

التجربة (05): تحضير المشتقات (Preparation of Derivatives)

الهدف من التجربة:

- 1) التعرف على المركب المجهول عن طريق قياس درجة الانصهار أو الغليان واختبارات الكشف التي تم دراستها.
- 2) تحضير المشتق الخاص بالمركب المجهول وذلك بعد التعرف على المجموعة الوظيفية الخاصة به.

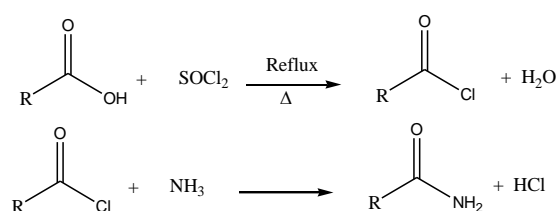
خطوات التجربة (Experimental Procedures):

- 1- يتم قياس درجة الغليان (مادة سائلة) أو الانصهار (مادة صلبة) للمادة المجهولة وتسجيلها في التقرير.
- 2- يتم الكشف عن العناصر الموجودة في المركب المجهول (اختبار لاسين).
- 3- يتم التعرف على المجموعة الوظيفية للمركب المجهول وإجراء الاختبارات الخاصة بها (وفقاً للمخطط و اختبارات الكشف التي تم دراستها).
- 4- بعد التعرف على المجموعة الوظيفية الخاصة بالمركب المجهول يتم الرجوع للجدول المرفقة والخاصة بدرجات الغليان/الانصهار والمصنفة حسب المجاميع الوظيفية. حيث يتم حصر المركبات المحتملة للمركب المجهول بناء على درجة غليانه/انصهاره.
- على سبيل المثال إذا كان المركب المجهول ينتمي للمجموعة الوظيفية الكيتونات ودرجه غليانه (145°C) في هذه الحالة يتم الرجوع للجدول الخاص بدرجه غليان/انصهار الكيتونات وكتابة جميع المركبات التي تنحصر درجة غليانه/انصهارها بين ($140-150^{\circ}\text{C}$) بمعنى أن يتم أخذ مدى يعادل خمسة درجات حرارة أعلى/أقل من درجة الغليان/الانصهار ($\pm 5^{\circ}\text{C}$).
- 5- إذا كانت هناك معلومات مفيدة تم استنتاجها أثناء إجراء التجارب والتي من شأنها أن تساعد في تقليص عدد المركبات المحتملة فإنه يتم الاستفادة منها. على سبيل المثال إذا كان المركب المجهول عبارة كحول أولي بناء على اختبار لوكاس في هذه الحالة فان جميع الاحتمالات الأخرى يتم استبعادها مع ذكر سبب الاستبعاد.
- 6- يتم تحضير المشتق الخاص بالمجموعة الوظيفية.
- 7- يتم قياس درجة الانصهار/الغليان للمشتق (بنفس الطريقة $\pm 5^{\circ}\text{C}$) وبالرجوع للجدول السابق والذي تم فيه تحديد أسماء المركبات المحتملة يتم اختيار المركب الذي تكون درجة غليان/انصهار المشتق الخاص فيه مقارنة لدرجة غليان المشتق المحضر. وبذلك يتم التعرف على المركب المجهول بدقة وتحضير المشتق الخاص به.
- 8- يتم تفرغ جميع المعلومات في التقرير الخاص بالتجربة.

المشتقات حسب المجاميع الوظيفية:

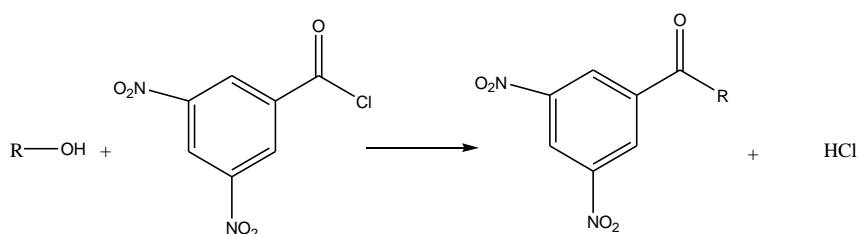
أولاً- الأحماض الكربوكسيلية:

مشتق الاميد (Amide): يوضع حوالي 1gm (2ml) من المركب العضوي المجهول في دورق مستدير القاع (نظيف و جاف) يضاف (5ml) من مركب كلوريد الثيونيل SOCl_2 بحذر شديد ثم يسخن الخليط على سخان كهربائي باستخدام المكثف العاكس لمدة (30 min). بعد أن يبرد الخليط يسكب داخل كأس يحتوي على (15ml) أمونيا مركزة مبردة بالتلج. يجمع الراسب ويجفف و تقاس درجة انصهاره.



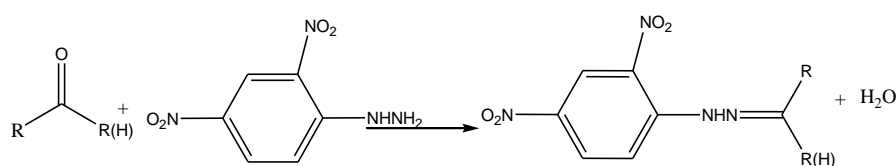
ثانياً- الكحولات:

مشتق 3,5-ثنائي نيتروبنزوات (3,5-dinitrobenzoate): يوضع حوالي 1gm (2ml) من المركب العضوي المجهول في أنبوبة اختبار نظيفة و جافة ويضاف حوالي (0.5 ml) من 3,5-ثنائي نيتروكلوريد البنزويل (3,5-dinitrobenzoylchloride) ثم يسخن الخليط على اللهب لدرجة الغليان بلطف مع الرج داخل خزانة الغازات لمدة (5 min). يبرد الخليط ثم يسكب داخل كأس يحتوي على (10 ml) ماء مبرد بالتلج.. يجمع الراسب و يجفف و يقاس درجة انصهاره.

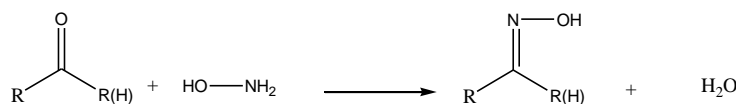


ثالثاً- الالدهيدات و الكيتونات:

(أ) مشتق 2,4-Dinitrophenylhydrazine: يوضع حوالي 1gm (2ml) من المركب العضوي المجهول في أنبوبة نظيفة وجافة ويضاف (4ml) من 2,4-Dinitrophenylhydrazine (2,4-DNPH) . يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.

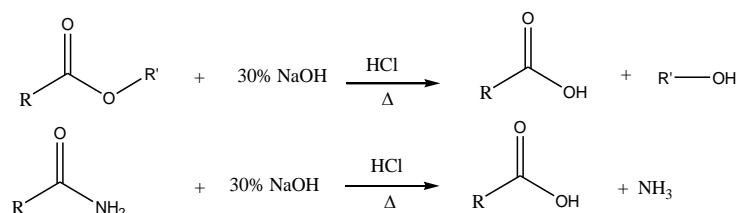


ب) مشتق الاكسيم Oxime: يوضع (0.5 gm) من مركب Hydroxylaminehydrochloride داخل دورق مخروطي ويضاف عليه (3ml) ماء مقطر و يحرك الخليط حتى الذوبان ثم يضاف (2ml) من هيدروكسيد الصوديوم NaOH (10%) ثم يضاف كمية قليلة من المركب العضوي المجهول (إذا لم يذوب يضاف قليل من الايثانول) ثم يسخن الخليط في حمام مائي لمدة (10 min) مع الرج. يبرد الخليط بالتلج و إذا لم يترسب الناتج يتم خدش جدار الأنبوبة بساق زجاجية أو يضاف بضع قطرات من الماء. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.



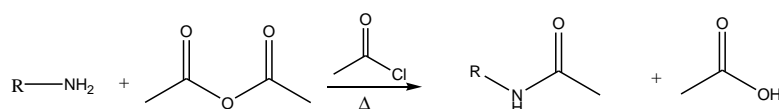
رابعاً- الاميدات و الاسترات:

مشتق الحمض الكربوكسيلي: يوضع حوالي (2ml) 1gm من المركب العضوي المجهول في أنبوبة اختبار نظيفة وجافة ثم يضاف حوالي (3ml) من هيدروكسيد الصوديوم (30%) NaOH ثم يسخن الخليط على اللهب لدرجة الغليان مع الرج داخل خزانة الغازات لمدة (5 min). يبرد الخليط بالتلج ثم يضاف حمض الهيدروكلوريك المركز (conc.HCl) قطرة قطرة حتى يتكون راسب مع التبريد. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.

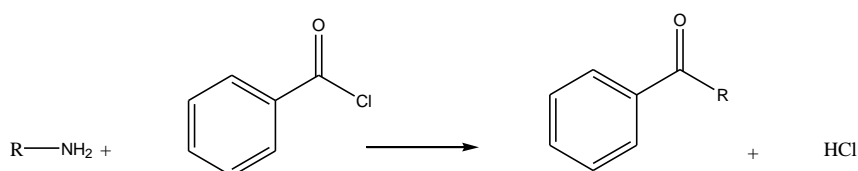


خامساً- الأمينات:

أ) مشتق الخللات Acetamide (الامينات الاولى والثانوية): يوضع حوالي (1ml) 0.5 gm من المركب العضوي المجهول في أنبوبة اختبار نظيفة وجافة ثم يضاف حوالي (2ml) من بلا ماء حمض الخليك Acetic anhydride. ثم يضاف حمض الخل الثلجي ثم يسخن الخليط بحذر شديد على اللهب مع الرج داخل خزانة الغازات لمدة (1min). يبرد الخليط ثم يسكب داخل كأس يحتوي على 10 ml. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.

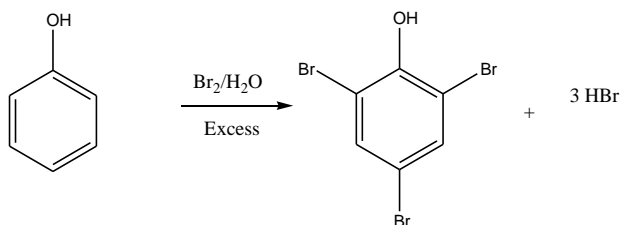


ب) مشتق البنزويل Benzamide (للامينات الاولى والثانوية): يتم تحضير المشتق في هذه الحالة بنفس طريقة تحضير مشتق الخللات و لكن يستخدم Benzoyl chloride بدلاً من حمض الخل الثلجي.



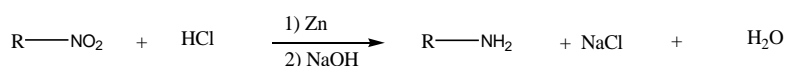
سادساً- الفينولات:

مشتق البروم: يوضع حوالي 0.5 gm (1ml) من المركب العضوي المجهول في كأس ويذوب في كمية قليلة من الكحول ثم يضاف حوالي (10ml) من محلول البروم المحضر على هيئة دفعات مع التحريك والتبريد بالتلج حتى يتكون الراسب. يجمع الراسب ويجفف و تقاس درجة انصهاره.



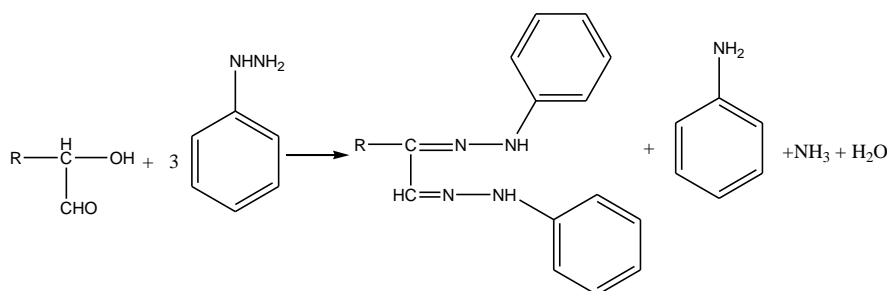
سابعاً- مركبات النيترو:

مشتق الأمين: يوضع حوالي 1gm (2ml) من المركب العضوي المجهول في ورق مستدير القاع (نظيف وجاف) ويضاف حوالي (2gm) من بودرة الزنك ثم يضاف (20 ml) من حمض الهيدروكلويك (10% HCl) قطرة قطرة مع التحريك ثم يسخن الخليط على حمام مائي باستخدام المكثف العاكس لمدة (10 min). يرشح الخليط و هو ساخن (بالترويق) على ورق مخروطي يحتوي على (10 ml) ماء ثم يضاف هيدروكسيد الصوديوم (30% NaOH) حتى يذوب هيدروكسيد الزنك. يستخلص الخليط بواسطة (10 ml) إيثر. ثم يجفف المحلول ثم يبخر الإيثر على حمام مائي. ينتج من هذا التفاعل أمين أولي و بالتالي يتم إجراء مشتق الأمين للمركب الناتج.



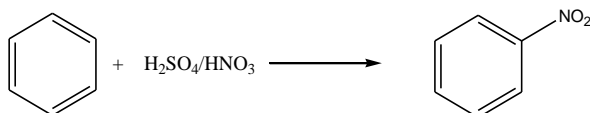
ثامناً- السكريات (الكربوهيدرات):

مشتق الاوزازون: يوضع حوالي 0.5 gm من المركب العضوي المجهول في أنبوبة اختبار نظيفة و يذوب في كمية قليلة من الماء ثم يضاف حوالي (0.5) من فينيل هيدرازين هيدروكلوريد و (0.5) من خلات الصوديوم و يتم تسخينها داخل كأس به ماء و يغلي فوق اللهب لمدة (15 min) مع رج الانبوبة من أن لآخر ثم تبرد الانبوبة. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.



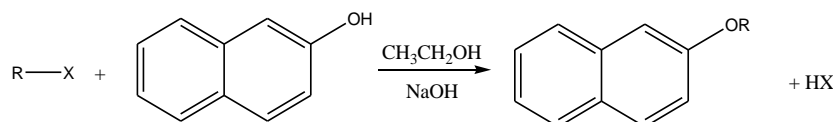
تاسعاً- الهيدروكربونات العطرية:

مشتق النيترو: يوضع (4ml) من حمض الكبريت المركز ($\text{conc.H}_2\text{SO}_4$) في ورق مستدير القاع ثم يضاف (4ml) من حمض النيتروجين المركز (conc.HNO_3) قطرة قطرة مع التحريك داخل خزانة الغازات ثم يضاف (1gm/2ml) من المركب العضوي المجهول ثم يسخن الخليط على حمام مائي فاتر (45°C) باستخدام المكثف العاكس لمدة (5min) ثم يسكب الخليط داخل كأس يحتوي على (20 ml) ماء مبرد بالتلج. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.



عاشراً- المركبات الهالوجينية:

1- هاليدات الالكيل – مشتق الايثر: يوضع (0.5 gm) من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) و (25ml) من الايثانول في ورق مستدير القاع ثم يضاف (2gm) من بيتا-نافثول (β -naphthol) ثم يضاف حوالي (2gm/4ml) من المركب العضوي المجهول (في حالة كان الهاليد هو كلوريد فيضاف 0.5 gm من يوديد البوتاسيوم KI). يسخن الخليط على سخان كهربائي باستخدام المكثف العاكس لمدة (30 min) داخل خزانة الغازات. يبرد الخليط ثم يسكب داخل كأس يحتوي على (75 ml) ماء مبرد بالتلج ثم يضاف هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) حتى يصبح المحلول قاعدي. يجمع الراسب و يجفف و تقاس درجة انصهاره.



2- هاليدات الاريل:

يستخدم مشتق النيترو كما في الهيدروكربونات العطرية.

تقرير المعمل Laboratory Report

الاسم: _____ التاريخ: _____

التجربة: _____

1- الخواص الفيزيائية: ☐ سائل ☐ صلب

رقم المجهول: درجة الانصهار / الغليان:

الاختبارات الكيميائية:

2- كشف العناصر- اختبار لاسين:

الاختبار	المشاهدة	الاستنتاج

3- التعرف على المجموعة الوظيفية- كشف الذوبانية:

الاختبار	المشاهدة	الاستنتاج

4- الاحتمالات الأولية للمجموعة الوظيفية طبقاً للذوبانية:

5- اختبارات الكشف عن المجاميع الوظيفية:

الاختبار	المشاهدة	الاستنتاج

6- المركبات المحتملة بعد التعرف على المجموعة الوظيفية و درجة الغليان/ الانصهار(من الجداول):

اسم المركب	درجة الانصهار /الغليان(للمركب)	درجة الانصهار /الغليان(للمشتق المقابل)	ملاحظات

7- تحضير المشتق:

معادلة التحضير:

اسم المشتق و درجة انصهاره/غليانه:

8- اسم المركب المجهول وصيغته البنائية والجزيئية:
