كلية العلوم

القسم : **الكيمياء**

السنة : **الثالثة**

المادة : كيمياء عضوية٣

المحاضرة : الثانية/عملي/

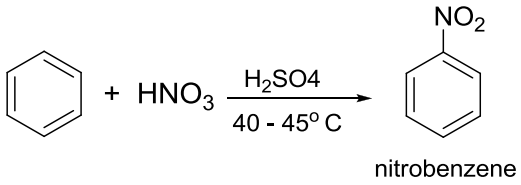
{{ مكتبة A to Z }}

Facebook Group : مكتبة A to Z

يمكنكم طلب المحاضرات برسالة نصية (SMS) أو عبر(What's app-Telegram)على الرقم 0931497960

تجارب عملية :

تجربة (1): تحضير نترو البنزن :



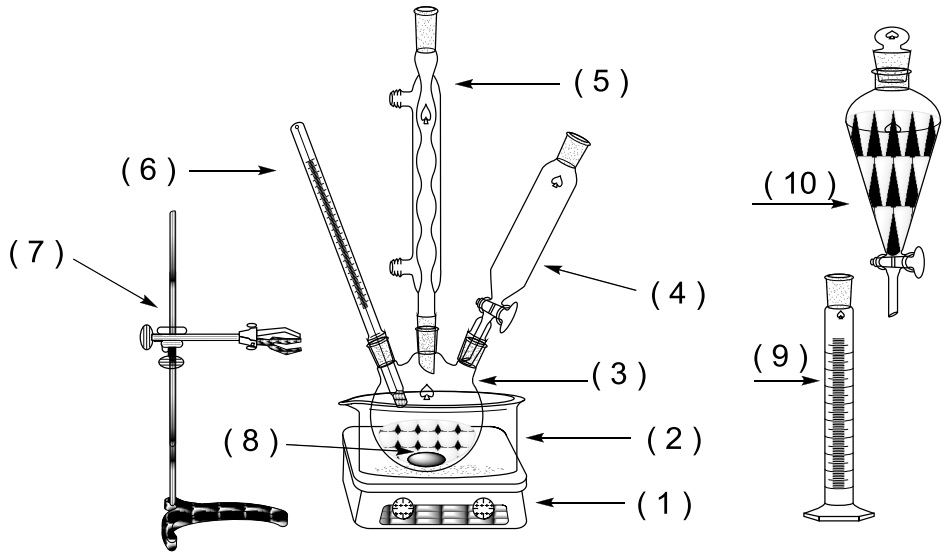
الأدوات اللازمة : بيشر سعة 150 مل عدد2 ، حوجلة كروية ثلاثية الفوهات المصنفرة (سعتها 250 مل)، خلاط مغناطيسي مع مسخن، ميزان حرارة ، مبرد عكوس، قمع تنقيط، جهاز تقطير ، أسطوانة مدرجة ، قمع فصل سعته 150 مل .

المواد اللازمة : بنزن ،حمض كبريت (تركيزه 98% كثافته 1.84)، حمض آزوت (تركيزه 65 % كثافته 1.37) ، كربونات الصوديوم.

طريقة العمل: حضر بدايةً **: 1)** خذ بيشر (سعته 150 مل) وحضر مزيج النترجة ، وذلك بمزج 34 مل من HNO_3 62-65 % ($1.37\ gr/cm^3$) و26 مل H_2SO_4 95-98 % ($1.84\ gr/cm^3$). **2)** وفي بيشر ثاني 100 مل محلول مائي (5%) لِكربونات الصوديوم Na_2CO_3 .

جهز حوجلة كروية ثلاثية الفوهات المصنفرة (سعتها 250 مل) بتحريك مغناطيسي ، وميزان حرارة، ومبرد عكوس ، وقمع تنقيط ، وضعها في حمّام مائي على سخان كهربائي (الشكل -1).

ضع 40 مل بنزن في الحوجلة واسكب مزيج النترجة في قمع التنقيط ، وأضفه تدريجياً قطرة قطرة مع التحريك المستمر، بحيث لا ترتفع درجة حرارة مزيج التفاعل إلى أكثر من 45˚س. وبعد الانتهاء من الإضافة تابع بتحريك كتلة التفاعل مدة ساعتين مع رفع تدريجي لدرجة الحرارة حتى70˚س. أوقف التسخين، وتابع التحريك حتى تنخفض حرارة كتلة التفاعل تلقائياً إلى حرارة جو المخبر.



(1) خلاط مغناطيسي مع تسخين، (2) حمام مائي، (3) حوجلة كروية ثلاثية الفوهات مصنفرة ، (4) قمع تنقيط ، (5) مبرد عكوس ، (6) ميزان حرارة ، (7) حامل معدني مع ملقط لربط الحوجلة، (8) مغناطيس داخل الحوجلة، (9) اسطوانة مدرجة، (10) قمع فصل .

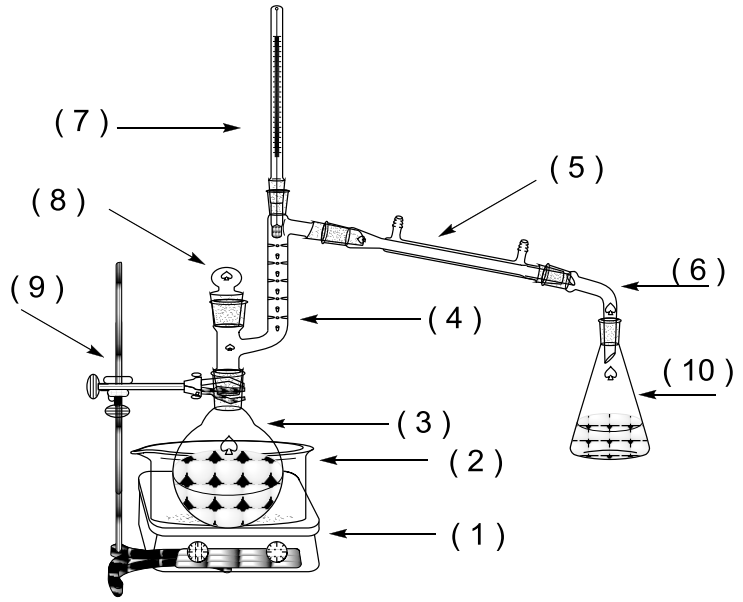
الشكل (– 1) الأدوات الزجاجية اللازمة لتحضير نترو البنزن من البنزن

انقل مزيج التفاعل إلى قمع فصل (سعته 200 مل) ، وافصل الطبقة السفلية (المائية) واغسل الطبقة العلوية (نترو البنزن)، بداية بـ 30 مل ماء ثم بـ 100 مل من محلول (5 %) Na_2CO_3 على ثلاث دفعات

(30- 35 مل في كل دفعة)، ثم اغسل ثانية بالماء (خمس دفعات 30 مل في كل مرة) حتى التعادل (اختبر ذلك بورقة عباد الشمس).

التنقية : اجمع جهاز تقطير بسيط مؤلف: من حوجلة تقطير (سعتها 150 مل) وعمود فيفرو قصير، ومبرد هوائي مباشر مزود بوصلة ومستقبل(أرلينة)، وضع حوجلة التقطير في الحمام الزيتي الموضوع على المصباح الغازي، (الشكل 2-2). سخن نترو البنزن الخام في حوجلة التقطير ، واجمع القطفة ذات درجة الغليان 208- 210 ْس .

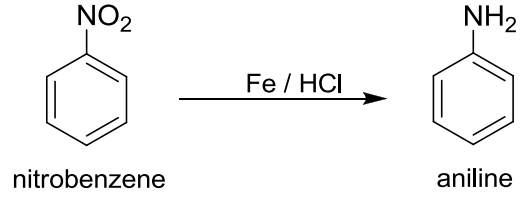
المردود 55- 58غ (90- 95%)، النترو بنزن النقي سائل أصفر فاتح، له رائحة اللوز المر، يذوب في الميتانول والإيتانول والإيتير والبنزن والأسيتون.



(1) سخان كهربائي ويمكن أن يستبدل بمصباح غازي، (2) حمام زيتي ، (3) حوجلة كروية مصنفرة بداخلها منظمات غليان، (4) عمود فيفرو ، (5) مبرد ، (6) ميزراب، (7) ميزان حرارة ، (8) سدادة ، (9) حامل معدني مع ملقط لربط الحوجلة ، (10) أرلينة.

الشكل (- 2) جهاز التقطير اللازم لتتنقية نترو البنزن .

تجربة (2): تحضير الأنيلين من نترو البنزن:



الأدوات اللازمة : حوجلة ثلاثية الفوهات المصنفرة (سعتها 300 مل)، خلاط مغناطيسي مع سخان كهربائي، مبرد عكوس، قمع تنقيط، سخان كهربائي، جهاز تقطير جرف ببخار الماء ، جهاز تقطير بسيط.

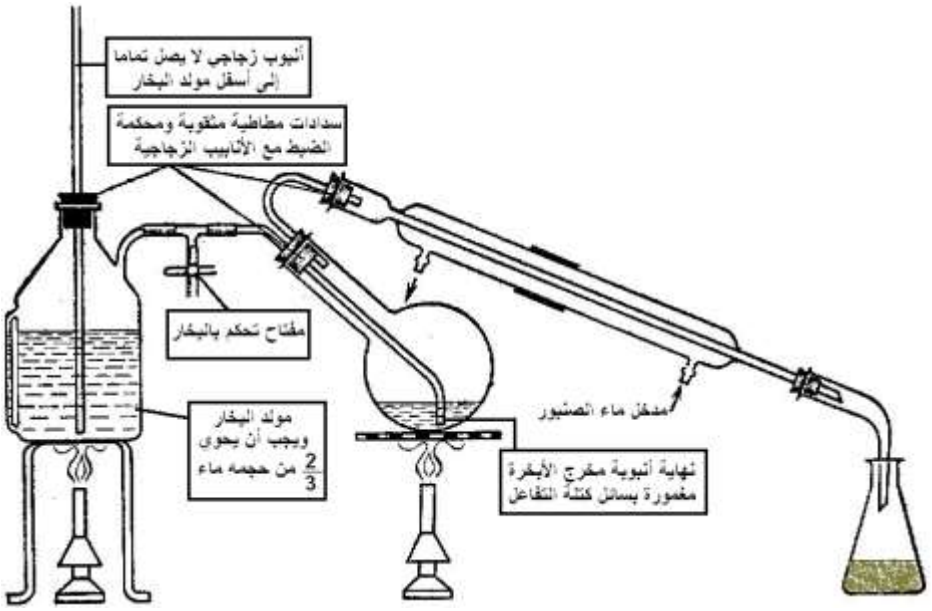
المواد اللازمة : نترو البنزن (منتج التجربة السابقة)، برادة حديد، حمض كلور الماء المركز، Na_2CO_3، ملح الطعام NaCl، NaOH.

طريقة العمل: جهز حوجلة كروية ثلاثية الفوهات المصنفرة (سعتها 300 مل) بمغناطيس تحريك، وميزان حرارة ، ومبرد عكوس ، وقمع تنقيط ، وضعها في حمام زيتي على خلاط مغناطيسي وسخان كهربائي. ضع في الحوجلة 90غ من مسحوق برادة الحديد الصب، و130 مل من الماء و10 مل من حمض كلور الماء المركز. حرك المزيج وسخنه حتى الغليان ودعه يغلي لمدة 5 دقائق لتنشيط الحديد ، ثم

أضف تدريجاً (ومزيج التفاعل في حالة الغليان) مع استمرار التحريك بواسطة قمع التنقيط 45 مل نترو البنزن (خلال مدة 25- 30 دقيقة)، استمر في غليان مزيج التفاعل لمدة ثلاث ساعات. ويعتبر الإرجاع منتهياً عندما تصبح القطارة الراجعة المنسابة من المبرد العكوس عديمة اللون، أو عندما توضع قطرة من مزيج التفاعل على ورق ترشيح لا تظهر بقعة ملونة. عندها أوقف التسخين حتى يبرد مزيج التفاعل إلى الدرجة 70° س ، ثم أضف إلى كتلة التفاعل (وعلى دفعات صغيرة) 6.5 غ من Na_2CO_3 (أو حتى تصبح درجة حموضة كتلة التفاعل بحدود pH ~ 9).

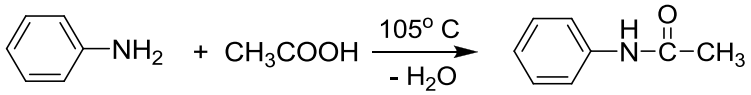
التنقية : اجمع جهاز تقطير جرف ببخار الماء مع حوجلة سعتها 500 مل، (الشكل -3). ضع كتلة التفاعل في الحوجلة واجرف الأنيلين ببخار الماء حتى ظهور قطارة عديمة اللون (بحدود 300 مل). أضف إلى قطارة الجرف المؤلفة من معلق الأنيلين في الماء ملح الطعام الناعم (20غ من NaCl لكل 100 مل قطارة) وحرك حتى انحلاله تماماً. انقل كل الكتلة الناتجة إلى قمع فصل (سعته 500 مل) وافصل الأنيلين، وضعه في حوجلة مصنفرة (سعتها 100 مل) وأضف إليه عدة قطع من NaOH، واتركه طوال الليل ، ثم اجمع جهاز تقطير بسيط تحت الضغط الجوي (كما في تنقية نترو البنزن الشكل 2-2).

انقل الأنيلين إلى حوجلة التقطير. وأضف إليه 0,1 غ من هباب التوتياء وقطر، واجمع القطفة ذات درجة الغليان 182- 184° س، يكون المردود بحدود 35- 37,4غ (85- 90%). والأنيلين عبارة عن سائل زيتي عديم اللون، ويكمد عند تأثير الضوء والهواء عليه. ينحل الأنيلين جيداً في الميتانول، و الإيتانول، والإيتر، والأسيتون، والدهون، ويذوب في الماء حتى تركيز 5% ، ويخزن في مكان مظلم في عبوات عاتمة (غير شفافة) مسدودة بإحكام.



الشكل (- 3) جهاز تقطير جرف ببخار الماء.

تجربة (3): تحضير الأسيت أنيليد :



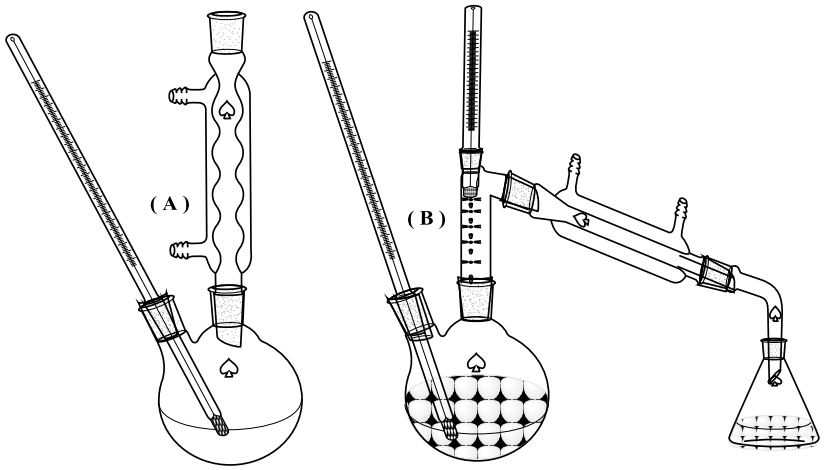
الأدوات اللازمة : حوجلة ثنائية الفوهة المصنفرة (سعتها 250 مل)، عمود فيفرو (قصير)، مبرد، حمام زيتي، خلاط مغناطيسي مع سخان كهربائي، ميزان حرارة ، أرلنماير ، قمع بوخنر ، مجفف تفريغي .

المواد اللازمة : أنيلين، حمض الخل الثلجي، كلور الكالسيوم اللامائي $CaCl_2$، ثلج.

طريقة العمل: ضع في حوجلة كروية لها فوهتان مصنفرتان (سعتها 250 مل)، 35 مل أنيلين و40 مل

حمض خل ثلجي، ثم جهزها بميزان الحرارة، والمبرد العكوس، وضعها في حمام زيتي على خلاط مغناطيسي مع سخان كهربائي، وسخن المزيج حتى الدرجة 105 ْس وثبت الحرارة عند هذه الدرجة مدة ثلاث ساعات (الشكل A – 4) .

استبدل عمود تقطير (عمود فيغرو طوله حوالي 35 مم) بالمبرد العكوس ، وصله مع مُبرِّد مباشر وجهزه بميزان حرارة ثانٍ (الشكل B – 4). ثم ارفع درجة الحرارة ببطء وقطر أيضاً ببطء (6 مل/ ساعة) مزيج حمض الخل والماء (الحرارة في الأبخرة 103- 105 ْس). وعندما ترتفع درجة الحرارة الكتلة المتفاعلة حتى 180 ْس (الحرارة 115 ْس في الأبخرة) ، يتوقف تقطير حمض الخل عملياً بعد حوالي 3 سا ويتقطر حوالي 20 مل من القطارة، ويتبقى في الحوجلة حثالة سائلة صفراء فاتحة اللون.



الشكل (– 4) الجهاز اللازم لمرحلتي تحضير الأسيت أنيليد.

التنقية: انقل الحثالة وهي ساخنة إلى أرلينة (سعته 500 مل) يحوي على 100غ جليد مجروش، وأضف 100 مل من الماء البارد، وحرك الأرلينة يدوياً حركة دائرية لخلط محتوياتها، ثم اتركها مدة 5-10 دقائق. افصل (بالإبانة) بحذر المحلول عن الراسب المتشكل. ورشح الراسب على قمع بوخنر، واغسله وهو على قمع بوخنر خمس مرات بالماء البارد (50-60 مل ماء في كل مرة) واسحب الماء المتبقي بعد كل مرة غسيل بفتح صنبور التفريغ الموصول إلى قمع بوخنر وانقل الناتج إلى جفنة خزفية، وجففه في مجفف تفريغي بوجود كلور الكالسيوم اللامائي $CaCl_2$.

المردود 47- 48غ (93 - 95 %). الأسيت أنيليد مادة صلبة حبيبية، رمادية درجة انصهارها 110- 113 ْس. وبعد البلورة بـ 1 لتر ماء مع إضافة الفحم الفعّال يتم الحصول على 40غ من مادة بلورية حبيبية شفافة درجة انصهارها 114 ْس يذوب الأسيت أنيليد في الإيتانول، والإيتير والأسيتون والكلوروفورم، والماء الساخن، رديء الذوبان في البنزن، والتولوين .

طريقة ثانية– لتحضير الأسيت أنيليد (من الأنيلين وبلا ماء حمض الخل):

الأدوات اللازمة: بيشر سعة 600 مل، بيشر سعة 500 مل، قمع وأرلينة بوخنر ، أسطوانة مدرجة (سلندر).

المواد اللازمة: 2 غ خلات الصوديوم ، 8 مل HCl، 7.2 مل أنيلين ، 8 مل بلا ماء حمض الخل.

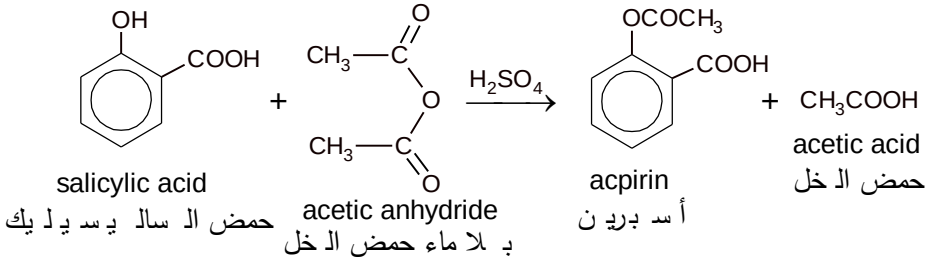
طريقة العمل: حضر في بيشر سعة 600 مل محلولاً يحوي 2 غ من خلات الصوديوم في 8 مل من الماء (في حال كان المحلول محضراً نأخذ منه 8 مل) .

أضف إلى بيشر سعة 500 مل يحوي 150 مل ماء و8 مل حمض كلور الماء المركّز 7.2 مل من الأنيلين، حرّك المزيج حتى الانحلال التام ثم أضف 8 مل من بلا ماء حمض الخل مع التحريك . اسكب الآن هذا المحلول على محلول الخلات المحضر مسبقاً مع التحريك المستمر والتبريد بتيار من الماء يترسب الأسيت أنيليد .

حرك لمدة عشر دقائق ثم رشّح على قمع بوخنر وأعد بلورته بـ 100 مل من الماء الساخن .

اصطناع الأسبرين ASPIRIN (Acetylsalicylic acid):

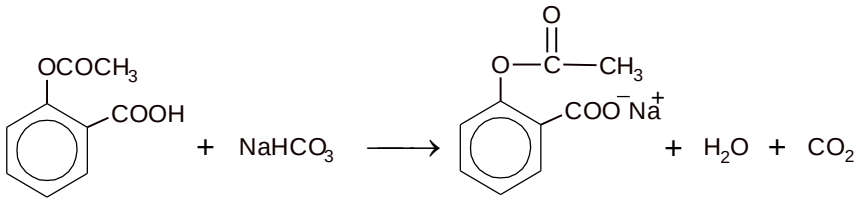
إن الأسبرين Aspirin (أستيل حمض الساليسيليك Acetyl salicylic acid) هو أكثر الساليسيلات استخداماً بوصفه مركب دوائي، ويحضر بإجراء أسترة للمجموعة (-OH) الفينولية في حمض الساليسيليك، وذلك بتفاعل حمض الساليسيليك مع بلا ماء حمض الخل بحضور حمض معدني حسب المعادلة:



يعد بلا ماء حمض الخل كاشف أسيلة فعال فهو يتفاعل بسرعة مع الكحولات أو الفينولات بحضور الوسطاء معطياً أستر أسيتات (تتحول المجموعة OH– إلى أستر أسيتات acetate ester) . سنستعمل في هذه التجربة زيادة من بلا ماء حمض الخل لأن قسماً منه يستهلك من أجل تحويل حمض الساليسيليك إلى أسبرين ، والجزء الآخر هو مذيب في التفاعل ، ونظراً إلى فعالية بلا ماء حمض الخل ليس من الضروري تسخين المزيج التفاعلي حتى الغليان، وإنما يكفي تسخينه في حمام مائي بالدرجة $60 - 50\ ^oC$.يضاف بعد انتهاء التفاعل الماء للتخلص من الزيادة من بلا ماء حمض الخل (يتم تحويله إلى حمض الخل المنحل في الماء) ومن أجل ترسيب الأسبرين الخام.

إن أغلب الشوائب التي يمكن مصادفتها في الأسبرين الخام هي بقايا حمض الساليسيليك غير المتفاعل، بالإضافة إلى البوليميرات المتشكلة من اتحاد جزيئات حمض الساليسيليك مع جزيئات الأسبرين.

يتفاعل أستيل حمض الساليسيليك مع بيكربونات الصوديوم ويشكل معها أملاحاً صوديومية منحلة في الماء، أما المواد الثانوية الناتجة عن التفاعل فلا تنحل في محلول بيكربونات الصوديوم، ونظراً إلى الاختلاف الملاحظ في سلوك هذه المركبات تجاه ملح بيكربونات الصوديوم يمكن اتباع طريقة تعتمد على هذا السلوك لتنقية الأسبرين:



إن أغلب الشوائب التي تصادف في المنتج النهائي هي حمض الساليسيليك الذي يمكن أن تنتج عملية الأسترة غير الكاملة أو من حلمهة الناتج خلال مراحل الفصل، فإذا كان الأسبرين الناتج محتوياً بعضاً من الشوائب يمكن تنقيته بإعادة بلورته باستخدام مزيج من الإيتانول – ماء (ولا يستخدم الماء بمفرده لأن الأسبرين سيتحلمه تدريجياً لدى تسخينه مع الماء). يجرى عادة الكشف عن بقايا حمض الساليسيليك في الأسبرين والتأكد من نقاوة الأسبرين باللجوء إلى التفاعل مع كلوريد الحديد، حيث يتفاعل حمض الساليسيليك مع كلوريد الحديد مشكلاً معقدات ملونة (الاختبار المميز للمجموعة OH– الفينولية)، أما في حال غياب اللون في محاليل الاختبار فإن ذلك دليل على نقاوة الأسبرين.

العمل المخبري :

الأدوات اللازمة : أرلينة سعة 125 ml، أنبوب زجاجي بطول 50 cm أو مكثف، أرلنماير سعة 150 ml، قمع ترشيح زجاجي أو قمع بوخنر، أنابيب اختبار عدد 5، قضيب تحريك زجاجي، بيشر سعة 400 ml.

المواد اللازمة: حمض الساليسيليك، بلا ماء حمض الخل، حمض الكبريت المركز، محلول ممدد لحمض الكبريت، ماءات الصوديوم 10%، محلول كلوريد الحديد 0.1 N، أستيل حمض الساليسيليك (تجاري).

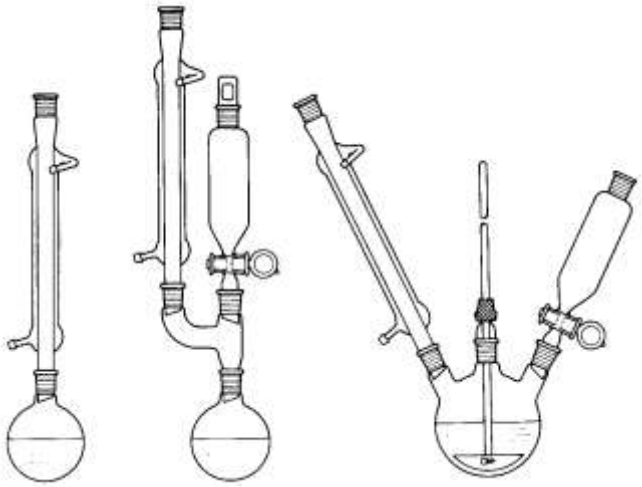
أ – **طريقة العمل** : ضع في أرلنماير (سعة 125 ml) 2 g من بلورات حمض الساليسيليك، وأضف إليها 5 ml من بلا ماء حمض الخل، ثم أضف 5 قطرات من حمض الكبريت المركز، حرك الدورق بلطف حتى انحلال حمض الساليسيليك. سخن المزيج في حمام مائي بدرجة حرارة 50 – 60 ^{o}C، اترك المحلول في الحمام المائي لمدة 10 min. مع التحريك من فترة إلى أخرى. برد المزيج إلى درجة حرارة الغرفة كي تبدأ بلورات استيل حمض الساليسيليك بالتشكل في مزيج التفاعل. إذا لم تظهر البلورات حك الجدران الداخلية للأرلنماير بواسطة قضيب زجاجي وبرد المزيج في حمام ثلجي حتى تبدأ عملية البلورة. أضف بعد ظهور البلورات 50 ml من الماء وبرد المزيج في حمام ثلجي (لا تضف الماء قبل التأكد من انتهاء عملية البلورة وتشكل البلورات). يظهر المنتج على شكل كتلة صلبة عند إتمام عملية البلورة. رشح الناتج على قمع ترشيح بوخنر واستخدم الرشاحة في غسل الأرلنماير من أجل جمع بلورات الراسب بشكل كامل. اغسل الراسب وهو على ورقة الترشيح مرات عدة بقليل من الماء البارد لإزالة بقايا حمض الخل التي تصاحب البلورات المتشكلة . استمر بعملية الغسل حتى تختفي تقريباً رائحة حمض الخل من البلورات. جفف البلورات بضغطها بين ورقتي ترشيح ، ثم جففها في الهواء، زن الراسب الناتج (يمكن أن يحتوي الراسب على آثار من حمض الساليسيليك غير المتفاعل). احسب المردود المئوي لأستيل حمض الساليسيليك.

ب – **تنقية الأسبرين:** انقل الراسب الذي حصلت عليه في التجربة السابقة إلى بيشر سعة 150 ml وأضف إليه 25 ml من محلول بيكربونات الصوديوم المشبع. حرك المزيج حتى ينتهي انطلاق غاز ثنائي أكسيد الكربون. رشح المحلول على قمع بوخنر. اغسل البيشر وأرلينة قمع بوخنر بـ 10 ml – 5 من الماء وأضفها إلى الرشاحة . حضر في بيشر آخر سعة 150 ml مزيجاً مؤلفاً من 3.5 ml حمض كلور الماء و 10 ml ماء، ثم أضف إليه الرشاحة السابقة تدريجياً مع التحريك فيترسب الأسبرين. إذا لم يترسب الأسبرين تأكد من حموضة الوسط بواسطة ورقة عباد الشمس. برد المزيج في حمام ثلجي ثم رشح الراسب المتشكل على قمع بوخنر واغسله بكمية صغيرة من الماء البارد المثلج. ضع الراسب على زجاجة ساعة واتركه يجف. زن الراسب وحدد درجة انصهاره واحسب المردود.

1– جهاز تفاعل مؤلف من حوجلة وقمع تنقيط وخلاط ومبرد عكوس

2– جهاز تفاعل مؤلف من حوجلة وقمع تنقيط ومبرد عكوس

3– جهاز تفاعل مؤلف من حوجلة ومبرد عكوس



3 **2** **1**

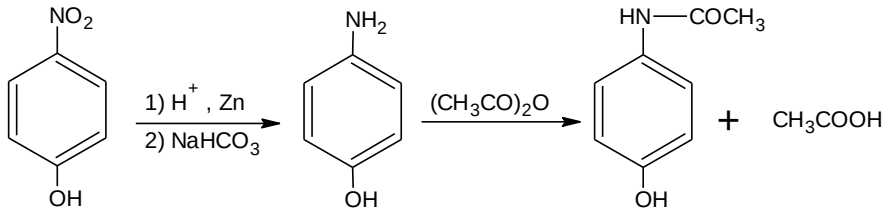
الشكل( ) أجهزة إجراء التفاعلات الأكثر استخداماً

. تحضير بارا هيروكسي الأسيت أنيليد

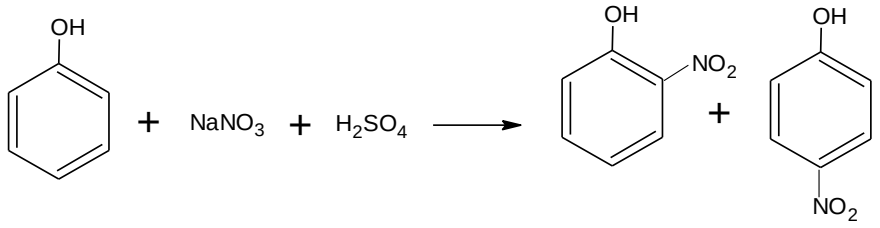
الأسيت أمينوفين Acetaminophen (الباراسيتامول paracetamol)

إن الأسماء التجارية لـ بارا–هيدروكسي الاسيت أنيليد هي بارا– سيتامول paracetamol وأسيت أمينوفين acetaminophen وهو يعد من مشتقات الأنيلين ويستخدم بوصفه خافضاً للألم. يتميز الباراسيتامول عن الأسبرين بأنه لايسبب نزيفاً في المعدة وهو مفيد بالنسبة للمرضى الذين يتحسسون بالأسبرين، كما أنه أسرع امتصاصاً من الأسبرين.

يحضر باراسيتامول من بارا– أمينو فينول الذي يحضر بدوره بدءاً من بارا– نترو الفينول وفق المخطط الآتي:

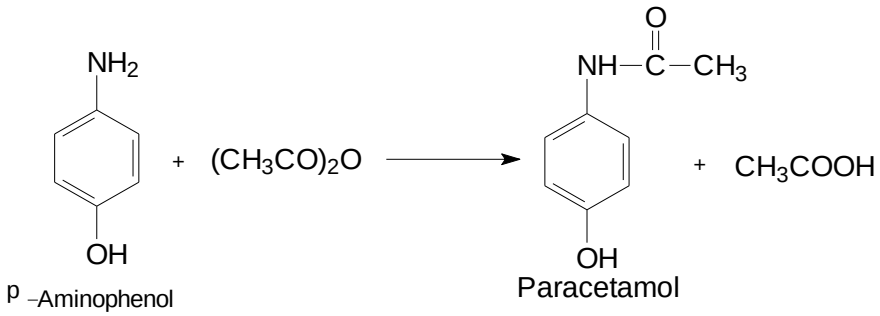


تتم نترجة الفينول باستخدام حمض الآزوت الممدد وحمض الكبريت المركز أو باستخدام أملاح النترات.



يتم فصل *بارا*– نترو الفينول بعملية الجرف البخاري لنواتج تفاعل النترجة إذ ينجرف المماكب أورتو– نترو الفينول مع بخار الماء . يعالج المزيج المتبقي بمحلول بيكربونات الصوديوم لتعديل الوسط ثم تعالج الرشاحة بالفحم الفعال لإزالة اللون. يحمض الوسط ثانية بحمض كلور الماء لتشكل مادة زيتية القوام تتبلور بعد ذلك لإعطاء بلورات عديمة اللون والرائحة تنصهر عند الدرجة 114^oC.إن هذة البلورات ذوابة في الماء الساخن والكحول الإيتلي والإيتر.يتم إرجاع بلورات *P*– نترو الفينول بالزنك وبوجود حمض كلور الماء.

كما يحضر الباراسيتامول بمعالجة المركب *p*–أمينو فينول مع بلاماء حمض الخل وفق التفاعل الآتي:



العمل المخبري :

الأدوات اللازمة: بيشر سعة 100 ml، بيشر سعة 400 ml، أرلنماير سعة 125 ml،، اسطوانة مدرجة سعة 25 ml، مكثف هوائي، قمع ترشيح عادي، أو قمع ترشيح بوخنر، قضيب تحريك زجاجي ، حمام مائي ، ورق ترشيح.

المواد اللازمة: p – أمينو فينول ، بلا ماء حمض الخل ، خلات الصوديوم المائية $3H_2O$. CH_3COONa، محلول حمض كلور الماء المركز، فحم فعال، ثلج مجروش .

طريقة العمل:

توجد طريقتان لتحضير الأسيت أمينوفين ويمكن اختيار أحد هاتين الطريقتين:

1-الطريقة الأولى:

1- ضع 3.1 g من p -أمينو فينول في أرلنماير سعة 125 ml مجهز بمكثف هوائي وأضف إليها 10 ml من الماء .

2- أضف إلى المعلق الناتج 3.6 ml من بلاماء حمض الخل مع تحريك المزيج.

3- سخن المزيج على حمام مائي غالٍ مع تحريك المزيج بشكل جيد وبشكل دوري فتلاحظ انحلال p-أمينو فينول بشكل كامل بعد 10 دقائق.

4- برد مزيج التفاعل في حمام ثلجي حتى يبدأ المركب الأسيت أمينوفين بالبلورة، إذا لم تظهر البلورات حك الجدران الداخلية للأرلنماير بواسطة قضيب زجاجي وبرد المزيج في حمام ثلجي حتى تبدأ عملية البلورة.

5- رشح الراسب المتشكل على قمع ترشيح بوخنر. اغسل الراسب وهو على ورقة الترشيح مرات عدة بقليل من الماء البارد لإزالة بقايا حمض الخل التي تصاحب البلورات المتشكلة. استمر بعملية الغسل حتى تختفي تقريباً رائحة حمض الخل من البلورات. جفف البلورات بضغطها بين ورقتي ترشيح، ثم جففها في الهواء، زن الراسب الناتج، واحسب المردود المئوي .

6- أعد بلورة البلورات المتشكلة إذا كانت غير نقية ومشوبة بألوان مختلفة وذلك بإذابتها بأقل كمية ممكنة من الماء الساخن (بالقرب من درجة الغليان). رشح المحلول بسرعة وهو ساخن. برد الرشاحة الناتجة في حمام ثلجي مملح لمدة .15 min حتى تترسب بلورات الأسيت أمينوفين . رشح البلورات الناتجة وجففها في الهواء. قارن لون البلورات الناتجة مع لونها قبل عملية إعادة البلورة .زن الراسب الذي حصلت عليه بعد التنقية واحسب المردود، ثم حدد درجة انصهاره وقارنها مع درجة انصهار المركب نفسه الموجودة في المراجع. اكتب معادلة التفاعل الجاري واقترح آلية لهذا التفاعل. سجل ملاحظاتك واستنتاجاتك.

2- الطريقة الثانية:

1 - ضع 2.1 g من p -أمينو فينول في دورق مخروطي (أرلنماير) سعة 125 ml وأضف إليها 35 ml من الماء .

2- أضف 1.5 ml من حمض كلور الماء المركز وحرك محتويات الألنماير دقائق عدة حتى التأكد من تمام الانحلال، في حال عدم انحلال الأمين بشكل كامل أضف عدة قطرات من حمض كلور الماء المركز واستمر في التحريك .

3- أضف إلى المحلول ملعقة صغيرة من الفحم الفعال وامزج المحلول على حمام بخاري لعدة دقائق ثم رشحه باستخدام ورقة ترشيح عادية للتخلص من بقايا الفحم الفعال.

4-حضر محلولاً لاستخدامه بوصفه محلول موقٍ بحل 2.5 g من خلات الصوديوم المائية ($CH_3COOH \cdot 3H_2O$) في 7.5 ml ماءاً واتركه ليرقد حتى يصبح صافياً.

5- انقل محلول p-أمينو فينول هيدروكلوريد إلى أرلنماير سعة 125 ml ودفئه على قمع بخاري ثم أضف إليه المحلول الموقي من خلات الصوديوم دفعة واحدة .

6- أضف إليه مباشرة 2 ml من بلاماء حمض الخل مع تريك المزيج ثم تابع التحريك بشكل جيد حوالي 10 دقائق حتى التأكد من المزج.

7- برد مزيج التفاعل في حمام ثلجي حتى يبدأ المركب الأسيت أمينوفين بالبلورة، إذا لم تظهر البلورات حك الجدران الداخلية للأرلنماير بواسطة قضيب زجاجي وبرد المزيج في حمام ثلجي حتى تبدأ عملية البلورة ،أترك الالنماير في الحمام الثلجي حوالي ساعة.

8- رشح الناتج على قمع ترشيح بوخنر. اغسل الراسب وهو على ورقة الترشيح مرات عدة بقليل من الماء البارد لإزالة بقايا حمض الخل التي تصاحب البلورات المتشكلة. استمر بعملية الغسل حتى تختفي تقريباً رائحة حمض الخل من البلورات. جفف البلورات بضغطها بين ورقتي ترشيح، ثم جففها في الهواء، زن الراسب الناتج، واحسب المردود المئوي .

9- أعد بلورة البلورات المتشكلة إذا كانت غير نقية ومشوبة بألوان مختلفة وذلك بإذابتها بأقل كمية ممكنة من الماء الساخن (بالقرب من درجة الغليان). رشح المحلول بسرعة وهو ساخن. برد الرشاحة الناتجة في حمام ثلجي مملح لمدة .15 min حتى تترسب بلورات الأسيت أمينوفين. رشح البلورات الناتجة وجففها في الهواء. قارن لون البلورات الناتجة مع لونها قبل عملية إعادة البلورة .زن الراسب الذي حصلت عليه بعد التنقية واحسب المردود، ثم حدد درجة انصهاره وقارنها مع درجة انصهار المركب نفسه الموجودة في المراجع. اكتب معادلة التفاعل الجاري واقترح آلية لهذا التفاعل. سجل ملاحظاتك واستنتاجاتك.

ملاحظة:

إن المواد المستخدمة في هذه التجارب سامة ، وبعضها حارق للجلد مثل p- أمينو الفينول وبعضها الآخر ينفذ إلى الجسم عبر الجلد مثل نترو البنزن لذا يجب أخذ الحيطة والحذر.

أسئلة وتمارين

1- كيف يمكن فصل المزيج (O-نترو الفينول، P-نتروالفينول) وتنقيته ؟

2- لماذا لا يستخدم حمض الآزوت المركز في تفاعل نترجة الفينول ؟

3- ماهي المواد المرجعة المستخدمة في إرجاع مجموعة النترو ؟ ، ماذا يعطي إرجاع نترو البنزن في وسط حمضي قوي ؟.

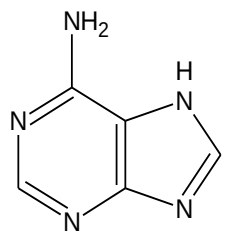
6- عند تحضير P- سيتامول يضاف HCl المركز إلى P - أمينو الفينول لماذا ؟ ، اكتب معادلة التفاعل .

7- إن P -أمينو الفينول أكثر قلوية من الباراسيتامول علل ذلك.

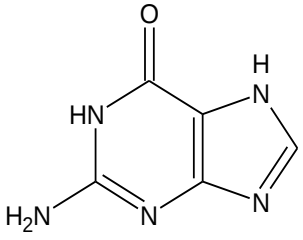
. استخلاص الكافئين :

يعد الكافئين قلويداً طبيعياً، إذ يحتوي على ذرات آزوت في بنيته وهو يتمتع كما هو حال جميع القلويدات alkaloids بخواص قلوية . لقد استخلص الكافئين أول مرة من قبل الكيميائي الفرنسي P. J. Robiquet عام 1821.

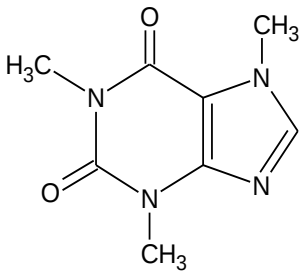
يشبه الكافئين من حيث بنيته البيورينات القلوية purines مثل الأدينين adenine والغوانين guanine.



Adenine

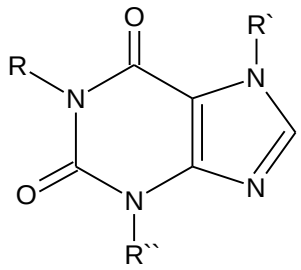


Guanine



Caffeine

ينتمي الكافئين إلى مجموعة الكزانتينات Xanthines التي تضم الكزانتين والكافئين والتيوفيللين وتبوبرومين. ويبين الآتي الصيغة العامة لهذه المركبات:



XANTHINES

Xanthine R = R` = R`` = H

Caffeine R = R` = R`` = CH3

Theophylline R = R`` = CH3, R` = H

Theobromine R = H, R` = R`` =CH3

تبلغ نسبة الكافئين في أوراق الشاي بين % 5 – 2 وفي حبوب القهوة % 1.4، كما يوجد في جوز الكولا. يوجد التيوفيللين بنسبة ضئيلة في الشاي ، أما التيوبرومين فيعد المكون الأساسي في الكوكا. يبين التحليل الكيميائي للشاي الأسود وجود المواد السابقةبالنسب الآتية :

كافئين (% 2.5)، تيوبرومين (% 0.17)، تيوفيللين (% 0.013)، أدينين (% 0.014) وأثار من الغوانين والكزانتين.

طريقة العمل:

ضع في كأس زجاجي 10 غ من أوراق الشاي و 250 مل من الماء ، ثم أغل المزيج لمدة 20 دقيقة مع التحريك بقضيف زجاجي ، ورشّح المحلول وهو ساخن بواسطة قمع زجاجي عادي وورقة ترشيح . أضف إلى الرشاحة حوالي 30 مل من محلول خلات الرصاص (حوالي 5 غ في 100مل ماء مقطر) قطرة قطرة مع التحريك بواسطة قضيب زجاجي ، واستمر في إضافة محلول خلات الرصاص حتى يتوقف تشكل الراسب. (لا تضف أي كمية من المحلول عند توقف تشكل الراسب).

اترك المحلول غير المتجانس ليرقد قليلاً ، ثم رشّح بواسطة قمع بوخنر، وخذ الرشاحة في قمع فصل . انتظرها لتبرد، ثم أضف إليها 10 مل من الكلوروفورم . خضخض قمع الفصل لاستخلاص الكافئين، ثم افصل الطور العضوي (الطبقة السفلية) في كأس زجاجي صغير ، واستخلص الطبقة المائية مرة ثانية بحوالي 10 مل من الكلوروفورم.

اجمع الطبقة العضوية وقطّر المذيب (الكلوروفورم) على حمام مائي (لا تنس وضع منظمات الغليان)، وبعد انتهاء تقطير المذيب العضوي يبقى في حوجلة التقطير بلورات عديمة اللون من الكافئين ، لها رائحة خاصة.

من الممكن التأكد من وجود الكافئين كما يلي : خذ في جفنة خزفية نظيفة كمية قليلة جداً من الكافئين، وأضف إليها قطرتين من حمض الآزوت المركز، وبخّر الجفنة بلطف حتى الجفاف، ثم أضف قطرة من محلول هيدروكسيد الأمونيوم (بواسطة قضيب زجاجي)، فيتشكل لون أرجواني مما يدل على وجود الكافئين " اختبار موركسيد ".

مكتبة A to Z