**جامعة الشام الخاصة**

**كلية الصيدلة**

**قسم الكيمياء الصيدلانية والمراقبة الدوائية**

**المقرر : الإصطناع الدوائي العملي**

# ((تحضير صفصفات الميثيل))

**الدكتور : نواف مظفر**

# تحضير صفصفات الميثيل

## المبدأ:

- تحضير صفصفات المثيل: هو تفاعل أسترة وهو تفاعل حمضي كربوكسيلي مع غول للحصول على استر وينتج ماء.
- وتفلعل الأسترة هو تفاعل عكوس ومتوازن و بطيء (قد يستمر أيام)

لتسريع التفاعل ولزيادة كمية الأستر(زيادة كمية المواد الناتجة) نقوم ب:

1. تحميض الوسط : استخدمنا حمض الكبريت لجعل التفاعل باتجاه واحد.
2. استخدام الحرارة.

في تجربتنا هذه لدينا تفاعل أسترة ما بين:
حمض الصفصاف وهو الحمض الكربوكسيلي ، الميثانول وهو الغول، وينتج لدينا صفصفات الميثيل وهو الأستر، أما الحمض المستخدم لتسريع التفاعلفهو حمض الكبريت الكثيف وفق التفاعل التالي:

## طريقة العمل:

- ✓ نضع في فيول سعته 150ml مقدار 5g ( أخذنا 2.5g) من حمض الصفصاف ومقدار 15ml من الميثانول ثم قطرتين من حمض الكبريت الكثيف.
- ✓ يثبت الفيول ثم نقوم بتسخين المزيج على حمام مائي درجة حرارته 80 درجة مئوية لمدة نصف ساعة ونركب المبرد الصاعد، ويتم حساب الزمن بعد سقوط أول قطرة ميثانول من المبرد الصاعد على الفيول.
- ✓ يرفع الفيول عن الحمام المائي ويكشف (أي نزيل المبرد والفلينة) ويترك ليبرد ببطء، فتتبلور مادة صفصفات الميثيل في الوسط، البلورات لها رائحة الفيكس.

- ✓ إذا لم يحدث تبلور يرفع المبرد الصاعد ويستمر بالتسخين لمدة ربع ساعة إضافية (يوضع الفيول بدون مبرد صاعد) ثم يبرد من جديد، معظم الحالات تتشكل البلورات من أول مرة.
- ✓ بعد تشكل البلورات نرشح على ورقة ترشيح ونوزن لحساب المردود.

## الأدوات المستخدمة:

فيول، مبرد صاعد، حمام مائي، ورقة ترشيح.

المبرد الصاعد: هو أنبوب طويل يقوم بتكثيف الأبخرة، يكون بطول عدة أمتار في المعامل والمخابر الصناعية.

## ملاحظات مهمة

1. يملك حمض الصفصاف وظيفتين حمضية كربوكسيلية وغولية، وتفاعل الأسترة يجري على الوظيفة الكربوكسيلية.
2. يجب أن يكون الفيول المستخدم جافاً تماماً (يغسل الفيول بشكل جيد ثم يحفظ).
3. يجب ألا تزيد درجة الحمام المائي عن 80 درجة مئوية، ويمكن أن تكون درجة الحرارة أقل من 80 وهذا لا يسبب مشكلة.
4. يتطاير الميثانول عند الدرجة 70 درجة مئوية ( درجة غليانه 70)، ونحن نسخن إلى الدرجة 80، فلمنع تطاير الميثانول نقوم بوضع المبرد الصاعد حيث يقوم بتكثيف أبخرة الميثانول وبالتالي لا يتأثر المردود العملي.
5. يجب إغلاق الفراغات بين الفلينة وكل من المبرد والفيول بواسطة قطعة ورق (وليس محارم لأنها تمتص الأبخرة)، وذلك لمنع تسرب الميثانول.
6. يجب ألا يلامس قعر الفيول قعر الحمام المائي.
7. نبدأ بحساب الزمن بعد سقوط أول قطرة ميثانول من طرف المبرد في الفيول، وبعدها نلاحظ بدء تشكل البلورات على حواف الفيول بكل حلقة، إذا لم تتشكل البلورات نتركه 5 دقائق حتى تتشكل البلورات.
8. نترك الفيول ليبرد ببطء، ولا نضعه في الهواء (على الشباك)، ويفضل وضعه على دفتر لا يلامس الطاولة.

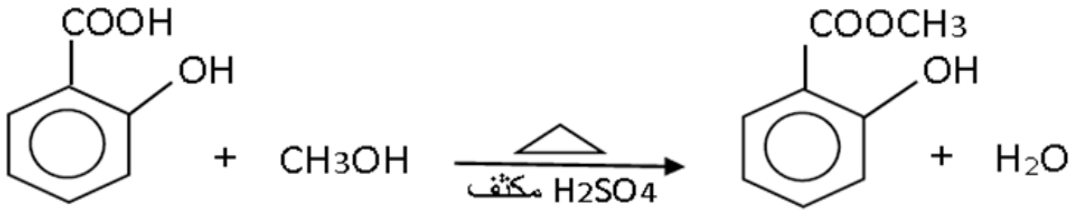
**التبريد ببطء يساعد على تشكل بلورات كبيرة وإبرية**

9. إذا وقع جزء من الفلينة في الفيول فيجب عدم تحريكها أو إزالتها لأن ذلك يؤدي إلى تكسر البلورات،لكن ينتج لدينا بلورات بلون أصفر **( يجب أن تكون البلورات بيضاء لكن الأهم هو شكل البلورات وكميتها).**

# ملاحظات هامة

- ☒ صفصفات الميثيل مادة ذات قوام سائل عديم اللون أو مصفر قليلاً ولها رائحة مميزة هي رائحة الفيكس.
- ☒ تتواجد صفصفات الميثيل في العديد من الكريمات والمراهم التي تستخدم لعلاج تشنجات المفاصل بلسم مسكن للآلام، ولتسكين آلام الظهر والروماتيزم.
- ☒ تستخدم خارجياً.
- ☒ قوام صفصفات الميثيل هو سائل، لكن يتشكل لدينا بلورات صلبة نتيجة تشكل روابط هيدروجينية بين كل جزيئيتين من الاستر.

## لحساب مردود التفاعل




(152x2.5)÷138 = 2.5 g .... المردود النظري

**لحساب المردود العملي :** نقوم بوزن ورقة الترشيح قبل وضع البلورات عليها، ثم نقوم بوزنها مع البلورات ونطرح الوزنين.

**مثل: وزن ورقة الترشيح فارغة = g1.7 ، وزن الورقة مع البلورات = g4.5**

**وزن البلورات = 4.5 – 1.7 = g2.8**

**نحسب المردود المئوي من العلاقة :**

**( المردود العملي / المردود النظري)x 100 = المردود**

**((من الطبيعي أن يكون المردود المئوي أكبر من 100% والسبب احتواء البلورات على شوائب وماء.))**

# ((((تذكرة))))

## طرق تنقية المواد من الشوائب:

المواد الصلبة: عن طريق البلورة المتكررة متل صفصفات الميثيل.

المواد السائلة: عن طريق التقطير بالاعتماد عن درجة الغليان.

## تذكير بعملية البلورة المتكررة:

- البلورة المتكررة من أهم التقانات المستخدمة لتنقية المركبات العضوية الصلبة لاسيما المحضرة بالاصطناع.
- فعندما نعزل هذه المركبات من الأوساط الكيميائية تكون مشوبة بكميات صغيرة من مركبات أخرى غير مرغوب بها مثل بقايا الكواشف الأولية غير المتفاعلة أوبعض المركبات الثانوية المتشكلة.
- تستند هذه التقانة إلى أن المواد الصلبة تكون في معظم الحالات أكثر انحلالاً في المحلات الحارة منها في المحلات الباردة.
-

## تذكرة بمراحل عملية البلورة:

1. إذابة المادة الخام في كمية مناسبة من محل مناسب عند درجة الغليان أو بالقرب منها ( تحضير المحلول الساخن) ويجب حل المادة بأقل كمية ممكنة من المحل ( نضع الكميات بالتدريج ليسهل التخلص من المحل).
2. ترشيح المحلول الساخن لفصل الشوائب غير المنحلة (الترشيح الساخن).
3. تبريد المحلول الساخن من أجل بلورة المادة، يتم التبريد ببطء أي بدرجة حرارة المخبر لنحصل على بلورات جيدة (كبيرة).
4. فصل البلورات عن المحل الطافي أو السائل الأم (الترشيح).
5. تجفيف البلورات الناتجة.

## تذكرة بصفات المحل المستخدم:

- أن يحل المادة المراد تنقيتها بشكل جيد في درجة حرارة مرتفعة وبشكل ضعيف في درجة حرارة المخبر، وأن تكون الشوائب جيدة الانحلال بالبرودة وضعيفة الانحلال بالحرارة.
- أن يؤمن تشكل بلورات جيدة من المركب النقي.
- أن تكون درجة حرارته منخفضة نسبياً بحيث يسهل إزالته من بلورات المادة.
- ألا يتفاعل كيميائياً مع المادة المراد تنقيتها، وأن يتحرربسهولة من المادة .
- في حال وجود أكثر من محل مناسب نستخدم المحل الأرخص ثمناً والأكثر أماناً والأقل قابلية للاشتعال.

# (((ذاتية المواد المستخدمة في التجربة)))

## حمض الصفصافsalicylic acid:

**الصيغة المجملة**: C7H6O3

**الخواص الفيزيائية والانحلالية**:

مسحوق بلوري أبيض أو عديم اللون، بلورته إبرية الشكل أو رقيقة، قليل الانحلال بالماء، وجيد الانحلال بالكحول.

**الاستعمال:**

يستخدم كمقشر، يستخدم لعلاج بعض مشاكل الجلد مثل قشر الرأس والتخلص من الطبقات الدهنية ( التهاب الجلد seborrhoeic dermatitis)
(الصدفيةpsoriasis، وحب الشباب acne).

- يستخدم لعلاج الثآليل ومسامير القدم plantar warts .
- يستخدم مضاد فطور لعلاج الفطريات الجلدية.
- يستعمل كمطهر antiseptic، ويستخدم لعلاج الأكزيما.

## صفصفات الميثيل:

**الاسم العلمي: methy 2-hydroxy benzoate**

**الصيغة المجملة C8H8O3.**

**الخواص الفيزيائية والانحلالية:**

سائل عديم اللون أو مصفر قليلاً، قليل الانحلال جداً بالماء ويمتزج بالكحول.

**الاستعمال**:

- مضاد تهيج مخفف لألام العضلات والعظام واضطرابات المفاصل analgesic.
- يستخدم في اضطرابات الأوعية الدموية الطرفية الصغيرة متل تورم الأصابع.
- يستخدم لتخفيف الاحتقان الأنفي.

## الميثانول methanol

**الاسم العلمي methyl alcohol**

**الصيغة المجملة CH3OH.**

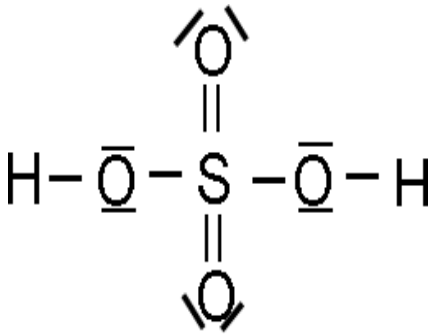
**الخواص الفيزيائية والانحلالية:**

سائل ترطيب عديم اللون قابل للاشتعال ، درجه غليانه 64، قابل للامتزاج مع الماء والكحول ومعظم المركبات العضوية، له رائحة مميزة.

**الاستعمال:**

يستخدم كمحل صناعي ، ومادة أولية في تحضير العديد من المركبات، لا يستخدم في الجسم البشري لأنه سام.

## حمض الكبريت الكثيف sulfuric acid



**الاسم العلمي: sulfuric acid**

**الصيغة المجملة: H2SO4**

**الخواص الفيزيائية والانحلالية**:

سائل عديم اللون استرطابي، قابل للامتزاج مع الماء والكحول مع انتاج حرارة شديدة، مخرش.

**الاستعمال:**

له استخدامات واسعة في الصناعة ، مادة مؤكسدة ، يستخدم في صناعة الأصباغ والكحولات والبلاستيك.