الضغط الخارجي ، حيث يبدأ السائل بالغليان ويزداد تحويل السائل الى بخار وتصعد الابخرة خلال رقبة الدورق ثم تتكاثف وتعود الى دورق التقطير وعندما تسخن رقبة الدورق تخرج الابخرة من خلال الفتحة الجانبية لدورق التقطير ثم المكثف ويستمر التقطير- تدريجياً وبصورة منتظمة حيث تلاحظ قطرة من السائل المتكاثف متعلقة في بصلة المحرار باستمرار هذا يعني ان السائل وبخاره في حالة اتزان اي ان درجة الحرارة المسجلة هي درجة الغليان الحقيقية . وعندما تزداد كمية الحرارة تكون الابخرة في حالة ما فوق درجة الغليان الحقيقية . وعندما تزاد كمية الحرارة تكون الابخرة في حالة ما فوق درجة (Super Heating)وتختفي القطرة المتعلقة في بصلة المحرار وترتفع درجة الحرارة فوق درجة الغليان .

يمكن التغلب على حالة ما فوق الغليان بتنظيم المصدر الحراري المستخدم ويمكن فحص السائل عندما يكون في حالة ما فوق الغليان بادخال بصلة المحرار في السائل فسوف يعطي المحرار درجة حرارية اعلى قليلا من درجة الغليان .

ان حجم الدورق الكبير نسبياً لحجم السائل المستعمل يؤدي الى حالة ما فوق الغليان فالابخرة المتصاعدة للتقطير تتسخن فترتفع درجة حرارتها الى درجة اعلى من درجة الغليان الاعتيادية ، وللتغلب على هذا الخطأ يجب ان يملأ السائل دورق التقطير الى حجم يتراوح بين ثلث الى نصف الدورق .

ان محلول سائلين ممتزجين مثلاً رابع كلوريد الكاربون (درجة غليانه ٧٦,٧°C) والتولوين (درجة غليانه ١١٠,٦°C) يتقطر عند درجة حرارية هي اوطأ من درجة غليان اي من السائلين ويكون تركيب المزيج المقطر متغيراً خلال العملية ويحدث الغليان عندما يكون مجموع الضغوط الجزيئية للسائلين مساوياً للضغط الجوي .

انواع التقطير :

١- التقطير البسيط Simple distillation.

٢- التقطير التجزيئي Fractional distillation .

٣- التقطير البخاري Steam distillation.

٤- التقطير تحت الضغط المخلخل Distillation under vacuum.

- **التقطير البسيط Simple distillation**

يستخدم هذا النوع من التقطير بشكل شائع جدا في الحالات التالية :

١. تنقية السوائل من المواد الصلبة غير المتطايرة .

٢. فصل سائلين او اكثر اعتمادا على الاختلاف في درجات غليانها (اكثر من ٥٠°C).

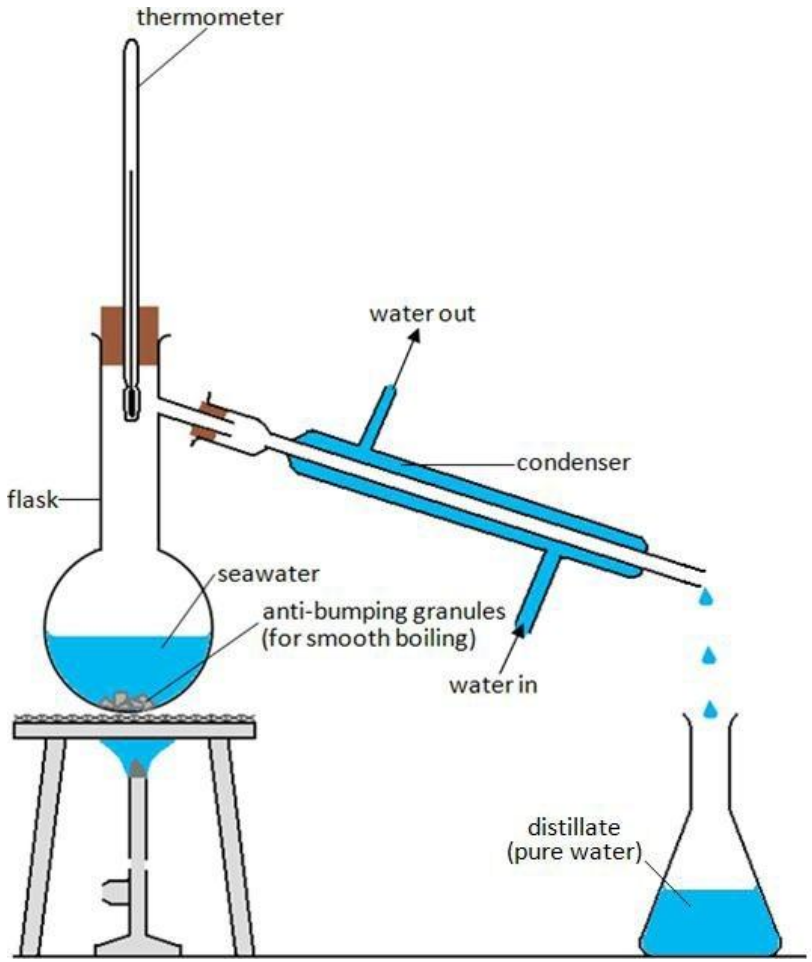
٣. قياس درجة الغليان الحقيقة للسوائل .

كيف يحدث التقطير :

عند تسخين مادة في دورق التقطير بلهب ضئيل فالضغط البخاري للسائل (هو قابلية الجزيئات على الافلات من سطح السائل) سوف يزداد حتى يتساوى مع الضغط الخارجي .

وباستمرار التسخين يجهز حرارة تبخر كافية لتحويل السائل الى بخار وتصعد الابخرة خلال رقبة الدورق ثم تتكاثف وتعود الى دورق التقطير وعندما تسخن رقبة الدورق تخرج الابخرة من خلال الفتحة الجانبية لدورق التقطير ثم تمر عبر المكثف الى اناء جمع المادة ويستمر التقطير حيث يكون قطرة او قطرتين كل ثانية .

شكل رقم(٤) جهاز التقطير



اسئلة المناقشة :

- ما المقصود بالتقطير ؟
- لماذا يكون دخول الماء الى المكثف من الاسفل ؟
- لماذا يكون مستوى المحرار مع مستوى دخول المكثف في التوصيلة الزجاجية ؟
- لماذا تتخلف مادة ملونة ذات لون بني على جدران دورق التقطير ؟
- لماذا يستخدم حجر الغليان ؟
- ما أهم استخدامات التقطير ؟

المحاضرة التاسعة / المفردة :
التقطير بانواعه

التجربة السادسة

التقطيرالتجزيئي Fractional distillation

يستخدم هذا النوع من التقطير لفصل مزيج من السوائل يكون الفرق في درجة غليانها قليل (رابع كلوريد الكاربون والتولوين) او (بنزين والماء) او (الميثانول والماء).
وفي هذا النوع من التقطير يستخدم عمود التجزئة (وهو عبارة عن انابيب زجاجية مملوءة بكرات زجاجية او تمتد الى تجويفها الداخلي نتوءات زجاجية من سطحها وتكون متشابكة) .

- **<u>فائدتها</u> :**

١. تجهيز سطح واسع يعمل على تبريد جزء من الابخرة وتكاثفها .
٢. تستعمل لتقليص عدد مرات التقطير اللازمة لفصل مادتين فصلاً كاملاً حيث تقوم بسلسلة من عمليات تكثيف الابخرة وتبخر المواد المكثفة منها جزئياً ، فأذا انخفضت درجة حرارة البخار فأنه يتكثف جزئياً معطياً سائلاً غنياً بالمادة الاقل تطايراً ويترك البخار غنياً بالمادة الاكثر تطايراً ، واذا ما اعيدت هذه العملية فالبخار الصاعد الى العمود يكون أغنى بالمادة الاكثر تطايراً اما السائل النازل فيكون اغنى بالمادة الاقل تطايراً .

بعض الملاحظات التي يجب ان تؤخذ بنظر الاعتبار :
١- وضع دورق الاستقبال Receiver بحيث ان نهاية المكثف تمس الجدار الداخلي للدورق .
٢- تزييت مواقع الارتباط مثل رأس التقطير بدهن الكريز .
٣- المادة الأكثر تطاير هي المادة الاقل درجة غليان وهي التي تنفصل اولاً .
٤- اضافة حجر الغليان .
٥- ان نجاح عملية التقطير التجزيئي يعتمد على :

- **مدى ثبات سرعة التقطير (قطرة او قطرتين بالثانية) وذلك باستخدام لهب ضعيف ويفضل استخدام مصدر كهربائي ذو منظم (heating mental) حيث يعمل على تنظيم درجة حرارة السائل للحصول على حالة اتزان تام بين السائل والبخار.**
- **عدم وجود تبادل حراري مع المحيط الخارجي ولتجنب ذلك يلف عمود التجزئة بمواد عازلة (شرائط الاسبست من صوف الزجاج او قطعة قماش او شريط تسخين كهربائي يلف حول العمود) .**

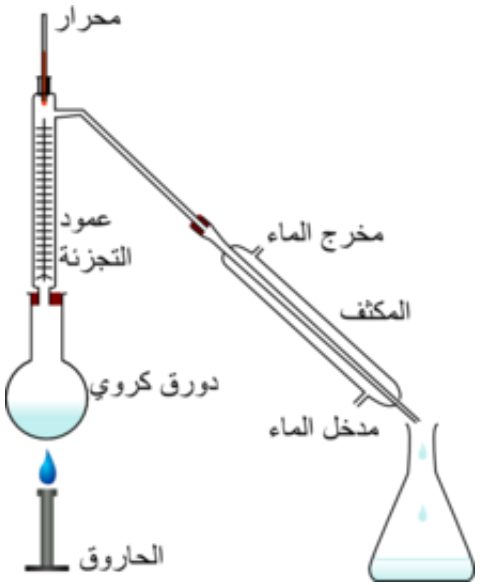
طريقة العمل (فصل البنزين عن التولوين):

١. يربط الجهاز كما في الشكل (٥).
٢. يلف عمود التجزئة بقطع من القماش .
٣. تجهز دوارق استقبال لتجمع المواد كل على حدة .
٤. يسخن دورق التقطير وعندما يبدأ المزيج بالغليان يجب تنظيم درجة حرارة المصدر الحراري لكي تكون عملية التقطير مستمرة بسرعة (قطرة او قطرتين بالثانية) وعندما تثبت درجة حرارة المحرار تجمع المادة المقطرة الاولى وعند تغير درجة حرارته وثبوتها عند درجة اخرى تجمع المادة المتقطرة الثانية .
٥. يطفئ المسخن (مصدر الحرارة) قبل جفاف الدورق من السائل تماماً .
٦. يوضع (50ml) من المادة المراد فصل مكوناتها في دورق التقطير ويوضع ايضا حجر الغليان .
٧. يحسب حجم المواد المتقطرة كل على حدة ، وتحسب النسبة المئوية الحجمية لكل مادة :

$$\text{النسبة المئوية الحجمية للمادة الاولى} = \frac{\text{حجم المادة الأولى}}{\text{الحجم الأصلي (المزيج)}} \times ١٠٠$$

$$\text{النسبة المئوية الحجمية للمادة الثانية} = \frac{\text{حجم المادة الثانية}}{\text{الحجم الأصلي (المزيج)}} \times ١٠٠$$

شكل رقم (٥) جهاز التقطير التجزيئي



أسئلة للمناقشة :

- ما سبب استخدام التقطير التجزيئي ؟
- لماذا يلف عمود التجزئة ؟
- قارن بين التقطير البسيط و التجزيئي ؟
- ما هي أهم مقومات نجاح التقطير التجزيئي ؟

المحاضرة العاشرة / المفردة :
التقطير بانواعه

- **التجربة السابعة**
  التقطير البخاري Steam distillation

الغرض منه :

- ١- فصل السوائل التي لا تمتزج مع الماء.
٢- تنقية المركبات ذات درجات الغليان العالية من الشوائب حيث ان تلك المركبات تتفكك عند درجات غليانها، لكن باستخدام التقطير البخاري تنقى عند درجة حرارية واطئة اوطأ من رجة غليانها حيث تكون ثابتة عند ذلك الدرجة .
٣- يستفاد من عملية التقطير البخاري في فصل بعض المواد عن بعضها . حيث ان بعض المواد غير الممتزجة مع الماء تكون متطايرة مع البخار والبعض تكون غير متطايرة ، حيث تطبق هذه العملية في الحصول على الزيوت الطبيعية والتي يمكن فطلها كمواد متطايرة ومواد غير متطايرة بالبخار .
- تتلخص نظرية التقطير البخاري بخفض درجة غليان مزيج الماء والمادة التي تتقطر بالبخار . وكما هو معروف فأن الابخرة المشبعة للسوائل التي لا تمتزج كلياً تتبع قانون دالتون : ((عند مزج بخار او غاز مادتين او اكثر لا يتفاعلان كيميائياً وفي درجة حرارة معينة يسلط كل غاز او بخار في هذا المزيج ضغطاً كما لو كان لوحده في ذلك النظام ، وان مجموع هذه الضغوط يساوي الضغط الكلي المسلط من قبل النظام)).
  - $P_T=P_A+P_B=...?$
- حيث ان P_T : تمثل الضغط الكلي (وهو الضغط الجوي الخارجي) .
- لذا فعند تقطير سائلين لا يمتزجان فان درجة الغليان ستمثل الدرجة الحرارية التي يكون عندها مجموع الضغوط البخارية مساوياً للضغط الجوي . وبالطبع فان هذه الدرجة ستكون اقل من درجة.

شكل رقم (٦) جهاز التقطير البخاري