

# عملي كيمياء عضويه متقدم



تجارب مقرر 449 كيم  
أستاذة المقرر : أ. خلود دهلوس



## تجربة رقم (1)

(المسح الكيميائي (المسح الضوئي) (phytochemical screening)

### الكربوهيدرات أو الجليكوسيدات Carbohydrates and or/ glycosides

1. نضع 5g من الأجزاء الهوائية للنبات بعد تجفيفها وطحنها في (10ml) ماء مقطر أو كحول إيثيلي 95% تغلى مدة 5min ثم يرشح المحلول نأخذ الرشاحة وتركز ونجري عليها الاختبارات التالية:-
2. اختبار موليش (Molisch test) .
3. نأخذ (2ml) الرشاحة + 0.2ml الفانغشول الكحولي + 2ml حمض الكبريتيك = ظهور حلقة بنفسجية
4. اختبار فهلينج (Fehling test)
5. نأخذ 5ml رشاحة + 1ml محلول فهلينج A + 1ml محلول فهلينج B ثم التسخين في حمام مائي = راسب أحمر

### القلويدات أو القواعد النيتروجينية Alkaloids and or/ nitrogenous bases

1. نأخذ 10g من الأجزاء الهوائية للنبات بعد تجفيفها وطحنها وتغلى في (10ml) ميثانول وترشح ويكرر ذلك 3مرات ثم تركز تماماً ، ثم تذاب في 20ml diHCl ثم نقوم باستخلاصه ثلاث مرات باستخدام الكلوروفورم 10ml ، في كل مرة نأخذ الطبقة المائية نضيف 10% NH<sub>4</sub>OH أو 50% NH<sub>4</sub>OH حتى يصبح الوسط قاعدي ثم نقوم باستخلاصه بواسطة الكلوروفورم ثلاث مرات 10ml ، في كل مرة ثم بعد ذلك نأخذ الطبقة العضوية و تمرر على كبريتات الصوديوم اللامائية
2. وتركز ، ثم نضع على ورقة ترشيح في منتصفها ويتم التأكد بواسطة الكاشف دراغن دوف (Dragendorff's reagent) ويعطي لون برتقالي .

### الفلافونيدات Flavonoids

1. نأخذ 5g من النبات بعد تجفيفه وطحنه في 10ml إيثانول 90% ونغليها ونرشحها.
2. نأخذ 1ml من الرشاحة ويخلط مع 0.5ml من 10% HCL ومعدن Mg = لون أحمر
3. نأخذ 5ml من الرشاحة وتركز لأقل كمية ممكنة يضاف لها 10% HCL ويغلى لمدة خمس دقائق ثم يبرد ويستخلص بالايثيل اسيتات . تؤخذ طبقة الايثيل اسيتات وتركز ويضاف اليها السابق = ظهور اللون الأصفر

### الصابونينات Saponins

1. نأخذ 1g من النبات الجاف والمطحون حيث يغلى مع 10ml ماء مقطر ثم يرشح ثم ترج الرشاحة فإذا ظهرت رغوة طولها أكبر من 5cm. ولمدة 1h دل ذلك على وجود الصابونينات

### التننينات Tannins

1. نأخذ 2g من النبات الذي تم تجفيفه وطحنه في 10ml إيثانول 95% ونجري الاتي
2. نأخذ 2ml من الخلاصة ونضيف لها قطرات من كلوريد الحديد الثلاثي = لون أزرق مسود أو أخضر مسود
3. نأخذ 5ml من الخلاصة ونضيف لها 2ml (vanilline hydrochloric acid) يظهر لون أخضر مسود

### السترويدات الغير مشبعة والتربينات الثلاثية Unsaturated sterols and or/ triterpenes

1. نأخذ 2g من النبات المطحون في 10ml إيثانول 95% ونغليها لمدة 3min وترشح ثم تركز الرشاحة ويذاب الراسب في كلوروفورم 10ml ويقسم إلى جزئين ونجري الاتي
2. اختبار ليبيرمان بورشرد libermann-Burchard test
3. الجزء الاول يضاف له 1ml acetic acid anhydride و 1ml من CON. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> نقطة نقطة على الجدار حتى تظهر حلقة بنفسجية
4. الجزء الثاني يضاف كمية معادلة من حمض الكبريتيك المركز يظهر لون أحمر

### الكومارينات Coumarins

1. نضع 1g من النبات الجاف في انبوبة اختبار على فوهة الانبوبة يوضع ورقة ترشيح مبللة بـ di NaOH ثم يسخن حتى نلاحظ البخار ثم نضع الورقة تحت UV = ظهور لون أزرق

## الأنتراكينون Anthraquinones

نأخذ 10g من الأجزاء الهوائية لنبات الجاف والمطحون في (10ml) ميثانول وترشح وذلك 3مرات ثم تركز ، ثم يضاف لها 2NHCl ثم نقوم بفصله بواسطة Diethyl ether نأخذ طبقة الإيثر ويضاف لها 5%Sodiom bicarbonate ثم نتأكد من الحمضية نضيف 10% amunia = لون وردي





## تجربة رقم (2)

استخلاص زيت القرنفل (Extraction of clove oil)

### الطريقة الأولى :

1. نأخذ 10gm من القرنفل في دورق مستدير القاع سعة 500ml
2. نضيف 150ml ماء مقطر
3. يغلى الخليط باستخدام سخان كهربائي لمدة 2h
4. يجمع الزيت المفصول ويضاف كبريتات الصوديوم اللامائية
5. يجمع الزيت ويحسب حجمه في مخبر مدرج
6. نجري TLC باستخدام النظام ( Benzen-ethylacetate 9:1 V/ v )
7. نستخدم الكاشف vanillin sulpharic acid

مع حساب النسبة المئوية للزيت





### تجربة رقم (3)

Extraction of Thymus Oil (استخلاص زيت الزعتر)

+ (Extraction of Orange Oil (استخلاص زيت البرتقال

#### استخلاص زيت الزعتر

##### الطريقة الأولى:

- 1- نأخذ 10gm من الزعتر في دورق مستدير القاع سعة 500ml
- 2- نضيف 150ml ماء مقطر
- 3- يغلى الخليط باستخدام سخان كهربائي لمدة 2h
- 4- يجمع الزيت المفصول ويضاف كبريتات الصوديوم اللامائية
- 5- يجمع الزيت ويحسب حجمه في مخبر مدرج
- 6- نجري TLC باستخدام النظام ( Benzen-ethylacetate 9:1 V/ v )
- 7- نستخدم الكاشف vanillin sulpharic acid

##### الطريقة الثانية

1. نأخذ 10gm الزعتر في كأس
  2. نضيف 150ml petroleum ether
  3. يغلى الخليط بواسطة حمام مائي لمدة 5min ويرشح تكرر هذه العملية
  4. نجمع الخلاصة ونقوم بتكيزها
  5. يجمع الزيت ويحسب حجمه
  6. نجري TLC باستخدام النظام ( Benzen-ethylacetate 9:1 V/ v )
  7. نستخدم الكاشف vanillin sulpharic acid
- مع مقارنة كمية الزيت المحسوبه في الطريقتين وحساب النسبة المئوية .

#### استخلاص زيت البرتقال

##### الطريقة الأولى:

1. نأخذ برتقالة
2. نقطعها من المنتصف عرضي أو طولي
3. نأخذ القشر ونضغط عليه بقوة ثم نجمع الزيت بواسطة قطعة الاسفنج
4. يجمع الزيت ويحسب حجمه
5. نجري TLC باستخدام النظام ( Benzen-ethylacetate 9:1 V/ v ) نستخدم الكاشف vanillin sulpharic acid







## تجربة رقم (5)

(استخلاص الفلافونيدات)

طريقة العمل:

- 1- نأخذ 10g من قشر البرتقال في جهاز السكسيليت ونضيف كمية من الكحول (ميثانول أو إيثانول) ثم نركب المكثف العاكس ونسخن لمدة ساعتين علي hotplate
- 2- نركز الخلاصة في كأس
- 3- نقوم بعمل TLC باستخدام النظام (95:5 v/v) Chloroform-methanol  
و النظام (60:5:4 v/v/v) Ethyl acetate- methanol-water استخدام كاشف دراجن دوف
- 4- نجري اختبار الكشف عن الفلافونيدات باستخدام الكاشف  $AlCl_3$
- 5- نحسب  $R_f$  ونلاحظ الفرق في اللون للفلافونيدات تحت  $uv$





## تجربة رقم (6)

(استخلاص القلويدات)

### طريقة العمل :



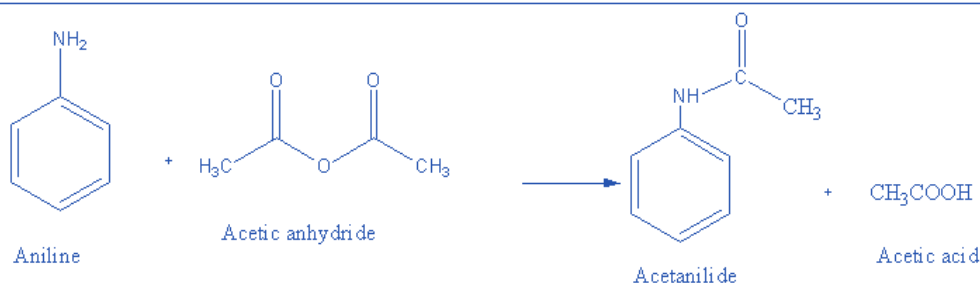
- 1- نأخذ 5g من الشاي الأخضر في جهاز السكسيليت ونضيف كمية من الكحول (ميثانول أو إيثانول) ثم نركب المكثف العاكس ونسخن لمدة ساعة على hotplate ثم نركز في كأس إلى أن يتبخر المذيب تمامًا
  - 2- نذيب الخلاصة التي في الكأس بـ 10% HCL ثم نسكبه في قمع فصل
  - 3- نفصل بواسطة  $\text{CHCl}_3$  ثلاث مرات 10ml, 10ml, 10ml
  - 3- حينها نأخذ طبقة الكلوروفورم التي تم جمعها ونضيف لها 10% NaOH إلى أن يصبح الوسط قاعدي
  - 4- نقوم بفصل الطبقة القاعدية بواسطة  $\text{CHCl}_3$  ثلاث مرات 10ml, 10ml, 10ml
  - 5- نمرر الطبقة العضوية التي تم جمعها في كبريتات الصوديوم اللامائية
  - 6- نركز الطبقة العضوية التي تم جمعها
  - 7- ثم نحسب النسبة المئوية للكافيين الموجودة لشاي
- $$\% \text{Caffeine} = \text{Wt. of the residue} \times 100 / \text{Wt. of tea}$$
- 8- نقوم بعمل TLC باستخدام النظام (95:5 v/v) Chloroform-methanol ومن ثم ترش الشريحة باستخدام كاشف دراجن دوف
  - 9- نجري اختبار الكشف عن القلويدات وذلك بتركيز نقاط من الكافيين على ورقة ترشيح ومن ثم رشها باستخدام كاشف دراجن دوف



## تجربة رقم (7)

(تحضير الأسيتانيليد preparation of Acetanilide)

معادلة التفاعل :



طريقة العمل :



1. ضعي 10 مل من الأنيلين (10.22 غم / 0.1 مول) (كثافة الأنيلين 1.022 غم/مل) داخل دورق مستدير القاع سعة 100 مل . أضيفي 20 مل من بلاماء حمض الخل و 20 مل من حمض الخل الثلجي (Glacial)
2. ركبي المكثف العاكس وسخن الخليط على لهب مباشر تسخيناً هيناً لمدة 10-15 دقيقة
3. برّدي الخليط ، ثم اسكبيه داخل كأس يحتوي على 50 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 5% مع التحريك .
4. رشحي الأسيتانيليد المتكون بواسطة قمع بخنر .
5. نقي الأسيتانيليد بإعادة بلورته من الماء .
6. جففي الناتج جيداً ثم أوزنيه بدقة وسجلي درجة انصهاره وأوجدني النسبة المئوية له.

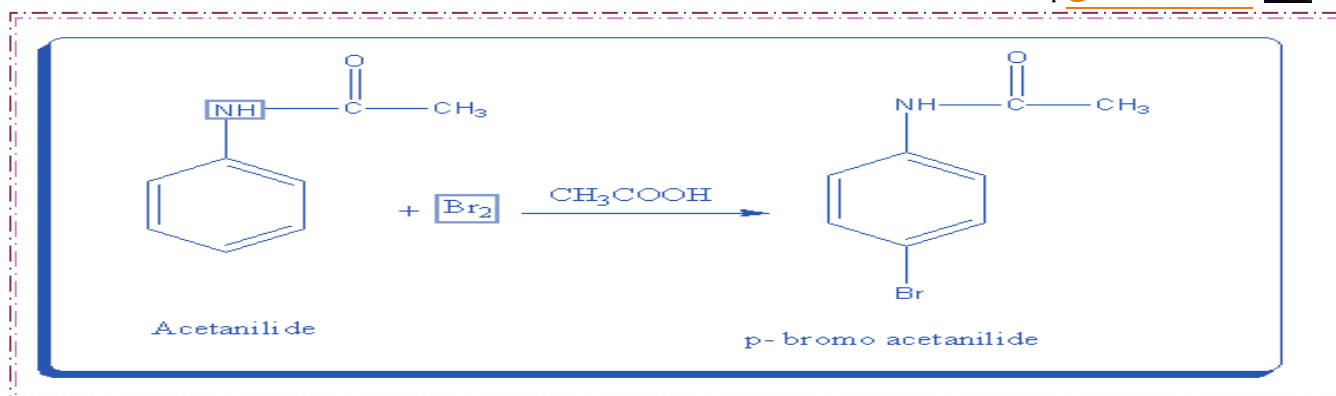




## تجربة رقم (8)

(تحضير بارابرومو أسيتانيليد preparation of p-bromo acetanilide)

معادلة التفاعل :



طريقة العمل :



6. أذيب 3 غم من الأسيتانيليد (0.022 مول) في 10 مل من حمض الخل الثلجي داخل دورق مخروطي سعة 100 مل ثم بردي إلى درجة حرارة الغرفة .
7. حضري محلول البروم بإضافة 1.5 مل من البروم إلى 10 مل من حمض الخل (ضعي الحمض أولاً في كأس ثم أسكبي بسرعة بالقطارة 1.5 مل من البروم) وذلك داخل خزانة الغازات .

**تحذير :** يجب عدم مسك الكأس باليد، وإذا لامس البروم الجلد فيجب غسله بسرعة  
محلول بيكربونات الصوديوم 5%



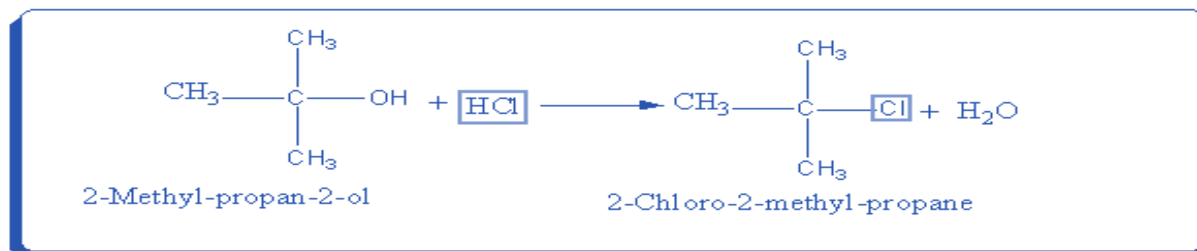
8. داخل خزانة الغازات، أسكبي محلول البروم على محلول الأسيتانيليد مع التحريك المستمر، ثم اتركي الدورق جانباً لمدة 15 دقيقة
9. أسكبي خليط التفاعل داخل كأس يحتوي على 100 مل ماء وحركي بشدة ثم رشح الناتج من خلال قمع بخنر .
10. قومي بتنقية الناتج وذلك بإعادة بلورته من الإيثانول.
11. رشحي ثم جففي الناتج وأوجدني وزنه بدقة وسجلي درجة انصهاره، ومن ثم احسبي النسبة المئوية للناتج.



## تجربة رقم (9)

(تحضير كلوريد البيوتيل الثالثي (preparation of t-butyl chloride)

معادلة التفاعل :



طريقة العمل :

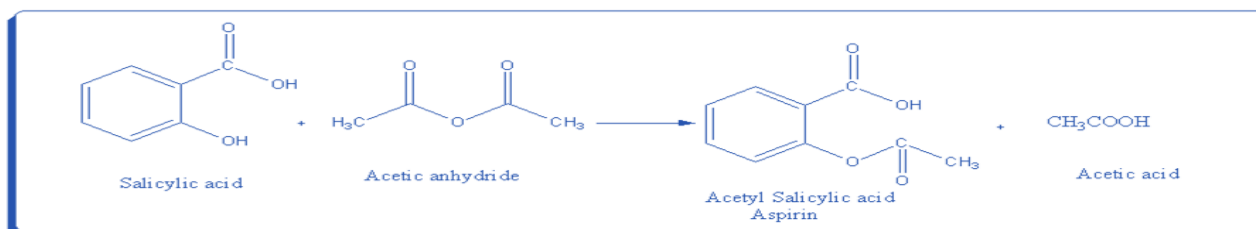
8. ضعي داخل قمع فصل سعة 250 مل، 22 غم (28 مل ، 0.3 مول) من غول البيوتيل الثالثي اللامائي. أضيفي 125 مل من حمض كلوريد الهيدروجين المركز .
9. أغلقي القمع ثم رجي الخليط من آن لآخر على مدة 20 دقيقة ،بعد كل رج عادلي الضغط داخل قمع الفصل بفتح الصنبور .
10. ضعي قمع الفصل على حامل و اتركه فترة حتى يظهر انفصال الطبقتين بوضوح .
11. افصلي الطبقة الحمضية (السفلى) وتخلصي منها ، ثم اغسلي الطبقة العضوية بإضافة 100 مل من محلول 5% كربونات الصوديوم البارد ،
12. جففي الناتج بإضافة كربونات الصوديوم اللامائية ثم رشحيه (يمكن أن تستخدم طريقة الترويق)
13. قطري الناتج للحصول عليه نقياً واجمع الناتج عند درجة غليان 35-49 ْم. سجل وزني الناتج بدقة ، ثم احسبي النسبة المئوية للناتج وذلك باتباع طريقة حساب النسبة المئوية لناتج تفاعل ما .



## تجربة رقم (10)

(تحضير الأسبرين preparation of Aspirin)

معادلة التفاعل :



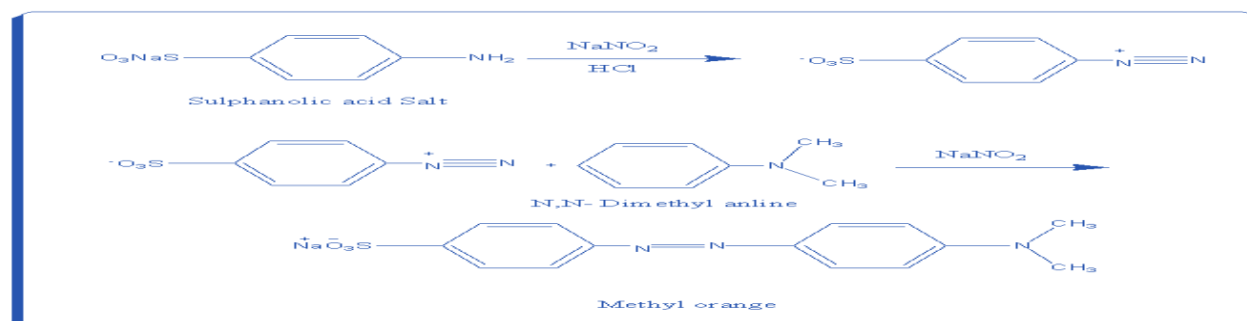
طريقة العمل :

1. ضعي 5 غم (0,036 مول) من حمض الصفصاف داخل دورق مخروطي ذو سداة سعة 25 مل .
2. أضيفي 10 مل من بلاماء حمض الخل .
3. أضيفي 1 مل من حمض الكبريت المركز .
4. أغلقي الدورق بالسداة ورجي الخليط لمدة 10 دقائق .
5. افتحي السداة وأضيفي إلى الدورق 25 مل من الماء الثلجي . أغلقي الدورق ورجي الخليط لمدة عشر دقائق أخرى ستلاحظي انفصال راسب أبيض .
6. رشحي الراسب من خلال قمع بنخر واغسله بقليل من الماء الثلجي ، جففي الراسب ثم احسبي النسبة المئوية للناتج .

## تجربة رقم (11)

(تحضير الميثيل البرتقالي (preparation of Methyl Orange

معادلة التفاعل :



طريقة العمل :



1. ضعي 101 غم من كربونات الصوديوم اللامائية داخل دورق مخروطي سعة 125 مل. أضيفي 50 مل من الماء وحركي حتى الذوبان .
2. أضيفي 4 غم (0.2 مول) من حمض السلفانيليك أحادي جزئي الماء sulphanic acid monohydrate أو 3.6 غم (0.02 مول) من حمض السلفانيليك اللامائي . سخني الخليط على حمام مائي حتى الذوبان .
3. رشحي المحلول ساخناً بالطريقة العادية gravity filtration وبللي ورقة الترشيح بالماء الساخن واغسلي الورقة بعد الترشيح بقليل من الماء الساخن (2مل).
4. برد المحلول إلى درجة حرارة الغرفة ثم أضيفي 1.5 غم من نيتريت الصوديوم وحرك حتى الذوبان .
- أسكب هذا المحلول داخل كأس سعة 400 مل يحتوي على 5 مل من حمض كلوريد الهيدروجين المركز و 25 مل من ماء ثلجي . في هذه الخطوة ستلاحظي تكون ملح ثنائي الأزونيوم على هيئة رواسب بيضاء احتفظي بهذا المعلق داخل حمام ثلجي لحين استخدامه .
5. ضعي داخل كأس صغير 2.7 مل من ثنائي ميثيل الأنيلين و 2 مل من حمض الخل الثلجي . وأضيفي هذا المحلول إلى محلول ثنائي الأزونيوم البارد . سوف تلاحظي مع التحريك الشديد بقضيب زجاجي تكون راسب أحمر بعد بضع دقائق .
6. أتركي الخليط داخل الحمام الثلجي لمدة 15 دقيقة ثم أضيفي 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 10% تدريجياً مع التحريك بينما الخليط مازال داخل الحمام الثلجي .

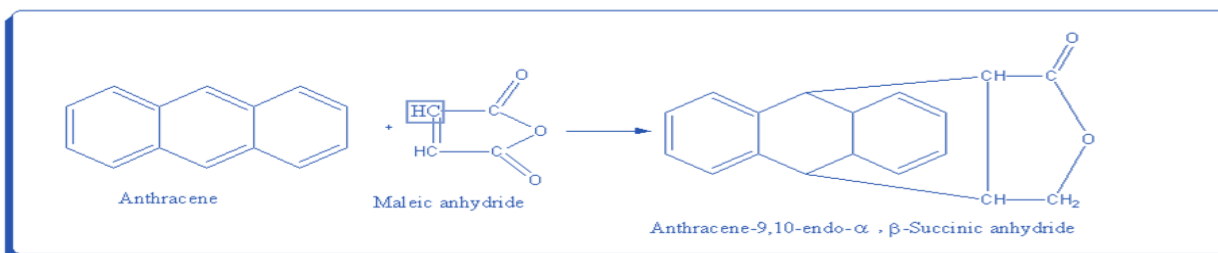


7. تأكدي أن وسط التفاعل قاعدياً (باستخدام ورق تباع الشمس ) فإذا لم يكن قاعدياً أضيفي مزيداً من محلول القاعدة . سخني الخليط لدرجة الغليان على لهب بنزن لمدة 10 - 15 دقيقة حتى تذوب معظم الرواسب . أضيفي 10 غم من ملح كلوريد الصوديوم وبردي الخليط داخل حمام ثلجي .
8. رشحي الراسب الناتج (الميثيل البرتقالي) عن طريق قمع بخنر وأغسل الراسب وهو على القمع بمحلول مشبع من كلوريد الصوديوم البارد .
9. لتنقية الميثيل البرتقالي الناتج ، أعيدي بلورته من الماء الساخن بإضافة 150 مل من الماء .
10. سجلي وزن الناتج بعد الترشيح والتجفيف وأحسبي النسبة المئوية للناتج .

## تجربة رقم (12)

(تحضير مركب Anthracene-9,10-endo- $\alpha,\beta$ -Succinic Anhydride)

معادلة التفاعل :



طريقة العمل :

1. ضعي 25 مل من الزايلين Xylene داخل دورق مستدير القاع سعة 50 مل .
2. أضيفي 2 غم (0.0112 مول) من الأنثراسين Anthracene.
3. أضيفي 1.1 غم (0.0122 مول) من بلاماء حمض المالييك Maleic anhydride .
4. ركبي المكثف العاكس ثم سخني الخليط لمدة 30 دقيقة
5. بردي الخليط حتى درجة حرارة الغرفة ، وإذا ظهرت عكارة على الخليط (بسبب تبلور الزيادة من حمض المالييك) سخني قليلاً حتى تذوب ثم رشحي من خلال قمع بخنر وأغسلي الراسب بإضافة 5 مل من الزايلين البارد.
6. أعيدي بلورة الناتج من خلال خلات الإيثيل .
7. أوزني الناتج وسجلي درجة انصهاره ثم احسبي النسبة المئوية للناتج .