الفصل السادس

التحليل الوصفي للمخاليط العضوية

- الاختبارات الأولية.
- المخلوط السائل.
- المخلوط الصلب.

obeikandl.com

obeikandl.com

الفصل السادس
التحليل الوصفي للمخاليط العضوية

في الفصل السابق تم معرفة إستراتيجية التعرف على المركبات العضوية، ولكن عندما يكون هناك مخلوط من هذه المواد، كيف يمكن التعرف على مكونات هذا المخلوط؟ وللإجابة عن ذلك تتبع الإستراتيجية التالية:

الاختبارات الأولية:

أ) المخلوط السائل:

1. تحدد الخواص الطبيعية مثل: الرائحة و اللزوجة واللون.

2. الذوبان في الماء: يؤخذ 1 ml من المخلوط بواسطة ماصة في أنبوبة اختبار، يضاف إليه ماء ويرج. يلاحظ الذوبان التام أو الجزئي أو حدوث أي تفاعل كيميائي، إذا لم يحدث ذوبان في الماء تضاف زيادة من الماء (1 ml في المرة الواحدة) ويلاحظ الآتي:

هل ذاب تماماً بعد الزيادة أم جزء منه؟ كما يلاحظ هل طبقة المخلوط السائل أثقل أم أخف من طبقة الماء؟ هل تكوَّن مستحلب (هذا يعني ذوبان أحد مكونات المخلوط)؟ تفحص الطبقة المائية بواسطة زهرة دوار الشمس وبدليل الفينولفثالين. هل هناك تفاعل حمضي بواسطة محلول كربونات الصوديوم الهيدروجينية 5% وتسجل هذه الملاحظات.

3. وجود أو غياب الماء في المخلوط: يحدد ما إذا كان المخلوط يحوي على الماء بواسطة واحد أو أكثر من الاختبارات الآتية:

obeikandi.com

أ. بواسطة الامتزاج مع الإيثر أو البنزين.

ب. تأثيره على كبريتات النحاس (II) اللامائية.

ج. ملاحظة درجات غليان المخلوط في أثناء تقطير جزء قليل منه.

د. تقطير 3 ml من المخلوط مع 3 ml من التلوين الجاف ثم جمع 2 ml من ناتج التقطير ويخفف مع 5 ml من التلوين الجاف، فإذا تكونت طبقتان أو قطرات عالقة في التلوين، دل ذلك على وجود الماء.

4. سلوك المخلوط في أثناء التقطير: إذا كان أصل المخلوط ليس مائياً يوضع 5 ml منه في دورق سعة 10 ml ، ويقطر بحيث يوضع الدورق داخل كأس يحوي على ماء بارد ويسخن تدريجياً إلى الغليان، تحدد درجات غليان السائل الذي يمر في أثناء التقطير ويفصل للفحص. أما المتبقي في الدورق فيفحص ذوبانيته في الماء فإذا كان يذوب يختبر حسب المخطط (6–2) أما إذا كان لايذوب في الماء يختبر حسب المخطط (6–1).

5. اختبار المعادن: يبخر جزء بسيط من المخلوط (حوالي 1 ml) إلى الجفاف في بوتقة، ثم يفحص جزء من المتبقي حسب اختبارات الكشف عن المعادن، وجزء آخر يجرى له اختبار الاشتعال التالي.

6. اختبار الاشتعال: يوضع 0.1–0.2 gm من المخلوط على غطاء بوتقة بورسلين، يسخن في البداية بهدوء ثم بقوة.

أ. يلاحظ اللهب ما إذا كان مدخناً أو غير ذلك.

ب. رائحة أي غاز متصاعد، أو الدخان.

ج. هل هناك بقايا بعد الاشتعال، ترطب بواسطة HCl وتسخن على سلك من البلاتين.

7. اختبارات مختلفة: يؤخذ 1ml من المخلوط في أنبوبة اختبار ثم يضاف إليه محلول هيدروكسيد صوديوم 5% حتى القلوية، ثم يلاحظ ما إذا انفصل زيت أو مادة صلبة أو تصاعد غاز الأمونيا أو تغير اللون، يسخن حتى الغليان ثم يبرد، وتقارن الرائحة مع رائحة المخلوط الأصلي (قد يعني تغير الرائحة وجود إسترات). يضاف HCl مخفف وتسجل النتيجة. يختبر 1ml من المخلوط بواسطة HCl مخفف حتى يصبح شديد الحمضية، ويلاحظ تصاعد غاز أو انفصال مادة صلبة، ثم يضاف محلول مخفف من NaOH وتسجل النتيجة.

ب) المخلوط الصلب.

1. يسجل اللون، الرائحة وشكل البلورات.

2. الذوبانية في الماء: تحدد ذوبانية 1gm من المخلوط في الماء، فإذا كان من الصعب تحديد الذوبان الجزئي، يؤخذ جزء صغير من السائل ويبخر حتى الجفاف على حمام مائي، ويلاحظ ما إذا كانت هناك بواقي، يختبر تأثير السائل المائي أو المعلق بواسطة دوار الشمس ودليل الفينولفثالين.

3. اختبار المعادن: كما سبق في المخلوط السائل.

4. اختبار الاشتعال: يوضع 0.1–0.2 gm من المخلوط على غطاء بوتقة بورسلان ويسخن بالتدريج حتى الاشتعال وتسجل الملاحظات:

- هل حدث انصهار للمخلوط أم انكماش؟
- هل طبقة اللهب مدخنة أم غير ذلك؟
- هل هناك مادة متبقية (ترطب بحمض هيدروكلوريك وتختبر بالتسخين على سلك بلاتين).

obeikandl.com

5. اختبارات مختلفة: يختبر ذوبانية 1 gm من المخلوط اتجاه محلول 5% NaOH، محلول كربونات صوديوم هيدروجينية 5% وحمض هيدروكلوريك 5%.

6. اختبارات تصنيف مختلفة: يحدد تأثير بعض الكواشف على جزء صغير من المخلوط (قد يستخدم معلق أو محلول المخلوط في بعض التفاعلات) وهذه الكواشف على النحو التالي:

أ- محلول البرومين في رابع كلوريد الكربون.

ب- محلول برمنجنات البوتاسيوم.

ج- كاشف 4,2–ثنائي نتروفنل هيدرازين.

د- كاشف شيف.

ه- كلوريد الاستيل.

و- كلوريد البنزويل (في وجود هيدروكسيد الصوديوم). محلول كلوريد الحديد (II). برومين مائي.

الاستنتاجات من تأثير الكواشف السابقة مفيدة.

فصل المخلوط غير الذائب مائياً:

إذا كان المخلوط سائلاً يؤخذ حوالي 3 ml منه على طبق زجاجي ويبخر على حمام مائي لمعرفة ما إذا كان يحوي على مكون متطاير، يقطر 15–20 ml من المخلوط السائل ثم يعاد تقطير السائل الناتج من التقطير الأول فإذا كان مادة واحدة تحدد حسب الطرق المتبعة أما المادة المتبقية تذاب في الإيثر ثم يتبع طريقة فصله كما في المخلوط الصلب.

أ) **فصل المكونات الحمضية:** يرج 5–10 gm من المخلوط الصلب أو المادة المتبقية من المخلوط السائل بعد نزع المذيب على حمام مائي مع 50 ml إيثر أو مذيب آخر لا يمتزج مع الماء (مثل الكلوروفورم وثنائي كلوريد الميثان وغيرهما) فإذا كانت هناك مادة صلبة تفصل بترشيح المخلوط بواسطة قمع عادي ثم يغسل بقليل من الإيثر ثم يتبخر، أما الطبقة الإيثرية فتعامل بواسطة 15 ml من محلول هيدروكسيد صوديوم (5%) في قمع فصل (قد يلزم الأمر ثلاثة أجزاء من القلوي) تترك الطبقة الإيثرية (س) جانباً للخطوة (2)، أما مستخلص هيدروكسيد الصوديوم فيغسل بواسطة 10–15 ml إيثر وترمى طبقة الغسيل وتعامل طبقة هيدروكسيد الصوديوم بحمض كبريتيك مع استخدام ورقة زهرة دوار الشمس ثم يضاف زيادة من كربونات الصوديوم الهيدروجينية الصلبة ويجرى عليها الآتي:

تفصل المركبات الفينولية (أو الإينولية) إن وجدت بمعاملة كربونات الصوديوم الهيدروجينية بجزأين من الإيثر ثم يبخر ويفحص عن وجود الفينول (أو الإينول) في المادة المتبقية، تحمض طبقة كربونات الصوديوم الهيدروجينية جيداً بواسطة حمض كبريتيك مخفف حتى تحمر ورقة زهرة دوار الشمس، فإذا تكون حمض صلب يرشح أما الراشح فيعامل بجزأين (20 ml في الجزء) من الإيثر وتحفظ الطبقة المائية (س1)، أما طبقة الإيثر فتقطر ويضاف الحمض الصلب المنفصل سابقاً إن وجد إلى المادة المتبقية بعد التقطير ويحدد الحامض. أما الطبقة (س1) فتقطر ويجمع ناتج التقطير (مع ملاحظة إذا تكونت مادة صلبة في أثناء التقطير في دورق يضاف ماء لإذابتها)، تحفظ المادة المتبقية بعد التقطير (س2)، الحامض المتطاير والناتج من التقطير فيحدد. المادة المتبقية (س2) ربما تحتوي على حمض غير متطاير ذائب مائياً بمحلول هيدروكسيد صوديوم ثم يبخر إلى الجفاف على حمام مائي تحت ضغط منخفض (مضخة مائية)، يسخن بعد ذلك جزء صغير من الملح المتبقي ويحرق على ملعقة نيكل فإذا تكون فحم دل ذلك على وجود مادة عضوية، تستخلص المادة

الصلبة المتبقية بواسطة 25 ml كحول إيثيلي ساخن ثم يبخر الإيثانول وتحدد المادة المتبقية (ملح الحامض غير المتطاير).

ب) فصل المكونات القاعدية:

تستخلص الطبقة الإيثرية (س) التي فصلت في الخطوة (1) بواسطة 15 ml حمض هيدروكلوريك (5%) عدة مرات حتى تزال جميع المكونات القاعدية، تحفظ الطبقة الإيثرية الأخيرة (ص) للخطوة (3) أما الطبقة الحمضية المستخلصة فتغسل بواسطة 15-20 ml إيثر. يتم التخلص من الطبقة الإثيرية ويحول المستخلص الحمضي المغسول إلى قلوي بواسطة 15% محلول NaOH، فإذا كان هناك انفصال لمكونات قاعدية تستخلص بالإيثر ثم يبخر الإيثر وتحدد المادة المتبقية ويمكن التعرف على وجود قاعدة ذائبة مائياً من رائحة الأمونيا وتفصل من المحلول المتبقي بعد فصل القاعدة غير الذائبة مائياً بالإيثر وتقطير المحلول السائل طالما تأثيره قلوي على ورقة دوار الشمس، تحدد القاعدة.

ج) فصل المكونات المتعادلة:

لا تحتوي الطبقة الإيثرية (ص) في الخطوة (2) إلا على المواد المتعادلة وهي المجاميع ذات تصنيف الذائبية 5، 6، 7 كما في الجدول (5-1) تجفف بواسطة كبريتات الماغنسيوم اللامائية ثم يقطر الإيثر فإذا تبقى مادة من مواد متعادلة، تختبر ذوبانية جزء منه في H_2SO_4 مركز فإذا ذابت تصب ببطء وبحرص على ثلج فإذا انفصلت مادة تجمع وتختبر.

فصل مخلوط ذائب مائياً:

قد يكون المخلوط صلباً أو سائلاً، في حالة المخلوط السائل الذي يكون مائياً يختبر أولياً بتحديد ما إذا كان يحتوي على مذيب متطاير (ويتم ذلك كما في

الاختبارات الأولية للمخاليط)، يقطر gm 20 من المخلوط على حمام مائي حتى يتوقف مرور أي سائل ويحدد. أما المتبقي (ع) فيذاب في الماء ويحد كما سيأتي في المخلوط الصلب.

أ) التقطير من محلول حمضي وفصل المواد الحمضية المتطايرة والمتعادلة:

يذاب gm 10–6 من المخلوط الصلب أو الكمية نفسها من المادة المتبيقة (ع) السابقة الذكر في المخلوط السائل في ml 70 ماء، يحمض بمحلول 20% حمض كبريتيك وذلك لتحلل أملاح المكونات الحمضية، وللتأكد يزاد الحمض قليلاً حتى تحمر ورقة دوار الشمس (إذا انفصلت مادة غير ذائبة ترشح وتحدد)، يقطر محلول الحمض حتى التعكير أو حتى يكون تأثير المقطر حمضياً أو حتى ml 150- 100 من ناتج التقطير– لذلك يضاف ماء إلى دورق التقطير–تحفظ المادة (هـ) للخطوة (2)، أما السائل المقطر فربما يحتوي على مركبات متعادلة متطايرة، ففي حالة الأحماض والفينولات المتطايرة يضاف قليل من 15% محلول NaOH إلى السائل المقطر ويقطر مرة أخرى حتى يتوقف مرور سائل ويحفظ ناتج التقطير (هـ 1) لخطوة (4)، أما السائل القلوي المتبقي فيبرد ويحمض بواسطة حمض كبريتيك مخفف حتى احمرار ورقة زهرة دوار الشمس ثم يضاف زيادة من كربونات الصوديوم الهيدروجينية الصلبة، يستخلص محلول كربونات الصوديوم الهيدروجينية 20% إيثر (مرتين)، يزال الإيثر ثم يحدد. أما مستخلص كربونات الصوديوم الهيدروجينية فيحمض بحمض كبريتيك مخفف فإذا انفصل مكون حمضي يفصل بإضافة ml 20 إيثر فإذا كان الحمض شفاف يقطر ويجمع هذا الحمض المتطاير الذائب مائياً ثم يحدد.

ب) التقطير من محلول قلوي:

يعامل المحلول (هـ) المتبقي في دورق تقطير الحمض والمركبات المتعادلة المتطايرة مع 15% محلول هيدروكسيد صوديوم حتى القلوية فإذا انفصلت مادة

صلبة ترشح وتحدد. أما المحلول فيقطر حتى انقطاع مرور القاعدة المتطايرة (يمكن تحديد المدة بعدم وجود تعكير أو عدم حدوث تأثير قلوي، كما يمكن التعرف على رائحة القاعدة الذائبة مائياً) يمكن زيادة ماء إذا أصبح المحلول مركزاً في أثناء التقطير–يحفظ المحلول المتبقي في دورق التقطير (و) للخطوة (3) إذا كانت القاعدة غير ذائبة مائياً بواسطة فنل أيزوثيو – سيانات – ومن الأفضل تركيز القواعد بإعادة تقطيرها وجمع النصف الأول من التقطير.

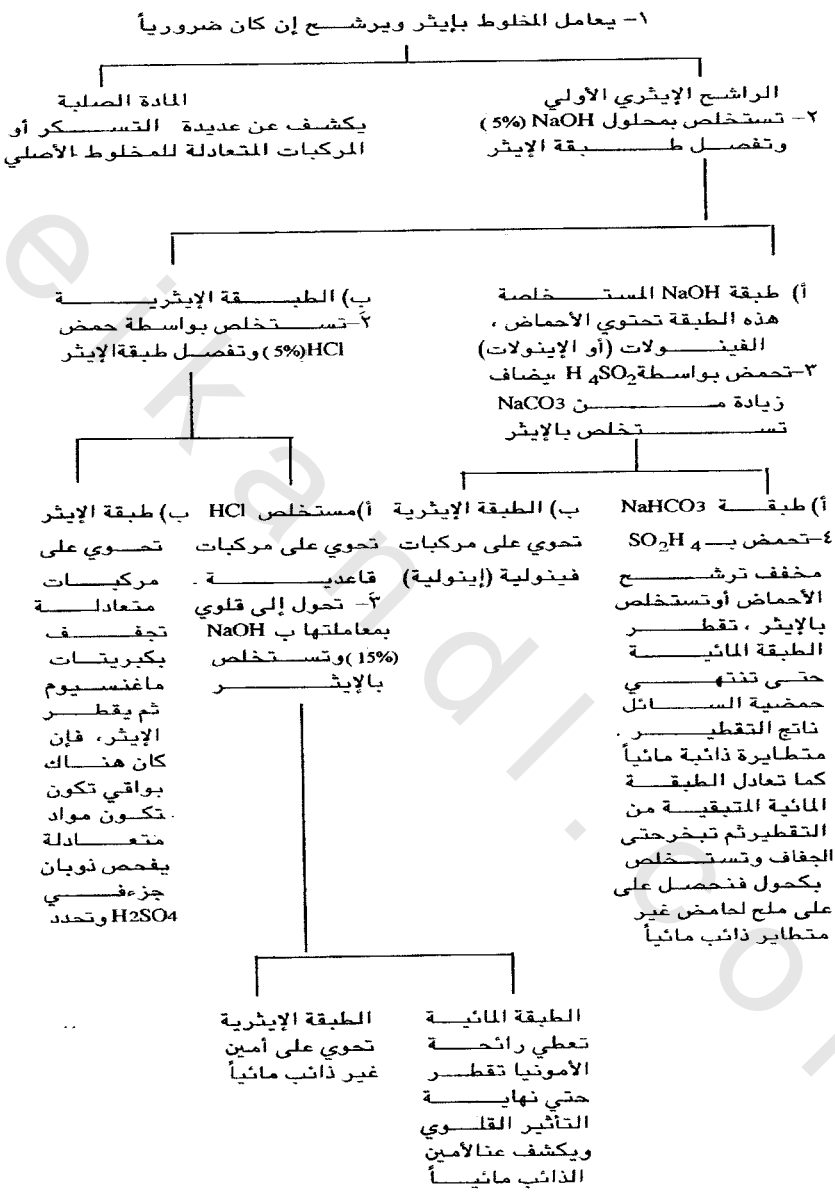
جـ) المركبات غير المتطايرة بالتبخير:

قد يحتوي المحلول القلوي (و) المتبقي في دورق التقطير من الخطوة (2) على مركبات حمضية قاعدية أو متعادلة غير متطايرة ذائبة مائياً، يضاف إليه حمض كبريتيك مخفف حتى تحمر ورقة زهرة دوار الشمس، ثم يبخر حتى الجفاف، وتستخلص المادة الصلبة المتبقية بواسطة إيثانول ساخن، وينتهي الاستخلاص عندما تكون الأملاح غير الذائبة فحماً على ملعقة معدنية بعد تسخينها على لهب بنزن، يبخر الكحول إلى الجفاف وتحدد المادة المتبقية.

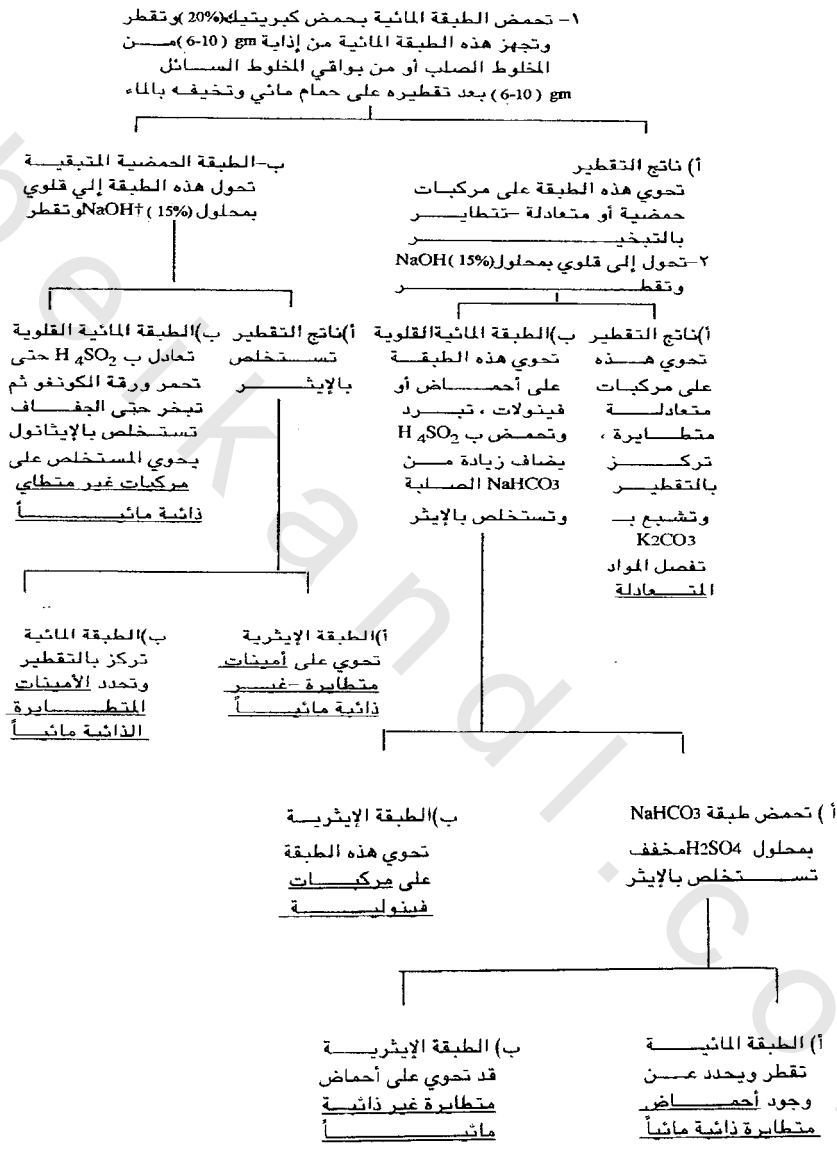
د) المكونات المتعادلة غير المتطايرة بالتبخير:

يركز المحلول (هـ 1) المتبقي من الخطة الأولى يحوي مواد متعادلة–ذائبة مائياً بتقطيره حتى ثلث حجمه الأصلي، فإذا كان بالإمكان إجراء استخلاص ملحي للمركبات المتعادلة للمقطر وذلك بتشبيعه بكربونات البوتاسيوم الصلبة، فإذا انفصلت طبقة المكونات المتعادلة تزال هذه الطبقة العليا التي تحوي على ماء كثير، تضاف كربونات بوتاسيوم لا مائية، فإذا تكونت طبقة مائية أخرى تفصل الطبقة العليا وتحدد المواد المتعادلة.

مخطط (5 – 1): الفصل العام لمخلوط غير ذائب مائياً



مخطط (5 – 2) الفصل العام لمخلوط ذائب مائياً



تقرير عملي (6)

التحليل الوصفي للمخاليط العضوية

تمرين (1):

سجلي الملاحظة لكل تجربة من التجارب الأولية للتعرف على المخاليط1، 2، 3، 4

المخلوط	النتيجة			
	1	2	3	4
الاختبارات الأولية				
الرائحة				
اللون				
اللزوجة				
الذوبان				
احتوائه على المادة.				
سلوكه في أثناء التقطير				
اختبار المعادن				
اختبار				

تمرين (2):

من استنتاج تجربة (1) سجل نوع المخلوط في الجدول الآتي ثم افصل مكونات كل مخلوط حسب الإستراتيجية المتبعة لكل نوع وسجل الملاحظات في الجدول التالي.

المخلوط	1	2	3	4
نوعه				

فصل المخلوط:

التجربة	الملاحظة	الاستنتاج

obeikandl.com