

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

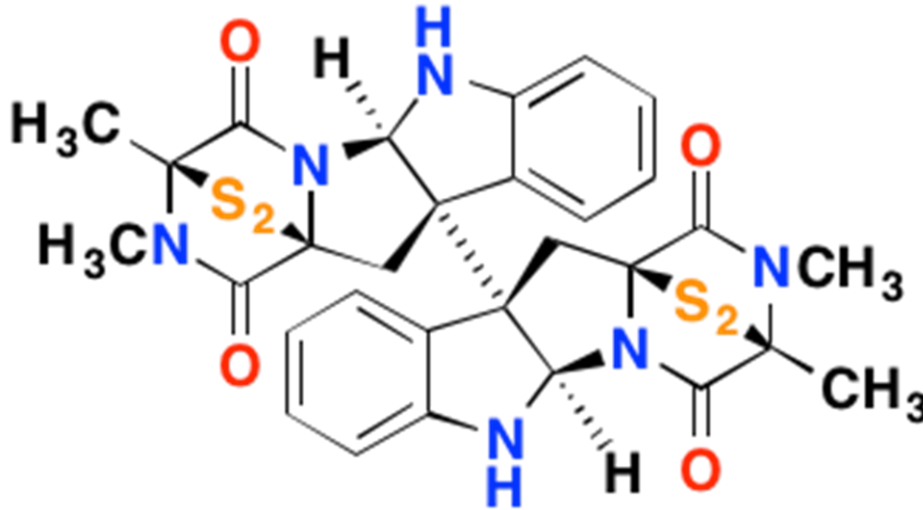
قسم الكيمياء

المستوى : ثانية كيمياء عضوية تطبيقية

السادسي الثالث

كراس الأعمال التطبيقية في التركيب العضوي

من إعداد الدكتور عطيه جمال



السنة الجامعية: 2018 / 2019

تقرير

يسرنا أن نضع بين أيدي طلبتنا وأساتذتنا الكرام هذه الكراس لأعمال التطبيقية في الكيمياء العضوية للسنة الثانية كيمياء عضوية للسداسي الثالث ن حيث تم إعداده باللغة العربية وفق المنهاج الوزاري المحدد ، آمليين أن يكون صدوره سندا ومعينا للتحضير الجيد لأعمال التطبيقية.

لقد حرصنا من خلال هذه المنهجية المعتمدة في إعداد هذه الكراس على تمكين المتعلم من توظيف ودعم معارفه المكتسبة وتعميقها، مع تعزيزها بمعارف جديدة تثري رصيده المعرفي.

تحتوي هذه الكراس على الاعمال التطبيقية مدعومة بتقارير وفق جزئين لمجالين تعليميين تماشيا مع المنهاج الرسمي المعتمد وزاريا وهي :

الجزء الأول (طرق الفصل والتنقية)

- إستخلاص سائل- سائل
- إعادة التبلور
- التقطير التجزيئي

الجزء الثاني(التصنيع العضوي)

- تحضير الصابون
- تصنيع الأسبرين(حمض استيل ساليسيليك)
- تحضير حمض البنزويك إنطلاقا من الطولوين.
- تصنيع النتروبنزن
- تصنيع الأنيلين
- تصنيع أسيتات الإيثيل.

نأمل أن تكون هذه المعلومات أداة عمل مفيدة وإضافية لكل الأساتذة والمتعلمين على سواء، وأن يساعدهم على تحقيق الأهداف المرجوة من تعلم هذه الوحدة والله من وراء القصد وهو ولي التوفيق.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الأول

إستخلاص سائل-سائل

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

1. الهدف من العمل التطبيقي :

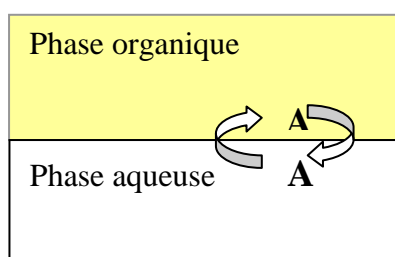
- استخلاص مادة من محلول
- كيفية استعمال قمع الفصل .

2. الاستخلاص سائل - سائل:

الاستخلاص سائل -سائل هي العملية التي تمكن من فصل مادة أو عدة مواد من محلول. تعتمد على اختلاف شراهة الذوبان لمادة ما بين محلولين غير ممتزجين حيث تنتقل المادة من طور مائي نحو طور عضوي أو العكس. تعتبر عملية الاستخلاص سائل -سائل من بين العمليات المهمة في مخبر الكيمياء العضوية.

3. المبدأ:

لكن المادة A الذوابة في المذيبين الغير ممتزجين S₁ ET S₂ حيث إن ذوبانية المادة A تختلف بين المذيبين. عند رج المزيج وبعد التوازن نلاحظ بأن المادة A انقسمت بين المذيبين تبعا لاختلاف ذوبانها بين المذيبين وبالتالي



يمكن كتابة العلاقة الرابطة بين تركيز المادة في المذيب الأول

$$K_p = \frac{[A]_{S1}}{[A]_{S2}}$$

والثاني كما يلي :

حيث يسمى الثابت **KP** بثابت التوازن أو الفصل ، كما يمكن كتابة العلاقة

$$K_p = \frac{[A]_{org}}{[A]_{aq}} = \frac{m}{V_{org}} \times \frac{V_{aq}}{m_1}$$

السابقة

حيث:

m : كتلة المادة A المتواجدة في الطور العضوي

m_0 : الكتلة الابتدائية للمادة A المتواجدة في الطور المائي قبل الاستخلاص

m_1 : كتلة المادة A المتبقية في الطور المائي بعد عملية الاستخلاص

ومنه: $m_1 = m_0 - m$ يكون معامل الفصل

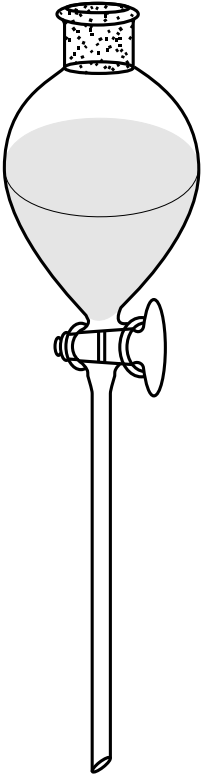
$$K_p = \frac{(m_0 - m_1)}{V_{org}} \times \frac{V_{aq}}{m_1} \Rightarrow m_1 = \frac{m_0 V_{aq}}{K_p V_{org} + V_{aq}}$$

- تكون عملية الاستخلاص ناجحة كلما كان معامل الفصل كبيرا من اجل ذلك يجب اختيار الطور العضوي الذي تكون فيه المادة ذوابة بشكل كبير.

- تكرار عملية الاستخلاص بطور عضوي جديد كل مرة تعطي نتائج جيدة

- المذيبات الاكثر استعمالا كونها تستخلص المواد بسهولة هي : ايثر البترول ، ثنائي كلور الميثان ، البنتان ، الطولين ، الهكسان الحلقي ... حيث انه لاستعمال مثل هذه المذيبات أهمية مضاعفة :

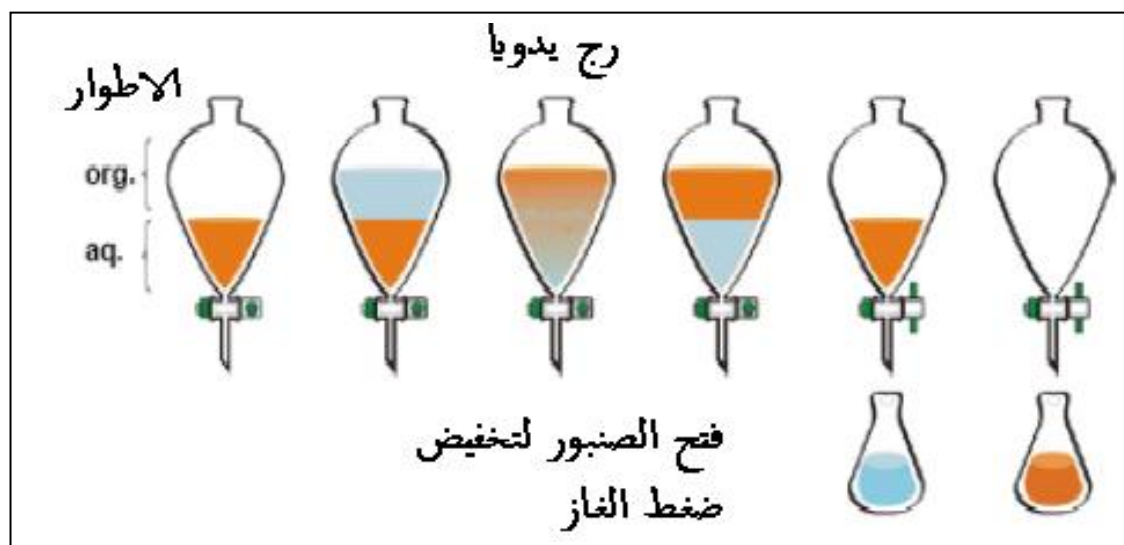
- يتم اختيار المذيب بشكل يكون فيه معامل الفصل للمادة المراد استخلاصها أكبر ما يكون. على سبيل المثال المركبات المعدنية مثل الأملاح تميل دوماً للذوبان في الماء ، في بعض الأحيان من أجل تخفيض ذوبانية المواد العضوية نسرع من انتقالها للطور العضوي حيث نقوم بإضافة ملح الطعام للطور المائي.
- المذيبات العضوية عادة ما تكون أكثر تطايراً من الماء وبالتالي فهي سهلة للتبخير والحصول على المواد الصلبة لوحدها بعد انتهاء عملية الاستخلاص.



- عملية الاستخلاص تتم بواسطة قمع الفصل AMPOULE A DECANTER ويكون حجمه يساوي 2 أو 3 مرات الحجم المراد استعماله.
- وينقسم قمع الفصل كما هو موضح في الشكل إلى جزئين : الجزء العلوي كروي يحوي سداة والجزء السفلي عبارة عن أنبوب زجاجي ينتهي بحنفية .وتختلف أحجام قمع الفصل باختلاف الاستعمالات. يسمح الجزء الكروي من القمع بالرج الجيد للمذيبين كما يعطي مساحة كافية للتلامس بينهما، بينما الجزء السفلي يسمح بفصل جيد للأطوار.

4. العمل التطبيقي:

- سنقوم خلال هذه التجربة باستخلاص اليود (مادة صلبة) من محلول مائي باستعمال البنزين
- نضع داخل قمع الفصل المحلول المراد استخلاصه (اليود المذاب في 100مل من الماء) ثم نضيف الطور العضوي (50 مل من البنزين)
- بعد غلق القمع بواسطة السداة ، نمسكه باليدين جيداً بحيث تكون إحدى اليدين على الصنبور والأخرى على السداة ثم نقوم بالتحريك جيداً من أجل استخلاص اليود بشكل مثالي من خلال توفير سطح للتلامس بين الطورين كافي للوصول لتوازن الفصل بشكل سريع .
- يجب الأخذ بعين الاعتبار فتح الصنبور كل مرة لإنقاص الضغط داخل القمع الناجم من تبخر جزء من المذيب كون الوصول للتوازن بين الأطوار قد يكون ناشر للحرارة مما قد يرفع قليلاً الحرارة داخل القمع .
- نضع قمع الفصل على الحامل ثم ننزع السداة ونترك الأطوار تتفصل عن بعضها.
- نفتح الصنبور ونفصل كل طور على حدة، عادة ما يكون الطور المائي أكثر كثافة من الطور العضوي، وإذا حدث لبس في معرفة الأطوار نضع قطرة ماء داخل القمع ونتتبع مسارها.
- إن دعت الضرورة نعيد عملية استخلاص الطور المائي بواسطة طور عضوي جديد ثم نجمع جميع الأطوار العضوية ونبخرها للحصول على اليود.



وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الأول

العلامة

20 / ..

إستخلاص سائل - سائل

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

السنة الجامعية : 20.... / 20....

(1) ما الهدف من عملية الاستخلاص سائل-سائل

.....

.....

(2) ما لون اليود قبل و بعد إضافة المذيب؟

.....

.....

(3) على ماذا تعتمد هذه التقنية

.....

.....

(4) ماهي شروط اختيار المذيب؟

.....

.....

(5) ماهي الطريقة الكيميائية التي تمكننا من تحديد كمية اليود الموجودة في الطورين؟

.....

.....

(6) لماذا نفتح صنبور قمع الفصل من حين لآخر أثناء عملية الرج؟

.....

.....

(7) ماذا تستنتج فيما يخص كثافة البنزين والماء.

.....

.....

8) نأخذ $100ml$ من ماء اليود يحتوي على كتلة قدرها $m_0 = 10g$ من اليود ، نضعها في قمع الفصل، نضيف إليها $50ml$ من البنزين ، بعملية الرج والفصل تحصلنا على كتلة قدرها $m = 6.5g$ من اليود في الطور العضوي.

أ- أحسب كتلة اليود الموجودة في الطور المائي.

$$K_p = \frac{m.V_{aq}}{V_{org}.m_1}$$

ب- اثبت أن معامل الفصل يعطى بالعلاقة التالية:

ج- أحسب مقدار معامل الفصل.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الثاني

إعادة تبلور مادة عضوية

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

السنة الجامعية : 20.. / 20..

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:

الاثير 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 بالفلورين او بالهكسان الحلقي.

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.
 - اذا 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 والآخر رديء هذا الإجراء قد يعطي نتائج جيدة وطريقة استعمالهما تتم كما يلي :
 - نذيب في الساخن بواسطة المذيب الجيد
 - نضيف المذيب الثاني بعد تسخينه تدريجيا حتى يظهر تعكر في المزيج
 - نزيل التعكر بإضافة قطرات من المذيب الجيد
- وهذه بعض الثنائيات المستعملة عادة : ميثانول - ماء / إيثانول - ماء / حمض الخل - ماء / اسيتون - ماء / إيثانول - 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 .

3. التطبيق:

نريد تنقية كمية من حمض الساليسليك الحاملة لبعض الشوائب.

1.3. المواد والأدوات :

قمع بوخزر، حوجلة ترشيح ، ورق ترشيح ، مضخة هوائية ، كأس بيشر ، خلاط مغناطيسي ،دورق كروي ،جليد ،ماء مقطر، ملح الطعام ، مجفف ، حمض الساليسليك 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 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 لطرود 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 ₂ H ₄ O ₂	60.052	118	16.6	1.0446	Miscible
acetone	C ₃ H ₆ O	58.079	56.05	-94.7	0.7845	Miscible
acetonitrile	C ₂ H ₃ N	41.052	81.65	-43.8	0.7857	Miscible
benzene	C ₆ H ₆	78.11	80.1	5.5	0.8765	0.18
1-butanol	C ₄ H ₁₀ O	74.12	117.7	-88.6	0.8095	6.3
2-butanol	C ₄ H ₁₀ O	74.12	99.5	-88.5	0.8063	15
2-butanone	C ₄ H ₈ O	72.11	79.6	-86.6	0.7999	25.6
<i>t</i> -butyl alcohol	C ₄ H 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 ₆ H ₅ Cl	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 ₆ H ₁₂	84.16	80.7	6.6	0.7739	0.0055
1,2-dichloroethane	C ₂ H ₄ Cl ₂	98.96	83.5	-35.7	1.245	0.861
diethylene glycol	C ₄ H ₁₀ O ₃	106.12	246	-10	1.1197	10
diethyl ether	C ₄ H ₁₀ O	74.12	34.5	-116.2	0.713	7.5
diglyme	C ₆ H ₁₄ O ₃	134.17	162	-68	0.943	Miscible

1,2-dimethoxy-ethane	C ₄ H ₁₀ O ₂	90.12	84.5	-69.2	0.8637	Miscible
dimethyl-formamide	C ₃ H ₇ NO	73.09	153	-60.48	0.9445	Miscible
dimethyl sulfoxide	C ₂ H ₆ OS	78.13	189	18.4	1.092	25.3
1,4-dioxane	C ₄ H ₈ O ₂	88.11	101.1	11.8	1.033	Miscible
ethanol	C ₂ H ₆ O	46.07	78.5	-114.1	0.789	Miscible
ethyl acetate	C ₄ H ₈ O ₂	88.11	77	-83.6	0.895	8.7
ethylene glycol	C ₂ H ₆ O ₂	62.07	195	-13	1.115	Miscible
glycerin	C ₃ H ₈ O ₃	92.09	290	17.8	1.261	Miscible
heptane	C ₇ H ₁₆	100.20	98	-90.6	0.684	0.01
hexane	C ₆ H ₁₄	86.18	69	-95	0.659	0.0014
methanol	CH ₄ O	32.04	64.6	-98	0.791	Miscible
methyl <i>t</i> -butyl ether	C ₅ H ₁₂ O	88.15	55.2	-109	0.741	5.1
methylene chloride	CH ₂ Cl ₂	84.93	39.8	-96.7	1.326	1.32
nitromethane	CH ₃ NO ₂	61.04	101.2	-29	1.382	9.50
pentane	C ₅ H ₁₂	72.15	36.1	-129.7	0.626	0.04
Petroleum ether	--	--	30-60	-40	0.656	--
1-propanol	C ₃ H ₈ O	60.10	97	-126	0.803	Miscible
2-propanol	C ₃ H ₈ O	60.10	82.4	-88.5	0.785	Miscible
pyridine	C ₅ H ₅ N	79.10	115.2	-41.6	0.982	Miscible
tetrahydrofuran	C ₄ H ₈ O	72.106	65	-108.4	0.8833	30
toluene	C ₇ H ₈	92.14	110.6	-93	0.867	0.05
triethyl amine	C ₆ H ₁₅ N	101.19	88.9	-114.7	0.728	0.02
water	H ₂ O	18.02	100.00	0.00	0.998	--
water, heavy	D ₂ O	20.03	101.3	4	1.107	Miscible
<i>o</i> -xylene	C ₈ H ₁₀	106.17	144	-25.2	0.897	Insoluble
<i>m</i> -xylene	C ₈ H ₁₀	106.17	139.1	-47.8	0.868	Insoluble
<i>p</i> -xylene	C ₈ H ₁₀	106.17	138.4	13.3	0.861	Insoluble

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الثاني

العلامة

20 / ..

إعادة تبلور مادة عضوية

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

(1) أين تستعمل تقنية إعادة التبلورة؟

.....

.....

.....

(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 استعمال هذه التقنية في تنقية مادة سائلة؟ أعط طريقة لتنقيتها.

.....

.....

.....

7) ماهي كتلة حمض البنزويك العملية الجافة المتحصل عليها؟

8) أحسب مردود إعادة التبلور؟

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

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الثالث

التقطير التجزيئي

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

السنة الجامعية : 20.. / 20..

1. مقدمة :

لتقطير بالتجزئة أو التقطير الجزأ أو التجزيئي هو عملية فصل مخلوط إلى مكوناته (أجزائه) الأصلية باستخدام التجزئة، مثل فصل المركبات الكيميائية عند درجة غليانها عن طريق تسخينها إلى درجة حرارة تتبخر عندها المكونات.

وغالبا ينفصل السائل المقطر ويكون عبارة عن مخلوط من السائل ذو درجة غليان منخفضة والسائل ذو درجة غليان التي تليها. فإذا كان الفرق في درجة غليان السوائل قليلا، فيجب توصيل عدة أجهزة للتقطير متتابعة، تعمل على فصل السوائل التي لا تزال متداخلة مع بعضها، وهذا هو أسلوب التقطير الجزأ.

2. الهدف:

- التعرف على تقنية التقطير الجزأ.
- فصل مزيج مكون من بنزين وطولوين.

3. المبدأ:

يتم تسخين المحلول السائل ببطء حتى الغليان. هذا الغليان يتوافق مع تبخير المركب الأكثر تطايرا. كما هو الحال في التقطير البسيط، يتم تكثيف الأبخرة للحصول على المنتج النقي A ، يجمع في الإناء الأول. يكون المحلول السائل (في الدورق) خالياً من المنتج A نقوم. بتغيير إناء استقبال القطير فترتفع درجة حرارة الخليط السائل من أجل جمع مكون B الأقل تطايرا من B وهكذا الى نهاية مكونات الخليط.

في كثير من الأحيان، تكون السوائل التي يتم فصلها إما متقاربة في درجة حرارة الغليان أو عالية الألفة فيما بينهما. عندما ترتفع الأبخرة في عمود الفصل ، فإنها تبرد وتتكثف على السطح الداخلي للعمود. ثم يتم تسخين هذا السائل تدريجياً بواسطة الأبخرة المتصاعدة الأخرى حتى يتم تبخيره مرة أخرى. ومع ذلك ، فإن تكوين هذه الأبخرة الجديدة لا يتشابه مع تكوين الأبخرة الأولية ، ومع ذلك ، فإن تكوين هذه الأبخرة الجديدة لا يتشابه مع تكوين الأبخرة الأولية ، فهي أكثر تركيزاً في المكون الأكثر تطايرا.

كل دورة تبخير - تكاثف تحدث داخل عمود الفصل (تسمى صفيحة نظرية) تؤدي إلى زيادة في تركيز المركب الأكثر تطايراً. لذلك يمكننا أن نميز العمود حسب عدد اللوحات النظرية: كلما كان أعلى ، كلما كان العمود قادراً على تجزئة الخليط بدقة.

4. المواد والأجهزة المستعملة:

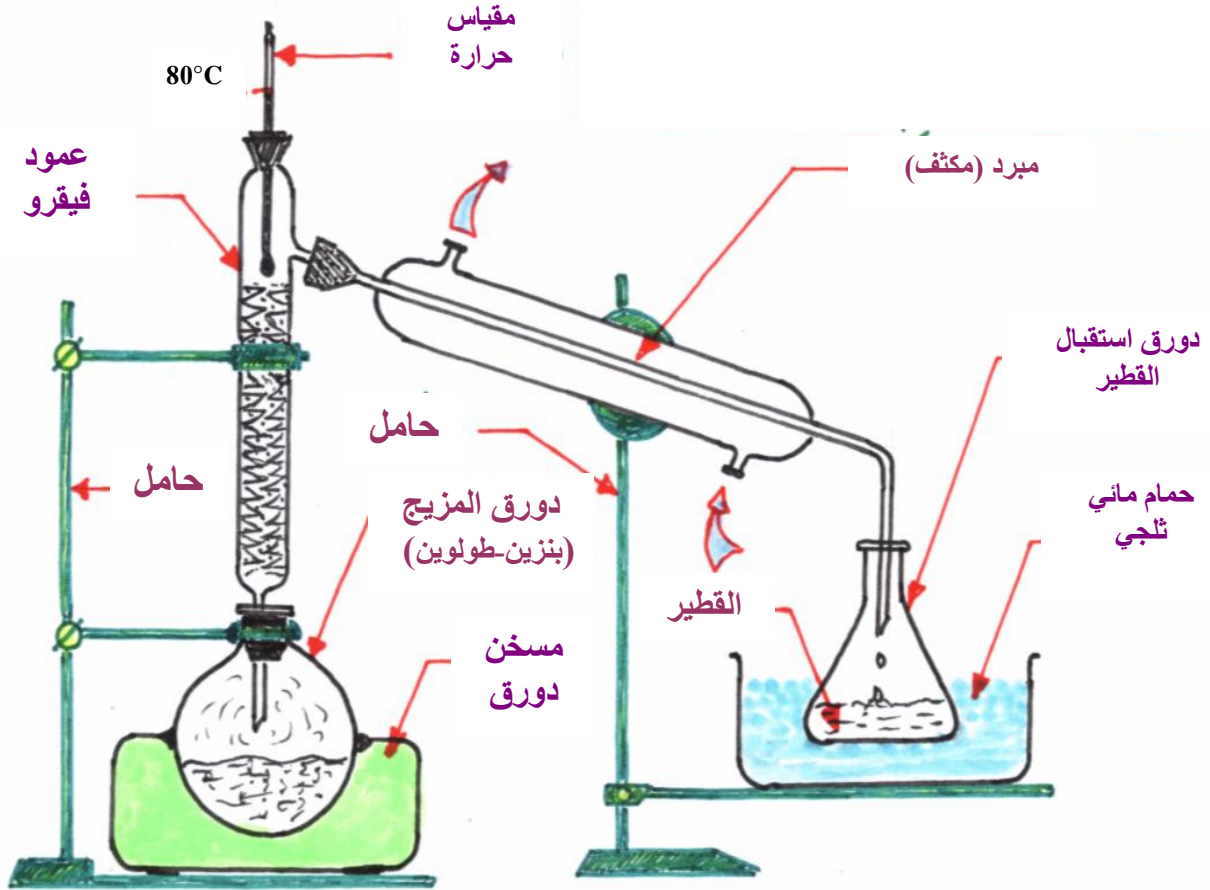
- المواد :
- ماء مقطر، ماء ثلجي ، بنزين وطولوين.

- الأجهزة:

دورق كروي 500مل، عمود فيقرو ،مكثف، حمام مائي، مسخن دورق كروي، مقياس حرارة، سدادات، ارلن ماير سعتها 150 سم³ ، حجر الخفان.

5. طريقة العمل:

نقوم بتحضير مزيج بنزين / طولوين (50/50) ثم يسكب في الدورق الكروي إلى حوالي نصف حجمه.
نقوم بتركيب الجهاز كما هو ممثل في الشكل أسفله.
نجري التقطير التجزيئي بحيث يسقط القطير بسرعة قطرة لكل ثانية.
نغير إناء إستقبال القطير الثاني عندما نلاحظ تناقص في قطرات المقطر مع ارتفاع في درجة حرارة المقياس.



سجل درجات الحرارة الملاحظة عند الحصول على القطيرين وحجمهما.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخضر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الثالث

العلامة

20 / ..

التقطير التجزيئي

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

السنة الجامعية : 20.. / 20..

(1) أكمل الجدول

$m_1(g)$	$V_1(ml)$	$T_1(^{\circ}C)$	القطير الأول
$m_2(g)$	$V_2(ml)$	$T_2(^{\circ}C)$	القطير الثاني

(2) هل تبقى درجة الحرارة T_1 ثابتة لعدة دقائق. ماذا تستنتج.

.....

.....

.....

.....

(3) أستنتج المركب التقطير الأول

.....

.....

(4) ماذا تلاحظ عند إنتهاء القطير الأول

.....

.....

(5) هل تبقى درجة الحرارة T_2 ثابتة لعدة دقائق. ماذا تستنتج.

.....

.....

.....

.....

(6) استنتج كثافة كل من القطيرين.

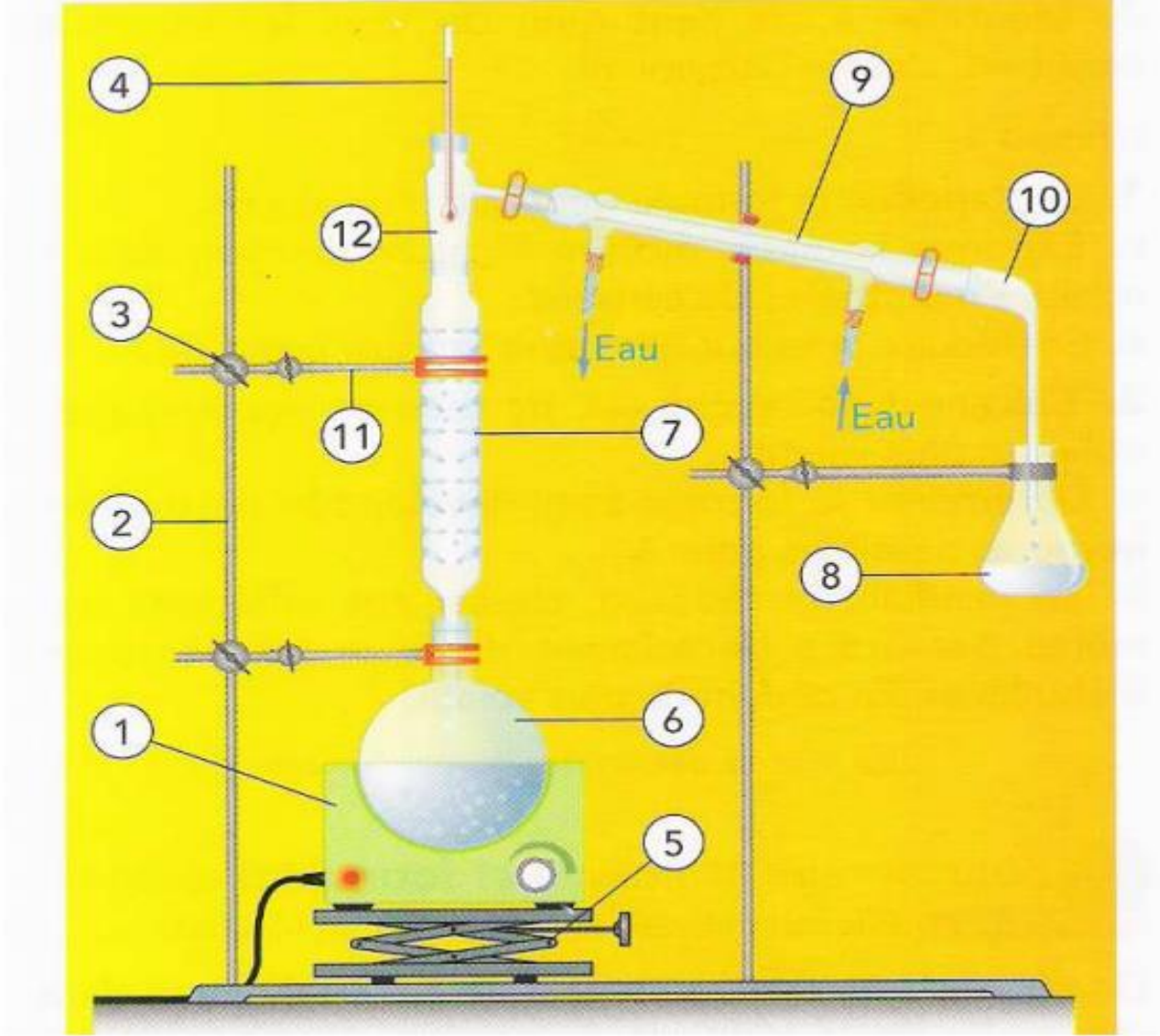
.....

.....

.....

.....

(7) أنسب البيانات للأرقام المبينة بالتركيب التالي:



(8) حدد نقاط اتصال دخول وخروج الماء في المكثف. هل يمكننا عكس هذه الروابط؟

(9) لماذا تضع دعامة للرفع بدلاً من وضع السخان على المقعد؟

.....

 (10) هل أدى التقطير التجزيئي هنا إلى فصل كل مكونات الخليط؟

المعطيات :

الطولوين	البنزين	
110.6	80,1	درجة الغليان (°C)
0.867	0.876	الكثافة

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الرابع

تحضير الصابون

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

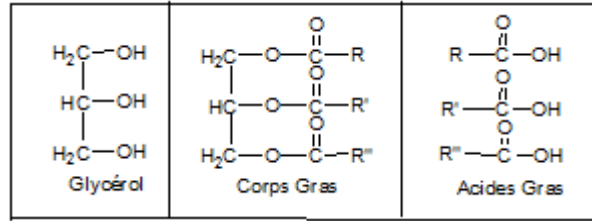
السنة الجامعية : 20.. / 20..

1. مقدمة :

1.1. تركيب المادة الدهنية:

المواد الدهنية هي مركبات طبيعية من أصل نباتي أو حيواني ، تسمى الدهون، تتكون أساسا من الدهون الثلاثية ، فهي ثلاثية الأستر لأحماض دهنية وكحول الجليسرول:

- الجليسرول كحول ثلاثي يسمى (propan-(1,2,3) triol) .
- الأحماض الدهنية هي أحماض كربوكسيلية ذات سلاسل كربون طويلة غير متفرعة لها عدد زوجي من ذرات الكربون بين (4 و 22)



هناك أحماض دهنية مشبعة وغير مشبعة :

أ. الأحماض الدهنية المشبعة :

حمض البالميتيك أو هكساديكانويك $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOH}$ (hexadécanoïque)

حمض الستياريك أو حمض اكتاديكانويك $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$

ب. أحماض دهنية غير مشبعة

حمض الأوليك أو $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$ (acide octadéc-9-énoïque)

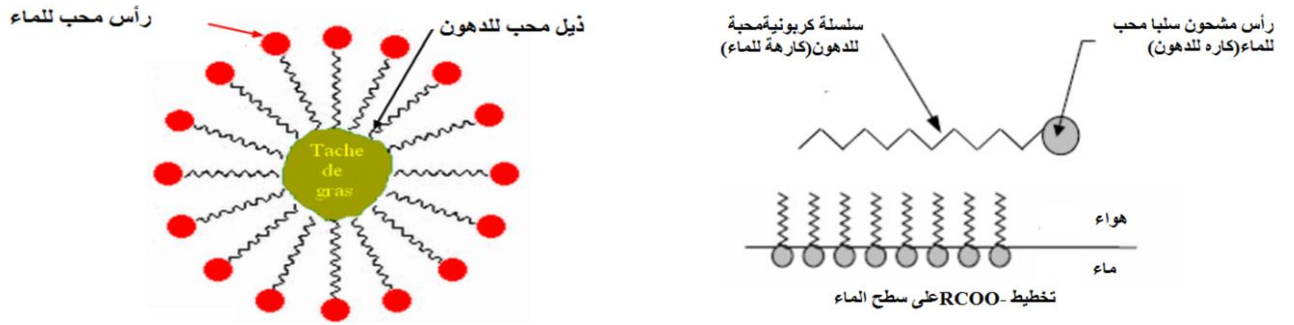
حمض اللينولييك $\text{C}_{17}\text{H}_{31}\text{COOH}$

2.1. خصائص الصابون:

الصابون هو مزيج من كربوكسيلات الصوديوم أو البوتاسيوم ، ذو الصيغة العامة R-COOK أو R-COONa

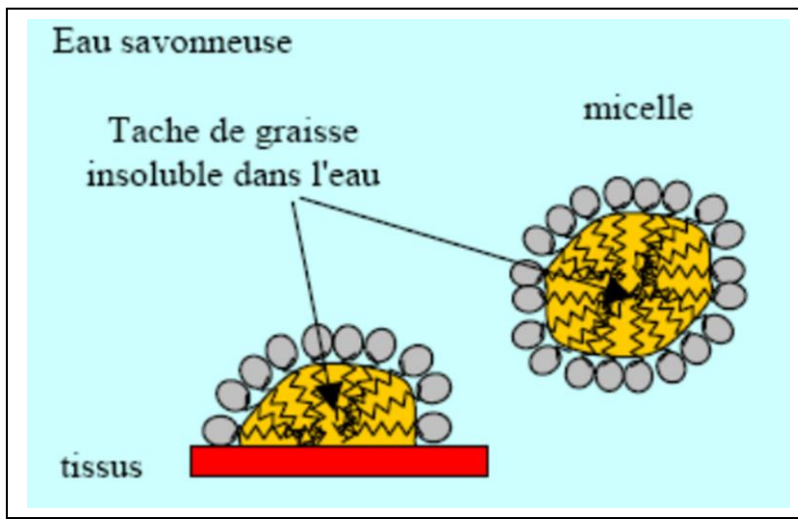
خصائص التنظيف للصابون ترجع إلى أيونات الكربوكسيلات (R-COO^-) والتي لديها:

- رأس محب للماء COO^- (هيدروفيل) مشحون سالبًا ، والذي يحيط بجزيئات الماء القطبية.
- نهاية محبة للدهون R (هيدروفوب): لديها قدرة كبيرة نحو الانجذاب لسلاسل الكربون الموجودة في الدهون، ولكن كارهة للماء التي لا تتفاعل مع جزيئات الماء ، لأنها ليست قطبية.



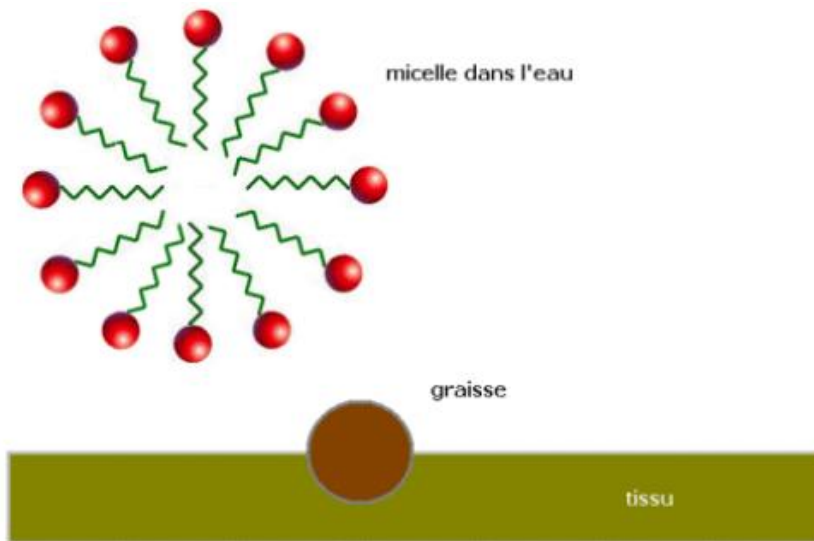
3.1. طريقه النتائج:

في تركيز منخفض للصابون في الماء ، يتم تنظيم أيونات الكربوكسيل في كرات صغيرة قطرها حوالي 100 نانومتر ، تسمى المذائيل (micelles).

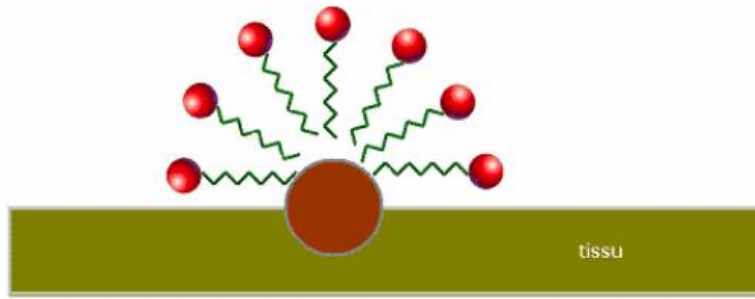


إن تكوين المذائيل يجعل من الممكن الانحلال في الماء لبقعة زيت موجودة على قماش.

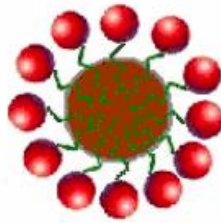
- الخطوة الأولى: الصابون يشكل مذيلة في الماء.



- الخطوة الثانية: تحيط المذيلة بالدهون عن طريق الأجزاء المحبة للدهون (hydrophobic).



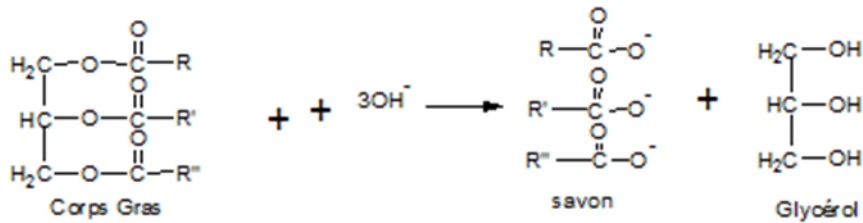
- الخطوة الثالثة: الشحم، الموجود في الجزء المحبب للدهون من الصابون، يتم تجريفه أثناء الشطف.



2. المبدأ:

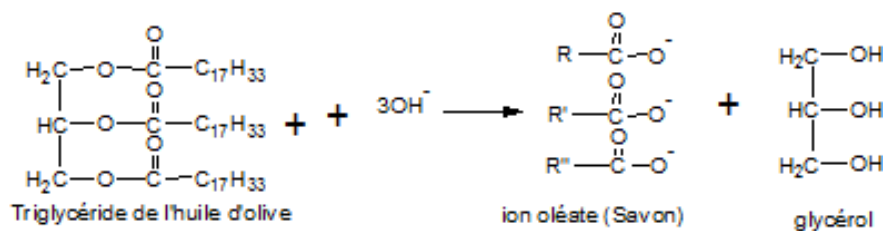
مثل جميع الإسترات ، يمكن تحلل الدهون من تأثير الماء الساخن. إذا كان هذا التحلل المائي بفعل NaOH أو KOH ، يطلق عليه التصبن.

يتم الحصول على الصابون عن طريق تفاعل التصبن لأستر ثلاثي تسمى مواد دهنية أو ثلاثي الغليسريد. يؤدي عمل هيدروكسيد الصوديوم أو هيدروكسيد البوتاسيوم على الغليسريد الثلاثي إلى كربوكسيلات الصوديوم (أو البوتاسيوم) الذي يشكل الصابون والجلسريول.



الغرض من هذا العمل التطبيقي هو تصنيع الصابون من زيت الزيتون.

إذا اعتبرنا أن زيت الزيتون يتكون فقط من الأولين (60 إلى 80%) ، وهو ثلاثي الأستر الناتج عن استرة كحول الجلسرول وحمض الأوليك $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$ ؛ عندما يتم تفاعل هيدروكسيد الصوديوم المركز مع الأوليين ، يتم الحصول على كحول الجلسرول وأوليبيات الصوديوم (صابون) ، وهي مادة صلبة بيضاء قابلة للذوبان بدرجة كبيرة في الماء المالح ، وفقاً لمخطط التفاعلي التالي:



يسمح الفصل بالتمليح بالحصول على الصابون ، وذلك بإضافة المزيج التفاعلي إلى محلول مشبع من ملح الطعام ، فيترسب الصابون.

3. طريقة العمل :

الحذر من هيدروكسيد الصوديوم. تجنب ملامسته الجلد أو العينين مع ارتداء القفازات أثناء الإجراء.

1.3. مبدأ الفصل بالتمليح:

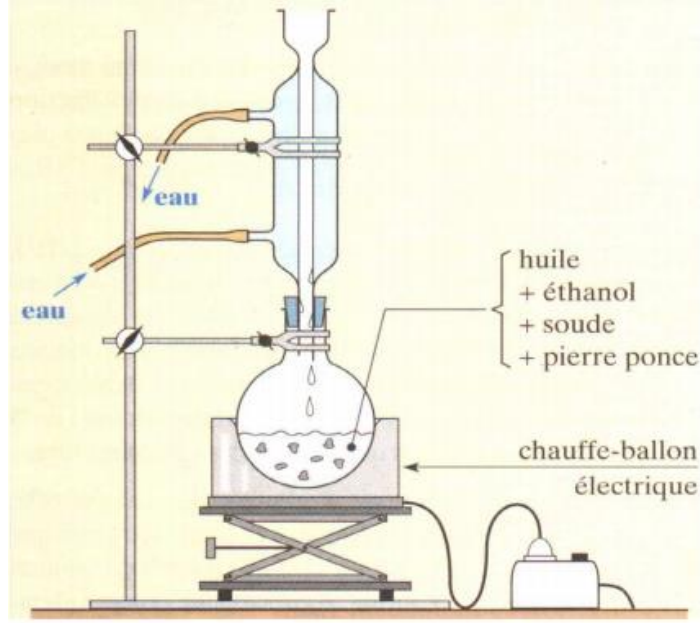
هو عملية تجرى عندما يكون المنتج قابل للذوبان في كل من الماء وسائل آخر غير قابلين للمزج ، يتم إضافة كمية صغيرة من كلوريد الصوديوم إلى الخليط السائل لتسهيل الفصل. في الواقع ، فإن ذوبانية المنتج المعني تكون في الماء المالح أقل منه في الماء النقي (زيادة القوة الأيونية للوسط). بالإضافة إلى ذلك ، تكون كثافة الطور المائي المالح أكبر من كثافة الماء. يسمح الفصل بالتمليح بترسيب الصابون: الصابون قليل الذوبان في الماء المالح عكس الجليسيرول والصودا.

2.3. طريقة العمل:

- تفاعل تصبن:

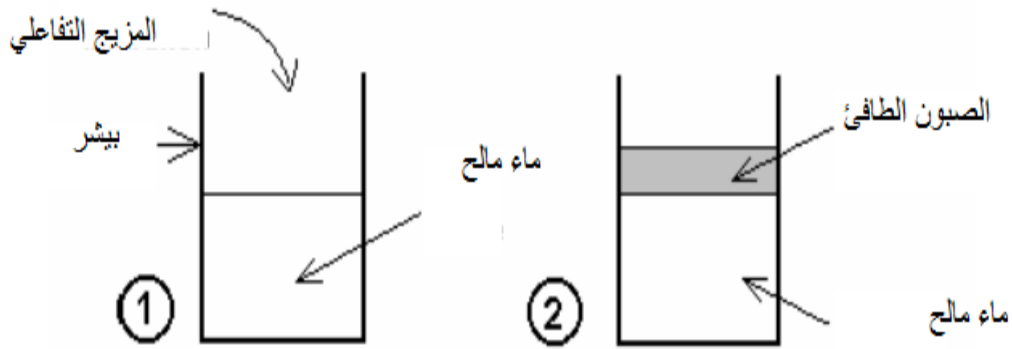
في دورق كروي سعة 250 مل ، ندخل 20 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم (8 مول / لتر) و 20 مل من الإيثانول 95⁰. نرج ، من أجل ذوبان الصودا.

نضيف 10 مل من زيت الطعام الذي يتكون فقط من الأولين وعدد قليل من حبيبات الخفاف. نقوم بتركيب المكثف الإرتدادي المائي ، نسخن المزيج التفاعلي لمدة 30 دقيقة لمدة دون تجاوز 90⁰ م .



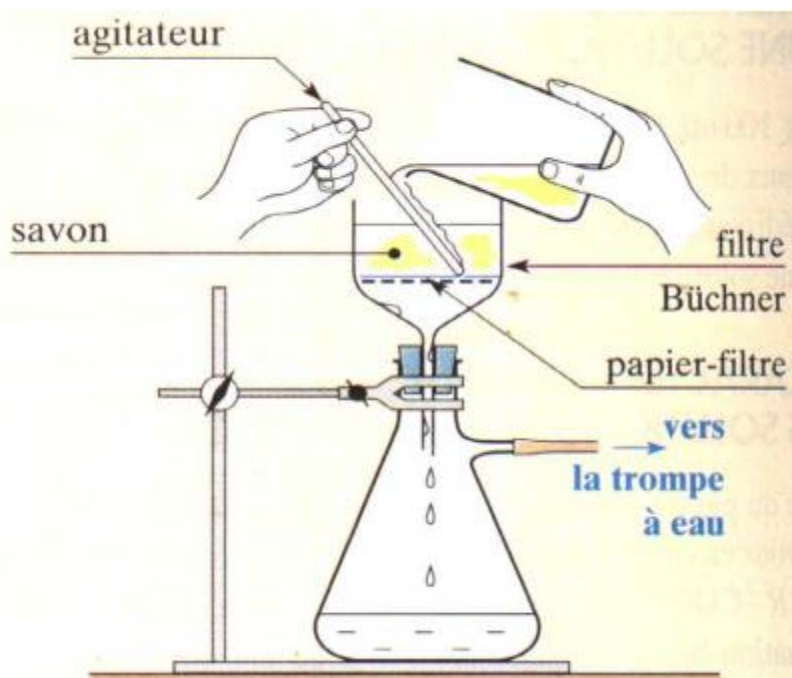
- الفصل بالتمليح:

في نهاية التسخين ، نصب محتويات الدورق في كأس يحتوي على محلول من كلوريد الصوديوم (20 غ من كلوريد الصوديوم في 100 مل من الماء). نلاحظ وجود طبقة من مادة صلبة صفراء تطفو على سطح الماء المالح ، وهو الصابون المتشكل. تسمى هذه العملية بالفصل بالتمليح.



- الترشيح والغسيل :

نرشح المزيج باستعمال مرشح بوخزر ذو قطر كبير. اغسل الصابون بالماء المثلج في مرشح بوخزر. نقيس pH الرشاحة. نتركه يجف (نشكله بوضعه في قالب). إذا كان الترشيح تحت الفراغ بطيئاً جداً ، استخدم الترشيح العادي ، نقوم بتصفية محتويات الدورق ونجمع الصابون .



ملاحظات:

- لحساب مردود تصنيع الصابون ، يجب تجفيف الصابون جيدا. وضعها في الفرن ، ثم سحقها ، ثم وضعها في الفرن حتى تصل إلى كتلة ثابتة.
 - لا يزال الصابون الذي تم الحصول عليه يحتوي على الصودا: يجب تجنب ملامسة الجلد.
 - إختبار خصائص رغوة الصابون:
- نأخذ قطعة صغيرة من الصابون ونضعها في أنبوب اختبار. إضافة 2 إلى 3 مل من الماء المقطر مع الرج فنتشكل رغوة.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الرابع

العلامة

20 / ...

تحضير الصابون

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

(1) لماذا تمت إضافة الإيثانول؟

(2) ما الهدف من استخدام حجر الخفان؟

(3) ما هو الغرض من استعمال الماء المالح؟

(4) إذا اعتبرنا أن زيت الطعام يتألف فقط من الأولين وهو أستير ثلاثي ناتج عن أسترة الجلسرول وحمض الأوليك ($C_{17}H_{33}COOH$). اكتب الصيغة المفصلة للأولين.
أ. حساب الكميات الأولية من زيت الطعام والصودا وأستنتج الكاشف الفائض.

ب. تحديد الكتلة القصوى للصابون الجاف التي يمكن الحصول عليها.

تعطى : $M(\text{Oléine}) = 884 \text{ g/mol}$, $\rho = 0,90 \text{ g / ml}$, $M(\text{Oléate de sodium}) = 304 \text{ g/mol}$

5) ارسم وسمي مخطط التركيب التجريبي للترشيح المستعمل.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الخامس

صناعة الأسبرين

من إعداد الدكتور

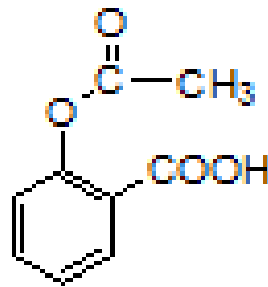
جمال عطيه

السنة الجامعية : 20.. / 20..

1. مقدمة:

الأسبرين (أو حمض أسيتيل الساليسيليك) هو جزء من عائلة الساليسيلات. معظم هذه المركبات موجودة في اللحاء والأوراق والأجزاء الأخرى من نبات الصفصاف. تم استخدام مستخلصات نبات الصفصاف منذ العصور القديمة لخصائصها العلاجية. تم العثور على أثر مستخلص ناتج من غلي أوراق الصفصاف في بردية مصرية تعود إلى عام 1550 قبل الميلاد. بحلول القرن الرابع ، وصف أبقرط ، الطبيب اليوناني ، مستخلص ناتج من غلي لحاء الصفصاف لتخفيف الألم والحمى.

حمض أسيتيل الساليسيليك هو مكون نشط للعديد من الأدوية مع خصائصه المسكنة ، خافض للحرارة ومضاد للالتهابات. كما أنه يستخدم كمركب مضاد للصفائح.



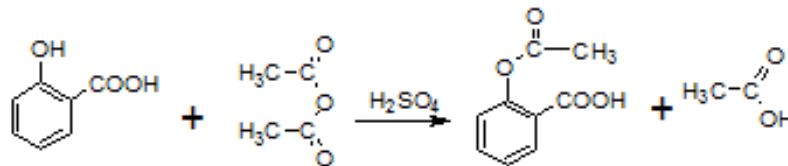
Acide 2-acétyloxybenzoïque (acide acétylsalicylique)

2. الهدف من العمل التطبيقي:

- تحضير الأسبرين.
- حساب مردود التصنيع.

3. المبدأ:

يحضر الأسبرين بإدخال زمرة أستيل بدل ذرة الهيدروجين في مجموعة الهيدروكسيل لحمض الساليسيليك ويتم ذلك باستعمال كلور الأسيل أو لا ماء حمض الأستيك وبوجود حمض الكبريت المركز كوسيط.



يحدث التفاعل بدون مذيب ويتم فصل الأسبرين الخام عن المحفز وحمض الأستيك الناتج بالغسيل بالماء (حيث يكون الأسبرين غير قابل للذوبان بشكل جيد) ويعاد بلورته بمزيج من الإيثانول / الماء.

4. المواد والأجهزة المستعملة:

- الأدوات : دورق كروي، حمام مائي، خلاط مغناطيسي، مبرد، حوجلة الترشيح، قمع بوخن، ورق ترشيح، مضخة هوائية، مجفف.

- المواد : الماء المقط، حمض الساليسيليك ، لاماء حمض الاستيك، حمض الكبريت المركز .

5. طريقة العمل :

نضع في دورق كروي :5غ من حمض الساليسيليك ،7مل من لا ماء حمض الاستيك ،5قطرات من حمض الكبريت المركز.

نضع الدورق في حمام مائي درجة حرارته 70 0 م لمدة 20دقيقة مع التحريك. بعدها يترك الدورق يبرد ثم نصب فيه 50مل من الماء البارد به قطع جليد مع التحريك فيتشكل راسب ابيض ذو شكل بلوري إبري.

نرشح الناتج باستعمال الترشيح تحت الفراغ، نغسل بالماء البارد عدة مرات فوق ورقة الترشيح ، نعيد بلورة الراسب بإذابته في الماء المقطر الساخن حتى الغليان ثم نرشحه وبعد بلورته نرشحه ثانية على البارد ، نجفف الراسب في فرن درجة حرارته من 80 الى 100 0 م لمدة نصف ساعة ثم نزنه .

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أم القرى - مكة المكرمة

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الخامس

العلامة

20 / ...

صناعة الأسبرين

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

(1) أكتب ميكانيزم التفاعل الحاصل؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(2) ما دور الماء البارد؟

.....

.....

(3) أحسب مردود التصنيع

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(4) ما دور حمض الكبريت المركز؟

.....

.....

(5) أحسب مردود إعادة التبلور

.....

.....

(6) أذكر بعض إستعمالات الأسبرين

.....

.....

.....

.....

.....

.....

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي السادس

تحضير حمض البنزويك

إنطلاقا من الطولوين

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

1. عموميات :

1.1. حمض البنزويك:

حمض البنزويك هو مادة حافظة تستخدم في العديد من مستحضرات التجميل والمنتجات الصيدلانية ، وهي موجودة بشكل طبيعي في البروبوليس (منتج ثانوي من العسل) وفي التوت البري (شجيرات التوت الحمراء الصالحة للأكل).

يستخدم في كثير من الأحيان كمادة حافظة (E 210) في بعض الأطعمة مثل عصائر الفاكهة.

حمض البنزويك وأملاحه (بنزوات الصوديوم أو البوتاسيوم) فعالة ضد الخمائر وبدرجة أقل ضد العفن. قابلية الذوبان لأنواع كيميائية تمثل عند درجة حرارة معينة ، الحد الأقصى من كمية المادة التي يمكن حلها لكل لتر من المحلول. على الرغم من كونه حمض ضعيف ، حمض البنزويك قابل للذوبان بشكل طفيف في الماء وذلك بسبب وجود حلقة البنزين اللاقطبية. تزداد قابلية ذوبان حمض البنزويك في الماء مع زيادة درجة الحرارة. يتم استخدام هذه الخاصية في عملية تنقية المنتج بإعادة التبلور.

الصيغة الجزيئية: C_6H_5COOH

المظهر: مسحوق أبيض، درجة غليانه $(T_{fus} = 122^\circ C)$.

الفرد الكيميائي	$C_6H_5CH_3$	C_6H_5COONa	C_6H_5COOH	C_6H_{12}	$KMnO_4$
الانحلال في الماء	ضعيف	كبير	ضعيف	لا يذوب	كبير
الانحلال في حلقي الهكسان	كبير	لا يذوب	ضعيف جدا		لا يذوب
الكتلة المولية	92	144		84	158
الكثافة	0.867	1.44	1.3	0.778	

2.1. المضافات الغذائية:

المضافات الغذائية هي المواد المضافة بكميات صغيرة إلى الأطعمة من أجل لتحسين بعض خصائصها: اللون والطعم والملبس والحفظ ... طبيعية أو يتم إدراج هذه الإضافات وفقاً لرمز دولي يتكون من الحرف E متبوعاً به عادة ثلاثة أرقام.

[E181-E100]: ملونات غذائية، [E200 - E297]: مواد حافظة، [E300 إلى E321]: مضادات الأكسدة،

[E710 - E713]: مضادات حيوية.

2. صناعة حمض البنزويك

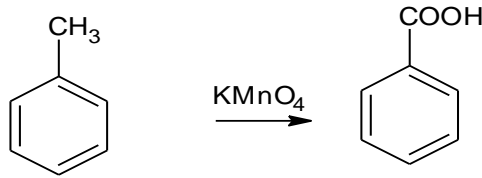
1.2. الدراسة النظرية:

1.1.2. الهدف :

- تحقيق تفاعلات أكسدة المجموعة الجانبية للحلقة الأروماتية.
- تطبيق تقنية إعادة التبلور.
- حساب مردود التفاعل.

2.1.2. المبدأ :

حمض البنزويك مادة صلبة بيضاء اللون بلورية، حمض ضعيف له $pK_a=4.2$ ضعيف الانحلال في الماء عند 25م ينحل 3غ/ل أو 56.31غ/ل عند درجة حرارة $100\text{ }^\circ\text{C}$ ، درجة انصهاره $122\text{ }^\circ\text{C}$ ، كتلته المولية 122غ/مول. يحضر حمض البنزويك انطلاقاً من أكسدة المجموعة الجانبية (مثيل) في مركب الطولوين بواسطة برمنغنات البوتاسيوم المركز في وسط معتدل أو قاعدي.



من التفاعلات المهمة في كيمياء المواد الأروماتية هي أكسدة المجموعة الجانبية التي تحتوي على الكربون وتحويلها إلى حمض أروماتي وذلك بواسطة مؤكسد قوي مثل برمنغنات البوتاسيوم، يستعمل هذا التفاعل عادة لمعرفة عدد المجاميع الجانبية ومواقعها في المركب الأروماتي ويعتبر من الطرق الجيدة لتحضير الحوامض الأروماتية.

2.1.2. الوسائل و المواد المستعملة:

- الوسائل :

ميزان حساس ، ورق كروي ذو فتحتين ، مسخن دورق ، حجر الخفان ، بيشر ، زجاجة ساعة ، مكثف، حامل ، قمع بوخزر ، حوجلة الترشيح تحت الفراغ ، حباية إبانة ، ورق ترشيح .

- المواد :

مسحوق برمنغنات البوتاسيوم KMnO_4 ، حمض الهيدروكلوريك HCl المركز (37%) ، ماء مقطر ، الطولوين (كثافته 0.867).

3.1.2. طريقة العمل :

نأخذ ورق كروي ذو فتحتين سعته 250مل مجهز بمكثف ارتدادي و حباية إبانة سعتها 250مل. نضع به: 12غرام من مسحوق KMnO_4 و 50مل ماء مقطر وحببيات من حجر الخفان ثم نسخن المحلول حتى الغليان. نسكب في الدورق ونبطئ بواسطة حباية الإبانة 7سم 3 من الطولين ثم نقوم بغليانه لمدة 2 ساعة .

نضيف 5 مل من الميثانول واستمر في التسخين لمدة 5 دقائق. فك التركيب واترك المحلول يبرد رشح بعد ذلك المحتوى .
اضف للرشاحة 7 مل من محلول HCl المركز ،فيترسب حمض البنزويك على شكل بلورات بيضاء ، نرشح المحتوى ثم
نغسله بقليل من الماء البارد. نعيد بلورته بإذابته في 150 مل من الماء حتى الغليان نرشحه ، نبرد على حمام ثلجي نرشحه
ونجفئه ثم نزنه.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخضر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي السادس

العلامة

20 / ..

تحضير حمض البنزويك

إنطلاقا من الطولين

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

(1) أكتب المعادلة الأكسدة-الإرجاعية الإجمالية للبولوين .

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(2) ما دور حمض كلور الماء؟ علل ذلك بمعادلة تفاعل؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(3) أحسب كمية المواد المستعملة. محددًا ستكيومتريّة المزيج التفاعلي

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(4) حدد المادة الفائضة . علل ذلك.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

أحسب مردود التفاعل

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(5) أذكر بعض استعمالات حمض البنزويك؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(6) ماهي المادة الصلبة المعزولة في الترشيح الأول؟

.....

.....

(7) ما الهدف من إضافة الميثانول؟ علل ذلك بمعادلة تفاعل.

.....

.....

.....

.....

(8) ما دور حجر الخفان؟

.....

.....

(9) ما هي الأنواع الكيميائية الموجودة في الطور العضوي؟ (انظر بيانات الجدول أعلاه).

.....

.....

(10) ما هو دور المبرد الإرتدادي؟ ماذا سيحدث في غيابه؟

.....

.....

.....

.....

(11) أرسم وسمي المخطط التجريبي لتحضير حمض البنزويك

.....

.....

.....

.....

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة الأخضر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي السابع

صناعة النتروبنزن

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

السنة الجامعية : 20.. / 20..

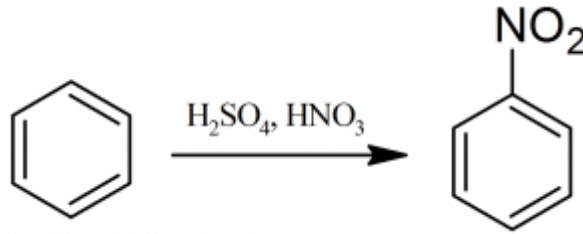
1. عموميات :

نيتروبنزين ذو الصيغة الكيميائية $C_6H_5NO_2$ ، هو مركب عضوي عطري. نيتروبنزين هو مركب له مظهر زيتي ، عطري تشبه اللوز تنبعث منها الأبخرة السامة لأكاسيد النيتروجين عند الاحتراق. يستخدم بشكل أساسي في تصنيع الأنيلين ، في تصنيع زيوت التشحيم ، الأصباغ ، المبيدات ، والمطاط الصناعي. يؤدي التعرض للنيتروبنزين إلى تهيج الجلد والعينين والجهاز التنفسي ، التعب ، وضيق التنفس ، والدوخة ، واضطراب الرؤية ، وضيق التنفس ، والانهيار وحتى الموت. كما يدمر الكبد والطحال والكليتين والجهاز العصبي المركزي. من المحتمل أن تكون مادة مسرطنة.

النيتروبنزين هو سائل عديم اللون و سام و قابل للاشتعال. لديها مؤشر الانكسار عالية. قليل الذوبان في الماء ولكن لديه قابلية جيدة للذوبان في الكحول ، الأثير والبنزين.

2. المبدأ:

تعتمد على تفاعل البنزين مع حمض النتريك في وسط حمضي وفق التفاعل التالي :



3. الأدوات والمواد المستعملة :

- المواد :

حمض النتريك المركز ، حمض الكبريت المركز ، البنزين ، ماء مقطر ، كلوريد الكالسيوم اللامائي.

- الوسائل:

مخبر مدرج 100مل، محرار، خلاط مغناطيسي، قمع الفصل، حمام مائي، مكثف ارتدادي،

4. تحضير النيتروبنزن :

نضع في دورق كروي 71.5 مل من حمض النتريك المركز ($d = 1.4$) ثم نضيف له تدريجيا تحت التبريد في حمام ثلجي والرج مقدار 81.5 مل من حمض الكبريت المركز ($d = 1.84$) .

نضيف 57 مل من البنزين تدريجيا مع التقليب المستمر، فإذا ارتفعت درجة الحرارة فوق 50-60 °م ، فإن التفاعل النترج ينقطع ،عندها يبرد الدورق بالماء الجليدي.

عند إضافة كل البنزين ، يتم إرفاق مكثف ارتدادي بدورق التفاعل ويسخن الخليط بلطف لمدة ساعة عند درجة حرارة ما بين 50-60°م مع التحريك المستمر للمزيج التفاعلي.

بعد تبريد خليط التفاعل ، يتم فصل الطبقة السفلية ، المكونة من أحماض الكبريت و النتريك ، عن الطبقة العليا للنيتروبنزن في قمع الفصل وذلك بتحريك النيتروبنزين ($d = 1.2$ غ / م) في قمع الفصل عدة مرات مع كميته من الماء.

نجفف المنتج باستخدام مسحوق كلوريد الكالسيوم حتى يصبح السائل في البداية ذو مظهر حليبي واضح. أخيراً ، يتم تنقية النتروبنزن بواسطة تقطير عند درجة حرارة 206-207 °م . يجب ألا يتم إجراء عملية التقطير بشكل كامل على الجاف أو يسمح بارتفاع درجة الحرارة فوق 214 °م.

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - مصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي السابع

العلامة

20 / ..

صناعة النتروبنزن

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

السنة الجامعية : 20.. / 20..

(1) ما دور حمض الكبريت؟ علل ذلك بمعادلة تفاعل؟

(2) أكتب ميكانيزم التفاعل الحاصل.

(3) أحسب كمية المواد المستعملة.

(4) حدد المادة الفائزة . علل ذلك.

(5) أحسب مردود التفاعل

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي الثامن

صناعة الأنيلين

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

1. مقدمة :

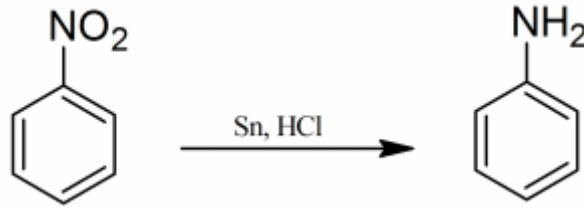
الأنيلين هو سائل عديم اللون له الصيغة $C_6H_5NH_2$ ، قليل للذوبان في الماء وقابل للذوبان في المذيبات العضوية. تم تصنيعه لأول مرة سنة 1826. تم الحصول عليه عن طريق تسخين النيلة لدرجة الحرارة عالية. يشتق مصطلح الأنيلين من المصطلح anil، الاسم المحدد لنبات النيلة. الأنيلين هو مشتق آزوتي للبنزين. حالياً، يستخدم الأنيلين أساساً في تصنيع فئة كبيرة من البلاستيك: تحتوي الأنيلين و الأصباغ والأدوية (مثل السلفانياميد) والمتفجرات والعديد من المواد الكيميائية الاصطناعية.

2. الهدف:

صناعة الأنيلين إنطلاقاً من إرجاع النيتروبنزن بوجود القصدير.

3. المبدأ:

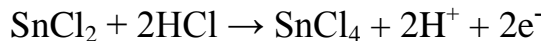
تعتمد على إرجاع مجموعة النترو إلى مجموعة الأمين في وسط حمضي (H^+) وبوجود مسحوق معدن القصدير (Sn).



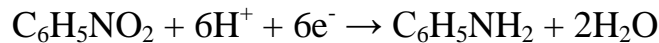
آلية التفاعل :

يحدث تفاعل أكسدة-إرجاع بين معدن القصدير، حيث يتأكسد Sn إلى Sn^{2+} ثم إلى Sn^{4+} والحمض، فتستخدم الإلكترونات في إرجاع النيتروبنزن إلى الأنيلين ثم تزال Sn^{2+} عن طريق إضافة قاعدة فيتشكل معقد.

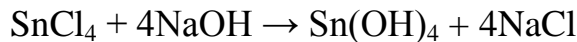
- أكسدة القصدير بالحمض:

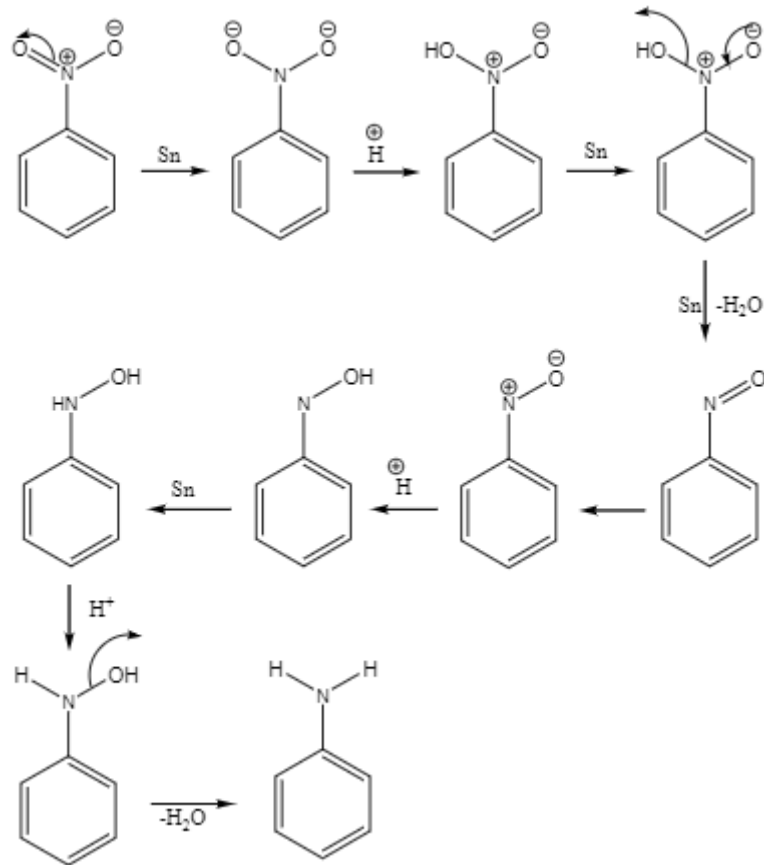


- إرجاع النيتروبنزن إلى الأنيلين:



- تشكيل معقد القصدير:





4. المواد والأجهزة المستعملة :

- المواد :

نيتروبنزن ، حبيبات القصدير، حمض الهيدروكلوريك المركز، محلول هيدروكسيد الصوديوم المائي تقريباً (30 %) ، الإيثر ، حبيبات هيدروكسيد الصوديوم ، ورقة عباد الشمس.

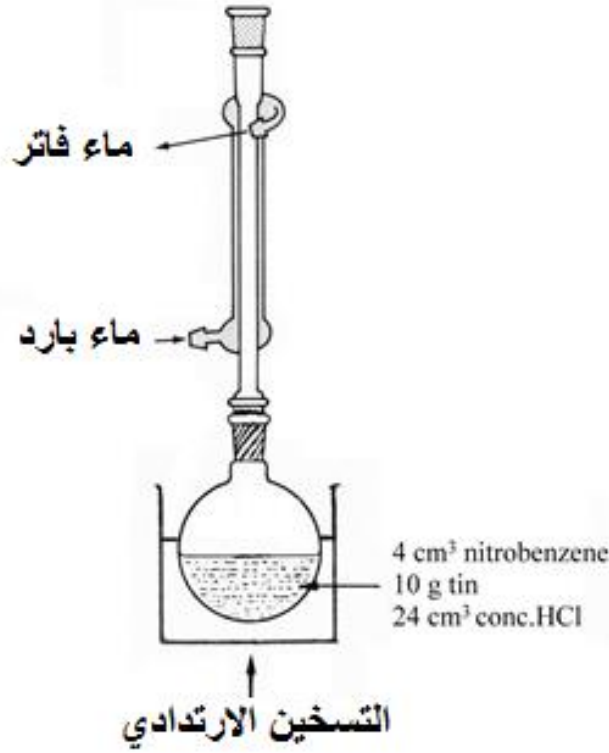
- الأجهزة :

مخبر مدرج 10 مل ، مخبر مدرج 25 مل، ورق كروي سعته 250 مل، حمام مائي، مكثف ارتدادي، قمع الفصل ، 2 ، كأسين سعتهما 150 سم³ ، ورق مخروطي 100 مل، سداة ، ، ورق كروي سعته 50 مل، ، ورق كروي سعته 100 مل، مكثف هوائي ، محرار، ترمومتر 250 ° م ، موقد بنزن، شاش، موصل زجاجي ثلاثي العنق.

5. طريقة العمل :

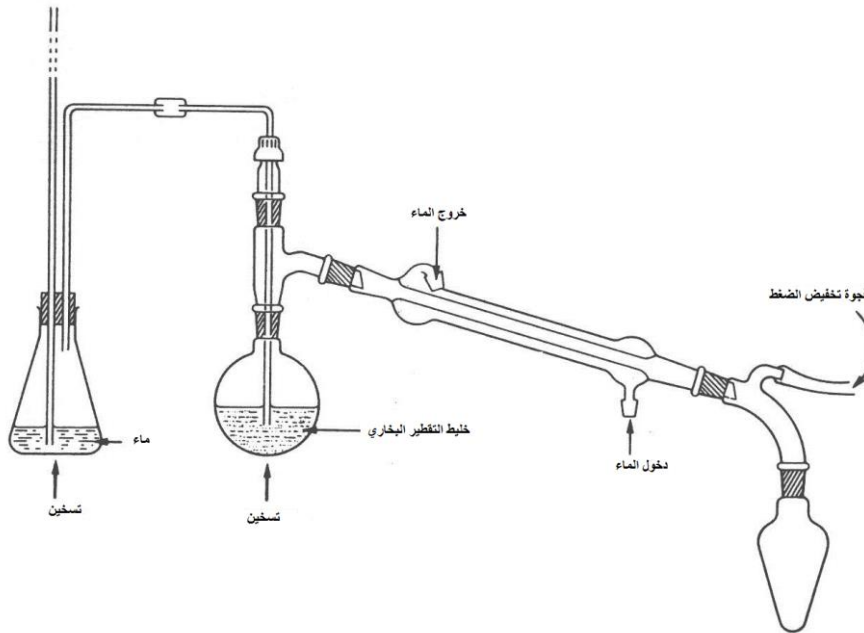
أ. إرجاع النيتروبنزن :

نضع 4 سم³ من نيتروبنزن و 10 غ من القصدير في ورق كروي سعته 250 سم³ مزودة بمكثف إرتدادي. نضيف حمض الهيدروكلوريك المركز بضع سم³ ، حتى تمام إضافة حجم كلي مقداره 24 سم³ . من المستحسن رج الدورق بعد كل إضافة. عندما يضاف كل الحمض نرج خليط التفاعل على حمام مائي لمدة 15 دقيقة.



ب. التقطير بالبخار:

تبريد الدورق وإضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى يصبح الوسط شديدة القاعدية. لترسيب هيدروكسيد القصدير نضيف حوالي 50 سم 3 من محلول هيدروكسيد الصوديوم (30%)، نقوم بإعداد جهاز التقطير بالبخار ومتابعة التقطير حتى نشاهد قطرات الأنيلين الدهنية في ناتج التقطير.



التقطير بالبخار

ج. الإستخلاص بالإيثر :

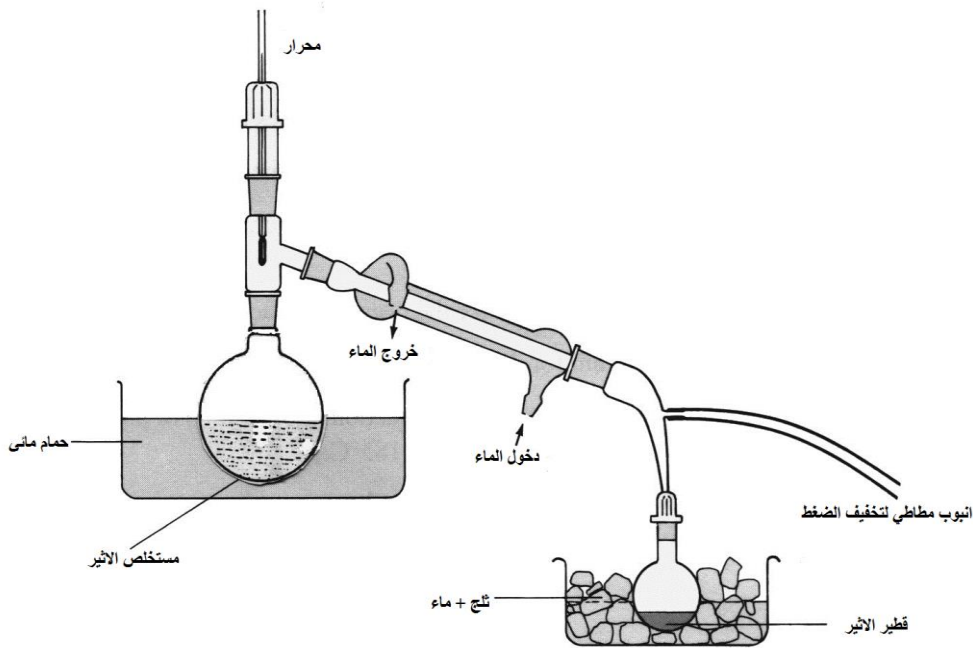
أضف حمض الهيدروكلوريك المركز إلى نواتج التقطير ، حتى يكون المحلول حمضيًا (يحتاج من 3 أو 4 سم³ من الحمض) ، ينقل المحلول بارد إلى قمع الفصل. إستخلاص حجمين منفصلين من الإيثر حجم كل منهما 5 سم³ ، بعد رج قمع الفصل ، أعكس مسار القمع ثم افتح الصنبور لتحرير بخار الإيثر. نرمي طبقة الإيثر في كل حالة (سحبها في زجاجة بقايا الإيثر). ننقل الطبقة المائية إلى دورق ومع إضافة حبيبات هيدروكسيد الصوديوم حتى يكون المحلول قلوي. نرج هذا المحلول القلوي في قمع فصل. نجفف المستخلص الحقيقي ، ثم نضعه في قارورة مع 5 غ من هيدروكسيد الصوديوم حتى الجلسة العملية القادمة.

د. تقطير الإيثر وتقطير الأنيلين:

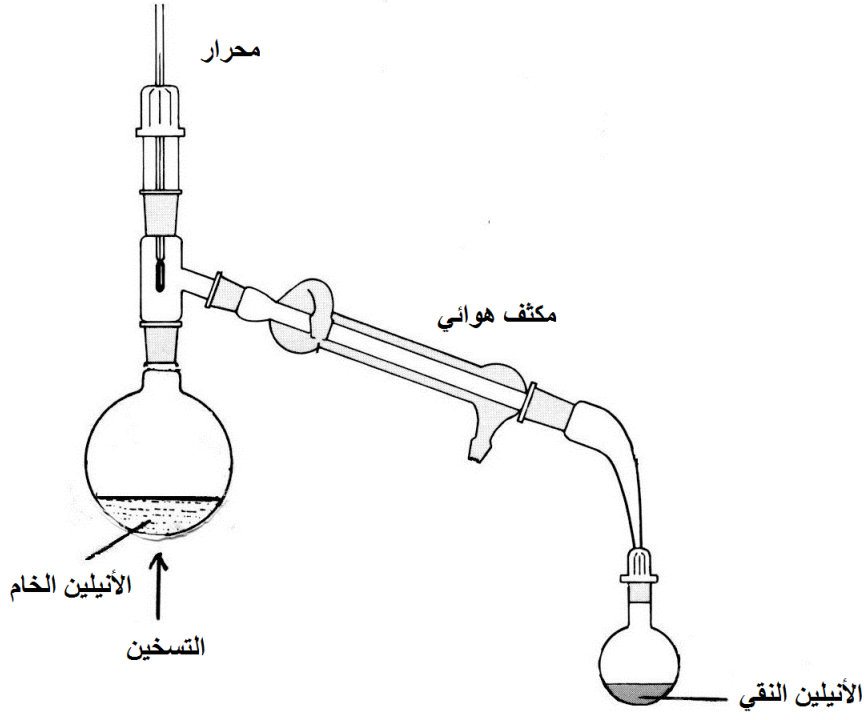
نسخن في حمام مائي إلى حوالي 70 °م ، وبعد نوقف التسخين لكلا الدورقين، نحول المحلول الإيثيري إلى دورق كروي سعته 50 سم³ مزود بمكثف مائي. تسخين الدورق حتى بدء تقطير الأثير.

نسخن في حمام مائي إلى حوالي 70 °م ، وبعد نوقف التسخين لكلا الدورقين، ننقل المحلول الإيثيري إلى دورق كروي سعته 50 سم³ مزود بمكثف مائي وموصلات. تسخين الدورق حتى ينتهي تقطير الإيثر.

إستبدل المكثف المائي بواسطة مكثف هوائي، ركب محرار جيبي ومحرار مداه الاعظمي 250 °م . قم بتسخين الدورق فوق شاش باستخدام موقد بنزن. أجمع القطير ما بين 180°م و 185°م.



تقطير الإيثر



تقطير الأنيلين

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي الثامن

العلامة

20 / ...

صناعة الأنيلين

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

1) لماذا يجب أن يكون المحلول قلوي قبل التقطير بالبخار؟ (الإجراء ب).

.....

.....

.....

.....

2) لماذا يتم تبريد خليط التفاعل قبل إضافة هيدروكسيد الصوديوم في الجزء ب (الإجراء ب).

.....

.....

.....

.....

3) لماذا يتم إضافة حمض الهيدروكلوريك إلى نواتج التقطير قبل استخراج الأثير أولاً ولماذا يتم التخلص من هذا المحلول الأثيري؟ (الإجراء ج)

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

4) لماذا يتم إضافة هيدروكسيد الصوديوم قبل استخلاص الأثير الثاني ولماذا يتم الاحتفاظ بهذا المحلول الأثيري؟ (الإجراء ج)

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

5) لماذا يوجد جزءان منفصلان من الأثير 5 سم 3 يستخدمان في الإجراء (ج) بدلاً من جزء واحد 10 سم³؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

6) لماذا يستخدم هيدروكسيد البوتاسيوم لتجفيف الأنيلين ، بدلا من كلوريد الكالسيوم الأرخص؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

7) أحسب مردود التصنيع؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة الشهيد حمة لخصر - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

العمل التطبيقي التاسع

صناعة أسيتات الإيثيل

من إعداد الدكتور

جمال عطيه

السنة الجامعية : 20.. / 20..

1. مقدمة :

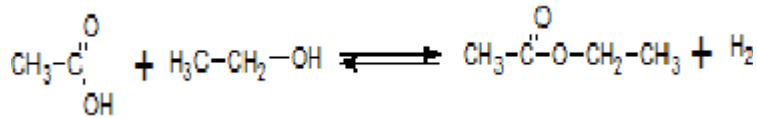
الأسترات هي مركبات عضوية مسؤولة عن طعم ورائحة العديد من الفواكه. وغالبا ما تستخدم الأسترات تجاريا في إعداد النكهات والطور الاصطناعية. تعد طريقة تحضير الأسترات في المخبر مهمة من وجهة نظر التصنيع لأنها تجعل من الممكن إنتاج مجموعة متنوعة من مركبات الأستر.

2. الهدف:

- تحقيق تفاعل الأسترة
- حساب مردود التفاعل
- تطبيق تقنية الاستخلاص.

3. المبدأ:

أسيتات الإيثيل سائل عديم اللون له رائحة تذكر برائحة اللواصق ، تستخدم في عدة تطبيقات كمادة مذيبة، في الحبر، والمواد اللاصقة، والمواد الدوائية، وكمذيب حامل للأعشاب الطبية. يحضر من تفاعل حمض الأستيك مع الإيثانول في وسط حمضي وفق التفاعل التالي:



والجدول التالي يوضح بعض الخصائص:

الذوبانية في الماء المالح	الذوبانية في الماء	درجة الغليان °C	الكثافة d	الكتلة المولية M	
كبير جد	كبير جدا	118	1.05	60.0	حمض الأستيك
كبير جد	كبير جد	78.4	0.80	46	الإيثانول
تقريبا معدوم	87g/l عند 20°C	77.1	0.925	88	اسيتات الإيثيل

4. الأدوات والمواد المستعملة:

- الأدوات :

ميزان حساس ، ورق كروي ، حمام مائي ، بيشر ، ارلن ، زجاجة ساعة ، مكثف ، حامل ، خلاط مغناطيسي

- المواد :

الإيثانول (كثافته 0.80) ، حمض الأستيك المركز ، ماء مقطر ، حمض الكبريت المركز ، ملح الطعام ، محلول هيدروجينوكربونات الصوديوم 1 مولاري.

5. طريقة العمل :

نضع في دورق كروي: 15مل من الايثانول(كثافته 0.80) ، 15مل حمض الأستيك المركز(كثافته 1.05) ، 2مل من حمض الكبريت المركز . نحرك المزيج حتى يتجانس ونركب مكثف بشكل عمودي فوق الدورق. نضع الدورق في حمام مائي ساخن ، ونعدل عملية التسخين بحيث نتحصل على ارتداد منتظم للبخار المنطلق مدة 30دقيقة.

بعدها نبرد الدورق في الهواء ثم بحمام ثلجي ، ثم ننزع المكثف.

نضيف محتوى الدورق لحبابة إيبانه بها محلول ملح الطعام 25%(12.5غرام في 50مل من الماء) ثم نحرك بقوة حوالي 3 دقائق ، نقوم بفصل الطبقة المائية .

نضيف للطور العضوي 25 مل من محلول هيدروجينوكربونات الصوديوم 1 مولاري ، نرج ونزيل الغاز ثم نقوم بفصله.

نزن في زجاجة ساعة 3غ من كربونات الصوديوم اللامائية ونضيفها للأستر، نغلق الأرن ونحرك مدة من 5 الى 10 دقائق للتجفيف. نقوم بالترشيح للحصول على رشاحة نقية .

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة أسيوط - الوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم الكيمياء

تقرير العمل التطبيقي التاسع

العلامة

20 / ...

صناعة أسيتات الإيثيل

من إعداد الطلبة

الإسم و اللقب

الإسم و اللقب

الفوج

الفوج

(1) عند فحص علامات المنتجات المستخدمة ، قم بتبرير الإحتياطات المتخذة عند أخذها.

.....

.....

.....

.....

.....

(2) بالنسبة للتصنيع المنجز ، حدد الكواشف والمنتجات الخاصة بالتحويل الكيميائي ، حدد الوظائف العضوية لهذه المركبات.

.....

.....

.....

.....

.....

(3) ما هو دور حجر الخفان؟

.....

.....

.....

(4) ما هي الفائدة من المبرد الإرتدادي المائي؟

.....

.....

.....

(5) لماذا نسمي التسخين الارتدادي؟

.....

.....

.....

(6) هل مزيج التفاعل ستكيومتري؟

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

(7) أحسب مردود التصنيع .

(8) احسب مردود التصنيع الجديد ؟ علما أن الاستر المتشكل له نقاوة $P=90\%$

(9) ما الهدف من إضافة الماء المالح؟

6. ما دور محلول هيدروجينوكربونات الصوديوم ؟ برر إجابتك بمعادلة تفاعل .

B. S. Furniss, A.J. Hannaford, P. W. G. Smith, A. R. Tatchell , Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, 5th ed., revised by former and current members of the school of chemistry, thames polytechnic, london, 1996, 1540 p .

Enaya yassin elmahadi Mohamed, Supervised by A H. Elnadi, synthesis of benzoic acid by oxidation of alkyl benzene and benzaldehyde, university of Khartoum, faculty of science, department of chemistry, Soudan, 2013, 52 p.

Fournier Coralie, and Fournier Coralie, synthèse de l'aniline par réduction du nitrobenzène, université de Genève, Suisse, 22 février 2010.

John A. Olmsted III, Synthesis of Aspirin: A General Chemistry Experiment, J. Chem. Educ., 1998, 75 (10), p 1261.

Murat orbay, and Resat Apak, Production of Ethyl Ectate by Esterification Process, Chemica Acta Turcica, Istanbul university, Basımevi ve Film Merkezi, Istanbul, 1997, 25, pp.37-41.

Nadia Boulekras, Chimie organique expérimentale, Préparation du savon OPU. 2010. 7 p.

René Rhode, extraction liquide –liquide, Génie Chimique en TS2 chimie Lycée Pradeau La Sède Tarbes, Novembre 1998, 13 p.