# الفصل الثاني: تعيين بعض الثوابت الفيزيائية

# Determination of some physical constants

يسمى المقدار الذي يسمح بربط عدد ثابت (عند شروط معينة) بخاصة فيزيائية للجسم النقي باسم الثابت الفيزيائي لهذا الجسم. وتعد بعض هذه الثوابت، كدرجات الانصهار والغليان، ذات أهمية كبرى بالنسبة للكيميائي العضوي، فهي تسمح أحياناً بالتعرف بسرعة على هوية العديد من الأجسام. ويجب التأكيد على أن الثوابت الفيزيائية مفيدة فقط في تعيين هوية المركبات المعروفة سلفاً، لأنه من غير الممكن التنبؤ بدقة عن خواص مثل درجات الانصهار والغليان لمركبات جرى اصطناعها أو عزلها حديثاً. من جهة أخرى يمكن أن تزودنا درجات الانصهار والغليان المقاسة بمعلومات عن نقاوة العينة المدروسة ولذلك يجب تعيينهما بدقة. ومن أكثر الثوابت الفيزيائية شيوعاً: درجة الانصهار (melting point)، ودرجة الغليان (boiling point)، وقرينة الانكسار (refractive index) والكثافة (Density).

ويتضمن هذا الفصل التجارب المتضمنة قياس بعض هذه الثوابت، وقد تطورت في السنوات الأخيرة تقنيات أنواع المطيافية المختلفة (المطيافية تحت الحمراء IR، المطيافية فوق البنفسجية UV، ومطيافية الطنين المغناطيسي النووي NMR وغيرها) والتي أصبحت ذات فائدة كبيرة في تعيين هوية المركبات العضوية وبناها.



Scanned by CamScanner

# التجربة الأولى: تعيين درجات الانصهار

# The determination of melting points

تعرّف نقطة الانصهار لمركب ما بأنها درجة الحرارة التي يكون فيها الشكلان السائل والصلب للمركب في حالة توازن كل منهما مع الآخر تحت الضغط الجوي النظامي. ويعرف مجال درجة الانصهار بالمجال الكائن بين درجة الحرارة التي يبدأ فيها المركب بالتميع، ودرجة الحرارة التي يصبح فيها المركب تام السيولة. تنصهر المركبات النقية في مجال يساوي أو يقل عن 0.5 درجة سلزيوس، أما المركبات التجارية (الأقل نقاوة) فيتراوح مجال انصهارها بين 1-2 درجة سلزيوس.

**دليل النقاوة:**

يمكن اعتبار المركب نقياً إذا لم تختلف درجة انصهاره سوى بدرجة مئوية واحدة عن الدرجة الحقيقية (المنشورة في الأدبيات العلمية). ولابد من الذكر أن هناك العديد من المركبات التي تنصهر في درجة الحرارة نفسها (أو في درجتي حرارة متقاربتين جداً)، ولذلك فإن تطابق درجات الانصهار في عدة أجسام لا يعني تماثل هذه الأجسام. فمثلاً ينصهر أورتو ثنائي الفينول أو البيروكاتيشين $C_6H_4(OH)_2$ في الدرجة 104 سلزيوس وينصهر أورتو فنيلين ثنائي الأمين $C_6H_4(NH_2)_2$ في الدرجة 102 سلزيوس، ومن الممكن أن يتشابه علينا الجسمان عند قياس درجتي انصهارهما وخاصة إذا ما خفضت آثار من الشوائب قليلاً من درجة انصهار البيروكاتيشين. كما ينصهر ثنائي الفينول أو الريزورسين في الدرجة 118 سلزيوس وينصهر حمض البيزوئيك في الدرجة 122 سلزيوس. ولكن الأخير سهل التصعد مما يجعل من الممكن ارتكاب خطأ مقداره 3 سلزيوس عند قياس درجة انصهاره ليلتبس علينا المركبان. لتجنب أخطاء من هذا النوع علينا التمعن في الملاحظة التالية: **إذا ما انصهر مركبان مجهولان في درجة الحرارة نفسها، فإن خليطهما ينصهر في تلك الدرجة إذا كان المركبان متطابقان.**



Scanned by CamScanner

**خواص الانصهار غير العادية:**

إن أكثر هذه الخواص مصادفة تلبن العينة وتفككها، حيث يعاني أكثر المركبات العضوية تغيراً في البنية البلورية قبل الانصهار مباشرة بسبب تبخر المذيب الذي استعمل في البلورة، فتأخذ العينة مظهراً طرياً أو مبللاً يمكن أن يترافق بانكماش العينة داخل الأنبوب الشعري. ويجب ألا يفسر ذلك كبداية لعملية الانصهار ويجب انتظار ظهور أول قطرة صغيرة من السائل.

تتفكك بعض المركبات عند الانصهار، ويترافق ذلك بزوال لون العينة وتشكل منتجات التفكك شوائباً في العينة. تكون درجة الانصهار أخفض من الدرجة الفعلية ويجب عند ملاحظة هذا السلوك تسجيل درجة الانصهار بطريقة تدل على حدوث التفكك، مثلاً 185 سلزيوس (ت) أو 185 (d). تتوقف درجة الانصهار على عدد من العوامل أهمها حجم العينة ودرجة نعومتها وسرعة التسخين ونقاوة العينة وهويتها. تسبب العوامل الثلاثة الأولى تأخر انتقال الحرارة من سائل التسخين إلى العينة ثم انتقالها وتغلغلها إلى داخل العينة. ويسبب التسخين السريع قراءة أخفض لدرجة حرارة سائل التسخين.

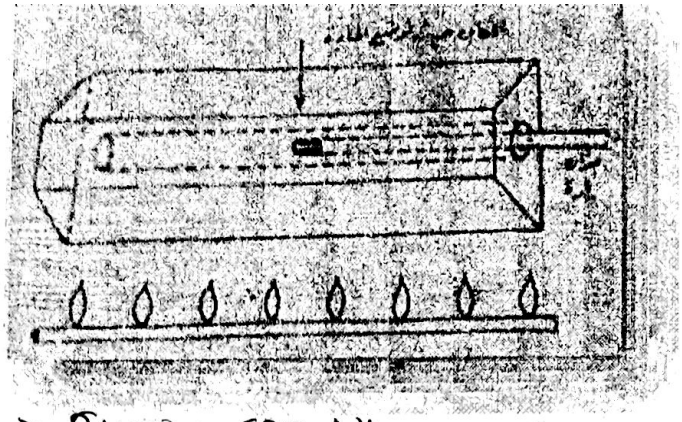
**طرائق قياس درجات الانصهار:**

يمكن قياس درجات الانصهار بطرائق عدة أكثرها استعمالاً الطرائق التالية:

1. **طريقة كتلة ماكن:** يتألف الجهاز من قضيب من الفولاذ على شكل متوازي مستطيلات أو موشور سطحه العلوي مصقول ونظيف. وتسمح حفرة طولانية محورية فيه بإدخال ميزان الحرارة. تسخن هذه الكتلة بلهب الغاز أو بحرارة مقاومة كهربائية. لتعيين درجة انصهار مركب ما نسخن هذه الكتلة ونضع من وقت لآخر دقائق ناعمة من المادة في النقطة من السطح الكائنة فوق مستودع ميزان الحرارة، وبحيث تكون نهاية العمود الزئبقي عند فوهة خروج الكتلة المعدنية. ونراقب انصهار المادة ونسجل دجة الحرارة الموافقة.



Scanned by CamScanner



$(C_7H) + CuO \rightarrow Cu_2O + CO_2 + H_2O$

$2CuO + C \rightarrow CO_2 + H_2O$

**كتلة ماكن**

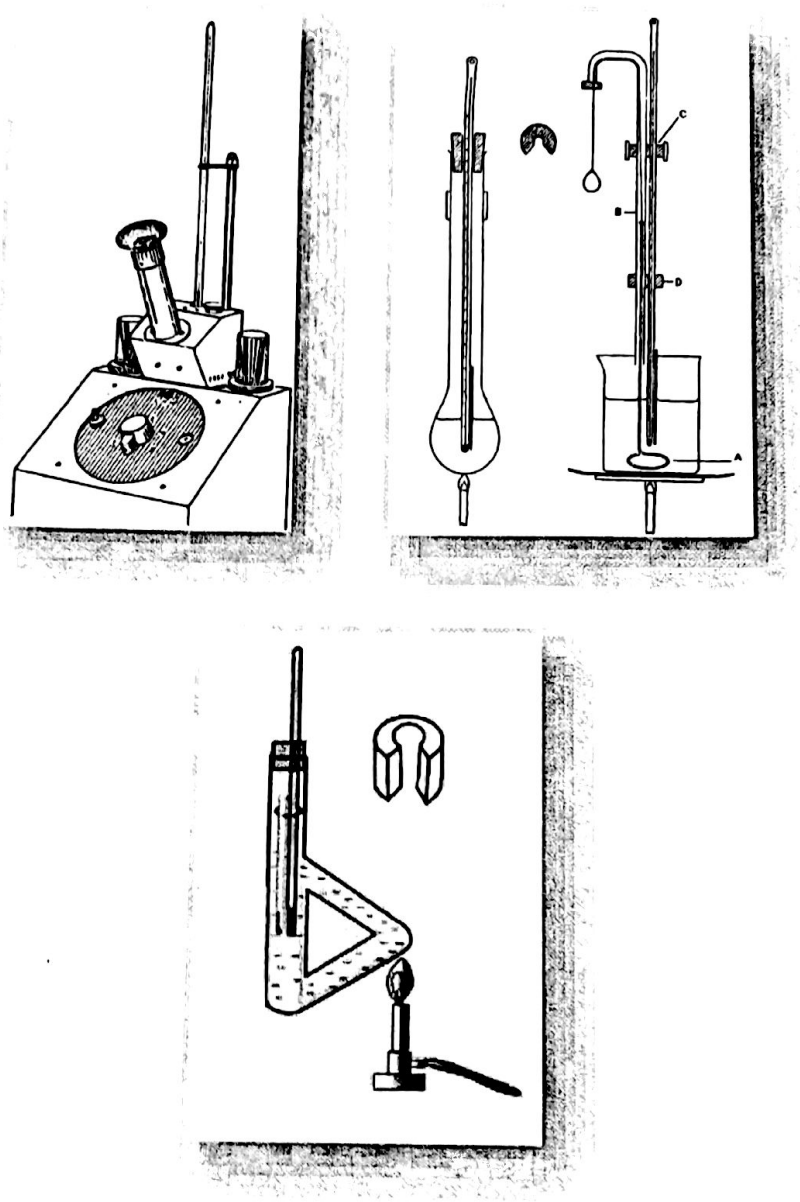
$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$

$SSu + SH_2O_4$

2. **الطرائق المعتمدة على الأنبوب الشعري:** تستعمل تشكيلة واسعة من طرائق التسخين عند تعيين درجات الانصهار بطريقة الأنبوب الشعري تتراوح من البيشر البسيط المليء بزيت معدني أو سيليكوني والذي يسخن بلهب مصباح بنزن ويحرك يدوياً إلى الأجهزة المتطورة (مثل جهاز توماس-هوفر وجهاز ميل-تيمب) المسخنة كهربائياً والتي يجري خلط السائل فيها ميكانيكياً. ومن الأجهزة البسيطة المستعملة في تعيين درجة الانصهار أنبوب تييل، المصمم بطريقة تضمن توزع الحرارة المطبقة على الذراع الجانبي بوساطة مصباح بنزن على جميع أنحاء الجهاز عن طريق تيارات الحمل بحيث لا يتطلب الامر تحريكاً إضافياً. يمكن التحكم بدرجة الحرارة هنا عن طريق التحكم بالموقد.



Scanned by CamScanner



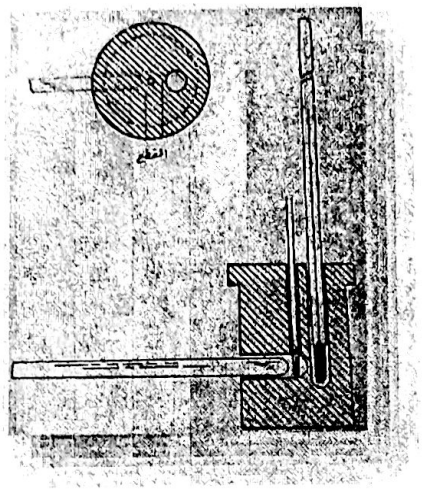

**طرائق مختلفة لقياس درجة الانصهار: استعمال بيشر عادي أو أنبوب عادي أو أنبوب تيل أو استعمال جهاز حديث.**

وأخيراً نذكر طريقة كتلة النحاس أو الألمنيوم التي تعين فيها درجات انصهار المواد التي تنصهر في درجات حرارة أعلى من 250 سلزيوس، وهناك نماذج مختلفة منها. وتتألف من كتلة اسطوانية من



Scanned by CamScanner

النحاس ذات حافة في قسمها العلوي تمكن من حملها على حلقة من الحديد. ويوجد فيها فتحتان أفقيتان قطر كل منهما 7 مم تشكلان زاوية قائمة فيما بينهما وتلتقيان عند المحور الشاقولي للكتلة. يوضع في إحدى الفتحتين ميزان الحرارة وفي الفتحة الأخرى قضيب زجاج من البيركس مجهز بضوء لإضاءة العينة وعدسة مكبرة لمراقبة الانصهار، ويوضع أنبوب الانصهار الشعري الحاوي على المادة المدروسة في فتحة قطرها 1.5 مم تخترق الكتلة في اتجاه المحور الشاقولي حتى تلتقي بالفتحتين الأفقيتين.



**كتلة النحاس**

**إجراءات الأمان:**

1. تأكد من عدم وجود مذيبات قابلة للالتهاب قريبة من مكان العمل وخاصة إذا استعملت لهباً في هذه التجربة. يجب ربط الشعر الطويل إلى الخلف للحفاظ عليه بعيداً عن اللهب. كما يجب التأكد من إبعاد اللهب عن الخرطوم المطاطي الذي يوصل الموقد بفتحة الغاز، ويجب إغلاق صنبور الغاز عند عدم الاستعمال.
2. إذا تلوث الزيت المعدني أو زيت السيليكون ببضع قطرات من الماء يصبح غير آمناً، لأن تسخينه فوق الدرجة 100 سلزيوس (درجة غليان الماء) سيؤدي إلى تناثر الزيت الحار نتيجة تشكل بخار الماء. كما أن الحريق يمكن أن يحدث نتيجة لتماس الزيت مع اللهب المفتوح.



Scanned by CamScanner

وإذا استعملت أنبوب تيل تأكد من عدم وجود قطرات مائية، وفي حال وجودها بادر إلى تغيير الزيت أو أنبوب تيل.

3. لا تسخن الزيت المعدني (وهو مزيج من فحوم هيدروجينية ذات درجات غليان عالية) فوق الدرجة 200 سلزيوس بسبب امكان حدوث احتراق تلقائي للزيت وخاصة عند استعمال الموقد. ويمكن تسخين الزيت السيليكوني إلى الدرجة 300 سلزيوس تقريباً.

4. احذر من وقوع المواد الكيميائية على جلدك وإذا حصل ذلك أزلها بالفرشاة أو بمنديل ورقي.

**الأدوات والمواد اللازمة:**

بيشر، ميزان حرارة، أنابيب شعرية، زيت معدني أو سيليكوني، مصباح بنزن، حوض، حامل معدني، سدادة فلين، حلقات مطاطية، أنبوب تيل، جهاز قياس درجات الانصهار، المواد المدروسة.

**طريقة العمل:**

1. ضع قليلاً من العينة المدروسة (100 مغ) في أنبوب شعري ملحوم من إحدى نهايتيه. توضع كمية قليلة جداً من العينة المسحوقة سحقاً ناعماً على زجاجة ساعة صغيرة أو على قعر بيشر مقلوب ثم تغمر النهاية المفتوحة للأنبوب الشعري في بودرة العينة عدة مرات ويمكن إدخال مسحوق العينة إلى النهاية الملحومة من الأنبوب الشعري بقلب الأنبوب وحك نهايته الملحومة بمبرد أو بنقر النهاية الملحومة بسرعة وخفة على سطح صلب لرص المسحوق الذي يجب ألا يتجاوز ارتفاعه 2-3 مم.
2. ضع الأنبوب الشعري في جهاز قياس درجة الانصهار المتوفر في المختبر، وإذا لم يتوفر الجهاز انتقل إلى الإجراء التالي.
3. ثبت الأنبوب الشعري إلى ميزان الحرارة باستعمال حلقة مطاطية، ويجب أن تكون العينة مجاورة تماماً لمستودع الزئبق في ميزان الحرارة، كما يجب أن تثبت الحلقة المطاطية فوق مستوى سائل التسخين.



Scanned by CamScanner

4. أغمس الميزان والأنبوب الشعري في الحمام الزيتي (جهاز تيل أو بيشر يحتوي محرك) مع تثبيت الميزان بسدادة فلينية مثقوبة ومقطوعة طولياً بحيث يمكن رؤية تدريجات ميزان الحرارة بوضوح في تلك المنطقة.

5. ارفع درجة الحرارة تدريجياً بمعدل درجتين تقريباً كل دقيقة، حتى تنصهر المادة وتتحول إلى سائل، ولاحظ درجة الحرارة التي يبدأ عندها الانصهار ودرجة الحرارة التي تنصهر عندها المادة وسجلهما كمجال انصهار المادة.

6. كرر التجربة مرتين وخذ المتوسط ويمكن استعمال مادتين مختلفتين.

7. إذا كنت تعرف نقطة انصهار المادة، ارفع درجة الحرارة بسرعة لما قبل نقطة الانصهار بـ 10 درجات، ثم ارفع درجة الحرارة درجة واحدة كل دقيقة حتى تصل إلى نقطة الانصهار.

8. يجب مراقبة عملية الانصهار بدقة ولا تترك العينة لتحترق وتتفكك، وإذا حدث ذلك فقم بإعادة التجربة.

9. **تعيين درجة انصهار مزيج من مركبين:** امزج جيداً بمساعدة ملوق (ملعقة) الكميات التالية من المركبين المطلوبين وعين مجال ودرجة انصهار المزائج الموافقة باتباع الخطوات 1-8. ارسم مخطط درجة انصهار المزيج بدلالة نسبة أحد المادتين.

10. **سلوك المركبات العضوية عند الاشتعال:** ضع على رأس ملوق كمية قليلة جداً من المواد العضوية المقدمة إليك وأحرقها على لهب موقد بنزن. دون ملاحظاتك حول الفوارق في إضاءة اللهب، ووجود بقايا غير قابلة للاشتعال والسهولة النسبية للانصهار والروائح المميزة.

11. نظم النتائج في جدول كالآتي وارسم العلاقة بين درجة انصهار المزيج والنسبة المولية لأحد مكوناته.



Scanned by CamScanner