وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمّه لخضر – الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسـم الكيمياء

العمل التطبيقي الثاني

إعادة تبلور مادة عضوية

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

السنة الجامعية : ..20 / 20..

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

1. الهدف من العمل التطبيقي :

- دراسة طريقة فصل شوائب من مركبات صلبة
- دراسة آلية إعادة البلورة

2. إعادة التبلور:

إعادة البلورة هي تقنية تستعمل للتنقية وأحيانا للفصل حيث تعتمد على اختلاف الذوبانية في الساخن والبارد بين الصلب المراد تنقيته والشوائب الداخلة في تركيبه .

افتراضيا نأخذ دائما بان تركيز الشوائب اقل بكثير من تركيز المادة المراد تنقيتها.

ونعلم ايضا بأن ذوبانية مادة ما عادة ما تزيد بزيادة التسخين.

وبالتالي فان فصل الشوائب يتم بمرحلتين:

ترشيح على الساخن حيث يسكب المحلول المكون من المادة الصلبة والمذيب المسخن جيدا على ورق الترشيح ، هذه الخطوة تمكن من التخلص من الشوائب الصلبة التي لا تذوب على الساخن.

هنالك شوائب أخرى تذوب على الساخن تبقى في المحلول، نتخلص منها بترشيح ثان على البارد.

2.2. مراحل اعادة التبلور:

1.2.2. إختيار المذيب:

الخصائص الفيزيو كيميائية للمذيب وكذا للمادة الصلبة المراد تنقيتها تعد من اهم عوامل اختيار المذيب المستعمل في عملية اعادة البلورة.بتعبير آخر يجب ان تكون قطبية المذيب والمادة متقاربة.

عمليا اختيار المذيب يتم وفق اختبارات الذوبانية او باستعمال جداول خاصة آخذين دائما بالاحتياطات التالية:

- يجب ان لا يتفاعل كيميائيا مع المادة الصلبة.
- ذوبانية المادة الصلبة تكون مرتفعة في المذيب الساخن ومنخفضة في المذيب البارد.
- الشوائب العضوية (غير الصلبة) يجب ان تذوب في المذيب البارد.
- درجة غليان المذيب تكون اقل من درجة انصهار المادة الصلبة لتفادي تشكل طبقة زيتية.
- المذيب يجب ان لا يكون ساما ، غير سريع الالتهاب وان لا يكون غالي الثمن .

والجدول أدناه يوضح قائمة بعض المذيبات الاكثر استعمالا ، وبعض المعلومات كدرجة الغليان ودرجة السمية وكذلك نسبة الاشتعال .

ملاحظة:

الايثر البترول لا يستعمل عادة لانه سريع الالتهاب حيث ان الفرق بين درجة غليانه ودرجة الحرارة العادية منخفض جدا .

البنزين : بسبب سميته الشديدة لا يستعمل ويمكن استبداله بالطلوين او بالهكسان الحلقي.

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

المذيبات التي تحتوي على الكلور : لا تستعمل الا في شاطفة الغازات. عندما تكون قيم الذوبانية للمواد غير معروفة اختيار المذيب يتم وفق الاختبارات التالية :

- نضع حوالي 1 غ من المادة في انبوب اختبار ونضيف له حوالي 3 مل من المذيب ، اذا ذابت المادة بسهولة في درجة الحرارة العادية او بتسخين بسيط نقول بان هذا المذيب غير مرغوب.
- ذا لم تذاب المادة نقوم بتسخين المزيج في درجة حرارة تقارب درجة غليان المذيب نحرك ونتابع إضافة المذيب للمزيج بدفعات 1 مل كل مرة ونتابع تطور انحلال المادة الصلبة في المذيب وبعد إضافة حوالي 10 مل :
- اذا ذابت المادة الصلبة جزئيا فان هذا المذيب لا يصلح .
- اذا ذابت المادة الصلبة كليا نقوم بالتبريد في درجة الحرارة العادية ، بعد مدة اذا لاحظنا تشكل بلورات معتبرة نقول بان هذا المذيب هو المراد .
- في بعض الأحيان المذيبات النقية لا تخضع لشروط الاختيار حيث أن المادة الصلبة تكون ذوابة بشكل كبير فيها لذا نلجأ لاستعمال مزيج من مذيبين متمازجين احدها يذيب المادة بشكل جيد والأخر رديء هذا الإجراء قد يعطي نتائج جيدة.وطريقة استعمالهما تتم كما يلي :

- نذيب في الساخن بواسطة المذيب الجيد
- نضيف المذيب الثاني بعد تسخينه تدرجيا حتى يظهر تعكر في المزيج
- نزيل التعكر بإضافة قطرات من المذيب الجيد

وهذه بعض الثنائيات المستعملة عادة : ميثانول –ماء / ايثانول –ماء/ حمض الخل –ماء / اسيتون- ماء/ ايثانول – اسيتون .

2.2.2. ترشيح المحلول الساخن :

بعد ان يتم اختيار المذيب الجيد نقوم بتسخين المزيج في درجة حرارة تقارب درجة غليان المذيب ثم نسكب المزيج على ورق ترشيح .

3.2.2. التبريد والتبلور :

إن نوعية البلورات المتحصل عليها تتعلق بشكل كبير بسرعة تبريد المزيج :

حيث ان التبريد السريع يعطي بلورات صغيرة ومشوهة وغير نقية على عكس التبريد البطيء الذي يعطي بلورات كبيرة خالية من الشوائب .كما يمكن أن نقوم بالتبريد مرحليا بداية في درجة حرارة الغرفة وبملامسة الهواء ومن ثم يوضع الإناء الحاوي للمزيج في حمام ثلجي مع الأخذ بعين الاعتبار ألا تكون درجة حرارة الحمام اقل من درجة تجمد المزيج .

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

3. التطبيق:

نريد تنقية كمية من حمض الساليسليك الحاملة لبعض الشوائب.

1.3.المواد والأدوات :

قمع بوخنر، حوجلة ترشيح ، ورق ترشيح ، مضخة هوائية ، كأس بيشر ،خلاط مغناطيسي ،دورق كروي ،جليد ،ماء مقطر، ملح الطعام ، مجفف ، حمض الساليسيليك التجاري، حوض زجاجي ، ميزان حساس، حمام مائي.

2.3. الخطوات المتبعة:

- نأخذ بيشر سعته 50 مل وضع به كمية من الماء المقطر حوالي 10 مل ثم نضيف كمية $\boldsymbol{m}$ من حمض الساليسليك مع التحريك والتسخين حتى الذوبان الكلي للمادة الصلبة .
- نقوم بالترشيح الأولي على الساخن باستعمال الترشيح تحت الفراغ.
- نترك الرشاحة تبرد ببطء ثم نقوم بتجهيز حمام ثلجي ونضع به البيشر الحاوي للمزيج ونترك المزيج يبرد حتى تتشكل البلورات مع تجنب التبريد السريع .
- نرشح ثانية على البارد. نجفف البلورات في مجفف لطرد الماء عند **100°C** ثم نزن المادة الصلبة m' .

الجدول.1 المذيبات الشائعة المستخدمة في الكيمياء العضوية

Solvent	formula	M	$T_{boiling}$ (°C)	$T_{melting}$ (°C)	density (g/ml)	solubility in water(g/100g)
acetic acid	$C_2H_4O_2$	60.052	118	16.6	1.0446	Miscible
acetone	C_3H_6O	58.079	56.05	-94.7	0.7845	Miscible
acetonitrile	C_2H_3N	41.052	81.65	-43.8	0.7857	Miscible
benzene	C_6H_6	78.11	80.1	5.5	0.8765	0.18
1-butanol	$C_4H_{10}O$	74.12	117.7	-88.6	0.8095	6.3
2-butanol	$C_4H_{10}O$	74.12	99.5	-88.5	0.8063	15
2-butanone	C_4H_8O	72.11	79.6	-86.6	0.7999	25.6
t-butyl alcohol	$C_4H_{10}O$	74.12	82.4	25.7	0.7887	Miscible
carbon tetrachloride	CCl_4	153.82	76.8	-22.6	1.594	0.08
chlorobenzene	C_6H_5Cl	112.56	131.7	-45.3	1.1058	0.05
chloroform	$CHCl_3$	119.38	61.2	-63.4	1.4788	0.795
cyclohexane	C_6H_{12}	84.16	80.7	6.6	0.7739	0.0055
1,2-dichloroethane	$C_2H_4Cl_2$	98.96	83.5	-35.7	1.245	0.861
diethylene glycol	$C_4H_{10}O_3$	106.12	246	-10	1.1197	10
diethyl ether	$C_4H_{10}O$	74.12	34.5	-116.2	0.713	7.5
diglyme	$C_6H_{14}O_3$	134.17	162	-68	0.943	Miscible

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

1,2-dimethoxy-ethane	$C_4H_{10}O_2$	90.12	84.5	-69.2	0.8637	Miscible
dimethyl-formamide	C_3H_7NO	73.09	153	-60.48	0.9445	Miscible
dimethyl sulfoxide	C_2H_6OS	78.13	189	18.4	1.092	25.3
1,4-dioxane	$C_4H_8O_2$	88.11	101.1	11.8	1.033	Miscible
ethanol	C_2H_6O	46.07	78.5	-114.1	0.789	Miscible
ethyl acetate	$C_4H_8O_2$	88.11	77	-83.6	0.895	8.7
ethylene glycol	$C_2H_6O_2$	62.07	195	-13	1.115	Miscible
glycerin	$C_3H_8O_3$	92.09	290	17.8	1.261	Miscible
heptane	C_7H_{16}	100.20	98	-90.6	0.684	0.01
hexane	C_6H_{14}	86.18	69	-95	0.659	0.0014
methanol	CH_4O	32.04	64.6	-98	0.791	Miscible
methyl *t*-butyl ether	$C_5H_{12}O$	88.15	55.2	-109	0.741	5.1
methylene chloride	CH_2Cl_2	84.93	39.8	-96.7	1.326	1.32
nitromethane	CH_3NO_2	61.04	101.2	-29	1.382	9.50
pentane	C_5H_{12}	72.15	36.1	-129.7	0.626	0.04
Petroleum ether	--	--	30-60	-40	0.656	--
1-propanol	C_3H_8O	60.10	97	-126	0.803	Miscible
2-propanol	C_3H_8O	60.10	82.4	-88.5	0.785	Miscible
pyridine	C_5H_5N	79.10	115.2	-41.6	0.982	Miscible
tetrahydrofuran	C_4H_8O	72.106	65	-108.4	0.8833	30
toluene	C_7H_8	92.14	110.6	-93	0.867	0.05
triethyl amine	$C_6H_{15}N$	101.19	88.9	-114.7	0.728	0.02
water	H_2O	18.02	100.00	0.00	0.998	--
water, heavy	D_2O	20.03	101.3	4	1.107	Miscible
o-xylene	C_8H_{10}	106.17	144	-25.2	0.897	Insoluble
m-xylene	C_8H_{10}	106.17	139.1	-47.8	0.868	Insoluble
p-xylene	C_8H_{10}	106.17	138.4	13.3	0.861	Insoluble

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

تقرير العمل التطبيقي الثاني

إعادة تبلور مادة عضوية

السنة الجامعية : ..20 / ..20

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

1) أين تستعمل تقنية إعادة اتلبلورة؟

.....

.....

.....

2) على ماذا تعتمد هذه التقنية ؟

.....

.....

.....

3) ماهي شروط اختيار المذيب المناسب ؟ لماذا نتجنب التبريد السريع؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

4) وضح بإيجاز المرحلة الثانية ؟

.....

.....

.....

.....

.....

5) ماهي شروط استخدام هذه التقنية؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

6) هل نستطيع إستعمال هذه التقنية في تنقية مادة سائلة؟ أعط طريقة لتنقيتها.

.....

.....

.....

Edited with the trial version of
Foxit Advanced PDF Editor
To remove this notice, visit:
www.foxitsoftware.com/shopping

.....

.....

.....

7) ماهي كتلة حمض البنزويك العملية الجافة المتحصل عليها؟

.....

.....

8) أحسب مردود إعادة التبلور ؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

9) بين بمخطط مراحل تنقية مادة صلبة بطريقة إعادة التبلور.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....