

الفصل الثالث

تنقية وفصل المواد العضوية

- تنقية المواد الصلبة.
- تنقية المواد السائلة.

obeikandi.com

الفصل الثالث

تنقية وفصل المواد العضوية

تنقية المركبات العضوية من أهم التقنيات التي تجرى في معامل الكيمياء العضوية لزيادة الثقة في قيم الثوابت الفيزيائية المعطاة وكذلك لنجاح التجارب العملية. وهناك طرق تتبع لتنقية المركبات السائلة وأخرى لتنقية المركبات الصلبة.

تنقية المواد الصلبة :

البلورة Crystallization :

لإزالة الشوائب المصاحبة لنواتج التفاعلات وللحصول على هذه النواتج نقية فإنه من الواجب التخلص من هذه الشوائب عن طريق البلورة التي تعد أكثر الطرق استخداماً لتنقية المركبات العضوية، تعتمد البلورة على أن هذه الشوائب لها خواص تختلف عن خواص الناتج المراد تنقيته، وتتم بإذابتها جميعاً في مذيب مناسب، وبالتالي فإن الشوائب إما أن تكون غير ذائبة أو ذائبة، حتى بعد انتهاء بلورة الناتج المراد تنقيته، ولذا يمكن فصلها عنه في الحالتين السابقتين. وتتم عملية البلورة حسب الخطوات التالية:

1. اختيار المذيب.
2. إذابة المادة الصلبة في أقل كمية من المذيب الساخن.
3. ترشيح المحلول الساخن.
4. التبريد.

5. فصل البلورات من المحلول.

6. تجفيف البلورات.

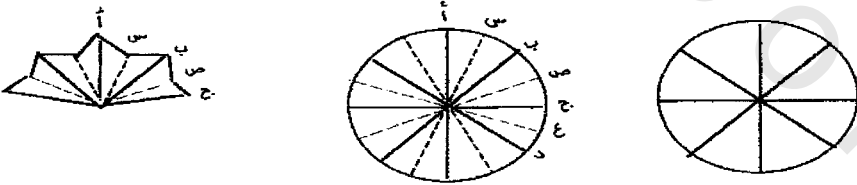
1. اختيار المذيب: تعد هذه الخطوة من أصعب الخطوات، ويعتمد اختيار المذيب جدول (1-3) على قدرته على إذابة أكبر قدر من المركب وهو ساخن وأقل كمية وهو بارد، وأن لا يتفاعل كيميائياً مع المركب المراد تنقيته، ومن الشروط الواجب توافرها في المذيب أيضاً أن تكون درجة غليانه معتدلة حتى يمكن إزالته بسهولة عند تجفيف البلورات، وأن لا تزيد درجة غليان المذيب عن درجة انصهار المادة بدرجة كبيرة حتى لا تتحول المادة إلى قطرات زيتية ويتبلور مرة أخرى بالشوائب. ومن المذيبات التي تستخدم عادة: ماء مقطر، ميثانول، إيثانول، حمض الخليك، إيثر بترولي (موزع على أساس درجات غليان $40-60$, $60-80$, $80-100$, $100-120^{\circ}\text{C}$) تليها المذيبات الآتية: الإيثر، الكلوروفورم، خلاص الإيثل، ثنائي ميثيل فورمايد، وقد يستخدم أكثر من مذيب في عملية البلورة يكون المذيب الأول أكثر إذابة للمادة من المذيب الثاني وعند أول نقطة تحدث تعكير يوقف إضافة المذيب الثاني، يترك لفترة حتى تتكون البلورات ويجب أن لا يزيد حجم المذيب الثاني عن حجم المذيب الأول.

2. إذابة المادة الصلبة في المذيب: تطحن المادة وتوضع في دورق مخروطي صغير، تضاف إليها كمية قليلة من المذيب وذلك على دفعات، ثم تضاف خرزتين من خرز الغليان، تسخن المحتويات على سخان كهربائي أو حمام مائي مع التحريك من آن لآخر حتى درجة غليان المذيب، تكرر عملية التحريك والتسخين بعد إضافة المذيب مع ملاحظة مدى ذوبانية المادة الصلبة.

جدول (1-3): المذيبات العامة المستخدمة في البلورة

Solvent ^a	B.P.(°C)	Isoelectric constant	Solubility in H ₂ O (g/100g)
Pentane	36	2.0	0.03
Hexane	69	1.9	imiscible
Light petroleum	60-80	0.2	imiscible
Cyclohexane	81	2.0	Slight-miscible
Toluene	110	2.4	Slight-miscible
Diethylether	35	4.3	7.5
Ethylacetate	77	6.0	9.5
Acetic acid	118	6.2	miscible
Dichloromethane	40	9.1	2.0
Acetone	56	21	miscible
Propan-2-ol	82	18	miscible
Ethanol	78	25	miscible
Methanol	65	34	miscible
Dimethylformamide	154	38	miscible
Dimethylsulfoxide	189	45	miscible
Water	100	80	-----

3. **الترشيح:** يلزم للترشيح إعداد جهاز الترشيح، ويتكون من دورق مخروطي وقمع واسع ذي ساق قصيرة، ويحتوي على ورقة ترشيح مطوية حسب الشكل (3-3)، تبلل الورقة بقليل من المذيب وكذلك يوضع في الدورق قليل من المذيب ثم يوضع الجميع على السخان حتى يحتفظ بالنظام ساخناً ولا تتكون البلورات في أثناء الترشيح، تصب المحتويات من دورق الإذابة على دورق الاستقبال من خلال ورقة الترشيح، تغسل الورقة بعد انتهاء الترشيح بقليل من المذيب الدافئ.



شكل (1-3)

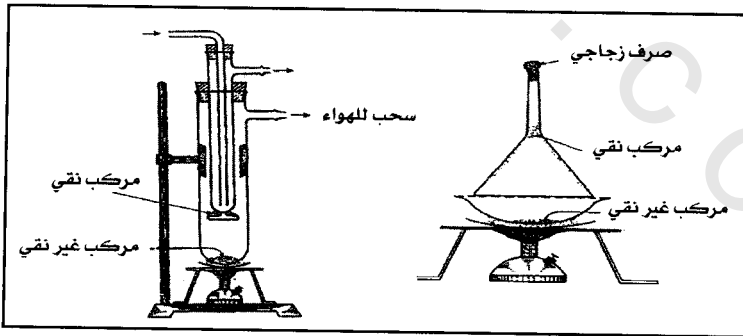
4. **التبريد:** الهدف من التبريد هو الحصول على أكبر كمية من بلورات المركب الذي رشح سابقاً مع إبقاء الشوائب ذائبة في المحلول. والتبريد هنا يتم إما في درجة حرارة الغرفة أو في ماء بارد أو ثلج، إلا أن التبريد عند درجة حرارة الغرفة حيث يتم الحصول على بلورات كبيرة. وفي بعض الحالات التي لا تتكون فيها بلورات يلزم خدش الجدار الداخلي للدورق المحتوي على محلول المركب وذلك عند السطح السائل بواسطة ساق زجاجي والهدف من ذلك تكوين نواة لنمو البلورات وفي بعض الحالات عندما تكون لدينا بلورات نقية من نفس المركب تضاف بعض البلورات للمحلول. وفي المركبات التي يحصل فيها على زيت وليس بلورات (المركبات ذات درجة انصهار منخفضة لا بد من البلورة عند درجات حرارة منخفضة وإعطاء الوقت الكافي للتبريد).

5. **فصل البلورات:** تتم عملية الفصل بالترشيح عن طريق خفض الضغط في إناء الترشيح الذي هو قمع بوخنر أو قمع هيرش (يستخدم الأول في حالة ترشيح كمية كبيرة من البلورات والثاني في حالة إذا ما كانت البلورات قليلة على الترتيب، مثبت على دورق ذي فتحة جانبية يسحب من خلالها الهواء بواسطة مضخة، تغطي قاعدة القمع بورقة ترشيح بنفس مساحة القاعدة بحيث تغطي جميع فتحات القمع وتبلل بقليل من المذيب حتى تلتصق الورقة بقاعدة القمع، يصب المحلول الذي به المادة الصلبة المترسبة (أو المتبلورة) في القمع وعند شفط الهواء من داخل دورق بوخنر يمر المحلول بسرعة تحت تأثير الضغط الجوي أعلاه تاركاً المادة الصلبة في القمع يستمر شفط الهواء مدة قليلة حتى يزال كل المحلول، يفك الخرطوم الموصل للمضخة قبل غلق صنوبر الماء ويجب وضع مصيدة بين القمع والمضخة لمنع دخول الماء داخل القمع عند حدوث شفط في الاتجاه العكسي.

6. **تجفيف البلورات:** تزال البلورات من قمع بوختر وتضغط بين ورقتي ترشيح وتجفف في الهواء أو في جهاز تجفيف عادي أو مفرغ أو في فرن عند درجة حرارة أقل من درجة انصهار المادة.

التسامي:

تستخدم هذه التقنية في تنقية المركبات العضوية التي تحتوي على شوائب غير متطايرة، ويتسخن المركب الصلب المراد تنقيته من هذه الشوائب يتحول من الحالة الصلبة إلى الحالة البخارية دون المرور بالحالة السائلة وعندما يبرد يعود للحالة الصلبة مباشرة تاركاً الشوائب ويستخدم ذلك الجهاز شكل (2-3) وفي عملية التسامي يوضع المركب غير النقي في طبق ويغطى بورقة ترشيح ثم يوضع عليها قمع مقلوب، تسد فتحة القمع بقطعة صوف زجاجي يسخن الطبق فيتحول المركب إلى الحالة البخارية ماراً من مسام ورقة الترشيح ثم يعود إلى الحالة الصلبة عند ملامسته السطح الداخلي البارد للقمع تاركاً الشوائب على الطبق. من المواد التي يمكن تنقيتها بهذه الطريقة الكافور، النفثالين، سداسي كلوريد الإيثان، الأنثراسين ويمكن إجراء عملية التسامي تحت ضغط منخفض باستخدام مضخة مائية أو زيتية.



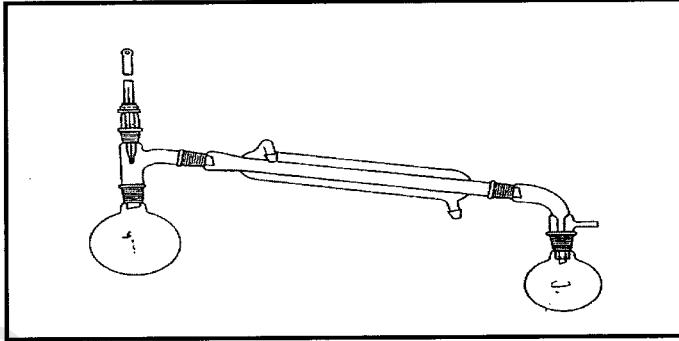
شكل (2-3)

تنقية المواد السائلة :

التقطير Distillation :

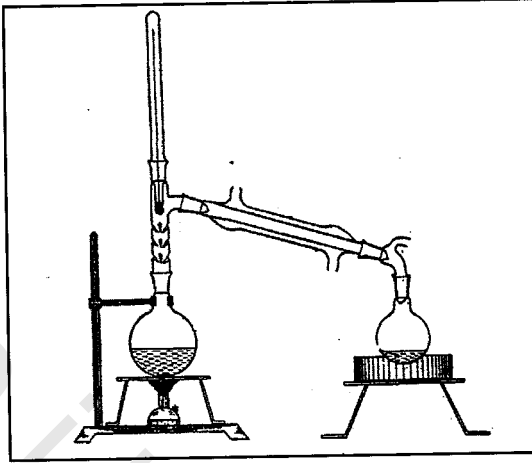
وهو من أهم طرق تنقية السوائل، ويعتمد على اختلاف درجات الغليان لهذه السوائل. وهناك عدة أنواع من التقطير: التقطير البسيط، التقطير التجزيئي، التقطير تحت ضغط منخفض، التقطير البخاري.

التقطير البسيط Simple Distillation: وهذه الطريقة تستخدم لتنقية السوائل التي لا تتحلل عند درجة غليانها وتحتوي على شوائب غير متطايرة، ويمكن بها فصل السوائل التي تختلف درجة غليانها بحوالي $70 - 80^{\circ}\text{C}$ ، مثل: الأنيلين (درجة غليانه 184°C) يمكن فصله بسهولة من الإيثر (درجة غليانه 35°C) أو من الإيثر البترولي (درجة غليانه $40 - 60^{\circ}\text{C}$) بالتقطير البسيط. الشكل (3-3) يوضح جهاز التقطير البسيط حيث يوضع السائل غير النقي المراد تقطيره في دورق التقطير (أ) (حوالي نصف حجم الدورق) مع وضع أيضاً خرزتين للغليان، تسخن على سخان كهربائي (في حالة المركبات غير القابلة للاشتعال وذات درجة غليان عالية) أو على حمام مائي (للمركبات ذات درجات غليان منخفضة والقابلة للاشتعال)، في أثناء التسخين يبدأ بجمع المركب ذي درجة الغليان المنخفضة في دورق الاستقبال (ب) عن طريق المكثف، ويلاحظ ثبوت درجة حرارة الترمومتر المثبت على الدورق وعندما تبدأ درجة الحرارة في الارتفاع يغير دورق الاستقبال (ب) بآخر ويجمع المركب الذي يليه بنفس الطريقة ويراعى أن تكون التوصيلة المتصلة بدورق الاستقبال محتوية على فتحة متصلة بالهواء.



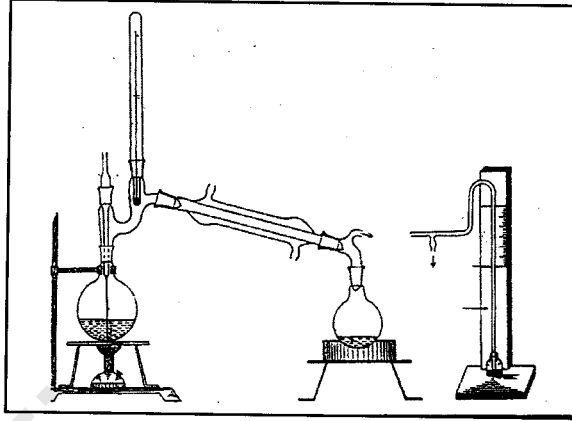
شكل (3-3)

التقطير التجزيئي Fractional Distillation: هذه التقنية مفيدة في فصل محتويات مخلوط من السوائل تختلف في نقطة غليانها بحوالي 30°C أو أكثر، فمثلاً يمكن فصل مخلوط مكون من البنزين (درجة الغليان 80°C) والتلوين (درجة غليانه 110°C)، الجهاز كما في الشكل (3-4) لا يختلف عن جهاز التقطير البسيط السالف الذكر سوى أنه يحتوي على عمود تجزيئي يثبت قبل المكثف، وأعمدة التجزيء متنوعة الشكل وأكثرها استخداماً هو النوع الذي يحتوي بداخله على مواد تعطي مساحة واسعة داخل العمود مثل الخرز الزجاجي حيث يعتمد مبدأ التجزيء على تأمين سطح واسع داخل العمود ليعمل على التدرج في معدل درجة الحرارة تدرجياً كلما ارتفع البخار إلى أعلى وبالتالي للفصل بين البخار الصاعد والسائل المتكثف والذي يعود مرة أخرى إلى دورق التسخين، بالتالي المركبات ذات درجة غليان مرتفعة تتكثف وتعود إلى الدورق وهكذا حتى يصل المكون ذو الدرجة المنخفضة أعلى العمود ثم يمر خلال المكثف، يجمع السائل المكثف في دورق الاستقبال بمعدل 10-15 قطرة في الدقيقة يليه جمع المكون الذي يليه في درجة الغليان حيث ينفصل بالطريقة السابقة نفسها ويجمع في دورق آخر..... وهكذا حتى نحصل على عدة دوارق تحتوي على سوائل متدرجة في درجات غليانها فالأول درجة غليانه أقل من الثاني وهذا أقل من الثالث، وهكذا.



شكل (3-4)

التقطير تحت ضغط مخفض Vacuum Distillation؛ وهو نمط من أنماط التقطير يستخدم فيه ضغط منخفض، وذلك للمواد التي يحدث لها تكسير أو تحلل عند أو أقل من درجة غليانها الطبيعية، كذلك تستخدم هذه الطريقة للمواد التي لها درجة غليان عالية حيث يصعب تقطيرها بالطريقة العادية، يستخدم في ذلك جهاز كما هو واضح من الشكل (3-5)، ويتكون من دورق تقطير، توصيله كلايزن بها جيب للترموتر كما توجد في إحدى فتحاتها أنبوبة شعرية طويلة لخروج الهواء، والفتحة الثالثة متصلة بالمكنث الذي يتصل بدورق الاستقبال. يصب السائل المراد تقطيره في دورق التقطير إلى نصف حجمه، وتوصل فتحة توصيلة الاستقبال بالمضخة المائية أو الزيتية عبر مانومتر لتسجيل الضغط، في حالة استخدام المضخة الزيتية توضع مصيدة لتبريد البخار، وذلك بالهواء البارد أو الثلج الحادة للحصول على أكبر كمية من البخار المتكثف، وعند ضغط معين يسخن السائل في دورق التقطير ويجمع في دورق الاستقبال، ثم تسجل درجة الحرارة والضغط لكل جزء.

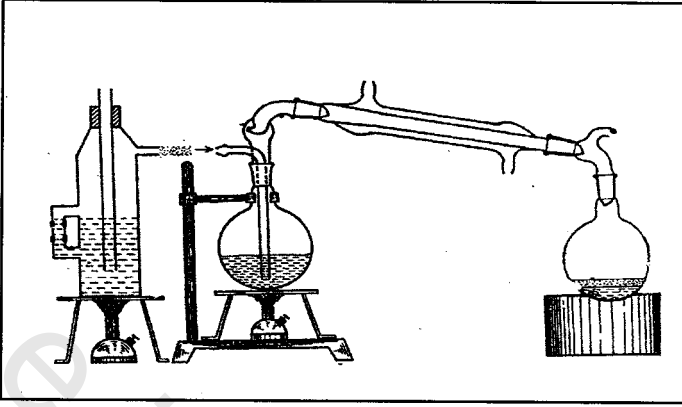


شكل (3-5)

التقطير البخاري Steam Distillation: تستخدم هذه الطريقة لتنقية المركبات العضوية ذات درجات غليان عالية، وقد تتحلل عند نقاط غليانها، هذه المواد غير قابلة للامتزاج مع الماء، فعند تسخين خليط منها والماء فإن درجة غليانها تكون عند تساوي الضغط الجوي P مع مجموع الضغط البخاري للسائل P'' وللماء P' حسب المعادلة:

$$P = P'' + P' \quad (\text{من تعريف درجة الغليان})$$

وهذا يعني أن الضغط البخاري لسائل P'' أقل من الضغط الجوي عندما يخلط مع البخار. وهذه النتيجة تؤدي إلى تقطير السائل عند درجة حرارة أقل من نقطة غليانه العادية. يتكون جهاز التقطير كما في الشكل (3-6) من مولد بخار، حيث يمر البخار من فتحة في المولد إلى دورق التقطير الساخن، فيختلط بخار السائل مع بخار الماء، بعد ذلك يتكثف في المكثف ويجمع في المستقبل وفي حالة ترسب المادة بعد تكثفها تفصل من بخار الماء بالترشيح، أما إذا بقيت في حالتها السائلة فتفصل باستخدام قمع الفصل، وتستخدم هذه الطريقة في فصل وتنقية الزيوت النباتية الطبيعية من مصادرها المختلفة.



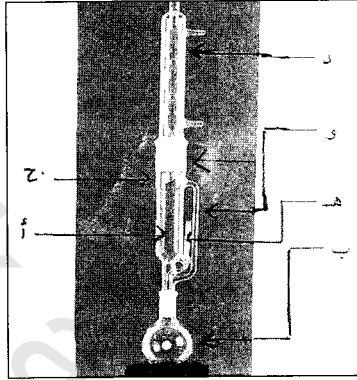
شكل (3-6)

الاستخلاص بالمذيبات:

تستخدم هذه التقنية لفصل مادة من مخاليطها التي توجد في الطبيعة أو لفصل بعض المواد من المحاليل التي توجد بها، أو لفصل الشوائب الذائبة.

استخلاص المواد الصلبة: تستخدم هذه الطريقة لاستخلاص بعض القلويات من أوراق الشجر أو لاستخلاص بعض النكهات من البذور وغيرها من أجزاء النباتات ويستخدم لهذا الغرض جهاز يسمى السوكسلت شكل (3-7)، حيث يوضع الخليط الصلب في أنبوب ورقي مسامي، وهذه بدورها يوضع في الحيز (أ) الخاص به داخل الجهاز، يصب المذيب في دورق مستدير القاع (ب) ويثبت فوق السوكسلت (ج) ثم يثبت المكثف (د) فوق الأخير، يسخن المذيب حتى الغليان فيتبخر عن طريق الأنبوبة (هـ) ثم يتكثف مرة أخرى عند وصوله المكثف وينزل على هيئة سائل في الأنبوب الورقي الموجود داخل السوكسلت فيعمل على إذابة المركب المراد استخلاصه، عندما يمتلئ الأنبوب بمحلول المذيب ويصل إلى الحد العلوي للسيفون (و) يفرغ المحلول تلقائياً إلى الدورق السفلي، ثم يتبخر المذيب مرة أخرى تاركاً المذاب في الدورق حيث يتكثف بعد ذلك المذيب وينزل على الأنبوب الورقي ليذيب من جديد

المركب المراد استخلاصه، وهكذا تتكرر العملية. يراعى في هذه العملية اختيار المذيب المناسب للمركب المراد فصله من حيث عدم تفاعله معه كيميائياً، بالإضافة لسهولة فصله منه بعد ذلك باستخدام جهاز البخار الدوار شكل (1-15-ج).

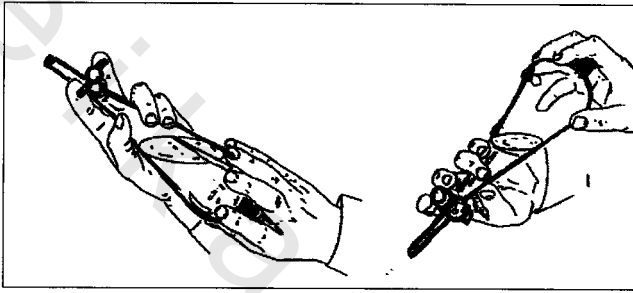


شكل (3-7)

استخلاص المحاليل: لاستخلاص مادة ذائبة في مذيب ما يستخدم قمع فصل، وهذا يتخذ أشكالاً مختلفة منها الدائري والكمثري كما ذكر في الباب الأول، شكل (1-3)، وكذلك إلى استخدام مذيب آخر لا يمتزج مع المذيب الموجود فيه المادة، وتتم عملية الفصل على النحو التالي:

يصب المحلول في قمع الفصل من خلال قمع صغير مثبت على فوهة قمع الفصل بعد أن يثبت الأخير على حلقة حديدية مثبتة على حامل حديدي، يضاف المذيب المناسب ثم تغلق فوهة القمع بسدادة مع دهن السدادة بالفازلين حتى لا تلتصق ويصعب فتحها. بعد ذلك يمسك القمع بطريقة معينة كما في الشكل (3-8)، يرج بلطف مرة أو مرتين ثم يمسك بطريقة معكوسة بحيث توجه فوهته إلى أسفل مع إحكام مسك فوهة القمع ويكون طرف الصمام إلى أعلى يفتح الصمام تدريجياً لمعادلة الضغط الذي قد ينشأ داخل القمع نتيجة للرج مع الضغط الجوي، يفلق

الصمام مرة أخرى وتعاد عملية الرج ومعادلة الضغط عدة مرات حتى يتم التأكد من عدم وجود ضغط عال داخل القمع، وفي المرات الأخيرة يكون الرج بشدة، يوضع بعد ذلك على الحلقة الحديدية كي يتضح الحد الفاصل بين طبقتي السائلين، تفصل الطبقة السفلية في دورق زجاجي آخر من خلال فوهة الصمام، يبحث بعد ذلك عن المادة المذابة في إحدى الطبقتين حيث يبخر المذيب في المبخر الدوار شكل (1-13-ج).



شكل (3-8)

الفصل الكروماتوجرافي: الفصل الكروماتوجرافي من الطرق المهمة في التحليل الكيميائي لفصل المخاليط التي يصعب فصلها بواسطة طرق الفصل العادية، وتعتمد هذه التقنية على توزيع المادة بين طورين أحدهما ثابت والآخر متحرك، الطور الثابت قد يكون صلباً أو سائلاً محملاً (ممتزاً) على دعامة جامدة، أما الطور المتحرك يكون عادة سائلاً عضوياً. تنقسم تقنيات الفصل الكروماتوجرافي حسب ميكانيكية الفصل إلى قسمين رئيسيين هما:

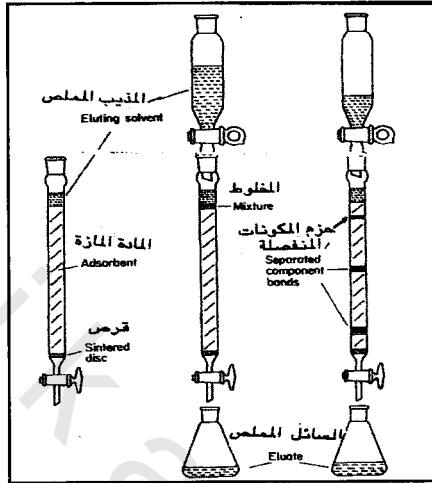
كروماتوجرافي الامتزاز، ويتم الفصل فيها نتيجة لاختلاف قوة امتزاز المواد المراد فصلها على سطح الطور الثابت المستخدم مثل: كروماتوجرافيا العمود وكروماتوجرافيا الرقيقة.

القسم الثاني هو كروماتوجرافيا التوزيع، ويعتمد على اختلاف معاملات التوزيع بين الطور الثابت (سائل ممتزج على سطح صلب) والطور المتحرك ومنها كروماتوجرافيا الورقي.

أنواع أخرى مثل: كروماتوجرافيا غاز-سائل، التبادل الأيوني، الهجرة الكهربائية.

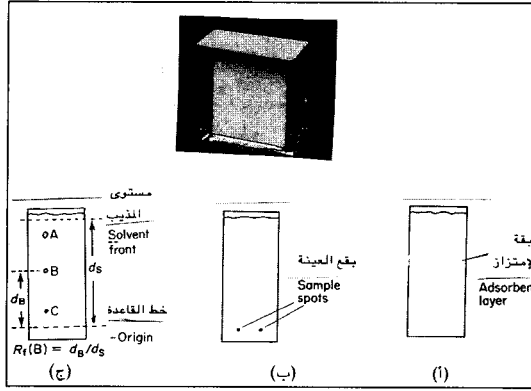
– كروماتوجرافيا العمود: وهي أعمدة مصنعة من الزجاج، شكل (3-9) حيث يملأ بمادة صلبة مثل: جل السليكا (حمض السالسالك) أو ألومينا (أكسيد الألومنيوم) وهما الطور الثابت، يصب المحلول الذي يحتوي على المواد المراد فصلها من قمة العمود، وفي أثناء مرورها خلال العمود يمتاز الطور الثابت جزيئات المواد الذائبة في المحلول، بعد ذلك يصب مذيب مناسب وهو المصلص (eluent) وبمعدل معين، وفي أثناء سريان المذيب خلال العمود يبدأ في تمليص المواد التي امتزجت كل منها بقدر يتوقف على قوة امتزازها على سطح الطور الجامد. وكمثال لفصل مكونات مخلوط من مادتين (أ) و(ب): إذا كانت المادة (أ) ممتزة بقوة أكبر على السطح الصلب من المادة (ب) فإن المذيب (المصلص) في أثناء سريانه خلال العمود يسهل عليه تمليص جزيئات المادة (ب) أسرع من المادة (أ) من على سطح الطور الجامد، ويحملها أسفل العمود حيث يمتاز مرة أخرى، بإضافة مزيد من المذيب تتكرر عمليتا التمليص والامتزاز على التوالي وتدرجياً حتى تتفصل المادة أ أو ب على هيئة طبقتين منفصلتين واضحتين ملونتين، عندما تصل المادة (ب) الأضعف امتزازاً قاع العمود تستقبل في ورق مخروطي، (تعتمد كمية الخليط المراد فصل مكوناته على طول وقطر العمود الزجاجي المستخدم) وهنا يدخل عامل الوقت في عملية الفصل وعموماً تستخدم نسبة (1:30) وزن الصنف الثابت إلى وزن الخليط على التوالي، كما يراعى أن يملأ العمود بأكثر من ثلثيه من الصنف الثابت،

ويستدل على التمليص الكامل لمادة عن أخرى بمتابعة عملية التمليص من خلال كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة.



شكل (3-9)

كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة: هي أكثر الطرق الكروماتوجرافيا استخداماً وتعتمد هذه التقنية على الأسس نفسها التي تعتمد عليها كروماتوجرافيا العمود. في هذه الطريقة تذاب المادة المراد فصلها في مذيب مناسب ثم تنقط بقرب من حافة شريحة مغطاة بطبقة رقيقة من مادة مازة هي الألومينا أو جل السليكا، ويحتوي على قليل من كبريتات الكالسيوم لزيادة قوة الطبقة، يتبخّر المذيب تاركاً وراءه رواسب على السطح المتمز، توضع هذه الطبقة في حوض يحتوي على كمية قليلة من مذيب أو مخلوط من مذيبات بحيث تكون حافة اللوح أو الشريحة منغمسة مسافة 1-2cm تحت سطح المذيب ثم يغطى الحوض شكل (3-10).



شكل (10-3)

ويلاحظ بعد ذلك ارتفاع السائل خلال السطح الممتز بالجاذبية الشعرية موزعاً مكونات المخلوط في أماكن مختلفة، يرفع اللوح عند وصول المذيب إلى ثلاثة أرباع ارتفاعه ويجفف. يمكن الكشف عن المكونات بعد تجفيف الكروماتوجرام برؤيتها إن كانت ملونة، أو تظهر بواسطة إحدى الطرق الثلاث الآتية:

1. تشعيها بالأشعة فوق البنفسجية فتعطي المواد لون فلورونست مع الشعاع فوق البنفسجي.
2. يوضع اللوح في حمام بخار من اليود، وذلك بوضع بضع بلورات من اليود في زجاجة ذات فوهة واسعة، حيث يذوب بخار اليود في معظم المركبات العضوية فيلون البقع تدريجياً.
3. برشها بواسطة كاشف ملون للبقع، ويعتمد هذا الكاشف على طبيعة المواد العضوية التي يتفاعل معها.

يحدد معامل السريان، وهو عادة أقل من الواحد الصحيح، ويحسب طبقاً

للمعادلة:

$$Rf = \frac{x}{y}$$

حيث x = المسافة التي قطعتها بقعة المادة، y = المسافة التي قطعها المذيب، R_f = معدل السريان.

طريقة تجهيز الكروماتوجرام:

1. تحضير اللوح أو الصفيحة: يحضر لوح زجاجي ذو مقاس صغير حوالي 20×60 mm، ويمكن استخدام مقاسات كبيرة، تبلل المادة المازة بالماء بحيث تتكون عجينة لا ثقيلة ولا خفيفة وتفرش على اللوح السابق، تترك لتجف ثم تنشط بوضعها في فرن عند 120°C ويمكن خلط المادة المازة بنسبة (1:1) مع مخلوط من الكلوروفورم والماء بنسبة (1:2) ثم تفرد العجينة بالاستعانة بساق زجاجية على اللوح الزجاجي وفي حالة الألواح الصغيرة كما في شرائح الميكروسكوب فتغمس شريحتان متطابقتان في الوقت نفسه في العجينة وتترك جانباً حتى يتساوى السطح وينزل الزائد، وبعد جفافها تفصل الشريحتان وتنشطان بتجفيفهما في الفرن.
2. وضع العينات (التبقع): تذاب العينات في محلول متطاير بنسبة 1-2% وتبقع باستخدام حقنة أو أنبوبة شعرية وذلك بملامسة الأنبوبة السطح الماز على بعد (1.3-1.9 cm) من حافة اللوح بحيث تكون البقعة صغيرة جداً ومراعاة عدم خدش السطح الماز ويراعى أيضاً تباعد البقع على الأقل 1 cm بين الواحدة والأخرى، تكرر العملية كلما جفت حتى يمكن الحصول على بقع مركزة العينة.
3. التطهير: بعد جفاف البقع يوضع اللوح في وعاء التطهير؛ وهذا الوعاء ذو فوهة واسعة وغطاء لولبي أو وعاء زجاجي ذي عنق طويل وسدادة مطاطية،

ولابد من تشبع الوعاء ببخار المذيب، يوضع اللوح في هذا الوعاء ولا بد أن تكون حافة اللوح منغمسة في المذيب، إلا أن البقع تكون فوق مستوى سطح المذيب، يرفع اللوح بعد أن يصل مستوى المذيب إلى ثلاثة أرباع اللوح ويحدد مستوى ارتفاع السائل.

4. المرحلة الأخيرة هي الكشف عن مكونات المخلوط كما سبق ذكره.

كروماتوجرافيا الورقي: ورق الترشيح الكروماتوجرافي مصنوع من السليلوز العالي النقاوة، وهي مادة ذات وزن جزيئي عال وعديدة الهيدروكسيل مجهزة بنسبة 22 ٪ من الماء الذي يكون روابط هيدروجينية مع السليلوز.

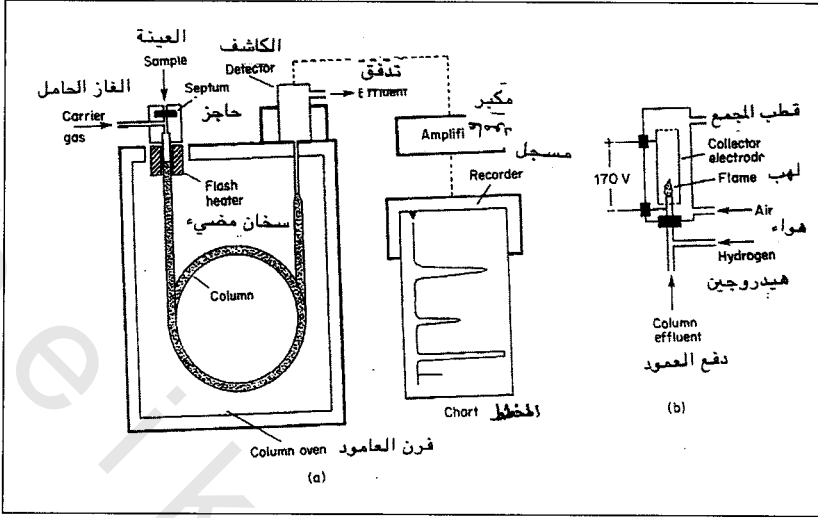
الطريقة: تبقع العينات في المذيب الطيار والمراد فصل مكوناتها على ورقة الترشيح على بعد 6 - 8 cm من الحافة، عند جفاف البقع تعلق الورقة عامودياً في الوعاء وبنفس الطريقة السابقة بحيث تكون الحافة التي تحتوي على البقع إلى أسفل دون أن تنغمس البقع في المذيب، تحدث بعد ذلك هجرة للبقع بسريران المذيب إلى أعلى وبمعدل متفاوت بحيث تتحرك المادة الكارهة للماء خلف المذيب تقريباً، أما المادة المذابة والمحبة للماء فتكاد تترك النقطة التي وضعت عندها البقعة، حيث إن R_f للمذاب تعتمد على معامل التجزئ بين المذيب وطبقة الماء الرقيقة E، ترفع الورقة عندما يصل المذيب إلى ثلاثة أرباع الورقة أو أعلى قليلاً، يحدد مستوى المذيب، بعد أن يجف تظهر البقع الملونة مباشرة، أما غير الملونة فتترش بكاشف مظهر اللون مناسب لطبيعة المكونات المراد إظهارها أو تعرض للأشعة فوق البنفسجية.

كروماتوجرافيا الغازي-السائل (G L C) Gas-Liquid Chromatography:

تسمى هذه التقنية أيضاً باسم كروماتوجرافيا الطور البخاري V P C، وتستخدم للتحليل الكمي والكيفي لمخلوط من المركبات، ويعتمد الفصل على أساس توزيع

مكونات المخلوط بين الطور السائل الثابت والطور الغازي المتحرك ولذلك تمر المكونات المتعددة للمخلوط خلال العمود بمعدلات مختلفة، وبالتالي يمكن تحديدها وجمعها من العمود. ويشمل الجهاز على نظام حامل للغاز، حقن بسيطة، عمود فصل، كشاف، مسجل رسم بياني. يحفظ العمود والمسجل داخل غرفة صغيرة بها ثرموستات (فرن) شكل (3-11) والعمود عبارة عن أنبوبة زجاجية أو معدنية بطول 180 cm وقطر 0.3 cm وعلى شكل حرف U أو W أو ملتفة حتى يتسعها الفرن ومعبأة بسائل مناسب غير قابل للإشعال. تذاب كمية مناسبة من السائل في مذيب ذي درجة غليان منخفضة (مثل الأسيتون أو ثنائي كلورو-إيثان) ويخلط جيداً مع وزن معين من مادة صلبة داعمة حتى نحصل على مادة ذات قوام مناسب، يبخر المذيب بالتسخين، والمتبقي منه بواسطة الضغط المنخفض، يوضع المسحوق الناتج في العمود بواسطة الرج الشديد أو الصب وتغلق فوهته بواسطة الصوف الزجاجي يركب العمود في الفرن وترفع درجة الحرارة بين 25 - 300°م، ويستخدم غاز النيتروجين عادة كغاز حامل (الطور المتحرك) ويمكن استخدام غاز الأرجون، الهليوم، الهيدروجين.

الطريقة: تحقن كمية قليلة من المخلوط 2-10 ml كسائل أو غاز داخل قالب التسخين بواسطة حقنة، حيث يتبخر بسرعة بمساعدة سخان شكل (3-11)، وتحمل هذه العينة بواسطة الغاز الحامل داخل العمود، تمتاز المكونات المختلفة على الطور الثابت وعلى أبعاد مختلفة حسب معاملات التوزيع.



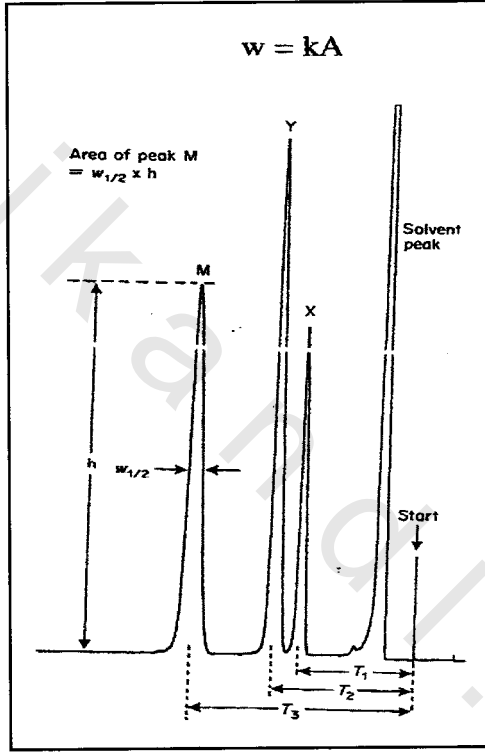
شكل (3-11)

وتستمر هذه العملية نحو خارج العمود بواسطة الحرارة والغاز الخامل حتى تخرج المكونات من العمود منفصلة عن بعضها تمر خلال الكشاف الذي يتحسس بالتغيرات للغاز المتدفق التي تكبر بواسطة المكبر وتسجل على هيئة رسم بياني إلكتروني على شكل قمة (حسب معامل الوقت) وكل قمة تمثل مركباً جديداً مر خلال الكشاف.

التحليل الوصفي: لكل مركب وقت معين t_R عرف بأنه الوقت الذي يقع بين دخول العينة وظهور أعلى قمة لجهاز معين، وهذا الوقت يعتمد على عدة عوامل وأهمها: طبيعة وتركيز الطور الثابت، معدل تدفق الغاز الخامل، حرارة العمود؛ ولذلك يستخدم للكشف الوصفي للمكونات، يسجل الوقت اللازم لكل من وذلك بقياس المسافة بين قمة المذيب وقمة كل مكون، وتتناسب هذه المسافة مع وقت المذيب وحجم الغاز. التحليل الكمي: يفيد هذا النوع من التقنيات لتقدير مكونات مخلوط، حيث تقاس المساحة تحت القمم على الكروماتوجرام، وأبسط الطرق هي

الشامل في الكيمياء العضوية العملية

قياس التكامل إلكترونياً، ولكن هذه الطريقة ليست متوفرة دائماً في المعامل، ولذلك يتبع الآتي: تحسب مساحة القمم M الظاهر في الكروماتوجرام بضرب الارتفاع h مع العرض عند منتصف الارتفاع $w/2$ ، وتتناسب المساحة مباشرة A مع وزن المادة w في الكشاف.



شكل (3-12)

تقرير عملي (3)

تنقية وفصل المواد العضوية

التمرين (1):

استخدم طريقة التنقية المناسبة للمواد الصلبة التالية وسجل المعلومات المطلوبة

في الجدول:

المركب	الصيغة	الوزن	طريقة التنقية المتبعة	المذيب المستخدم في التنقية	وزن الناتج	النسبة المئوية للناتج	نسبة النقاوة الناتج
نفتالين	$C_{10}H_8$						
حامض بنزويك	$C_9H_6O_2$						
بنزاميد	C_7H_7Mo						
حامض ايثيل سالتاليك	$C_8H_8O_2$						

التمرين (2):

حدد نوع التقطير المناسب لما يأتي ثم سجل درجة غليان النواتج:

1. خليط من حمض الخليك والماء.
2. أنيلين غير نقي (الليمونين).
3. زيت نباتي درجة غليانه عالية.

التمرين (3):

احسب R_f للفينولات التالية مع استخدام مذيب يتكون من هكسان وخلات

إيثل بنسبة 1:7 على التوالي؟

فينول Phenol ، بارا كريسول P-Cresol ، هيدروكينون hydroquinon