

مقرر: عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية 1

كلية: الصيدلة

مدرس المقرر: د. بشير داودي

الرمز: PHCC 629

# الجلسة الأولى مدخل إلى عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية

## مقدمة عامة

✓ تهتم الكيمياء الدوائية الصيدلانية بدراسة بنية، وتركيب المواد الدوائية والصيدلانية، وخصائصها الفيزيائية والكيميائية، وتأثيراتها الفيزيولوجية، وعلاقة البنية بالتأثير، بالإضافة إلى دراسة تلك المواد من الناحية التحليلية.

✓ يتطلب عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية إلماماً جيداً بالكيمياء العامة، والعضوية، والفيزيائية، والتحليلية.

## محاور الدراسة في القسم العملي

- يتضمن القسم العملي دراسة المواد الدوائية والصيدلانية من حيث:
- ✓ الاستخدامات الصيدلانية و/أو العلاجية.
  - ✓ الموصفات الفизيائية، والكيميائية.
  - ✓ التحقق من الذاتية (Identification).
  - ✓ إجراء بعض الاختبارات الخاصة (Specific tests).
  - ✓ إجراء بعض اختبارات النقاوة (Purity tests).
  - ✓ إجراء المقايسة (Assay).

## لمحة عن دستور الأدوية

- ✓ تعد دساتير الأدوية (USP, BP & JP) المرجع الرئيس لدراسة عملی هذا المقرر.
- ✓ يتتألف دستور الأدوية من عدة مجلدات تتناول بشكل رئيس ملاحظات عامة (General Notices)، فصولاً عامة و خاصة، وأفروادات (Monographs) المواد الدوائية والصيدلانية الأولية، والمستحضرات الدوائية.
- ✓ تسعى دساتير الأدوية المختلفة إلى بناء نظام معياري موحد يضبط جودة، ونقاوة، وفعالية، وأمان المواد والمنتجات الصيدلانية، وإيجاد أرضية ملائمة لصناعة دوائية جيدة.
- ✓ يتم تنظيم المعلومات المتعلقة بالمواد والمنتجات الصيدلانية ضمن أفروادات خاصة تضم معلومات عن اسم المادة، وتعريفها، وبنيتها، وصيغتها المجملة، وزنها الجزيئي، ورقم تصنيفها الخاص CAS، ووصفها الفيزيائي، وانحلاليتها، وطريقة مقايستها، واستعراضها، ومعالم جودتها، واختبارات نقاوتها، واختبارات أخرى نوعية خاصة بها.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)



Home >> BP2020 (10.0) >> Monographs: Medicinal and Pharmaceutical Substances >> Sodium Chloride

Table of Contents Content

 Print

You are viewing the BP 2020 (incorporating Ph.Eur. Supplement 10.0, effective 01/01/2020)

Search within this version 

Type a keyword or a title  

[Advanced Search](#)

**Sodium Chloride<sup>1</sup>**  

[General Notices](#)

(*Ph. Eur.* monograph 0193)

NaCl 58.44 7647-14-5

### Action and use

Used in treatment of electrolyte deficiency.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### Preparations

[Compound Glucose, Sodium Chloride and Sodium Citrate Oral Solution](#)  
[Oral Rehydration Salts](#)  
[Potassium Chloride and Sodium Chloride Infusion](#)  
[Potassium Chloride, Sodium Chloride and Glucose Infusion](#)  
[Sodium Chloride Eye Drops](#)  
[Sodium Chloride Eye Lotion](#)  
[Sodium Chloride Eye Ointment](#)  
[Sodium Chloride Infusion](#)  
[Sodium Chloride and Glucose Infusion](#)  
[Sodium Chloride Irrigation Solution](#)  
[Compound Sodium Chloride Mouthwash](#)  
[Sodium Chloride Nebuliser Solution](#)  
[Sodium Chloride Oral Solution](#)  
[Sodium Chloride Solution](#)  
[Sodium Chloride Soluble Tablets](#)

Ph Eur

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### DEFINITION

#### Content

99.0 per cent to 100.5 per cent (dried substance).

### ◆ CHARACTERS

#### Appearance

White or almost white, crystalline powder or colourless crystals or white or almost white pearls.

#### Solubility

Freely soluble in water, practically insoluble in anhydrous ethanol.◆

### IDENTIFICATION

- It gives reaction (a) of chlorides ([2.3.1](#)).
- It gives the reactions of sodium ([2.3.1](#)).

### TESTS

◊ *If the substance is in the form of pearls, crush before use.*◊

#### Solution S

Dissolve 20.0 g in [carbon dioxide-free water R](#) prepared from [distilled water R](#) and dilute to 100.0 mL with the same solvent.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### ♦ Appearance of solution

Solution S is clear (2.2.1) and colourless (2.2.2, Method II).♦

### Acidity or alkalinity

To 20 mL of solution S add 0.1 mL of *bromothymol blue solution R1*. Not more than 0.5 mL of *0.01 M hydrochloric acid* or *0.01 M sodium hydroxide* is required to change the colour of the indicator.

### Bromides

Maximum 100 ppm.

To 0.5 mL of solution S add 4.0 mL of *water R*, 2.0 mL of *phenol red solution R2* and 1.0 mL of a 0.1 g/L solution of *chloramine R* and mix immediately. After exactly 2 min, add 0.15 mL of *0.1 M sodium thiosulfate*, mix and dilute to 10.0 mL with *water R*. The absorbance (2.2.25) of the solution measured at 590 nm, using *water R* as the compensation liquid, is not greater than that of a standard prepared at the same time and in the same manner, using 5.0 mL of a 3.0 mg/L solution of *potassium bromide R*.

### Ferrocyanides

Dissolve 2.0 g in 6 mL of *water R*. Add 0.5 mL of a mixture of 5 mL of a 10 g/L solution of *ferric ammonium sulfate R* in a 2.5 g/L solution of *sulfuric acid R* and 95 mL of a 10 g/L solution of *ferrous sulfate R*. No blue colour develops within 10 min.

### Iodides

Moisten 5 g by the dropwise addition of a freshly prepared mixture of 0.15 mL of *sodium nitrite solution R*, 2 mL of *0.5 M sulfuric acid*, 25 mL of *iodide-free starch solution R* and 25 mL of *water R*. After 5 min, examine in daylight. The mixture shows no blue colour.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### Nitrites

To 10 mL of solution S add 10 mL of [water R](#). The absorbance (2.2.25) is not greater than 0.01 at 354 nm.

### Phosphates (2.4.11)

Maximum 25 ppm.

Dilute 2 mL of solution S to 100 mL with [water R](#).

### Sulfates (2.4.13)

Maximum 200 ppm.

Dilute 7.5 mL of solution S to 30 mL with [distilled water R](#).

### Aluminium (2.4.17)

Maximum 0.2 ppm, if intended for use in the manufacture of peritoneal dialysis solutions, haemodialysis solutions or haemofiltration solutions.

*Prescribed solution* Dissolve 20.0 g in 100 mL of [water R](#) and add 10 mL of [acetate buffer solution pH 6.0 R](#).

*Reference solution* Mix 2 mL of [aluminium standard solution \(2 ppm Al\) R](#), 10 mL of [acetate buffer solution pH 6.0 R](#) and 98 mL of [water R](#).

*Blank solution* Mix 10 mL of [acetate buffer solution pH 6.0 R](#) and 100 mL of [water R](#).

### ♦ Arsenic (2.4.2, Method A)

Maximum 1 ppm, determined on 5 mL of solution S.♦

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### Barium

To 5 mL of solution S add 5 mL of *distilled water R* and 2 mL of *dilute sulfuric acid R*. After 2 h, any opalescence in the solution is not more intense than that in a mixture of 5 mL of solution S and 7 mL of *distilled water R*.

### Iron (2.4.9)

Maximum 2 ppm, determined on solution S.

Prepare the standard using a mixture of 4 mL of *iron standard solution (1 ppm Fe) R* and 6 mL of *water R*.

### Magnesium and alkaline-earth metals (2.4.7)

Maximum 100 ppm, calculated as Ca and determined on 10.0 g.

Use 0.150 g of *mordant black 11 triturate R*. The volume of *0.01 M sodium edetate* used is not more than 2.5 mL.

### Potassium

Maximum 500 ppm, if intended for use in the manufacture of parenteral preparations or haemodialysis, haemofiltration or peritoneal dialysis solutions.

Atomic emission spectrometry (2.2.22, *Method I*).

*Test solution* Dissolve 1.00 g in *water R* and dilute to 100.0 mL with the same solvent.

*Reference solutions* Dissolve 1.144 g of *potassium chloride R*, previously dried at 100-105 °C for 3 h, in *water R* and dilute to 1000.0 mL with the same solvent (600 µg of K per millilitre). Dilute as required.

*Wavelength* 766.5 nm.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (BP 2020)

### Loss on drying (2.2.32)

Maximum 0.5 per cent, determined on 1.000 g by drying in an oven at 105 °C for 2 h.

### ♦ **Bacterial endotoxins (2.6.14)**

Less than 5 IU/g, if intended for use in the manufacture of parenteral preparations without a further appropriate procedure for removal of bacterial endotoxins.♦

## ASSAY

Dissolve 50.0 mg in *water R* and dilute to 50 mL with the same solvent. Titrate with *0.1 M silver nitrate* determining the end-point potentiometrically (2.2.20).

1 mL of *0.1 M silver nitrate* is equivalent to 5.844 mg of NaCl.

### ♦ **LABELLING**

The label states:

- where applicable, that the substance is suitable for use in the manufacture of parenteral preparations;
- where applicable, that the substance is suitable for use in the manufacture of peritoneal dialysis solutions, haemodialysis solutions or haemofiltration solutions.♦

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

---

### Sodium Chloride

---

Portions of this monograph that are national *USP* text, and are not part of the harmonized text, are marked with symbols (♦) to specify this fact.

NaCl            58.44

Sodium Chloride [7647-14-5].

#### DEFINITION

Sodium Chloride contains NLT 99.0% and NMT 100.5% of sodium chloride (NaCl), calculated on the dried basis.

#### IDENTIFICATION

- A. [IDENTIFICATION TESTS—GENERAL \(191\), Sodium](#): Meets the requirements
- B. CHLORIDE

**Sample solution:** 3 mg of Sodium Chloride in 2 mL of water

**Analysis:** Acidify the *Sample solution* with diluted nitric acid, and add 0.4 mL of [silver nitrate TS](#). Shake, and allow to stand. A curdled, white precipitate is formed. Centrifuge, wash the precipitate with three 1-mL portions of water, and discard the washings. Carry out this operation rapidly in subdued light, disregarding the fact that the supernatant may not become perfectly clear. Suspend the precipitate in 2 mL of water, and add 1.5 mL of 10 N [ammonium hydroxide](#).

**Acceptance criteria:** The precipitate dissolves easily with the possible exception of a few large particles, which dissolve more slowly.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

### ASSAY

- PROCEDURE

**Sample:** 50 mg of Sodium Chloride

**Analysis:** Dissolve the *Sample* in 50 mL of water, and titrate with [0.1 N silver nitrate VS](#) (see [Titrimetry \(541\)](#)), determining the endpoint potentiometrically. Each mL of 0.1 N silver nitrate is equivalent to 5.844 mg of sodium chloride (NaCl).

**Acceptance criteria:** 99.0%–100.5% on the dried basis

### IMPURITIES

- **ALUMINUM** (where it is labeled as intended for use in the manufacture of peritoneal dialysis solutions, hemodialysis solutions, or hemofiltration solutions)

**Buffer:** Dissolve 50 g of ammonium acetate in 150 mL of water, adjust with [glacial acetic acid](#) to a pH of 6.0, and dilute with water to 250 mL.

**Aluminum standard solution:** To 352 mg of [aluminum potassium sulfate](#) in a 100-mL volumetric flask add a few mL of water, and swirl to dissolve. Add 20 mL of diluted sulfuric acid, dilute with water to volume, and mix. Immediately before use, transfer 1.0 mL of this solution to a 100-mL volumetric flask, and dilute with water to volume.

**Sample solution:** Dissolve 20.0 g of Sodium Chloride in 100 mL of water, and add 10 mL of *Buffer*. Extract this solution with successive portions of 20, 20, and 10 mL of a 0.5% solution of [8-hydroxyquinoline](#) in [chloroform](#), combining the [chloroform](#) extracts in a 50-mL volumetric flask. Dilute the combined extracts with [chloroform](#) to volume.

**Standard solution:** Prepare a mixture of 2.0 mL of *Aluminum standard solution*, 10.0 mL of *Buffer*, and 98 mL of water. Extract this mixture as described for the *Sample solution*, and dilute the combined extracts with chloroform to volume.

**Blank solution:** Prepare a mixture of 10 mL of *Buffer* and 100 mL of water. Extract this mixture as described for *Sample solution*, and dilute the combined extracts with chloroform to volume.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

### Instrumental conditions

(See [Fluorescence Spectroscopy \(853\)](#).)

**Mode:** Fluorescence

**Excitation wavelength:** 392 nm

**Emission wavelength:** 518 nm

### Analysis

**Samples:** Sample solution, Standard solution, and Blank solution. Use the Blank solution to set the instrument to zero.

Determine the fluorescence intensities of the Sample solution and Standard solution.

**Acceptance criteria:** The fluorescence of the Sample solution does not exceed that of the Standard solution (0.2 ppm).

- [ARSENIC \(211\), Method I](#): NMT 1 ppm,
- **BARIUM**

**Analysis:** To 5 mL of the solution prepared for the test for Appearance of Solution add 2 mL of 2 N sulfuric acid and 5 mL of water, as test solution. To another 5 mL of the solution prepared for the test for Appearance of Solution add 7 mL of water, as reference solution. Let stand for 2 h.

**Acceptance criteria:** Any opalescence in the test solution is not more intense than that in the reference solution.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

- **FERROCYANIDES**

**Sample solution:** Dissolve 2.0 g in 6 mL of water.

**Analysis:** To the *Sample solution* add 0.5 mL of a mixture of 5 mL of [ferric ammonium sulfate](#) solution (10 mg/mL in 2.5 g/L (0.05 N) of sulfuric acid) and 95 mL of [ferrous sulfate](#) solution (10 mg/mL in water).

**Acceptance criteria:** No blue color develops in 10 min.

- **IODIDES**

**Sample:** 5 g of Sodium Chloride

**Analysis:** Moisten the *Sample* by the dropwise addition of a freshly prepared mixture of 0.15 mL of [sodium nitrite](#) solution (100 mg/mL), 2 mL of 1 N sulfuric acid, 25 mL of [iodide-free starch TS](#), and 25 mL of water. After 5 min, examine the substance in natural light.

**Acceptance criteria:** No blue color is observed.

- **IRON**

**Sample solution:** Use a 10-mL portion of the solution prepared for the test for *Appearance of Solution*.

**Standard solution:** Immediately before use, dilute *Standard Iron Solution* (see [Iron \(241\)](#)) 1 to 10 with water. This solution contains the equivalent of 1 µg/mL of iron. Combine 4 mL of this solution and 6 mL of water.

**Analysis:** To each of the solutions add 2 mL of a 200-mg/mL solution of [citric acid](#) and 0.1 mL of [thioglycolic acid](#). Mix, make alkaline with stronger ammonia water, and dilute with water to 20 mL.

**Acceptance criteria:** After 5 min, any pink color in the *Sample solution* is not more intense than that from the *Standard solution* (NMT 2 ppm).

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

### • LIMIT OF BROMIDES

[NOTE—Prepare the *Sample solution* and the *Standard solution* concomitantly.]

**Standard solution:** To 5.0 mL of a solution containing 3 µg/mL of [potassium bromide](#) add 2.0 mL of [pH 4.7 phenol red TS](#) and 1.0 mL of [chloramine T](#) solution (0.1 mg/mL), and mix immediately. After 2 min, add 0.15 mL of [0.1 N sodium thiosulfate](#), mix, and dilute with water to 10.0 mL.

**Sample solution:** To 0.5 mL of the solution prepared for the test for Appearance of Solution add 4.0 mL of water, 2.0 mL of [pH 4.7 phenol red TS](#), and 1.0 mL of [chloramine T](#) solution (0.1 mg/mL), and mix immediately. After 2 min, add 0.15 mL of [0.1 N sodium thiosulfate](#), mix, and dilute with water to 10.0 mL.

### Instrumental conditions

(See [Ultraviolet-Visible Spectroscopy \(857\)](#).)

**Mode:** UV-Vis

**Analytical wavelength:** 590 nm

**Comparison liquid:** Water

### Analysis

**Samples:** *Standard solution* and *Sample solution*

**Acceptance criteria:** The absorbance of the *Sample solution* is not greater than that of the *Standard solution* (NMT 100 ppm).

### • LIMIT OF PHOSPHATES

**Sulfomolybdic acid solution:** Dissolve with heating 2.5 g of [ammonium molybdate](#) in 20 mL of water. Dilute 28 mL of sulfuric acid in 50 mL of water, then cool. Mix the two solutions, and dilute with water to 100 mL.

**Phosphate standard stock solution:** 0.716 mg/mL of [monobasic potassium phosphate](#) in water

**Phosphate standard solution:** 7.16 µg/mL from *Phosphate standard stock solution* in water. [NOTE—Prepare this solution fresh.]

**Standard solution:** Dilute 2 mL of the *Phosphate standard solution* with water to 100 mL.

**Sample solution:** Dilute 2 mL of the solution prepared in the test for Appearance of Solution with water to 100 mL.

**Analysis:** To the *Standard solution* and the *Sample solution* add 4 mL of *Sulfomolybdic acid solution*, and add 0.1 mL of a mixture of 1 mL of [stronger acid stannous chloride TS](#) and 10 mL of 2 N [hydrochloric acid](#). After 10 min, compare the colors of 20 mL of each solution.

**Acceptance criteria:** Any color in the *Sample solution* is not more intense than that in the *Standard solution* (NMT 25 ppm).

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

- **LIMIT OF POTASSIUM** (where it is labeled as intended for use in the manufacture of injectable dosage forms, peritoneal dialysis solutions, hemodialysis solutions, or hemofiltration solutions)

[*Note*—The *Standard solution* and the *Sample solution* may be modified, if necessary, to obtain solutions of suitable concentrations adaptable to the linear or working range of the instrument.]

**Standard solutions:** Dissolve 1.144 g of [potassium chloride](#), previously dried at 105° for 3 h, in water. Dilute with water to 1000 mL, and mix. This solution contains the equivalent of 600 µg/mL of potassium. Dilute as required to obtain NLT 3 solutions at concentrations that span the expected value in the *Sample solution*.

**Sample solution:** Transfer 1.00 g of Sodium Chloride to a 100-mL volumetric flask. Add water and swirl to dissolve, dilute with water to volume, and mix.

### Instrumental conditions

(See [Atomic Absorption Spectroscopy \(852\)](#).)

**Mode:** Atomic emission spectroscopy

**Analytical wavelength:** 766.5 nm

**Flame:** Air–acetylene

### Analysis

**Samples:** *Standard solutions* and *Sample solution*

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

Measure, at least three times, the emission intensity of the *Sample solution* and the *Standard solutions*. Prepare a calibration curve from the mean of the readings obtained with the *Standard solutions*, and determine the concentration of potassium in the *Sample solution*.

**Acceptance criteria:** NMT 500 ppm

• **MAGNESIUM AND ALKALINE-EARTH METALS**

**Buffer:** Prepare pH 10.0 ammonia–ammonium chloride buffer by dissolving 5.4 g of [ammonium chloride](#) in 20 mL of water, adding 20 mL of [ammonium hydroxide](#), and diluting with water to 100 mL.

**Analysis:** To 200 mL of water add 0.1 g of [hydroxylamine hydrochloride](#), 10 mL of *Buffer*, 1 mL of [0.1 M zinc sulfate](#), and 0.15 g of [eriochrome black T trituration](#). Heat to 40°. Titrate this solution with 0.01 M edetate disodium VS until the violet color changes to deep blue. To this solution add 10.0 g of Sodium Chloride dissolved in 100 mL of water. If the color changes to violet, titrate the solution with 0.01 M edetate disodium VS to a deep blue endpoint.

**Acceptance criteria:** The volume of 0.01 M edetate disodium consumed in the second titration does not exceed 2.5 mL (NMT 100 ppm, calculated as Ca).

• **NITRITES**

**Sample solution:** To 10 mL of the solution prepared in the test for *Appearance of Solution* add 10 mL of water.

**Instrumental conditions**

(See [Ultraviolet-Visible Spectroscopy \(857\)](#).)

**Mode:** UV-Vis

**Analytical wavelength:** 354 nm

**Cell:** 1 cm

**Analysis**

**Sample:** *Sample solution*

**Acceptance criteria:** Absorbance is NMT 0.01.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

### • SULFATE

[NOTE—All solutions used for this test must be prepared with distilled water.]

**Sulfate standard solution A:** To 181 mg of [potassium sulfate](#) in a 100-mL volumetric flask add a few mL of 30% alcohol. Swirl to dissolve, dilute with 30% alcohol to volume, and mix. Immediately before use, transfer 10.0 mL of this solution to a 1000-mL volumetric flask, and dilute with 30% alcohol to volume (10 µg/mL of sulfate).

**Sulfate standard solution B:** To 181 mg of [potassium sulfate](#) in a 100-mL volumetric flask add a few mL of water. Swirl to dissolve, dilute with water to volume, and mix. Immediately before use, transfer 10.0 mL of this solution to a 1000-mL volumetric flask, and dilute with water to volume (10 µg/mL of sulfate).

**Sodium chloride solution:** 50 mg/mL of Sodium Chloride in water

**Barium chloride solution:** 250 mg/mL of [barium chloride](#) in water

**Standard solution:** To 1.5 mL of *Sulfate standard solution A* add 1 mL of *Barium chloride solution*. Shake, and allow to stand for 1 min. To 2.5 mL of the resulting suspension add 15 mL of *Sulfate standard solution B* and 0.5 mL of 5 N [acetic acid](#), and mix.

**Sample solution:** To 1.5 mL of *Sulfate standard solution A* add 1 mL of *Barium chloride solution*. Shake, and allow to stand for 1 min. To 2.5 mL of the resulting suspension add 15 mL of *Sodium chloride solution* and 0.5 mL of 5 N acetic acid, and mix.

**Acceptance criteria:** Any opalescence produced in the *Sample solution* after 5 min standing is NMT that produced in the *Standard solution* (200 ppm).

### SPECIFIC TESTS

• **APPEARANCE OF SOLUTION:** Dissolve 20.0 g of Sodium Chloride in carbon dioxide-free water, and dilute with the same solvent to 100.0 mL. This solution is clear and colorless.

### • ACIDITY OR ALKALINITY

**Analysis:** To 20 mL of the solution prepared for the test for *Appearance of Solution* add 0.1 mL of [bromothymol blue TS](#).

**Acceptance criteria:** NMT 0.5 mL of 0.01 N [hydrochloric acid](#) or 0.01 N [sodium hydroxide](#) is required to change the color of this solution.

# Example

## Sodium Chloride Monograph (USP 2020)

- LOSS ON DRYING (731)

**Sample:** 1.000 g

**Analysis:** Dry the *Sample* in an oven at 105° for 2 h.

**Acceptance criteria:** NMT 0.5%

- BACTERIAL ENDOTOXINS TEST (85): The level of bacterial endotoxins is such that the requirement under the relevant dosage form monograph(s) in which Sodium Chloride is used can be met. Where the label states that Sodium Chloride must be subjected to further processing during the preparation of injectable dosage forms, the level of bacterial endotoxins is such that the requirement under the relevant dosage form monograph(s) in which Sodium Chloride is used can be met.
- STERILITY TESTS (71): Where the label states that Sodium Chloride is sterile, it meets the requirements for *Sterility* under the relevant dosage form monograph(s) in which Sodium Chloride is used.

### ADDITIONAL REQUIREMENTS

- **PACKAGING AND STORAGE:** Preserve in well-closed containers.
- **LABELING:** Where Sodium Chloride is intended for use in the manufacture of injectable dosage forms, peritoneal dialysis solutions, hemodialysis solutions, or hemofiltration solutions, it is so labeled. Where Sodium Chloride must be subjected to further processing

[https://online.uspnf.com/uspnf/document/1\\_GUID-580C591A-B6AA-4FC0-97E5-5339E134700F\\_3\\_en-US?source=TOC](https://online.uspnf.com/uspnf/document/1_GUID-580C591A-B6AA-4FC0-97E5-5339E134700F_3_en-US?source=TOC)

---

11/5/2020

USP-NF Sodium Chloride

during the preparation of injectable dosage forms to ensure acceptable levels of bacterial endotoxins, it is so labeled. Where Sodium Chloride is sterile, it is so labeled.

## 1- الاستعراف Identification

- ✓ يتم التأكيد من هوية المادة من خلال إجراء اختبارات كيميائية و/أو فيزيائية و/أو فيزيوكيميائية.
- ✓ **الاختبارات الفيزيائية:** درجة الانصهار، ودرجة الغليان، وقدرة التدوير النوعية وقرينة الانكسار، ومطيافيات الأشعة فوق البنفسجية، وتحت الحمراء، وغيرها.
- ✓ **الاختبارات الكيميائية:** إجراء تفاعلات كيميائية تؤدي بدورها إلى حدوث تغيرات حسية وصفية (تشكل لون أو راسب أو انطلاق غازات أو رائحة).

إن مشكلة التفاعلات الملونة هي أنها غير وصفية في بعض الأحيان لمادة معينة، لكنها على العكس قد تكون وصفية لمجموعة وظيفية أو بنية كيميائية محددة. ولذلك فإن عدم اعتبار اللون الناتج وصفياً لمادة معينة يشكل تحدياً عند التحقق من الذاتية، وخاصة عندما يطلب إلينا تمييز بعض المركبات التي تحتوي على المجموعة الكيميائية نفسها المسئولة عن إظهار اللون.

## 1- الاستعراف Identification

- ✓ من التفاعلات الكيميائية المستخدمة في الاستعراف: تفاعلات الترسيب، والتعديل، والأكسدة والإرجاع، والأكسدة الجذرية، والضم، والتكاثف، والتبادل الالكتروفيلي والنوكليوفيلي وغيرها.
- ✓ يمكن استخدام **التقانات الكروماتوغرافية** المختلفة في تحديد الذاتية (الكروماتوغرافيا السائلة LC والغازية GC وكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC).

## 2- اختبارات نقاوة المادة Purity tests

- ✓ يتم اختبار نقاوة المادة لمعرفة الشوائب التي يمكن أن ترافقها، والتي قد تؤثر بدورها على فعالية وأمان وجودة الدواء.
- ✓ تقسم الشوائب الموجودة في المواد الصيدلانية إلى شوائب عضوية - لا عضوية - بقايا المذيبات.
- ✓ **الشوائب العضوية:** المواد البديئة الداخلة في الاصطناع أو المواد الوسيطية أو منتجات الاصطناع الثانوية أو منتجات التدرك أو الكواشف والحفازات المستخدمة في الاصطناع.
- ✓ **الشوائب اللاعضوية:** الحفازات والكواشف والآثار المعدنية والأملام اللاعضوية وغيرها.
- ✓ **المذيبات المتبقية:** تشمل الآثار المتبقية من المذيبات المستخدمة أو الناتجة خلال عملية اصطناع المادة الدوائية.
- ✓ تقسم فحوص النقاوة إلى فحوص نوعية (محددة لشائبة معينة كشائبة حمض) وفحوص عامة (مجموعة من الشوائب كاختبار فقد بالتجفيف).
- ✓ تضع دساتير الأدوية حدودا عامة (إجمالية) و خاصة للشوائب.

## 3- اختبارات خاصة Specific tests

- ✓ تجرى لمراقبة جودة المادة المفحوصة مثل: pH واللزوجة والتدوير البصري النوعي وقرينة الانكسار وغيرها.

## 4- مقاييس المادة Assay

- ✓ تهدف المعايرة/المقاييسة إلى تحديد الكمية الفعلية للمادة الهدف في العينة المدرروسة.
- ✓ يعتمد اختيار التفاعل الكمي الملائم لمقاييس المادة على خواصها الكيميائية والفيزيوكيميائية.
- ✓ تعتمد المقاييسات بشكل عام على الطرائق الحجمية والوزنية والطيفية والクロماتوغرافية.
- ✓ من المقاييس المستخدمة في المعايرات:
  1. مقياس البروتون:
    - يعتمد على انتقال البروتون من الحمض وتنبيته من قبل الأساس (برونشت-لوري).
    - يشمل المقياس الحمضي Acidimetric والمقياس القلوي Alkalimetric.
    - يمكن أن تجرى مقاييس الحمض والأساس تبعاً لطبيعة المادة في وسط مائي أو لا مائي.

## 4- مقاييس المادة Assay

2. المقاييس بالترسيب:

- تعتمد على تشكيل أملاح غير منحلة في الوسط المائي.
- من الأمثلة عليها مقياس الفضة.

3. مقياس الأكسدة والإرجاع:

- يعتمد على تبادل الالكترونات بين المادة المؤكسدة والمادة المرجعة، الأمر الذي يؤدي إلى حدوث تغيرات في الكمون.

• من الأمثلة عليها مقياس اليود والبرمنغمات وغيرها.

4. مقياس المعقدات:

- يعتمد على تشكيل معقد بين الشاردة المعدنية من جهة والمادة الممخلبة (EDTA) من جهة أخرى.

## 4- مقاييس المادة Assay طرائق المقاييس

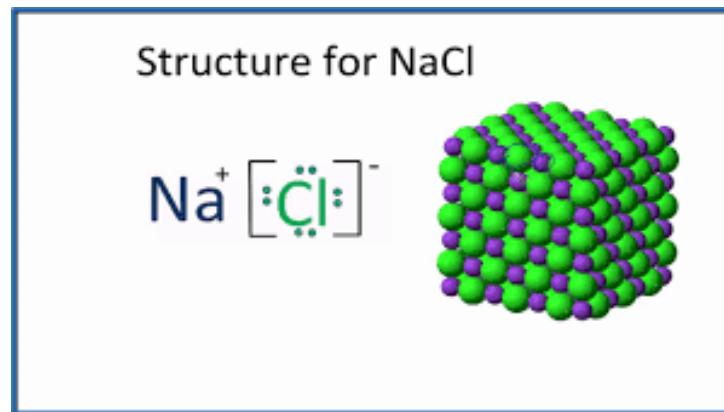
1. **المباشرة**: يعالج المحلول المجهول بالمحلول القياسي مباشرةً (ملائمة في التفاعلات المباشرة والسريعة).
2. **الرجوع**: يضاف إلى المحلول المجهول مقدار زائد وملووم من محلول القياس الأول الذي يعدل المادة الهدف ويزيد. بعد ذلك، تقييس الزيادة من محلول القياس الأول باستخدام محلول قياسي ثانٍ له نفس تركيز الأول، وبذلك يمكن معرفة زيادة محلول القياس الأول وتحديد المقدار المتصروف لمقاييس المحلول المجهول (ملائمة عندما تكون التفاعلات بطيئة أو لعدم توفر مشعر ملائم).
3. **الإزاحة**: يضاف إلى المحلول المجهول مقدار زائد وغير محدد من محلول القياس، مما يؤدي إلى إزاحة المادة في المجهول وتشكل مادة تكافئها. تعاير المادة المكافئة باستخدام محلول قياس جديد ملائم.

# الجلسة الثانية

# Sodium Chloride

Purity tests & Assay

# Sodium Chloride



# Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- ✓ الوصف والمظهر: بلورات صلبة بيضاء/عديمة اللون.
- ✓ الطعم: مالح.
- ✓ الانحلالية: مطلق الانحلال في الماء، منحل في الغليسيرين، غير منحل عملياً في الكحول المطلق.

## التصنيف/الخواص الكيميائية

- ✓ ملح معدني.
- ✓ يعطي تفاعلات شاردي الصوديوم والكلور.

## Pharmaceutical & Medical Uses

### الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ يستخدم لجعل المحاليل معادلة للتوتر .Isotonic
- ✓ يستخدم لتعويض الشوارد فمويا ووريديا في حالة التجفاف.

# Sodium Chloride Purity Tests

## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

تحتبر نقاوة كلوريد الصوديوم من خلال إجراء تفاعلات كشف كافية ونصف كمية للشوائب المعدنية والشاردية الموجودة فيه وتشمل:

الزنبيخ	اليوديد
الباريوم	البروميد
الحديد	الفيروسبيانيد
الفوسفات	النتريت
المغنزيوم والمعادن القلوية الترابية	الكبريتات

# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم حسب دستور الأدوية البريطاني 2020

الشوائب غير الحدية	الشوائب الحدية
اليوديد	البروميد (100 ppm)
الفروسيانيد	الفوسفات (25 ppm)
النتريت	الكبريتات (200 ppm)
الباريوم	الزرنيخ (1 ppm)
	الحديد (2 ppm)
	المغنزيوم والمعادن القلوية الترابية (100 ppm)

## اختبارات نقاؤة كلوريد الصوديوم

- ✓ بعض تلك الشوائب حدي وبعضها الآخر غير حدي.
- ✓ الشوائب الحدية: هي الشوائب التي يسمح بتواجدها ضمن المادة المختبرة بحدود معينة فقط (لا يجوز تجاوزها).

يتم تعين امثال الشوائب الحدية لشروط دستور الأدوية من خلال اختبارات كشف كمية أو نصف كمية.

تناول الاختبارات الكمية عادة تعين كمية الشائبة باستخدام طرائق تحليل كمية مصدقة، في حين تناول الاختبارات نصف الكمية عادة إجراء مقارنة عيانية/أدوائية لشدة العكاره أو اللون الظاهر أو امتصاص العينة المعالجة مع شدة العكاره أو اللون الظاهر أو امتصاص محلول العياري الحاوي على الحد المسموح من الشائبة المدرrosة والمعالج بنفس طريقة معالجة العينة وبنفس الشروط، حيث يجب عدتها ألا تتجاوز العينة الحدود المسموحة.

- ✓ الشوائب غير الحدية هي الشوائب التي يفترض خلو المادة المفحوصة منها ضمن الشروط التجريبية.

## اختبارات النقاوة

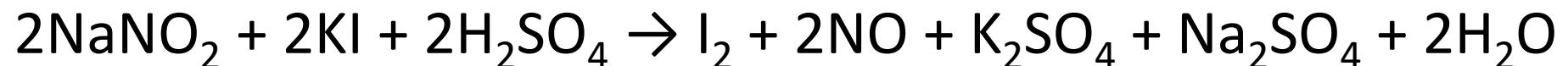
# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## 1- الكشف عن شاردة اليوديد (شائبة يفترض غيابها)

يعتمد مبدأ الكشف عن شوارد اليود على تحويلها إلى اليود الحر، ومن ثم الكشف عنه بمشعر ملائم (كهلامة النساء أو الكلوروفورم).

يمكن لشوارد اليود أن تتأكسد ببنتريت الصوديوم في وسط من حمض الكبريت معطية اليود الحر الذي يلون طبقة الكلوروفورم بلون بنفسجي.

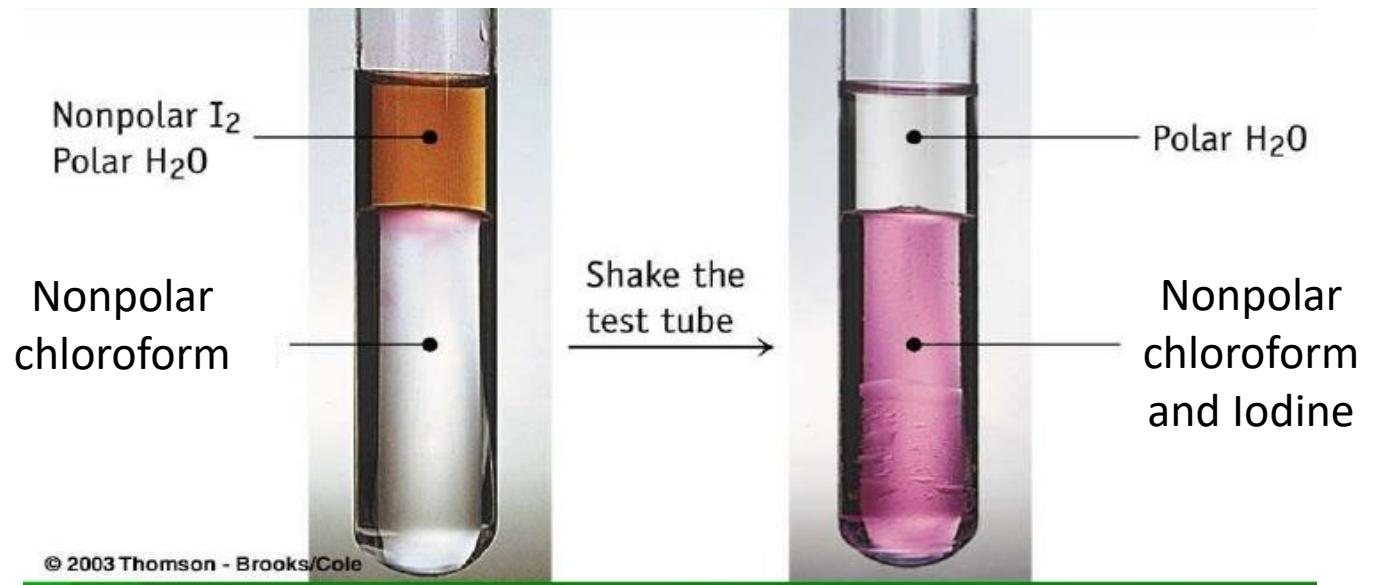
**معيار القبول:** يجب ألا تتلون الطبقة الكلوروفورمية باللون البنفسجي.



# اختبارات مقاومة كلوريد الصوديوم

## اختبار الكشف عن شوارد اليود

ضع 1 مل من محلول الكشف عن شاردة اليود في أنبوب اختبار، ثم أضف له 2 مل من الكلوروفورم و5 قطرات من محلول نتريت الصوديوم 1% و2 قطرة من حمض الكبريت المركز ثم رج الأنبوب بشدة فتتلون الطبقة الكلوروفورمية باللون البنفسجي في حال وجود شوارد اليود.



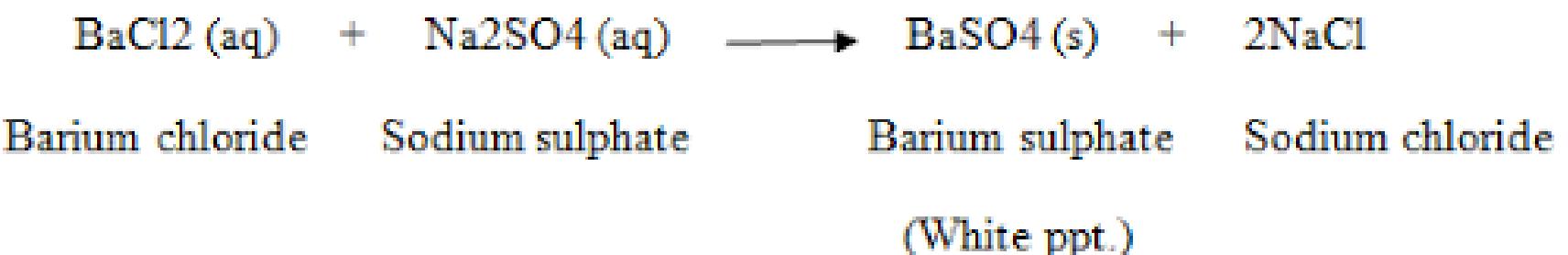
# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## 2- الاختبار الحدي لشاردة الكبريتات (شائبة حديه)

يعتمد مبدأ الكشف عن شاردة الكبريتات على تشكيل كبريتات الباريوم غير المنحل في الماء. تترسب شوارد الكبريتات عند إضافة كاشف كلور الباريوم على شكل راسب/عكر أبيض من كبريتات الباريوم.

وباعتبار أن الشاردة حديه تقارن عكارة العينة المعالجة مع عكارة العياري المعالج بنفس الطريقة.

**معيار القبول:** يجب ألا تتجاوز عكارة العينة عكارة العياري.



## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

### الاختبار الحدي لشاردة الكبريتات

حضر أنبوبين متطابقين تماماً من حيث جميع الموصفات.



✓ ضع في الأنوب الأول (الأنوب العياري الحدي) 3 مل من محلول الكبريتات العياري و قطرة من حمض الخل ورج جيداً، ثم أضف 0.5 مل من كاشف كلور الباريوم 1%.

✓ ضع في الأنوب الثاني (أنوب العينة) 3 مل من محلول الكبريتات و قطرة من حمض الخل ورج جيداً، ثم أضف 0.5 مل من كاشف كلور الباريوم 1%.

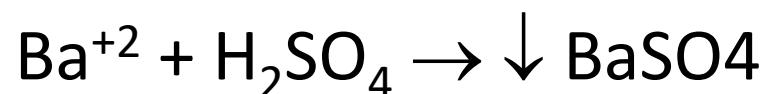
يتشكل عكر أبيض في كلا الأنبوبين، رجهمما بقوة متساوية وقارن بينهما عيانياً.

## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

### 3- الكشف عن شاردة الباريوم (شائبة يفترض غيابها)

يعتمد مبدأ الكشف عن الباريوم على تشكيل كبريتات الباريوم غير المنحلة في الماء. تشكل شوارد الباريوم عند إضافة حمض الكبريت الممدد عكر/راسب أبيض من كبريتات الباريوم.

**معيار القبول:** يجب ألا يظهر عكر/راسب أبيض.



# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## اختبار الكشف عن شاردة الباريوم

ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الكشف عن شاردة الباريوم ثم أضف لها 1 مل من حمض الكبريت الممدد فيتشكل عكر/راسب أبيض في حال وجود شوارد الباريوم.

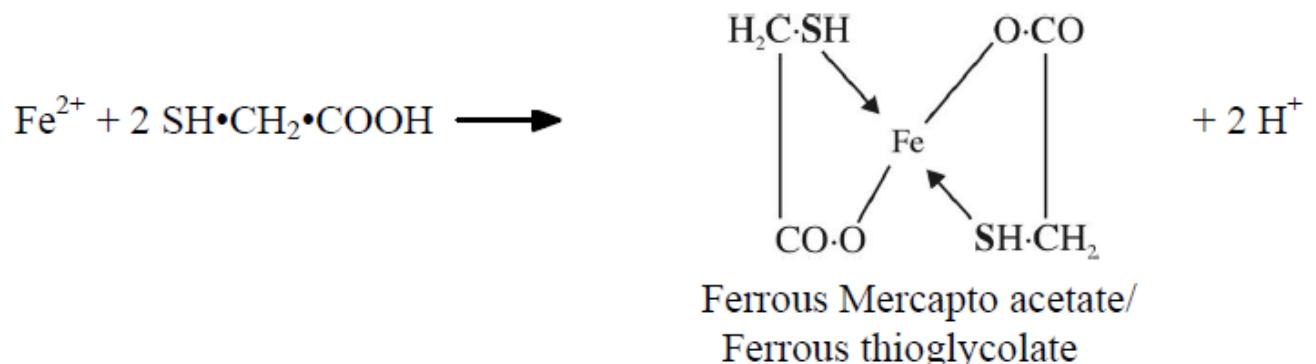
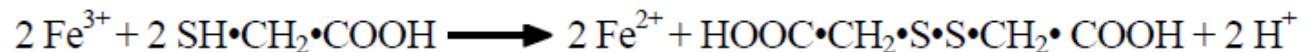


# اختبارات مقاومة كلوريد الصوديوم

## 4- الاختبار الحدي لشوارد الحديد (شائبة حدية)

يعتمد مبدأ الكشف عن الحديد عن طريق تشكيل معقد بلون زهري مع حمض التيو غليوكولي في وسط قلوي من الأمونيا وبوجود حمض الليمون (يتشكل وقاء).

وباعتبار أن الشائبة حدية تقارن الشدة اللونية للعينة المعالجة مع الشدة اللونية للعياري المعالج بنفس الطريقة.



**معيار القبول:** يجب ألا تتجاوز الشدة اللونية الخاصة بالعينة الشدة اللونية للعياري.

# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## الاختبار الحدي لشوارد الحديد

حضر أنبوبين متطابقين تماماً من حيث جميع المواصفات.

✓ ضع في الأنوب الأول ( الأنوب العياري الحدي ) 2 مل من محلول الحديد العياري و 3 مل ماء مقطر و 1 مل من محلول حمض الليمون و قطرة واحدة من حمض تيو غليكوليك و امزج جيداً ثم أضف 2 مل من محلول الأمونيا المركز و 2 مل من الماء المقطر و امزج جيداً.

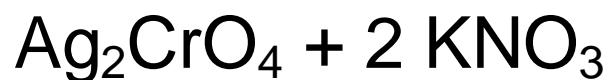
✓ ضع في الأنوب الثاني (أنبوب العينة) 2 مل من محلول الكشف عن الحديد و 3 مل ماء مقطر و 1 مل من محلول حمض الليمون و قطرة واحدة من حمض تيو غليكوليك و امزج جيداً ثم أضف 2 مل من محلول الأمونيا المركز و 2 مل من الماء المقطر و امزج جيداً.

أغلق فوهة الأنبوبين بالبارافيلم، ثم انتظر لمدة 5 دقائق وقارن الشدة اللونية للون الظاهر بين الأنبوبين.

## مقاييسة كلوريد الصوديوم

### المبدأ

يعاير كلوريد الصوديوم بترسيب الكلور بحالة كلوريد الفضة عن طريق إضافة محلول نترات الفضة العياري وبوجود كرومات البوتاسيوم كمشعر في وسط قريب من الاعتدال وتدعى هذه الطريقة بطريقة مور.



## مقاييسة كلوريد الصوديوم

- يتم في هذه المعايرة إضافة ثاني فحمات الكالسيوم من أجل تعديل الوسط.
- ملاحظة: يجب أن يكون الوسط معتدلا أثناء المعايرة لأن كرومات البوتاسيوم تتحول في الوسط الحمضي إلى ثاني كرومات البوتاسيوم التي لا تتفاعل مع نترات الفضة وبالتالي لا تعطي اللون المطلوب، كما أنه في الوسط القلوي يتشكل هيدروكسيد الفضة الذي يتحول إلى أكسيد الفضة (رأس برمادي/أسود) الذي يؤثر على نتيجة المعايرة.

## مقاييسة كلوريد الصوديوم

### العمل

ضع في دورق مخروطي 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم مجهول التركيز ثم أضف لها 0.1 غ من ثاني كربونات الكالسيوم و2 قطرة من مشعر كرومات البوتاسيوم ثم قم بإضافة محلول نترات الفضة 0.1 نظامي حتى ظهور لون أحمر آجري.

## مقاييس كلوريد الصوديوم

- عدد متبادلات كلوريد الصوديوم = 1 لأن كل شاردة كلور تتفاعل مع شاردة واحدة من الفضة ذات التكافؤ +1.

كل مكافئ من نترات الفضة يعادل مكافئ واحد من كلوريد الصوديوم

كل 1N 1L من نترات الفضة تعادل g 58.44 من كلوريد الصوديوم

كل 0.1N 1L من نترات الفضة تعادل g 5.844 من كلوريد الصوديوم

كل 0.1N 1ml من نترات الفضة تعادل g 0.005844 من كلوريد الصوديوم

كل (V مصروف الستالة مقدراً بالـ mL) 0.1N من نترات الفضة تعادل g X من كلوريد الصوديوم

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

$$C_w = N \cdot E_w$$

## الجلسة الثالثة

# Hydrogen peroxide

Identification & Assay

# Hydrogen Peroxide Structure



# Pharmacopeial Hydrogen Peroxide

## ❖ الأشكال الدستورية

✓ محليل مائية مركزة 30% (وزن/وزن).

✓ محليل مائية ممددة 3% و 6% (وزن/حجم).

## ❖ يعبر عن تركيز الماء الأكسجيني في محليله بالنسبة المئوية وبالقوة الحجمية.

Example: Hydrogen Peroxide Solution 6% w/v is corresponding to about 20 times its volume of available oxygen.

## ❖ القوة الحجمية

هي عدد حجوم الأكسجين المتحررة من حجم واحد من محلول الماء الأكسجيني (يتحرر من الأكسجين عدد محدد من اللترات أو الميلي لترات من لتر أو ميلي لتر واحد من محلول الماء الأكسجيني).

# Hydrogen Peroxide Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- ✓ **المظاهر:** محليل مائية، رائقة، شفافة، عديمة اللون.
- ✓ **الرائحة:** محليل عديمة الرائحة أو لها رائحة تشبه رائحة الأوزون.

## الخواص الكيميائية

- ✓ مؤكسد (يقوم بتحرير الأكسجين).
- ✓ محليله المائية حمضية إلى معتدلة تبعاً لتركيزها.

# Hydrogen Peroxide Physical & Chemical Properties

## الثبات الكيميائي

- ✓ تتفكك محليله المائية تدريجيا خلال فترة حفظه، وينبغي عدم تخزينها لفترات طويلة.
- ✓ يزداد تفككه بتأثير الضوء والتحريك وارتفاع درجة الحرارة وارتفاع pH وبوجود بعض المعادن.
- ✓ ثباته أكبر في الأوساط الحمضية.
- ✓ تعتبر محليله المركزية أكثر ثباتا من محليله الممددة.

## الحفظ

- ✓ يجب أن يحفظ في عبوات محكمة الإغلاق بعيدا عن الضوء والحرارة.
- ✓ يحفظ في درجات حرارة لا تتجاوز  $15^{\circ}\text{C}$  في حال عدم احتوائه على مواد مثبتة.

# Pharmaceutical and Medical Uses

## الاستخدامات الصيدلانية/الدوائية

- تستخدم محليل الماء الأكسجيني الممددة في:
  - ✓ تطهير الجروح.
  - ✓ تطهير التجويف الفموي (غسولات فموية).
  - ✓ إزالة رائحة التعرق.
  - ✓ إزالة صملاخ الأذن.
- يستخدم الماء الأكسجيني في تطهير المعدات وفي تفاعلات الكشف واختبارات الثبات التأكدي.
- لا تستخدم محليل المركزة على الجلد أو الأنسجة الحية لأنها تخرشها.

# Hydrogen Peroxide Identification

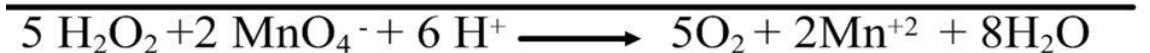
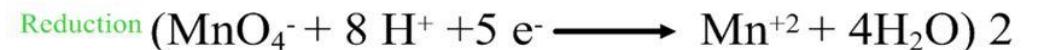
# 1- التفاعل مع برمونغات البوتاسيوم دستوري

## التفاعل

يتفاعل الماء الأكسجيني مع برمونغات البوتاسيوم (بنفسجية اللون) في وسط حمضي (من حمض الكبريت)، مما يؤدي إلى زوال لون الأخير وظهور فقاعات نتيجة تحرر الأكسجين.

## المبدأ

يرجع الماء الأكسجيني في هذا التفاعل برمونغات البوتاسيوم في وسط حمضي إلى شاردة المنغنيز الثنائية عديمة اللون ويتحرر الأكسجين.



# 1- التفاعل مع برمغنات البوتاسيوم دستوري

## العمل

ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الماء الأكسجيني 6 % (وزن/حجم) ثم أضف 2 مل من حمض الكبريت الممدد وثم أضف قطرة قطرة من محلول برمغنات البوتاسيوم وامزج جيدا. لاحظ زوال اللون البنفسجي ل قطرات برمغنات البوتاسيوم المضافة، وظهور فقاعات.



## 2- التفاعل مع كرومات البوتاسيوم في وسط حمضي دستوري

### التفاعل

يتفاعل الماء الأكسجيني مع كرومات البوتاسيوم في وسط حمضي (من حمض الكبريت)، مما يؤدي إلى تشكيل فوق أوكسيد الكروم ( $\text{CrO}_5$ ) الذي يتم استخلاصه مباشرة بالإيتير فيتلون هذا الأخير بلون أزرق.

### المبدأ

عند تفاعل ثاني كرومات البوتاسيوم مع الماء الأكسجيني في وسط حمضي يتشكل مركب ضعيف الثبات هو فوق أوكسيد الكروم الذي يتفكك بسهولة في الوسط المائي، ولكي نحافظ عليه نقوم باستخلاصه بالإيتير، مما يحول دون تفككه من جهة ويمنح الطبقة الإيتيرية لوناً أزرقاً من جهة أخرى.

## 2- التفاعل مع كرومات البوتاسيوم في وسط حمضي

### العمل

- ✓ضع في أنبوب تجربة 5 مل ماء و4 قطرات من حمض الكبريت الممدد وامزج جيدا ثم أضف 0.5 مل من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) و2 مل من الإيتير، ثم أضف 3 قطرات من محلول كرومات البوتاسيوم وامزج جيدا.
- ✓لاحظ تلون الطبقة الإيتيرية بلون أزرق.



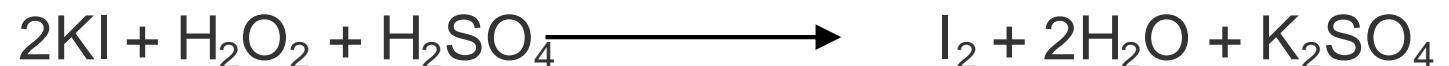
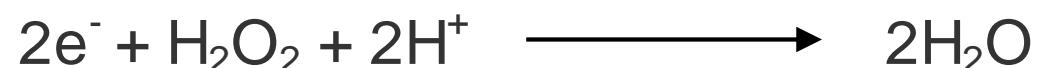
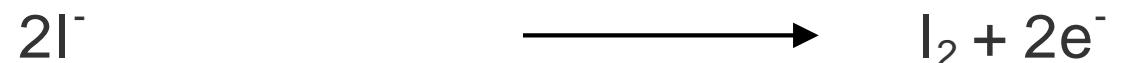
## 3- التفاعل مع يود البوتاسيوم في وسط حمضي دستوري

التفاعل

يتفاعل الماء الأكسجيني مع يود البوتاسيوم في وسط من حمض الكبريت فيظهر لونبني أو صفائح سوداء.

المبدأ

يؤكسد الماء الأكسجيني شوارد اليود في وسط حمضي، مما يؤدي إلى تحرر اليود.



### 3- التفاعل مع يود البوتاسيوم في وسط حمضي دستوري

العمل

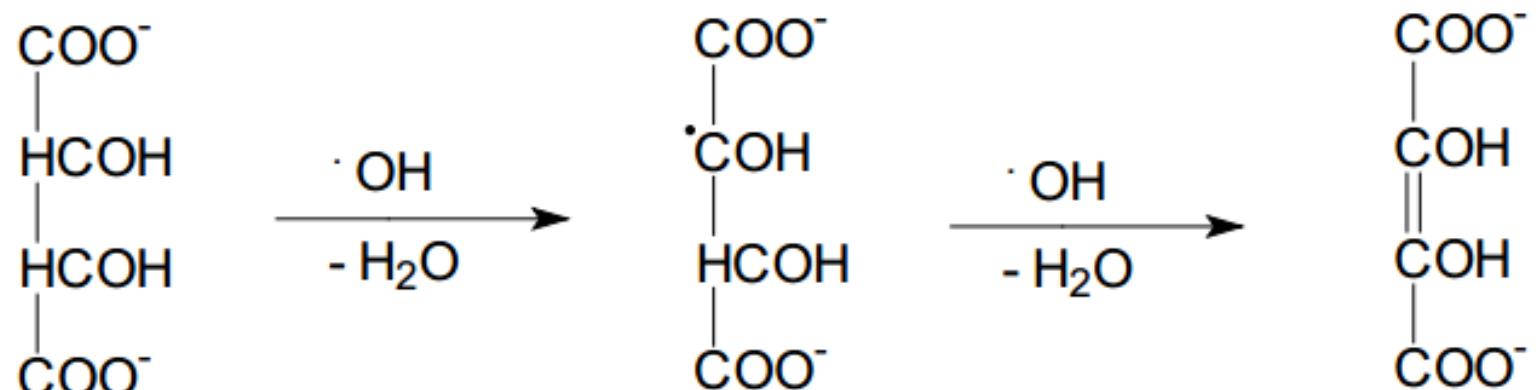
ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) و 2 قطرة من حمض الكبريت الممدد و 2 قطرة من محلول يود البوتاسيوم فيظهر لونبني محمر ثم تتشكل رواسب سوداء دلالة على تشكل اليود.



## 4- التفاعل مع حمض الطرطير وفق تفاعل فنتون في وسط قلوي

### التفاعل

يتفاعل حمض الطرطير مع الماء الأكسجيني وكبريتات الحديد (كافف فنتون)، فيتشكل في البداية لون **أصفر** عابر. يختفي اللون الأصفر مع مرور الوقت، عندها ولدى إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم يظهر لون **بنفسجي**.



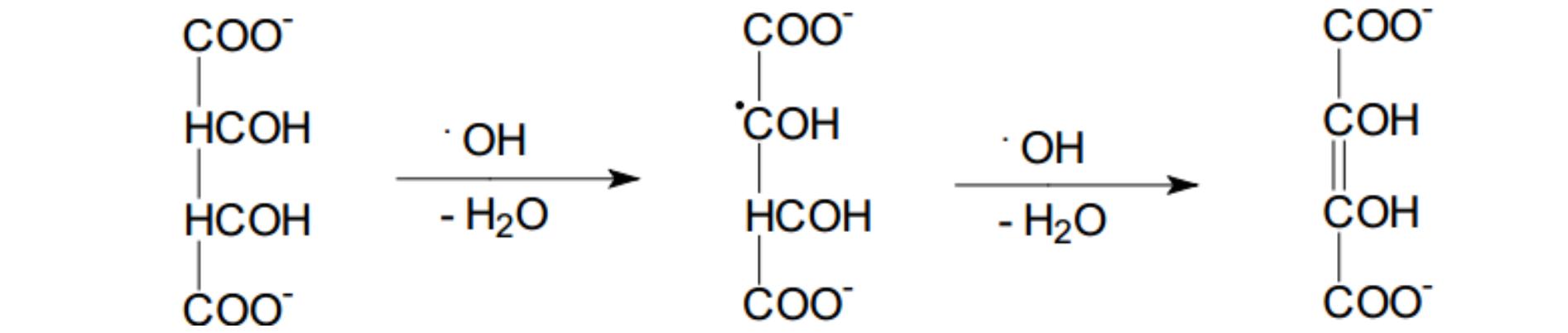
## 4- التفاعل مع حمض الطرطير وفق تفاعل فنتون في وسط قلوي

المبدأ

يحصل هذا التفاعل نتيجة وجود مجموعتي الهيدروكسيل المجاورتين (مميز لحمض الطرطير عن باقي الحموض المدرستة).

مراحل التفاعل:

1. يؤكسد الماء الأكسجيني شوارد الحديد الثانية، مما يؤدي إلى تشكيل شوارد الحديد الثلاثية وشوارد الهيدروكسيل وجذر الهيدروكسيل.
2. يظهر لون أصفر في البداية نتيجة تشكيل معقد بين حمض الطرطير والحديد قبل حدوث عملية الأكسدة الجذرية.
3. يؤكسد جذر الهيدروكسيل حمض الطرطير بآلية جذرية، مما يؤدي إلى تشكيل حمض دي هيدروكسي فوماريك.
4. يشكل حمض دي هيدروكسي فوماريك فيما بعد مع شوارد الحديد الثلاثية معقداً بلون بنفسجي في الوسط القلوي.



## 4- التفاعل مع حمض الطرطير وفق تفاعل فنتون في وسط قلوي

### العمل

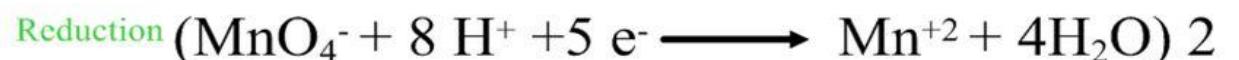
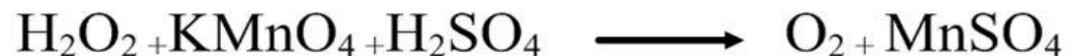
- ✓ ضع في أنبوب تجربة 5 مل من محلول حمض الطرطير، ثم أضف 2 قطرة من كبريتات الحديد و2 قطرة من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) فيظهر لون أصفر عابر.
- ✓ بعد زوال اللون الأصفر تماماً، أضف 0.5 – 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الكثيف فيظهر لون بنفسجي.

# Hydrogen Peroxide Solution Assay

# مقاييس محلول الماء الأكسجيني

## المبدأ

يعاير الماء الأكسجيني ببرمنغنات البوتاسيوم معايرة حجمية مباشرة حسب مقياس الأكسدة والإرجاع حيث يقوم محلول ببرمنغنات البوتاسيوم العياري بأكسدة الماء الأكسجيني في وسط من حمض الكبريت وتستمر المعايرة حتى تلون محلول باللون الوردي.



# مقاييس محلول الماء الأكسجيني

## العمل

ضع في دورق مخروطي 10 مل من المحلول المجهول و 20 مل من حمض الكبريت N 2 ومن ثم عاير بمحلول برمونغات البوتاسيوم N 0.1 حتى ظهور لون وردي ثابت.

## الحسابات

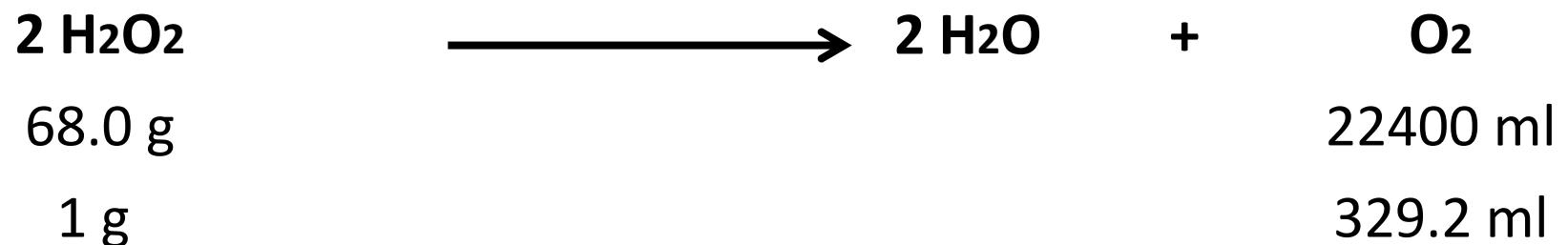
مكافئ واحد من برمونغات البوتاسيوم يعادل مكافئ واحد من الماء الأكسجيني  
 1 ل 1 ن من برمونغات البوتاسيوم تعادل وزن مكافئ واحد من الماء الأكسجيني  
 1 ل 1 ن برمونغات تعادل  $(17.0075 \div 34.015) = 0.0017001$  غ ماء أكسجيني  
 1 مل 0.1 ن برمونغات تعادل 0.0017001 غ ماء أكسجيني

# مقاييس محلول الماء الأكسجيني

## الحسابات

لحساب القوة الحجمية يجب أن نجد حجم الأكسجين المتحرر من حجم أخizدة محلول الماء الأكسجيني.

يمكن استنتاج حجم الأكسجين من المعادلة والعلاقات التالية:



أخيرا نقسم حجم الأكسجين المتحرر على حجم أخizدة محلول الماء الأكسجيني فتنتج لدينا القوة الحجمية.

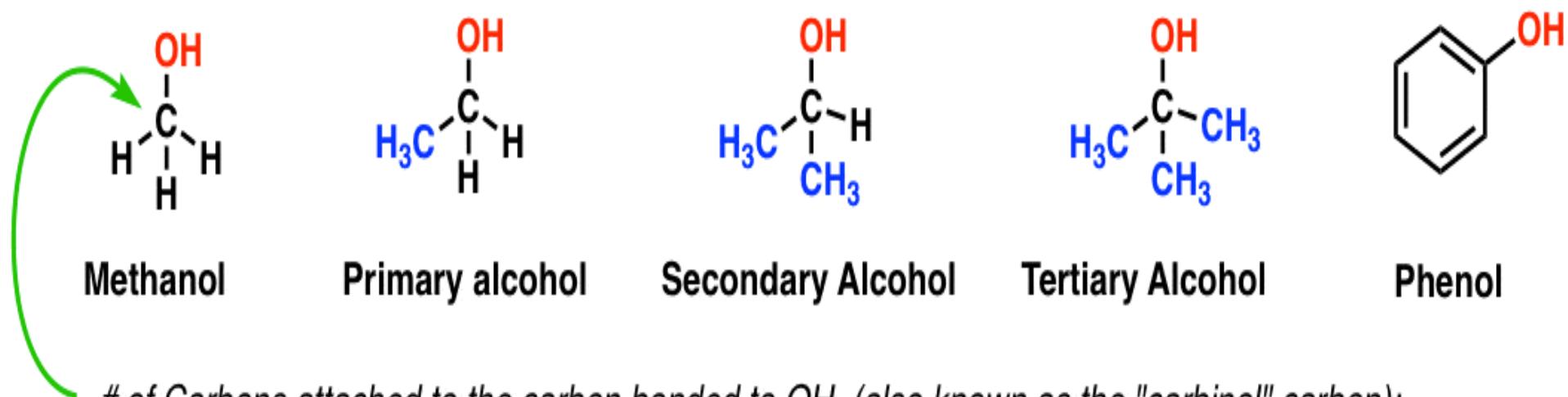
# الجلسة الرابعة

# Methanol & Ethanol

Identification & Differentiation

## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

► تكون الكحولات على ثلاثة رتب: أولية وثانوية وثالثية، وذلك بحسب عدد الجذور الكربونية المرتبطة بالكربون الحامل للوظيفة الهيدروكسيلية (الميتابول هو الاستثناء الوحيد).



0

1

2

3

## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

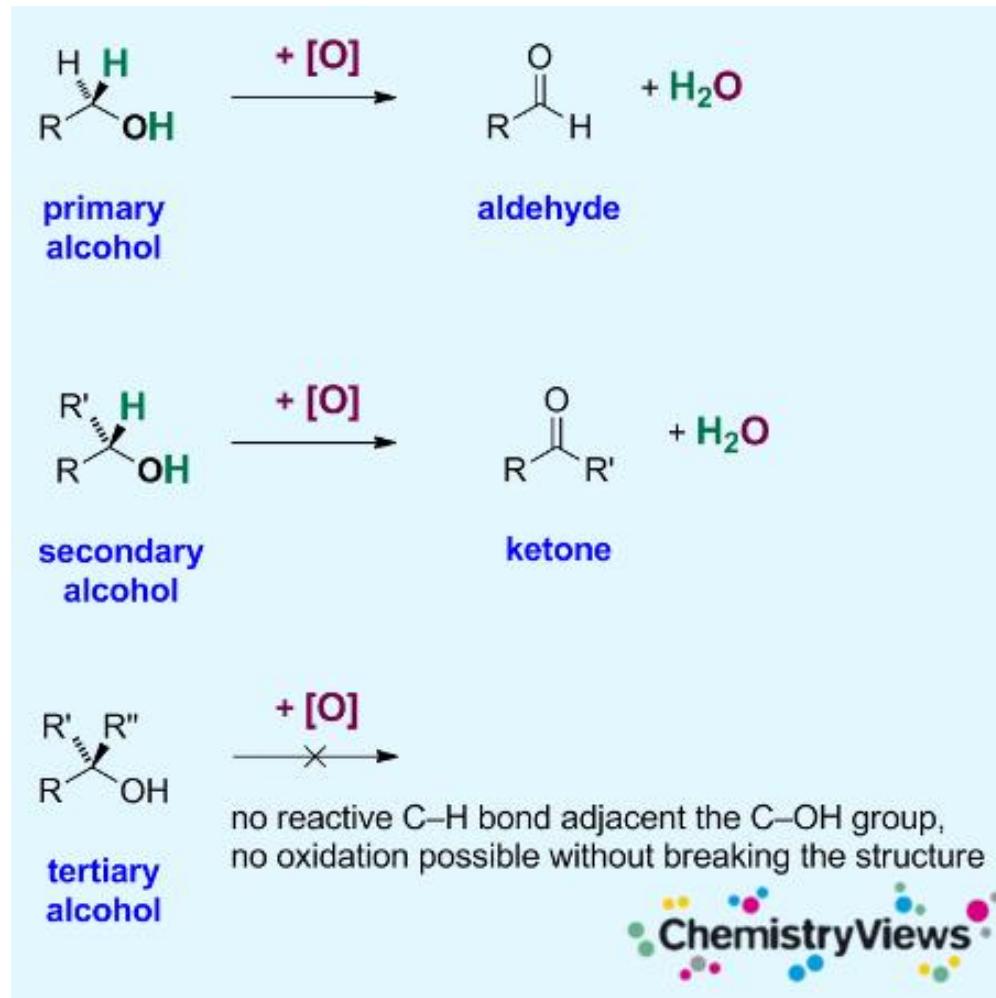
يمكن التمييز بين الكحولات بالاستناد إلى خواصها **الفيزيائية** (قرينة الانكسار والكتافة ودرجة الغليان).

كما يمكن التفريق بين الكحولات بالاعتماد على خواصها **الكيميائية** (تفاعلات الأكسدة والأسترة وغيرها).

**تفاعلات الأكسدة:** يمكن التفريق بين رتب الكحولات من خلال تقييم مدى قابليتها للتأكسد، ومن خلال الكشف عن طبيعة منتجات عملية الأكسدة.

تعطي الكحولات الأولية والثانوية بأكسدتها الثنائي كرومات البوتاسيوم الحامضي الساخن الألدهيدات والكيتونات، على التوالي، بينما لا تتأكسد الكحولات الثالثية في هذه الشروط التجريبية.

# أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

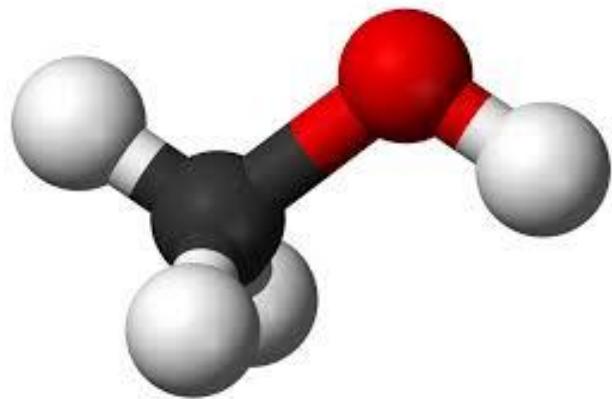


## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

✓ فيما بعد ومن خلال الكشف عن منتجات الأكسدة السابقة (الألدهيدات أو الكيتونات)، يمكننا عدّها تحديد رتبة الكحول الموافق، حيث تتوفر كواشف خاصة بكل منتج من هذه المنتجات.

✓ **تفاعلات الأسترة:** يمكن التفريق بين بعض الكحولات من خلال أسترتها بالحموض الكربوكسيليّة، ومن ثم تميّزها من خلال رائحة الإستر المتشكل.

# Methanol Structure



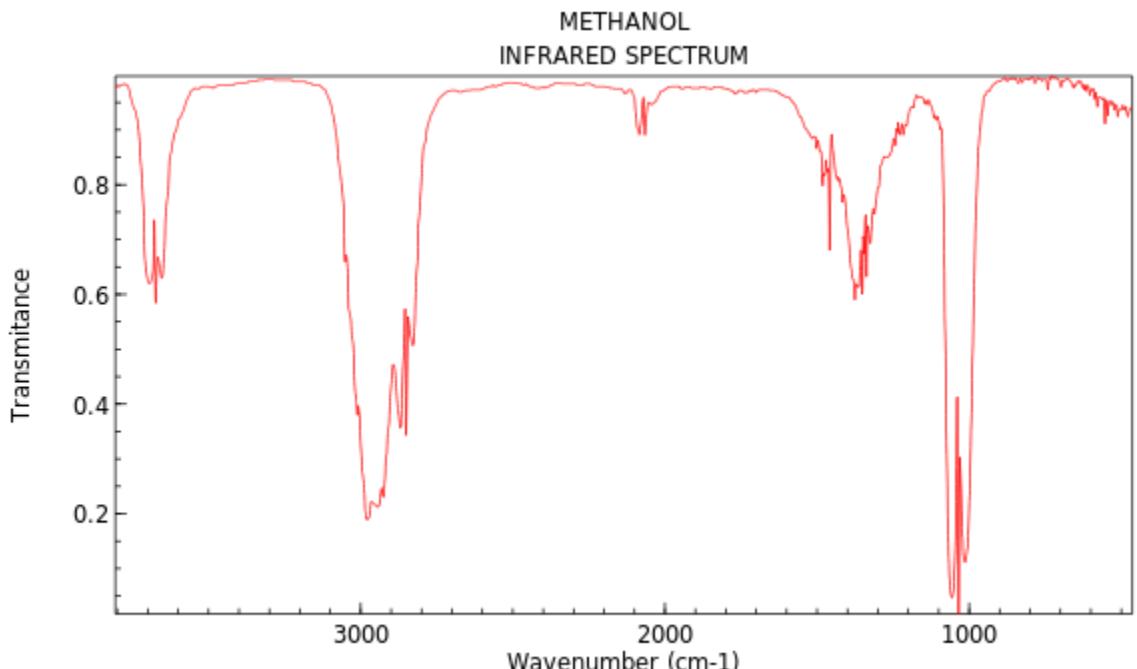
# Physical Properties of Methanol

## الخواص الفيزيائية

- ✓ **المظاهر:** سائل، شفاف، عديم اللون، رائق، متطاير، لهوب.
- ✓ **الرائحة:** رائحة بغيضة.
- ✓ **درجة الغليان:** حوالي  $64^{\circ}\text{C}$ .
- ✓ **الانحلالية/الامتزاج:** مزوج مع الماء ومعظم المذيبات العضوية.

# Methanol Identification

# 1- الاختبارات الدستورية



✓ قرينة الانكسار: 1.330 - 1.328.

✓ التحقق بمطيافية IR: مطابق للطيف المرجعي  
الدستوري.

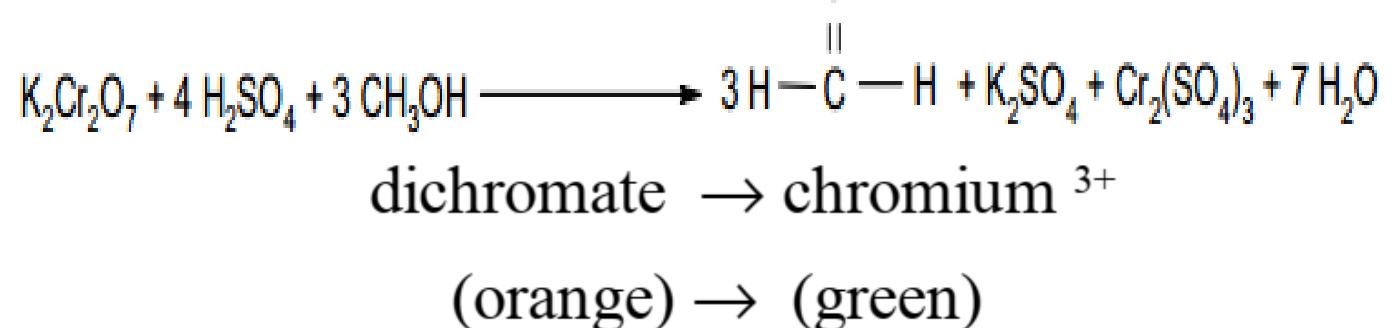
## 2- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

يتفاعل الميتانول مع دي كرومات البوتاسيوم في وسط حمضي (من حمض الكبريت)، مما يؤدي إلى تشكيل الفورمالدهيد وكبريتات الكروم. نستدل على حدوث التفاعل من خلال انقلاب لون محلول من البرتقالي إلى الأخضر/الأخضر المزرق.

### المبدأ

يؤكسد دي كرومات البوتاسيوم الميتانول في وسط حمضي إلى الفورمالدهيد، في حين يُرجع دي كرومات البوتاسيوم إلى كبريتات الكروم، مما يؤدي إلى انقلاب لون محلول من الأصفر البرتقالي (ثاني الكرومات) إلى الأخضر/الأخضر المزرق (كبريتات الكروم).



## 2- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة 0.5 مل من الميتانول ثم أضف لها 3 مل من الماء و 0.5 مل من دي كرومات البوتاسيوم و 4 قطرات من حمض الكبريت الكثيف (يكون لون المزيج أصفر برتقالي) وامزج جيدا.
- ✓ قم بتسخين المزيج على حمام مائي غال لمدة 7 - 10 دقائق ولاحظ انقلاب اللون إلى الأخضر/الأخضر المزرق.



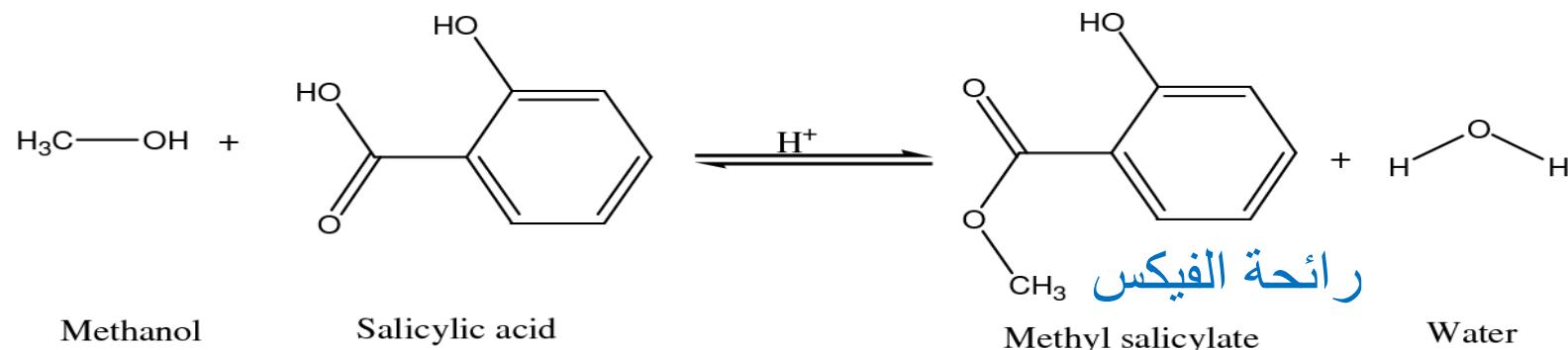
## 3- الأسترة بحمض الصفصاف (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

يتفاعل الميتانول مع حمض الصفصاف بوجود وسيط حمضي (حمض الكبريت الكثيف)، مما يؤدي إلى تشكيل إستر برائحة وصفية تشبه رائحة الفيكس.

### المبدأ

تفاعل أسترة مباشرة بين حمض كربوكسيلي وغول، مما يؤدي لتشكيل إستر هو صفات الميتيل (له رائحة الفيكس).



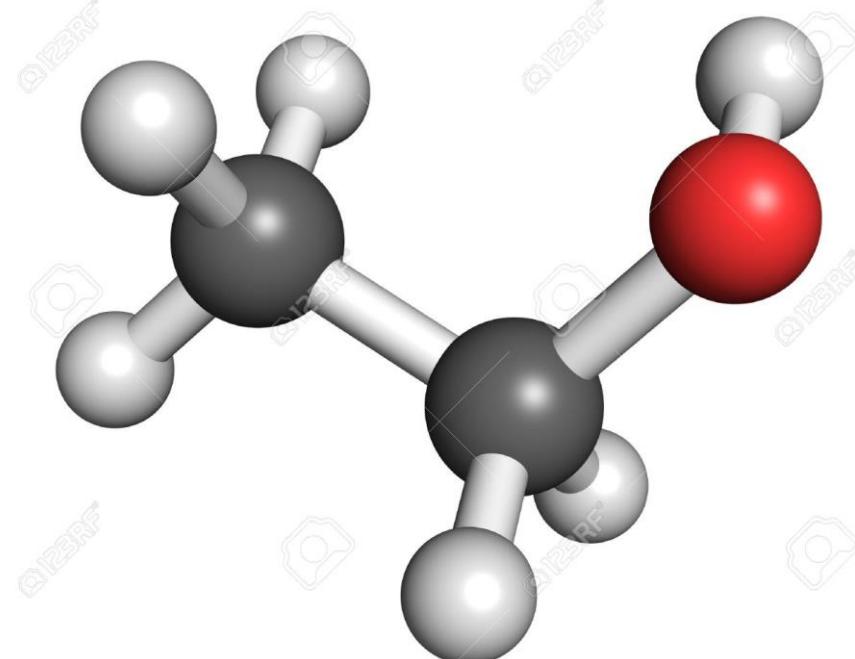
### 3- الأسترة بحمض الصفصاف (اختبار غير دستوري)

#### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبضة معتبرة من حمض الصفصاف وأضف لها 1 مل ميتانول وأذبه جيدا، ثم أضف 3 قطرات من حمض الكبريت الكثيف وامزج جيدا.
- ✓أغلق فوهة الأنبوب بوساطة منديل، ثم ضعه على حمام مائي غال لمدة 3 – 5 دقائق.
- ✓ لاحظ انتشار رائحة الفيكس.

# Ethanol

# Ethanol Structure



# Physical Properties of Ethanol

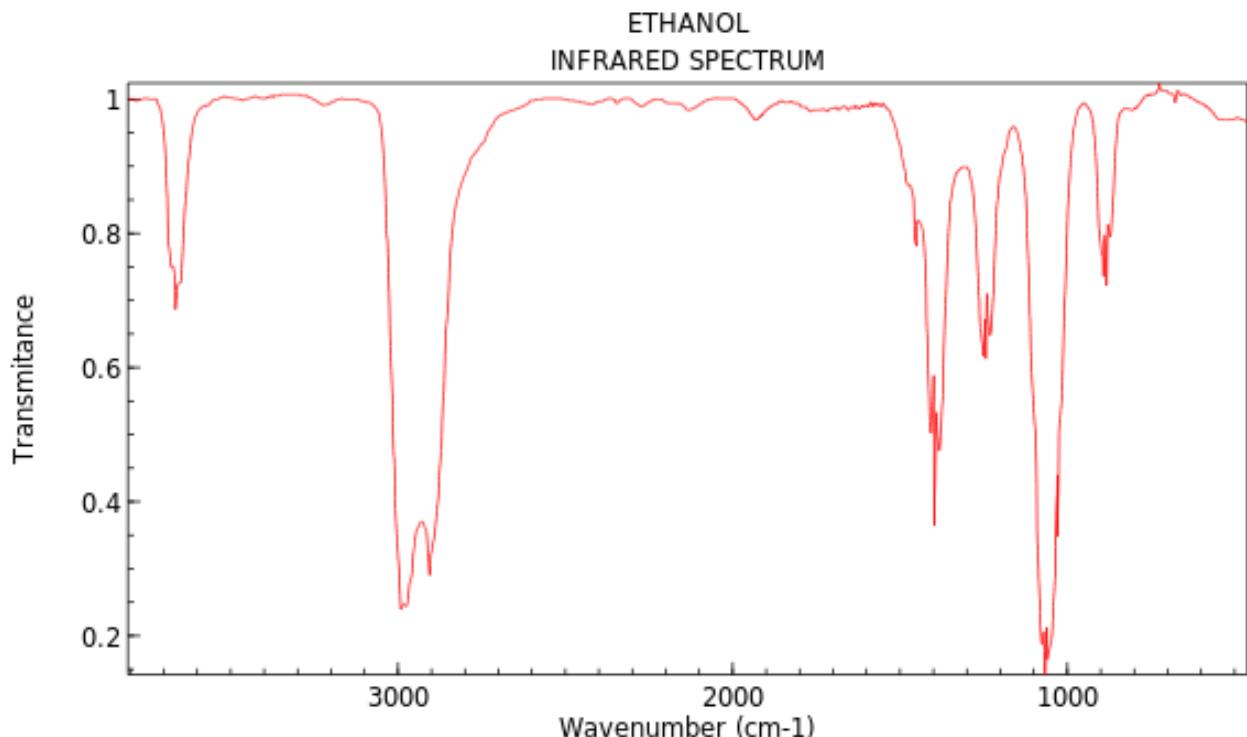
## الخواص الفيزيائية

- ✓ **المظاهر:** سائل، شفاف، عديم اللون، رائق، منطابر، لهوب (يحترق بلون أزرق ومن دون أبخرة)، مسترطب.
- ✓ **الرائحة:** له الرائحة الكحولية المعروفة.
- ✓ **درجة الغليان:** حوالي  $78^{\circ}\text{C}$ .
- ✓ **الانحلالية/الامتزاج:** مزوج مع الماء ومعظم المذيبات العضوية.

# Ethanol (96%) Identification

95.1 per cent V/V (92.6 per cent m/m) to 96.9 per cent V/V (95.2 per cent m/m) at 20 °C

# 1- الاختبارات الدستورية



NIST Chemistry WebBook (<https://webbook.nist.gov/chemistry>)

✓ الكثافة النسبية: 0.805 - 0.812

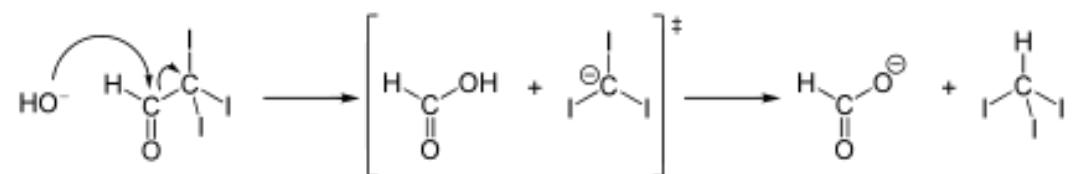
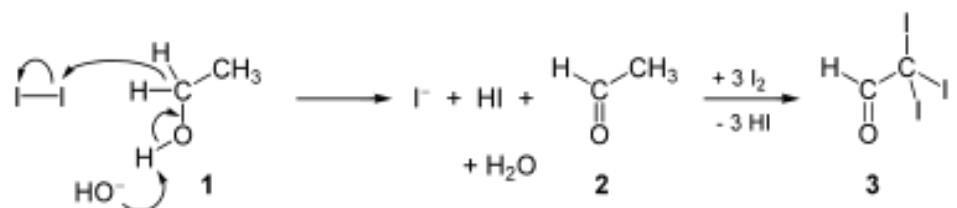
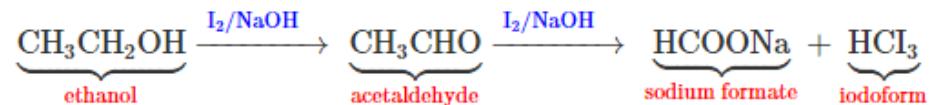
✓ مطابقة للطيف المرجعي: IR

الدستوري.

## 2- تفاعل تشکیل الیودوفورم (اختبار دستوري)

## التفاعل

يتكون الإيتانول باليود اليودي في وسط قلوي (هيدروكسيد الصوديوم)، مما يؤدي إلى تشكيل راسب أصفر هو اليودوفورم  $\text{CHI}_3$ .



## 2- تفاعل تشكيل اليودوفورم (اختبار دستوري)

### المبدأ

- يقوم اليود ببداية بأكسدة الإيتانول في وسط قلوي مما يؤدي إلى تشكيل الأسيتالديد (كربونيل ميتيلي  $\text{CH}_3\text{-CO-R (H)}$ ) القادر على الدخول في تفاعل تشكيل اليودوفورم.
- تستبدل فيما بعد كل ذرة هيدروجين في مجموعة الميتيل المجاورة للوظيفة الألدهيدية في الأسيتالديد بذرة يود (الاستبدال في الموقع ألفا) مؤدية إلى تشكيل ثلاثي يود الأسيتالديد (المنتج رقم 3 في المعادلة) الذي يخضع فيما بعد إلى حلمهة قلوية، فيتشكل عندها راسب أصفر هو اليودوفورم.
- يمكن من خلال هذا التفاعل تمييز الإيتانول عن الميتانول (لأن أكسدة الميتانول تعطي الفورمالدهيد  $\text{H-CO-H}$  وهو كربونيل غير ميتيلي ولا يستطيع الدخول في تفاعل اليودوفورم).

## 2- تفاعل تشكيل اليودوفورم (اختبار دستوري)

### العمل

✓ضع في أنبوب تجربة 0.5 مل إيتانول و3 مل ماء و2 مل من هيدروكسيد الصوديوم الممدد وامزج جيدا، ثم أضف لها 2 مل من محلول اليود البيودي رويدا رويدا مع الرج. استمر بالإضافة حتى ظهور عكر أصفر اللون، ثم اترك المزيج للراحة مدة 30 دقيقة.

✓لاحظ تشكيل الراسب الأصفر في أسفل الأنبوب.



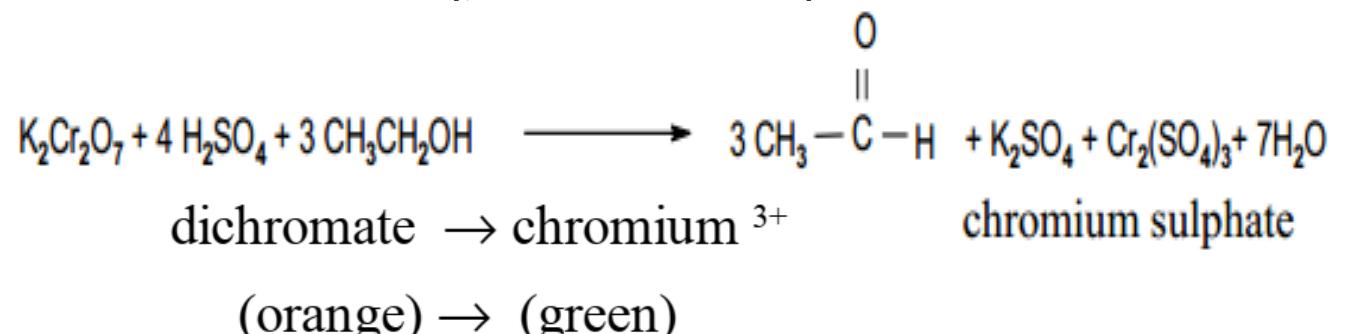
## 3- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

يتفاعل الإيتانول مع دي كرومات البوتاسيوم في وسط من حمض الكبريت مما يؤدي إلى تشكيل الأسيتالدهيد وكبريتات الكروم. نستدل على حدوث التفاعل من خلال انقلاب لون محلول من البرتقالي إلى الأخضر المزرق.

### المبدأ

يؤكسد دي كرومات البوتاسيوم الإيتانول في وسط حمضي إلى الأسيتالدهيد، في حين يُرجع دي كرومات البوتاسيوم إلى كبريتات الكروم، مما يؤدي إلى انقلاب لون محلول من البرتقالي (لون ثانٍ للكرومات) إلى الأخضر/الأخضر المزرق (كبريتات الكروم).



### 3- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

#### العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة 0.5 مل من الإيتانول ثم أضف لها 3 مل من الماء و 0.5 مل من دي كرومات البوتاسيوم و 4 قطرات من حمض الكبريت الكثيف (يكون لون المزيج أصفر برتقالي) وامزجها جيدا.
- ✓ قم بتسخين المزيج على حمام مائي غالى لمدة 7 - 10 دقائق ولاحظ انقلاب اللون إلى الأخضر/الأخضر المزرق.



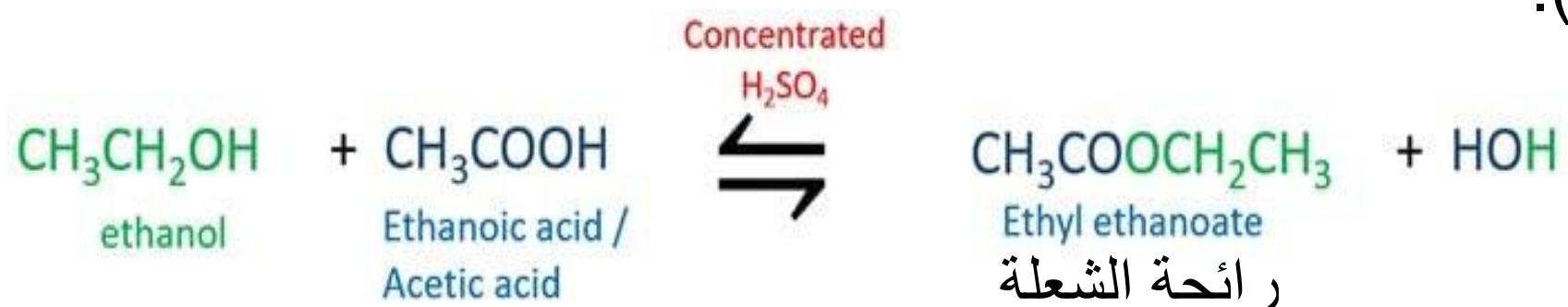
## 4- الأسترة بحمض الخل (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

يتفاعل الإيتانول مع حمض الخل بوجود وسيط حمضي (حمض الكبريت الكثيف)، مما يؤدي إلى تشكيل إستر برائحة وصفية تشبه رائحة الشعلة.

### المبدأ

تفاعل أسترة مباشرة بين حمض كربوكسيلي وغول، مما يؤدي لتشكل إستر خلات الإيتيل (له رائحة الشعلة).



## 4- الأسترة بحمض الخل (اختبار غير دستوري)

### العمل

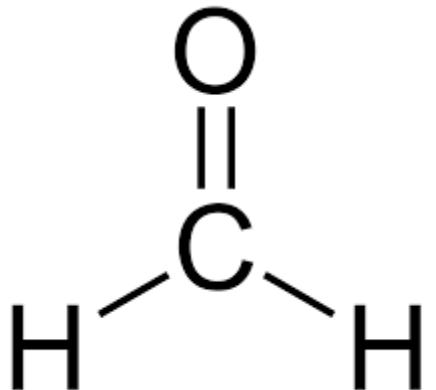
- ✓ ضع في أنبوب تجربة 1 مل إيتانول و 0.25 مل (5 قطرات) حمض الخل و 3 قطرات من حمض الكبريت الكثيف.
- ✓ امزج جيدا، ثم أغلق فوهة الأنبوب بمنديل.
- ✓ ضع الأنبوب في حمام مائي غالى لمدة 4 دقائق.
- ✓ لاحظ انتشار رائحة الشعلة.

## الجلسة الخامسة

# Formaldehyde Solution

Identification & Assay

# Formaldehyde



Formaldehyde Structure

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- ✓ يتواجد الفورمالدهيد كجزيئه مفردة بشكل غاز عديم اللون بدرجة الحرارة العاديّة، له رائحة واحدة مخرشة.
- ✓ الانحلالية: شديد الانحلال في الماء ومعظم المذيبات العضويّة.

## الخواص الكيميائية

- ✓ يعتبر من أشد الألدهيدات الألفاتية تفاعلية.
- ✓ يملك خواصاً مرجعة.
- ✓ يدخل في تفاعلات التكاف و الانضمام.

# Formaldehyde Solution (Formalin)

## تعريف

- ✓ الشكل الدستوري للفورمالدهيد، وهو عبارة عن محلول المائي له (يدعى الفورمول أو الفورمالين).
- ✓ يجب ألا يقل تركيزه عن (w/w) 34.5%.
- ✓ محلول الفورمالدهيد شفاف عديم اللون، مزوج مع الماء والإيتانول 96%.

## الحفظ

- ✓ يحفظ في أوعية محكمة الإغلاق بعيداً عن الضوء وفي درجات حرارة تتراوح بين 15 و 25 درجة سيلسيوس.
- ✓ قد يصبح عكراً خلال فترة حفظه بسبب تبلمر الفورمالدهيد فيه، ولذلك يضاف له الميتانول كمثبت (لمنع التبلمر) بنسبة 9 - 15%.

# Pharmaceutical & Medical Uses

الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ لمعالجة التأليل.
- ✓ في تحضير اللقاحات.
- ✓ في تفاعلات الكشف المختلفة.

# Formaldehyde Solution Identification

# 1- التفاعل مع حمض الكرومتوروبيك

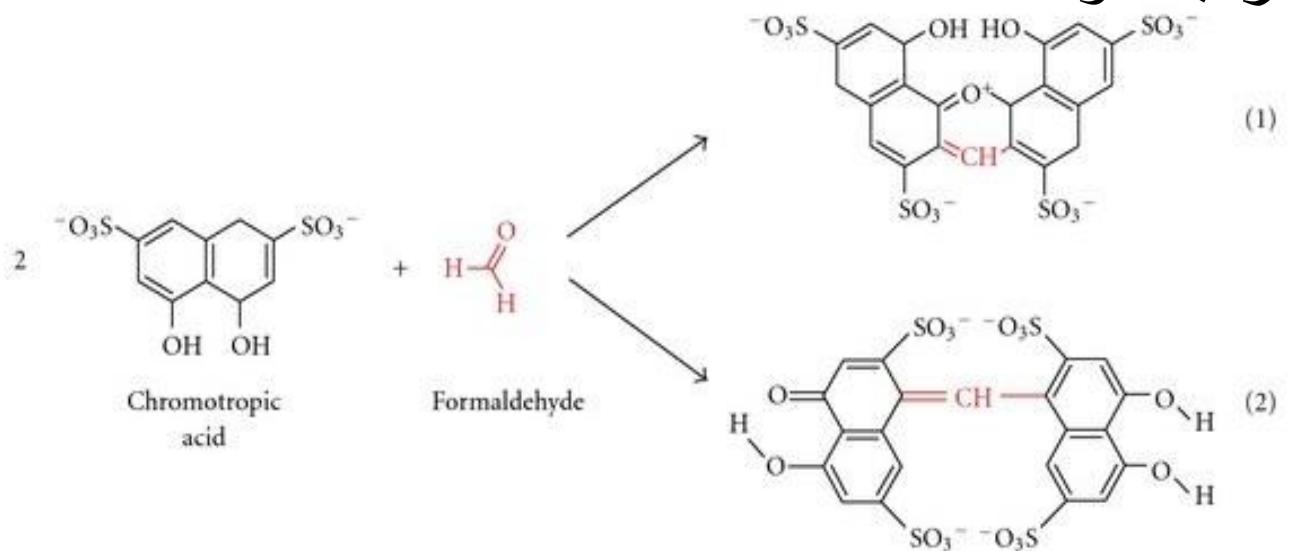
(اختبار دستوري)

## التفاعل

يتفاعل الفورمالدهيد مع الملح الصودي لحمض الكرومتوروبيك في وسط من حمض الكبريت الكثيف، مما يؤدي لظهور لون بنفسجي مممر أو مزرق.

## المبدأ

يتكافف الفورمالدهيد مع جزيئتين من حمض الكرومتوروبيك، مما يؤدي إلى تشكيل منتج وسطي يخضع بدوره إلى عملية أكسدة معطياً بذلك مركباً ملوناً.



## ملاحظة

يلعب حمض الكبريت  
في هذا التفاعل دور  
مبلمه ومؤكسد.

## 1- التفاعل مع حمض الكرومومتروبيك (اختبار دستوري)

### العمل

✓ضع في أنبوب اختبار mL 2.5 من الماء وأضف له 1 قطرة من محلول الفورمالين وامزج جيدا.

✓ضع في أنبوب جديد قطرة واحدة من محلول السابق وأضف لها mL 0.5 من محلول حمض الكرومومتروبيك و mL 1 من الماء وامزج جيدا ومن ثم أضف بحذر وعلى جدار الأنوب mL 2-3 من حمض الكبريت الكثيف وامزج بلطف وحذر.

✓لاحظ ظهور لون بنفسجي مزرق أو بنفسجي محمر شديد.

## 2- التفاعل مع كاشف تولين (اختبار دستوري)

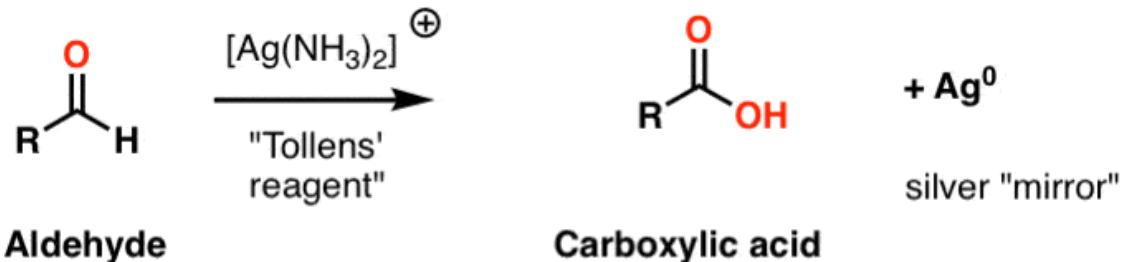
تركيب الكاشف

نترات الفضة النشاديّة.

المبدأ

يتأكسد الفورمالدهيد بشوارد الفضة في وسط قلوي نشادي، مما يؤدي إلى تشكّل حمض النمل، في حين تُرجع شوارد الفضة إلى معدن الفضة وتظهر إما بشكّل مرآة فضية على جدار الأنبوب أو بشكّل راسب رمادي ناعم.

The "Tollens Test" For Aldehydes



This is a redox reaction:

- The aldehyde is oxidized by silver(I) to the carboxylic acid
- Silver(I) is reduced by the aldehyde, forming atomic silver, which forms a mirror on the reaction flask



## 2- التفاعل مع كاشف تولين (اختبار دستوري)

### العمل

✓ضع في أنبوب اختبار  $0.5\text{ mL}$  من محلول الفورمالين و  $2\text{ mL}$  من الماء وامزج جيدا، ثم قم بإضافة  $2\text{ mL}$  من محلول نترات الفضة وبضع قطرات من محلول النشادر الممدد حتى الحصول على وسط قلوي خفيف.

✓سخن على حمام مائي لبضعة دقائق.

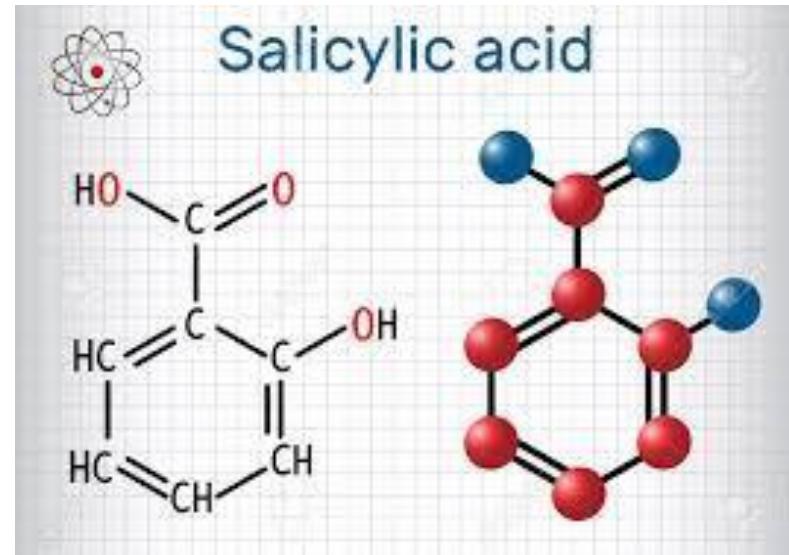
✓لاحظ ظهور راسب رمادي و/أو تشكيل مرآة فضية على السطح الداخلي لأنبوب الاختبار.



### 3- التفاعل مع حمض الصفصاف (اختبار دستوري)

التفاعل

يتفاعل الفورمالدهيد مع حمض الصفصاف في وسط كثيف من حمض الكبريت المركز وبالحرارة (التسخين اللطيف)، مما يؤدي إلى ظهور لون أحمر غامق جداً.



### 3- التفاعل مع حمض الصفصفاف (اختبار دستوري)

#### العمل

- ✓ضع في أنبوب اختبار حوالي  $20\text{ mg}$  من حمض الصفصفاف، وأضف لها بحذر شديد  $2\text{ mL}$  من حمض الكبريت الكثيف، وامزج بهدوء حتى ذوبان حمض الصفصفاف.
- ✓أضف بعد ذلك 3 قطرات من محلول الفورمالين.
- ✓لاحظ ظهور لون أحمر غامق.

## 4- التفاعل مع كاشف شيف

### تركيب الكاشف

هو الفوكسين (لون محلوله المائي أحمر أرجواني) المزال لونه باستخدام حمض الكبريت. يشكل حمض الكبريت مع الفوكسين مركباً انضماماً عديماً للون.

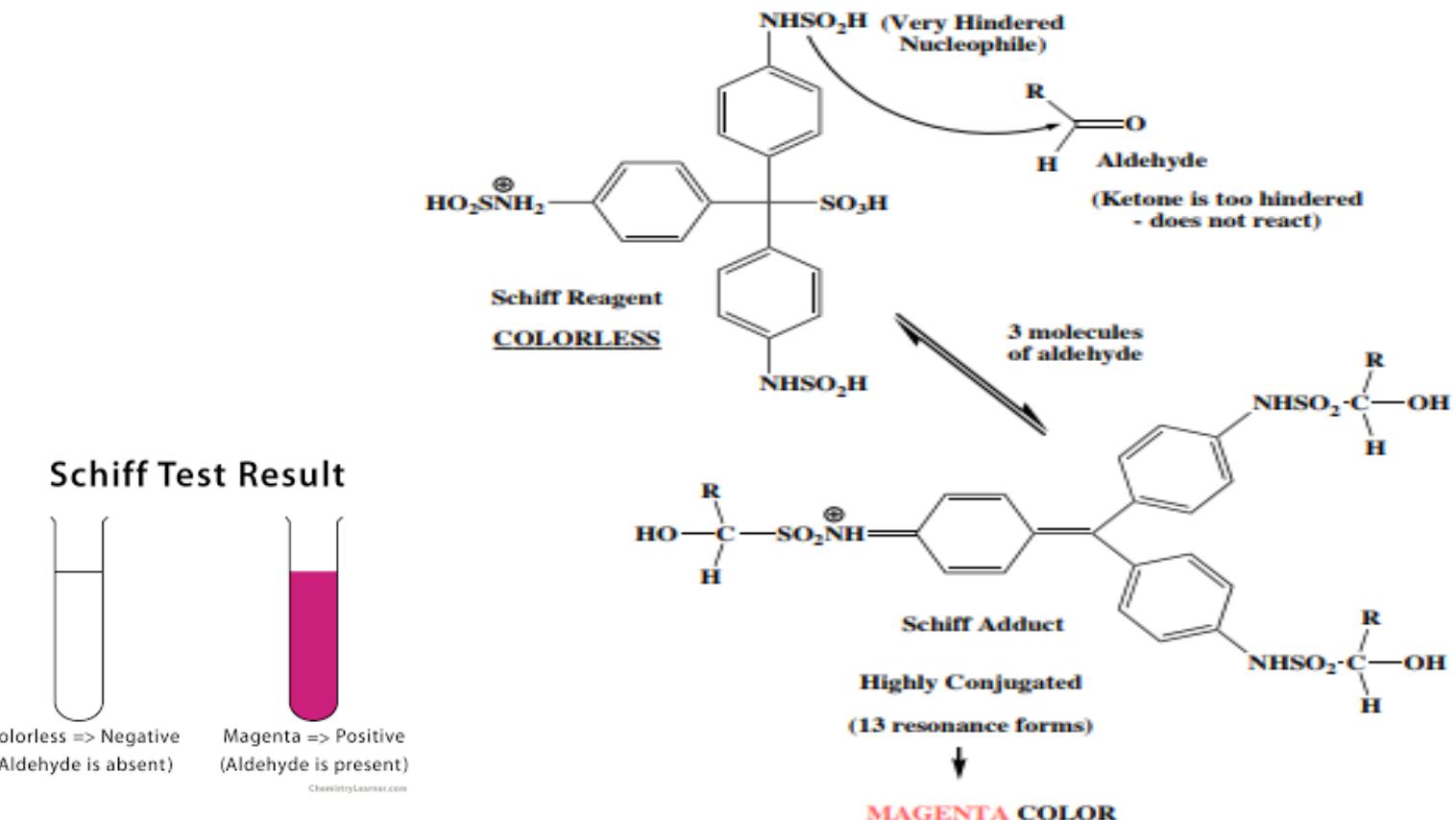
### التفاعل

يتفاعل الفورمالدهيد مع كاشف شيف، مما يؤدي إلى ظهور لون زهري/بنفسجي.

## 4- التفاعل مع كاشف شيف

المبدأ

ينضم الفورمالدهيد إلى كاشف شيف، مما يؤدي إلى تشكيل منتج لونه زهري/بنفسجي.

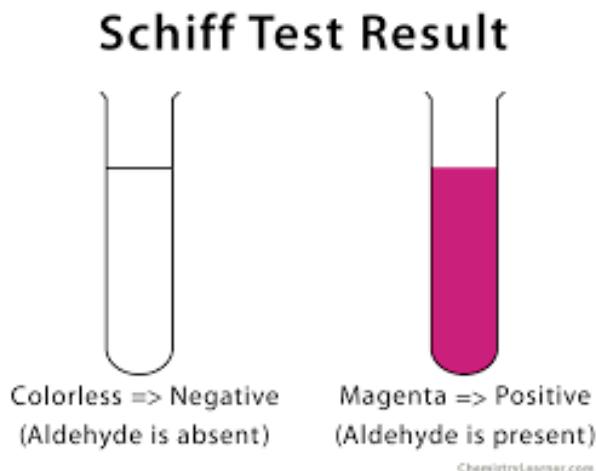


## 4- التفاعل مع كاشف شيف

### العمل

✓ضع في أنبوب اختبار 1 مل ماء و 2 قطرة من محلول الفورمالين وامزج جيدا ثم أضف قطرتان من كاشف شيف وامزج.

✓لاحظ تلون محلول بلون زهري/بنفسجي.



## 5- التفاعل مع كاشف فهانغ

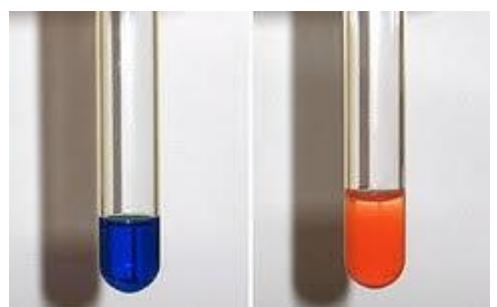
# تركيب الكاشف

## فهرس A: كبريتات النحاس المائية.

فهانغ B: طرارات الصوديوم والبوتاسيوم في وسط قلوي من هيدروكسيد الصوديوم.

## التفاعل

يتفاعل الفورمالدهيد مع كاشف فهانغ، مما يؤدي إلى ظهور راسب أحمر أجري من أكسيد النحاسي.

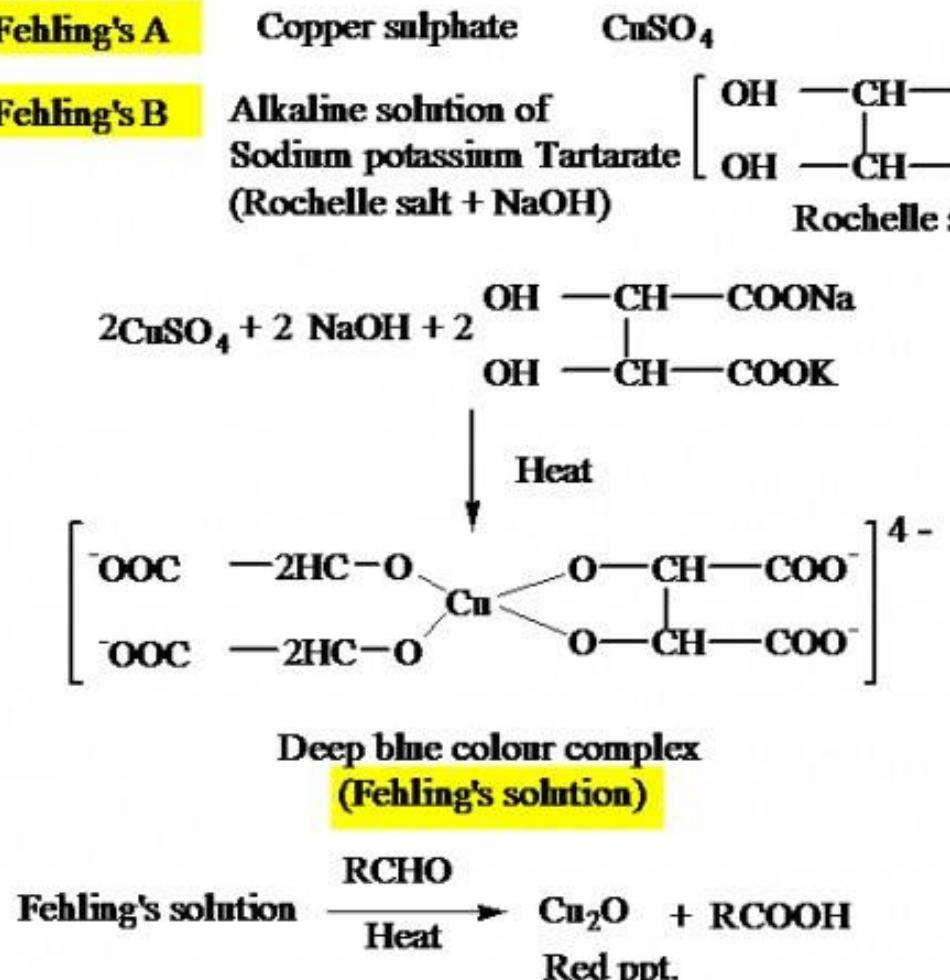


## 5- التفاعل مع كاشف فهلنغ

المبدأ

لدى مزج محلولي كاشف فهلنغ مع بعضهما البعض، يتشكل معقد لشوارد النحاس مع الطرطرات مما يجعل للمحلول لوناً أزرقاً غامقاً.

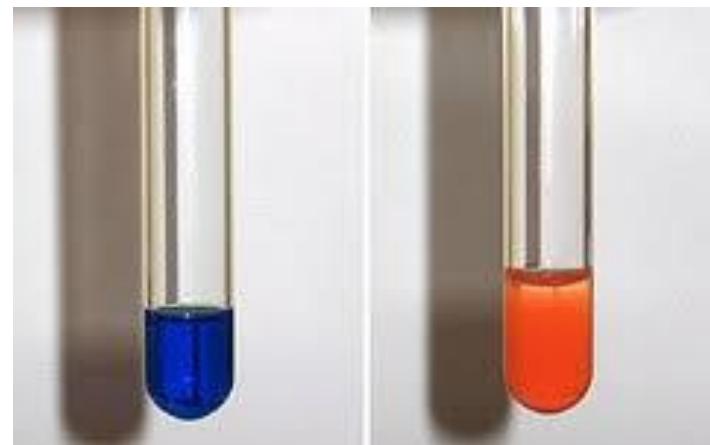
و عند إضافة الألدهيد، يقوم هذا الأخير بإرجاع شوارد النحاس إلى النحاسي في وسط قلوي، و يتشكل نتيجة لذلك راسب أحمر أجري هو أكسيد النحاسي.



## 5- التفاعل مع كاشف فهانغ

### العمل

- ✓ أضع في أنبوب اختبار  $1\text{ mL}$  من فهانغ A و  $1\text{ mL}$  من فهانغ B و امزجهما جيدا، ثم أضف له 2 قطرة من محلول الفورمالين، وسخن على حمام مائي لبضعة دقائق.
- ✓ لاحظ اختفاء اللون الأزرق تدريجيا وظهور راسب أحمر آجري.



# Formaldehyde Solution Assay

## المبدأ

يعاير محلول الفورمالدهيد معايرة حجمية بالرجوع باستخدام مقياس اليود. حيث يقاييس الفورمالدهيد باليود العياري في وسط قلوي، ومن ثم تعاير زيادة اليود بمحلول تيوسلفات الصوديوم العياري في وسط حمضي ضعيف.

# Formaldehyde Solution Assay



عدد متبادلات الفورمالدهيد في هذا التفاعل هي 2 وذلك لأنه يرجع ذرتى يود أي يمنح كل ذرة من ذرتى اليود الكترونا واحدا

# Formaldehyde Solution Assay

## العمل

✓ ضع في فيول 5 mL من محلول المجهول و 20 mL من محلول اليود العياري N 0.1 و 6.7 mL من محلول هيدروكسيد الصوديوم، ثم أغلق الفيول وضعه في الظلمة لمدة ربع ساعة مع تحريكه من فترة لأخرى.

✓ أضف بعد ذلك 16.7 mL من محلول حمض الكبريت الممدد وامزج بشدة.

✓ عاير بتيوسلافات الصوديوم N 0.1 حتى ظهور لون أصفر عندها أضف 1.5 مل من هلامة النساء وعاير حتى زوال اللون الأزرق البنفسجي من هلامة النساء.

# Formaldehyde Solution Assay

الحسابات

الطريقة الأولى:

عدد مكافئات اليود العياري الكلية = عدد مكافئات اليود المستهلك لمعايرة الفورمالدهيد + عدد مكافئات اليود الفائض

عدد مكافئات اليود العياري الكلية = عدد مكافئات الفورمالدهيد + عدد مكافئات التيوسلفات المستهلكة لمعايرة اليود الفائض

عدد مكافئات الفورمالدهيد = عدد مكافئات اليود العياري الكلية - عدد مكافئات التيوسلفات المستهلكة لمعايرة اليود الفائض

$$N = N_1 \cdot V_1 - N_2 \cdot V_2$$

حيث  $N$  نظرية محلول الفورمالدهيد المجهول و  $V$  حجم أخذة

حيث  $N_1$  نظرية محلول اليود العياري و  $V_1$  حجم محلول اليود العياري المضاف.

حيث  $N_2$  نظرية محلول التيوسلفات و  $V_2$  حجم التيوسلفات المستهلك.

# Formaldehyde Solution Assay

الحسابات

الطريقة الثانية:

طريقة الميلي مكافى:

كل 1 mL من محلول اليود العياري N 0.1 mg يكافى 1.501 mg من الفورمالدهيد  
فكل حجم مستهلك من محلول اليود العياري N 0.1 mg يكافى  $X$  mg من الفورمالدهيد

علماً أن حجم محلول اليود المستهلك لمعاييرة الفورمالدهيد = حجم اليود الكلي - الحجم المتصروف من التيوسلفات

# Formaldehyde Solution Assay

شرط القبول الدستوري

## Content

34.5 per cent m/m to 38.0 per cent m/m of formaldehyde ( $\text{CH}_2\text{O}$ ; Mr 30.03).

# الجلسة السادسة

# Benzoic Acid

Identification & Assay

## مقدمة

- ✓ تحتوي الحموض الكربوكسيلية في بنيتها على مجموعة الكربوكسيل (COOH-).
- ✓ قد تكون الحموض الكربوكسيلية ألفاتية  $\text{Ar-COOH}$  (كمض الخل) أو عطرية (كمض البنزوئيك)، وذلك تبعاً للجذر المرتبط بالمجموعة الكربوكسيلية.
- ✓ قد تكون الحموض الكربوكسيلية إما أحادية الوظيفة الكربوكسيلية (حمض البنزوئيك) أو متعددة الوظيفة الكربوكسيلية (حمض الليمون).
- ✓ قد يضم الحمض الكربوكسيلي في بنيته وظائف أخرى كالوظيفة الهيدروكسيلية (حمض الطرطير) أو الكيتونية (حمض البيروفيك) وغيرها.
- ✓ تتفاعل الحموض الكربوكسيلية مع بيكربونات الصوديوم، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أوكسيد الكربون وحدوث فوران في محلول.

## مقدمة

يمكن الكشف عن الحموض الكربوكسيلي من خلال تفاعلها مع أملاح بعض الشوارد المعدنية (الحديد والكالسيوم) والتي قد تؤدي إلى تشكيل أملاح راسبة بألوان معينة.

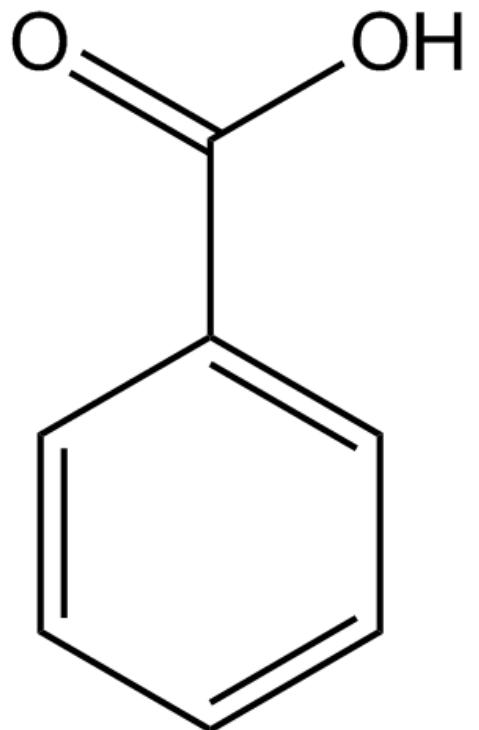
يمكن لنا التفريق بين الحموض الكربوكسيلي التي تعطي مع الشوارد أملاحا عضوية متماثلة اللون من خلال اختلاف تأثيرها مع الحموض المعدنية القوية كحمض الكبريت وحمض الخل، ومع الأمونيا، ومن خلال اختلاف قابلية ذوبانها في المذيبات.

يمكن الكشف عن الحموض الكربوكسيلي أيضا من خلال تحويلها إلى الإسترات الموافقة باستخدام كحول ملائم وبوجود وساطة حمضية حيث يتم التمييز بينها من خلال رائحة الإستر المتشكل.

تسهم بنية الحمض الكربوكسيلي وطبيعة الوظائف الكيميائية الأخرى الداخلة فيها بإجراء تفاعلات تفريقية بين مجموعات و/أو أفراد الحموض الكربوكسيلي.

# Benzoic Acid

# Benzoic acid Structure



# Physical Properties of Benzoic acid

التصنيف الكيميائي

حمض كربوكسيلي عطري.

الصفات الفيزيائية

✓ **المظهر:** مسحوق بلوري أبيض/مبيض أو بلورات عديمة اللون.  
✓ له رائحة مخرشة.

✓ **درجة الانصهار:**  $121^{\circ} - 124^{\circ} \text{C}$ .

✓ **الانحلالية:** قليل الانحلال بالماء، منحل بالماء الغالبي، ينحل بشدة في الكحول (96%) والعديد من المذيبات العضوية الأخرى كالكلوروفورم والإيتر والأسيتون.

# Pharmaceutical Uses of Benzoic acid

الاستخدامات الصيدلانية

- ✓ مضاد جرثومي وفطري.
- ✓ يستخدم كمادة حافظة.

# Benzoic Acid Identification

## 1- اختبارات دستورية غير كيميائية

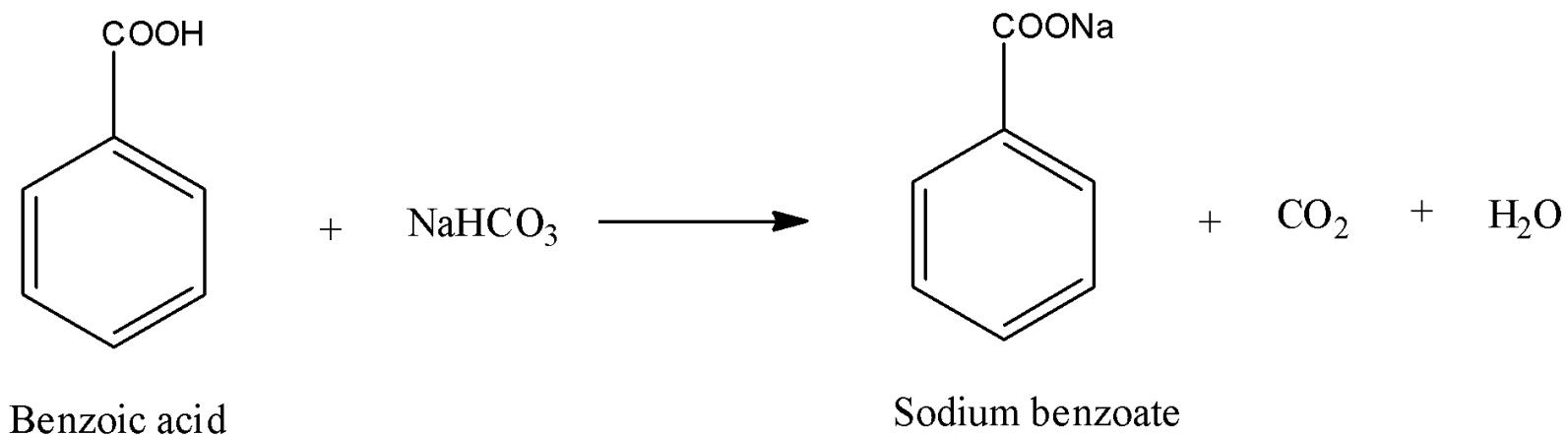
- ✓ **درجة الانصهار:**  $124^{\circ}\text{C} - 121^{\circ}$ .
- ✓ **التصعيد:** ضع قبضة من حمض البنزوئيك في أنبوب تجربة، ثم سخن الأنبوب من الأسفل بلطف عبر صفيحة تسخين. لاحظ تصعد بلوراته البيضاء وتكاثفها على الجدران الداخلية العليا الباردة للأنبوب.



## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

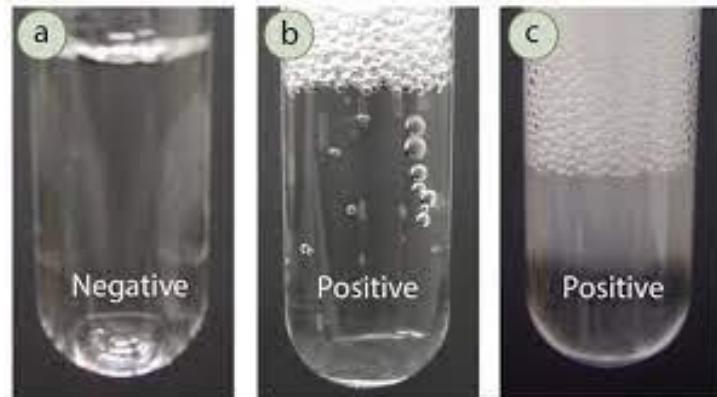
يتفاعل حمض البنزويك مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أوكسيد الكربون وحدوث فوران في محلول.



## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة قبضة صغيرة من حمض البنزويك وأضف لها 2 مل ماء (أو 1 مل إيتانول)، وسخن حتى ذوبان الحمض.
- ✓ أضف 1 - 2 مل من محلول بيكربونات الصوديوم 2.5 % (و/ح) بالتدريج وحرك.
- ✓ لاحظ ظهور فقاعات كثيفة نتيجة تحرر  $\text{CO}_2$ .



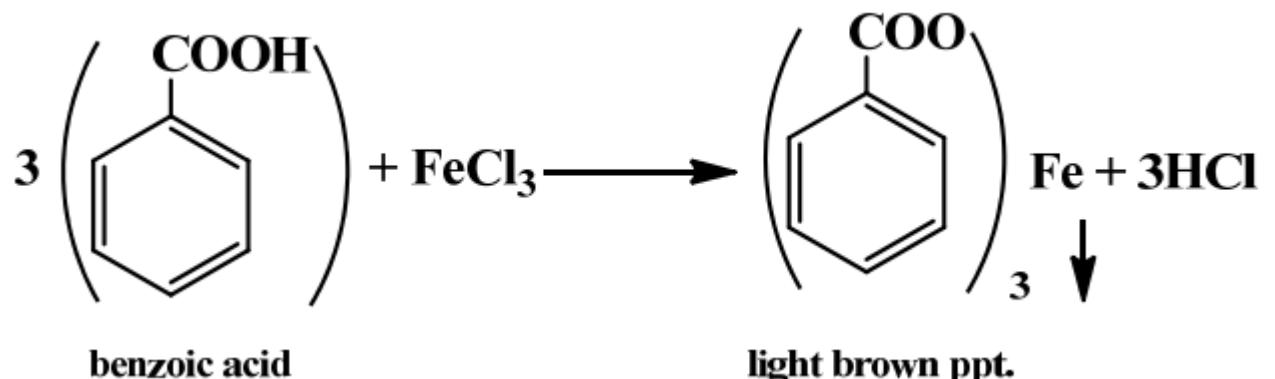
### 3- تفاعل حمض البنزويك مع كلوريد الحديد (دستوري)

#### التفاعل

يتفاعل حمض البنزويك مع كلوريد الحديد في وسط معتدل، مما يؤدي إلى تشكيل راسب بني فاتح-برتقالي هو بنزوات الحديد المنحل بالإيتر.

#### المبدأ

عند إضافة كلوريد الحديد يتشكل لدينا راسب بني فاتح-برتقالي هو بنزوات الحديد (المنحل بالإيتر).



### 3- تفاعل حمض البنزوئيك مع كلوريد الحديد (دستوري)

#### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبضة جيدة من حمض البنزوئيك، وأذبها بـ 0.5 مل من الإيتانول 96%.
- ✓ أضف 1 مل من محلول كلوريد الحديد تدريجيا ثم رج بهدوء.
- ✓ لاحظ ظهور راسببني فاتح-برتقالي.
- ✓ أضف 0.5 – 1 مل من الإيتير ورج الأنبوب ولاحظ انتقال الراسب إلى الطبقة الإيتيرية وانحلاله بها.

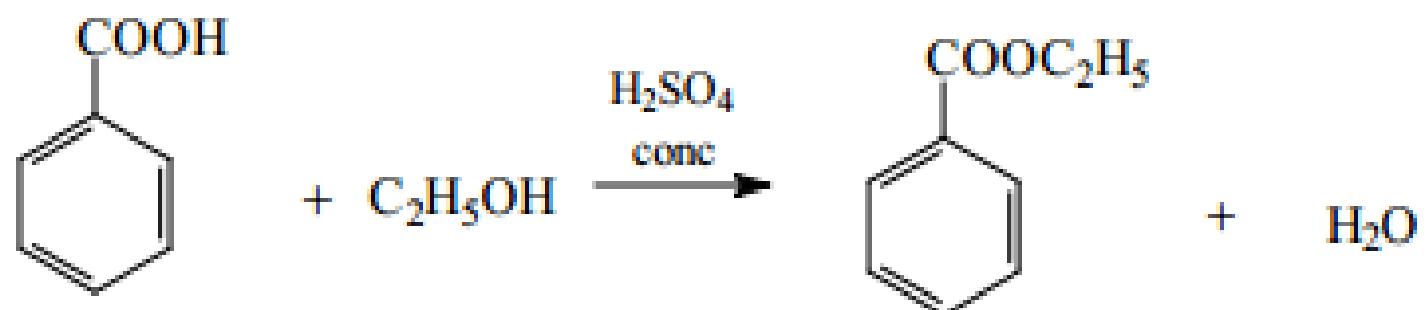
## 4- الأسترة بالإيتانول

### التفاعل

يتفاعل حمض البنزوئيك مع الإيتانول بوجود وسيط من حمض الكبريت الكثيف، مما يؤدي إلى تشكيل إستر بنزوات الإيتيل (له رائحة تشبه رائحة التين المجفف).

### المبدأ

تفاعل أسترة لحمض البنزوئيك بالإيتانول، يؤدي إلى تشكيل إستر بنزوات الإيتيل الذي يستدل عليه من رائحته التي تشبه رائحة التين المجفف.



## 4- الأسترة بالإيتانول

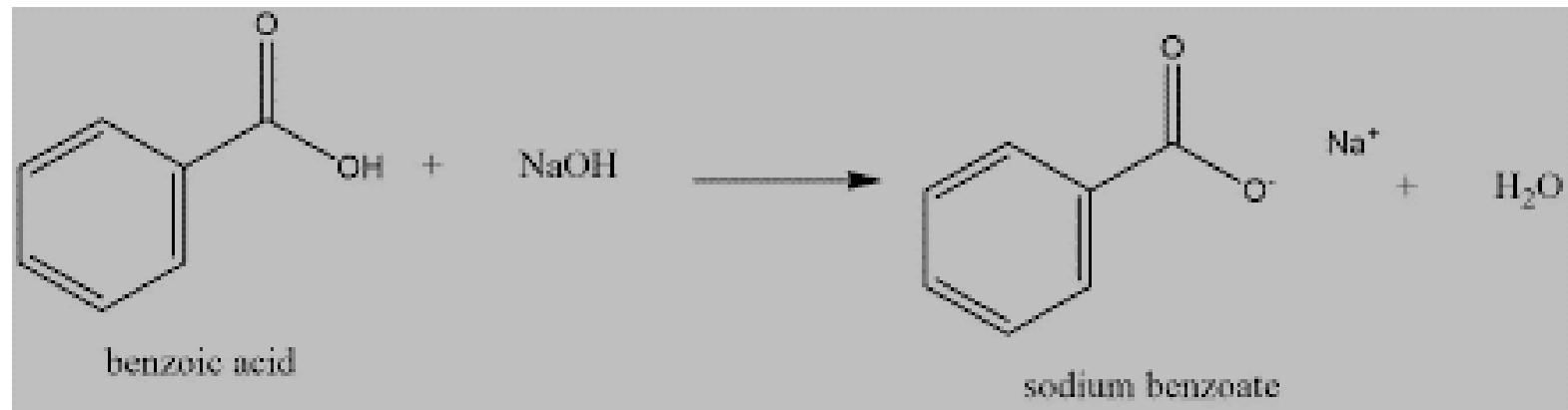
### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب جاف تماما قبضة جيدة من حمض البنزوئيك، ثم أضف لها 1 مل من الإيتانول و3 قطرات من حمض الكبريت الكثيف وامزجها جيدا، ثم أغلق الأنبوب من فوته.
- ✓ قم بتسخين المزيج على حمام مائي لمدة 5-10 دقائق واشتم رائحة التين المجفف.

## مقاييس حمض البنزويك

### المبدأ

معايير حمض البنزويك - بعد إذابته بالكحول 96% - معايرة حجمية مباشرة باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم العياري وبوجود مشعر أحمر الفينول، وتستمر المعايرة حتى انقلاب اللون من الأصفر إلى الأحمر البنفسجي.



## مقاييس حمض البنزويك

### طريقة العمل

- ✓ زن في فيول صغير  $0.100\text{ g}$  من حمض البنزويك، ثم أضف له  $10\text{ mL}$  من الإيتانول  $96\%$  وأذبه، ثم أضف له قطرة واحدة من مشعر أحمر الفينول.
- ✓ عاير محلول العينة باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم  $\text{N} 0.1$  حتى انقلاب اللون من الأصفر إلى الأحمر البنفسجي.

## مقاييس حمض البنزويك

### الحسابات

احسب المحتوى من حمض البنزويك إذا علمت أن:

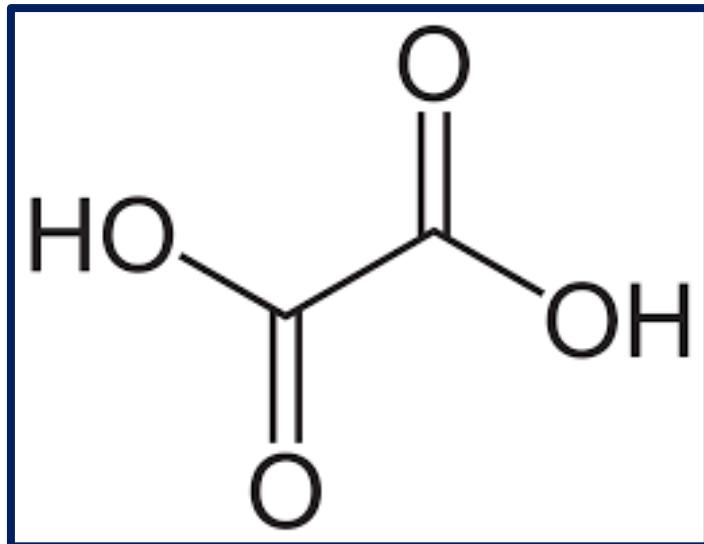
1 mL of 0.1 N sodium hydroxide is equivalent to 0.01221 g of benzoic acid

# الجلسة السابعة

# Oxalic Acid

Identification & Assay

# Oxalic Acid



# Oxalic Acid

## الخواص الفيزيائية

**المظاهر:** بلورات شفافة عديمة اللون.

**الانحلالية:** شديد الانحلال بالماء والإيتانول، قليل الانحلال بالإيتر، غير منحل بالكلوروفورم.

## التصنيف الكيميائي

حمض كربوكسيلي ثائي الوظيفة الحمضية.

# Pharmaceutical Uses of Oxalic acid

## الاستخدامات الصيدلانية

✓ يستعمل في المخابر لمنع تخثر عينات الدم.

# 1- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

المبدأ

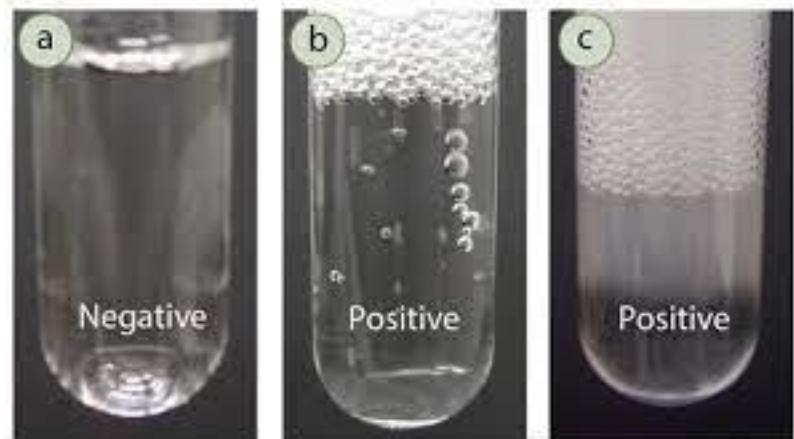
يتفاعل حمض الحماض مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أوكسيد الكربون وحدوث فوران في محلول.



## 1- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### طريقة العمل

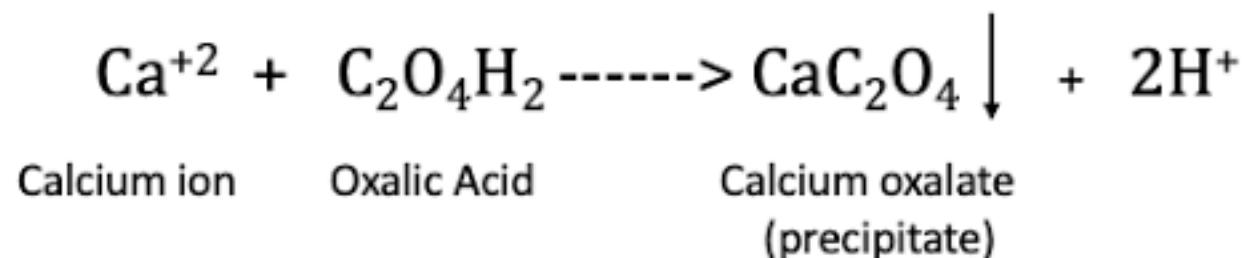
- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة قبضة من حمض الحماض وأضف لها 2 مل ماء وأذبها (استعن بالحرارة للتسريع).
- ✓ أضف 1 - 2 مل من محلول بيكربونات الصوديوم 5% (و/ح) بالتدرج وحرك.
- ✓ لاحظ ظهور فقاعات كثيفة نتيجة تحرر  $\text{CO}_2$ .



## 2- تفاعله مع أملاح الكالسيوم

### المبدأ

تفاعل شاردة الحماضات (الناتجة من تشرد حمض الحماض) مع أملاح الكالسيوم في وسط معتدل، مما يؤدي إلى تشكيل راسب أبيض هو حماضات الكالسيوم.



## 2- تفاعله مع أملاح الكالسيوم

### طريقة العمل

✓ضع في أنبوب تجربة قبضة من حمض الحماض، ثم أضف لها 2 مل من الماء وحرك حتى ذوبان الحمض بالكامل (استعن بالحرارة للتسريع).

✓قم بإضافة 1 مل من محلول كلوريد الكالسيوم.

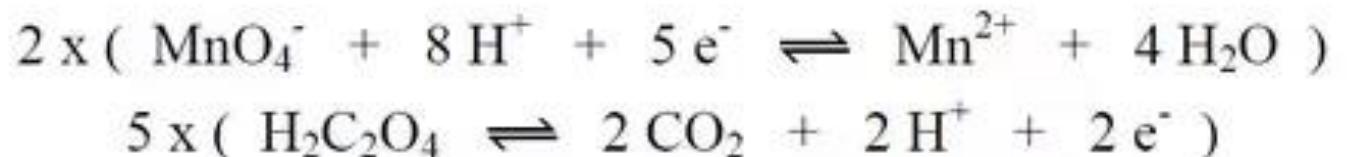
✓لاحظ ظهور راسب أبيض كثيف مباشرة.



### 3- تفاعلـه مع بـرمنـغـنـات الـبوـتـاسـيـوم فـي وـسـطـ حـمـضـي

المبدأ

يرجع حمض الحماض بـرمنـغـنـات الـبوـتـاسـيـوم فـي وـسـطـ حـمـضـي (من حمض الكبريت) إـلـى شـارـدـةـ المـنـغـنـيـزـ (عـدـيـمـةـ اللـونـ)، مـاـ يـؤـدـيـ إـلـىـ زـوـالـ اللـونـ الـبـنـفـسـجـيـ لـمـحـلـولـ بـرـمـنـغـنـاتـ الـبـوـتـاسـيـومـ وـمـنـ ثـمـ تـعـكـيرـ رـائـقـ الـكـلـسـ بـغـازـ  $\text{CO}_2$ ـ الـمـنـطـلـقـ.



## 3- تفاعله مع برمونغات البوتاسيوم في وسط حمضي

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبضة معتبرة من حمض الحماض، ثم أضف لها 1 مل من الماء وحرك حتى ذوبان الحمض بالكامل (استعن بالحرارة للتسريع).
- ✓ قم بإضافة 3 قطرة من حمض الكبريت الكثيف و2 مل من محلول برمونغات البوتاسيوم وامزج جيدا وأغلق فوهة الأنبوب بالإبهاام وسخن على حمام مائي.
- ✓ لاحظ زوال اللون البنفسجي وانطلاق فقاعات  $\text{CO}_2$ .
- ✓ أضف حوالي 6 مل من محلول رائق الكلس للأنبوب السابق وأغلق فوته من جديد وامزج جيدا.
- ✓ لاحظ تغير رائق الكلس نتيجة تفاعل  $\text{CO}_2$  مع هيدروكسيد الكالسيوم، وتشكل كربونات الكالسيوم غير المنحلة.

## 4- التفاعل مع الريزورسينول وحمض الكبريت الكثيف

### المبدأ

يتفاعل حمض الحماض مع بعض بلورات من الريزورسينول وحمض الكبريت الكثيف وبالتسخين اللطيف، مما يؤدي إلى ظهور لون أزرق.

## 4- التفاعل مع الريزورسينول وحمض الكبريت الكثيف

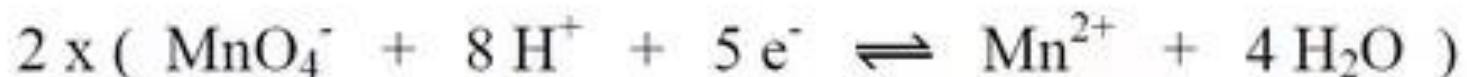
### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قبضة جيدة من حمض الحماض وحوالي 3 بلورات متوسطة من الريزورسينول وأضف لهما 1 مل من الماء وامزج حتى الذوبان (استعن بالحرارة للتسريع).
- ✓ أضف بحذر 2 مل من حمض الكبريت الكثيف على جدران الأنبوب بحيث تتنضد الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك بلطف بحيث لا تختلط الطبقتين (وانظر قليلاً بعد كل مزج).
- ✓ لاحظ تشكيل حلقة زرقاء بين الطبقتين.
- ✓ اخلط الطبقتين معاً عبر المزج الحذر ولا حظ تلون محلول بلون أزرق.

## مقاييس حمض الحماض

### المبدأ

يعاير حمض الحماض معايرة حجمية مباشرة بمقاييس أكسدة-إرجاع باستخدام محلول برمغنات البوتاسيوم العياري وتنستمر المعايرة حتى ظهور لون زهري.



-----



# مقاييس حمض الحماض

## طريقة العمل

- ✓ ضع في فيول 10 مل من محلول المجهول، ثم أضف 6.3 مل من حمض الكبريت (2 N).
- ✓ سخن المزيج إلى الدرجة 80°C، ثم عاير باستخدام محلول برمونغات البوتاسيوم N 0.1 مع التحريك حتى بداية ظهور اللون الذهري، وعند ثبات اللون يوقف العمل.

## مقاييس حمض الحماض

### الحسابات

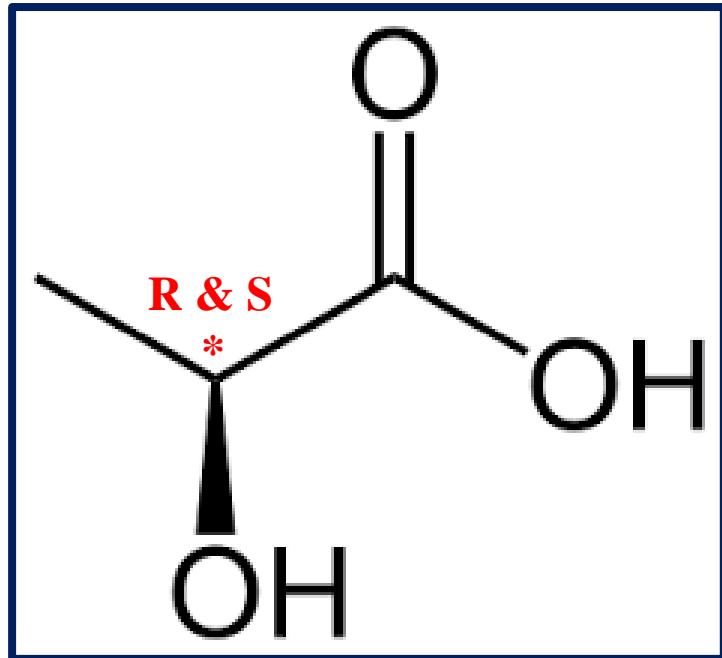
احسب نتيجة المقاييس إذا علمت أن:  
كل 1 مل من محلول برمغنات البوتاسيوم N 0.1 تكافئ 6.303 ملغ من حمض الحماض دي هيدرات.

# الجلسة الثامنة

# Lactic Acid

Identification & Assay

# Lactic Acid



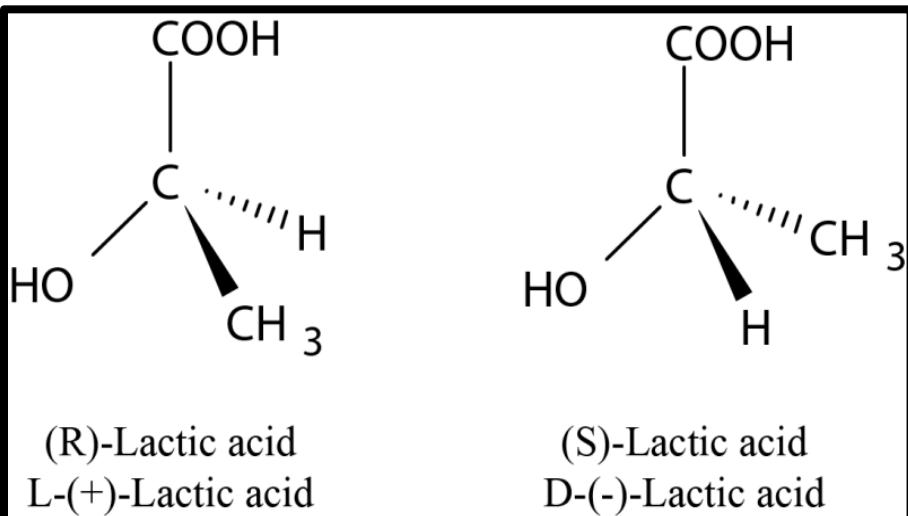
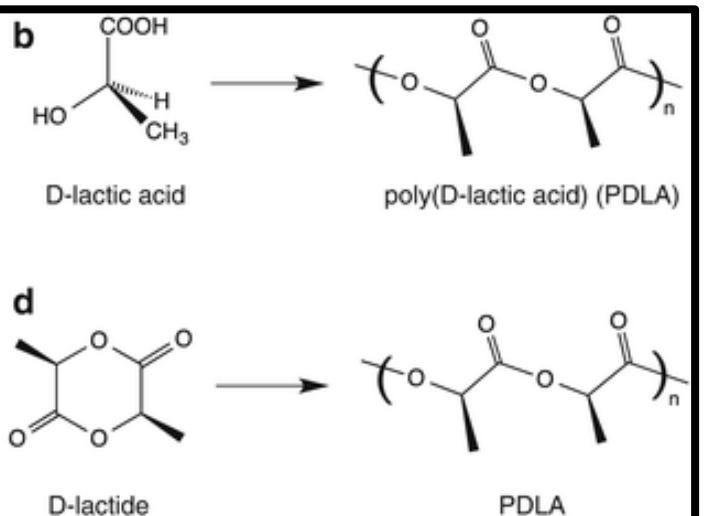
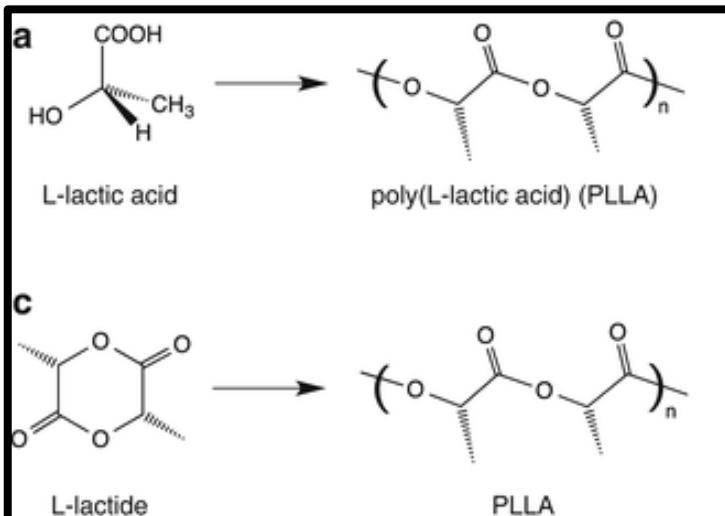
MW= 90.1 g/mol

# Lactic Acid

## المزيج الراسيمي (R & S)

### التعريف الدستوري

- ✓ مزيج من حمض اللبن الحر، ومنتجات تكافه الإسترية (كمض اللبن اللبناني ومتعددات حمض اللبن (polylactic acids، والماء).
- ✓ عادة ما يكون بشكل مزيج راسيمي (R & S).



# Physical & Chemical Properties

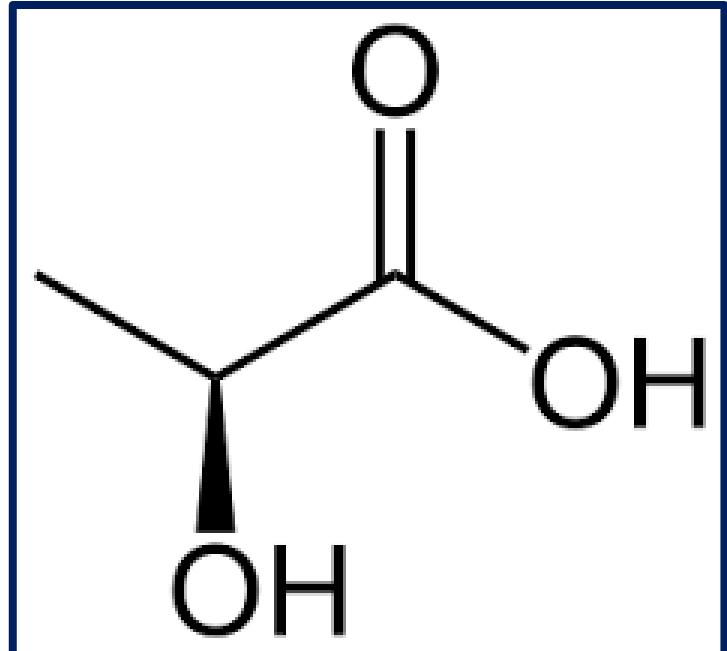
## الخواص الحسية والفيزيائية

✓ الوصف والمظهر: سائل شرابي عديم اللون/مصفى قليلا.

✓ الطعم: حامضي.

✓ الرائحة: رائحة خاصة غير مستحبة.

✓ الانحلالية: مزوج مع الماء، والإيتانول (96%).



## التصنيف/الخواص الكيميائية

✓ الحموض العضوية الكربوكسيلية الهيدروكسيلية.

✓ له خواص الحموض الكربوكسيلية والحموض الهيدروكسيلية.

# Pharmaceutical & Medicinal Uses

الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ يستخدم لمعالجة الإن亭ات المهبليّة (بيوض).
- ✓ يستخدم في الكريمات والمستحضرات الجلديّة لحل التقرّنات المختلفة.

# Lactic Acid Identification

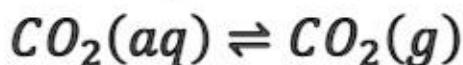
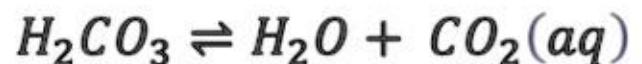
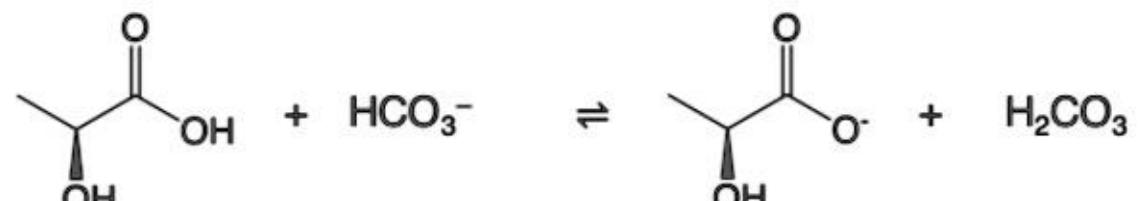
# 1- الاختبارات الدستورية غير الكيميائية

- ✓ محلوله المائي 10% (وزن/حجم) شديد الحموضة ( $\text{pH} < 4$ ).
- ✓ الكثافة النسبية: 1.20 - 1.21.

## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

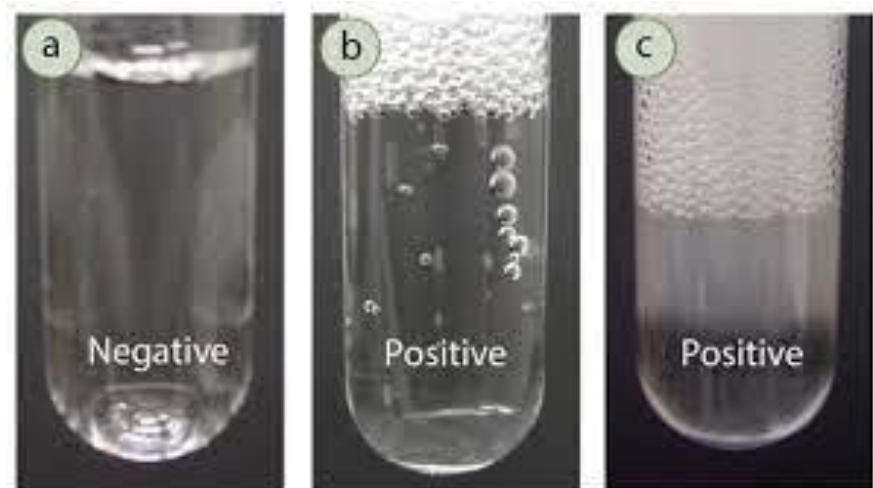
يتفاعل حمض اللبن مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أكسيد الكربون الذي يؤدي إلى ظهور فوران في محلول.



## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة 1 مل من محلول حمض اللبن 10% (و/ح)، ثم أضف فوقها بالتدريج ومع التحريك 1 - 2 مل من محلول بيكربونات الصوديوم 5% (و/ح).
- ✓ لاحظ فوراً ان محلول عند كل إضافة (تحرر  $\text{CO}_2$ ).



## 3- تفاعل تشكيل اليودوفورم

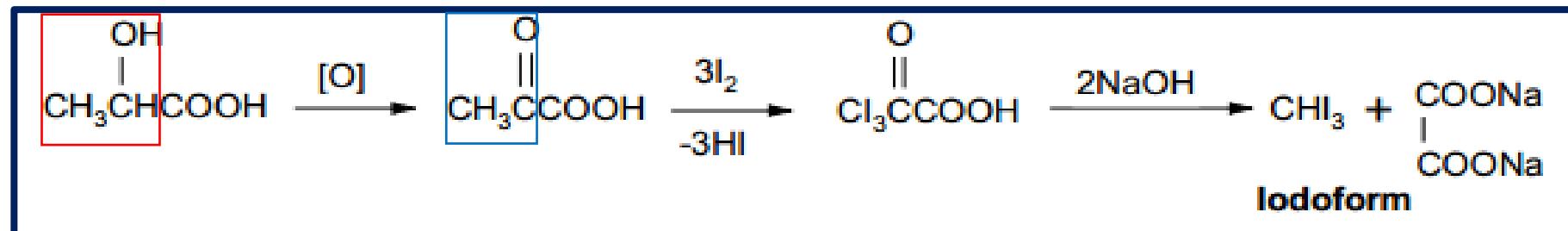
### البنية وتفاعل الكشف

يضم حمض اللبن في بنيته الجزيئية وظيفة كحولية ثانوية أحد متبادلاتها زمرة الميتيل (المستطيل الأحمر) التي تحول بأكسدتها إلى مجموعة كربونيل ميتيلية (المستطيل الأزرق) قادرة على الدخول في تفاعل تشكيل اليودوفورم.

### المبدأ

يتفاعل حمض اللبن مع محلول اليود اليوبي في وسط قلوي (بوجود هيدروكسيد الصوديوم الكثيف)، مما يؤدي إلى تشكيل راسب أصفر هو اليودوفورم.

في هذا التفاعل يتأكسد حمض اللبن بداية، مما يؤدي إلى تشكيل حمض البيروفيك (حمض عضوي كيتوني) الذي يدخل بدوره في تفاعل تشكيل اليودوفورم، حيث تستبدل ذرات الهيدروجين في مجموعة الميتيلية بذرات يود، ثم يخضع المركب الناتج إلى الحلمهة القلوية فيتشكل اليودوفورم.



### 3- تفاعل تشكيل اليودوفورم

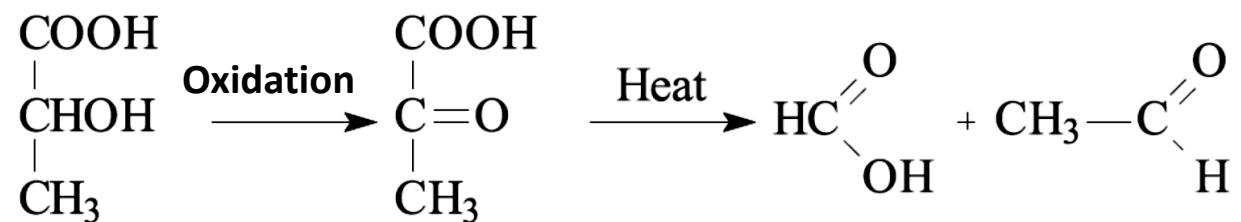
#### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب اختبار 1 - 2 مل من محلول حمض اللبن 10% (و/ح)، و 2 مل من محلول اليود اليودي.
- ✓ أضف بعدها محلول هيدروكسيد الصوديوم (1 - 2 مل) تدريجياً حتى ظهور عكر أصفر إلى أصفر برتقالي.
- ✓ اترك الأنبوب لراحة ولاحظ ترقد الراسب الأصفر إلى الأصفر البرتقالي.

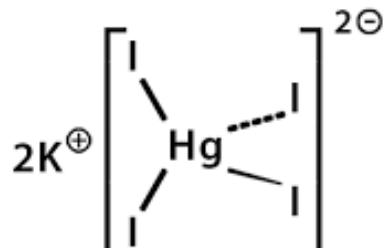
## 4- إرجاعه لكاشف نسلر بعد أكسدته ببرمنغنات البوتاسيوم

### المبدأ

يتأكسد حمض اللبن ببرمنغنات البوتاسيوم في وسط حمضي (ومع التسخين) مؤدياً إلى تشكيل الأسيتالدهيد (الإيتانال) الذي يرجع بدوره كاشف نسلر (رباعي يود الزئبق والبوتاسيوم) ويعود لاسمراره.



Molecular Structure  
of Nessler's Reagent



ChemistryLearner.com

## 4- إرجاعه لكاشف نسلر بعد أكستنه ببرمنغنات البوتاسيوم

### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب اختبار 1 مل من محلول حمض اللبن 10% (و/ح)، و 2 مل من محلول برمونغنات البوتاسيوم، و 4 قطرات من حمض الكبريت الكثيف.
- ✓ سخن على حمام مائي، لاحظ بعد فترة قصيرة ظهور رائحة الأسيتالدھید المميزة.
- ✓ فور ظهور الرائحة عرض قضيبا زجاجيا أو ورقة مبللة بكاشف نسلر للأبخرة المتشكلة، ولاحظ اسمرار القضيب.

### تنبيه

يجب ارتداء القفازات عند إجراء هذا الاختبار منعا للتعرض لأملاح الزئبق.

## 5- تغييره للون كاشف Uffelmann

**كاشف Uffelmann**: يتكون من محلول المائي للفينول 1-2% مع حجم محدد من محلول المائي لكلوريد الحديد 10% (يحضر طازجاً ويظهر بلون بنفسجي).

المبدأ

تستطيع الحموض الكحولية إزالة اللون البنفسجي لكاشف Uffelmann وتحوبله إلى الأصفر.

طريقة العمل

✓ أضف إلى أنبوب اختبار 1 مل من محلول الفينول، و 2 قطرة من محلول كلوريد الحديد وامزج جيداً، ولاحظ ظهور لون بنفسجي.

✓ قم بعد ذلك بإضافة 1 مل من محلول حمض اللبن 10%.

✓ لاحظ انقلاب اللون باتجاه الأصفر.

## 6- تفاعله مع ماء البروم ونتروبروسيات الصوديوم والأمونيا (دستوري)

المبدأ

تشكل حلقة خضراء بعد معالجة العينة بماء البروم ونتروبروسيات الصوديوم والأمونيا المركزة.

### طريقة العمل

✓ ضع في أنبوب تجربة 2.5 مل من محلول حمض اللبن 0.1%.

✓ أضف 0.5 مل من محلول ماء البروم وامزج.

✓ أضف 5 قطرات من حمض الكبريت الممد وامزج.

✓ ضع الأنبوب في حمام مائي ولاحظ تطور لون أصفر برتقالي، دعه في الحمام وحركه من فترة لأخرى حتى زوال اللون.

✓ أضف 0.75 غ من سلفات الأمونيوم وأذبها جيدا.

✓ أضف من دون مزج وبهدوء قطرتين من محلول نتروبروسيات الصوديوم (المحضر بحمض الكبريت الممد).

✓ أضف من دون مزج أيضا 0.5 مل من الأمونيا المركزة واترك الأنبوب لمدة 30 دقيقة، ثم لاحظ تطور حلقة خضراء على سطح الفصل.

# Assay of Lactic Acid

# Assay of Lactic Acid

## مفاهيم أساسية

✓ يتوارد حمض اللبن بشكل مزيج من حمض اللبن الحر، ومنتجات تكافله التي تتشكل من تفاعلات الأسترة بين جزيئاته.

✓ لا يمكن، والحالة هذه، معايرة حمض اللبن بأساس قوي معايرة مباشرة، وذلك لأن الروابط الإسترية المتشكلة بين جزيئات الحمض تحتاج إلى وقت لتنفصم.

## المبدأ

✓ يعتمد المبدأ على مقاييسة حمض اللبن بالرجوع باستخدام زيادة من محلول هيدروكسيد الصوديوم العياري، ومن ثم معايرة الفائض باستخدام محلول حمض الكبريت العياري وبوجود مشعر الفنول فتالئين.

# Assay of Lactic Acid

## طريقة العمل

- ✓ ضع في فيول 0.50 غ من حمض اللبن، وأضف لها 5 مل من الماء المقطر، و10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم N 1.
- ✓ أغلق الفيول، واتركه لمدة 30 دقيقة.
- ✓ أضف 5 قطرات من مشعر الفنول فتالئين، وعاير بمحلول حمض الكبريت N 1 حتى زوال اللون الوردي.

# Assay of Lactic Acid

## ملاحظات

✓ تجرى هذه المعايرة بالرجوع لأنها تتطلب وقتا لإتمام عملية الحلمة.

✓ يجب الانتباه إلى أننا لا نستطيع من خلال هذه المعايرة تحديد نسبة الحمض الحر، لأن هيدروكسيد الصوديوم يقوم بتعديل الحمض الحر والإسترارات المتشكلة معا.

✓ إن عدد متبادلات الحمض والحالة هذه = 1.

# الحسابات

عدد مكافئات هيدروكسيد الصوديوم الكلية = عدد مكافئات هيدروكسيد الصوديوم المستهلكة لمعايرة حمض اللبن + عدد مكافئات هيدروكسيد الصوديوم الفائضة

عدد مكافئات هيدروكسيد الصوديوم الكلية = عدد مكافئات حمض اللبن + عدد مكافئات حمض الكبريت المستهلكة لمعايرة فائض هيدروكسيد الصوديوم

$$N \cdot V = N_1 \cdot V_1 + N_2 \cdot V_2$$

N: نظرية محلول هيدروكسيد الصوديوم.

V: الحجم المضاف من هيدروكسيد الصوديوم.

$N_1$ : نظرية محلول حمض اللبن مجهول التركيز.

$V_1$ : حجم أخذة محلول مجهول التركيز.

$N_2$ : نظرية محلول حمض الكبريت.

$V_2$ : الحجم المستهلك من حمض الكبريت.

## الحسابات

- طريقة الميلي مكافئ

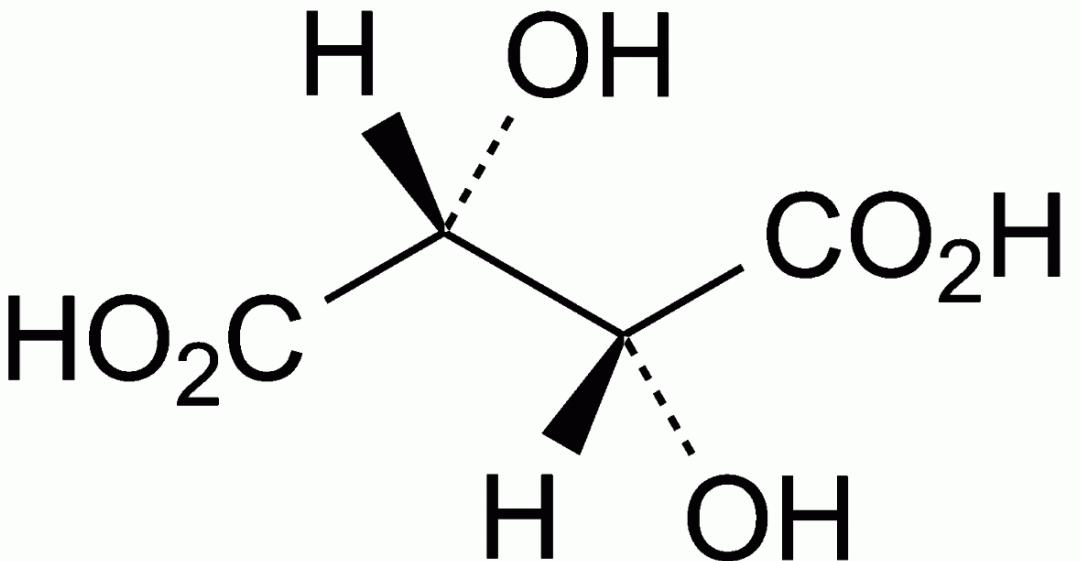
1 mL of 1 N sodium hydroxide is equivalent to 90.1 mg of C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>.

## الجلسة التاسعة

# Tartaric Acid

Identification & Assay

# Tartaric acid



# Tartaric acid

## الصفات الفيزيائية والكيميائية

✓ **المظهر:** بلورات شفافة عديمة اللون.

✓ **درجة الانصهار:**  $170^{\circ}\text{C}$ .

✓ **الانحلالية:** ينحل بالماء بشكل جيد، حر الانحلال في الكحول 96%， قليل الانحلال بالإيتر.

## التصنيف الكيميائي

من الحموض العضوية الهيدروكسيلية (ثنائية الوظيفة الكربوكسيلية) - ثنائية الوظيفة الهيدروكسيلية).

# Pharmaceutical Uses of Tartaric acid

الاستخدامات الصيدلانية

✓ عامل محمض.

✓ يستخدم في تحضير الزوج الفوار في المضغوطات الفوارية.

# Tartaric Acid Identification

## 1- الحموضة القوية لمحلوله المائي 10% وزن/حجم (اختبار دستوري)

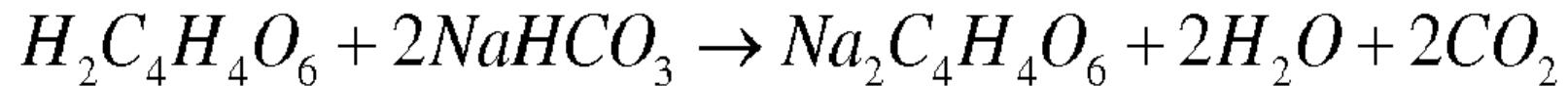
- يتمتع محلول الماء لحمض الطرطير (10% وزن/حجم) بحموضة شديدة ( $\text{pH} < 4$ ) ويمكن الاستدلال على ذلك باستخدام شريط الـ pH.



## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

يتفاعل حمض الطرطير مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أوكسيد الكربون وحدوث فوران في محلول.



Tartaric Acid

Sodium  
Bicarbonate

Sodium  
Tartarate

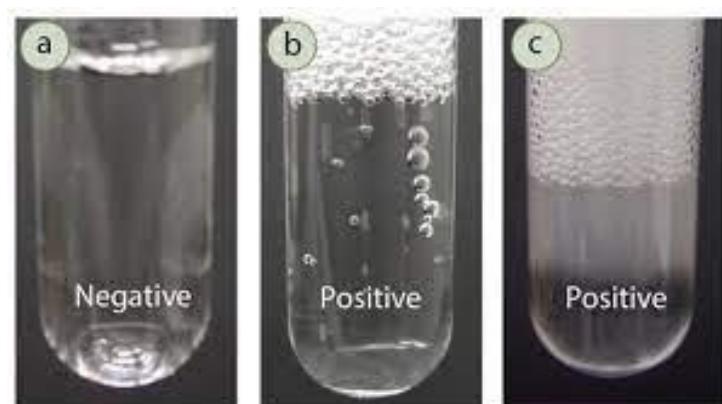
Water

Carbon  
Dioxide

## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة قبضة صغيرة من حمض الطرطير وأضف لها 2 مل ماء، وسخن حتى ذوبان الحمض.
- ✓ أضف 1 - 2 مل من محلول بيكربونات الصوديوم 5% (و/ح) بالتدريج وحرك.
- ✓ لاحظ ظهور فقاعات كثيفة نتيجة تحرر  $\text{CO}_2$ .



## 3- تغييره للون كاشف Uffelmann

**كاشف Uffelmann:** يتكون من محلول المائي للفينول 1-2% مع حجم محدد من محلول المائي لكلوريد الحديد 10% (يحضر طازجاً ويظهر بلون بنفسي).

المبدأ

تستطيع الحموض الكحولية إزالة اللون البنفسجي لكاشف Uffelmann وتحويله إلى الأصفر.

طريقة العمل

✓ أضف إلى أنبوب اختبار 1 مل من محلول الفينول، و 2 قطرة من محلول كلوريد الحديد وامزج جيداً، ولاحظ ظهور لون بنفسي.

✓ قم بعد ذلك بإضافة قبضة صغيرة من حمض الطرطير الصلب.

✓ لاحظ انقلاب اللون باتجاه الأصفر.

## 4- التفاعل مع كاشف فنتون (اختبار دستوري)

### كاشف فنتون

يتكون من الماء الأكسجيني وشوارد الحديد الثنائية:



يؤكسد الماء الأكسجيني شوارد الحديد الثنائية، مما يؤدي إلى تشكيل شوارد الحديد الثلاثية وشوارد الهيدروكسيل وجذر الهيدروكسيل.

### التفاعل

يتفاعل حمض الطرطير مع الماء الأكسجيني وكبريتات الحديد، فيتشكل في البداية لون **أصفر** عابر. يختفي اللون الأصفر مع مرور الوقت، عندها ولدى إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم قطرة قطرة يظهر لون **بنفسجي**.

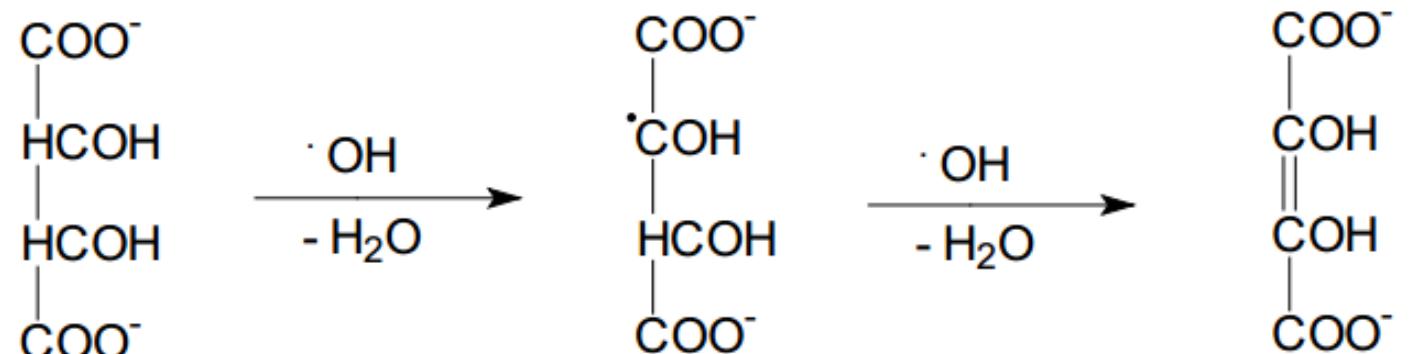
## 4- التفاعل مع كاشف فنتون (اختبار دستوري)

المبدأ

يحصل هذا التفاعل نتيجة وجود مجموعتي الهيدروكسيل المجاورتين (مميز لحمض الطرطير عن باقي الحموض المدروسة).

مراحل التفاعل:

1. يؤكسد الماء الأكسجيني شوارد الحديد الثانية، مما يؤدي إلى تشكيل شوارد الحديد الثلاثية وشوارد الهيدروكسيل وجذر الهيدروكسيل.
2. يظهر لون أصفر في البداية نتيجة تشكيل معقد بين حمض الطرطير والحديد قبل حدوث عملية الأكسدة الجذرية.
3. يؤكسد جذر الهيدروكسيل حمض الطرطير بآلية جذرية، مما يؤدي إلى تشكيل حمض دي هيدروكسي فوماريك.
4. يشكل حمض دي هيدروكسي فوماريك فيما بعد مع شوارد الحديد الثلاثية معقداً بلون بنفسي في الوسط القلوي.



## 4- التفاعل مع كاشف فنتون (اختبار دستوري)

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قبضة من حمض الطرطير، ثم أضف لها 5 مل من الماء وامزج جيدا حتى تمام الذوبان، ثم أضف 2 قطرة من كبريتات الحديد و2 قطرة من محلول الماء الأكسجيني الممدد فيظهر لون أصفر عابر.
- ✓ بعد زوال اللون الأصفر تماما، أضف تدريجيا 0.5 - 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الكثيف حتى ظهور لون بنفسجي واضح.

## 5- تفاعل مولر

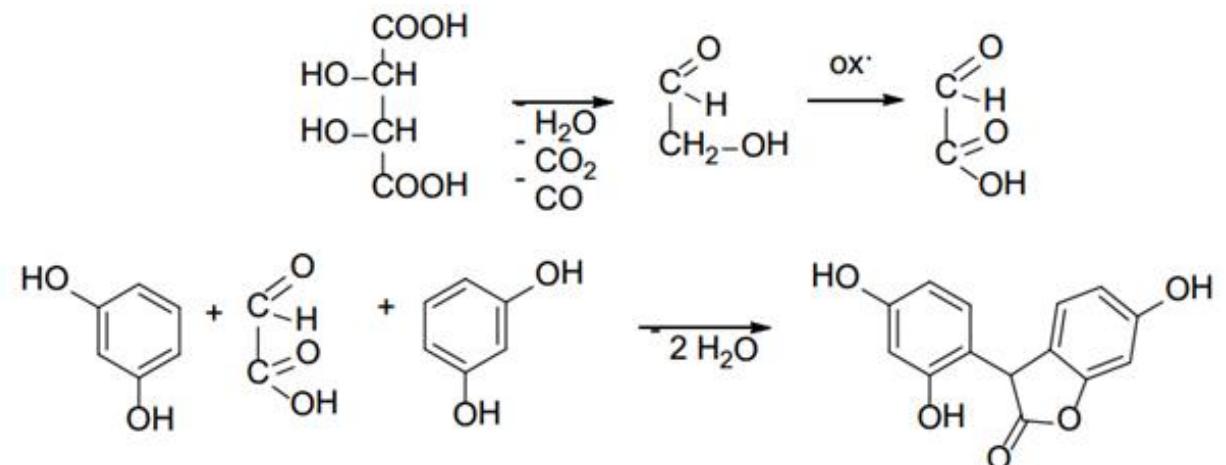
### التفاعل

يتفاعل الريزورسينول مع حمض الطرطير بوجود حمض الكبريت الكثيف وبالتسخين اللطيف، مما يؤدي لظهور لون **أحمر**.

### المبدأ

يؤكسد حمض الكبريت الكثيف حمض الطرطير مؤديا إلى تشكيل الغليكول ألدهيد والذي يتأكسد بدوره معطيا حمض الغليوكسيلي.

يتكافف حمض الغليوكسيلي فيما بعد مع جزيئتين من الريزورسينول، مما يؤدي إلى تشكيل صباغ من نمط دني فينيل ميتان الذي يتشكل فيه على الفور حلقة لاكتونية (إستر حلقي) ويشير المحلول بلون أحمر.



## 5- تفاعل مولر

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قبضة جيدة من حمض الطرطير و3 بلورات متوسطة من الريزورسينول وأضف لهما 0.5 مل من الماء وامزج حتى الذوبان (استعن بالتسخين لتسريع العملية).
- ✓ أضف بحذر 3 - 2 مل من حمض الكبريت الكثيف على جدران الأنبوب بحيث تتنضد الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك ببطء بحيث لا تختلط فيها الطبقتين (انتظر قليلاً بعد كل مزج).
- ✓ لاحظ تشكّل حلقة حمراء بين الطبقتين بعد بضعة دقائق.
- ✓ اخلط الطبقتين معاً عبر المزج بحذر ووضع محلول في حمام مائي ولاحظ تلونه باللون الأحمر.

## 6- تفاعل بيزيه (اختبار دستوري)

### Pesez reaction

#### التفاعل

يتفاعل حمض الطرطير مع بروميد البوتاسيوم والريزورسينول في وسط من حمض الكبريت الكثيف وبالتسخين (ضمن حمام مائي لمدة 5 – 10 دقائق)، مما يؤدي إلى ظهور لون أزرق داكن.

بعد تبريد المزيج التفاعلي السابق، يصب محتواه فوق أنبوب آخر يحتوي على الماء. يؤدي ذلك إلى انقلاب اللون إلى الأحمر.

#### المبدأ

في البداية يحدث التفاعل بآلية مشابهة لآلية تفاعل مولر وصولاً إلى تشكيل المركب اللاكتوني. يخضع المركب اللاكتوني فيما بعد إلى عملية أكسدة (نزع لذرات الهيدروجين) واستبدال الكتروفيلي (على مستوى الحلقات الفينولية) مع البروم في وسط حمضي شديد، مما يؤدي إلى تشكيل مشتق بروميمبرتن على شكل ملح أوكسونيوم يظهر بلون أزرق. ولدى تمديد محلول يظهر اللون الأصلي للمشتقة البرومية وهو اللون الأحمر.

## 6- تفاعل بيري (اختبار دستوري)

### Pesez reaction

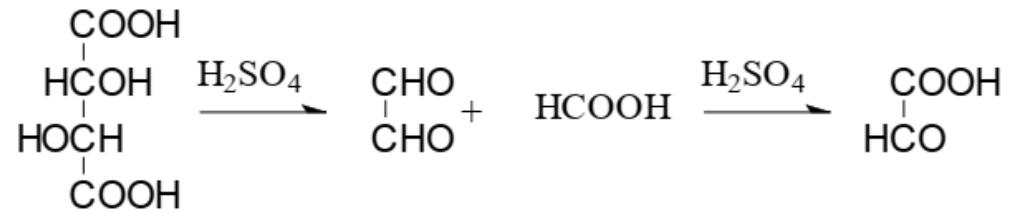
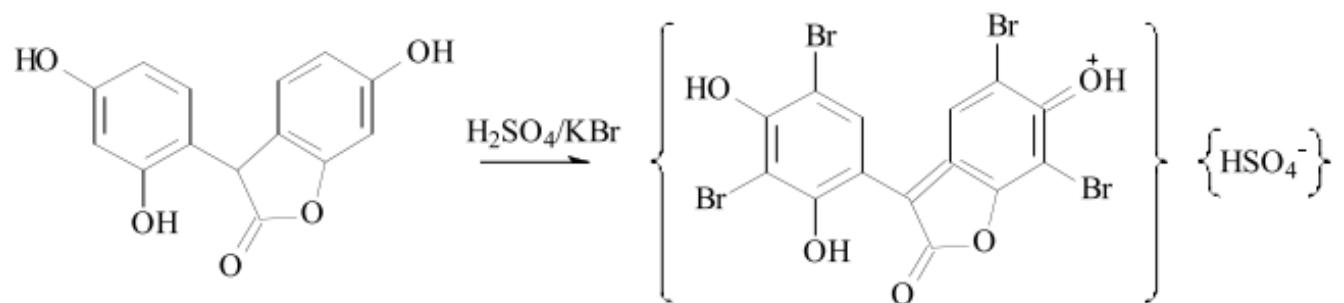
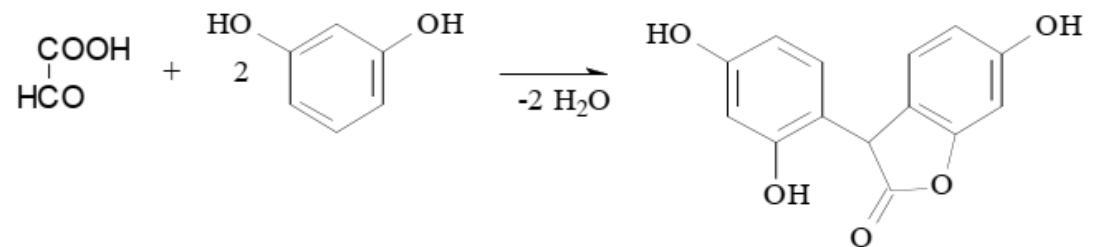


Figure 3.33.4 Glyoxylic acid formation.



## 6- تفاعل بيزيه (اختبار دستوري) Pesez reaction

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قطرتين من محلول حمض الطرطير  $L/g 1.5$ ، ثم أضف لها قطرتين من محلول بروميد البوتاسيوم  $L/g 100$  و قطرتين من محلول الريزورسينول  $L/g 20$  و امزجها جيدا.
- ✓ ثم أضف 3 - 4 مل من حمض الكبريت الكثيف بحذر و امزج جيدا، ثم ضع الأنبوب على حمام مائي غالى لمدة 5 – 10 دقائق، فيظهر لون أزرق داكن.
- ✓ برد الأنبوب ثم صب جزء من محتواه و بحذر في أنبوب آخر يحوى 7 مل من الماء، و لاحظ انقلاب اللون إلى الأحمر.

## ملاحظات

- ✓ يستطيع حمض الطرطير إزالة لون برميغناز البوتاسيوم.
- ✓ العمل
- ضع قبضة معتبرة من حمض الطرطير في أنبوب جاف، ثم أضف 1 مل ماء وامزح حتى تمام الذوبان (يمكن الاستعانة بالحرارة).
- أضف بعد ذلك 1 مل من محلول برميغناز البوتاسيوم.
- أضف 2 قطرة من حمض الكبريت الكثيف.
- سخن على حمام مائي.
- لاحظ زوال اللون البنفسجي للبرميغناز.

## ملاحظات

- ✓ ترسب شاردة الطرطرات مع شوارد الكالسيوم ببطأ.  
✓ العمل
- ضع قبضة معتبرة من حمض الطريير في أنبوب جاف، ثم أضف 1 مل ماء وامزج حتى تمام الذوبان (يمكن الاستعانة بالحرارة).
- أضف بعد ذلك 2 مل من محلول كلور الكالسيوم 10%.
- لاحظ ظهور العكر في الأنبوب ببطأ.
- لتسريع تشكيل الراسب الأبيض (طرطرات الكالسيوم)، قم برج الأنبوب بشدة، ولاحظ ازدياد العكر.
- اترك الأنبوب للراحة ولاحظ ترقد الراسب الأبيض في أسفل الأنبوب.

# معاييرة حمض الطرطير

## المبدأ

إن حمض الطرطير حمض عضوي منحل بالماء بقيم  $pK_a$  2.93 و 4.43. و عليه يمكن معايرة حمض الطرطير معايرة حجمية مباشرة في وسط مائي بمقاييس (حمض-أساس) وذلك باستخدام هيدروكسيد الصوديوم (أساس قوي) وبوجود مشعر الفينول فتاليين. تستمر إضافة هيدروكسيد الصوديوم حتى ظهور لون زهري فاتح ثابت.



## معايير حمض الطرطير

### طريقة العمل

ضع في دورق مخروطي 10 مل من محلول حمض الطرطير المجهول، ثم أضف له قطرة واحدة من مشعر الفينول فتالين، ثم عاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 نظامي حتى ظهور لون زهري فاتح ثابت.

## الحسابات

إن عدد متبادلات حمض الطرطير هي 2 وذلك لامتلاكه بروتونين (لأنه ثنائي الوظيفة الكربوكسيلية) قابلين للمعايرة في الوسط المائي.

عدد مكافئات حمض الطرطير = عدد مكافئات هيدروكسيد الصوديوم

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

حيث أن

$N_1$ : نظامية محلول هيدروكسيد الصوديوم.

$V_1$ : الحجم المستهلك من الستالة.

$N_2$ : نظامية محلول حمض الطرطير مجهول التركيز.

$V_2$ : حجم أخذة محلول مجهول التركيز.

## الحسابات

طريقة الميلي مكافئ

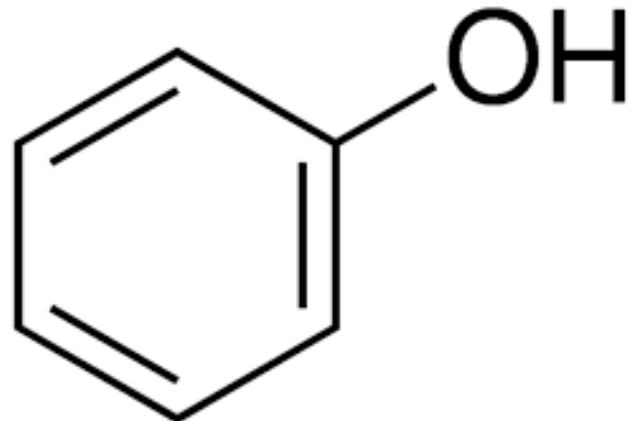
Each 1 mL of NaOH (0.1 N) equivalent to 7.504 mg of tartaric acid.

# الجلسة العاشرة

# PHENOL

Identification & Assay

# Phenol Structure



## الخواص الفيزيائية

- **المظهر:** بلورات أو كتل بلورية عديمة اللون أو ذات لون زهري خفيف، يتمتع بسهولة بالحرارة وعند تواجد الماء فيه بنسبة 10%.
- **الرائحة:** له رائحة فينولية مميزة.
- **الانحلالية:** شديد الانحلال في الكحول والغليسيرين والكلوروفورم والإيتروادي كلوروميتان، منحل في الماء.
- **درجة التجمد:** تقربيا  $39.5^{\circ}\text{C}$ .
- **الثبات:** سريع التأكسد بأكسجين الهواء وعند تعرضه للضوء. يعطي بتأكسده مركبات كينونية، مما يمنحه لوناً زهرياً أو أحمراً ويزداد اغماقه تدريجياً مع الزمن (في حين يكون المركب النقي غير المتأكسد عديم اللون).
- **الحفظ:** يحفظ في أوعية عاتمة محكمة الإغلاق (بعيداً عن الضوء والهواء).

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الكيميائية

- ✓ له خواص حمضية ضعيفة.
- ✓ له خواص مرجعية.
- ✓ يدخل في تفاعلات التكافث.
- ✓ يدخل في تفاعلات الاستبدال الالكتروفيلي على الحلقة العطرية المنشطة.

## Pharmaceutical & Medical Uses

### الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ له خواص مطهرة (له فعالية ضد بعض الجراثيم والفطور والفيروسات).
- ✓ تمتلك محاليله 0.5 - 1% خواصا مخدرة موضعية تسهم في تخفيف الحكة.
- ✓ يستخدم في تركيب بعض المحاليل المعدة لعلاج وتطهير الفم والبلعوم.
- ✓ تستخدم الحقن الزيتية للفينول في علاج البواسير.

# Phenol Identification

# 1- Indophenol Test

## دستوري

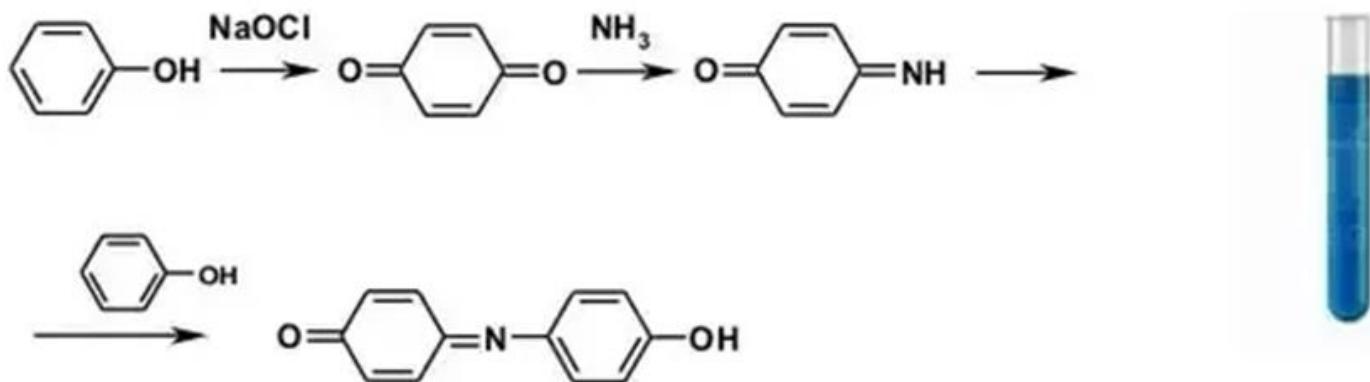
### التفاعل

يتفاعل الفينول مع هيبوكلوريت الصوديوم وبوجود النشادر، مما يؤدي إلى تشكيل لون أزرق تزداد كثافته مع مرور الوقت.

### المبدأ

يتأكسد الفينول بـ هيبوكلوريت الصوديوم، مما يؤدي إلى تشكيل مركب كينوني. يتكافأ المركب الكينوني فيما بعد مع النشادر، مما يؤدي إلى تشكيل مركب الإيمينوكينون والذي يتكافأ لاحقاً مع جزيئة فينول أخرى، مما يؤدي إلى تشكيل الإندوفينول ذو اللون الأزرق.

- **Indophenol test (blue colour):**



# 1- Indophenol Test

## دستوري

### العمل المخبري

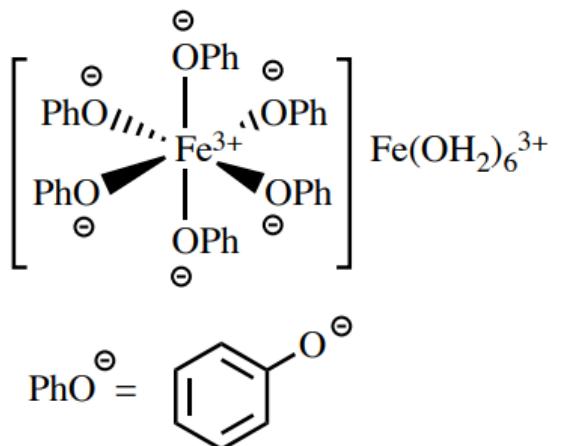
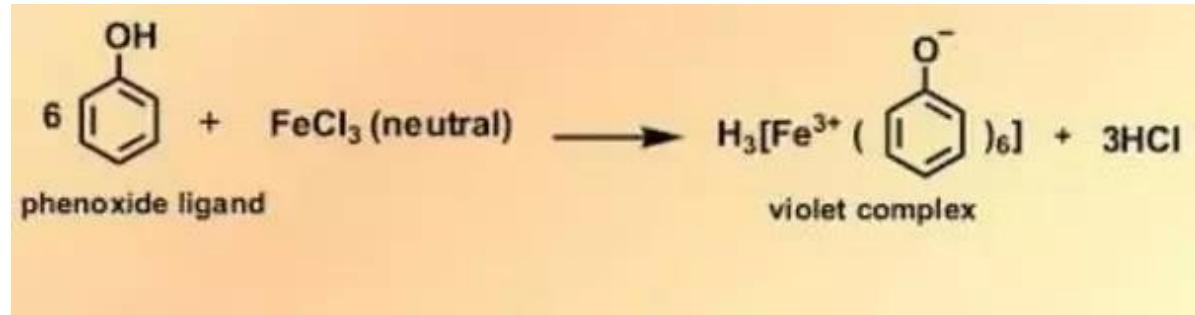
- ✓ ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الفينول المائي و 2 قطرة من النشادر و 2 قطرة من هيبوكلوريت الصوديوم وامزج جيدا.
- ✓ يتشكل لون أزرق تزداد شدته بالمزج ومع مرور الوقت (10 – 15 دقيقة).
- ✓ يمكن الاستعانة بالحمام المائي لتسريع التفاعل.



# 2- Phenol with Ferric Chloride

## التفاعل

يتفاعل الفينول مع كلوريد الحديد، مما يؤدي إلى تشكيل معقد ملون بلون بنفسي.



## 2- Phenol with Ferric Chloride

### دستوري

#### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الفينول المائي، و 2 قطرة من محلول كلوريد الحديد.
- ✓ لاحظ ظهور لون بنفسجي ناتج عن تشكيل معقد الفينول مع شوارد الحديد.



# 3- Phenol Bromination

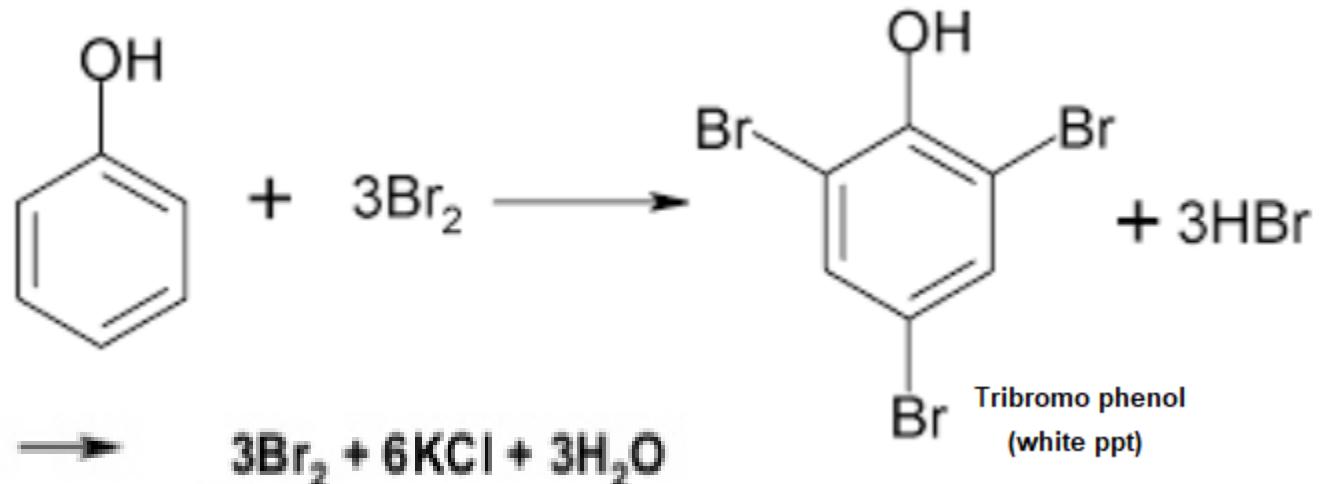
## دستوري

### التفاعل

يتفاعل الفينول مع البرومين (الناتج من تأثير حمض كلور الماء على مزيج بروميد/برومات البوتاسيوم)، مما يؤدي إلى تشكيل راسب أبيض هو ثلاثي بروم الفينول.

### المبدأ

تفاعل استبدال الكتروفيلي على حلقة الفينول المنشطة.



## 3- Phenol Bromination

دستوري

### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب تجربة 0.5 مل من محلول الفينول المائي، و 2 مل من مزيج بروميد/برومات البوتاسيوم وامزج جيدا.
- ✓ أضف 1 مل حمض كلور الماء المركز (تحت الساجبة) فيتشكل راسب أبيض هو ثلاثي بروم الفينول.

## 4- Phenol Nitration

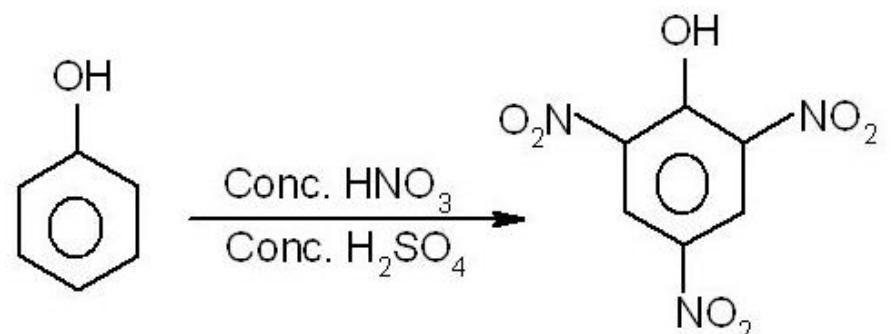
### التفاعل

يتفاعل الفينول مع حمض الأزوت المركز وبوجود حمض الكبريت الكثيف، مما يؤدي إلى تشكيل حمض البيكريك (المر) ذو اللون الأصفر.

### المبدأ

تفاعل استبدال الكتروفيلي على حلقة الفينول المنشطة.

With concentrated  $\text{HNO}_3$  phenol is converted to 2,4,6-trinitrophenol.



## 4- Phenol Nitration

### العمل المخبري

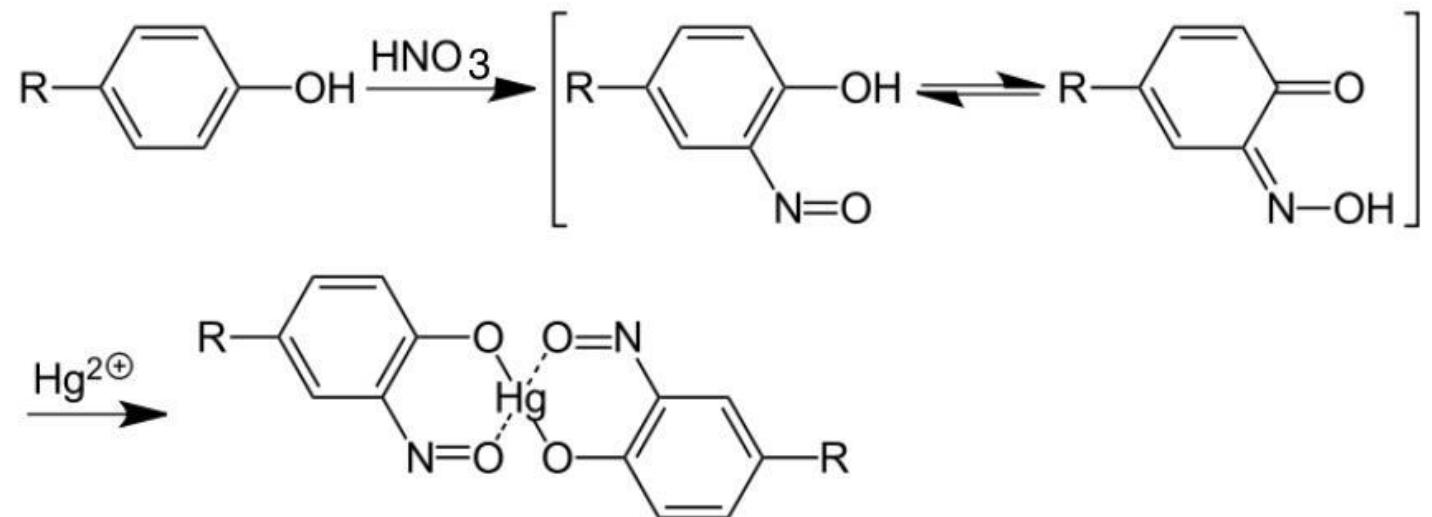
- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة **تحت الساحة وعلى الترتيب** 0.5 مل من محلول الفينول المائي، و 0.5 مل من حمض الأزوت الكثيف، و 0.5 مل من حمض الكبريت الكثيف مع المزج بحذر.
- ✓ لاحظ ظهور لون أصفر دليل تشكيل حمض البيكرييك (المر).

## التفاعل

يتفاعل الفينول مع كاشف ميلون ( محلول **الزئبق** في حمض الأزوت الذي يعطي نترات الزئبق) معطياً لوناً أحمراً كرزياً. (مجموعة هيدروكسيلية واحدة وأحد موقعين أورتو شاغر).

## المبدأ

تم نترجة الحلقة الفينولية في الموقع أورتو بوجود حمض الأزوت الممدد ويتشكل مشتق نتري، ثم يتشكل معقد بين المشتق النتري وشوارد الزئبق يظهر بشكل راسب أو لون أحمر.



## 5- Phenol with Millon's Reagent

### العمل المخبري

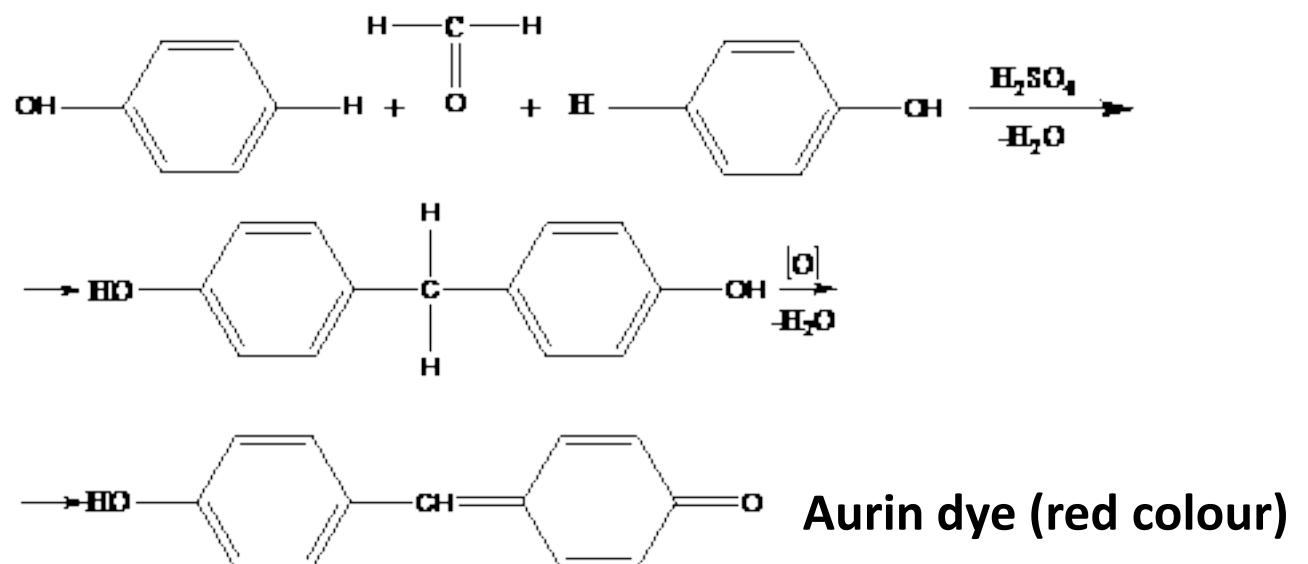
- ✓ ضع في أنبوب 1 مل من محلول الفينول المائي، ثم أضف 1 مل من كاشف ميلون (سام).
- ✓ لاحظ تشكل لون/راسب أحمر كرزي.

### التفاعل

يتفاعل الفينول مع كاشف ماركي (حمض الكبريت الفورمولي) معطياً لوناً أحمراً.

### المبدأ

في هذا التفاعل يحدث تكافُف بين الفورمالدهيد وجزيئتين من الفينول بوجود حمض الكبريت، ثم يطرأ على الجزيئه المتشكله عملية أكسدة (بفعل حمض الكبريت الكثيف)، مما يؤدي إلى تشكيل صباغ الأورين أحمر اللون.



## 6- Phenol with Marquis Reagent

### العمل المخبري

✓ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الفينول المائي، ثم أضف بحذر 1 مل من كاشف ماركي.

✓لاحظ تشكل لون/رأسب أحمر توتي.

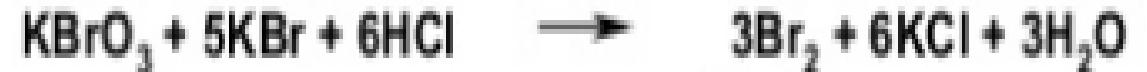
# Phenol Assay

# المعايير

## المبدأ

يعاير الفينول بمقاييس البروم وفق معايرة حجمية بالرجوع والإزاحة معا. تتم هذه المعايرة على عدة مراحل:

1. المرحلة الأولى: يتم توليد البروم بكمية فائضة في محلول المجهول وذلك من خلال تأثير حمض كلور الماء في مزيج من بروميد البوتاسيوم وبرومات البوتاسيوم.

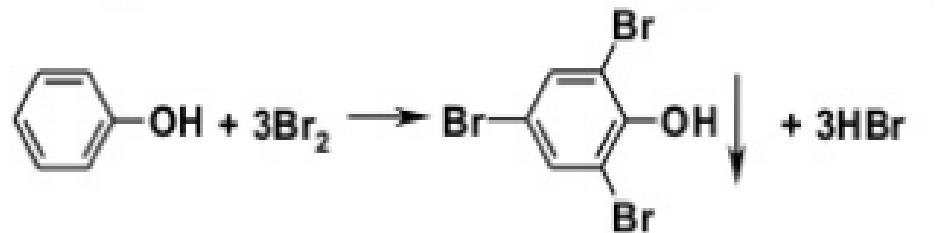


## ملاحظة:

نلجأ إلى توليد البروم آنيا لأننا لا نستطيع استخدام محلول البروم نفسه نظراً لصعوبة حفظه وقلة ثباته.

## المعيرة

2. المرحلة الثانية (الرجوع): يتفاعل قسم من البروم المتولد مع الفينول مشكلاً ثلاثي بروم الفينول حسب التفاعل التالي:



3. المرحلة الثالثة (الإزاحة): يضاف يود البوتاسيوم بكمية فائضة حيث يتفاعل بدوره مع البروم الفائض مؤدياً إلى تحرير كمية مكافئة من اليود:

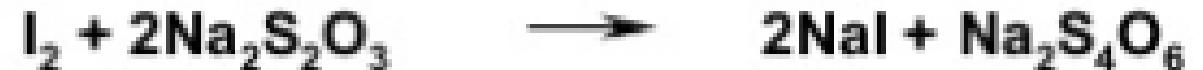


ملاحظة:

الغاية من هذه المرحلة هي معايرة اليود عوضاً عن البروم لأن محلوله أثبت ولسهولة تحديد نهاية المعايرة باستخدام مشعر هلامنة النساء.

## المعيرة

4. المرحلة الرابعة (مباشرة): يتم في هذه المرحلة معايرة اليود المتحرر تحت كبريتيت الصوديوم وبوجود مشعر هلامة النساء والكلوروفورم.



ملاحظات:

✓ يضاف الكلوروفورم هنا لإذابة الراسب الأبيض المتشكل (ثلاثي بروم الفينول) ليسهل عملية تحديد نقطة نهاية المعايرة، كما يمكن الاستفادة منه كمشعر آخر لوجود اليود.

✓ إن عدد متبادلات الفينول في هذا التفاعل 6 وذلك لأنه يتفاعل مع 6 ذرات بروم.

## العمل

✓ ضع في فيول 10 مل من محلول المجهول و 20 مل من مزيج بروميد/برومات البوتاسيوم (0.1 نظامي)، ثم أضف تحت الساحبة 2.5 مل من حمض كلور الماء المركز، ثم سد الفيول فوراً بسدادة زجاجية.

✓ حرك محتويات الفيول من فترة لأخرى خلال 30 دقيقة، ثم اترك الفيول للراحة في الظلمة لمدة 15 دقيقة.

✓ أضف بعد ذلك (تحت الساحبة) 2.5 مل من محلول يود البوتاسيوم، ثمأغلق الفيول بسرعة، وحرك محتوياته جيداً.

✓ إبدأ المعايرة باستخدام تيوسلفات الصوديوم 0.1 نظامي، وعندما يصبح لون محلول أصفر فاتح، قم بإضافة 0.5 مل من مشعر هلامة النشا و 4 مل من الكلوروفورم ورج بشدة.

✓ تابع المعايرة باستخدام تيوسلفات الصوديوم 0.1 نظامي حتى زوال اللون البنفسجي من الطبقة الكلوروفورمية واللون الأزرق البنفسجي لمشعر هلامة النشا من الطبقة المائية.

# الحسابات

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البرومات المستهلكة لتفاعل مع الفينول + عدد مكافئات البرومات الفائضة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات الفينول + عدد مكافئات البروم الفائضة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات الفينول + عدد مكافئات اليود المتحررة الناتجة عن الإزاحة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات الفينول + عدد مكافئات التيوسلفات اللازم لتعديل اليود المتحرر

$$N2 \cdot V2 + N1 \cdot V1 = N \cdot V$$

N: نظامية البرومات.

V: الحجم المضاف من البرومات.

N1: نظامية محلول الفينول المجهول.

V1: حجم أخذية محلول الفينول.

N2: نظامية محلول التيوسلفات.

V2: الحجم المستهلك من التيوسلفات.

إن عدد متبادلات الفينول في هذا التفاعل 6.

# الحسابات

- طريقة الميلي مكافئ

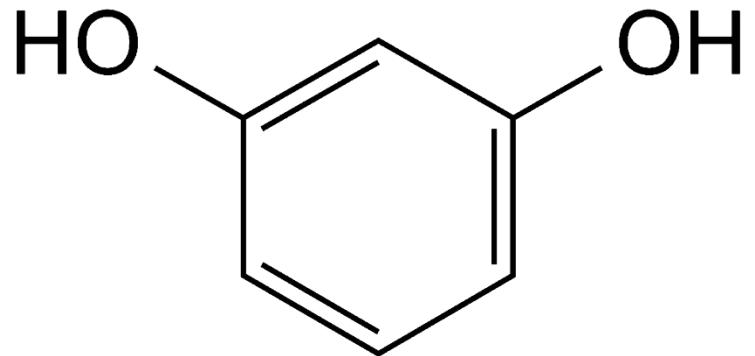
1 mL of 0.0167 M (0.1 N) bromide-bromate is equivalent to 1.569 mg of C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O.

# الجلسة الحادية عشرة

# Resorcinol

Identification & Assay

# Resorcinol Structure



**IUPAC Name:** 1,3-dihydroxybenzene

**Synonyms:** Resorcin & *m*-dihydroxybenzene

# Resorcinol Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- **المظهر:** بلورات/مسحوق بلوري عديم اللون أو ذات لون رمادي-وردي خفيف، ويتحول لونه للأحمر عند تعرضه للهواء أو الضوء.
- **الرائحة:** له رائحة خفيفة.
- **الانحلالية:** شديد الانحلال في الكحول والغليسيرين والماء والإيتر، وقليل الانحلال في الكلوروفورم.
- **درجة الانصهار:**  $109^{\circ} - 112^{\circ} \text{C}$ .
- **الثبات:** يتآكسد عند تعرضه لأكسجين الهواء أو الضوء، مما يؤدي إلى إحمراره.
- **الحفظ:** يحفظ في أوعية عاتمة محكمة الإغلاق (أي بعيداً عن الضوء والهواء).

## Resorcinol Physical & Chemical Properties

### الخواص الكيميائية

- خواص حمضية ضعيفة.
- خواص مرجعية.
- يدخل بتفاعلات التكافُف.
- يدخل بتفاعلات الاستبدال الإلكتروني.

# Pharmaceutical and Medical Uses

الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

ـ له خواص مطهرة وحالة للتقرنات الجلدية ومضادة للحكة.  
ـ يستخدم في المستحضرات الموضعية المعدة لمعالجة حب الشباب والثاليل والإكزيما والصدفية ولسعات البعض وغيرها.

# Resorcinol Identification

## 1- درجة الانصهار دستوري

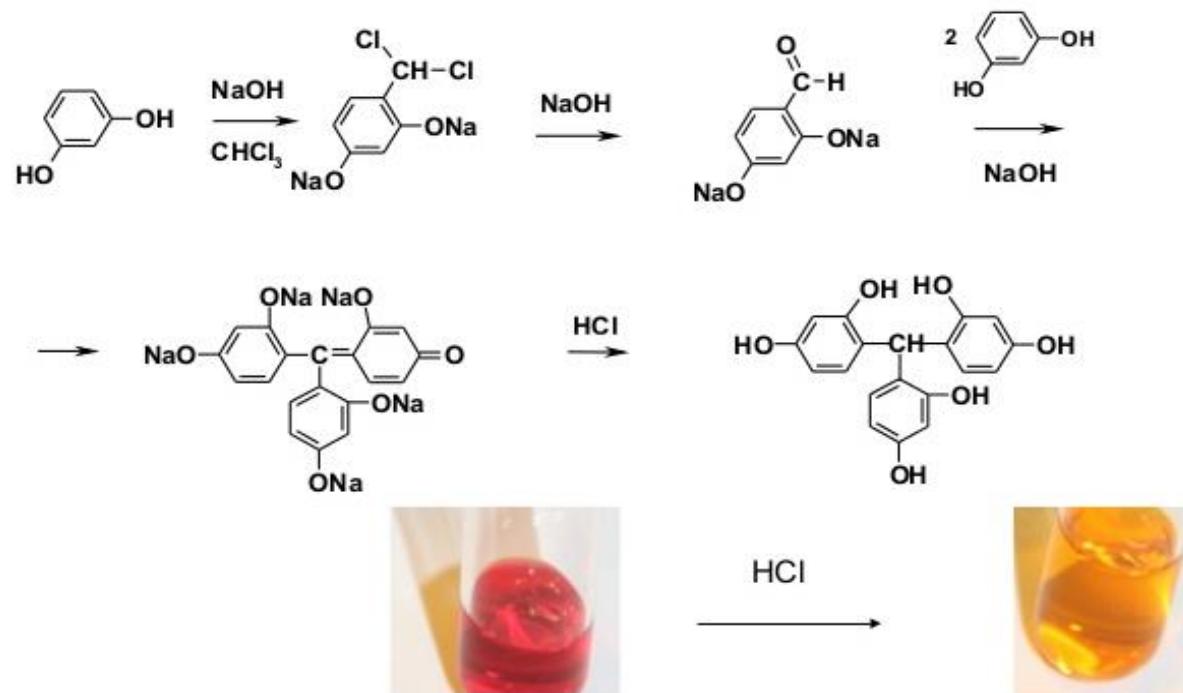
درجة الانصهار

يبدى الريزورسينول درجة انصهار تتراوح بين 109 و 112 درجة سيليزيوس.

## 2- التفاعل مع الكلوروفورم في وسط قلوي شديد دستوري

يتفاعل الريزورسينول مع الكلوروفورم في وسط قلوي شديد وبالتسخين، مما يؤدي إلى تشكيل لون أحمر داكن.

يتحول اللون **الأحمر** إلى **الأصفر** الباهت عند إضافة زيادة من حمض كلور الماء.



## 2- التفاعل مع الكلوروفورم في وسط قلوي شديد دستوري

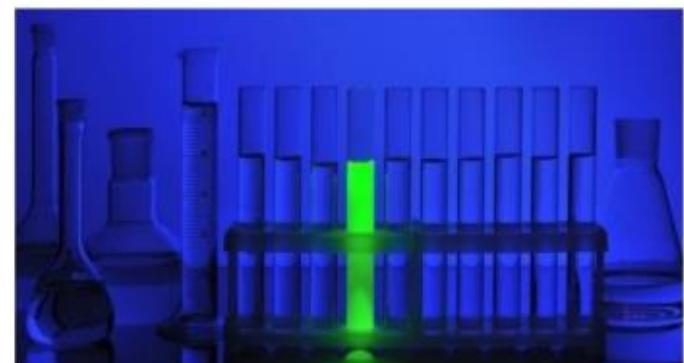
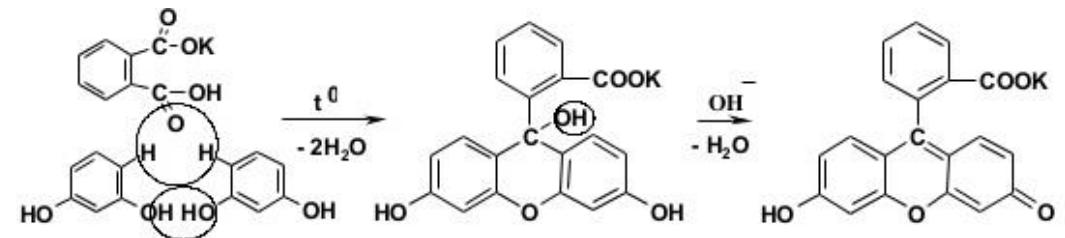
### العمل المخبري

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة بضعة بلورات بسيطة من الريزورسينول ثم أضف لها 1 مل من الماء وأذبها جيدا.
- ✓ أضف 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الكثيف و 2-3 قطرات من الكلوروفورم، ثم سخن المزيج على حمام مائي غال لبضعة دقائق، ثم برده ولاحظ ظهور لون أحمر غامق.
- ✓ قم بإضافة حمض كلور الماء المركز رويدا رويدا مع التحريك ولاحظ انقلاب اللون إلى الأصفر الفاتح عند انقلاب الوسط إلى الحمضية.

### 3- التفاعل مع فتالات البوتاسيوم الحامضية دستوري

يتم تسخين مزيج من الريزورسينول مع فتالات البوتاسيوم الحامضية على لهب مباشر حتى ظهور لون برتقالي. وبعد التبريد، يضاف محلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد والماء ويرج المزيج بشدة بهدف حل منتج التفاعل.

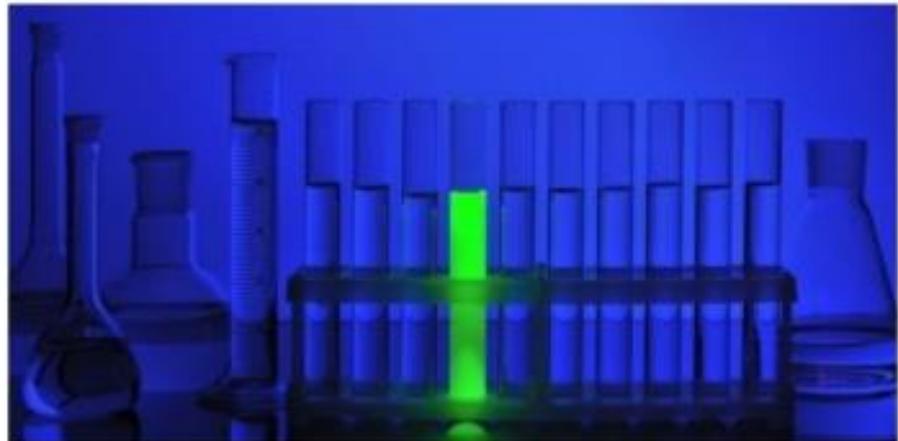
يُبدي محلول الناتج تفلوراً أخضرًا شديداً عند تعریضه للأشعة فوق البنفسجية.



### 3- التفاعل مع فتالات البوتاسيوم الحامضية دستوري

#### طريقة العمل

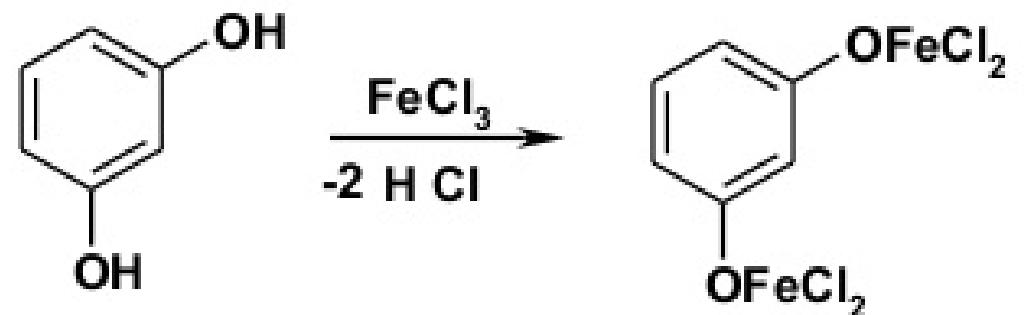
- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة 10 مل من الريزورسينول و 10 مل من فتالات البوتاسيوم الحامضية.
- ✓ اسحق المزيج وجانسه باستخدام قضيب زجاجي ملائم.
- ✓ سخن المزيج على صفيحة تسخين (عند الدرجة  $500^{\circ}\text{C}$ ).
- ✓ لاحظ ظهور لون برتقالي.
- ✓ برد المحتوى، ثم أضف 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد، ثم أضف 10 مل ماء وامزج حتى تمام الذوبان.
- ✓ عرض الأنبوب لأشعة UV ضمن حجرة خاصة.
- ✓ لاحظ تألق محتوى الأنبوب.



## 4- التفاعل مع كلوريد الحديد دستوري

### المبدأ

- ✓ يتفاعل الريزورسينول مع كلوريد الحديد، مما يؤدي إلى تشكيل معقد ملون بلون بنفسجي مزرق.
- ✓ يختفي اللون بعد ذلك ببطأ.



## 4- التفاعل مع كلوريد الحديد دستوري

### العمل المخبري

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة بضعة بلورات بسيطة من الريزورسينول وأضف لها 4 مل من الماء وأذبها جيدا.
- ✓ أضف بعد ذلك 2 قطرة من محلول كلوريد الحديد.
- ✓ لاحظ ظهور لون بنفسجي مزرق.

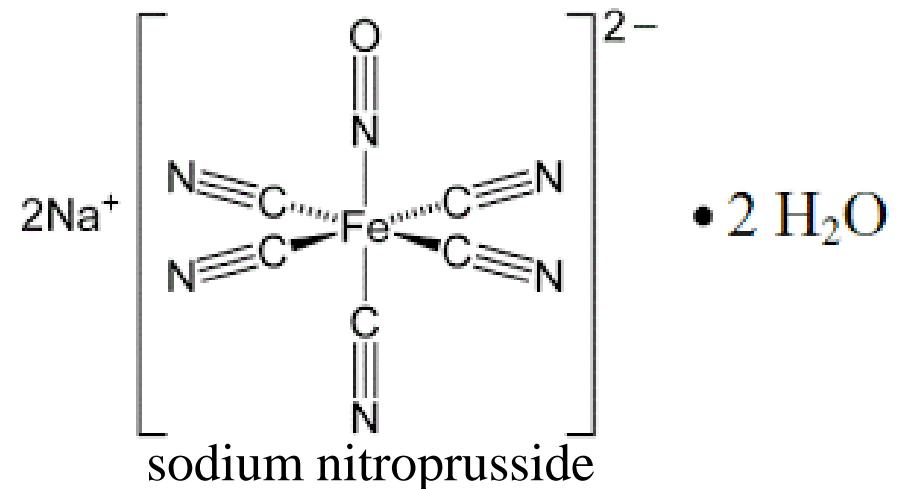
## 5- التفاعل مع كاشف نتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول

### تركيب الكاشف

نتروبروسيات الصوديوم ومحلول خلات الصوديوم المشبع والنشادر.

### التفاعل

يتفاعل الريزورسينول مع نتروبروسيات الصوديوم بوجود خلات الصوديوم والنشادر مما يؤدي لظهور لون أخضر.



## 5- التفاعل مع كاشف نتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول

### العمل المخبري

- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة 1.5 مل من كاشف نتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول وبلورة واحدة فقط من الريزورسينول ورج جيدا.
- ✓ لاحظ ظهور لون **أخضر** بعد احلال البلورة.

## 6- التفاعل مع حمض الطرطير في وسط من حمض الكبريت الكثيف

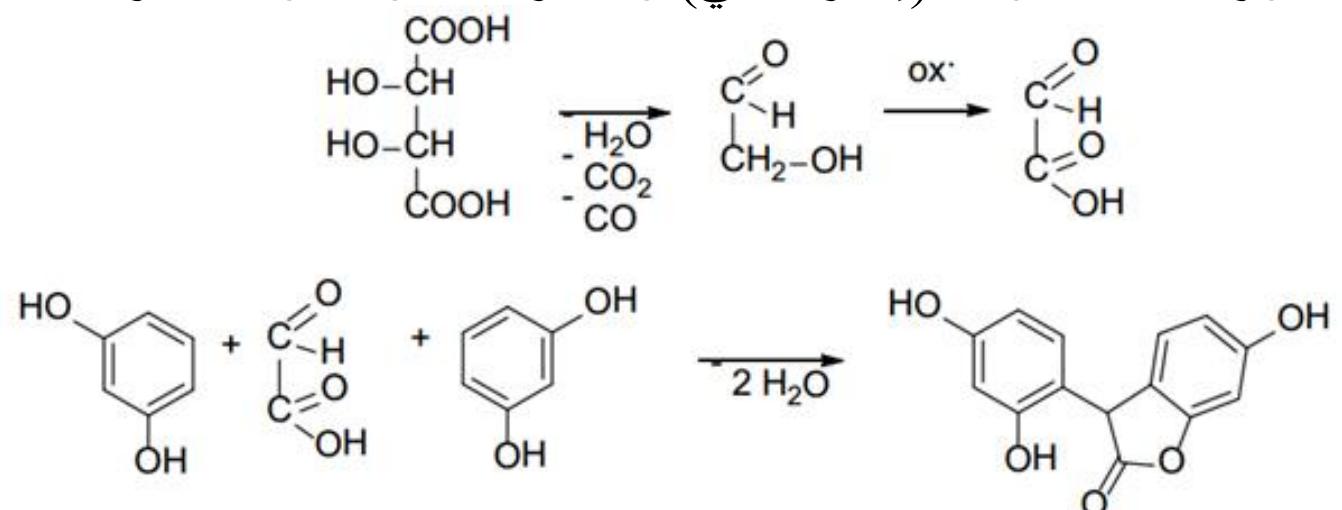
### تفاعل مولر

#### التفاعل

يتفاعل الريزورسينول مع حمض الطرطير بوجود حمض الكبريت الكثيف وبالتسخين مما يؤدي لظهور لون أحمر.  
**المبدأ**

يؤكسد حمض الكبريت الكثيف حمض الطرطير مؤديا إلى تشكيل الغليكول ألدهيد والذي يتأكسد بدوره معطيا حمض الغليوكسيليك.

يتكافئ حمض الغليوكسيليك فيما بعد مع جزيئتين من الريزورسينول مما يؤدي إلى تشكيل صباغ من نمط دي فينيل ميتان الذي يتشكل فيه على الفور حلقة لاكتونية (إستر حلقي) وينتشر المحلول بلون أحمر.



## 6- التفاعل مع حمض الطرطير في وسط من حمض الكبريت الكثيف

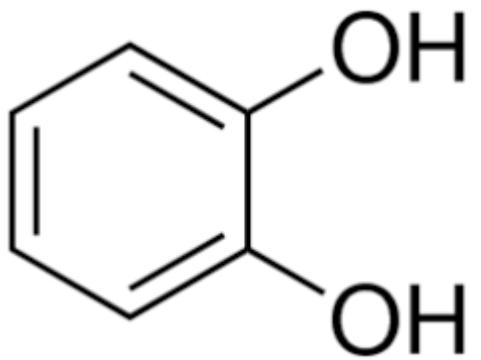
تفاعل مولر

العمل المخبري

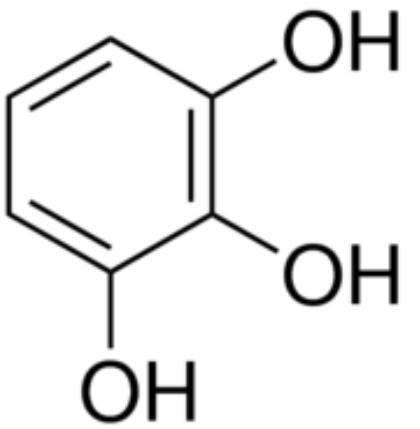
- ✓ ضع في أنبوب جاف قبضة جيدة من حمض الطرطير و3 بلورات متوسطة من الريزورسينول وأضف لهما 0.5 مل من الماء وامزج حتى الذوبان (استعن بالتسخين لتسريع العملية).
- ✓ أضف بحذر 3 - 2 مل من حمض الكبريت الكثيف على جدران الأنابيب بحيث تتنضد الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك بلطف بحيث لا تختلط فيها الطبقتين (انتظر قليلاً بعد كل مزج).
- ✓ لاحظ تشكيل حلقة حمراء بين الطبقتين بعد بضعة دقائق.
- ✓ اخلط الطبقتين معاً عبر المزج بحذر ووضع محلول في حمام مائي ولاحظ تلونه باللون الأحمر.

## ملاحظات

- يعطي الريزورسينول تفاعلات إيجابية مع كاشف فهانغ وكاشف تولين.
- يستطيع الريزورسينول التفاعل مع كاشف ماركي معطيا نتيجة مشابهة للفينول.
- تستطيع الفينولات التفاعل مع كلوريد الحديد وتعطي ألوانا يمكن من خلالها تمييز بعض الأفراد عن بعضها الآخر (مثلا يعطي الفينول والريزورسينول لون بنفسجي إلى بنفسجي مزرق، في حين يعطي البيروكاتشول لون أخضر، أما البيروغالول فيعطي لونبني محرم).



Pyrocatechol

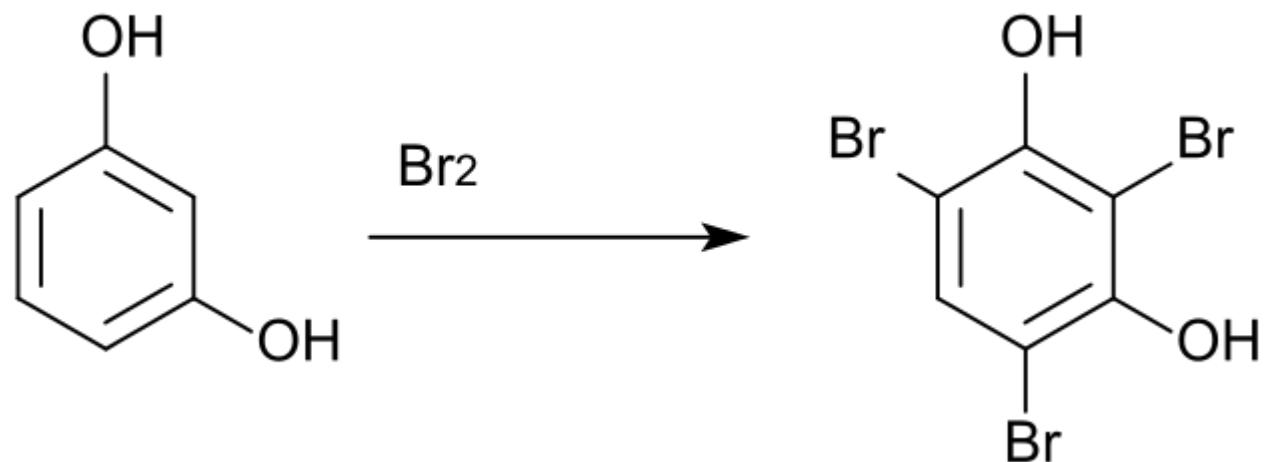


Pyrogallol

## المقاييس

المبدأ

يقاييس الفينول بمقاييس البروم بآلية مشابهة لتلك المتبعة في مقاييسة الفينول.



## المقاييسة

### الحسابات

احسب محتوى العينة من الريزورسينول إذا علمت أن:

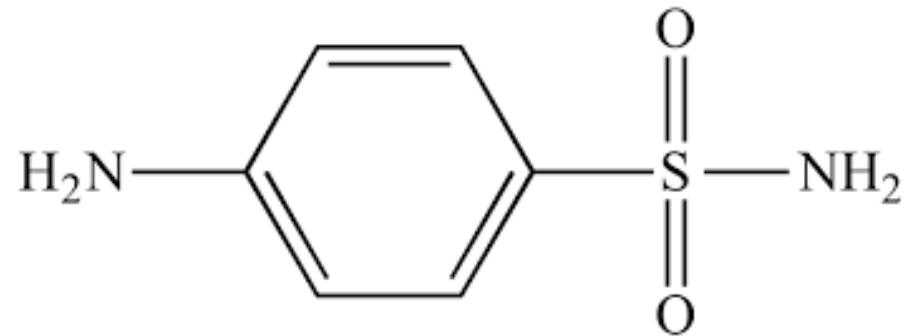
Each 1 mL of 0.0167 M potassium bromate is equivalent to 1.835 mg of Resorcinol

# الجلسة الثانية عشرة

# Sulfanilamide

Identification & Assay

# Chemical Structure



# Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- ✓ **المظهر:** مسحوق ناعم أو بلورات بيضاء/بيضاء مصفرة.
- ✓ **درجة الانصهار:** 164.5 - 166 °م.
- ✓ **الانحلالية:** شحيح الذوبان في الماء، ينحل في المحاليل الحموض المعدنية الممدة ومحاليل هيدروكسيد الصوديوم والبوتاسيوم، وينحل قليلاً في الإيتانول، لا ينحل في كلوريد الميتلين.

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الكيميائية

- ✓ **الوظيفة الأمينية العطرية الأولية:** تعطي تفاعلات الديازة وتفاعلات تشكيل مركبات الدي آزو الملونة وتفاعلات التكافُف وتضفي للمركب خواصاً قلوية ضعيفة.
- ✓ **الحلقة العطرية المنشطة بالوظيفة الأمينية:** تسمح بإجراء تفاعلات استبدال الكتروفيلاية على الحلقة البنزينية في الموقعين أورتو المجاورين للوظيفة الأمينية.
- ✓ **الوظيفة السلفوناميدية:** يمكن أن تتأكسد معطية شاردة الكبريتات، كما تضفي للمركب خواصاً حمضية ضعيفة.

# Pharmaceutical & Medicinal Uses

## الاستخدام الدوائي

- ✓ له خواص مضادة للبكتيريا، فهو يثبط نموها.
- ✓ إلا أن العديد من السلالات الجرثومية أصبحت مقاومة له
- ✓ يستخدم في كريمات معالجة إنتانات المهبل الفطرية.

# Sulfanilamide Identification

## 1- درجة الانصهار ومطيافية الأشعة تحت الحمراء والكروماتوغرافية الطبقية الرقيقة (صفائح TLC)

✓ تحديد درجة الانصهار

ينصهر السلفانيلاميد عند الدرجة 164.5 – 166 درجة سيليسيوس.

✓ مطيافية IR

تم مقارنة طيف IR للمادة المختبرة مع طيف IR لمادة عيارية ندية من السلفانيلاميد.

✓ TLC

تم عبر مقارنة موقع وأبعاد بقعة المادة المختبرة على الصفيحة مع تلك العائدة لمادة عيارية ندية من السلفانيلاميد.

## 2- كشف الوظيفة الأمينية العطرية

### المبدأ

يكشف عن الوظيفة الأمينية العطرية الأولية من خلال تشكيل مركب آزوئي ملون.  
سيتم في البداية ديأزة السلفانيلاميد بحمض الآزوتي الوليد (الذي يتشكل من تفاعل حمض كلور الماء مع نتريت الصوديوم)، مما يؤدي إلى تشكيل ملح الديازونيوم.  
يتكافف ملح الديازونيوم المتشكل فيما بعد مع بيتا النافتوال في وسط قلوي، مما يؤدي لتشكيل لون أحمر-برتقالي (الصباغ الآزوئي الملون) وغالباً ما يترافق بتشكيل راسب من نفس اللون.

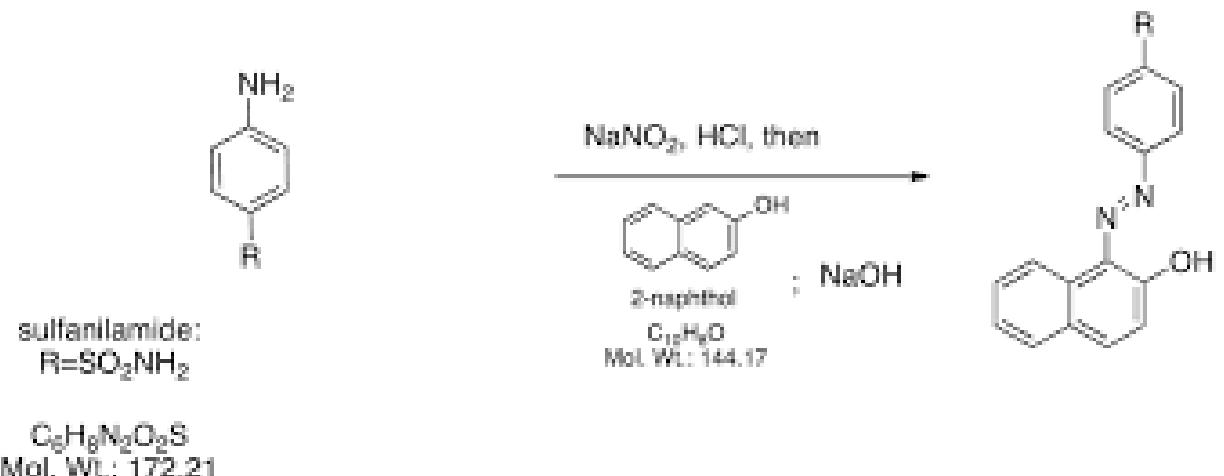
## 2- كشف الوظيفة الأمينية العطرية

### آلية تشكيل الأصبغة الآزوتية

1- الديازة: من خلال التفاعل مع حمض الآزوتني  $\text{HNO}_2$  الوليد (الناتج من تفاعل حمض كلور الماء مع نترات الصوديوم).

ملاحظة: نجأ لتوهيد حمض الآزوتني آنيا لأنه لا يتواجد تجاريا بشكل جاهز بسبب عدم ثباته.

2- تكافف ملح الديازونيوم مع المركبات الفينولية (كبيتا النافتوول) في وسط قلوي.



## 2- كشف الوظيفة الأمينية العطرية

### طريقة العمل

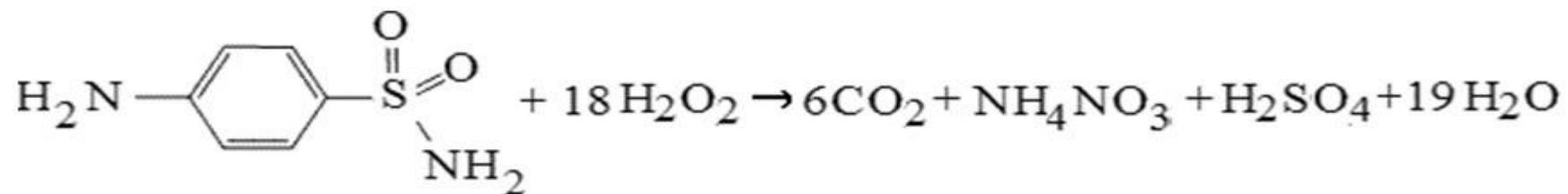
- ✓ ضع في أنبوب تجربة حوالي 0.1 غ من السلفانيلاميد، وأضف له 2 مل من حمض كلور الماء 2 مول، ثم أضف 5 قطرات من محلول نتريت الصوديوم 10%.
- ✓ انتظر لمدة 1 - 2 دقيقة، ثم أضف 1 مل من محلول بيتا-نافتول الصودي.
- ✓ لاحظ ظهور راسب أحمر - برتقالي.

## المبدأ

يتم الكشف عن الكبريت في السلفانيلاميد من خلال ترسيب شاردة الكبريتات الناتجة عن أكسدته باستخدام كلوريد الباريوم.

يعتمد ذلك على تفكيك الوظيفة السلفوناميدية إلى شاردة كبريتات من خلال الأكسدة بالماء الأكسجيني وبالتسخين.

تعطي شاردة الكبريتات المتشكلة راسباً أبضاً (كبريتات الباريوم) عند إضافة محلول كلوريد الباريوم.



### 3- كشف الكبريت في السلفانيلاميد

#### طريقة العمل

✓ضع في أنبوب تجربة قبضة من السلفانيلاميد الصلب، ثم أضف له 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد، و 0.5 مل من محلول الماء الأكسجيني المركز، وسخن بحذر على حمام مائي لمدة 3 دقائق (حدوث فوران).

✓برد المزيج وأضف له 1 مل من الماء.

✓أضف 1 مل من محلول كلوريد الباريوم.

✓لاحظ ظهور الراسب الأبيض (كبريتات الباريوم).

## 4- التفاعل مع هيبو كلوريت الصوديوم

### المبدأ

يتفاعل السلفانيلاميد مع هيبو كلوريت الصوديوم، مما يؤدي لتشكل لون أحمر ثابت.

### طريقة العمل

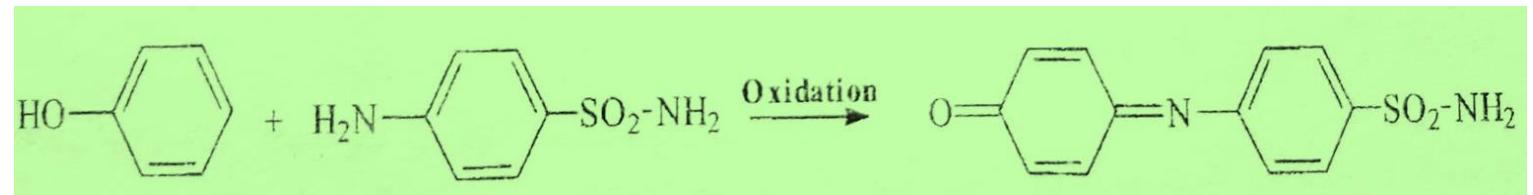
- ✓ ضع في أنبوب تجربة قليلاً من السلفانيلاميد الصلب، ثم أضف لها 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الممد، وسخن حتى تمام الذوبان.
- ✓ أضف 1 مل من محلول هيبو كلوريت الصوديوم، وامزج جيدا.
- ✓ لاحظ ظهور لون أحمر ثابت.

## 5- التفاعل مع الفينول وبرومات البوتاسيوم في وسط حمضي (تشكيل الإيمينو كينون)

المبدأ

يتفاعل السلفانيلاميد مع الفينول وبرومات البوتاسيوم في وسط حمضي فيعطي لوناً أحمراً بنفسجياً.

يعتمد هذا التفاعل على تحري الوظيفة الأمينية العطرية التي ترتبط مع الفينول بعد أكسدته بالبرومات إلى كينون والذي يتكاشف بدوره مع الوظيفة الأمينية العطرية في السلفانيلاميد معطياً إيمينو كينون بلون أحمر.

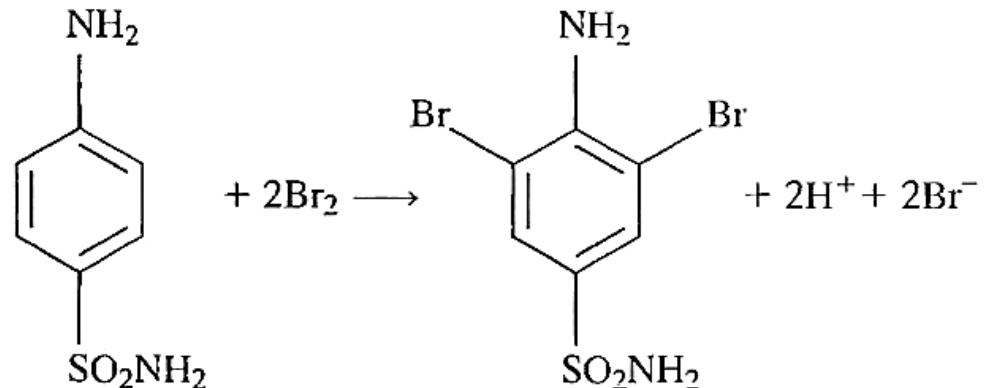


## 5- التفاعل مع الفينول وبرومات البوتاسيوم في وسط حمضي (تشكيل الإيمينو كينون)

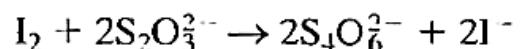
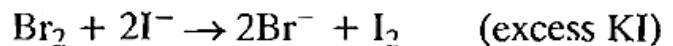
### طريقة العمل

- ✓ضع في أنبوب تجربة قبضة من السلفانيلاميد، وأضف لها 2 مل من حمض كلور الماء 2 مول وسخن حتى تمام الذوبان.
- ✓أضف 1 مل من محلول الفينول و1 مل من محلول برومات البوتاسيوم 0.2 نظامي.
- ✓سخن على حمام مائي لبضعة دقائق.
- ✓لاحظ ظهور لون أحمر بنفسجي.

## المقاييسة



sulfanilamide



- تعتمد معايرة السلفانيلاميد على مقياس البروم، كما هي الحال في معايرة الفينول تماما، إلا أن عدد متبادلات السلفانيلاميد هنا هي 4 وذلك لأنه يستهلك 4 ذرات بروم.

## طريقة المقابلة

- ✓ أضف 10 مل من محلول السلفانيلاميد مجهول التركيز إلى فيول سعة 250 مل.
- ✓ أضف 10 مل من محلول برومات البوتاسيوم 0.1 نظامي و 1 غ من بروم البوتاسيوم و 10 مل ماء مقطر و 5 مل حمض كلور الماء المركز، ثمأغلق الفيول على الفور.
- ✓ ضعه في الظلام لمدة 15 دقيقة.
- ✓ أضف له 5 مل من محلول يود البوتاسيوم 10%.
- ✓ حرك ثم أضف 5 مل من الماء.
- ✓ عاير بتحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي حتى زوال اللون.

# الحسابات

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البرومات المستهلكة لتفاعل مع السلفا + عدد مكافئات البرومات الفائضة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البروم المستهلكة من لتفاعل مع السلفا + عدد مكافئات البروم الفائضة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات السلفا + عدد مكافئات اليود المتحررة الناتجة عن الإزاحة

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات السلفا + عدد مكافئات التيوسلفات اللازم لتعديل اليود المتحرر

$$N2 \cdot V2 + N1 \cdot V1 = N \cdot V$$

N: نظمية البرومات.

V: الحجم المضاف من البرومات.

N1: نظمية محلول السلفا المجهول.

V1: حجم أخذية محلول السلفا.

N2: نظمية محلول التيوسلفات.

V2: الحجم المستهلك من التيوسلفات.

عدد متبادلات السلفانيلاميد هنا 4.