النسبة المئوية		درجة الانصهار (°C)
المادة 1	المادة 2	
100	0	
75	25	
50	50	
25	75	
0	100	

التجربة الثانية: تعيين درجات الغليان

The determination of boiling points

تعرّف درجة الغليان بأنها درجة الحرارة التي يكون فيها ضغط بخار السائل مساوياً للضغط الخارجي وتتناسب درجة الغليان طرداً مع الضغط الخارجي، ولذلك فإنه من الضروري عند كتابة درجات الغليان ذكر الضغط الخارجي الذي أخذ القياس عنده. وتسمى درجة الغليان عند الضغط الجوي النظامي (760 مم زئبقي) بدرجة الغليان النظامية **normal boiling point**. فمثلاً يغلي إيثيل أسيتو أسيتات $CH_3COCH_2COOC_2H_5$ عند الدرجة 180 سلزيوس ويتفكك عند هذه الدرجة وذلك تحت الضغط الجوي 760 مم زئبقي أما في حال انخفاض الضغط إلى 18 مم زئبقي فإن نقطة غليان المركب ستنخفض إلى الدرجة 78 سلزيوس.

تجدر الإشارة إلى أن درجات الغليان معايير مفيدة في تعيين هوية السوائل النقية وبعض المواد الصلبة ذات درجات الانصهار المنخفضة، أو تحديد النقاوة لسائل ما نسبة لمادة مرجعية لنفس السائل. تختلف

Scanned by CamScanner

درجة الغليان من سائل إلى آخر، فالسوائل الطيارة يكون ضغطها البخاري عال وبالتالي تكون درجة غليانها منخفضة والعكس في حالة المواد الأقل تطايراً، ولذلك تعتبر درجة الغليان من الثوابت الفيزيائية الهامة للمواد الكيميائية. ويتفكك الكثير من المركبات وبخاصة ذات درجات الغليان المرتفعة عند درجات غليانها النظامية. وتؤثر الشوائب الطيارة منها وغير الطيارة في درجات الغليان وسنفصل في ذلك عند دراسة عملية التقطير.

يتوجب على الكيميائي العضوي أن يعرف درجات غليان السوائل كلما أراد تكريرها أو تقطيرها. ويعتمد قياس درجة الغليان على الكمية المتوفرة من المادة الكيميائية فإذا كانت الكمية كبيرة، تقاس درجة الغليان أثناء عملية التقطير، أما إذا كانت الكمية قليلة فإننا نستعمل طريقة الأنبوب الشعري أو سلم ميكرو.

إجراءات الأمان:

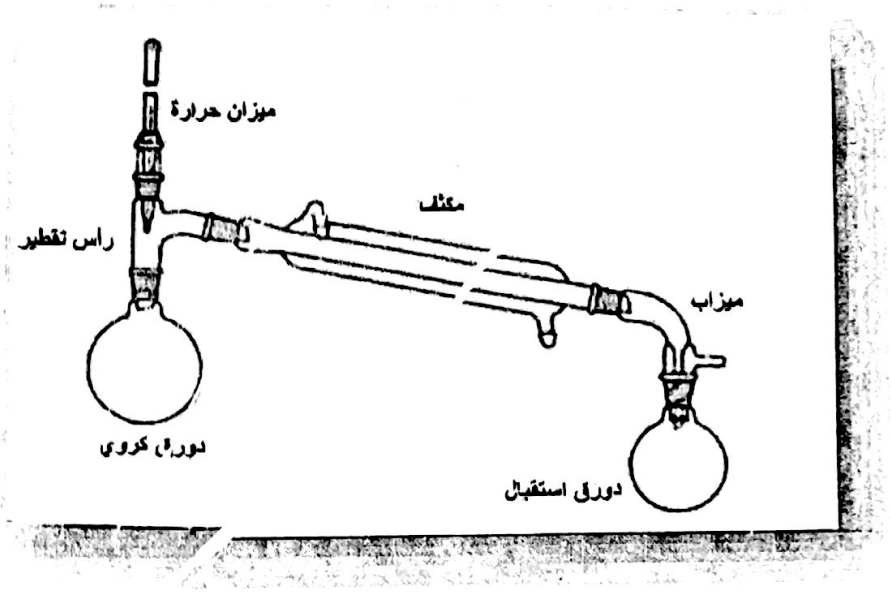
1. انتبه جيداً للإجراءات المتعلقة باستعمال اللهب وحمام التسخين الزيتي في تجربة تعيين درجة الانصهار.
2. يجب تجفيف قطرات السائل المتناثرة بحذر بمنديل ورقي يطرح في مكان يحدده المشرف على المختبر.
3. احذر من وقوع السوائل العضوية على جلدك وإذا حصل ذلك اغسل المنطقة المتأثرة بالماء الدافئ والصابون.

تعيين درجة الغليان بطريقة التقطير:

الأدوات والمواد اللازمة:

جهاز تقطير (انظر الشكل التالي)، موقد بنزن، المادة المدروسة (isoamyl acetate نقطة غليانها 142 سلزيوس)

Scanned by CamScanner



جهاز تقطير بسيط

طريقة العمل:

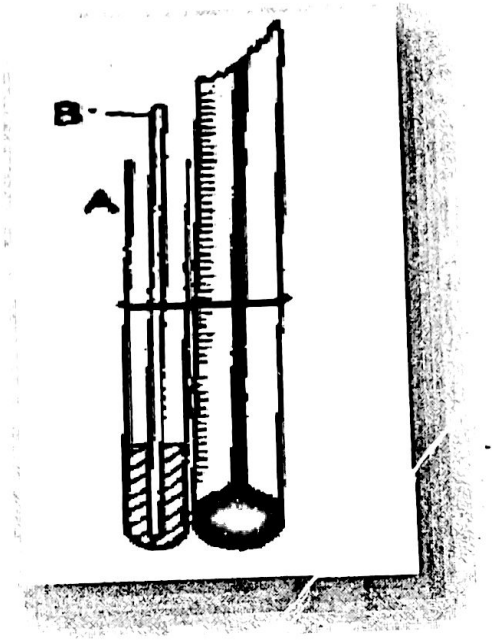
1. ضع حوالي 50 مل من المادة المدروسة في جهاز التقطير المثبت على طاولة المختبر.
2. ضع بعض قطع من منظمات الغليان.
3. سخن تدريجياً حتى ينطلق بخار المادة.
4. عند ثبات درجة الحرارة يكون الضغط الجوي مساوياً لضغط بخار المادة، وتكون درجة الحرارة عندها مساوية لدرجة غليان المادة.
5. كرر التجربة مرتين.

تعيين درجة الغليان على سلم ميكرو

يجب أن يكون السائل المستعمل في هذه التجربة تام النقاوة. وتجري التجربة بوضع قطرة أو قطرتين من المادة السائلة في أنبوب اختبار صغير وبغمس أنبوبة شعرية -أكبر قليلاً من الأنبوبة الشعرية المستعملة في تعيين درجات الانصهار ومسدودة في نقطة تبعد عن نهايتها 3-4 مم فيها. تعمل هذه

Scanned by CamScanner

الأنبوبة داخل السائل كأنبوبة غليان. يوضع أنبوب الاختبار على تماس مع ميزان الحرارة بحيث تحاذي قطرات السائل مستودع الزئبق ويثبت بحلقة مطاطية حسب الشكل التالي.



جهاز قياس درجة الغليان على سلم صغير

الأدوات والمواد اللازمة:

أنبوب اختبار صغير، أنبوبة شعرية، ميزان حرارة، حمام زيتي، حوض أو بيشر 600 مل، موقد بنزن، حلقة مطاطية، المادة المدروسة (isoamyl acetate نقطة غليانها 142 سلزيوس)

خطوات العمل:

1. ضع المادة المراد قياس درجة غليانها في أنبوب اختبار صغير.
2. اربط الأنبوب مع ميزان الحرارة بحيث تكون المادة أسفل الأنبوب بمحاذاة مستودع الزئبق لميزان الحرارة.
3. ضع الطرف المفتوح لأنبوبة شعرية ضيقة داخل أنبوب الاختبار على أن يكون الطرف المفتوح مغمورا في المادة المراد قياسها. ضع جميع المحتويات في حمام زيتي وسخن حتى حدوث فقاعات.

Scanned by CamScanner

4. اخفض اللهب وانتظر حتى يصعد السائل في الأنبوبة الشعرية وسجل درجة الغليان.

5. كرر العمل للتأكد من صحة القياس.

6. نظم النتائج في جدول كالآتي.

المادة المدروسة	درجة الغليان النظامية (°C)	درجة الغليان التجريبية (°C)	طريقة القياس

Scanned by CamScanner

الأسئلة:

1. تعد درجات الانصهار إحدى الخواص الأكثر تمييزاً للمركبات العضوية النقية. باستعمال معرفتك الخاصة والمعلومات الواردة في التجربة اذكر كيف يمكن التحقق من نقاوة مادة عضوية مجهولة؟
2. ما هو الفرق بين درجة الانصهار ومجال درجة الانصهار؟
3. ارسم أنبوبة شعرية مملوءة بمادة يراد قياس درجة انصهارها.
4. ماهي الأخطاء التي يمكن أن تجعل درجة انصهار مركب نقي بطريقة الأنبوبة الشعرية:
   a. أخفض من درجة الانصهار المنشورة في المراجع.
   b. أعلى من درجة الانصهار المنشورة في المراجع.
   c. تتراوح في مجال واسع من درجات الحرارة.
5. اقترح طريقة آمنة للتخلص من السائل العضوي المدروس عند الانتهاء من تجربة تعيين درجة الغليان.
6. كيف نعدل الأنبوبة الشعرية المستعملة لقياس درجة الانصهار بحيث يمكن استعمالها في قياس درجة الغليان.
7. عند استعمال طريقة سلم ميكرو، ماهي الملاحظة التي تخبرنا بأن حرارة حمام التسخين أعلى من درجة غليان السائل المدروس، ومتى يتوجب علينا تسجيل درجة الغليان؟
8. ما هو ضغط بخار الماء عند غليانه عندما يكون الضغط الخارجي المطبق:
   a. 760 مم زئبقي
   b. 526 مم زئبقي (يغلي الماء عند الدرجة 90 سلزيوس).
   c. 9.2 مم زئبقي (يغلي الماء عند الدرجة 10 سلزيوس).

هل هناك تطبيق عملي للعلاقة بين درجة الغليان والضغط المطبق؟

Scanned by CamScanner

التجربة الأولى: البلورة المتكررة

Recrystallization

تعد عملية البلورة المتكررة من أهم التقنيات وأكثرها فائدة والتي يجب على الكيميائي العضوي أن يتقنها ويبرع فيها. تتحطم في هذه العملية الأبنية البلورية تماماً إما بصهر المادة الصلبة (نادراً ما يستعمل الصهر) أو بتذويبها في مذيب مناسب ثم يسمح للبورات لتنمو بحيث تبقى الشوائب إما في الصهارة أو في المحلول. تعتمد البلورة في المحلول على حقيقة أن جميع المواد الصلبة تقريباً تكون أكثر ذوباناً في المذيبات الساخنة (تتعين درجة الحرارة العليا بدرجة غليان المذيب) منها في المذيبات الباردة.

وتتضمن عمليات البلورة من المذيب المراحل التالية:

1. اختيار المذيب المناسب أو مزيج المذيبات المناسبة.
2. إذابة بلورات المادة العضوية في كمية من المذيب عند درجة غليانه أو بالقرب منها.
3. ترشيح المحلول الساخن لإزالة المواد غير الذوابة والشوائب.
4. التبلور من المحلول عندما يبرد بتركه ليبرد في جو المخبر أو في البراد أو وضعه في حمام ثلجي.
5. ترشيح البلورات النقية من المحلول البارد.
6. غسل البلورات لإزالة المحلول العالق بها، وتجفيفها.
7. قياس درجة انصهار العينة للتأكد من النقاوة.
8. إذا كانت البلورات غير نقية بعد، نقوم بإعادة عملية التبلور مرة أخرى.

Scanned by CamScanner