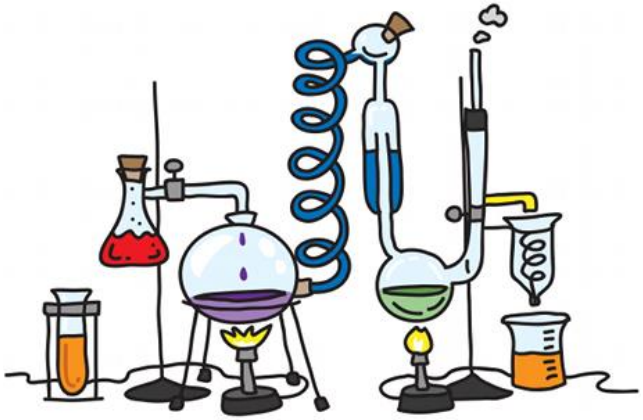
تنقية المركبات العضوية



إعداد

د/ محمد يوسف محجوب

قسم الكيمياء – كلية العلوم

العام الجامعي

2023-2022

بيانات الكتاب

الكلية: التربية

الفرقة: الثانية

الشعبة: العلوم البيولوجية والجيولوجية

عدد الصفحات: 100

مقدمة:

علي عكس التفاعلات الأيونية للمركبات الغير عضوية فإن التفاعلات الكيميائية العضوية لا تتم بشكل كامل وتكون نواتج عرضية (شوائب) مما يؤدي إلى خفض ناتج التفاعل.

التفاعلات العضوية

يتناول هذا الكتاب شرح مبسط عن تنقية المركبات العضوية الصلبة والسائلة كما يتناول الطرق والتكنولوجيا الحديثة المستخدمة في التنقية.

لإعطاء الوصف والتحليل الكامل للناتج فإنه يستوجب عزله في حالة نقية من مخلوط التفاعل والتخلص من النواتج العرضية الجانبية (الشوائب).

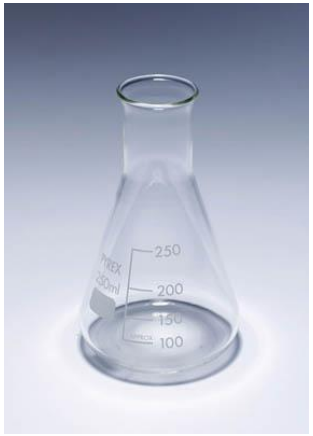
نبذه عن محتوى الكتاب:

سوف نتناول عرض لأهم الأدوات والمعدات المستخدمة في معامل الكيمياء العضوية حتى تكونوا علي معرفة بها قبل الخوض في أنواع وطرق الفصل والتنقية المختلفة، بعد ذلك سنتعرف علي الطرق المستخدمة في تنقية المركبات العضوية الصلبة (عملية التبلور – عملية التسامي) ثم الطرق المستخدمة في تنقية المركبات العضوية السائلة (التقطير بأنواعه المختلفة – الإستخلاص – الكروماتوجرافي).

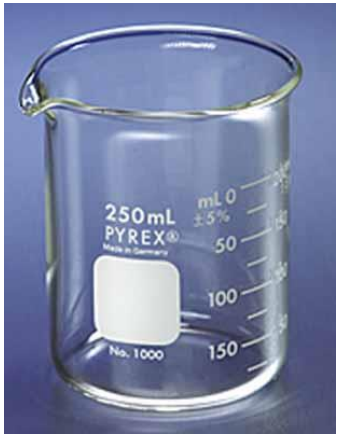
أهم الأدوات الأساسية المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية

دورق كوري ذات فتحه واحدة

مخبار مدرج



دورق مخروطي



كأس زجاجي

دورق كوري ذات فتحتين

بعض أدوات جهاز تقطير

أهم الأدوات الأساسية المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية

أنبوبة إختبار

حامل أنابيب إختبار

ماسك أنبوبة إختبار

فرشة أنبوبة إختبار

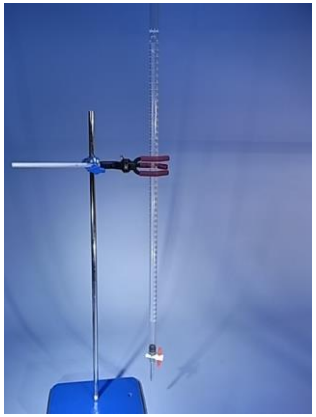
موقد بنزن

أهم الأدوات الأساسية المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية

حامل

دورق فصل

ماصه



سحاحة

ملاعق ومغرفه

مكشف

ماصه ميكرو

أهم الأدوات الأساسية المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية

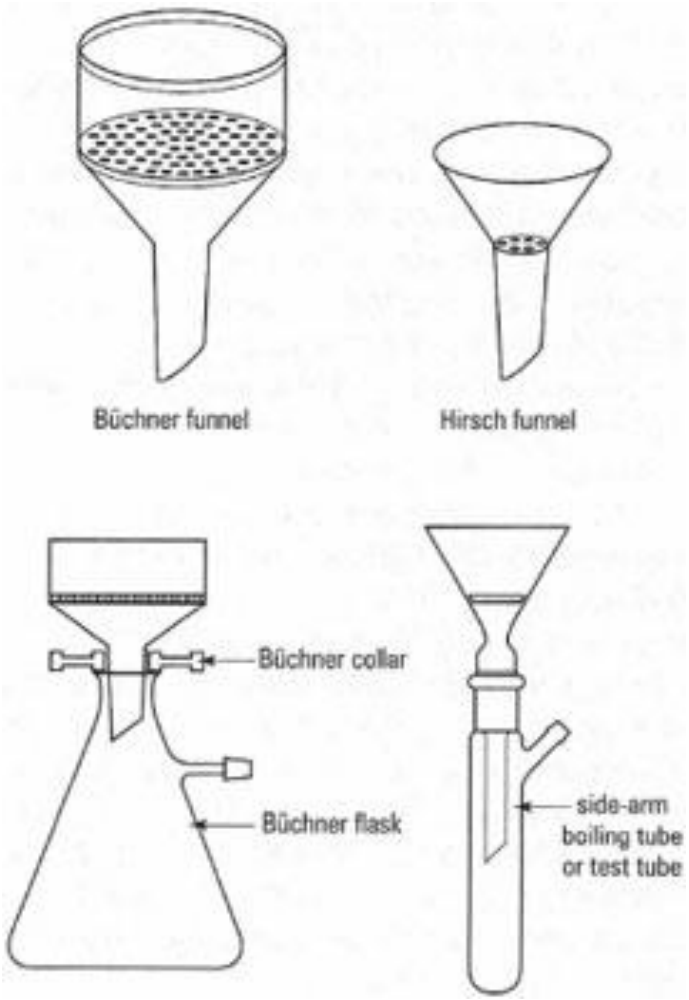
ورق ترشيح

قمع ترشيح

قمع ترشيح هرش

قمع ترشيح بوخنر

أهم الأدوات الأساسية المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية



نظام ترشيح بوخنر

أهم الأجهزة المستخدمة في معمل الكيمياء العضوية

سخان مع مقلب

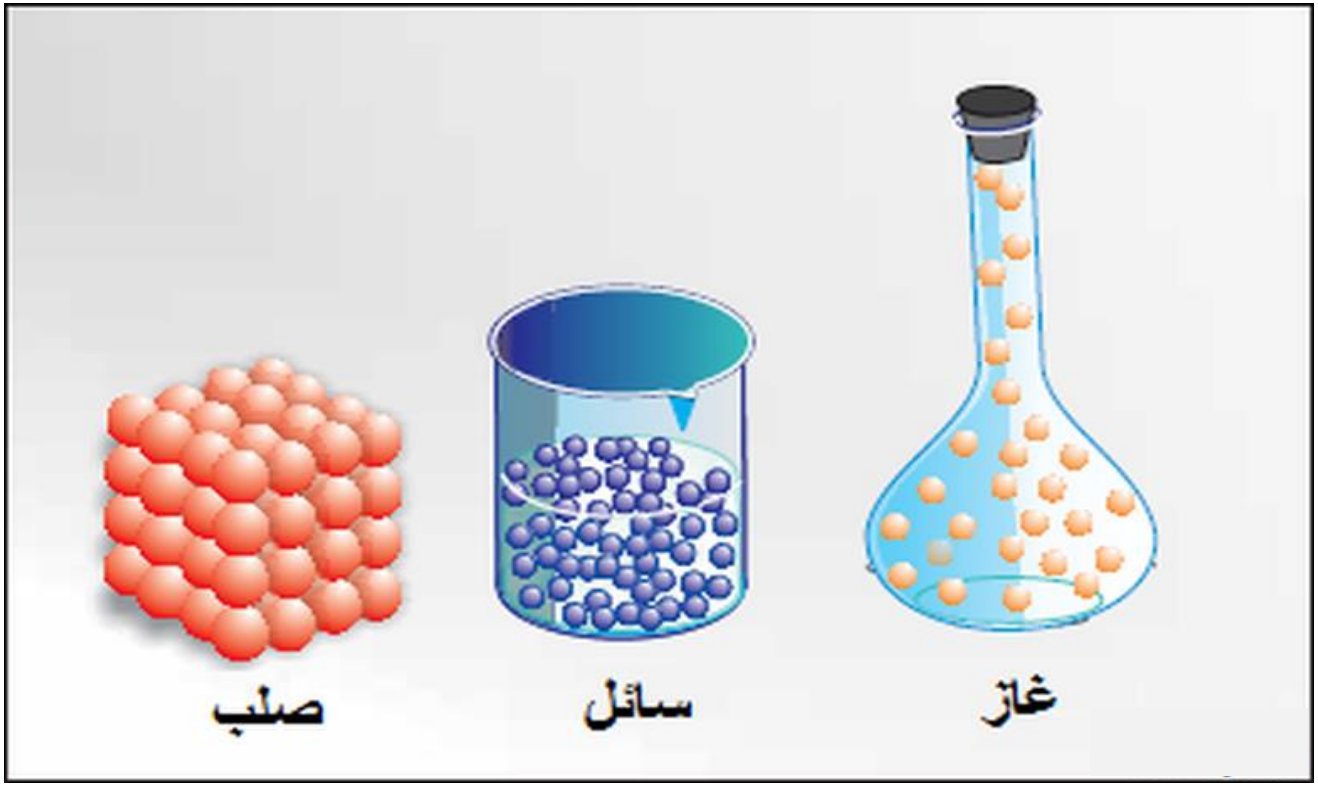
سخان

فرن معمل

جهاز لقياس درجة الإنصهار

ميزان إلكتروني

المركبات العضوية



الطرق العملية لتنقية المركبات العضوية

تتم عملية التنقية بعدة طرق عملية تضمن الدقة والنقاوة

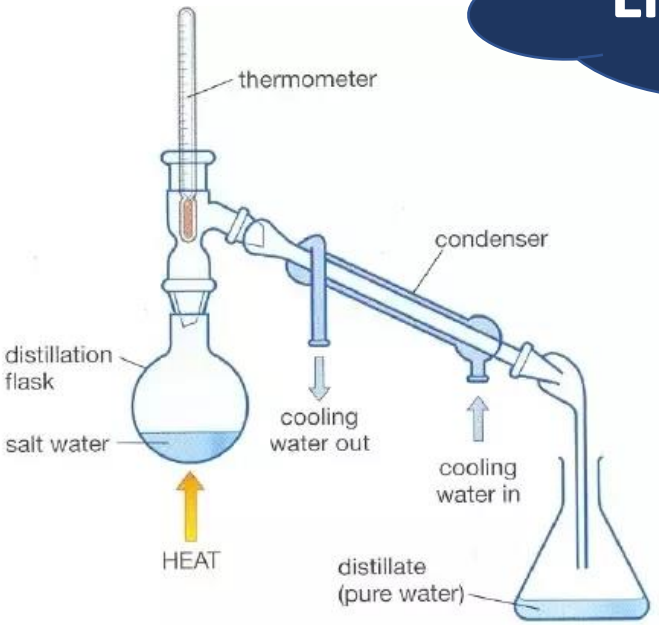
أولا

1- عملية التبلور Crystallization

2- عملية التسامي Sublimation

ثانيا

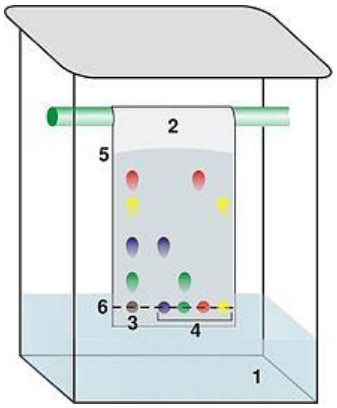
المركبات السائلة
Liquid Compounds

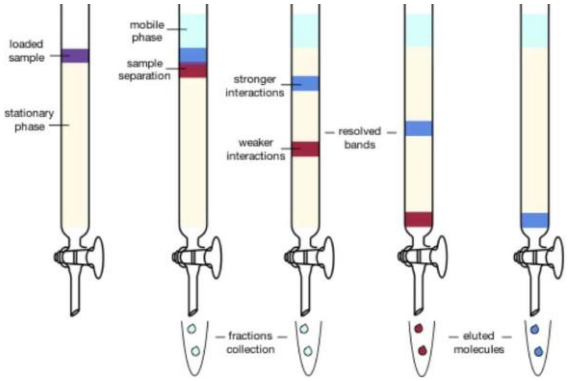


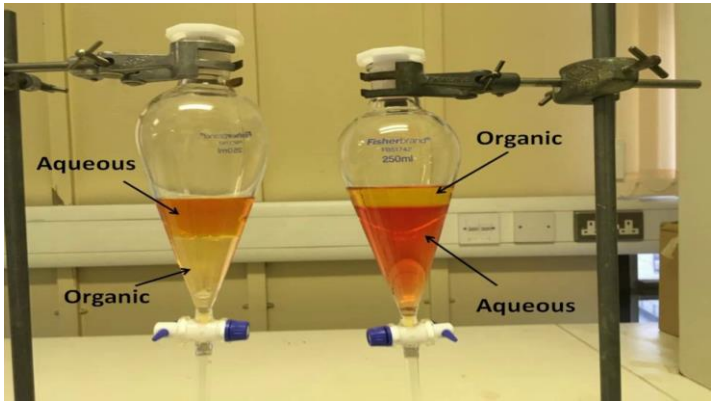
1- التقطير

2- الإستخلاص التفاضلي

3- الكروماتوجرافي







عملية التبلور Crystallization

- تعتمد هذه الطريقة من التنقية على اختلاف ذوبانية المركبات العضوية الصلبة في مذيبات متعددة. وإذا كانت المواد العرضية (الشوائب) أكثر ذوبانية من المركب الرئيسي في ذلك المذيب فإن عزل المركب الرئيسي يكون بدون أية مصاعب ويتبلور بعد تبريد المحلول المشبع الساخن بينما تبقى الشوائب ذائبة في المحلول البارد والذي يُدعى السائل أو المذيب الأم.

- تُستخدم على الأرجح المذيبات العضوية في تنقية وإعادة بلورة المركبات العضوية مثل الكحولات والأسيتون والأثير والبنزين والكلورفوم وحمض الخليك الثلجي وخلات الإيثل وغيرها من المذيبات كما يستخدم في بعض الأحيان الماء لقطبيته العالية.

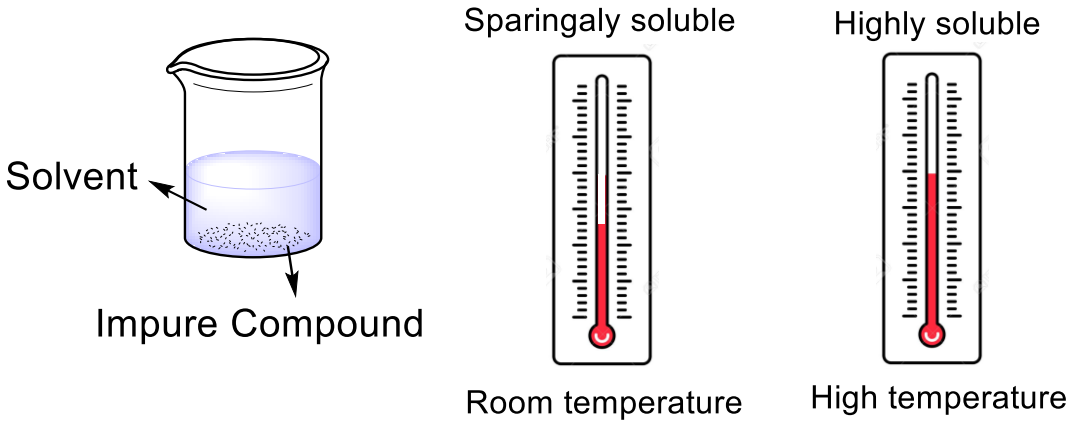
- يُستخدم مخلوط من مذيبين أو أكثر في عمليات البلورة عندما لا يذوب المركب غير النقي في أحد هذه المذيبات.

التبلور

تستخدم في عملية إعادة التبلور محلول مشبع من المادة المراد تنقيتها، ويرشّح على الساخن، وذلك من أجل التخلّص من الشوائب غير المنحلة. تجري بعد ذلك عملية تبريد من أجل دفع المواد على التبلور مرة أخرى، وذلك بشكل تدريجي بحيث نحصل على المادة النقية المرغوبة.

في حال وجود مواد شائبة ملوّنة تضاف مواد مازّة مثل الفحم المنشط أو الألومينا المنشطة أو تراب المشطورات (تراب دياتومي) إلى المحلول المشبع الساخن لإزالة اللون، ثم بترشيح المادة المازة على الساخن.

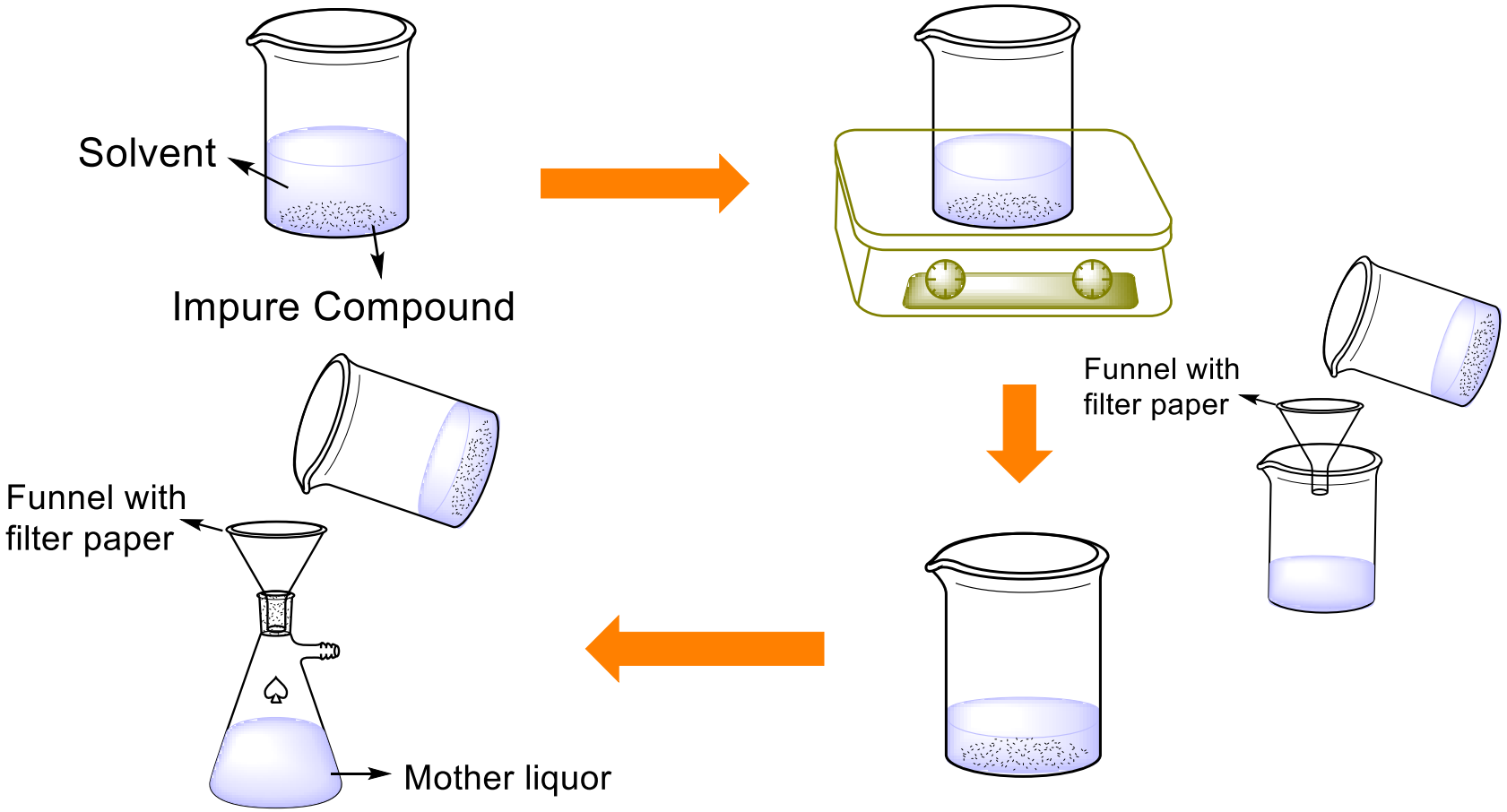
خطوات عملية التبلور



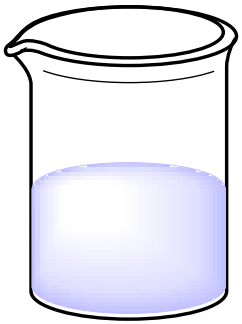
المبدأ هنا هو أن المركب والشوائب لها قابلية ذوبان مختلفة في المذيب، يتم اختيار المذيب حيث يكون المركب المراد تنقيته قليل الذوبان، أي أنه قليل الذوبان عند درجة حرارة منخفضة وقابل للذوبان عند درجة حرارة أعلى. يتم تسخين المحلول للحصول على محلول مشبع، وعند التبريد ، تتم إزالة بلورات المركبات عن طريق الترشيح، إذا احتوى الخليط على شوائب لها نفس قابلية الذوبان للمركب المراد تنقيته، يتم إجراء التبلور المتكرر.

على سبيل المثال، يمكن بلورة بلورات حمض البنزويك بالماء، حمض البنزويك قابل للذوبان في الماء البارد بشكل ضئيل وقابل للذوبان في الماء الساخن.

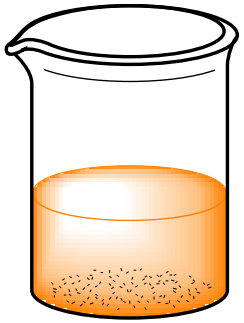
خطوات عملية التبلور



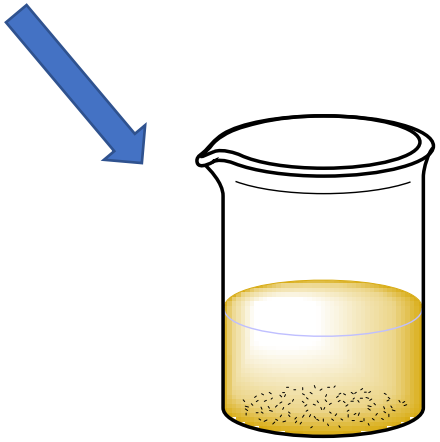
التبلور



Highly soluble compound



Less soluble compound



Crystalization solvent

عملية التسامي Sublimation

هي عملية تبخير المادة الصلبة بالحرارة وتكثيفها دون المرور بالحالة السائلة وتستخدم هذه الطريقة لتنقية المركبات قليلة الذوبان أو التي لا يمكن تنقيتها بإعادة بلورتها لعدة مرات. كما يمكن استخدامها لفصل المركبات التي تتبلور بصعوبة.

وتجرى عملية التسامي بشكل جيد تحت الضغط القليل (High vacuum) وهي طريقة عملية لتنقية أنهيدريد الفثاليك والأليزارين والكوينونات والهيدروكربونات ذات الأوزان الجزيئية العالية واليود وحمض السالسليك.

- مصطلح التسامي يحدث للتغيرات الفيزيائية فقط للحالة ولا علاقة له بالتحولات التي تحدث أثناء التفاعلات الكيميائية حتى لو تحولت المادة الصلبة فيها إلى غاز مثل عملية إحتراق الشمع الذي يتبخر فيها البارافين ويحدث تفاعل مع الأكسين مما ينتج عنه ثاني أكسيد الكربون والماء وهو ما لا يعتبر تسامي.

عملية التسامي Sublimation

من المعلوم أن السوائل تتبخر ولذلك لكل سائل ضغط بخاري ثابت عند درجة حرارة معينة.

كذلك بعض المواد الصلبة قادرة على التبخر تماماً مثل السوائل فتتحول جزيئاتها إلى حالة غازية دون المرور بالحالة السائلة وهذه العملية تسمى بالتسامي Sublimation

– كما يحدث ذلك في ثاني أكسيد الكربون الصلب $CO_{2(s)}$ (الثلج الجاف)، اليود (I_2)، النفثالين ($C_{10}H_8$).

أما العملية العكسية وهي انتقال الجزيئات من الحالة الغازية (البخار) إلى الحالة الصلبة فتعرف بالترسيب. وعند حدوث عمليتي التسامي والترسيب بنفس المعدل، فتحدث تبعاً لذلك حالة اتزان ديناميكي بين الحالة الصلبة والحالة البخارية، ويحدث البخار تبعاً لذلك ضغطاً خاصاً يعرف بضغط التسامي.

عملية التسامي Sublimation

كيف ينشأ ضغط بخار المادة الصلبة؟

– تختلف جزيئات المادة الصلبة (التي تتسامى) فيما بينها بمقدار الطاقة الحركية.

– وهذا يعني وجود كمية محددة من الجزيئات وذلك عند درجة حرارة محددة تكون ذات قدر كاف من الطاقة الحركية يمكنها من التغلب على قوى التجاذب فيما بينها وبين الجزيئات الأخرى، ويتيح لها بالتالي فرصة الانفلات من حالة التماسك الصلبة إلى الحالة الغازية.

– وستصل سرعتا تحول جسيمات المادة الصلبة من الحالة الصلبة إلى الحالة الغازية والعكس عند ثبوت درجة الحرارة إلى حالة التساوي (في الأنظمة المغلقة)، وهذا يدل على نشوء حالة توازن ديناميكي بين الحالتين الصلبة والغازية.

– وعند حدوث التوازن عند درجة معينة فإن ضغط بخار المادة الصلبة يكون ثابتاً ويسمى ضغط بخار المادة الصلبة Equilibrium Vapour Pressure of Solid

عملية التسامي Sublimation

العوامل المؤثرة على قيمة ضغط بخار مادة صلبة

تعتمد قيمة ضغط بخار المادة الصلبة على:

(1) طبيعة المادة:

– قوى التجاذب بين المادة الصلبة يؤدي إلى اختلاف الضغط البخاري لهذه المادة.

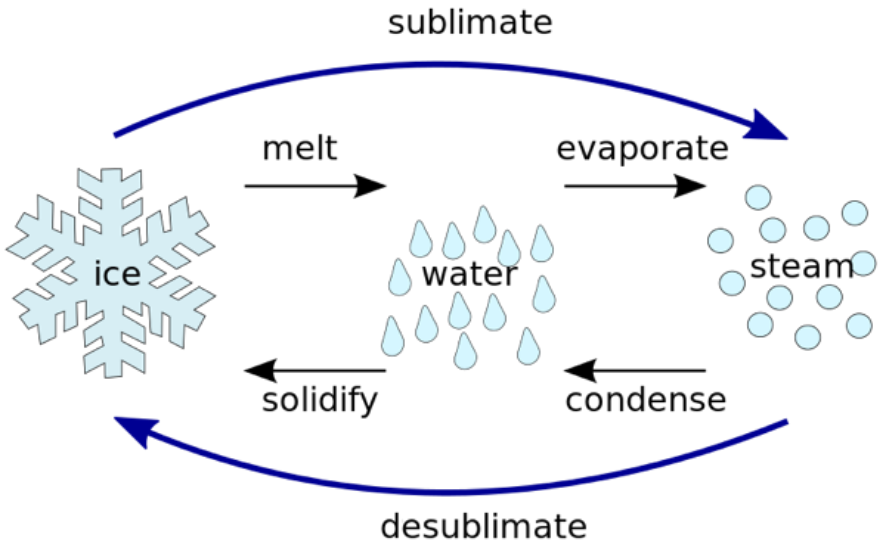
– على سبيل المثال، فقوى التجاذب أقوى في المواد الصلبة الأيونية منها في المواد الصلبة الجزيئية، فتجد كما هو متوقع أن الضغط البخاري للمواد الصلبة الأيونية أقل بكثير من ذلك للمواد الصلبة الجزيئية.

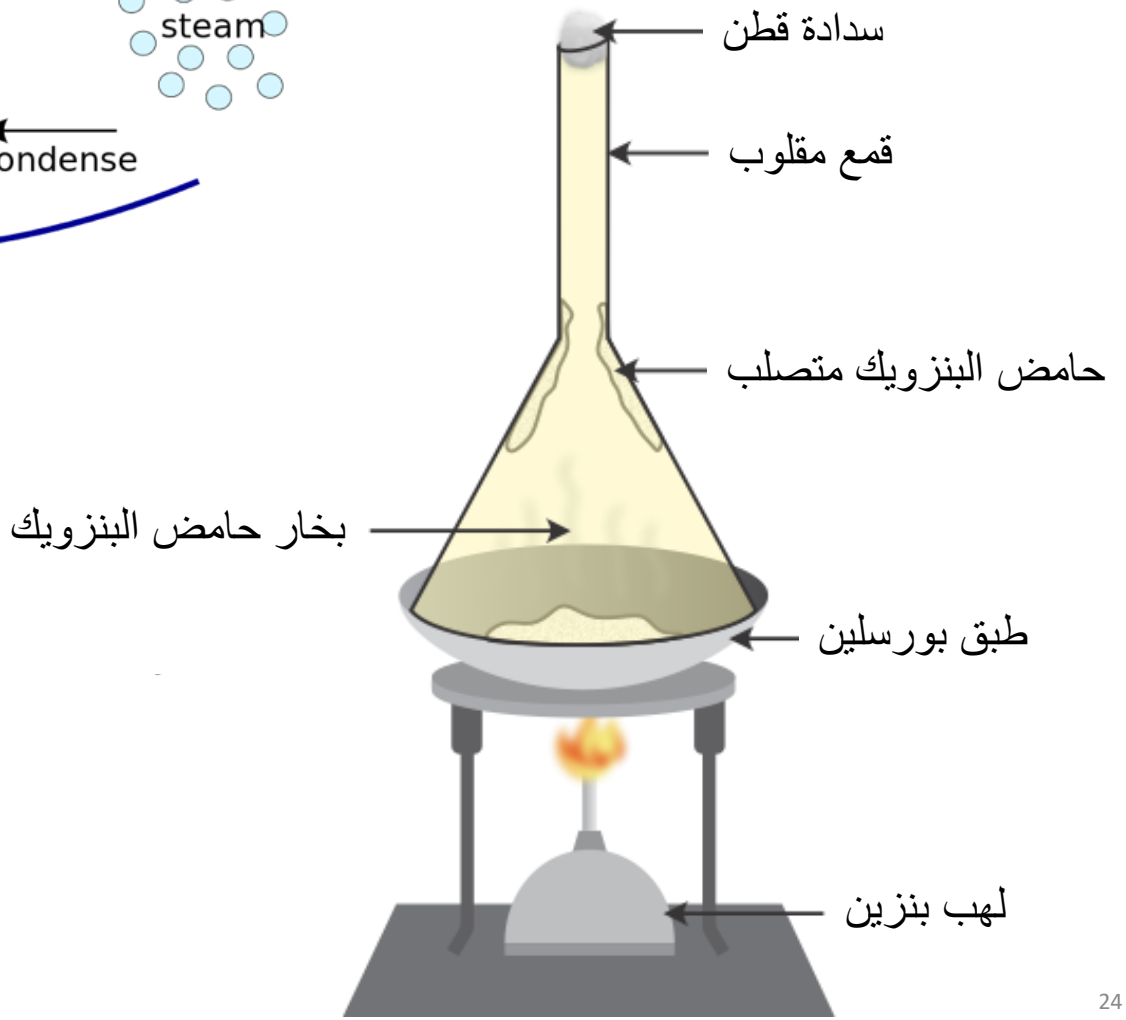
(2) درجة الحرارة:

– يزداد الضغط البخاري للمادة الصلبة بإزدياد درجة الحرارة.

– اختلاف الضغط البخاري للمواد الصلبة عند درجة حرارة ثابتة دليل على مدى اختلاف هذه المواد في قوى التجاذب بين الجزيئات بحيث يدل ارتفاع الضغط البخاري على ضعف هذه القوى.

عملية التسامي Sublimation





استخدامات التسامي

هناك العديد من الأمثلة التي تستخدم عملية التسامي في الحياة اليومية منها :

معطرات الجو المستخدمة في المراحيض : حيث تقوم المادة الصلبة الموجودة بها بالتسرب وإطلاق الروائح الجميلة خلال فترات زمنية معينة .

كرات النفثالين : حيث تستخدم كرات العثة التي تم صناعتها من النفثالين لإبعاد العث وبعض الحشرات الأخرى والتخلص منهم .

يمكن أن يتسبب التسامي والتعرية في عملية تسمى الاجتثاث وهي عملية تسبب وتؤدي إلى تآكل الأنهار الجليدية .

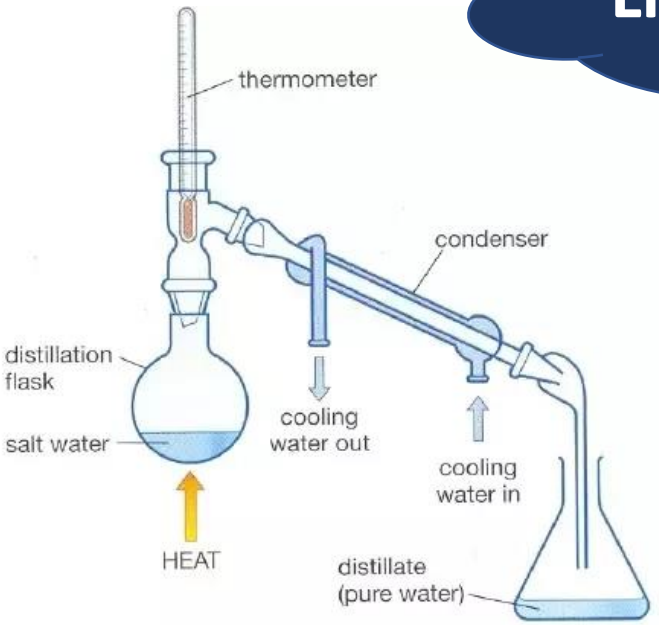
يمكن أن تستخدم عملية تسامي اليود حتى يتم الكشف عن بصمات الأصابع الموجودة والكامنة على الورق .

يمكن أن يستخدم التسامي لتنقية المركبات خصوصًا المركبات العضوية التي يعتبر مفيد جدًا لها .

يمكن أن يستخدم التسامي الخاص بالجليد الجاف في إنتاج تأثيرات الضباب فهو يتسامى بسهولة

ثانيا

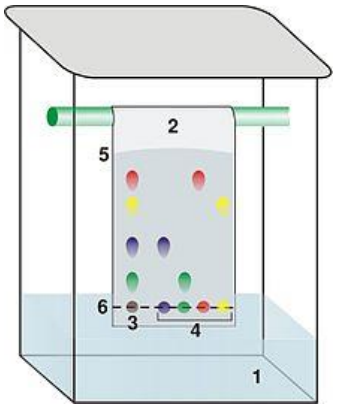
تنقية المركبات السائلة
Liquid Compounds

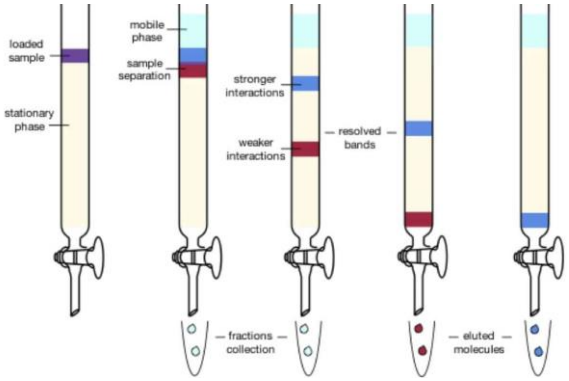


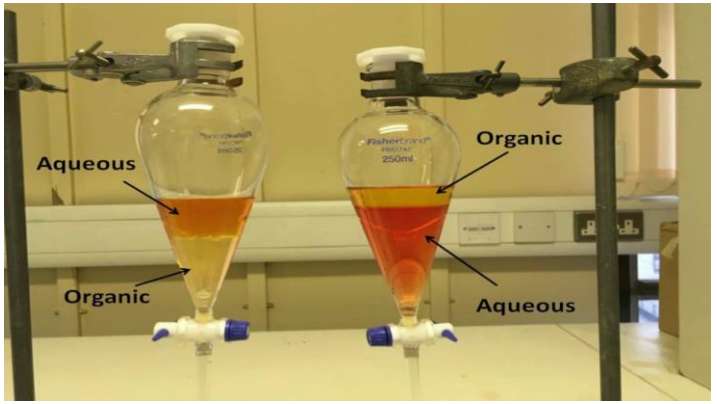
1- التقطير

2- الإستخلاص التفاضلي

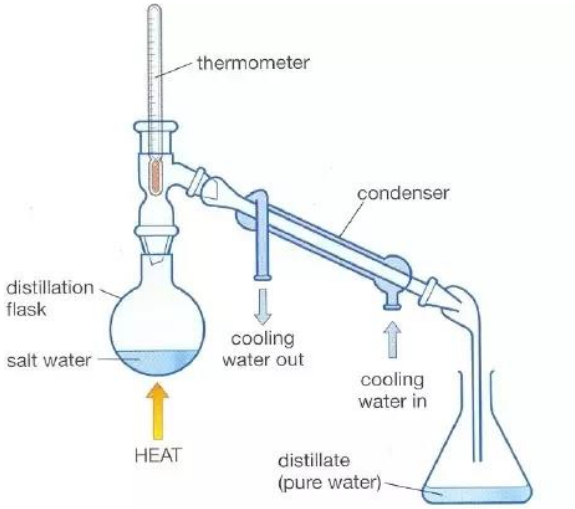
3- الكروماتوجرافي







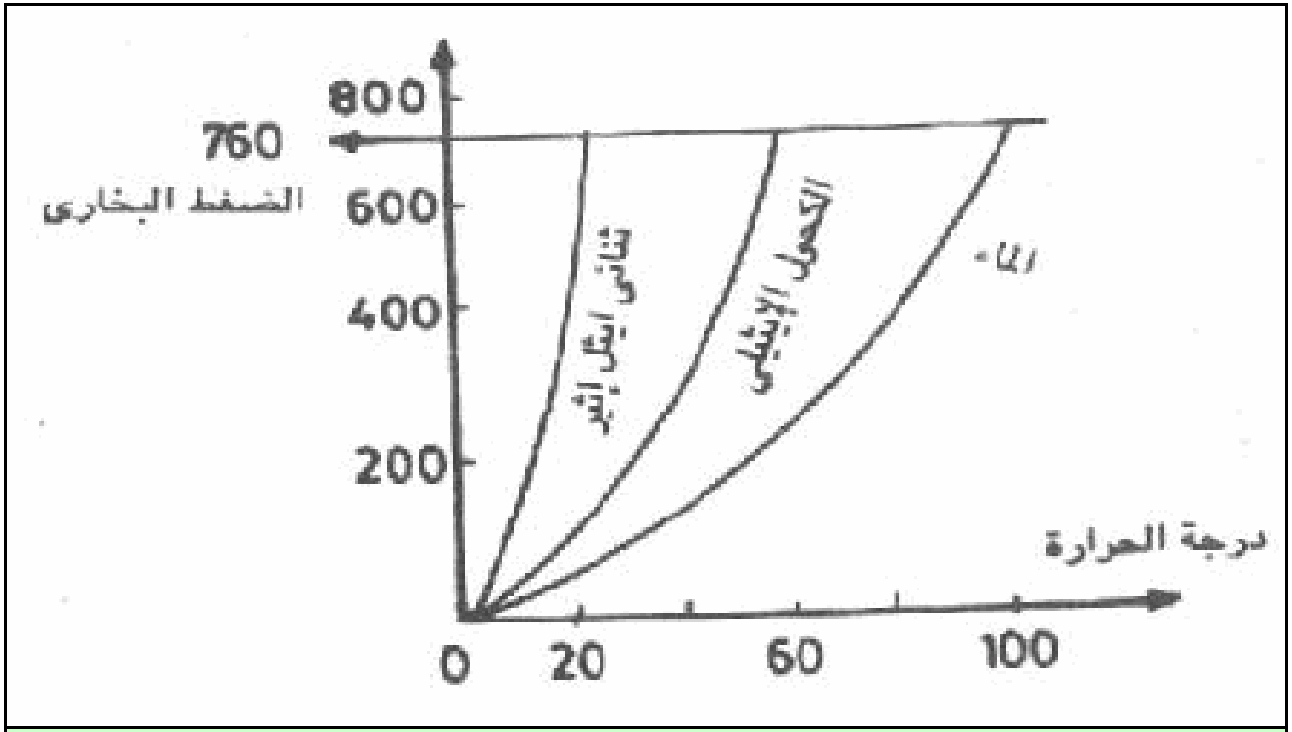
التقطير Distillation



هو عملية يتم فيها تنقية مزيج من سائلين أو أكثر وذلك بتسخينه إلى درجة غليان أحد السوائل ثم السماح بتجميعه في قابلة أخرى (دورق ثاني)، وتتوقف عملية التقطير على الضغط البخاري للسوائل الممتزجه، والذي يتناسب مع الكسر المولي للمكونين.

بزيادة درجة حرارة المادة تزداد الطاقة الحركية مما يزيد من عدد الجسيمات التي يمكن ان تتحول الى الحالة الغازية ومنه يزداد الضغط البخاري للمادة واذا كان الوعاء مفتوح فإن البخار يدفع الهواء، ويتسرب الى الفراغ الموجود فوق سطح السائل. وبسبب تسرب هذا البخار، فإن ضغطه لا يمكن أن يثبت، ويتبخر السائل كله.

العلاقة بين درجة الحرارة والضغط البخاري



الضغط البخاري ودرجة الحرارة

هناك 4 أنواع أساسية من التقطير

سوف نتناول شرحهم بشئ من التفصيل:

التقطير البسيط Simple Distillation

التقطير التجزيئي Fractional Distillation

التقطير تحت ضغط منخفض Vacuum Distillation

التقطير البخاري Steam Distillation

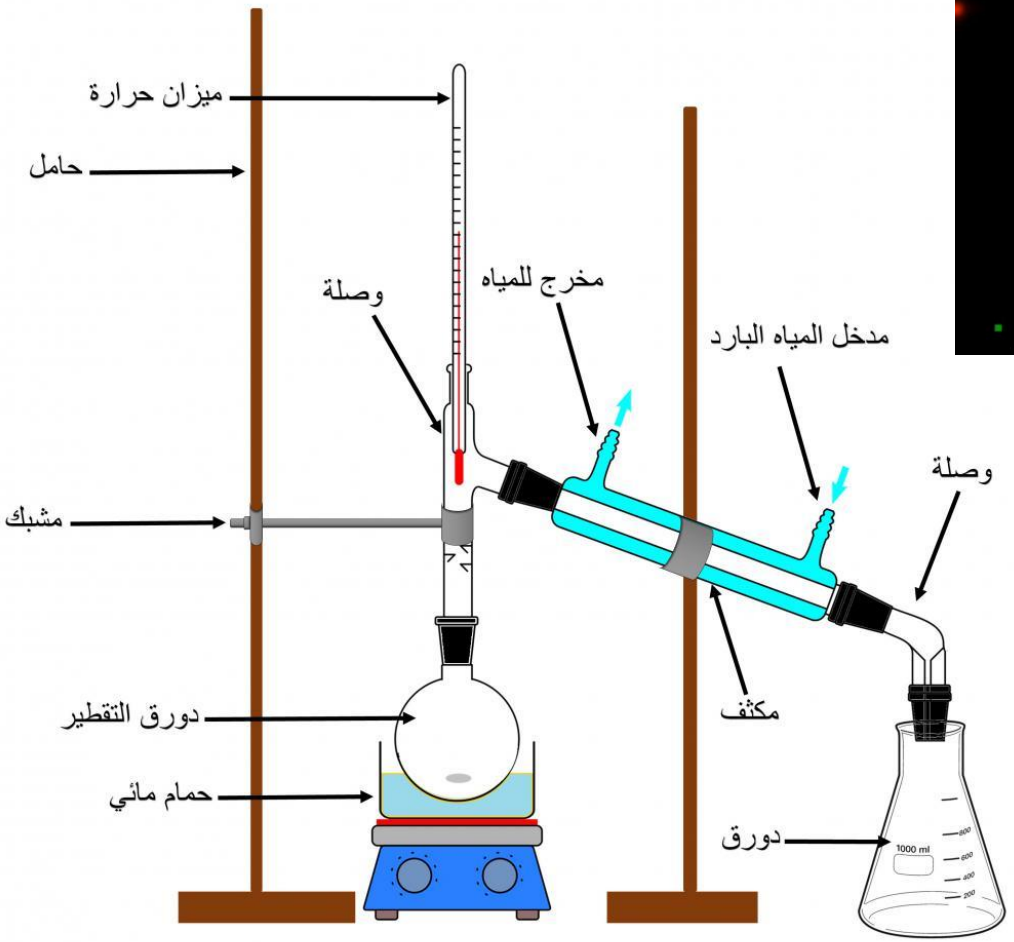
التقطير البسيط Simple Distillation

يُستخدم التقطير البسيط عندما يكون هناك فرق كبير في الضغط البخاري (أي فرق كبير في درجة الغليان للسائلين 25-50 درجة) وتظل درجة الحرارة ثابته خلال عملية التقطير حتى تنتهي عملية تبخير السائل المراد فصله).

درجة غليان السائل النقي تساوي درجة تحوله إلى بخار.

كما يمكن تنقية سائل من شوائب صلبه عالقه به عن طريق التقطير البسيط.

الجهاز المستخدم في عملية التقطير البسيط



دراسة تجربة عملية

الاساس النظري

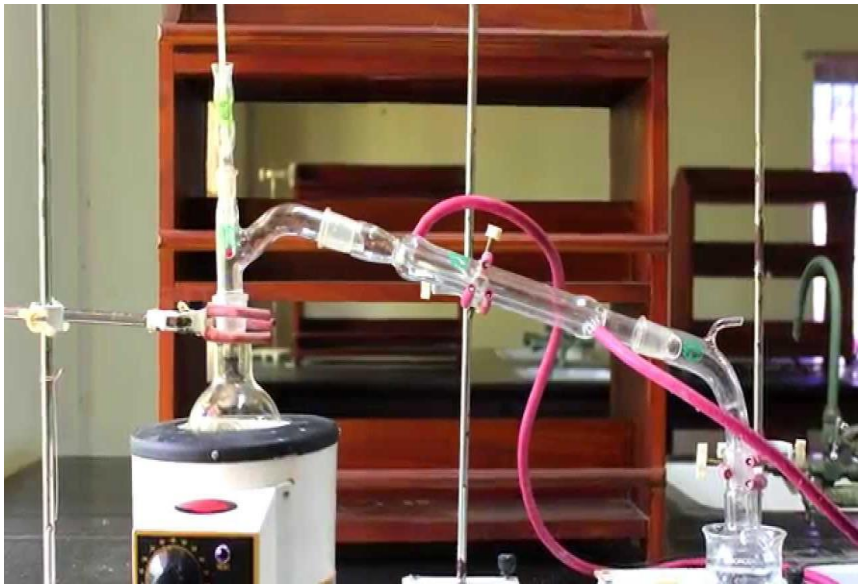
عند تسخين خليط من السوائل فان البخار الناتج يعمل على زيادة الضغط في مكان التسخين و بإستمرار التسخين يزداد الضغط البخاري حتى يساوي الضغط الجوي عندئذ يغلي السائل درجة الغليان للسائل النقي خاصية مميزة له و مفيدة في التعرف على نوعيته وتماثل درجة بخاره قبل تكثيفه و تظل ثابته خلال عملية التقطير كما يعتمد تبخير السوائل على قانون دالتون للضغوط الجزئية و قانون راؤولت الذي يعبر عن العلاقة بين الضغط البخاري و تركيب خليط سائل متجانس عند درجة حرارة معينة.

دراسة تجربة عملية

فصل مزيج من الماء والأسيتون بإستخدام التقطير البسيط

الهدف من هذه التجربة إكساب الطالب مهارة تركيب جهاز التقطير

الأجهزة والأدوات



دورق دائري – سدادات من الفلين - دورق مخروطي - حامل - سخان- مكثف – ترموتر – توصيلات زجاجية- حجر منظم غليان – خليط من الماء والأسيتون.

خطوات العمل

1- ركب جهاز التقطير من الأدوات المذكورة أعلاه كما هو موضح في الشكل التوضيحي على أن تكون جميع المفاصل مسدودة بإحكام، وأن يكون حجم الدورق ضعف المحلول المراد فصله، وأن يكون مستودع الترمومتر أسفل الفتحة الجانبية.

2- ضع المخلوط في الدورق وسخن إلى درجة بين 50 - 60 درجة مئوية.

3- إستمر في التسخين حتى يتوقف التقطير ثم إرفع درجة الحرارة مابين 70-80 درجة مئوية وكرر العملية مابين 80 -100درجه.

4- يجفف الجزء المقطر في القابلة باستخدام كلوريد الكالسيوم اللامائي.

5- تحسب كمية كل من الماء والأسيتون وتقارن بالكمية قبل الخلط.

بعض القوانين الهامه

Raoult's Law

$$P_{vap} = (\chi_{liq})\, P^{o}_{vap}$$

Mole fraction

الكسر المولي

Dalton's Law

$$P_{total} = P_{vap(a)} + P_{vap(b)}$$

بعض القوانين الهامه

Ideal Gas Law

$$PV = nRT$$

$$\frac{P_{(a)}}{P_{(total)}} = \frac{n_{(a)}}{n_{(total)}} = \chi_{(a)}$$

$$\frac{P_{(a)}}{P_{(total)}} = \chi_{(a)}$$

Boiling a Binary Mixture

= Toluene

$P^{o}_{vap} = 300$ torr

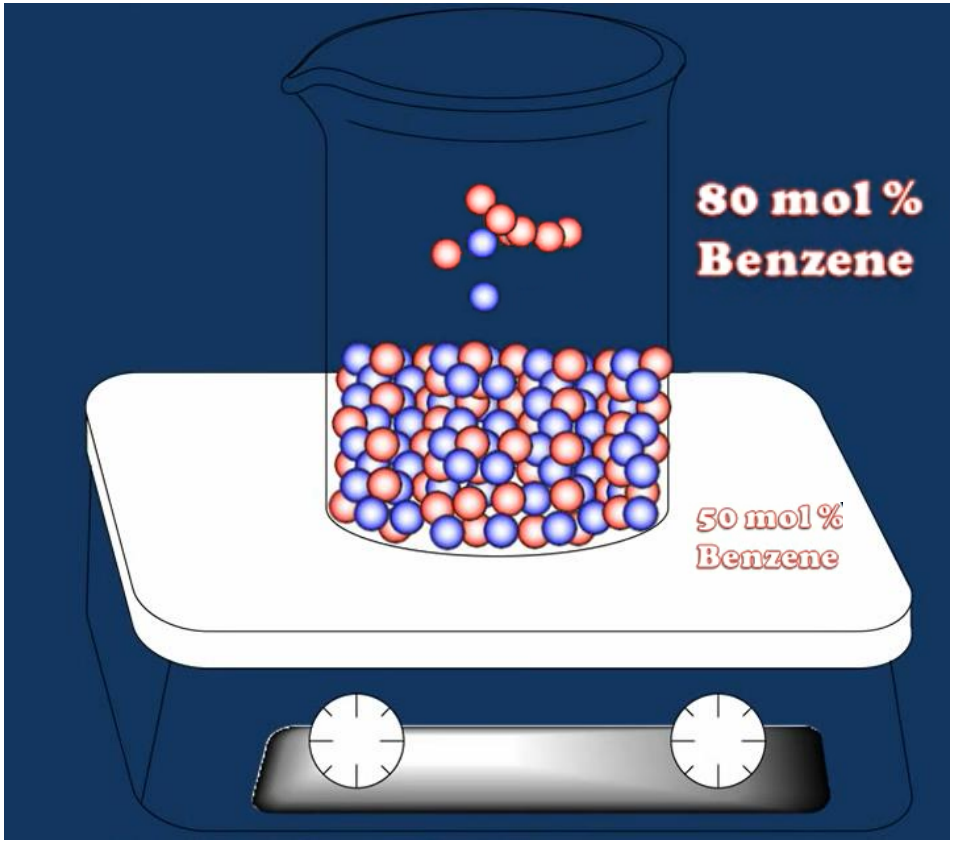
$P_{vap} = (\chi_{liq}) P^{o}_{vap}$
$P_{vap} = (0.5) * 300$ torr
$P_{vap} = 150$ torr

= Benzene

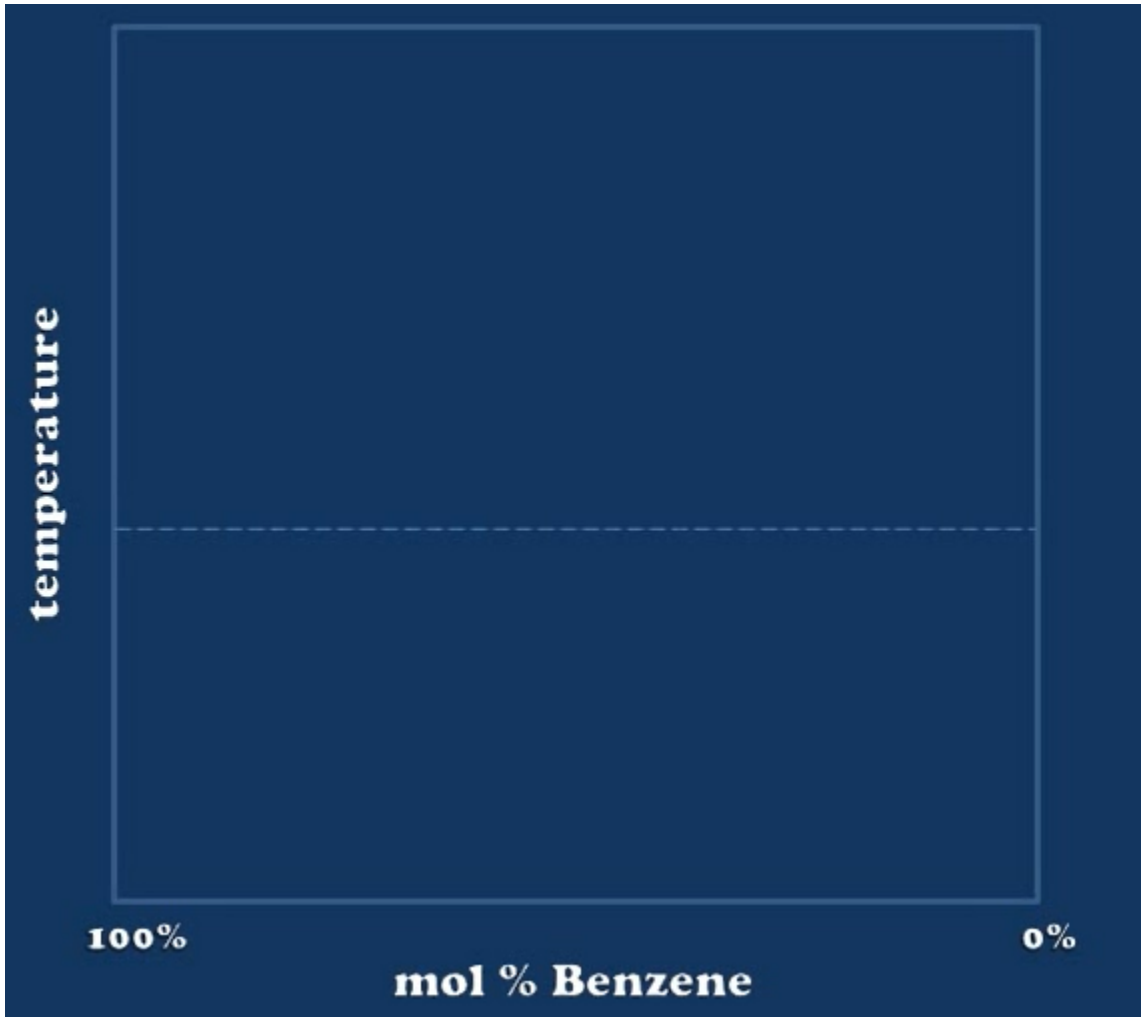
$P^{o}_{vap} = 1200$ torr

$P_{vap} = (\chi_{liq}) P^{o}_{vap}$
$P_{vap} = (0.5) * 1200$ torr
$P_{vap} = 600$ torr

$(\chi_{vap}) = P_{vap}/P_{total}$
$(\chi_{vap}) = 600$ torr$/750$torr
$(\chi_{vap}) = 0.80 = 80$ mol%



The Liquid-Vapor Composition Plot



The Liquid-Vapor Composition Plot

= Toluene

$P^{o}_{vap} = 300$ torr

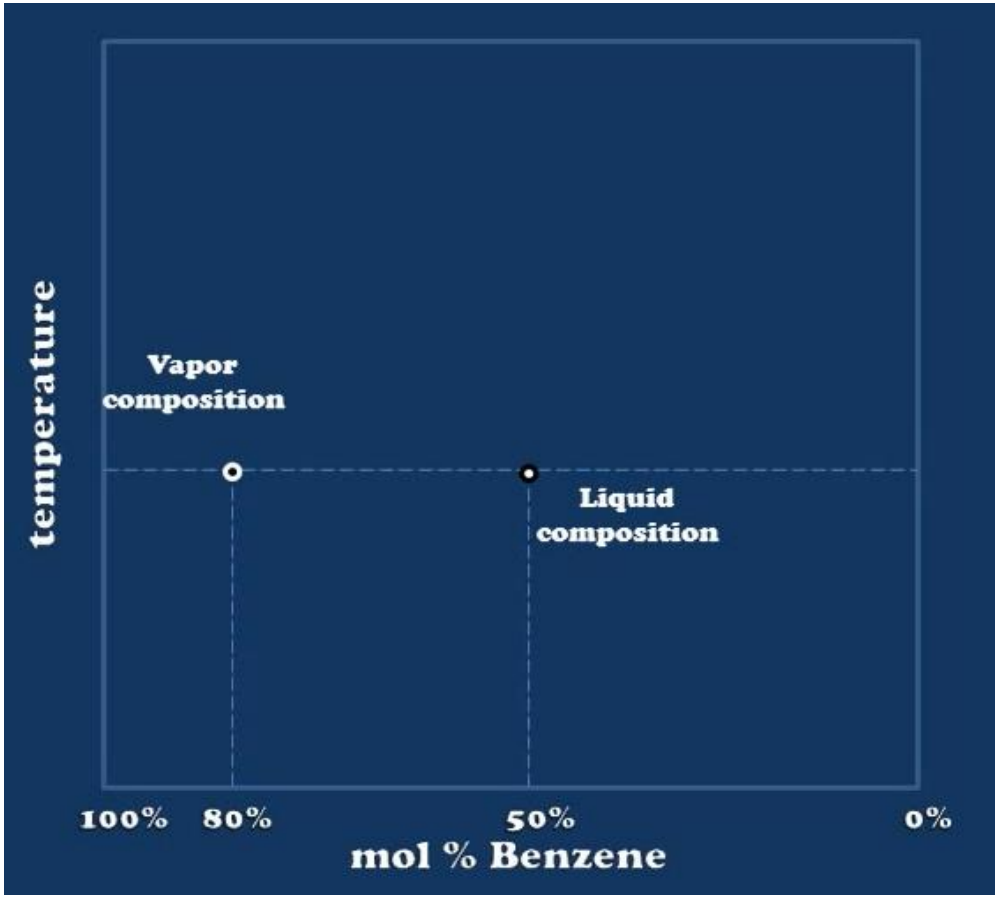
$P_{vap} = (\chi_{liq}) P^{o}_{vap}$
$P_{vap} = (0.5) * 300$ torr
$P_{vap} = 150$ torr

= Benzene

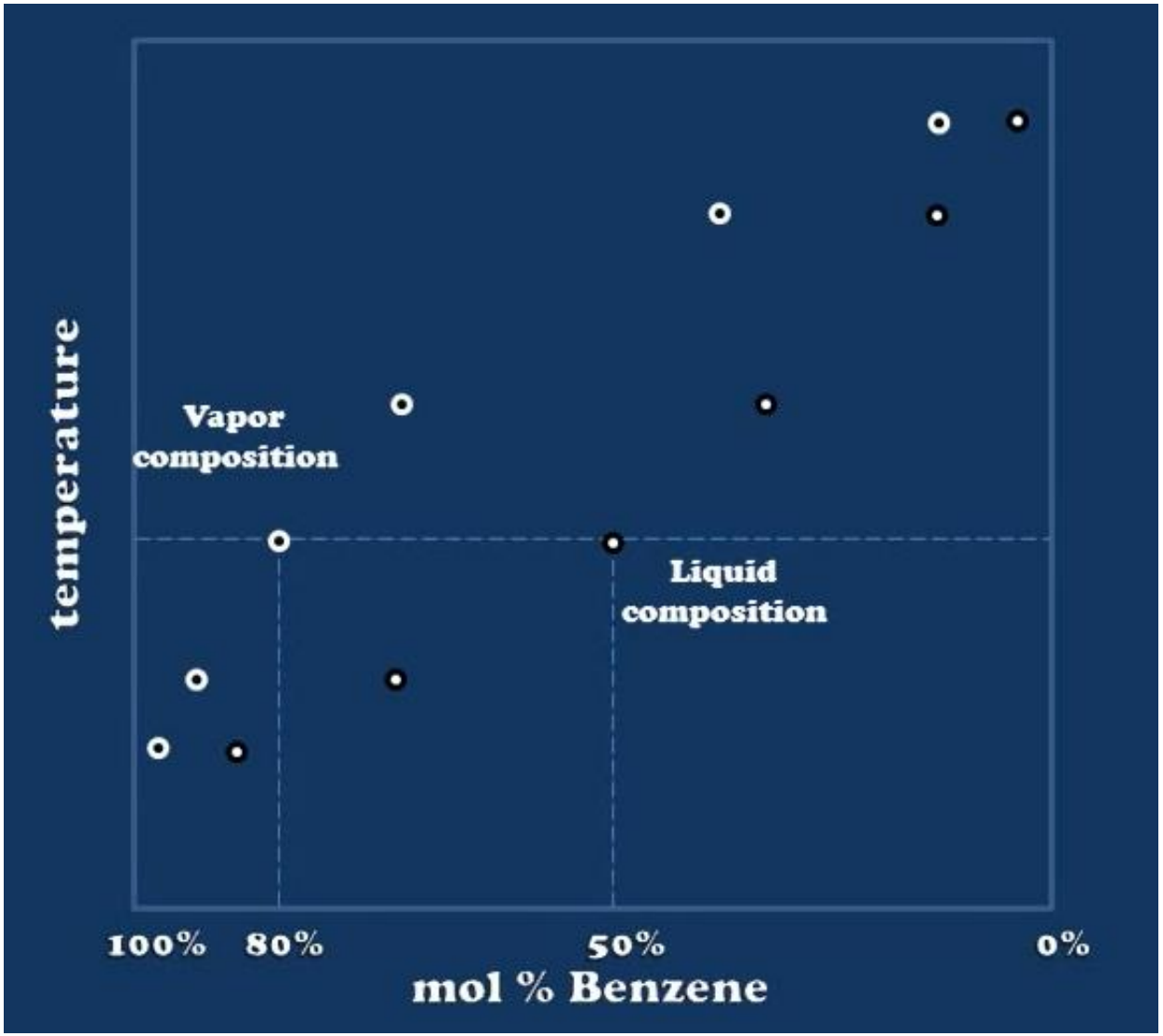
$P^{o}_{vap} = 1200$ torr

$P_{vap} = (\chi_{liq}) P^{o}_{vap}$
$P_{vap} = (0.5) * 1200$ torr
$P_{vap} = 600$ torr

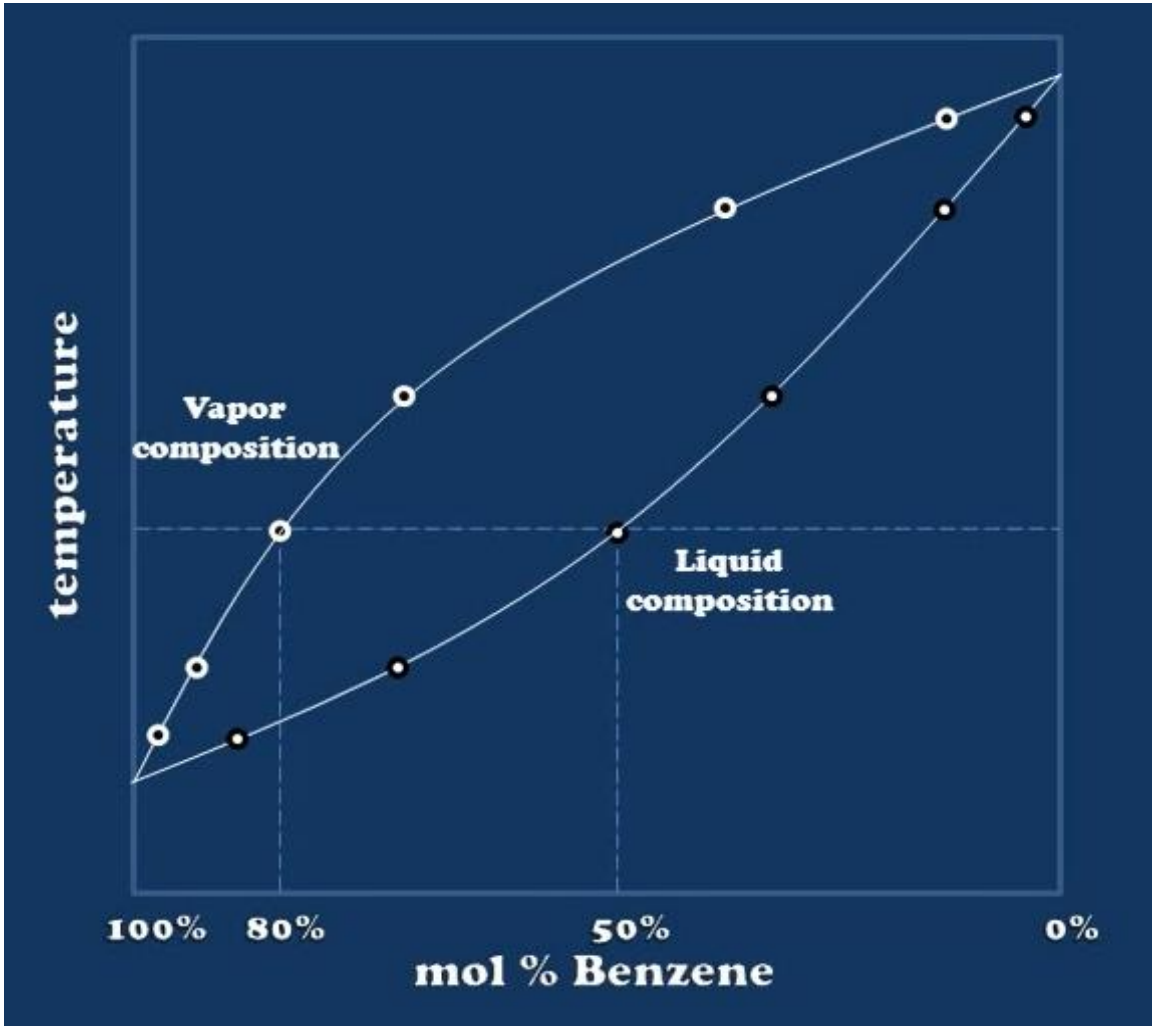
$(\chi_{vap}) = P_{vap} / P_{total}$
$(\chi_{vap}) = 600$ torr$/750$torr
$(\chi_{vap}) = 0.80 = 80$ mol%



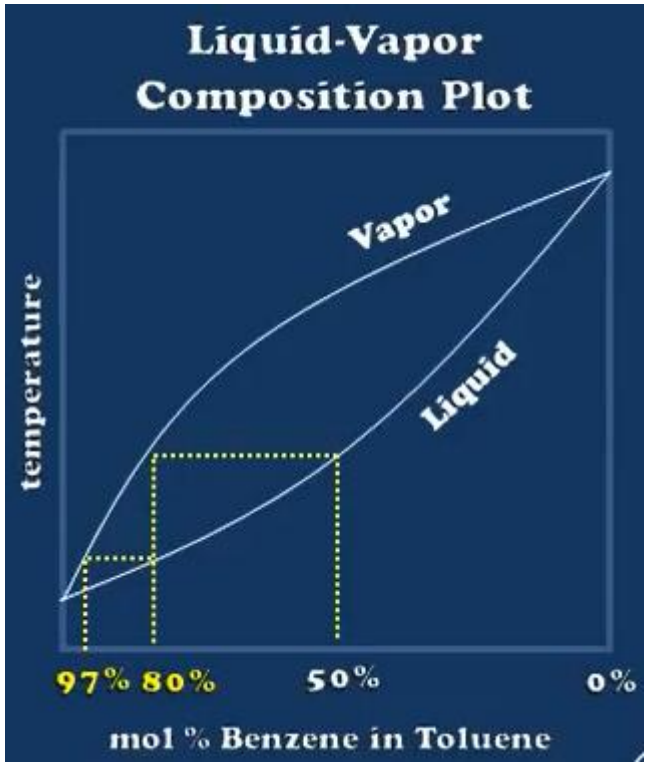
The Liquid-Vapor Composition Plot

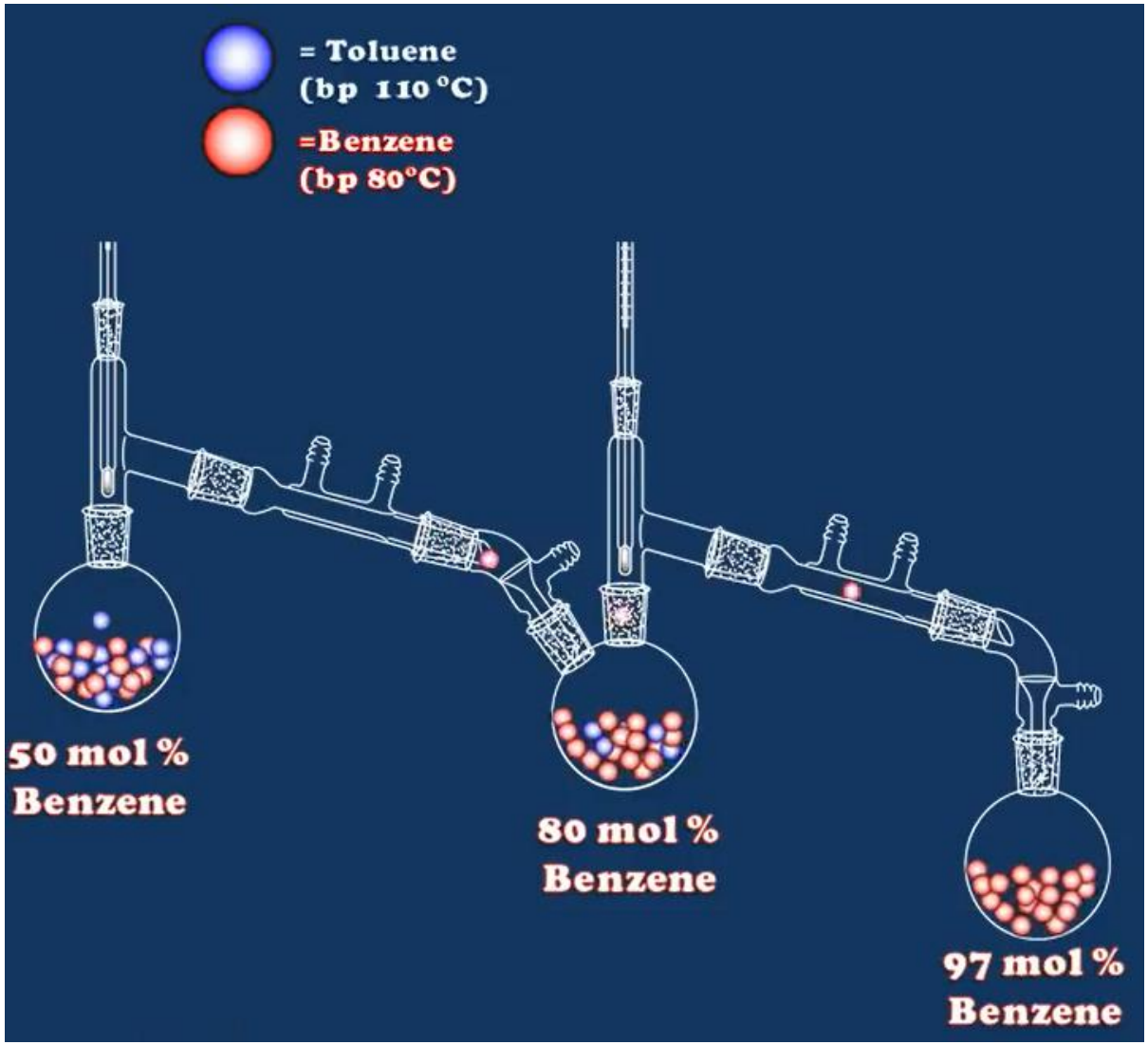


The Liquid-Vapor Composition Plot



هل يمكن عن طريق التقطير البسيط الحصول على سائل نقي؟





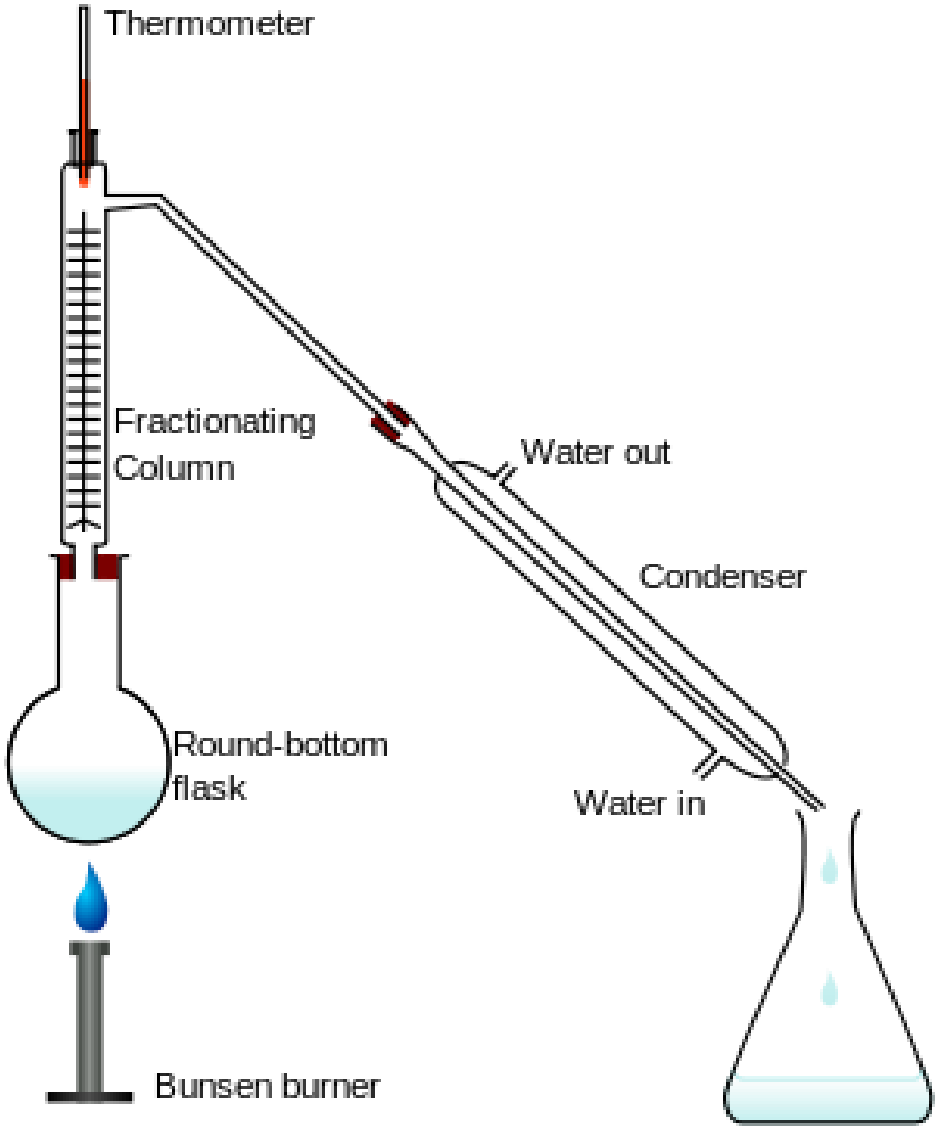
التقطير التجزيئي

Fractional Distillation

التقطير التجزيئي Fractional Distillation

- يستخدم التقطير التجزيئي لفصل أجزاء مخلوط مكون من عدة مكونات سائلة تختلف درجة غليانها عن بعضها البعض.

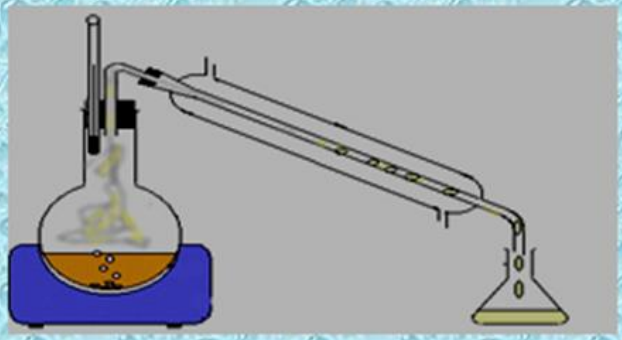
- تجري العملية بتسخين المخلوط وإستقبال الجزء المقطّر عند أقل درجة حرارة في قارورة، ثم تُستبدل القارورة بقارورة فارغة. ويكون اختيار وقت تغيير القارورة عندما تبدأ درجة حرارة المخلوط في الارتفاع مرة ثانية. فتتلقى القارورة الثانية المادة التالية التي تتميز بدرجة غليان أعلى قليلا عن درجة غليان المركب الذي سبقه في التقطير، وهكذا حتي الإنتهاء من فصل كل مكونات المخلوط.


Thermometer
Fractionating
Column
Water out
Condenser
Round-bottom
flask
Water in
Bunsen burner

أنواع التقطير

التقطير البسيط
Simple Distillation

يستخدم للحصول على سائل ذائب في محلول ، مثل تقطير الكحول من الماء , و يشترط في ذلك اختلاف درجات غليان السوائل المراد فصلها فدرجة غليان الكحول أقل من درجة غليان الماء



التقطير التجزيئي :
Fractional Distillation

يستخدم للفصل بين مادتين أو أكثر تختلف في درجة الغليان ، و التقطير التجزيئي هو تكرار الغليان و التكثيف وهو يعتبر أكثر دقة في الفصل من التقطير البسيط ويستخدم بكثرة في الصناعة كما يستخدم في تقطير البترول للحصول على المنتجات المختلفة منه

التقطير تحت ضغط منخفض

Vacuum Distillation

التقطير تحت ضغط منخفض
Vacuum Distillation

- هو نوع من التقطير يفرغ فيه الهواء الموجود فوق المخلوط السائل في القارورة إلى ضغط يقل عن ضغط البخار مما يسمح بتبخر معظم المكونات الطيارة.
- العملية تتم تحت ضغط أقل من 1 ضغط جوي.

التقطير تحت ضغط منخفض
Vacuum Distillation

- من الأنسب تقطير السوائل عند الضغط الجوي (760 تور)، لكن المركبات التي لها أوزان جزيئية عالية أو مجموعات وظيفية عديدة تتحلل أو تتأكسد أو تخضع لإعادة الترتيب الجزيئي في درجات حرارة أقل نقاط الغليان في الغلاف الجوي.

التقطير تحت ضغط منخفض
Vacuum Distillation

- يستخدم هذا النوع من التقطير في حالة المركبات التي لها حساسية للحراره (أي تتكسر عند درجة الغليان).

- كما يُستخدم في حالة المركبات التي لها درجة غليان أعلي من 200 م° مثل الجلسرين (290 م°)

مصادر خفض الضغط

شفَّاط مائي Aspirator

- يعتمد علي الضغط البخاري للماء (الذي يعتمد علي درجة الحرارة)
- يعتمد علي كفاءة ضغط الماء
- رخيص --- يجب إستخدام مصيدة بين مصدر الماء وجهاز التقطير

مصادر خفض الضغط

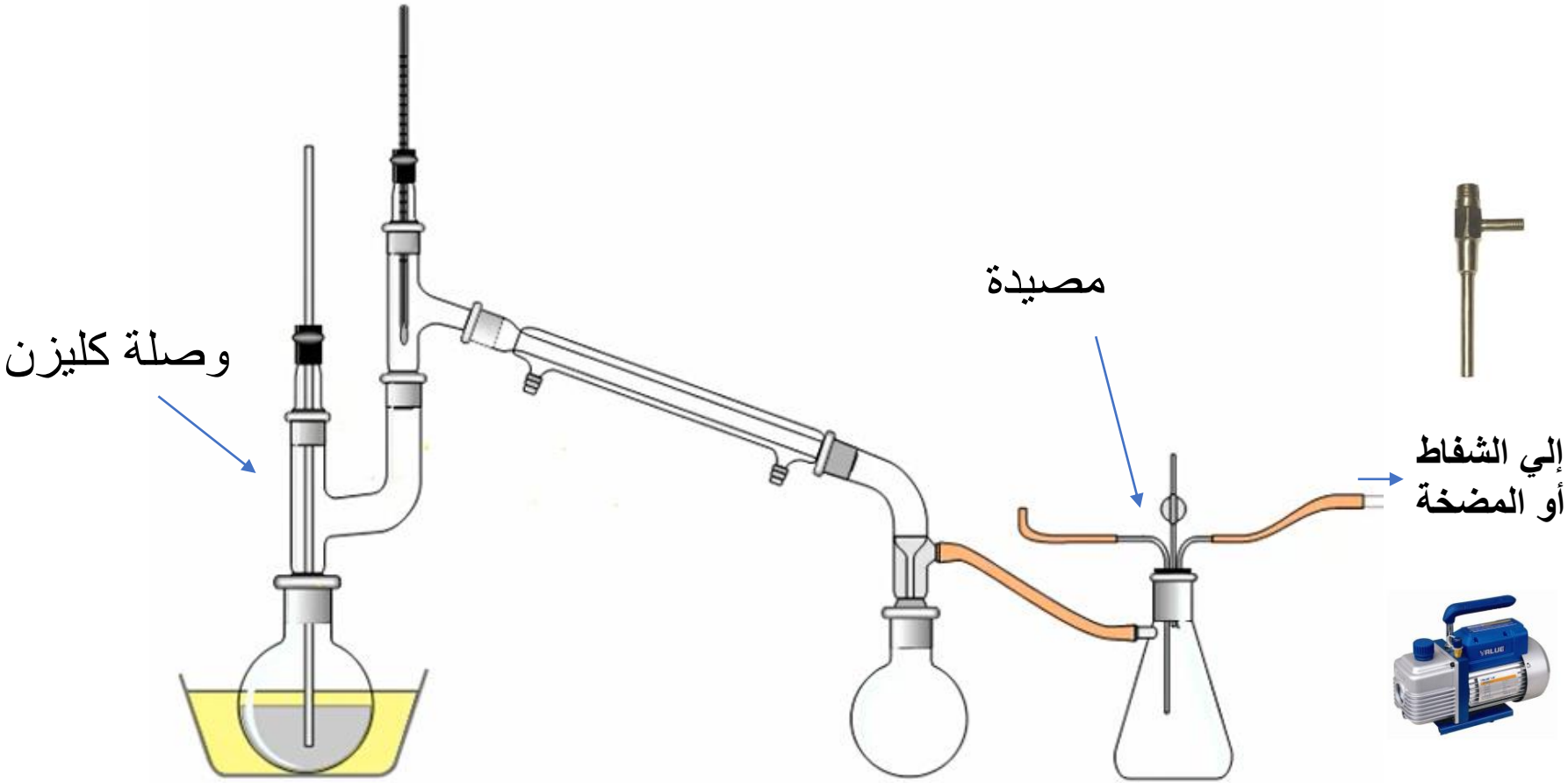
مضخة تفريغ الهواء (كهربائية)

Vacuum pump

- يعتمد الضغط هنا علي قوة المضخة، حيث أنه يصل إلي أقل من 1 ضغط جوي.

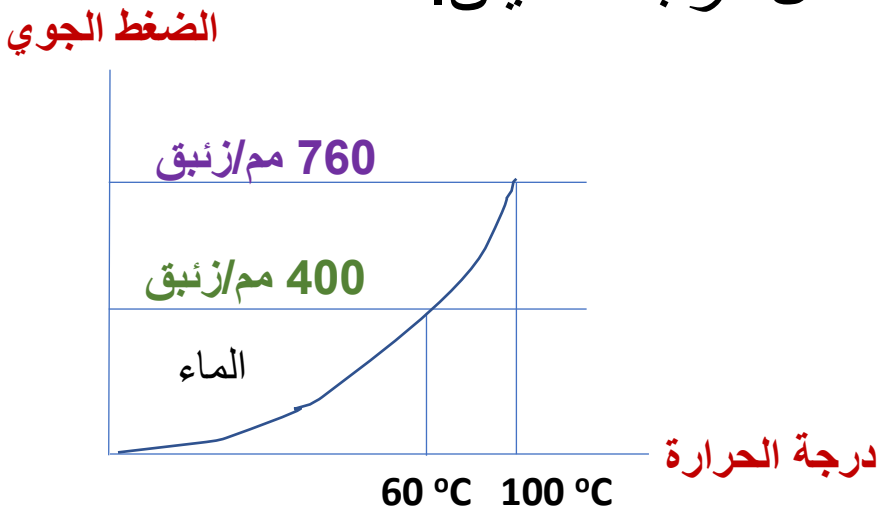
- غالي السعر وخطر لكن ذات كفاءة عالية

جهاز التقطير تحت ضغط منخفض



لماذا تقل درجة الغليان بإستخدام مضخة تفريغ الهواء؟

- يغلي السائل عندما يتساوي ضغطه البخاري مع الضغط الجوي
- تعمل المضخة علي تقليل الضغط الجوي (الخارجي) وبالتالي يقل الضغط البخاري وعليه تقل درجة الغليان.



صح أم خطأ ؟

1- يعتبر التقطير عملية تنقية تعتمد على اختلاف ذوبانية المركبات العضوية الصلبة في مذيبات متعددة

2- التسامي هي عملية تبخير المادة السائلة بالحرارة وتكثيفها دون المرور بالحالة الصلبة

3- الضغط البخاري للسوائل الممتزجه يتناسب عكسيا مع الكسر المولي لها.

يعرف هذا القانون بقانون .....

$$P_{total} = P_{vap(a)} + P_{vap(b)}$$

التقطير البخاري

Steam Distillation

التقطير البخاري

تستخدم هذه الطريقة بشكل واسع في المختبرات الكيميائية وتعتمد على حقيقة أن هنالك عدة مركبات لها درجات غليان أعلى من درجة غليان الماء تكون طيارة وتتصاعد مع الماء (Volatile) في الحالة البخارية بمعدل يتناسب طردياً مع الضغوط البخارية لها وبالتالي تتكاثف مع البخار في عمود التكثيف.

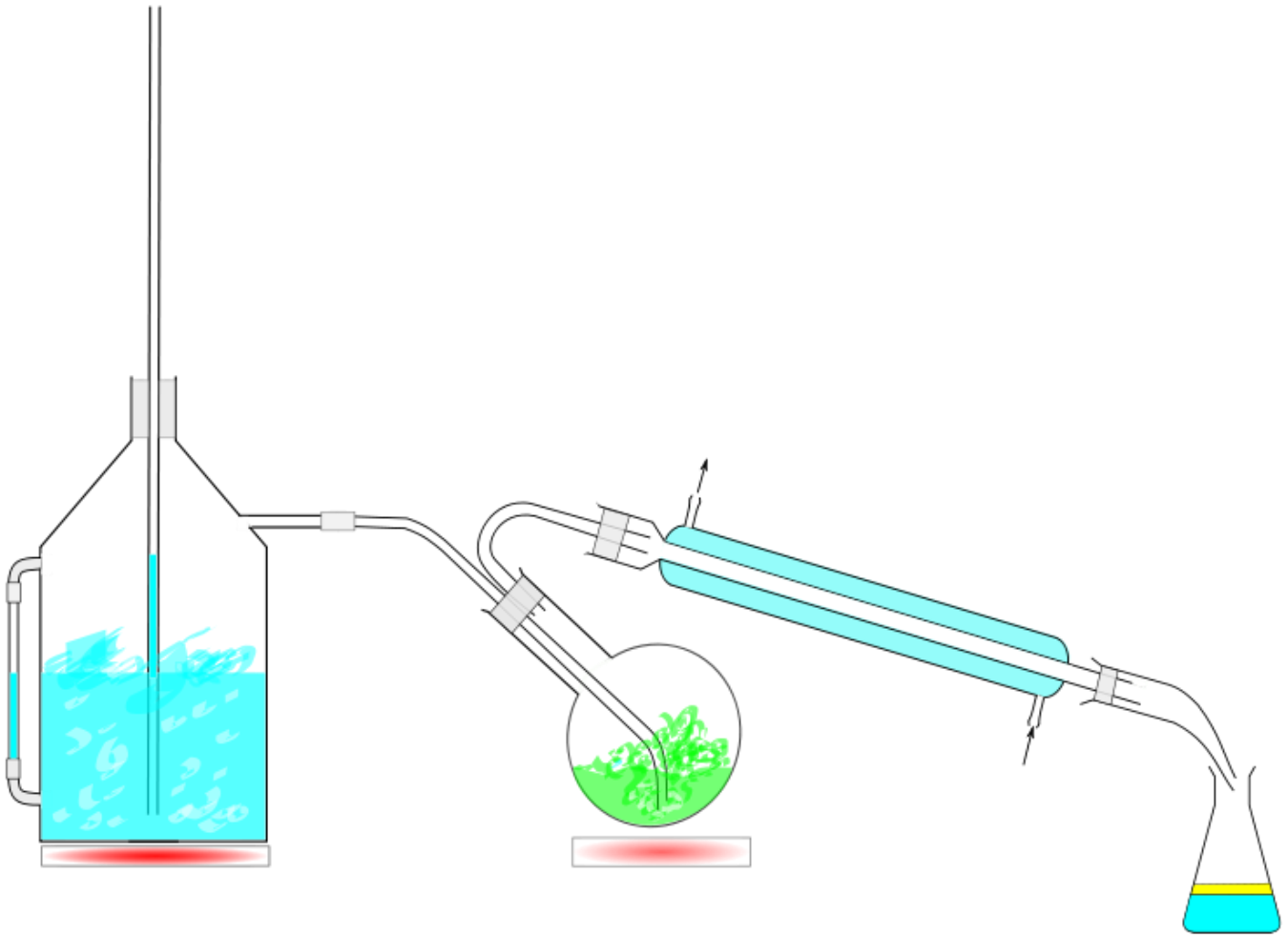
لنجاح عملية التقطير البخاري لمركب ما يجب أن تتوافر فيه الشروط الأتيه:

1- لايمتزج بالماء

2- لا يتحلل حراريا عند تسخينة لفترة عند نقطة غليان الماء

3- ألاَّ يكون له ضغط بخاري قليل.

جهاز التقطير البخاري

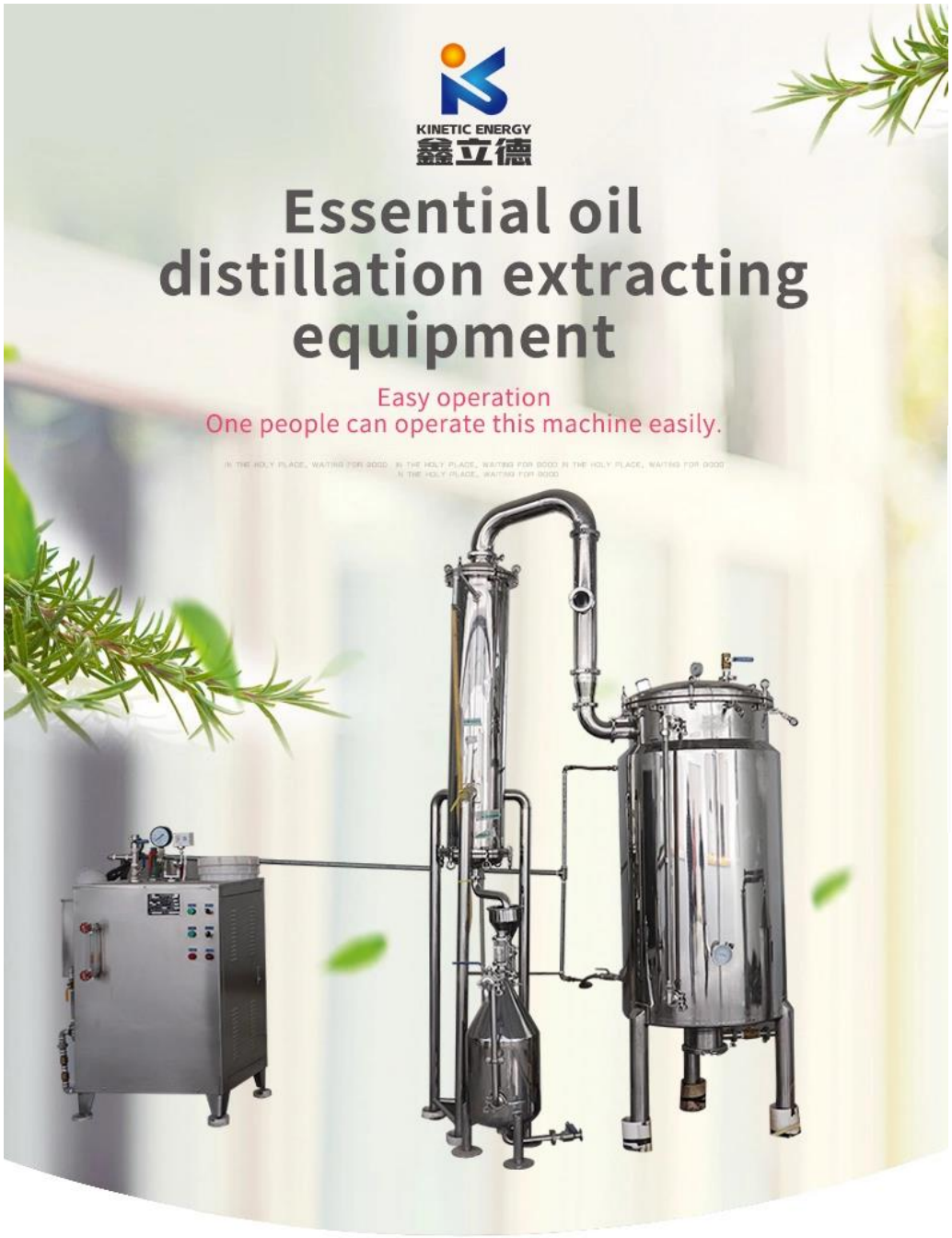


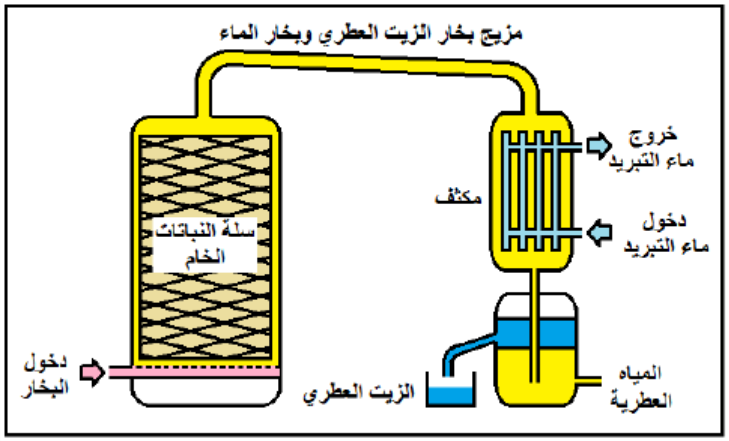
تنقية الأنيلين عن طريق التقطير البخاري

التقطير البخاري

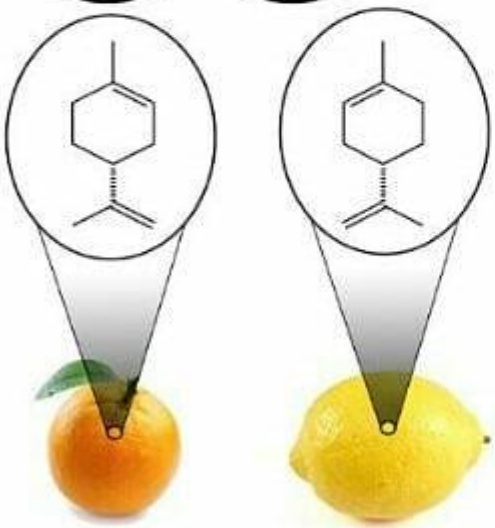
تستخدم هذه الطريقة في **تنقية الزيوت العطرية** من مصادرها الطبيعية المختلفة، وذلك لتكلفتها البسيطة حيث أنها تحتاج إلي ماء ومصدر للحرارة فقط.

زيت الليمونين من قشر البرتقال والليمون – زيت الافندر – زيت الورد - ..... الخ


KINETIC ENERGY
鑫立德
Essential oil distillation extracting equipment
Easy operation
One people can operate this machine easily.


مزيج بخار الزيت العطري وبخار الماء
خروج ماء التبريد
مكثف
دخول ماء التبريد
سلة النباتات الخام
دخول البخار
الزيت العطري
المياه العطرية

ليمونين
limonene



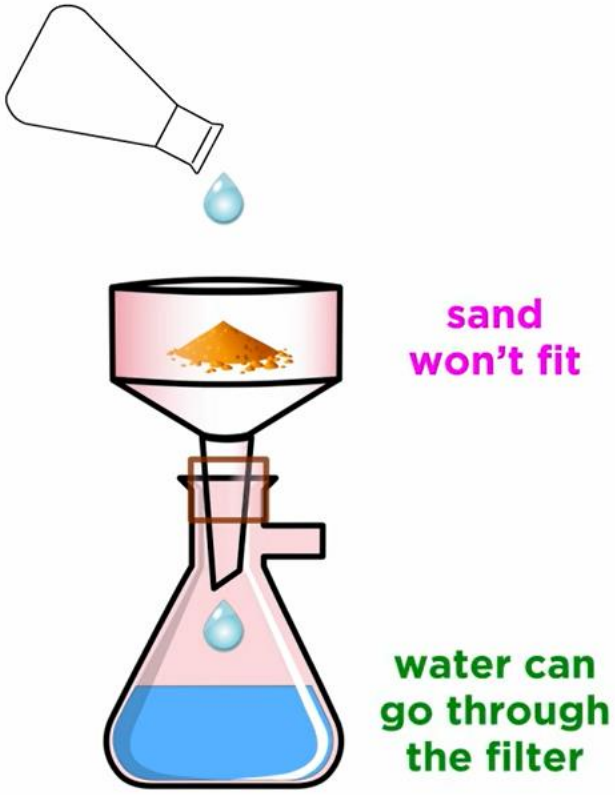
البرتقال
(R)-limonene

الليمون
(S)-limonene

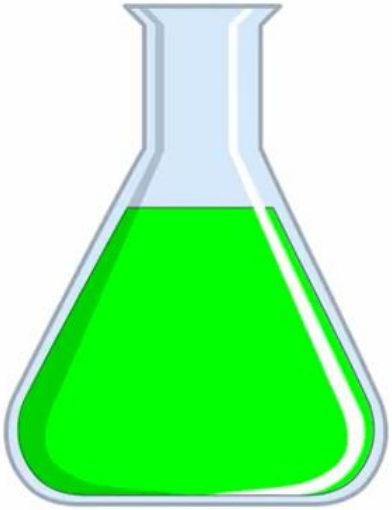
الليمونين مركب تربيني يتواجد طبيعياً في الفواكة الحمضية كالليمون والبرتقال هذا المركب له متماكبان ضونيان هما إس-ليمونين هو المذاق المميز لليمون ، و أر-ليمونين وهو المذاق الخاص بالبرتقال. يمكن أستخلاص الليمونين من قشور الليمون أو البرتقال بأستخدام التقطير البخاري يستعمل الليمونين كمنكة في الأطعمة و في منتجات التجميل وفي صناعة معطرات الجو وغيرها.....

الإستخلاص التفاضلي

water and sand can be separated by **filtration**

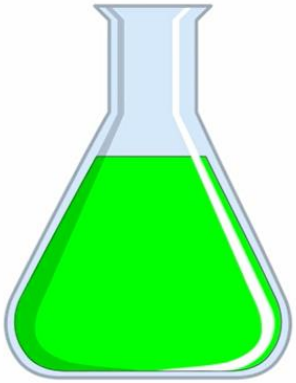


What about mixtures of only small molecules?



we will rely on
solubility and
reactivity

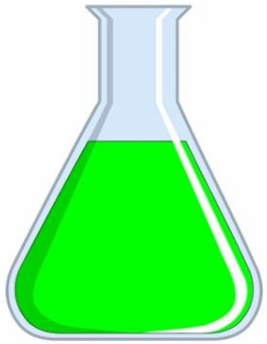
Physical properties



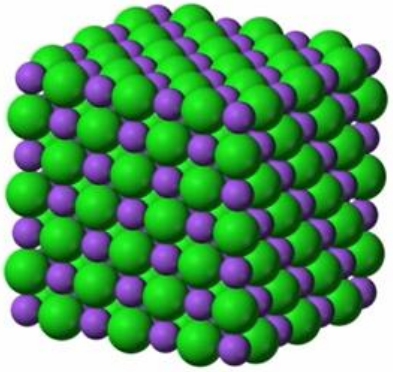
Chemical properties

A Technik to use this is called

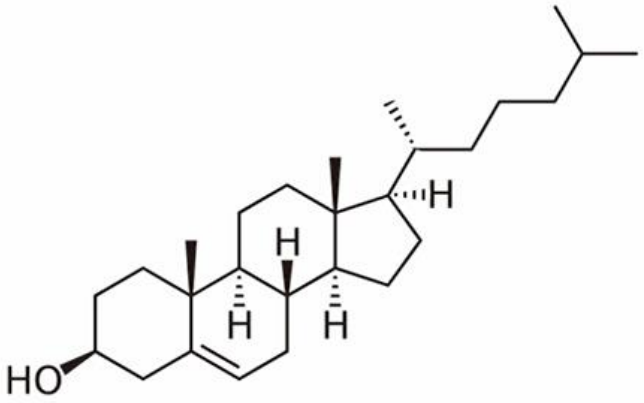
extraction



sodium chloride

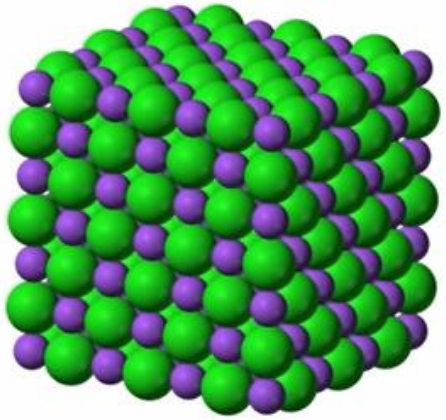


cholesterol

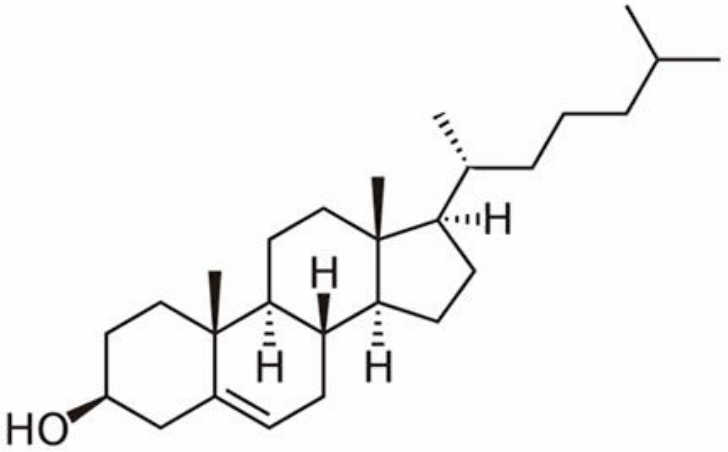


mixture

sodium chloride



cholesterol



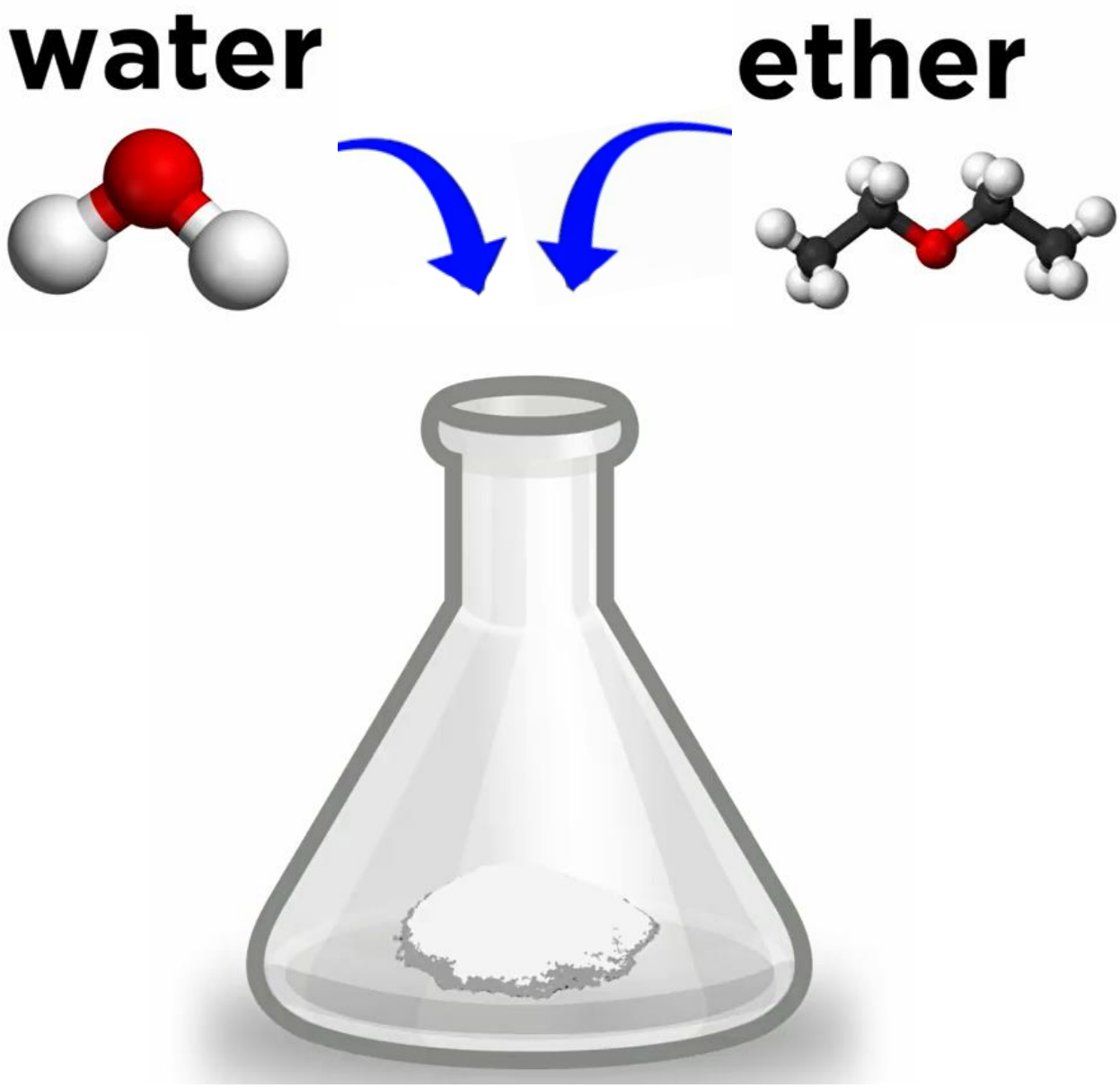
ionic compound

water soluble

steroid (lipid)

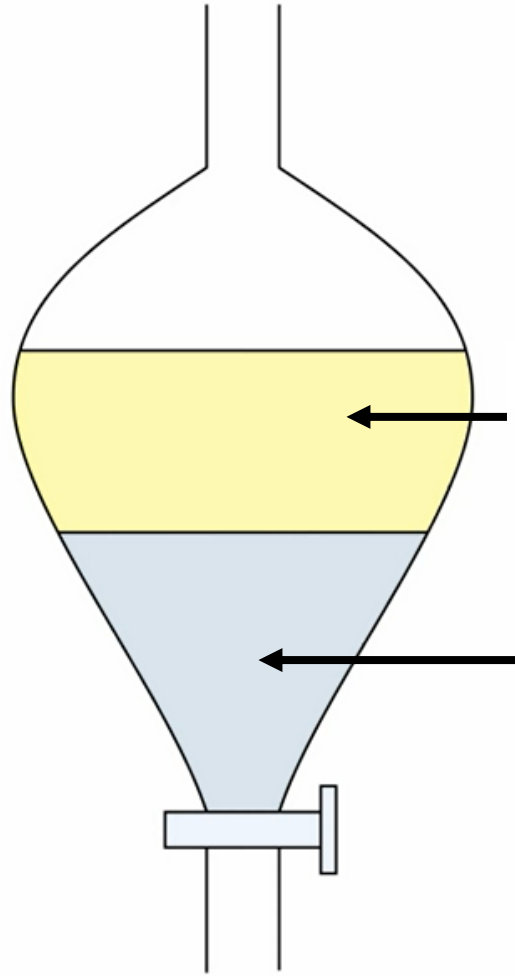
water insoluble

ether soluble


water
ether

separatory funnel

the solvents
are immiscible

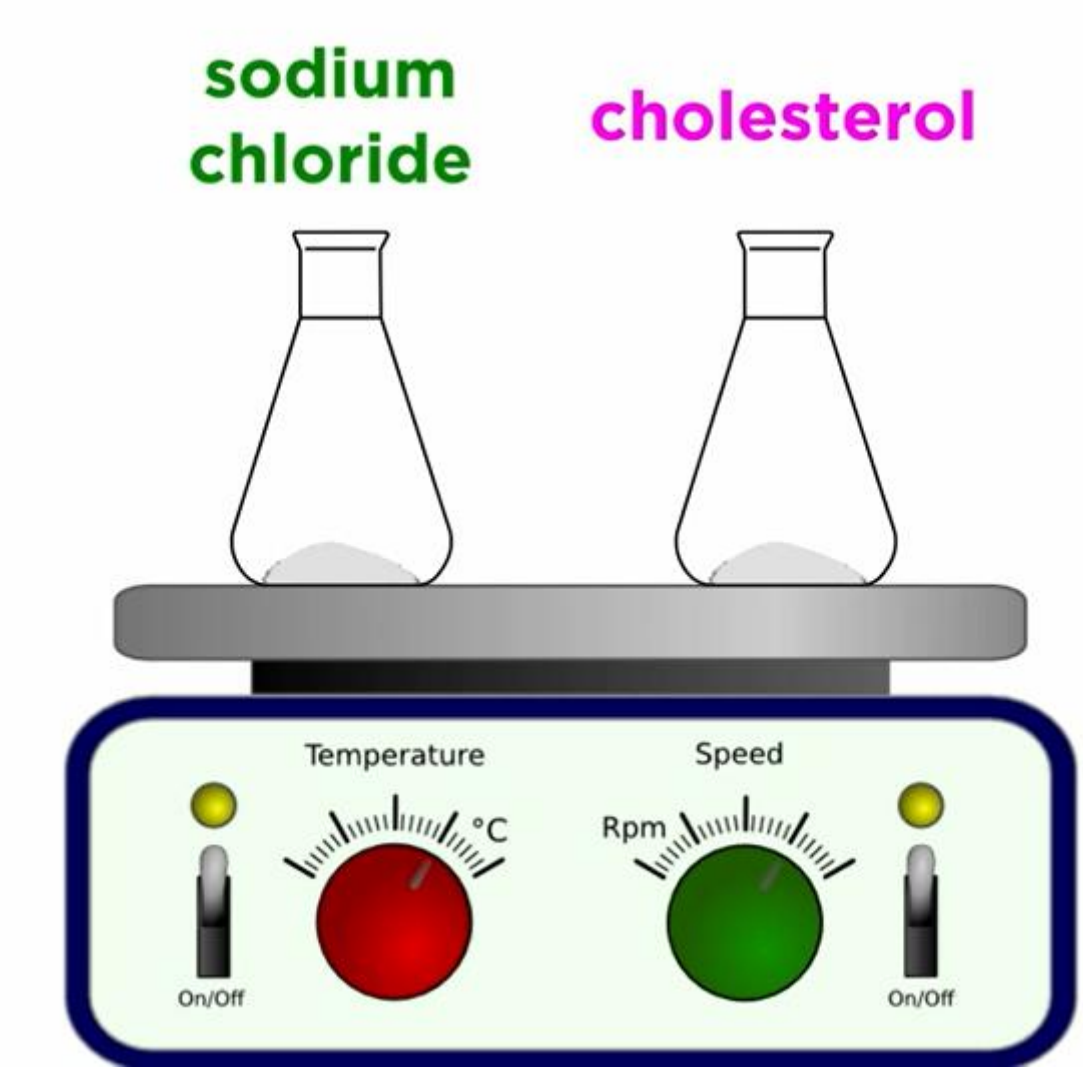


organic layer
(ether + cholesterol)

aqueous layer
(water + NaCl)

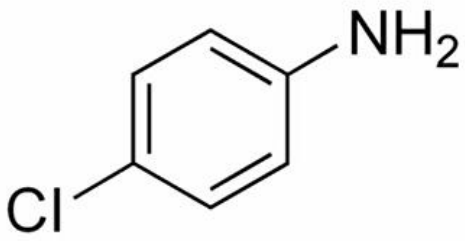
increasing
density

evaporate the solvents

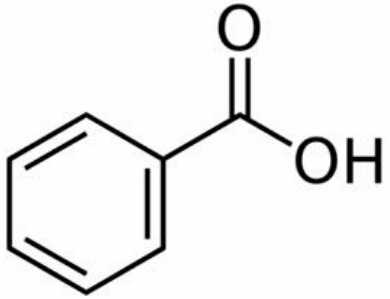


كيف يمكنك فصل مخلوط مكون من المواد التاليه:

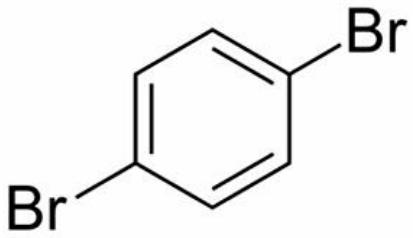
4-chloroaniline



benzoic acid

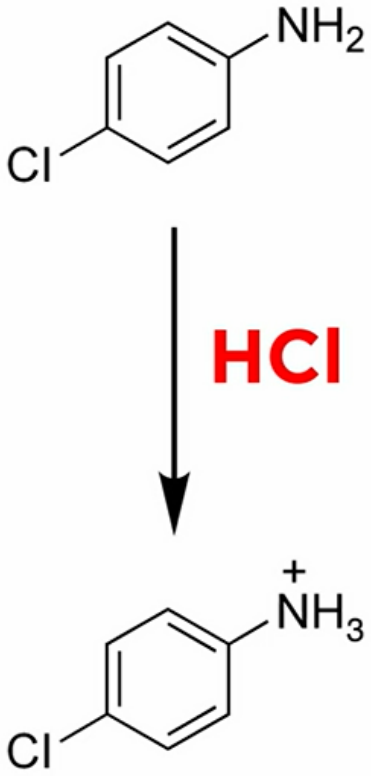


1,4-dibromobenzene

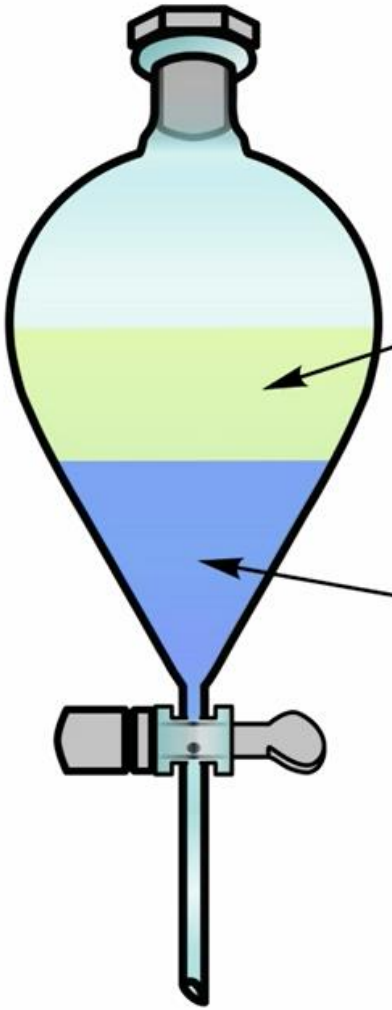


these compounds have similar solubilities

4-chloroaniline



this compound is now water soluble
(ion-dipole interactions)



طبقة عضوية

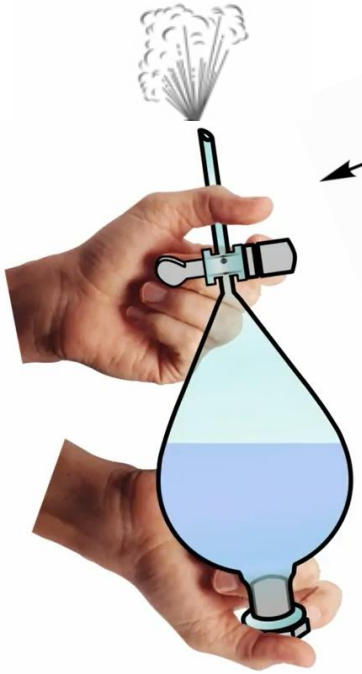
organic layer

ether
benzoic acid
1,4-dibromobenzene

طبقة مائية

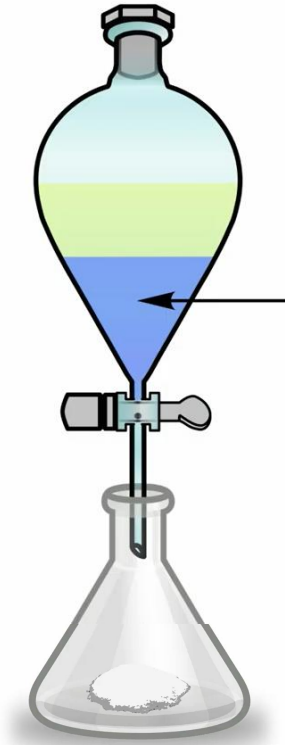
aqueous layer

water
4-chloroaniline salt



open the stopcock to vent the gas

Shake it!



drain the aqueous layer into a flask

كرر هذا 3 مرات

هل تستطيع تكملة باقي المخلوط ؟

الكروماتوجرافي
Chromatography

نبذة تاريخية

Mikhail Tswett

Russian Botanist

- إستخدم الكروماتوجرافي في فصل أصباغ النباتات

Chroma means “**color**” and
graphein means to “**write**”

الأهمية

- الكروماتوجرافي لها تطبيقات في كل مجالات العلوم (الكيمياء – الفيزياء – البيولوجي)

- 12 جائزة نوبل تم منحها بين 1937-1972 في أعمال كانت تلعب الكروماتوجراف فيها دور هام للغاية

الكروماتوجرافي

- هي عملية فصل فيزيائية حيث تتوزع فيها المكونات المراد فصلها بين طورين، أحدهما يُسمي **الطور الثابت** والآخر يُسمي **الطور المتحرك**

- عملية الكروماتوجرافي تتم بسبب إختلاف معامل التوزيع لكل مكون من مكونات المخلوط.

الكروماتوجرافي

هي طريقة تُستخدم لفصل ومعرفة مكونات المخلوط

حيث تسمح لمكونات المخلوط بالإنتشار بين الطور الثابت والمتحرك

- **المكونات (المركبات) التي تقضي وقت أطول في الطور المتحرك تُحمل أسرع والعكس صحيح**

تقسيم الكروماتوجرافي
Classification of Chromatography

طبقـــا للطور المتحرك

1- Liquid chromatography: mobile phase is a liquid, (**LLC, LSC**). طور متحرك سائل

2- Gas chromatography : mobile phase is a gas, (**GSC, GLC**). طور متحرك غاز

تقسيم الكروماتوجرافي
Classification of Chromatography

طبقـا لتعبئة الطور الثابت

1- Thin layer chromatography (**TLC**) كرماتوجراف الطبقة الرقيقة : the stationary phase is a thin layer supported on glass, plastic or aluminium plates. الطور الثابت عبارة عن طبقة رقيقة من السيليكا جل مثبته علي شريحة زجاجية، بلاستيك أو ألمونيوم.

2- Paper chromatography (**PC**) كروماتوجراف الورق : the stationary phase is a thin film of liquid supported on an inert support.

3- Column chromatography (**CC**) كروماتوجراف العمود : stationary phase is packed in a glass column.الطور الثابت عبارة عن سيليكا جل معبئة في عمود زجاجي

تقسيم الكروماتوجرافي
Classification of Chromatography

طبقا لقوة الفصل:

TLC

1- كروماتوجرفيا الإمتزاز

CC

2- كروماتوجرافيا التوزيع

3- كروماتوجرافيا التبادل الأيوني

4- كروماتوجرافيا الجل (المادة الهلامية)

Thin Layer Chromatography (TLC)

كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة

Thin Layer Chromatography (TLC)

هي طريقة لمعرفة وإختبار نقاوة المركبات

Is a method for identifying substances and testing the purity of compounds.

- TLC is a useful technique because it is relatively quick and requires small quantities of material.
- طريقة مفيده لأنها سريعة وتحتاج إلي كيميات صغيره جدا من المادة.

Thin Layer Chromatography (TLC)

تعتمد عملية الفصل في TLC علي توزيع مخلوط مكون من مادتين أو أكثر بين الطور الثابت والطور المتحرك.

Separations in TLC involve distributing a mixture of two or more substances between a stationary phase and a mobile phase.

- الطور الثابت غالبا يكون عبارة عن شريحة زجاجية أو بلاستيكية مغطاه بسيليكا جل (G or F) او ألومينا.
- The stationary phase: is a thin layer of adsorbent (usually **silica gel (G or F) or alumina**) coated on a plate.

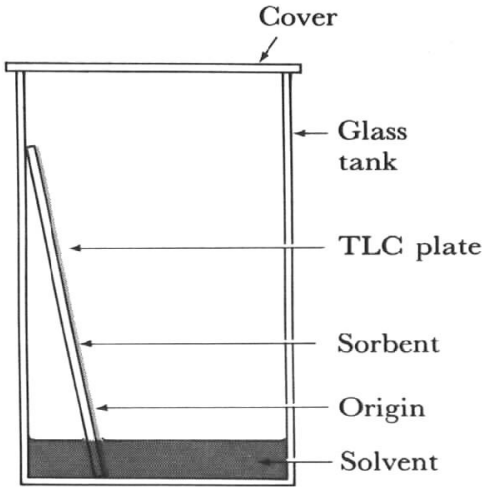
- الطور المتحرك يكون عباره عن سائل يتحرك علي الطور الثابت حاملا معه المواد المكونه للمخلوط.
- The mobile phase: is a **developing liquid** which travels up the stationary phase, carrying the samples with it.

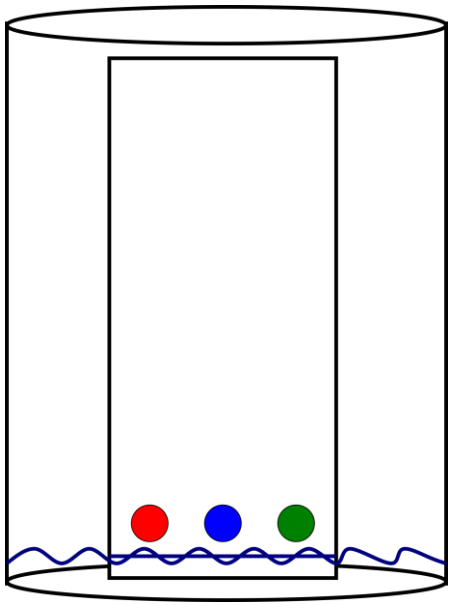
Thin Layer Chromatography (TLC)

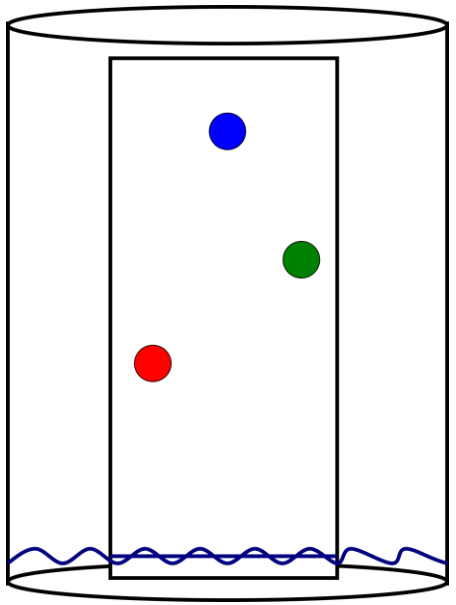
Components of the samples will separate on the stationary phase according to

how much they adsorb on the stationary phase **versus** how much they dissolve in the mobile phase.

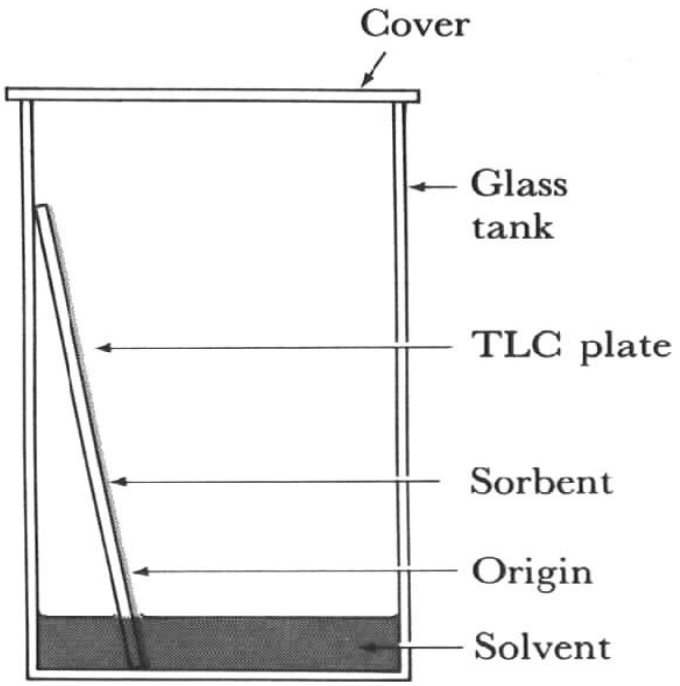
Thin Layer Chromatography (TLC)

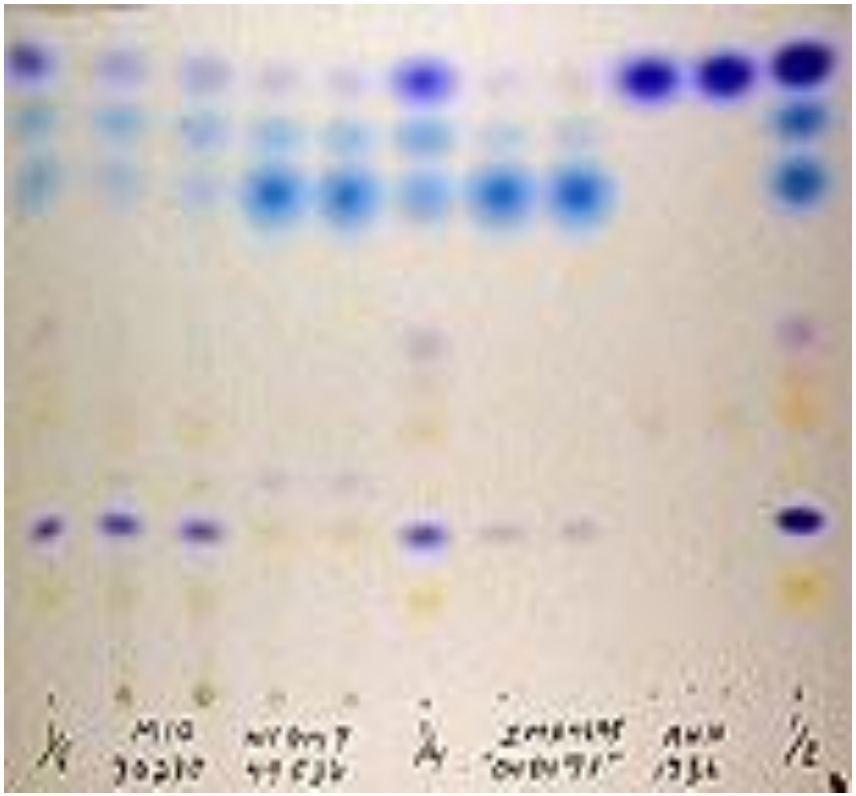






Thin Layer Chromatography (TLC)





كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

هذه الخطوات عملية سيتم شرحها بالتفصيل في المحاضرة وكذلك في المعمل

Step 1: Preparing the Chamber

- To a jar add enough of the appropriate developing liquid so that it is 0.5 to 1 cm deep in the bottom of the jar.
- Close the jar tightly, and let it stand for about 10 minutes so that the atmosphere in the jar becomes saturated with solvent.

كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 2: Preparing the stationary phase

A) Prepare the TLC plate:

Mix:

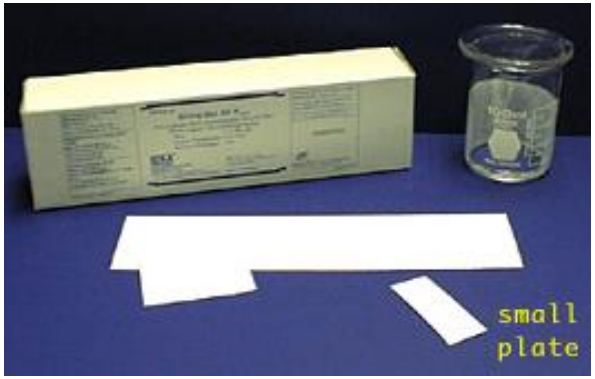
Adsorbent
Small amount of an inert binder ($CaSO_4$. $0.5H_2O$)
Water (solvent)

Spread a thin layer (no more than a few mm) of the mixture on plate

After the plate is dried, it is activated by heating in an oven for approximately 30 minutes at 110˚C

كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 2: Preparing the stationary phase

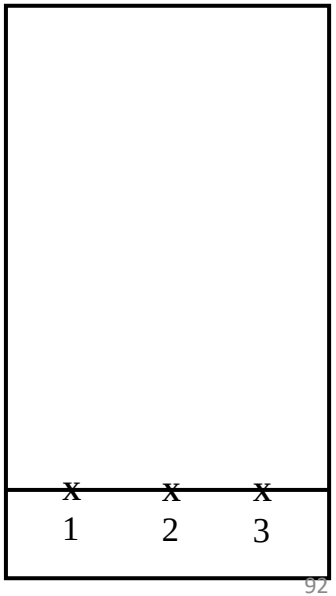


A) Prepare the TLC plate:

TLC plates are also commercially prepared and can be purchased ready for use.

B) Draw a line of origin approximately 0.5 cm from the bottom of the filter paper.

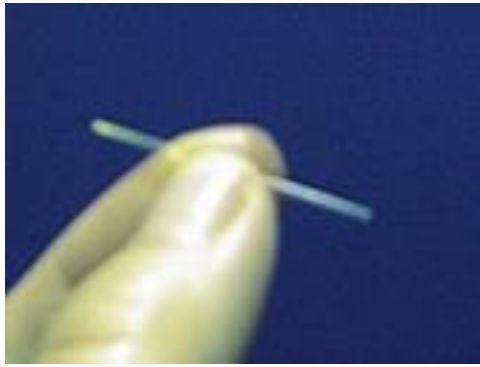
C) Indicate where each sample will be added.



كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 3: Spotting the samples

- If the sample isn't in solution, dissolve it in an appropriate solvent.

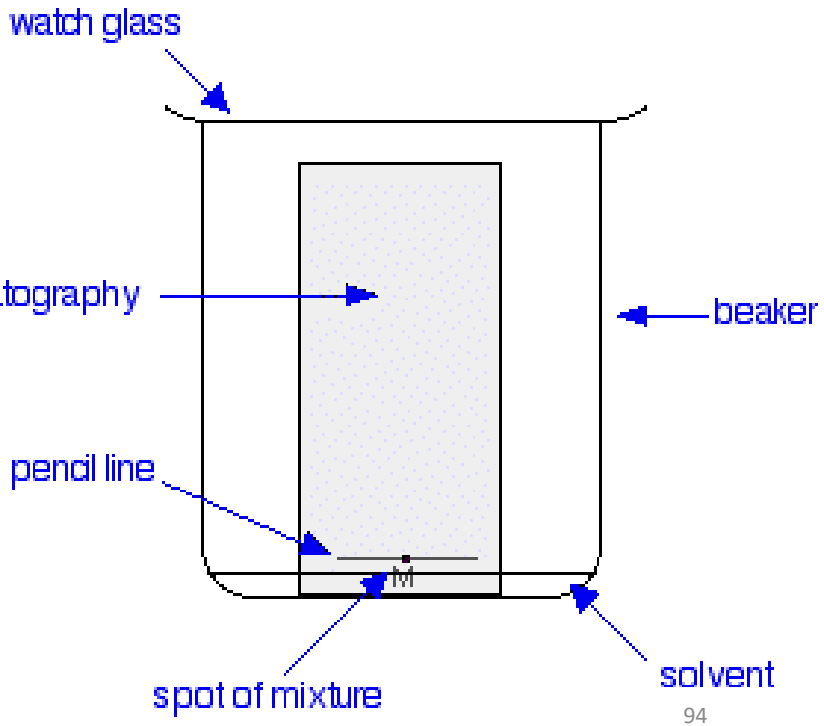


- Spot a small amount of sample onto the plate. Make sure the sample spot is dry before continuing.

كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 4: Developing the chromatograms

- When the sample spot has dried, the TLC plate is placed into the chamber containing the solvent.
- It is important that the sample spot is above the level of the solvent.



كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 4: Developing the chromatograms

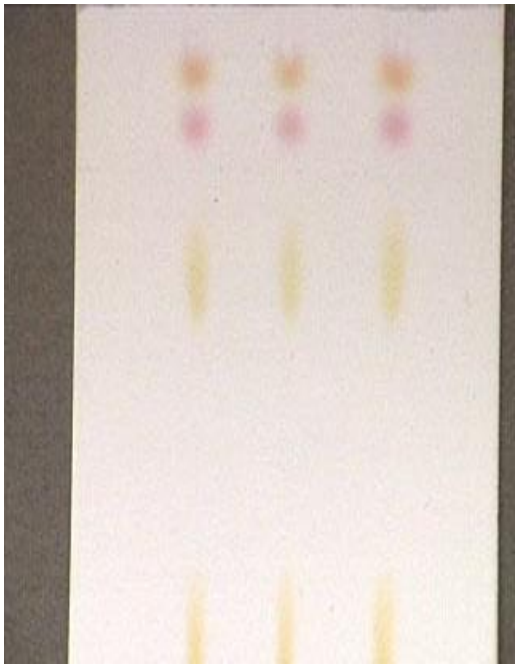
- Allow the solvent to rise until it almost reaches the top of the plate.
- Remove the plate from the chamber and mark the position of the solvent and front before it can evaporate.
- If the sample spots are visible, mark their positions.

كيفية تطبيق كروماتوجراف الطبقة الرقيقة
Applying the TLC

Step 5: Identify the spots and interpret the data

If the spots can be seen, outline them with a pencil.

If no spots are obvious, the most common visualization technique is to hold the plate under a UV lamp.



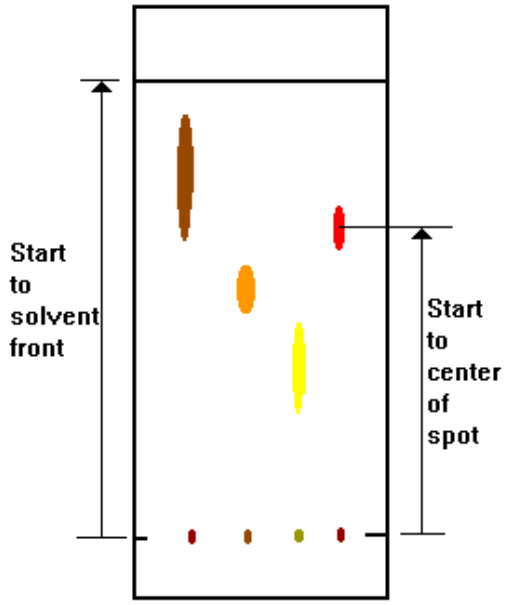
Many organic compounds can be seen using this technique, and many commercially made plates often contain a substance which aids in the visualization of compounds.

تفسير البيانات
Interpreting the Data

The **R_f** (retention factor- عامل الإعاقة) value for each spot should be calculated.

It is characteristic for any given compound on the same stationary phase using the same mobile phase for development of the plates.

$$R_f = \frac{\text{المسافة التي يقطعها المركب}}{\text{المسافة التي يقطعها المذيب}}$$



قيمة Rf قيمة نسبية قد تتأثر بعدة عوامل أهمها :

- ❖ الممتزات المستخدمة
- ❖ نظام المذيبات المستخدم
- ❖ درجة حرارة
- ❖ سماكة الطبقة الممتصة
- ❖ كمية مادة العينة التي تم رصدها

قد يكون من الصعب الحفاظ على كل هذه المتغيرات ثابتة من تجربة إلى أخرى.

- ❖ إذا كانت هناك مادتان لهما نفس قيمة Rf، فقد يكونان نفس المركب وقد لا يكونان.
- ❖ إذا كانت مادتان لهما قيم Rf مختلفة، فهما بالتأكيد ليسا نفس المركب.

TLC Applications
التطبيقات

- ✓ يمكن استخدامه لتحديد عدد المكونات في المخلوط.
- ✓ يمكن استخدامه للتعرف على وجود مركبات معينة / مركبات غير معروفة.
- ✓ يمكن استخدامه لمراقبة تقدم التفاعل.سيُظهر ما إذا كان أي من المتفاعلات قد اختفى، وما إذا ظهر أي منتج، وعدد المنتجات الموجودة.
- ✓ غالبا ما تستخدم لمراقبة التفاعلات العضوية.
- ✓ تُستخدم لتحديد الظروف المثالية للاستخدام في كروماتوغرافيا العمود.على سبيل المثال: أي نظام مذيب يجب استخدامه.
- ✓ كما أنها تستخدم لرصد كروماتوغرافيا العمود.
- ✓ تستخدم لتحديد نقاء العينة.

Advantages of TLC

- ✓ Low cost
- ✓ Short analysis time
- ✓ Ease of sample preparation
- ✓ All spots can be visualized
- ✓ Uses small quantities of solvents

- ✓ منخفض التكلفة
- ✓ وقت التحليل القصير
- ✓ سهولة تحضير العينة
- ✓ يمكن تصور كل البقع
- ✓ يستخدم بكميات قليلة من المذيبات

References:

Purification of Laboratory Chemicals text book , Sixth Edition • 2009**,** Wilfred L.F. Armarego and Christina Li Lin Chai, DOI:https://doi.org/10.1016/C2009-0-26589-5

Stock & Rice chromatographic methods, third edition, by John Willy & Sons, Inc 1994

A.I. Vogel, *Textbook of Quantitative chemical Analysis*, fifth edition, Longman, London 1975.

طرق الفصل الكيميائي – 252 كيم – تقنية مختبرات كيميائية – المملكه العربيه السعوديه.