

Mustansiriyah University
College Of Science
Department Of Chemistry



ORGANIC IDENTIFICATION LABORATORY



Asmaa A. Al-Mutash

Solubility Table

طريقة عمل الإذابة بصورة عامة

تؤخذ أنبوبة اختبار نظيفة وجافة ويضاف إليها كمية قليلة من المادة الصلبة أو ثلاث قطرات من المادة السائلة لل unknown ثم يضاف للأنبوبة مذيب مناسب كميته تقريبا (1 ml) وإذا أردنا الحصول على نتائج أفضل فإننا نضيف المذيب ثم نضع المادة المذابة حيث أن المادة الصلبة تتحول إلى سائلة أما المادة السائلة تتجانس وتظهر طبقة واحدة بدون طبقات أو تكتلات ووقت الإذابة (1-60) ثانية مع الرج بقوة ولا نحتاج إلى تسخين أبداً وإنما تتم العملية بدرجة حرارة المختبر.

المجموعة الاولى (S₂) Group

المذيب لهذه المجموعة (الماء والايثر) : لان مركبات هذه المجموعة تذوب بالماء فقط وتكون معه أواصر هيدروجينية ولا تذوب في الايثر ومن هذه المركبات:

Carbohydrate (Sugar), polyhydroxy compound, poly basic acids, salt of organic acid, amine hydrochlorides, amino acids, etc.

Note: -

If the compound is insoluble in water, solubility in ether should not be tested

ملاحظة :- إذا كان المركب غير قابل للذوبان في الماء، فلا يتم اختبار قابلية الذوبان في الأثير

المجموعة الثانية (S_A, S_B, S₁) Group

المذيب لهذه المجموعة هما (الماء والايثر) وتذوب فيها المركبات التي تحتوي على خمسة أو اقل من ذرات الكربون بحيث يذاب unknown في الماء ومن ثم يذاب بالايثر (ويُجرى هذا الاختبار في انبوبة اختبار جافة تماماً عند اذابة المادة العضوية unknown في الايثر) وهذه المجموعة تحتوي مجاميع فعالة خاصة بها وهي

S_A Mono functional Carboxylic acid ≤ 5 C.

S_B Mono functional Amine ≤ 6 C.

S₁ Mono functional ketone, Aldehyde, Alcohol ≤ 5 C.

المجموعة الثالثة (A₁, A₂) Group

المذيب المستخدم لهذه المجموعة هو (NaOH 5%) و (Na₂CO₃ 5%) تكون الإذابة أيونية وجميع المواد التي تمتلك خواص حامضية تذوب في NaOH حيث يتفاعل محلول (NaOH 5%) مع unknown الذي لا يذوب في الماء مكوناً ملاحاً ذائبة في الماء وبعد حصول إذابة unknown في محلول (NaOH 5%) يتم اختباره في محلول (Na₂CO₃ 5%) لأنها قاعدة ضعيفة تعمل على إذابة الحوامض القوية لذا المركبات التي تذوب في محلول هيدروكسيد الصوديوم وبيكاربونات الصوديوم تقع ضمن المجموعة A₁ وهي:-

Strong organic carboxylic acid > 6 C, phenol with electron with drawing groups in *ortho* and *para* positions.

ملاحظة :-

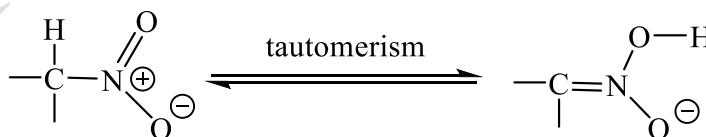
ان وجود المجاميع الساحبة يزيد من الصفة الحامضية وبالتالي زيادة قابلية الإذابة في محلول NaOH القاعدي لذلك تظهر الفينولات المعوضة بمجاميع ساحبة في مجموعة A₁ بسبب سلوكها الحامضي

بينما unknown الذي يذوب في محلول (NaOH 5%) ولا يذوب في محلول (Na₂CO₃ 5%) يقع ضمن المجموعة A₂ وهي:-

phenol, enol, oximes, imide, β- Di ketones etc.

ملاحظة :-

مركبات NO₂ المرتبطة بمجاميع كاربونيل وبسبب ال tautomerism تعد حوامض قوية بقوة الحوامض الكربوكسيلية وتصبح ذائبة في محلول (NaOH 5%) لذلك تذوب مركبات imide β- Di ketones and لكنها لا تذوب في محلول (Na₂CO₃ 5%).

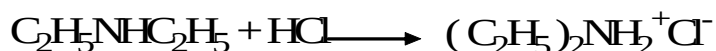


ملاحظة :-

الاسترات الذي تحتوي 6C او اقل تذوب في الماء وكذلك في محلول (NaOH 5%) بالرج المستمر بسبب تحللها المائي في القاعدة.

المجموعة الرابعة (B) Group (B)

المذيب لهذه المجموعة هو 5% HCl: أن المركبات التي تذوب في هذا المذيب تمتلك خواص قاعدية ومعظمها يحتوي على ذرة نيتروجين والتي تتفاعل مع 5% HCl مكونة أملاح ذائبة في الماء. ان الامينات الالفاتية (1° و 2° و 3°) لها قابلية على الذوبان في 5% HCl بسبب تكوين املاح ايونية عند التفاعل مع الحامض المخفف لذلك تذوب فيه



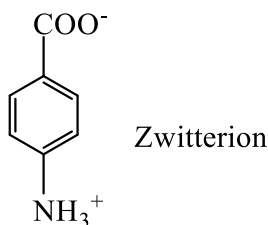
ذائب في الماء

تكون الامينات الاروماتية الاولى والاميدات > اقل قاعدية من الامينات الالفاتية الاولى بسبب احتوائها لمجموعة ساحبة لكن مع ذلك فهي تذوب في 5% HCl بينما الامينات الاروماتية الثالثة غير ذائبة فيه وذلك لكثرة المجاميع الساحبة التي تقلل القاعدية بشكل كبير جداً وتمنع المزدوج الالكتروني الموجود على N من المشاركة وتكوين ملح ذائب

ومن المركبات التي تقع ضمن هذه المجموعة:

Aliphatic amine with 8 or more C atoms, anilines (only one phenyl attached to nitrogen).

- المركب *p*-amino benzoic acid يذوب في 5% HCl بسبب وجود مجموعتين فعالة (COOH و NH₂) لكن هذا المركب يذوب اكثر في محلول مخفف 5% NaOH لان مجموعة NH₂ دافعة اي ان الزوج الالكتروني الذي يهب الى الحامض يكون داخل resonance لذلك عندما يدخل resonance تقل القاعدية ولهذا السبب تكون COOH اكثر فعالية في الاذابة (اي يتصرف كحامض).



(ايون متأين داخلياً)

المجموعة الخامسة (N₁) Group

المذيب لهذه المجموعة هو (Conc. H₂SO₄) و (Conc. H₃PO₄) ان من اهم المركبات الذائبة في (Conc. H₂SO₄) هي المركبات العضوية الاوكسجينية التي تحتوي على ذرة (O) في تركيبها وهي (الكحولات, الالديهيدات, الكيتونات) وذوبانها يعود الى القاعدية لذرات الاوكسجين الموجودة فيها وكذلك يعمل حامض (Conc. H₂SO₄) على اذابة المركبات غير المشبعة مثل (alkyne, alkene) ومعظم المركبات العضوية الحاوية على مجاميع فعالة (O,N) بعد الاذابة بحامض (Conc. H₂SO₄) يستخدم (Conc. H₃PO₄) كمذيب والميزة الخاصة لهذا المذيب هو قابليته على اذابة المركبات الاوكسجينية بدون توليد حرارة وتفحم والمركبات التي تذوب فيهما على التوالي تقع ضمن المجموعة N₁ هي

(Alcohol, Aldehyde, Ester) >5 C, methyl ketone, and Cyclo ketone

ملاحظة:-

عند اجراء اختبار الاذابة بالحوامض المركزة يجب ان تكون أنبوبة الاختبار جافة ونظيفة

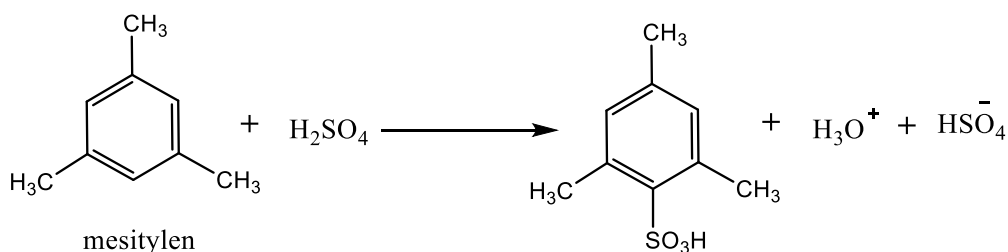
ونستدل على الاذابة ب (Conc. H₂SO₄) إذا ظهر التالي:

- 1- تغير اللون في الاغلب في حالة السوائل
 - 2- ذوبان ال unknown أو تكون راسب كثيف.
 - 3- ارتفاع درجة الحرارة أو تحرر غاز.
 - 4- تكون مادة بوليمرية جديدة .
- أن وجود الماء او الرطوبة يؤدي إلى رفع درجة الحرارة وبالتالي الكشف يكون غير واضح.

المجموعة السادسة (N₂) Group

المذيب المستخدم لهذه المجموعة هو (Conc. H₂SO₄) و (Conc. H₃PO₄) ان مركبات هذه المجموعة تذوب في (Conc. H₂SO₄) فقط ولا تذوب في (Conc. H₃PO₄) وتشمل المركبات Ketone not mentioned in N₁

المركب الوحيد الذي يذوب في $\text{Conc. H}_2\text{SO}_4$ ولا يحتوي على مجموعته فعالة هو



المجموعة السابعة (I) Group

هي المجموعة الأخيرة وتحتوي المركبات التي لا تذوب في $\text{Conc. H}_2\text{SO}_4$ ولا تحتوي أي مجموعة فعالة وتشمل: -

- 1- Aromatic hydrocarbon (benzene, toluene).
- 2- Aliphatic hydrocarbon (heptane).
- 3- Aryl and Alkyl halides.

كشف الحامضية Acidity test

وهو كشف مهم ويُجرى لكل مجهول حيث أنه بالاعتماد على الفينولفثالين Phenolphthalein أو pH paper نتعرف على خاصية المادة المجهولة هل هي حامضية، قاعدية، أم متعادلة وكالاتي:-

المواد التي تذوب في الماء يتم اختبار الحامضية لها بواسطة pH paper.

أما التي لا تذوب في الماء فيتم اختبار الحامضية بواسطة دليل الفينولفثالين Phenolphthalein وكالاتي:-

نأخذ قطرتين من السائل المجهول أو كمية قليلة من المادة الصلبة ويضاف إليها 2ml من الميثانول، ثم نضيف قطرتين من دليل الفينولفثالين إلى أنبوبة الاختبار التي تحتوي على المجهول ثم نضيف قطرة قطرة من محلول (2% NaOH) إلى المجهول ونلاحظ تغير لون الدليل

- إذا تحول المحلول إلى لون وردي بعد إضافة قطرة واحدة أو قطرتين من محلول (NaOH 2%) يعني أن المادة المجهولة متعادلة (alcohol, ketone, ester,etc.).

- إذا تحول المحلول إلى لون وردي بعد اضافة (3-5) قطرة او اكثر من محلول (NaOH 2%) يعني ان المادة المجهولة حامضية وكلما استهلك كمية اكثر من القاعدة هذا يعني ان المادة حامضية قوية.
- إذا تحول المحلول إلى اللون الوردي مباشرةً بعد اضافة ph.ph بدون اضافة اي قطرة من محلول (NaOH 2%) يعني ان المادة المجهولة قاعدية.

ملاحظة:-

دليل الفينولفثالين ph.ph لونه وردي (pink) في المحيط القاعدي ويكون عديم اللون (colorless) في المحيط الحامضي

تعتبر هذه الطريقة كشف ثانوي عن الحوامض الكربوكسيلية

4- Test for unsaturation: -

i. Test with bromine: -

يعاني البروم تفاعل اضافة مع اغلب المركبات الحاوية على اواصر غير مشبعة ويتفاعل ايضاً مع المركبات التي تتفاعل بسهولة بإزاحة الهيدروجين و تحرير HBr بالجذور الحرة.

Procedure

Take a solution or suspension of the compounds in CCl_4 in a clean test tube and add drop by drop (with shaking) a solution of (5%) Br_2/CCl_4 until the bromine water persists, and note the changes: -

Observation	inference
The rapid disappearance of color and the lack of release of HBr gas.	indicate the presence of unsaturated compounds.
The color disappears with the release of HBr gas.	aldehydes, and ketones ($\text{C}=\text{O}$).
White turbidity in the solution with the release of HBr gas.	phenols, aromatic amines, and enols

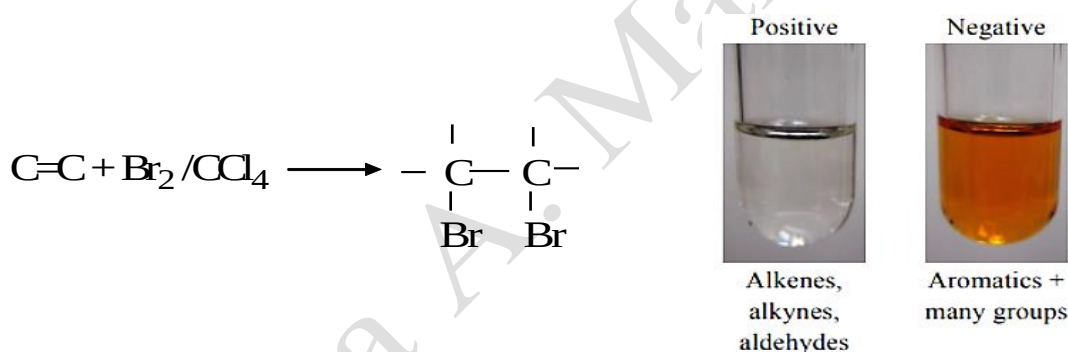
*ان اختفاء اللون الاحمر للبروم خلال دقيقة واحدة على الاقل يدل على حدوث تفاعل اضافة البروم الى مركبات $C=C$ و $C\equiv C$

كشف ماء البروم في رابع كلوريد الكربون يستعمل للكشف عن الأصرة الثنائية والثلاثية ويجب أن يرافقه Baeyer test .

*اما المركبات الحاوية على مجاميع ذات سالبية كهربائية عالية على ذرات الكربون المشتركة في الاصرة المزدوجة يؤدي إلى بطء عملية الإضافة وفي بعض الحالات يمنع التفاعل ولا تعطي كشف البروم.

*المركب الذي يتفاعل مع Br_2 بدون تحرير HBr يفترض ان يكون غير مشبع ولأجل زيادة التأكد على وجود الاصرة المزدوجة يتم اجراء كشف باير .

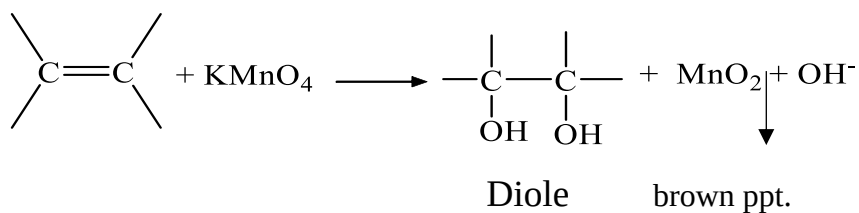
* ان خروج HBr عند اضافة Br_2 يدل على وجود (أمين , فينول , الديهاليد , كتيون يحتوي α -hydrogen).



ii. Baeyer test: - test with alkaline $KMnO_4$ solution.

اساس الكشف يعتمد على حقيقة ان المركبات السريعة الاكسدة تختزل ايون البرمنغنات وتسبب اختفاء اللون الارجواني وظهور راسب بني لأوكسيد المنغنيز ويكون هذا الكشف موجب لالكينات والالكينات .

Take a solution/suspension of the unknown in a saturated solution of $NaHCO_3$ in clean test tube and add a few drops of $KMnO_4$ and shake well. Disappearance of $KMnO_4$ and formation of brown ppt., that confirm a given compound is unsaturated.



*** Heating is forbidden in this test.**

ملاحظة :- نجاح الكشفين (كشف البروم وكشف باير) يدل على وجود اصرة غير مشبعة .

Positive



Alkenes,
alkynes, some
alcohols +
aldehydes

Negative



Aromatics +
Many groups