السلامة في المختبرات الكيميائية
The Safety in Chemical Laboratory

قواعد العمل في المختبرات Some Laboratory Protocols

هناك بعض القواعد العامة للعمل في المختبرات الكيميائية ، وإتباعها يجعل من عملك وعمل زملائك الآخرين أكثر تنظيماً ودقة وأماناً ويمكن تلخيصها بالنقاط التالية :

1- النظافة : أنت المسئول عن إزالة كافة المواد الكيميائية التي تقع في موقع عملك أو حول الموازين أو حجرات الغازات . تأكد من تنظيف المكان المحدد لعملك قبل مغادرة المختبر وخطط لعملك المختبري بحيث يتوفر لديك الوقت الكافي للتنظيف .

2- لا تنقل حاويات المواد الكيميائية إلى مكان عملك ، حيث أن نقل هذه الحاويات يسبب في تأخير العمل نتيجة البحث عن المواد الكيميائية المفقودة ، وأفضل طريقة هو أخذ المادة المطلوبة للاستعمال في زجاجة صغيرة نظيفة إذا كان سائلاً أو صلباً وإرجاع الحاويات إلى مواقعها الأصلية في الدواليب أو المخازن الكيميائية .

3- لا تسرف في صرف المواد الكيميائية وحاول استخدام الكمية المناسبة التي لا تزيد عن حاجتك ، وتذكر أن المواد الكيميائية الفائضة عن الحاجة والتي ترمى خارجاً هي مصدر لتلوث الهواء والماء إضافة إلى الخسارة المادية .

4- لا ترجع المواد الكيميائية الفائضة إلى الحاويات الأصلية. إن الخطأ في هذه الحالة وارد جداً ويأتي من خلال إرجاع المواد الكيميائية الفائضة إلى حاوية أخرى مختلفة أو تلوث المادة الكيميائية أثناء استخدامها، وقد تكون المادة تلوثت بالماء أو بالكيماويات الأخرى . وقد تختلط هذه المادة مع المواد الأخرى الموجودة على طاولة العمل مما يسبب في تلوث المصدر الرئيسي للمواد الكيميائية . ويمكن تجاوز هذه المشكلة وذلك بالتخلص من المواد الفائضة بطريقة عملية مناسبة وحسب توجيهات المختصين.

5- لا تضع أي شيء داخل زجاجات المواد الكيميائية والسبب الرئيسي في هذا التحذير هو تقليل احتمالية التلوث بمواد أخرى. لذلك يفضل سكب Pour السائل من الحاوية الرئيسية إلى حاوية أخرى أو كأس زجاجي ولا تضع غطاء الحاوية على طاولة العمل الملوثة . وفي حالة تفريغ جزء من المادة الصلبة حاول قلب Tip الزجاجة ببطء مع التدوير ولا تحاول استخدام الملاعق فقد تكون مصدر التلوث .

تحذيرات العمل في المختبرات الكيميائية :

حاول تطبيق تعليمات السلامة التي تخصك ، وكن حذراً في عملك ومستعداً لتفادي المخاطر والحوادث أن حدثت واتبع الإرشادات التالية في حالة الطوارئ .

1- الحرائق: أطفئها بسرعة بالماء أو الرمل أو البطانية الخاصة بالحرائق إذا كانت صغيرة واستخدم آلة إطفاء الحريق إذا كانت كبيرة وسوف يتم دراسة الحرائق لاحقاً.

2- الملابس المحترقة : كن شجاعاً في إخمادها ولا تدعها تنتشر أكثر واستخدم القوة لإنقاذ زميلك في المعمل أو المختبر بطرحه أرضاً ولفة ببطانية الحريق أو إسعافه بالطرق المتوفرة الأخرى .

3- الحروق: لفها بلفافة معقمة إذا كانت بسيطة أما الحروق الكبيرة فحاول تهدئة الشخص المتأثر وأخطر أقرب وحدة طبية حالاً . كذلك سوف يتم تناول هذا الموضوع في باب الإسعافات الأولية .

4- الجروح: حاول غسلها بالماء وتعقيمها ثم لفها بلفافة معقم إذا كانت بسيطة وإذا حصل نزيف حاول أن تبعد الزجاج المكسور والملوثات الأخرى بملقط معقم وأضغط بقماش نظيف على الجرح ثم لفه بلفافة معقم أما الحروق الجسمية فأبلغ أقرب وحدة طبية عنها حالاً.

5- ملامسة المواد الكيميائية : أغسل الجلد بكمية وفيرة من الماء أو استخدام محلول بيكربونات الصوديوم المخفف في حالة التعرض للأحماض أو محلول حمض الخليك المخفف في حالة التعرض للقواعد.

6- دخول المواد الكيميائية في العين : أغسل العين جيداً بكمية وفيرة من الماء بنافورة غسل العيون أو وعاء نظيف أو في راحة اليد وحاول استخدام محلول مخفف جداً من حمض البوريك في حالة القواعد وأبلغ أقرب وحدة طبية حالاً.

تعليمات عامة حول العمل في معمل الكيمياء العضوية
General instructions foot work in laboratory

1- قبل الشروع في إجراء أية تجربة في المعمل يجب على الطالب أن يدرس التفاصيل التامة للتجربة مع ملحق الجزء النظري بها.

2- يجب أن يكون الطالب على علم بماذا يفعل ، ولأي سبب يقوم بهذه التجربة وبالممارسة والتمرين يتعلم الطالب أمور كثيرة . أي بإمكانه التنبؤ بالمدة الزمنية اللازمة للتسخين أو التقطير أو إرجاع عملية التبخير أو التنقية أو الاستخلاص.

3- يجب على الطالب أن ينظم وقت عمله في العمل مثلاً زمن إجراء التجربة كتابة التقرير الخاص بها ، الشروع في إجراء تجارب أخرى .

4- يجب تسجيل النتائج للتجارب التي تجري بالمعمل في مذكرة خاصة وكذلك يجب تسجيل أوزان و حجوم المواد وأوزان الأدوات التي استخدمت أثناء التجربة.

5- عند الانتهاء من التجربة يجب على الطالب أن يحسب كمية المواد الناتجة ونسبتها المئوية الوزنية أو الحجمية ونوع الناتج المتكون ، كذلك يجب أن يتحقق من الخواص الطبيعية للناتج مثل الحالة واللون ونقطة الانصهار إذا كانت المادة صلبة أو نقطة الغليان إذا المادة سائلة وهذه النتائج أيضًا يجب تسجيلها على العينة المحضرة ثم تسلم إلى المسئول في المعمل.

6- بصورة عامة يبقي الطالب بعض أجزاء العينات بعد التجربة حيث تحفظ في أنابيب زجاجية صغيرة مكتوب عليها أسم المركب الكيميائي والخواص الطبيعية وطريقة التحضير والتاريخ . إذا كانت المادة متميعة أو قابلة للأكسدة عند تعرضها للهواء الجوي يجب حفظها في أنابيب زجاجية مقفلة جيداً لها أغطية محكمة.

7- إن العلامة المميزة لعمل الطالب الجيد تلاحظ دائما من خلال مكان عمله فمكان العمل يجب أن يحفظ دائما نظيفاً جافاً وذلك بمسحه أثناء التجربة وبعدها. أما الأجهزة والمعدات الزجاجية الأخرى وغير المطلوبة أثناء التجربة يجب نقلها بعيداً عن مكان العمل.

8- جميع الأدوات الزجاجية المستخدمة بعد التجربة يجب غسلها مباشرة بالماء والصابون في حوض الغسيل وإذا تطلب الأمر يمكن استخدام حمض الكروميك لإزالة المواد الصلبة اللاصقة وكبيرة الكمية. ويحضر الحمض بإضافة 5 جم من ثنائي كرومات الصوديوم في كأس يحتوي على 5 مل ماء وثم يضاف حمض الكبريتيك المركز (100 مل) تدريجياً مع التبريد . كذلك شطف هذه الأدوات الزجاجية إذا تطلب الأمر قبل غسلها بواسطة مذيب عضوي مثل الأستون لإزالة بقايا المواد العضوية.

9- يجب التخلص من المتبقيات الكيميائية التالفة وذلك إما بغسلها مباشرة بكمية كبيرة بالماء في حوض الغسيل (إذا كانت كمية قليلة) أما الكميات الكبيرة والذائبة في الماء يجب وضعها في زجاجة خاصة بالنفايات .أما المواد العضوية وكذلك أوراق الترشيح يجب أن لا ترمى في أحواض الغسيل .

10- الأحماض القوية وكذلك المواد المتسامية والسامة والخطرة يجب أن تحفظ دائما في دواليب (حجرات) سحب الغازات ويجب العمل بها.

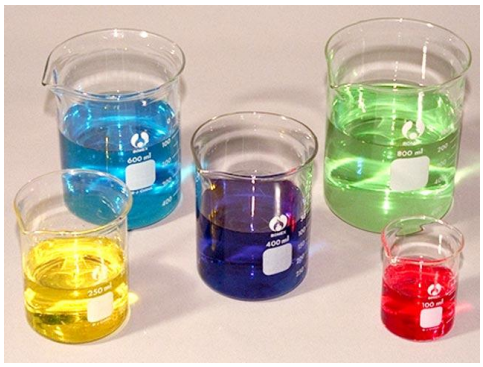
الأدوات والأجهزة المستخدمة في مختبرات الكيمياء العضوية:

-1-الزجاجيات المعملية:

في معمل الكيمياء العضوية التجريبية العديد من الأدوات الزجاجية يطلق عليها اسم الزجاجيات المعملية، وعلى الطالب الذي يدرس مقرر الكيمياء العضوية التجريبية أن يكون على معرفة بهذه الزجاجيات وكيفية استخدامها في إعداد الأجهزة المختلفة التي يستخدمها في إجراء التجارب تحت الدراسة ،وهذه الزجاجيات غالية الثمن ومن واجب الطالب أن يحافظ عليها سليمة وفي حالة نظيفة ، وفيما يلي نبذه مختصرة عن الزجاجيات الشائعة الاستعمال في معامل الكيمياء العضوية.

1-1- الكؤوس (Beakers):

وهذه تصنع بأحجام مختلفة تبدأ من 10مل إلى 1000مل ،وفي بعض الأحيان تكون مدرجة.



2-1-القوارير (Bottles)

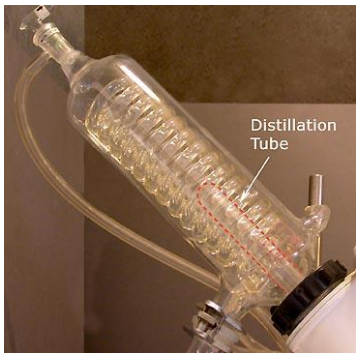
وهذه متعددة الأشكال والأحجام يستخدم كل منها لغرض معين، وبعضها تكون مستديرة القعر وبعضها تكون مسطحة القعر، ومنها قوارير كمثرية الشكل. والقوارير الشائعة الاستعمال ذات رقبة واحدة ولكن يوجد أيضاً قوارير متعددة الرقاب مثل قوارير ذات رقبتين وذات ثلاث رقاب ، كما يوجد قوارير ذات رقبة طويلة وأخرى ذات رقبة قصيرة ،وتنتج هذه القوارير بسعات مختلفة تبدأ من 50مل إلى 1000مل.

3-1- الدوارق:(flasks):

وهذه عبارة عن قوارير مخروطية الشكل وتنتج أيضاً بأحجام مختلفة تبدأ من 5مل إلى 1000مل أو أكبر من ذلك ويوجد دوارق بذراع جانبية تستخدم في أغراض الترشيح تحت ضغط منخفض وكذلك في أغراض أخرى مثل مصايد الغازات وتعرف مثل هذه الدوارق باسم دوارق بوخنر.

1-4-المكثفات:(Condensers):

تستخدم هذه المكثفات في تقنيات الغليان الارتدادي والتقطير والاستخلاص وغيرها وهي تنقسم إلى نوعين :مكثفات هوائية ومكثفات مائية والأولى عبارة عن أنبوبة عادية من الزجاج أما النوع الثاني فكل منها يكون مزدوج الجدار ويمر بين الجدارين ماء الصنبور ويوجد منها أشكال مختلفة تعرف بأسماء خاصة.



1-5-الأقماع:(funnels)

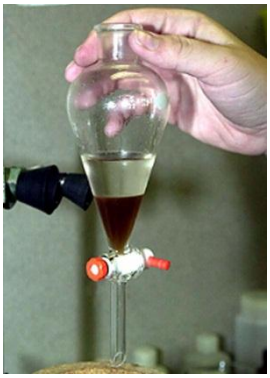
تستخدم الأقماع في أغراض كثيرة مثل نقل السوائل من وعاء لأخر وكذلك تستخدم عند الترشيح وإضافة سائل إلى خليط تفاعل وكذلك في تقنية الاستخلاص بالمذيبات وغيرها ،ولذلك فهي متعددة الأشكال والأحجام أيضاً وتعرف بأسماء خاصة مثل:

(أ)_ الأقماع العادية :(Ordinary Funnels)

وهي تلك المستخدمة في عمليات ترشيح الجاذبية ونقل السوائل من وعاء لآخر ومن هذه الأقماع ما هو طويل العنق ومنها أقماع قصيرة العنق.

(ب)- أقماع الفصل :(Separatory Funnels)

وهذه تكون كروية الشكل أو أسطوانية الشكل وتستخدم في عمليات الاستخلاص بالمذيبات أو عند إضافة سائل أو محلول بالتدريج إلى خليط التفاعل.



(ج)- أقماع بوخنر:(Buchner Funnels)

وتصنع هذه الأقماع من الصيني وهي مختلفة الأحجام وتستخدم في أغراض الترشيح تحت ضغط منخفض وخاصة عندما تكون المادة الصلبة المراد ترشيحها كافية 2جم أو أكثر.

(د)- أقماع هرش:(Hirsch Funnels)

وتستخدم لنفس الأغراض التي تستخدم فيها أقماع بوخنر ولكن عندما تكون كمية المادة الصلبة المراد ترشيحها قليلة 0.5 جم أو أقل كما .

1-6-مخابير:(Cylinders)

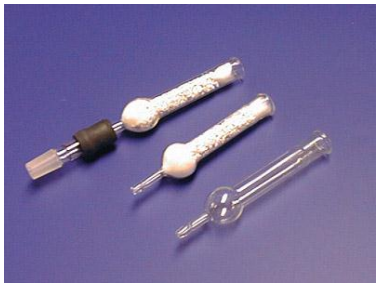
وهذه تكون أسطوانية الشكل وتكون مدرجة من الخارج وتستخدم في قياس أحجام معينة من السوائل وتنتج بأحجام مختلفة تبدأ من 10 مل إلى 1000مل.

1-7- قوارير حجميه (Measuring Flasks)

وهذه قوارير مخروطية الشكل وذات عنق طويل يوجد عليه علامة وتستخدم هذه القوارير عند تحضير محاليل ذات أحجام وتركيزات معينة وهي تنتج بأحجام مختلفة تبدأ من 5مل حتى 1000 مل .

1-8- أنابيب التجفيف:(Drying tubes)

وهذه عبارة عن أنابيب مختلفة الأشكال وهي تملأ عادة بمواد ماصة للرطوبة وتوصل بالجهاز الذي يجري فيه التفاعل وذلك لمنع وصول بخار الماء من الجو المحيط بالجهاز إلى خليط التفاعل.



2-2- الزجاجيات المعملية ذات الوصلات المصنفرة:

في البداية كانت الزجاجيات المعملية السابقة الذكر مثل القوارير والدوارق والمكثفات والأقماع وأنابيب التجفيف توصل مع بعضها عند استخدامها لإعداد الأجهزة المختلفة بواسطة وصلات مطاطية أو سدادات من الفلين كما يتضح في جهاز التقطير البسيط الموضح في شكل (2-9) ، أما الآن فتنتج هذه الزجاجيات بحيث تكون نهاياتها مصنوعة من الزجاج مصنفر وذات أبعاد قياسية ويشار إلى هذا النوع من الزجاجيات بالعلامة $ ويوضع قطر وطول قطعة التوصيل المصنفرة برقمين بينهما خط مستقيم هكذا 12/18، 14/20، 20/34... الخ والرقم على يمين الخط يشير إلى الطول والرقم الذي على اليسار يشير إلى القطر وكلاهما بالمليمتر.

أمثلة لبعض الزجاجيات المعملية ذات وصلات مصنفرة :

ويمكن توصيل هذه الزجاجيات مع بعضها بدون الحاجة إلى وصلات مطاطية أو فلينية بشرط استخدام زجاجيات لها نفس المقاييس .

2-3- تنظيف وتجفيف الزجاجيات المعملية:

يعتمد نجاح التجربة على نظافة الأدوات الزجاجية المستعملة ، لذلك فمن واجب الطالب أن يحتفظ دائماً بالزجاجيات التي يستخدمها في حالة نظيفة وجافة ، وأن يبادر على الفور بعد الانتهاء من التجربة بتنظيف الزجاجيات التي استعملها ولا يؤجل غسيلها وتنظيفها ليوم آخر لأن كثيراً من المواد الصمغية أو الزفتية يسهل تنظيفها مباشرة ولكن عندما تترك لفترة يصعب إزالتها.
ولإزالة المواد اللزجة أو الزفتية التي في الوعاء الذي أجري فيه التفاعل يمكن استخدام بودرة تنظيف وفرشاة وماء ساخن ،وإذا تخلفت بقايا من هذه المواد يمكن إزالتها باستخدام قليل من الأستون (5-10مل) أو ايثايل أستات (5-10مل)حيث أن هذه السوائل تذيب معظم المواد الصمغية والزفتية ، وبعد ذلك يغسل الإناء بمحلول منظف وتشطف بالماء ثم تعلق على المصفاة أو توضع في فرن التجفيف ، وإذا لزم الأمر بتجفيف الزجاجيات بسرعة فإنه يمكن شطفها بقليل من الأستون أو الميثانول (5-10مل) ثم إمرار تيار من الهواء الجاف لتبخير بقايا المذيب.

2-4- آليات تقليب خليط التفاعل:

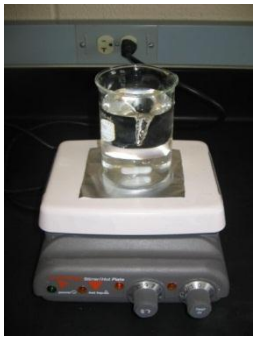
كثير من التفاعلات العضوية نحتاج لإجرائها تقليب خليط التفاعل باستمرار حتى يتم مزج المتفاعلات خاصة عندما يكون خليط التفاعل غير متجانس ،وأبسط طرق التقليب عبارة عن تحريك الوعاء الذي به خليط التفاعل في حركة دائرية بحيث نجعل خليط التفاعل يلف داخل الوعاء كالدوامة ،ويمكن إجراء هذا التحريك الدائري على فترات مثلاً بعد كل 5 دقائق ، وتستخدم هذه الطريقة إذا كان الجهاز الذي يجري فيه التفاعل بسيط التركيب مثل دورق مخروطي أو قارورة مثبت فوقها مكثف راد ، أما إذا كان جهاز التفاعل يتكون عدة أجزاء فإن هذه الطريقة للتقليب تكون غير نافعة وفي مثل هذه الحالات يجب أن نستخدم إما المحراك الميكانيكي أو المحراك المغناطيسي.

2-4-1- المحراك الميكانيكي:(Mechanical Stirrer)

عبارة عن قضيب زجاجي أو معدني يوجد في نهايته قطعة من التفلون أو حلقة أو حلقتين من الزجاج ويثبت طرفه الآخر بموتور كهربائي يمكن التحكم في سرعته وعند تشغيل الموتور يدور المحراك ويقلب خليط التفاعل.

2-4-2- المحراك المغناطيسي(Magnetic Stirrer)

يتكون هذا المحراك أساساً من مغناطيس كبير يدور بسرعات مختلفة يمكن التحكم فيها بواسطة موتور كهربائي والقضيب المغناطيسي ينتج بأطوال مختلفة ويكون عادة مغطى بطبقة من التفلون الذي لا يتأثر بالكيماويات ويوضع هذا القضيب داخل الإناء (القارورة أو الدورق أو الكأس)الذي به خليط التفاعل ثم يوضع الإناء فوق المغناطيس الكهربائي وعند تشغيل الموتور يدور المغناطيس وفي الحال يدور معه القضيب المغناطيسي داخل الإناء ويؤدي ذلك إلى تقليب خليط التفاعل باستمرار . وتنتج هذه الآلات المغناطيسية بحيث تكون مزودة بمصدر حراري يمكن استخدامه في تسخين خليط التفاعل أثناء تقليبه .



2-5- أجهزة وطرق التسخين :

كثير من التفاعلات العضوية يتم إجراؤها عن طريق تسخين خليط المتفاعلات لأن معدلها يكون بطيئاً عند درجة حرارة الغرفة .كذلك يلزم لإجراء عمليات التقطير بأنواعه المختلفة تسخين المذيب المراد تقطيره ،كذلك يلزم للحصول على مركب في محلول ما تبخير المذيب إما تحت

الضغط العادي أو تحت ضغط منخفض .. وآليات التسخين المستخدمة في معامل الكيمياء العضوية متنوعة وكل منها يستخدم لغرض معين يتوقف عادة على نوع السائل المستخدم كمذيب للمتفاعلات أو السائل المراد تبخيره أو تقطير ،وأهم آليات التسخين مايلي:

2-5-1- مصباح بنزن (Bunsen Burner)

ويوجد هذا المصباح في جميع المعامل الكيميائية ويعتبر أبسط وأرخص آليات التسخين ، ولكن يجب الحرص عند استخدامه فمثلاً يجب عدم استعماله على الإطلاق لتسخين أية سوائل ملتهبة (أي قابلة للاشتعال) مثل الأيثر أو الأيثرالبترولي أو البنزين أو الأيثانول وغيرها .ويمكن استخدام مصباح بنزن في تسخين المحاليل المائية التي تحتوي على مواد غير ملتهبة ،أو في تسخين الأوعية التي تحتوي على سوائل ذات نقاط غليان عالية .

ويجب مراعاة عدم تسخين الوعاء بمصباح بنزن مباشرة ولكن يجب وضع شبكة سلك بين اللهب وبين الوعاء وإذا لم تتوفر هذه الشبكة فيجب تسخين الوعاء عن طريق تحريك المصباح أسفله في حركة دائرية بطيئة حتى يكون معدل تسخين الوعاء متساوٍ على جميع أجزائه، لأنه إذا ترك المصباح أسفل الوعاء بدون شبكة فإن النقطة التي يكون عليها اللهب مركزاً ترتفع درجة حرارتها أكثر من بقية أجزاء الجهاز وبالتالي يحدث أن ينشرخ الزجاج و ينكسر الجهاز.

2-5-2- حمام البخار:(Steam Bath)

يتكون هذا الحمام عادة من وعاء من الصلب به لولب يسخن كهربائياً ويتكون غطاؤه من عدد من الحلقات المعدنية يمكن نزع بعضها بحيث تكون الفتحة على قدر حجم الوعاء المستخدم. وعند توصيل الحمام بالكهرباء يسخن اللولب ويؤدي إلى غليان الماء داخل الحمام ويتم بالتالي تسخين خليط التفاعل بواسطة بخار الماء الذي يغلي في الحمام . وبعض المعامل المتقدمة تكون مزودة عادة بمواسير بها بخار ساخن يمكن توصيله مباشرة بالحمام .

2-5-3- بالطوالتسخين الكهربائي :(Heating Mantle)

وتصنع هذه البلاطي من زجاج منسوج وتكون مزودة بلولب ملفوف من الألياف الزجاجية المصنوع منها البالطو الحراري ويمكن تسخينه كهربائياً والتحكم في درجة حرارته بواسطة محول .وتصنع هذه البلاطي في أشكال مختلفة تناسب الأوعية المختلفة التي تجري فيها التفاعلات والنوع الشائع من هذه البلاطي هو الباطو الموضح. وتستخدم البلاطي الحرارية في جميع أغراض التسخين وهي مأمونة الاستعمال.

2-5-4- القرص الساخن :(Hot plate)

وهذا عبارة عن قرص معدني يتم تسخينه بواسطة لولب ملفوف كهربائي يوجد أسفله ويمكن التحكم في درجة حرارته بمغير المقاومة الكهربية يوجد على وجه الجهاز. ويجب عدم استخدام القرص الساخن لتسخين سوائل ملتهبة وهي موضوعة في أوعية غيره مغطاة لأن أبخرة تلك السوائل تشتغل عند ملامستها لسطح القرص الساخن .

التجربة الاولى
قياس درجة الانصهار
Determination of Melting Point

تعريف درجة الانصهار

هي الدرجة الحرارية التي تتحول فيها المادة من الحالة الصلبة الى 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 معا في البلورة .ويتم غالبا استخدام حمام زيتي بدل المائي في الكيمياء العضوية .

العوامل المؤثرة على درجة الانصهار :

1- الوزن الجزيئي للمركب
2- طبيعة المركب العضوي
3- تناسق الجزيئات
4- نقاوة المركب

صفات الحمام الزيتي :

1- درجة غليانه عالية (300 ^{0}م) اعلى من الماء (100 ^{0}م)
2- لا يحرر أبخرة سامة (أبخرته غير سامة)
3- له كثافة أعلى من الماء مما يساعد على ايصال الحرارة الى المواد بشكل هادئ ومتجانس .
4- شفاف يمكن الرؤيا من خلاله .
5- لا يتجزأ أو يتفكك

طريقة العمل :

1- يتم تحضير الانبوبة الشعرية وذلك بلحم (غلق) احد أطرافها وذلك بتسخينها باستخدام مصباح بنزن وبحركة اسطوانية .
2- تسحق بلورات المادة العضوية بحيث تكون بشكل دقائق صغيرة جدا (مسحوق) وتملأ الانبوبة الشعرية بالنموذج بوضع

نهايتها المفتوح في كمية صغيرة منه ومحاولة إدخال المادة العضوية بضربات خفيفة ثم تقلب الانبوبة بصورة عمودية وتضرب نهايتها المغلقة على سطح منضدة العمل .

3- تربط الانبوبة الشعرية بصورة عمودية على ساق المحرار بواسطة حلقة مطاطية بحيث تكون المادة المراد تعيين درجة انصهارها بموازاة بصلة المحرار .

4- يملأ بيكر صغير سعة 50 مل الى نصفه بزيت بارافين .

5- يتم ربط الجهاز كما مبين في الشكل (1) يسخن البارافين بصورة تدريجية على لهب واطئ بحيث يلاحظ ارتفاع درجة الحرارة بالتدريج مع مراعاة استمرار تحريك الحمام الزيتي باستعمال المحرك الزجاجي.

6- يراقب النموذج ودرجة حرارة المحرار وتسجل درجة الحرارة التي تبدأ عندها المادة بالانصهار (تدعى هذه الدرجة بداية الانصهار) وتسجل درجة الحرارة التي يتم فيها الانصهار كليا (تدعى نهاية الانصهار).

7- أعد التجربة مع ملاحظة ما يلي :

أ- تبريد الحمام الزيتي الى درجة حرارة المختبر وذلك بوضعه داخل حمام مائي

ب- إعادة الخطوة الاولى والثانية

- المدى المسموح به هو (2) ويقصد بالمدى بداية ونهاية انصهار المادة .

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 :

1- الوزن الجزيئي للسائل
2- طبيعة المركب العضوي
3- الضغط الخارجي
4- نقاوة المركب

طريقة العمل :

1- يتم تحضير الانبوبة الشعرية كما في التجربة الاولى .
2- تملأ انبوبة الغليان (وهي عبارة عن انبوبة اختبار صغيرة من نوع بايركس) بكمية صغيرة من النموذج السائل وتنكس داخلها انبوبة شعرية بصورة عمودية وبالعكس (يكون طرفها المغلق الى الاعلى وفتحتها الى الاسفل مغمورة داخل النموذج السائل)
3- تربط انبوبة الغليان هذه بصورة عمودية على ساق المحرار بواسطة حلقة مطاطية بحيث يكون قعرها بموازاة بصلة المحرار.
4 ، 5- تعاد هاتان النقطتان كما في التجربة الاولى .
6- يراقب النموذج ودرجة حرارة المحرار وتسجل درجة الحرارة التي تبدأ عندها المادة السائلة بالدخول الى الانبوبة الشعرية (تدعى هذه الدرجة درجة غليان).
7- أعد التجربة مع مراعاة ما يلي:

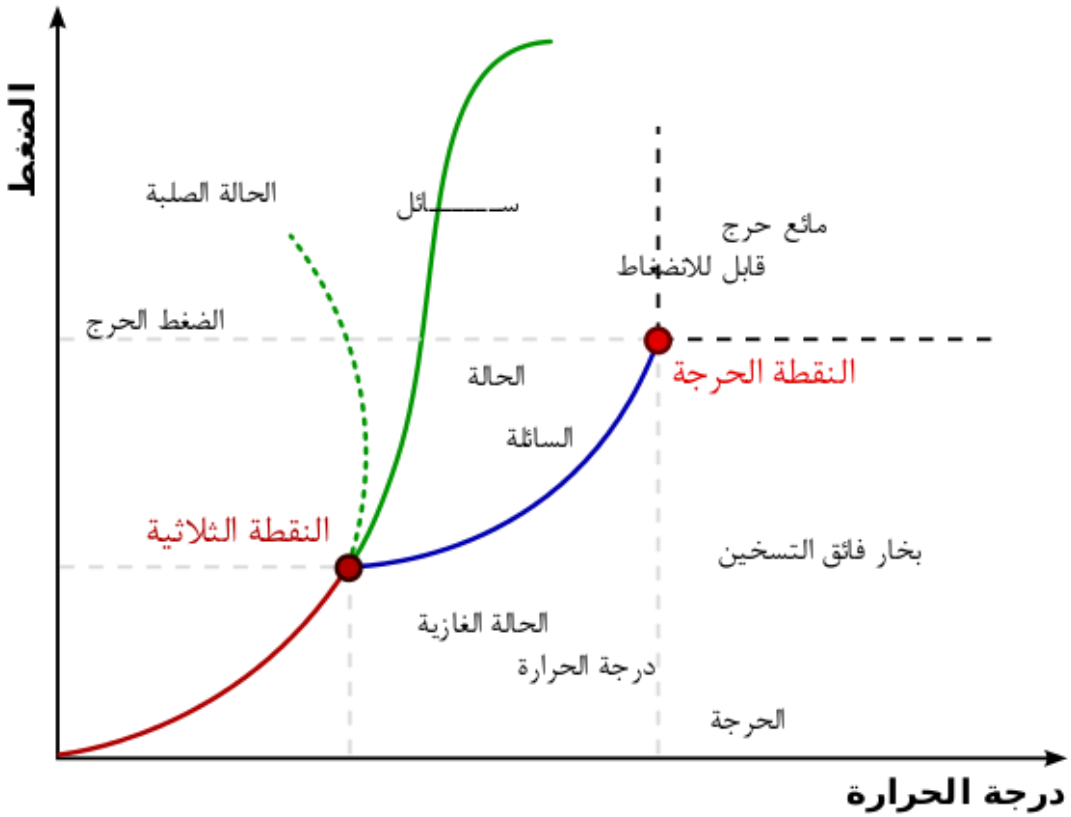
- تبريد الحمام الزيتي الى درجة حرارة المختبر وذلك بوضعه داخل حمام مائي .
- إعادة الخطوة الاولى والثانية.

التجربة الثالثة
التسامي
Sublimation

التسامي يعتبر من العمليات المهمة لتنقية المواد الصلبة إذ تتحول المادة من الحالة الصلبة إلى الحالة الغازية دون المرور بالحالة السائلة .يحدث في التسامي تغير لطور المادة والذي يحدث عند درجات حرارة وضغوط أقل من النقطة الثلاثية في مخطط طور المادة.

النقطة الثلاثية (Triple point) : هي النقطة أو الدرجة الحرارية التي تكون فيها الحالات الثلاثة لنفس المادة (البخارية والسائلة والصلبة) في اتزان ثابت . كما في الشكل

عند الضغوط النظامية تمتلك معظم العناصر والمركبات الكيميائية ثلاث حالات مختلفة عند درجات حرارة مختلفة، تكون الحالة السائلة هي المرحلة الوسط بين الحالة الصلبة والحالة الغازية. لكن بعض العناصر والمواد تتجاوز الحالة السائلة عند التحول من صلب إلى غاز. تسمى درجة الحرارة التي يحدث عندها هذا التحول بدرجة حرارة التسامي، والضغط كذلك بضغط التسامي، ويشار إلى كليهما بمصطلح **نقطة التسامي**.



شروط التسامي :

1- أن تمتلك المادة النقطة الثلاثية .

2- أن يكون التسخين هادئ جدا حتى نضمن تحول مباشر من الحالة الصلبة الى البخارية

طريقة العمل :

1 – يوزن (0.5 غم) من المادة الشائبة (النفثالين + الرمل) وتوضع في بيكر نظيف وجاف ثم يغطى البيكر بزجاجة ساعة (تسد الفتحة الموجودة في البيكر ، حتى لا يحصل خسارة في الوزن نتيجة خروج البخار الى الجو)

2 – توضع قطع صغيرة من الثلج على زجاجة الساعة .لماذا ؟

3- يسخن الدورق بواسطة مصباح بنزن .ماذا سيلاحظ ؟

4- تجمع بلورات النفثالين بشكل رقائق خفيفة الوزن ويحسب وزنها ، ثم يستخرج النسبة المئوية الوزنية حيث ان :

$$\text{النسبة المئوية الوزنية} = \frac{\text{وزن المادة النقية}}{\text{وزن المادة الشائبة (النموذج}} \times 100$$

ملاحظات :

- عند جمع البلورات يجب منع اي تيار هواء
- تجمع البلورات على ورقة موزنة سابقا وكبيرة الحجم
- تنزل البلورات بوساطة محرك زجاجي

التجربة الرابعة
اعادة البلورة
Recrystallization

-أهداف التجربة :

تعتبر عملية البلورة إعادة البلورة من أفضل الطرق المستخدمة في تنقية المواد الكيميائية الصلبة وهي أكثر استقرار وأسهل تداولاً من السوائل والزيوت إذ يمكن تنقيتها وتشخيصها بسهولة . فأهمية تنقية وبلورة المواد الكيميائية يأتي بعد تحضيرها من موادها الأولية في المختبرات أو استخلاصها وفصلها من المصادر الطبيعية النباتية أو الحيوانية.

2-الخلفية النظرية:

عند تحضير المركبات العضوية الصلبة في المختبرات فإن الناتج معظم حالاته يكون غير نقي ومصحوباً بنواتج ثانوية أخرى أو شوائب بنسب مئوية تختلف وظروف التجربة. ولتنقية هذه المركبات فإن عملية البلورة وإعادة البلورة تعتبر من أفضل الطرق المتبعة لهذا الغرض . فأحد الشروط الأساسية المهمة في عملية البلورة هو اختيار المذيب المناسب والذي يجب أن تتوفر فيه الشروط التالية:

- أن تكون ذوبا نية المادة الصلبة العضوية في هذا المذيب عالية على الساخن (في درجات الحرارة العالية) وضئيلة على البارد.
- أن تكون الشوائب قابلة للذوبان في المذيب على البارد حتى يتم فصلها والتخلص منها بخطوة الترشيح الأخيرة، أو لا تذوب نهائياً فيه حتى بعد التسخين وبذلك يتم فصلها بالترشيح الأول أي بعد تسخين المادة مع المذيب في الخطوة الأولى.
- أن يكون المذيب متوسط أو سريع التطاير حتى يتم تجفيف البلورات بسهولة لتعيين درجة انصهارها .
- أن يكون المذيب غير سام شديد الاشتعال (قدر الإمكان).

فاختيار المذيب المناسب في عملية البلورة يتوقف على تركيب المركب ويتم على أساس قاعدة الذوبانية المعروفة (الشبيه يذيب شبيهه) والمركبات القطبية التي تحتوي على مجاميع هيدروكسيل أو كربونيل أو أمينات أو أحماض كربوكسيلية فإنها تذوب في الماء والكحولات وذلك و عن طريق تكوين روابط هيدروجينية مع المذيب بينما المركبات التي لا تحتوي على مجاميع قطبية فإنها أكثر ذوباناً في الإيثر البترولي والبنزين ورباعي كلوريد الكربون و الدايوكسان ، وهناك مذيبات أخرى لها خصائص مشتركة مثل الأسيتون الذي يذيب النوعين من المركبات .أنظرالجدول (4) لاختيار المذيب المناسب. وفي حالة وجود أكثر من مركب واحد مطلوب من

الناتج الخام ، فإنه يجب عمل البلورة الجزئية (Fractional Crystallization) وذلك بإذابة الناتج الخام في مذيب مناسب وغليه حتى درجة الإشباع . وفي هذه الحالة فإن المحلول الناتج سيكون مشبعاً بأحد المركبات وغير مشبع بالمركب الآخر ، يبرد المحلول تدريجياُ حتى ينفصل المركب الأول بشكل بلورات نقية ثم يفصل بالترشيح ، أما الراشح المتبقي فيغلى حتى يتبخر جزء من المذيب ويصبح مشبعاً لأحد مكوناته الذي ينفصل بصورة نقية بالتبريد البطيء.

تكرر العملية عدة مرات في كل مرة تختبر نقاوة البلورات المنفصلة وذلك بواسطة تعيين نقاط انصهارها ، وقد تحتاج العملية إلى إعادة بلورة حتى نحصل على مركبات عالية النقاوة . فهناك بعض التحضيرات العضوية تنتج مشتقات لها أشكال بلورية مختلفة ومتقاربة في سرعة انفصالها وبلورتها وفي هذه الحالة يفضل التبريد البطيء جداً لكي يعطي فرصة كافية للبلورات كي تنمو وتكبر بصورة جيدة حتى يمكن تمييزها إما بالعين المجردة أو بواسطة المجهر وهناك احتمال فصلها بواسطة الإبرة وهذا ما تم فعلاً في فصل أنداد ملح حمض الطرطريك المكونة من نوعين مختلفين من البلورات بواسطة العدسة والملقط من قبل العالم (باستور) عام 1848.

جدول (4) المذيبات المقترحة لعملية البلورة:

أصناف المركبات	المذيب المناسب	القطبية**
الهيدروكربونات الإيثرات الهاليدات مركبات الكربونيل الكحولات والأحماض الأحماض السلفونية الأملاح العضوية	البنتان،الهكسان، التلوين الإيثرالأثيلى،البترول الإيثيري الكلورفورم،ثنائىكلوروالميثان خلات الأيثيل، الأسيتون الكحول الأسيتون الماء الماء	مركبات غير قطبية(غيرمحبة للماء) ↓ مركبات قطبية (محبة للماء)

**** ملاحظة: كلما اتجه السهم إلى أسفل كلما زادت القطبية.**

فعملية انفصال البلورات من المحاليل قد تتأخر في بعض الأحيان وقد لا تتم نهائياً وفي هذه الحالة تتبع إحدى الطرق التالية :

- – يجب عمل احتكاك مابين جدران الدورق الذي يحتوي على المحلول مع قضيب زجاجي أو معدني.
- – إضافة عدة بلورات من المركب النقي إن كان متيسراً.

- – إضافة مذيب آخر قابل للامتزاج مع المذيب الأول وأقل تذويباً للمركب المطلوب والتعكير الناتج في البداية يمكن إزالته بالرج ، يستمر بإضافة المذيب ويسخن المحلول حتى يتكون تعكير ثابت يعمل كنواة لتجميع الجزيئات الأخرى حولها بشكل بلوري أثناً التبريد البطيء للمزيج . فالحالات التي يتحول فيها المركب الصلب إلى سائل زيتي داخل المحلول في درجة حرارة الغرفة يستحسن التبريد في حمام ثلجي مع الاستمرار في حك جدار الدورق الذي يحتويها بقضيب زجاجي أو معدني كما ذكرنا أعلاه. إن الحالات التي يصعب فيها اختيار مذيب مناسب لذوبان المركبات العضوية الصلبة يستحسن فيها استخدام مذيبات أعلى في السلسلة الكربونية حيث أن ارتفاع درجات غليانها قد يساعد على الذوبان ولذلك يستبدل البنزين بالتلوين أو الزايلين في إذابة المركبات غير القطبية أو تستخدم الكحولات العالية في إذابة المركبات القطبية بدلاً من الكحول الإيثيلي ، وقد يستخدم البيريدين وحمض الفورميك النيترو بنزين في حالات أخرى .

2-2- إعادة البلورة:

يتم اختبار المذيب المناسب المذيب المناسب الذي لا يتفاعل مع المادة الصلبة المراد تنقيتها والذي يذيبها عند درجة حرارة مرتفعة ولا يذيبها عند درجات الحرارة العادية ، وبذلك تترسب المادة عندما يبرد المحلول . وغالباً ما يستخدم الفحم النباتي أثناء عملية البلورة ليمتز الشوائب الملونة.

تجربة (بلورة حمض بنزويك):

زن حوالي 1.5جم من حمض بنزويك ، وضعه في دورق مخروطي Conical flask سعته 100 مل . بعد ذلك أضف 35مل ماء مقطر. وقليلاَ من الفحم النباتي وخرزتا غليان ، ثم سخن الدورق حتى غليان الماء باستخدام موقد بنزين مع تحريك الدورق حتى ذوبان الحمض . رشح المحلول الساخن للتخلص من الفحم النباتي وأية شوائب أخرى غير ذائبة وذلك باستخدام ورقة ترشيح ذات طيات في قمع ترشيح مع ملاحظة الإسراع بعملية الترشيح هذه حتى لا يترسب أي من بلورات الحمض على ورقة الترشيح ولتفادي ذلك يستخدم قمع ترشيح ساخن . دع الراشح يبرد حتى تنفصل بلورات الحمض (يمكن استخدام حمام ثلجي لنتأكد من أن جميع بلورات الحمض قد انفصلت من المذيب). بعد ذلك رشح بلورات الحمض باستخدام قمع بوخنر يوضع في قمع بوخنر ورقة ترشيح لها نفس مساحة قاع القمع ثم تلصق في القاع باستخدام قليل من المذيب المستخدم للبلورة . خذ بلورات الحمض وضعها في جفنه وجففها بوضعها في غرفة سحب الغازات لمدة يوم أو في مجفف يحتوي على مادة مجففة للماء مثل كلوريد الكالسيوم . بعد ذلك قس درجة انصهار الحمض النقي وقارنها بدرجة انصهار الحمض قبل البلورة (كلما ازدادت الشوائب كلما انخفضت درجة الانصهار) وكذلك عين وزن بلورات الحمض النقية واحسب النسبة المئوية للشوائب الموجودة في الحمض.

التجربة الخامسة
الاستخلاص
Extraction

الاستخلاص في الكيمياء هي عملية كيميائية من عمليات الفصل، والتي يستخدم فيها ما يسمى باسم **عامل استخلاص** أو **المستخلِص** الذي يمكن أن يكون في الحالة الغازية أو السائلة أو الصلبة أو الحالة فوق الحرجة ، بإجراء عملية فصل انتقائية لمكوّن أو أكثر ضمن مزيج) و. يسمى ناتج عملية الاستخلاص باسم **المستخلَص** وأحياناً بالاسم الشائع *خلاصة*

انواع طرق الاستخلاص :

يمكن ان يكون الاستخلاص بسيط بشرط ان يكون معامل الانتشار KD لاحد المكونات بشكل معقول (بحدود 10 او اكثر)بينما للمكونة الاخرى بشكل قليل (بحدود 0.1 الى 0.001 او اقل ففي هذه الاحوال يمكن ان يجري الفصل في قمع الفصل بمرات متعاقبة لغاية 6-5 مرات باستخدام مذيب جديد في كل مرة.

الاستخلاص المستمر او المتكامل :

يمكن لاجهزة بسيطة ان تؤمن استخلاصا مستمرا وهذه الاجهزة قادرة على فصل المكونات المستخلصة التي تقترب نسبة انتشارها
(partition ratio) من الصفر وحتى المكونات التي تكون نسبة انتشارها غير مرضية يمكن فصلها بفترة عدة ساعات .

التقطير التجزيئي ذي التيار المتعاكس counter current fractionation

تم تطوير اجهزة اوتوماتيكية تتيح امكانية اجراء 200 استخلاص متعاقب او اكثر وهنا فان التيار المتعاكس يتيح امكانية الانتشار في كل خطوة بين الكميات الجديدة لكلا الطورين . ان الاستخلاص المتكامل يختلف عن تقنية التيار المتعاكس حيث ان الاستخلاص المتكامل يتضمن كميات جديدة فقط لأحد الاطوار . ان طريقة

التيار المتعاكس تتيح امكانية فصل مكونات متساوية في ال partition ratio

تطبيق طريقة الاستخلاص :

تبدو طريقة الاستخلاص اكثر جاذبية من طريقة الترسيب التقليدية في فصل المواد اللاعضوية حيث ان عملية التوازن وفصل الاطوار في قمع الفصل تكون اقل ضجرا واقل في الوقت اللازم من عملية الترسيب والترشيح والغسل اضافة لذلك فان مشاكل الترسيب المشارك واللاحق سنكون في غنى عنها وأخيرا وعلى العكس من طريقة الترسيب فان طريقة الاستخلاص يمكن ان تفصل مكونات ضئيلة التراكيز وعلى سبيل المثال تستخلص كلوريدات المعادن والنترات بواسطة الايثركما ان الكثير من الكواشف العضوية تكون مركبات كيليتية مع مختلف ايونات المعادن وتذوب هذه المركبات الكيليتية في الكلوروفورم ،رابع كلوريد الكاربون ، البنزين ،الايثر وعليه فان الانتقال الكمي لايون المعدن الى الطور العضوي سيصبح ممكنا ويستخدم كاشف ال8–هيدروكسي كوينولين بصورة واسعة في الفصل بالاستخلاص حيث ان اغلب كيليتاته تكون ذائبة في المذيبات العضوية كما ان هناك كاشف آخر مهم في فصل الكميات الضئيلة من المعادن بالاستخلاص هوالدايثايوزون diphenyl thiocarbazone

التجربة السادسة
التقطير
Distillation

التقطير هو العملية التي يتم فيها تحول المادة من الحالة السائلة الى الحالة البخارية ثم تكثيف البخار بالمكثف (التبريد) الى سائل مرة ثانية (سائل نقي) .

التقطير تقنية هدفها فصل مواد كيميائية عن بعضها البعض اعتمادا على اختلاف درجة غليانها فنحصل على قطارة من جهة وحثالة من جهة أخرى.

انواع التقطير:

1- التقطير البسيط

2- التقطير التجزيئي

3- التقطير البخاري

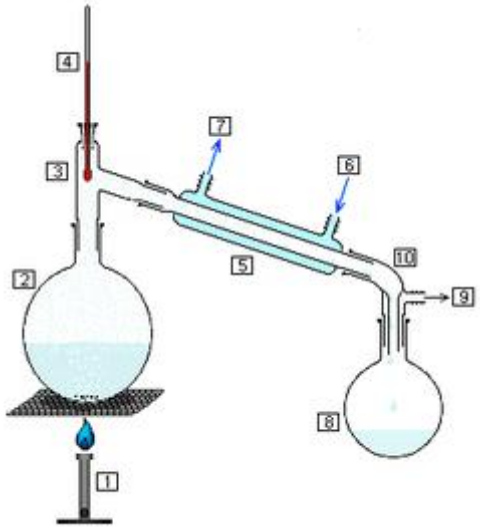
4 – التقطير تحت الضغط المخلخل

التقطير البسيط:

التقطير هو عملية لفصل المواد بواسطة الحرارة. وهي لا تحتاج إضافات أخرى أو مذيبات أو كيماويات. وتعتمد الطريقة على فروق في درجة غليان السوائل المراد فصلها. ويسمي الكيميائيون هذا الفرق فرق الضغط البخاري للمواد عند درجة حرارة معينة.

وكما بالشكل المجاور : عندما نقوم بتسخين مخلوط السوائل 1 (ودرجة غليانه منخفضة) والسائل 2 (درجة غليانه مرتفعة)، وليكن نسبة المخلوط الابتدائية نحو 1و0 (أي 10 % (السهم الأزرق الرأسي)). فترتفع درجة حرارة المخلوط إلى أن تصل منحنى الغليان (منحنى السائل باللون الأزرق). ويتكون البخار الناتج فوق السائل المغلي غنيا ببخار السائل ذو درجة غليان منخفضة، وفقيرا بالنسبة لبخار السائل ذو درجة غليان مرتفعة (تابع السهم الأفقي من اليسار إلى اليمين عند درجة حرارة ثابتة، حيث يلتقي بمنحنى البخار (الخط الأحمر)). ويلتقي السهم بمنحنى البخار عند نسبة 6 و0 (أي أن نسبة السائل المراد تنقيته في البخار أصبحت 60 %). وعند

تكثيف البخار نحصل على سائل يساوي في نسبته نسبة السائلين في البخار. بذلك يصبح السائل الناتج غنيا بالسائل ذو درجة غليان منخفضة. ويلاحظ أنه مع مرور الوقت تقل نسبة السائل (الطيّار) إلى السائل ذو درجة غليان عالية في قارورة الغليان.



جهاز التقطير البسيط

التقطير التجزيئي:

التقطير الجزيئي هي عملية يتم من خلالها فصل مكونات خليط مُعين مثلاً النفط وهي تعتمد على الاختلاف في درجة غليان المواد المكونة للخليط.

وعندما نقوم بتسخين الخليط يتبخر أقل المكونات درجة غليان (عندما تصل درجة حرارة الخليط إلى درجة غليانه) ويرتفع على شكل غاز إلى أعلى ثم نقوم بتبريد هذا الغاز فنحصل على المادة التي نريدها (نقية) وهكذا بالنسبة لبقية المواد المكونة للخليط..

وفي هذا النوع من التقطير يستخم عمود التجزئة (وهو عبارة عن انابيب زجاجية مملوءة ببكرات زجاجية أو تمتد الى تجويفها الداخلي نتوءات زجاجية من سطحها متشابكة)