التجربة الثالثة :

تنقية المركبات العضوية الصلبة

إعادة البلورة

عملية البلورة : هي احدى الطرق المتبعة في تنقية المواد العضوية الصلبة التي نحصل عليها من تفاعلات مختلفة أو التي تعزل من بعض العناصر الطبيعية مثل الاوراق والبذور.

*** تتم عملية البلورة في ست خطوات رئيسية :**

1-إذابة المادة في مذيب مناسب عند درجة حرارة عالية.

2-ترشيح المحلول الناتج وهو ساخن لإزالة الشوائب الغير ذائبة.

3-ترك الراشح ليبرد ببطئ لترسيب بلورات المادة العضوية الصلبة

4-ترشيح البلورات من المحلول في قمع الترشيح

5-غسل البلورات وهي في القمع بكمية قليلة من المذيب المستخدم في عملية البلورة لازالة جزيئات محلول الأم

6-تجفيف البلورات

***المذيب المناسب لأجراء تبلورمركب ما يجب ان تتوفر فيه الشروط التالية :**

1-يجب ان يذيب المركب المراد بلورته وهو ساخن (يذيب اكبر كمية من الماده وهو ساخن)

2-يجب ان يذيب الشوائب وهو بارد

3-لايتفاعل كيميائيا مع المركبات المراد بلورتها

4-يجب ان تكون درجة غليانه اقل من درجة انصهار المركبات المراد بلورتها

5-سهل لازالة من البلورات عند تجفيفها

6-غير سام ، غيرقابل للأشتعال ورخيص الثمن

*الشوائب اما ان تكون غير ذائبه في المذيب كليا وبالتالي يمكن ترشيحها من المحلول الساخن .

او تكون ذائبه في المذيب بصوره كبيرة لذلك سوف تبقى في المحلول اثناء عملية البلورة .

في بعض االحيان قد يصعب او يتاخر تكون البلورات (انفصال البلورات عن المذيب)في المحلول ففي هذه الحالة يجب اجراء ما يلي :

1-اضافة بلورة او بلورتين من المركب المذاب ان كانت متوفرة كي تعمل هذه البلورة كنواة تتجمع حولها بلورات المادة المراد تنقيتها .

2-خدش جدران الدورق او البيكر الحاوي على المركب المراد جمعه بمحرك زجاجي حتى تعمل الشحنات المتولدة بالحث كنو اة تتجمع حولها البلورات .

3-اضافة كمية من مذيب اخر بحيث تمتزج امتزاج تام بالمذيب الاول ويكون اقل اذابة للمادة الذائبة من المذيب الاول ففي هذه الحالة يعمل المذيب الثاني على دفع البلورات خارج المذيب الاول.

4-التبريد السريع.

***يمكن تقسيم الكاربون الصناعي الى قسمين رئيسين :**

1-الكاربون غير بلوري ويشمل هذا النوع الكاربون الاسود black carbon والكاربون المنشط Activated carbon

2-الكاربون البلوري يشمل الكرافيت و الماس

***الكاربون المنشط :** وهو احد صور الكاربون الغير بلوري ويمتاز بقابلية كبيرة على امتزاز المواد السائلة والغازية .

* **الأمتزاز :** هو عملية احتجاز لجزيئات او ذرات الماده الممتزه على سطح المادة المازة

***الفحم الحيواني :** هو عبارة عن مسحوق ناعم من الفحم المحضر من حرق العظام ويسمى ايضا بالكاربون المنشط .

بعض النماذج المحتويه على مواد ذائبة الملونة تسبب تلون المحلول وبلورات المادة العضوية بلون مصفر او تسبب عتمه في ألوان المواد العضوية الملونة فيمكن ازالة هذه الالوان باسخدام الفحم الحيواني .

حيث يحدث الامتصاص للشوائب الملونة على سطح الكاربون المنشط لان يعمل على تجهيز سطح واسع وفعال لامتصاص المواد الملونة الذائبة والبوليمرات والنواتج الثانوية الفعالة والمتكونة بكميات قليلة في التفاعلات العضوية.

الشروط يجب اتباعها اضافة الفحم الحيواني في حالة وجود الشوائب الملونة:

1-يضاف الفحم الحيواني الى المحلول وهو ساخن ويستمر بالتسخين لفترة مناسبة مع الرج ولايسخن المعلق لفترة طويلة لان فعالية الفحم الحيواني تقل بارتفاع درجات الحرارة .

2-يضاف الفحم الحيواني بعد التأكد من ذوبان المادة المادة العضوية في المذيب.

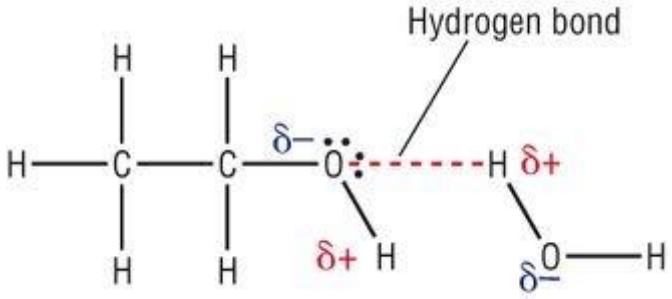
3-عدم اضافة كمية كبيرة من الفحم الحيواني لان زيادة الفحم الحيواني تؤدي الى امتصاص كمية من المواد العضوية المراد تنقيتها وبسبب خسارة في كمية الناتج

***البلورة والترسيب :**

هناك فرق كبيربين البلورة والترسيب اذ ان الترسيب هو عملية تكوين مادة صلبة ، بينما البلورة هي عملية تكوين بطيئة لبلورات الصلبة لذلك لايبرد المحلول المشبع بسرعة (الذي يحتوي على المادة النقية) وإنما يترك للتبلور بصورة بطيئة وذلك لأنه إذا برد المحلول بصورة سريعة فان المركب سوف يترسب بدلا من ان يتبلور وهناك فرق بين الحالتين اذ ان عملية الترسيب هي عملية سريعة لذلك فان المادة المترسبة ربما تحتوي على شوائب التي تحبس داخل التركيب البلوري المتكون بسرعة في حين في عملية البلورة وإذا ترك المحلول للتبلور بصورة بطيئة فان الشوائب سوف تحاول الابتعاد عن التركيب البلوري وذلك لان الجزيئات في الشبكة البلورية في حالة توازن مع الجزيئات في المحلول فالجزيئات الغير ملائمة للتركيب البلوري عادة ماتعود الى المحلول وفقط الجزيئات الملائمة تبقى في المحلول .

***الشبيه يذيب شبيهه :** هي قاعدة عامة لذوبان المركبات العضوية فالمركبات القطبية تذوب في المذيبات القطبية والمركبات اللاقطبية تذوب او تمتزج مع المركبات اللاقطبية فمثلا الكحولات التي تحتوي على مجموعة هيدروكسيل (OH) تذوب في الماء بسبب تكوين الاصرة الهيدروجينية بين الماء والكحول ولكن عند زيادة السلسلة الهيدروكاربونية في الكحول تقل قابلية الذوبان في الماء ولكن ربما يذوب في المذيبات اخرى مثل

الايثانول ، الحوامض الكاربوكسيلية الت تحتوي على مجموعة (COOH) والامينات التي تحتوي على مجموعة (NH, NH2) تستطيع كذلك ان تكون اصرة هيدروجينة وهي تذوب في المذيبات القطبية مثل الكحولات . والمركبات ذات السلسلة الهيدروكاربونية الطويلة لاتذوب في المذيبات القطبية بسبب الاصرة C-C وC-H الغير قطبية ولكنها تذوب في المذيبات اللاقطبية مثل البترولیوم ايثر ورباعي كلوريد الكاربون وغيرها، تقاس قطبية المذيب بما يعرف بثابت العزل الكهربائي.



***المذيب المزدوج :** وهو عبارة عن مذيبين ممتزجين مع بعضهما ومختلفين في قابلية اذابتهما لمادة معينة بحيث ان احد المذيبين يذيب المادة بسرعة والمذيب الاخر لايذيب المادة فمثلا العديد من المركبات العضوية القطبية تذوب بصورة كبيرة في الايثانول ولكن لاتذوب في الماء لذلك تذاب المادة بكمية من الايثانول الساخن وبعدها يضاف الماء قطرة قطرة الى ان يصبح المحلول متعكراو ضبابي. ومن امثلة المذيبات المزدوجة :

ميثانول- الماء ، ايثانول-الماء ، اسيتون-الماء ، ثنائي ايثيل ايثر-ميثانول

طريقة العمل :

1- ضع (0,5)غم من حامض البنزويك غير النقي في دورق مخروطي ثم اضيف اليه (25) مل من الماء المقطر

2-يسخن المزيج مع التحريك حتى الغليان واستمر بالتسخين لحين ذوبان كل كمية الحامض

3-حضر ورقة الترشيح في قمع الترشيح فوق دورق مخروطي

4-رشح المحلول الساخن للحامض على شكل دفعات حتى لايبرد ويتبلور الحامض على ورقة الترشيح وفي عنق القمع

5-اترك الراشح في الدورق ليبرد ببطئ ولاحظ انفصال وتكون البلورات

6-رشح الناتج واجمع الراسب على ورقة الترشيح ثم جفف واحسب الوزن

تقاس قطبية المذيب بثابت العزل الكهربائي (وهو مقياس لفصل الشحنات الكهربائية الموجبة والسالبة) كما في الجدول التالي:

NAME	F	D.C	B.P
Water	H_2O	78.5	100
Methanol	CH_3OH	32.6	65
Ethanol	CH_3CH_2OH	24.3	78
Aceton	CH_3COCH_3	20.7	56
Dichloromethane	CH_2Cl	9.1	41
Ethyl acetate	$CH_3COOCH_2CH_3$	6.0	77
Chloroform	$CHCl_3$	4.8	61

Diethyl ether	$CH_3CH_2OCH_2CH_3$	4.3	35
Toluene	C_7H_8	2.4	111
Benzene	C_6H_6	2.3	80
Tetrachloromethane	CCl_4	2.2	77

الترشيح:تستخدم عملية الترشيح لأغراض كثيرة منها:

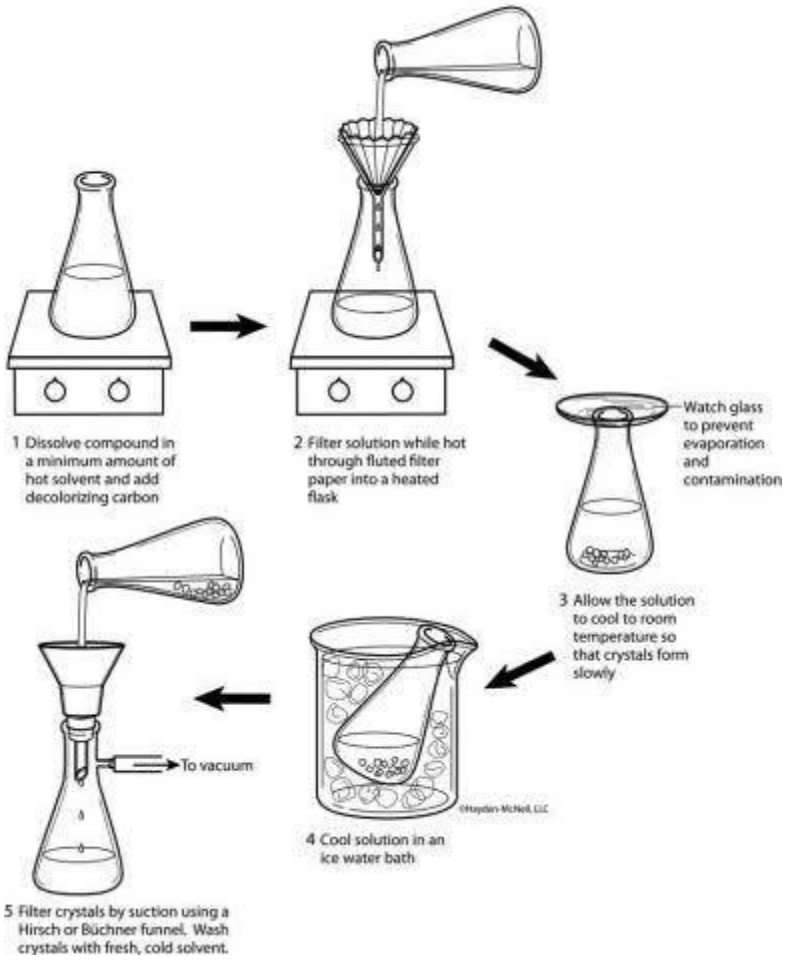
1-فصل الشوائب الصلبة عن السائل او المحلول

2-جمع الناتج الصلب من مزيج التفاعل او من المحلول الذي بلور منه مركب ما.

توجد طريقتين للترشيح:

1-ترشيح الجاذبية:هو ابسط تقنيات الترشيح ويتم عن طريق صب المحلول الذي يحتوي المواد الصلبة في ورقة الترشيح مطوية (بهيئة مخروط او بهيئة مخروط متعدد الطيات) موضوعة في قمع الترشيح حيث يمر المحلول خلال مسامات ورقة الترشيح الى الدورق المخروطي وتبقى المواد الصلبة في الورقة.

2-الترشيح الشفط (التفريغ):في هذه العملية يتم الترشيح عن طريق خفض الضغط في اناء الترشيح بسحب الهواء داخل دورق الترشيح مخضة ماصة،لذلك يكون الترشيح التفريغ اسرع من ترشيح الجاذبية.



س1\ لماذا يفضل التبريد التدريجي على التبريد المفاجئ في عملية اظهار البلورات في عملية البلورة ؟

س2\يفضل استخدام الدورق المخروطي عند اجراء اعادة البلورة؟

س3\كيف التأكد من نقاوة المادة العضوية عند اجراء اعادة البلورة؟

س4\لماذا ورقة الترشيح ذات الطيات تسرع من عملية الترشيح اكثر من ورقة الترشيح المخروطية؟

س5\على ماذا تعتمد عملية اعادة البلورة؟