



القسم العملي

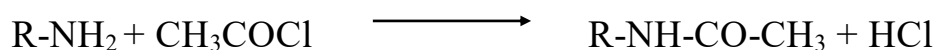
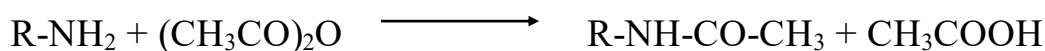
التخليق الدوائي

د. سناء حداد

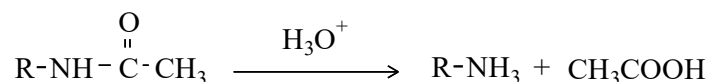
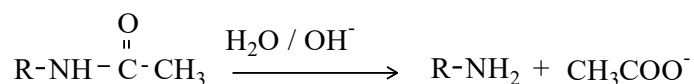
تحضير الاستيتانيليد من الانيلين

مبدأ تحضير الأميدات:

عملية تحضير الأميدات بصورة عامة بمعاملة الأمين بلاماء الحمض (مثل بلاماء الأسيتك) أو كلوريد الحمض (مثل كلوريد الأسيتيل)



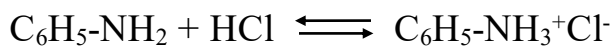
يمكن استعادة الأمين من الاميد بحلمهة هذا الأخير في وسط حمضي أو قلوي بالحرارة.



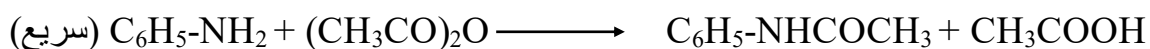
تسمى الأميدات المتشكلة اعتباراً من الأنيلين بالأنيليدات وهي بصورة عامة مركبات غير منحلة في الماء ويمكن إعادة بلورتها بسهولة في المحلات الملائمة.

مبدأ تحضير الأستيتانيليد:

يحل الأنيلين في حمض كلور الماء الممدد على شكل ملح كلور هيدرات الأنيلين (كلوريد الانيلينوم) ثم يضاف اليه بلاماء الأسيتك

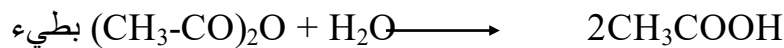


وبإضافة كمية كافية من محلول خلات الصوديوم لتعديل حمض كلور الماء نتمكن من إزاحة الأنيلين من ملحه الذي يتفاعل بدوره مع بلاماء الأسيتك معطياً الأستيتانيليد.



ملاحظة:

وقد يتساءل المرء لماذا لا يتحلّمه بلاماء الأستيك في الماء قبل أن يتفاعل مع الأنيلين.
والجواب أن حلمة بلاماء الأستيك أبطأ من تفاعل الأسيلة مع الأنيلين.



طريقة العمل:

- حضر في فيول سعة 250 مل محلولاً من 6.25 غ أسيتات الصوديوم في 20 مل واحفظه جانباً .
- ضع في فيول آخر سعة 250 مل مقدار 50 مل من الماء و 2.5 مل من حمض كلور الماء المركز ثم 2.25 مل أنيلين ثم امزج جيداً حتى تمام الانحلال فيتشكل كلور هيدرات الأنيلين .
- أضف إلى المحلول السابق 2.5 مل من بلاماء الأستيك وامزجه جيداً حتى الانحلال.
- صب المحلول في الحال فوق المحلول المائي لأسيتات الصوديوم المحضر مسبقاً.
- حرك المزيج بشدة ثم برده في حمام من الجليد.
- رشّح الأستيتانيليد على قمع بوختر أو على قمع عادي ثم اغسله بـ 10 مل من الماء.
- أعد بلورة الأستيتانيليد باستخدام الماء كمثل.
- جفف البلورات ثم حدد وزنها ودرجة انصهارها.

$$\text{النسبة المئوية للمردود} = \frac{\text{المردود العملي}}{100} \times 100$$

المردود النظري

المركب	الكثافة	الوزن الجزيئي	درجة الإنصهار
أنيلين	1.02		184
بلاماء الأستيك			
الأستيتانيليد			

تقرير

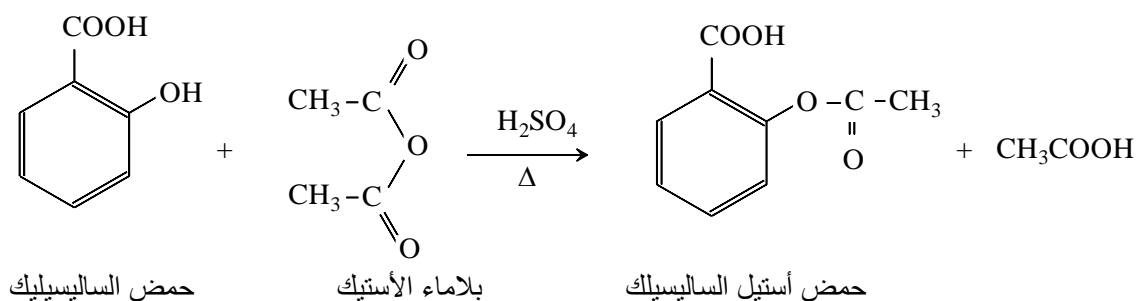
النسبة المئوية للمردود	المردود النظري	المردود العملي	
			الأسيتانيليد

أجوبة وملاحظات

إصطناع الأسبرين (حمض استيل الساليسيليك)

- يتم تحضير الأسبرين بأستلة حمض الساليسيليك بلاماء الأستيك بحضور وسيط من حمض الكبريت .

تتحول المجموعة الفينولية في هذه المرحلة إلى مجموعة إسترية



الإجراء العملي:

1- تحضير الأسبرين الخام:

- في دورق مخروطي سعة 250 مل ضع 12,5 غ من حمض الساليسيليك ثم 15,1 مل من بلاماء الأستيك (تحذير:مخرش وقابل للإشتعال) و 6 قطرات من حمض الكبريت المركز(تحذير).

- حرك محتويات الدورق حتى يحصل الإمتزاج الكامل.

- اغمس الدورق في حمام مائي مسخن إلى الدرجة 60م لمدة 20 دقيقة.

إن درجة حرارة الحمام المائي يجب أن تبقى بحدود 60م, خلال فترة التسخين يلاحظ في معظم الأحيان تشكل فوري لبلورات الأسبرين.

- ارفع الدورق من الحمام المائي ثم رجّ الدورق بقوة ثم أترك الدورق حتى يبرد.

- أضف مع التحريك 150 مل من الماء. وإذا تشكلت كتل صلبة من الأسبرين فنتها باستخدام قضيب زجاجي اذا لزم الأمر حتى الحصول على معلق من البلورات.

- رشّح الأسبرين الخام.

2- تنقية الأسبرين:

تتم تنقية الأسبرين باستخدام مزيج من الماء والإيتانول.

- ضع الأسبرين الخام في الدورق الأصلي ثم أضف 38 مل من الإيتانول (تحذير: الإيتانول قابل للاشتعال).

- اغمس الدورق في حمام مائي درجة حرارته 60م فيبدأ الأسبرين بالإنحلال ببطء.

- عندما يصبح المحلول رائقاً أضف 100 مل من الماء المسخن لدرجة 60م، رجّ المزيج حتى الحصول على محلول رائق.

- دع المحلول ليبرد ببطء حتى يتبلور الأسبرين. وبعد اتمام عملية التبريد إفصل بلورات الأسبرين بعملية الترشيح واترك البلورات تجف في الهواء.

- زن الأسبرين النقي ثم احسب المرود.

- حدد درجة انصهار البلورات الناتجة.

ملاحظة: يمكن محاولة إجراء عملية التنقية بإعادة البلورة في الماء ثم فحص نقاوة البلورات الناتجة من خلال تحديد درجة انصهارها

ومن خلال تحري وجود حمض الساليسيليك.

3- اختبار النقاوة:

- ضع كمية قليلة من بلورات الأسبرين (حوالي 50ملغ) في جفنة بورسلين ثم اسحق البلورات مع 1 مل من الماء البارد.

- رشّح ثم أضف إلى ماء الغسيل الناتج 2-3 قطرة من محلول فوق كلور الحديد فيظهر لون بنفسجي في حال احتواء الأسبرين على حمض الساليسيليك.

تقرير

المرءوء المئوء	المرءوء العملي	المرءوء النظري	المنتج
			حمض أسيتيل الساليسيليك

أجوبة و ملاحظات

تحضير صفصافات الميتيل

الهدف من التجربة : اصطناع مادة دوائية من تفاعل كيميائي المبدأ : تحضير صفصافات الميتيل هو تفاعل أسترة وهو تفاعل حمض كربوكسيلي مع

اغول للحصول على إستر وماء وهو تفاعل عكوسي ومتوازن وبطيء

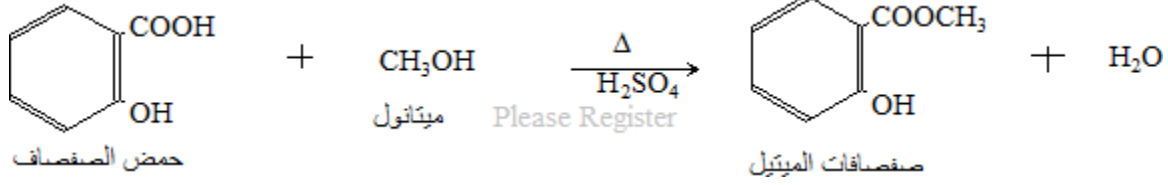
ولسريع التفاعل وزيادة كمية الإستر وزيادة كمية المواد الناتجة -1

تحميض الوسط - استخدام الحرارة

لكي نوجه التفاعل باتجاه تشكيل صفصافات الإيثيل نضع مادة ماصة للرطوبة مثل كلور الكالسيوم لكي نتخلص من الماء

- تفاعل أسترة حمض الصفصاف (الحمض الكربوكسيلي)

والميتانول (غول) فينتج لدينا صفصافات الميتيل وهو الإستر اما الحمض المستخدم لتسريع التفاعل هو حمض الكبريت



طريقة العمل :

- نضع في فيول سعة 150 مل مقدار 2.5 غرام حمض الصفصاف و 7.5 مل ميثانول وقطرتين من حمض الكبريت الكثيف
 - يثبت الفيول ثم نقوم بتسخين المزيج على حمام مائي درجة حرارته 80 م° لمدة ثلاث ساعة
 - بحسب الزمن بدءاً من التقطير من المبرد وذلك بعد تركيب مبرد صاعد فوق الفيول
 - يرفع الفيول من الحمام المائي ويترك ليبرد ببطء فتنبلور مادة صفصافات الميثيل في الوسط
 - وإذا لم يحصل تبلور يرفع المبرد الصاعد ويستمر بالتسخين مدة عشر دقائق او ربع ساعة اضافية
 - (يوضع الفيول بدون مبرد صاعد) ثم يبرد من جديد
 - يجمع الراسب المتشكل بالترشيح
 - تعاد بلورته بالايثانول ثم يحسب المرود
 - تستعمل صفصافات الميثيل في العديد من المراهم والكريمات لعلاج تشنجات المفاصل وتسكين آلام الروماتيزم
- المواد المطلوبة :** 2.5 غرام حمض الصفصاف - 7.5 مل ميثانول - حمض الكبريت
- الادوات :** فيول - مبرد صاعد - حمام مائي - ورقة ترشيح

- الوزن الجزيئي لصفصافات الميثيل 152

- الوزن الجزيئي لحمض الصفصاف 138

اجب على الاسئلة التالية :

1- علل اضافة حمض الكبريت الكثيف للتفاعل ؟ -2 عرف تفاعل الاسترة مع ذكر صفاته ؟

تقرير العمل

وزن المادة الناتجة :

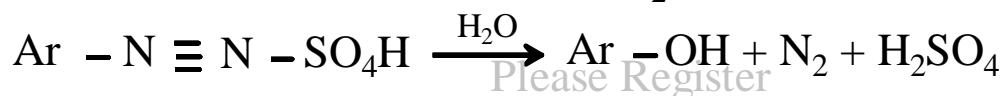
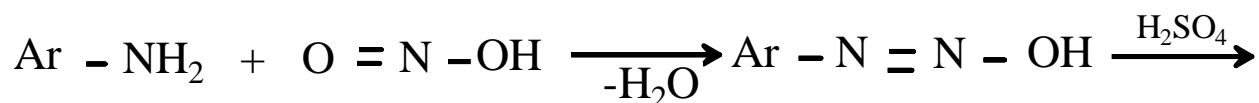
حساب المردود :

اصطناع الفينول من الانيلين

الهدف من التجربة : اصطناع مادة دوائية من مادة عضوية بطريقة الديأزة

مبدأ الاصطناع : تعطي الامينات الاولية العطرية مع الحمض الازوتي الوليد الذي يحضر من نترت الصوديوم

في وسط حمضي اما حمض كلور الماء او حمض الكبريت وفي درجة حرارة لا تتجاوز 5°م يعطي ملح الديأزونيوم وهذه الاملاح سهلة التفكك بالتسخين معطية الفينول



المواد المطلوبة : حمض الكبريت الكثيف - الأنيلين - نترت الصوديوم - فوق كلور الحديد - كلور الكالسيوم - الإتر - جليد

الأدوات المطلوبة : فيول - بيشر - ممص - جهاز جرف بتيار من بخار الماء - حبابة إبانة

طريقة العمل :

- يوضع في بيشر سعة 150مل مع التحريك 30مل ماء و 6مل حمض الكبريت الكثيف ويضاف لهذا المحلول وبيبئ ومع التحريك الجيد 4مل انيلين فتنشك كبريتات الانيلين التي ينحل جزء منها في الوسط ويبقى الجزء الاخر غير منحل وفي هذه الحالة يسخن المزيج على لهب خفيف ولمدة قصيرة فنحصل على محلول كبريتات الانيلين

- يوضع البيشر في حمام ثلجي ويذاب من جهة اخرى في فيول سعة 150مل مقدار 4غرامات من نترت الصوديوم في 10مل ماء ويضاف المحلول الناتج الى كبريتات النيلين وذلك ببطئ دون ان تتجاوز الحرارة 5°م

- بعد الانتهاء من الاضافة يترك المحلول في درجة حرارة المخبر لمدة 5-10 دقائق ثم يسخن على حمام مائي في درجة حرارة 50-55°م

- بعد الانتهاء من التسخين ينقل المحتوى الى جهاز الجرف ويتم جرف الفينول مع بخار الماء

- تشبع القطارة بملح الطعام ويستخلص الفينول بالايتر على دفعتين ثم تجفف الخلاصات باضافة 0.5 غ من كلور الكالسيوم ويبخر في جفنة على حمام مائي ثم تحل البقية الناتجة ويضيف اليها فوق كلور الحديد فنحصل على لون بنفسجي دليل على وجود الفينول

ملاحظة : يمكن الاستغناء عن الخطوة الاخيرة ونضيف مباشرة كلور الكالسيوم للقطارة وذلك للتأكد من وجود الفينول

ملاحظة : تقسم الكميات الى النصف

الاسئلة :

1- عرف الديازة مع ذكر الشروط ؟

2- علل اضافة نترت الصوديوم للتفاعل ؟

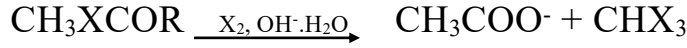
تقرير العمل

النتيجة :

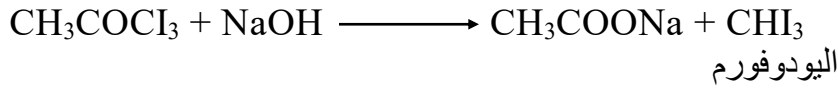
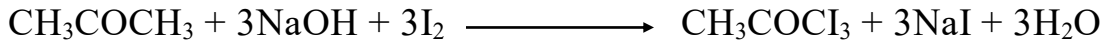
حساب المردود :

تفاعل الهالوفورم تحضير اليودفورم

تتفاعل الكيتونات الميثيلية R-CO-CH₃ مع الهالوجينات X₂ في محلول مائي من هيدروكسيد الصوديوم لتعطي ثلاثي هالوجين الميثان CHX₃



يسمى هذا التفاعل بتفاعل الهالوفورم حيث يمكن أن يتشكل الكلورفورم CHCl₃ عند استخدام الكلور والبروفورم CHBr₃ عند استخدام البروم واليودفورم CHI₃ عند استخدام اليود عند تطبيق هذا التفاعل على مركب الأسيتون بحضور اليود بوسط قلوي يتشكل حينئذ مركب اليودفورم غير المنحل في الماء وفق التفاعلات التالية:



يتم تحرير اليود الضروري لهذا التفاعل بإضافة محلول هيبوكلوريت الصوديوم إلى يوديد البوتاسيوم المنحل في وسط التفاعل.

طريقة العمل:

- في فيول مخروطي سعة 250 مل حل مقدار 1,5 غ من يود البوتاسيوم في 25 مل من الماء ثم أضف إلى المحلول الناتج 0,5 مل من الأسيتون.
- أضف على دفعات مع الخض الشديد مقدار 60 مل من محلول هيبوكلوريت الصوديوم التجاري فيتشكل راسب اليود فورم ذي اللون الأصفر.
- أترك المزيج ليرقد مدة 5-10 دقائق ثم رشح ترشياً عادياً أو تحت الخلاء باستخدام قمع بوخزر -اغسل البلورات وهي على ورقة الترشيح ثلاث مرات بالماء البارد (2 مل في كل مرة) وذلك للتلخيص من معظم الشوائب المنحلة في الماء.
- أترك البلورات لتجف في الهواء ثم حدد المردود الخام.

تنقية اليودفورم:

تتم تنقية اليودفورم بالبلورة بالغول الإيثيلي أو الغول الميثيلي حسب الطريقة العامة للبلورة ضمن ورق مخروطي مزود بمكثف ارتدادي.

(تحذير: الميثانول والإيثانول محلان قابلان للاشتعال)

الكثافة	درجة الانصهار	درجة الغليان	الوزن الجزيئي	المركب
0.79	—	56	58	الأسيتون
119	—	—	—	اليونفورم

تقرير

المنتج	المردود النظري	المردود العملي	المردود المثوي
اليودوفورم			

أجوبة وملاحظات

اصطناع الكلورفورم

الهدف من التجربة : اصطناع مادة الكلوروفورم من تفاعل الهالوفورم

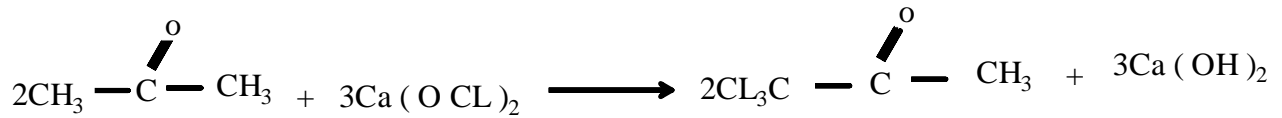
مبدأ الاصطناع : تتفاعل الكيتونات الميثيلية من النمط $R - \overset{\text{O}}{\parallel}{C} - CH_3$

والاغوال الثانوية الموافقة من النمط $R - \overset{\text{OH}}{\parallel}{C} - CH_3$ مع تحت هالوجينيت الصوديوم او الكالسيوم لتعطي ثلاثي هالوجين الميثان (تفاعل الهالوفورم)

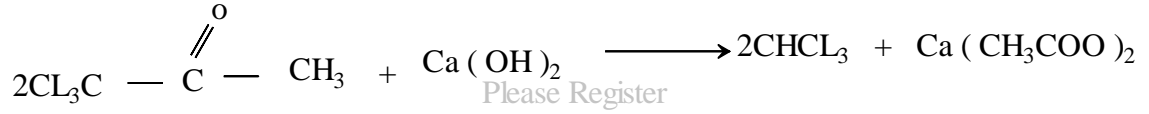
الصيغة العامة لثلاثي هالوجين الميثان :



مبدأ التفاعل : يتفاعل الاسيتون مع هيبوكلوريت الكالسيوم معطي كيتون ثلاثي الكلور



ويتحول هذا الاخير بفعل هيدروكسيد الكالسيوم الى الكلوروفورم



المواد المطلوبة : هيبوكلوريت الكالسيوم – اسيتون – كلور الكالسيوم – الصود الغولي – انيلين

طريقة العمل:

- يوضع في بالون تقطير ذو شعبة جانبية سعة 250 مل مقدار 10 غ هيبوكلوريت الكالسيوم ويضاف اليها 50 مل ماء وتمزج جيدا
- يبرد البالون من الخارج بتيار من الماء البارد (التفاعل ناشر للحرارة ونريد ان نبرده كي لا يتبخر الكلوروفورم الذي يتشكل)
- يضاف اليه محلول من 3 مل اسيتون + 4.5 مل ماء
- يركب المزيج على المبرد ونجعل جهة الماء من الاسفل الى الاعلى وهي بعكس جهة الابخرة
- تسد الفوهة الرئيسية بسدادة يخترقها ميزان حرارة ثم يسخن للدرجة (70 - 80) م (درجة غليان الكلوروفورم 61 م ولكن وجوده مع الماء والشوائب يؤدي الى ارتفاع درجة غليانه)
- تستقبل القطارة العكرة الناتجة في الفيول في فيول سعة 100 مل يحوي 3-5 مل ماء
- ينتهي تقطير الكلوروفورم عندما تصبح القطارة رائقة
- تكون القطارة الناتجة مكونة من طبقتين سفلية تحوي كلوروفورم وعلوية تحوي ماء مع اسيتون غير متفاعل
- ترمى الطبقة العلوية وتغسل السفلية بالماء وتجفف بإضافة كلور الكالسيوم
- ترشح ويقطر الكلوروفورم الناتج من جديد في جهاز تقطير نظيف بين درجتين (60 - 65) م (

الذاتية : يمكن كشف الكلوروفورم بعدة طرق من بينها تفاعل تشكيل الكربيل امين (الايزوسيانيد) حيث نضع في انبوب تجربة قليلا من الكلوروفورم ومقدار مناسب من الصود الغولي ونضع قطرات انيلين ويمزج جيدا ويسخن بلطف على نار هادئة فتظهر رائحة الايزوسيانيد الكريهة حسب التفاعل :



- يبرد الانبوب ويضاف باحتراس كمية زائدة من HCl فيتحلّمه الايزوسيانيد الى الامين الموافق عديم الرائحة

- يحسب حجم الكلوروفورم الناتج ويحسب المردود

- الوزن الجزيئي للاستون 58 غ وكثافة 0.95

- الوزن الجزيئي للكلوروفورم 119.5 غ وكثافة 1.5

الاسئلة :

1- عرف تفاعل الهالوفورم من خلال اصطناع الكلوروفورم

2- مادور هيبوكلوريت الكالسيوم في التفاعل ؟

تقرير العمل

حجم القطارة :

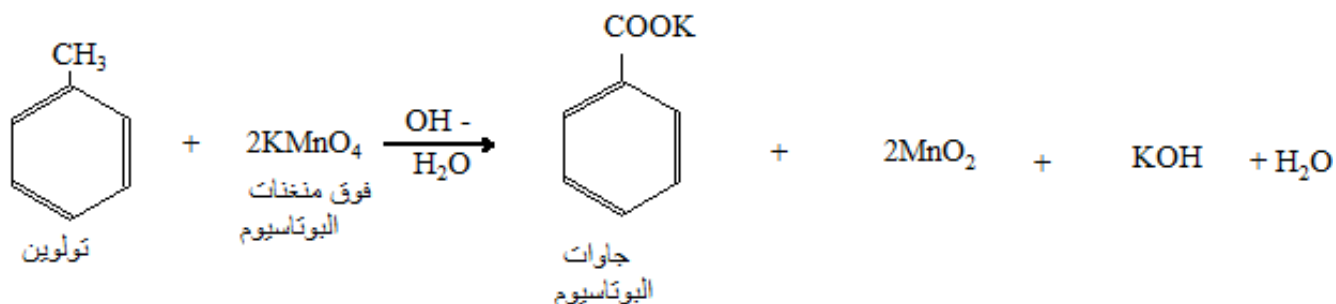
النسبة المئوية للمردود :

اصطناع حمض الجاوي

(حمض البنزويك)

الهدف من التجربة : اصطناع مادة دوائية بأكسدة المواد العضوية

المبدأ : يمكن الحصول على حمض البنزويك بأكسدة التولوين بفوق منغنات البوتاسيوم في محلول مائي قلوي



المواد المطلوبة : تولوين – فوق منغنات البوتاسيوم – ماءات الصوديوم – كربونات الكالسيوم – حمض كلور الماء

الأدوات المطلوبة : فيول – مبرد صاعد – ميجرة – بيشر

طريقة العمل :

- في فيول سعة 250 مل نضع 1.5 غرام كربونات الكالسيوم و 1.5 مل تولوين و 3 مل محلول الصود المائي 10% و 50 مل ماء

- يضاف للمزيج الناتج مع الخض والتحريك 5 غرامات فوق منغنات البوتاسيوم

- يثبت على البالون مبرد صاعد ثم يسخن على شبكة معدنية لمدة 75 دقيقة مع التحريك والخض الشديد طيلة فترة التسخين ويجب ضبط لهب الغاز حيث نحصل باستمرار على تقطير جيد في اسفل المبرد ويجب الانتباه الى ضرورة الاستمرار في التحريك والخض طيلة فترة

التسخين لتسهيل الأكسدة من جهة وحتى لا يحصل دفع للسائل الموجود في البالون الى خارج المبرد وبالتالي فقدان جزء من محتوى التفاعل ثم يسخن عدة دقائق على النار مباشرة بدون مبرد وبعد انتهاء المدة يوقف التسخين

- يرشح محتوى التفاعل وهو ساخن للتخلص من ثنائي اوكسيد المنغنيز

- يغسل الراسب بـ 25 مل ماء ساخن وذلك لحل حمض الجاوي الذي قد يكون عالقا فيه

- تجمع الرشاحة باكملها في فيول سعة 250 ثم يضاف اليها بالتدريج حوالي 20 مل من حمض كلور الماء 20% او 18%

- يفصل بالترشيح ثم يغسل على دفعات بـ 5 مل من الماء وذلك للتخلص من بقايا حمض الماء العالق فيه

- يبلور في الماء الساخن للحصول على بلورات حمض البنزويك النقية

- يستعمل حمض البنزويك عامل حافظ مضاد للكائنات الحية

- يستعمل بشكل واسع في المستحضرات التجميلية والأغذية والأشكال الصيدلانية كمادةحافظة

الأسئلة :

1- ما الفائدة من اضافة كربونات الكالسيوم ؟ وهل يمكن الاستغناء عنها ؟

2- علل : ترشيح المحلول الناتج بعد التسخين .

تقرير العمل

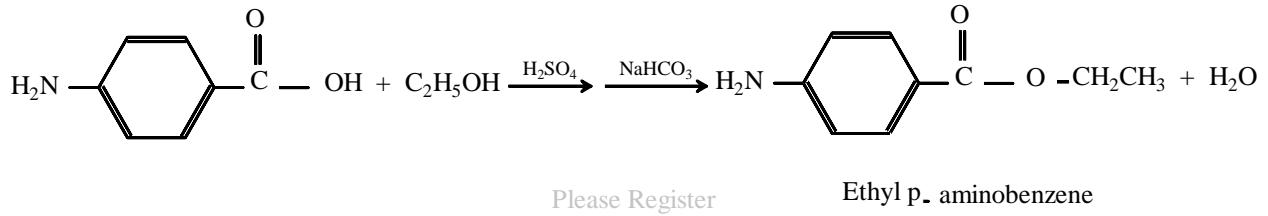
النتيجة :

حساب المردود :

اصطناع البنزوكائين

الهدف من التجربة : اصناع مادة البنزوكائين من تفاعل استرة

مقدمة : يصطنع البنزوكائين من استرة البارامينو البنزويك مع الايتانول وفق التفاعل التالي



تفاعل الاسترة كما هو معروف بطيء وعكوسي هذا التفاعل يتم تسريعه بإضافة حمض الكبريت وزيادة احدى مكوناته ليتم التفاعل باتجاه واحد الى اليمين البنزوكائين له خاصية التخدير وينحل بالماء

المواد المطلوبة : حمض الكبريت – ايتانول – بارامينو البنزويك – بيكربونات الصوديوم
طريقة التحضير :

- اصف 5مل من محلول حمض الكبريت ببطيء الى 75مل من محلول الايتانول في فيول جاف سعة 250

- اصف الى المزيج السابق مع الخض 5غ من حمض بارامينو البنزويك الجاف

- سخن المزيج بوجود مكثف ارتدادي بلطف لمدة ساعة مع الخض الخفيف

- اترك المزيج ليبرد في درجة حرارة المخبر

- انقل المحتوى الى دورق تقطير وقطر بحدود 50مل من الكحول

- ضع الناتج الساخن في فيول سعة 500 مل واغسل الفيول ب100 مل ماء على دفعات عدل الناتج السائل بمحلول بيكربونات الصوديوم 20% (هذا التفاعل سيولد احادي اوكسيد الكربون)

- برد المزيج بحمام ثلجي ثم رشح

- اغسل البلورات بكمية صغيرة من الماء من 5-10 مل وجفف البلورات ثم احسب المردود

ملاحظة: يمكن تقسيم الكميات على 5

1 مل حمض كبريت – 15 مل ايتانول – 1 مل حمض بارا امينو البنزوثيك – تقطير 15 مل من الايتانول

الاسئلة:

- اكتب صيغة بارا امينو البنزوثيك

- علل اضافة بيكربونات الصوديوم للتفاعل

تقرير العمل

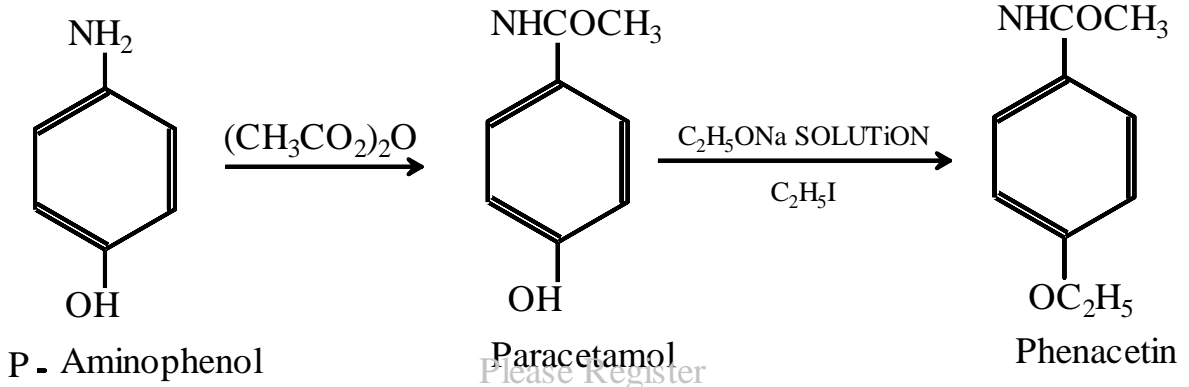
الوزن :

المردود :

اصطناع الباراسيتامول والفيناسيتين

الهدف من التجربة : اصطناع مادة الباراسيتامول بطريقة الأسترة

المبدأ : الفيناسيتين يمكن تحضيره في المخبر من أسترة الباراسيتامول مع حمض الخل ليُعطي باراسيتامول وهو يعطي مع مشتقات الصوديوم الفيناسيتين



المواد المطلوبة : باراسيتامول – بلا ماء حمض الخل

طريقة العمل :

أولاً : تحضير الباراسيتامول :

- حل 3.1 غ من باراسيتامول في 30 مل من الماء في بيكر سعة 100 مل

- اضع 3.6 مل من بلا ماء حمض الخل

-حرك المزيج بقوة وضعه في حمام مائي فينحل المزيج لمدة عشر دقائق

- برد المحلول ثم رشح الراسب واغسله في الماء البارد

- بلور الراسب بالماء الساخن ثم رشحه وجفف الراسب ثم احسب المردود

الاسئلة :

- علل تسخين المادة على حمام مائي ؟

- كيف يتم اصطناع الباراسيتامول .

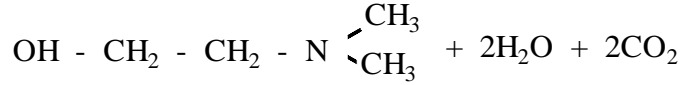
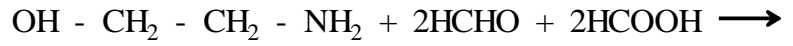
تقرير العمل

حساب المردود :

اصطناع الكولين

الهدف من التجربة : اصطناع مادة الكولين بادخال جذر الميتيل الى الامينات

مبدأ الاصطناع : يحضر الكولين وفق تفاعل ريشويلر وكلاارك وهو تفاعل امتال الامينات الاولية والثانوية بوجود مزيج من الدهيد النمل وحمض النمل وذلك بوجود الحرارة



دي ميتيل امينو ايتانول

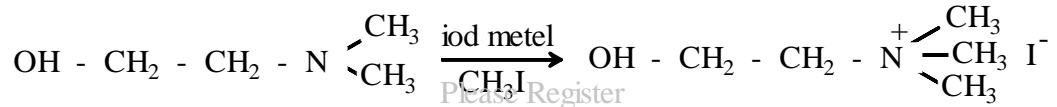
يعد الكولين طليعة لتحضير الاسيتيل كولين وهو منبه عصبي للجملة نظيرة الودية كما يلعب دور مدعما غذائياً

امثال : يعني اضافة جذر الميتيل CH_3 هذا التفاعل يتم على الامينات الاولية والثانوية ولا يتم على الامينات الثالثة

صيغة الامينات : الامين الاولي $\text{R} - \text{NH}_2$

الامين الثانوي $\text{R} - \text{NH} - \text{R}'$

الامين الثالثي $\text{R} - \text{NR}' - \text{R}''$



الكولين

الدهيد النمل هو الذي يعطي جذر الميتيل بينما يقوم حمض النمل بالإرجاع

المواد المطلوبة : ايتانول امين – حمض النمل – الدهيد النمل – يود الميتيل – الميتانول

طريقة العمل :

- يؤخذ مقدار 9مل من الايتانول امين ويضاف شيئاً فشيئاً مع التحريك 2,3 مل من حمض النمل التجاري

- يتم تبريد الامين بلطف لان التفاعل ناشر للحرارة ويمكن التبريد بواسطة حمام ثلجي

- يضاف مقدار 3مل من الدهيد النمل ويركب مبرد صاعد

- يحرك مع التسخين على حمام مائي لمدة 20 دقيقة ثم يترك المزيج ليبرد على الطاولة

- يقطر المركب الناتج وهو دي ميتيل امينو ايتانول الذي يغلي بالدرجة 107°م ويحفظ في أي وعاء مغلق تمهيداً للمرحلة التالية

- يؤخذ ناتج التقطير ويضاف له يود الميتيل في وسط من الميثانول ويسخن لمدة ساعة

- يفصل بعد ذلك الملح الناتج بالترشيح ويجفف ويحفظ

الاسئلة :

- علل مايلي :

- اضافة يود الميتيل في اصطناع الكولين

- اضافة حمض النمل للتفاعل

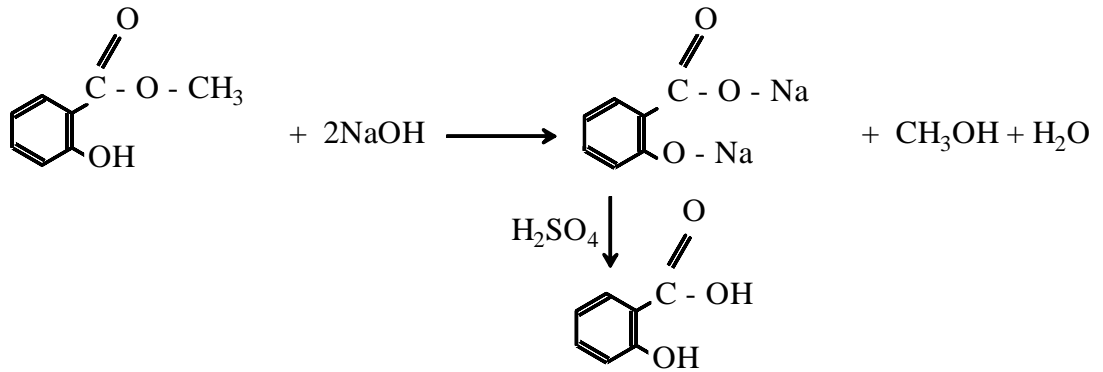
حلمة صفصافات الميتيل

الهدف من التجربة : كيفية اعادة الاستر الى مكوناته الاساسية بطريقة الحلمة

الاستر ممكن ان يتحلّمه الى مكوناته بوسط حمضي او قلوي

في هذه التجربة صفصافات الميتيل تعالج مع محلول هيدروكسيد الصوديوم المائي فيعطي املاح الصوديوم لحمض الصفصاف مع الماء والميتانول

يتم تحميض مزيج التفاعل بحمض الكبريت والذي يحول املاح الصوديوم الى احماض حرة وتكون النواتج العضوية النهائية للتفاعل هي حمض الصفصاف والميتانول حسب المعادلة التالية :



الوظيفة الفينولية في صفصافات الميتيل ايضا حوّلت الى املاح الصوديوم الموافقة خلال الحلمة بوجود كمية زائدة من هيدروكسيد الصوديوم وبمتابعة التحميض لهذه الوظيفة تعود لتتحول الى فينول

المواد المطلوبة : صفصافات الميتيل – هيدروكسيد الصوديوم – حمض الكبريت

طريقة العمل :

- في فيول سعة 250 مل يوضع 10 غ هيدروكسيد الصوديوم ويحل ب50 مل من الماء

- اصف 5 غ من صفصافات الميثيل عندما يبرد المحلول فيمكن ان تتشكل هنا مادة صلبة بيضاء لكنها ستذوب بالتسخين

- اصف 1 / 2 من حجار الغليان لمزيج التفاعل لمنع الانفجار اثناء التسخين

- ركب الفيول على مبرد صاعد وسخن المحلول لدرجة الغليان مدة 20 دقيقة

- اترك المحلول ليبرد بدرجة حرارة المخبر

- اصف ببطئ وحذر حوالي 150 مل من حمض الكبريت 1 مول لجعل المحلول حمضي (تتحول ورقة عباد الشمس من الازرق الى الزهر)

- اصف بعد ذلك 15 مل من محلول حمض الكبريت 1 مول اضافية فتترسب حمض الصفصاف في المحلول

- برد المزيج في حمام ثلجي بدرجة 0°م

- رشح الراسب ثم اعد بلورة حمض الصفصاف باستخدام الماء كمحل مناسب

- حدد نقطة انصهار للمادة النقية (درجة انصهار حمض الصفصاف النقي من 159 – 160°م)

الاسئلة :

- ماهي المادة الصلبة البيضاء التي تشكلت عند اضافة صفصافات الميثيل الى المحلول المائي لهيدروكسيد الصوديوم ؟

- صف الالية للحلمة الاساسية لصفصافات الميثيل

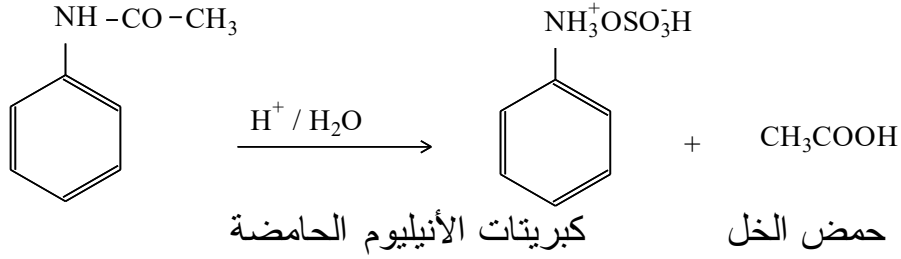
تقرير العمل

وزن حمض الصفصاف الناتج :

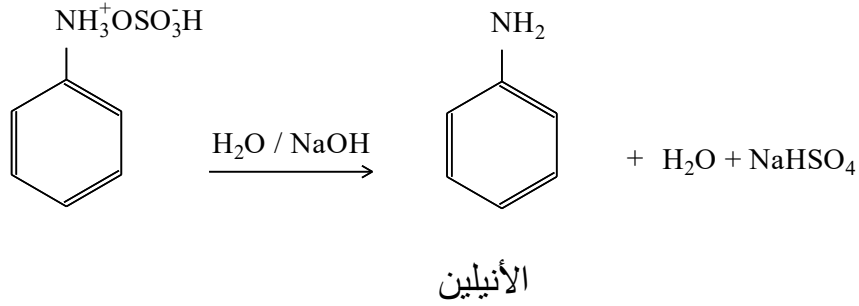
درجة الانصهار الناتجة :

حلمة الاستانيليد

الهدف من التجربة : كيفية اعادة الاميد الى مكوناته الاساسية بطريقة الحلمة
المبدأ: تجرى حلمة الأستانيليد بتسخينه في محلول حمض الكبريت 10% لمدة ساعة أو ساعتين ، يقطر المزيج الناتج فنحصل على قطارة مائية حاوية على حمض الخل



يقلون المحلول الحمضي الباقي بإضافة محلول من الصود الكاوي 20% وذلك لتحرير الأنيلين الذي يمكن فصله فيما بعد بالتقطير مع البخار (التقطير مع الماء)



المواد المطلوبة : الاستانيليد - حمض الكبريت 10% - محلول الصود 20% - ملح الطعام - ايتر - بيكربونات الصوديوم

طريقة العمل :

- ضع في دورق كروي سعة 100 مل مقدار 1,5 غ من الأستانيليد، اضع إليها 20 مل من محلول حمض الكبريت 10%
- قطر المزيج تقطير ارتدايا لمدة 30 دقيقة (يحسب الزمن بدءا من التقطير الإرتدادي)

فصل حمض الأسيتيك:

- انقل وسط التفاعل إلى جهاز تقطير بسيط ثم قطره على شبكة معدنية لهب بنزن
- اجمع حوالي 10مل من القطارة المائية الحاوية على حمض الخل (القطارة A)
- افحص pH القطارة بورقة عباد الشمس ثم سجّل ملاحظاتك

فصل الأنيلين:

- اترك وسط التفاعل السابق جانبا لفترة من الزمن حتى تنخفض درجة حرارته ثم قلونه بإضافة محلول الصود 20% ببطء وبالتدريج (1مل كل إضافة)

- افحص pH المحلول بورقة عباد الشمس

- أضف إلى المزيج حوالي 80مل من الماء ثم قطّر من جديد، يتقطر في هذه الحالة الأنيلين مع الماء على شكل قطارة عكرة

- أوقف التقطير عندما تصبح القطارة رائقة

- أضف إلى القطارة العكرة كمية كافية من ملح الطعام التجاري حتى درجة الإشباع، إن إضافة ملح الطعام الذي ينحل بشدة في الماء يسمح بفصل تام تقريبا للأنيلين الذي ينفصل على شكل طبقة زيتية علوية

- استخلص الأنيلين بالإيتر (تحذير: شديد الإشتعال) مرتين باستخدام 5مل في كل مرة. اجمع الخلاصات الإيتريّة ثم بخر الإيتر على حمام مائي كهربائي ضمن غرفة ساحبة الغازات المهواة بشكل جيد

(من الأفضل استخدام المبخر الدوار بدلا من ذلك). حدّد وزن الأنيلين الناتج ثم سجّل المرود.

اختيار حمض الأسيتيك :

ضع حوالي 1مل من القطارة الحامضة (القطارة A) في انبوب اختبار ثم اضع إليها ببطء حوالي 1مل بيكربونات الصوديوم 5% ثم سجّل ملاحظاتك .

اختبار الأنيلين :

يمكن اختبار تحديد ذاتية الأنيلين باعتباره أمينا أوليا كما هو وارد في تجربة كشف الأمينات،

-استخدم حوالي 50 ملغ من الأنيلين لكل اختبار

المركب	الوزن الجزئي	درجة الإنصهار	درجة الغليان	الكثافة
الأسيتانيليد	135	115	_	
الأنيلين	93	_	184	1.02
حمض الخل	60	17	118	1.05

الأسئلة :

- علل اضافة الصود الكاوي عند حلمة الاسيتانيليد

- ما الفائدة من التقطير الاول عند اضافة حمض الكبريت

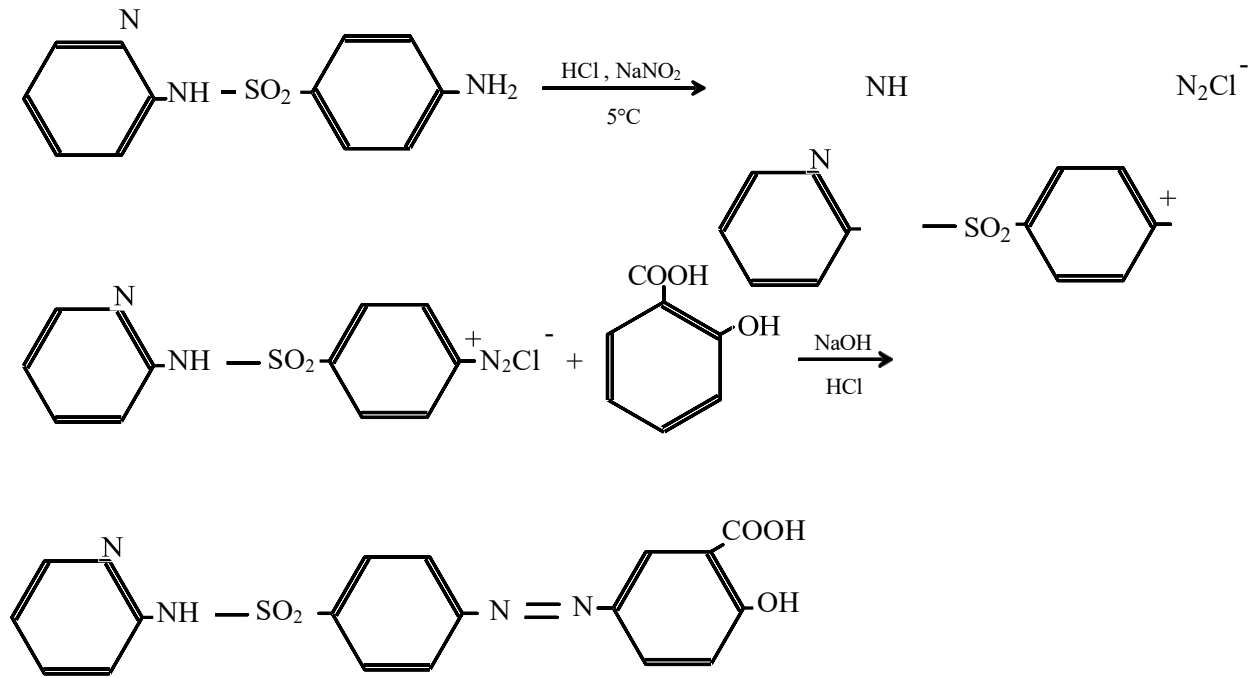
تقرير العمل

حجم الانيلين المستخلص :

المردود :

اصطناع السلفازالازين

المبدأ: هو تفاعل ديازرة للسلفابريدين متبوع بتفاعل تزاوج ملح اريل الديازونيوم مع فينول (يمثله حمض الصفصاف) في وسط قلوي وفق المعادلات التالية



صيغة السلفاسالازين

تعريف تفاعل الديأزة :- هو تفاعل امين عطري اولي مع حمض آزوتي (الوليد) لتشكيل مركب الذي آزو في درجة

حرارة منخفضة 0 - 5 م°

الحمض الأزوتي ينتج من تفاعل نترتيت الصوديوم مع حمض كلور الماء او حمض الكبريت في درجة حرارة منخفضة من

0 - 5 م°

طريقة العمل :-

أولاً : تفاعل الديأزة

- في بيشر سعة 200مل يحل 2.5غ من السلفابيريدين مع

10مل من الماء و 2.5مل من حمض كلور الماء المركز

- يبرد البيشر في حمام ثلجي ويضاف له ببطئ ومع التحريك كميات صغيرة من نترتيت الصوديوم المحلول مسبقاً (0.7غ في 5مل ماء) ونضعه في حمام ثلجي

- من جهة اخرى يحل في وعاء مخروطي مقدار 1.4غ من

حمض الصفصاف في محلول ممدد من الصود (10مل ماء + 4غ صود كاوي)

- يضاف المعلق الاول بالتدرج الى المعلق القلوي الثاني من

حمض الصفصاف

- يترك المحلول مدة خمس دقائق ثم يسخن المزيج المتفاعل

لمدة خمس دقائق بدرجة 50 م° بحمام مائي ثم يبرد فيترسب

المركب بعد اضافة محلول ممدد من حمض كلور الماء

- يرشح الراسب ويجفف ويحسب المردود (يلاحظ ترسب

السلفاسالازين بشكل راسب برتقالي)

- الوزن الجزيئي للسلفابيريدين 249غ والسلفاسالازين 398غ

- التأثير الدوائي للسلفاسالازين هو صاد للجراثيم ذات التأثير

المعوي ويوصف لالتهابات الكولون القرصي

- الادوات : بيشر - ميجرة - حمام ثلجي - فيول - حمام مائي

- قمع - ورقة ترشيح

