

كلية: الصيدلة	مقرر: عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية 1
الرمز: PHCC 629	مدرس المقرر: د. بشير داوودي

# الجلسة الأولى

## مدخل إلى عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية

## مقدمة عامة

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

✓ يتطلب عملي الكيمياء الدوائية الصيدلانية إماماً 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.

✓ المواصفات الفيزيائية، 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 عملي هذا المقرر.

✓ يتألف دستور الأدوية من عدة مجلدات تتناول بشكل رئيس ملاحظات عامة (General Notices)، فصولاً عامة وخاصة، وأفرودات (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 أفرودات خاصة تضم معلومات عن اسم المادة، وتعريفها، وبنيتها، وصيغتها المجرى، ووزنها الجزيئي، ورقم تصنيفها الخاص CAS، ووصفها الفيزيائي، وانحلاليتها، وطريقة مقايستها، واستعرافها، 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

Search within this version 



Type a keyword or a title

Advanced Search

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

### 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

- A. It gives reaction (a) of chlorides ([2.3.1](#)).
- B. 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. ♦

---

Ph Eur

# 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 التأكد 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 وصفا لمادة معينة يشكل تحديا عند التحقق من الذاتية، وخاصة عندما يطلب إلينا تمييز بعض المركبات التي تحتوي على المجموعة الكيميائية نفسها المسؤولة 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 البدئية الداخلة في الاصطناع أو المواد الوسيطة أو منتجات الاصطناع الثانوية أو منتجات التدرك أو الكواشف والحفازات المستخدمة في الاصطناع.
- ✓ **الشوائب اللاعضوية:** الحفازات والكواشف والآثار المعدنية والأملاح 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 الفقد بالتجفيف).
- ✓ تضع دساتير الأدوية حدودا عامة (إجمالية) وخاصة للشوائب.

## 3- اختبارات خاصة Specific tests

✓ تجرى لمراقبة جودة المادة المفحوصة

مثل: pH واللزوجة والتدوير البصري النوعي وقرينة الانكسار وغيرها.

## 4- مقايضة المادة Assay

- ✓ تهدف المعايرة/المقايضة إلى تحديد الكمية الفعلية للمادة الهدف في العينة المدروسة.
- ✓ يعتمد اختيار التفاعل الكمي الملائم لمقايضة المادة على خواصها الكيميائية والفيزيوكيميائية.
- ✓ تعتمد المقايضات بشكل عام على الطرائق الحجمية والوزنية والطيفية والكروماتوغرافية.
- ✓ من المقاييس المستخدمة في المعايرات:

### 1. مقياس البروتون:

- يعتمد على انتقال البروتون من الحمض وتثبيته من قبل الأساس (برونشتد-لوري).
- يشمل المقياس الحمضي Acidimetric والمقياس القلوي Alkalimetric.
- يمكن أن تجرى مقايضات الحمض والأساس تبعاً لطبيعة المادة في وسط مائي أو لا مائي.

## 4- مقايضة المادة Assay

2. المقايضات 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 والبرمنغنات وغيرها.

4. مقياس المعقدات:

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

## 4- مقايضة المادة Assay

### طرائق المقايضة

1. **مباشرة:** يعالج المحلول المجهول بالمحلول القياسي بشكل مباشر (ملائمة في التفاعلات المباشرة والسريعة).

2. **الرجوع:** يضاف إلى المحلول المجهول مقدار زائد ومعلوم من محلول القياس الأول الذي يعدل المادة الهدف ويزيد. بعد ذلك، تقايس الزيادة من محلول القياس الأول باستخدام محلول قياسي ثاني له نفس تركيز الأول، وبذلك يمكن معرفة زيادة محلول القياس الأول وتحديد المقدار المصروف لمقايضة المحلول المجهول (ملائمة عندما تكون التفاعلات بطيئة أو لعدم توفر مشعر ملائم).

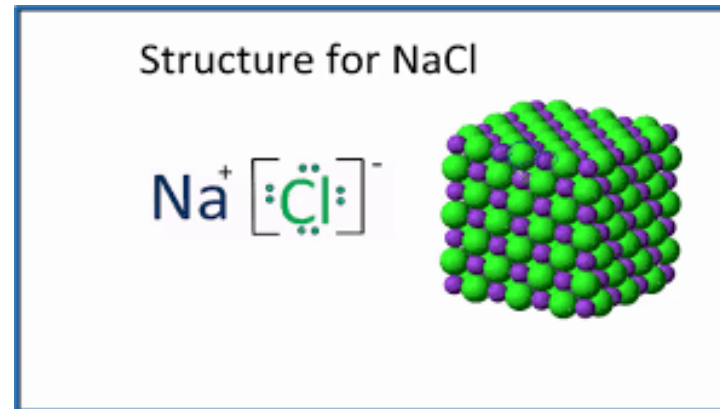
3. **الإزاحة:** يضاف إلى المحلول المجهول مقدار زائد وغير محدد من محلول القياس، مما يؤدي إلى إزاحة المادة في المجهول وتشكل مادة تكافئها. تعابر المادة المكافئة باستخدام محلول قياس جديد ملائم.

# 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 الغليسرين، غير منحل عمليا في الكحول المطلق.

## التصنيف/الخواص الكيميائية

✓ ملح معدني.

✓ يعطي تفاعلات شاردتي 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

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

اليوديد	الزرنيخ
البروميد	الباريوم
الفيروسيانيد	الحديد
النتريت	الفوسفات
الكبريتات	المغنزيوم والمعادن القلوية الترابية

## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم حسب دستور الأدوية البريطاني 2020

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

## اختبارات نقاوة 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 تعيين امثال الشوائب الحدية لشروط دستور الأدوية من خلال اختبارات كشف كمية أو نصف كمية.
- تتناول الاختبارات الكمية عادة تعيين كمية الشائبة باستخدام طرائق تحليل كمية مصدوقة، في حين تتناول الاختبارات نصف الكمية عادة إجراء مقارنة عيانية/أدواتية لشدة العكارة أو اللون الظاهر أو امتصاص العينة المعالجة مع شدة العكارة أو اللون الظاهر أو امتصاص المحلول العياري الحاوي على الحد المسموح من الشائبة المدروسة والمعالج بنفس طريقة معالجة العينة وبنفس الشروط، حيث يجب عندها ألا تتجاوز العينة الحدود المسموحة.
- ✓ الشوائب غير الحدية هي الشوائب التي يفترض خلو المادة المفحوصة منها ضمن الشروط التجريبية.

## اختبارات النقاوة

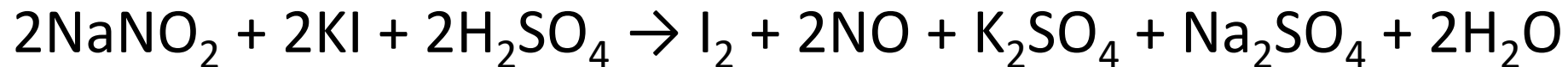
# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## 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 النشاء أو الكلوروفورم).

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

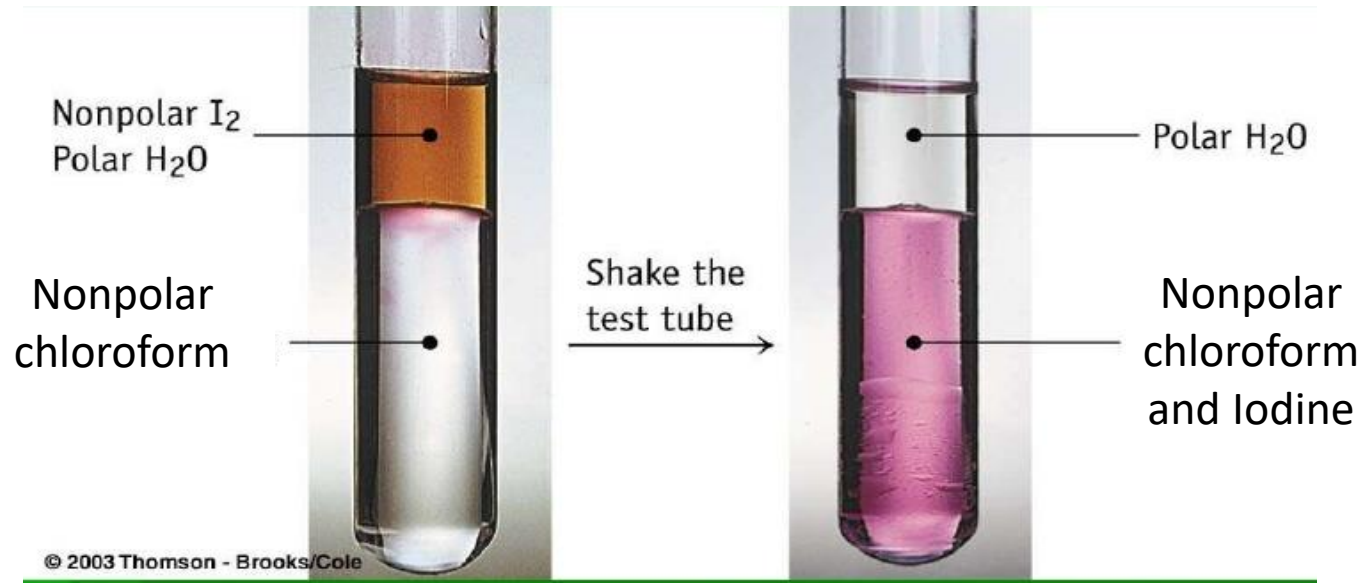
**معييار القبول:** يجب ألا تتلون الطبقة الكلوروفورمية باللون البنفسجي.



# اختبارات نقاوة 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 و 5 قطرات من محلول نترتيت الصوديوم 1% و 2 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 حدية)

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 حدية تقارن عكارة العينة المعالجة مع عكارة العياري المعالج بنفس الطريقة.

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



Barium chloride

Sodium sulphate

Barium sulphate

Sodium chloride

(White ppt.)

## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

### الاختبار الحدي لشاردة الكبريتات

حضر أنبوبين متطابقين تماما من حيث جميع المواصفات.

✓ ضع في الأنبوب الأول (الأنبوب العياري الحدي) 3 مل من محلول الكبريتات العياري وقطرة من حمض الخل ورج جيدا، ثم أضف 0.5 مل من كاشف كلور الباريوم 1%.

✓ ضع في الأنبوب الثاني (أنبوب العينة) 3 مل من محلول الكبريتات وقطرة من حمض الخل ورج جيدا، ثم أضف 0.5 مل من كاشف كلور الباريوم 1%.

يتشكل عكر أبيض في كلا الأنبوبين، رجهما بقوة متساوية وقارن بينهما عيانيا .

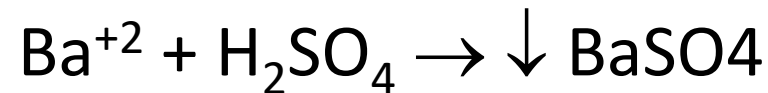


## اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

### 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.

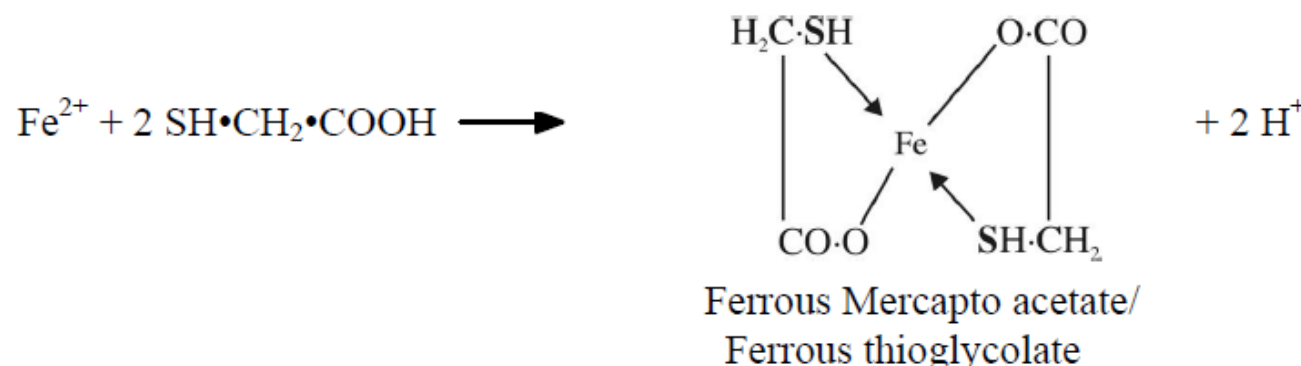
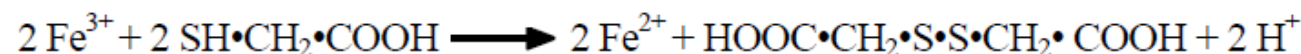


# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

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

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

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



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

# اختبارات نقاوة كلوريد الصوديوم

## الاختبار الحدي لشوارد الحديد

حضر أنبوبين متطابقين تماما من حيث جميع المواصفات.

✓ ضع في الأنبوب الأول (الأنبوب العياري الحدي) 2 مل من محلول الحديد العياري و 3 مل ماء مقطر و 1 مل من محلول حمض الليمون وقطرة واحدة من حمض تيوغليكوليك و امزج جيدا ثم أضف 2 مل من محلول الأمونيا المركز و 2 مل من الماء المقطر و امزج جيدا.

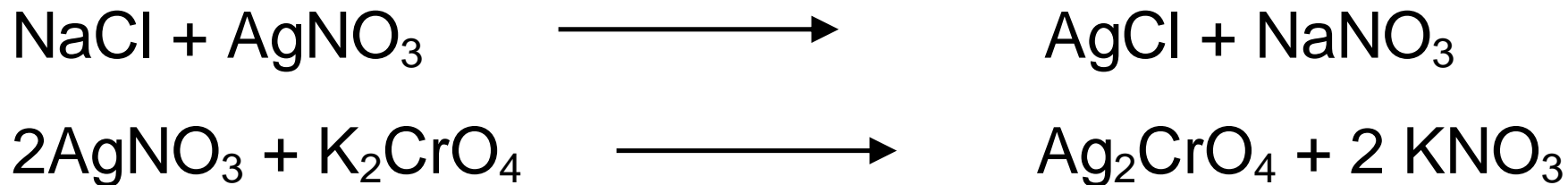
✓ ضع في الأنبوب الثاني (أنبوب العينة) 2 مل من محلول الكشف عن الحديد و 3 مل ماء مقطر و 1 مل من محلول حمض الليمون وقطرة واحدة من حمض تيوغليكوليك و امزج جيدا ثم أضف 2 مل من محلول الأمونيا المركز و 2 مل من الماء المقطر و امزج جيدا.

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

## مقايسة 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.



## مقايسة كلوريد الصوديوم

- يتم في هذه المعايرة إضافة ثاني فحمات الكالسيوم من أجل تعديل الوسط.
- ملاحظة: يجب أن يكون الوسط معتدلاً 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 (راسب رمادي/أسود) الذي يؤثر على نتيجة المعايرة.

## مقايسة كلوريد الصوديوم

### العمل

ضع في ورق مخروطي 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم مجهول التركيز ثم أضف لها 0.1 غ من ثاني كربونات الكالسيوم و 2 قطرة من مشعر كرومات البوتاسيوم ثم قم بإضافة محلول نترات الفضة 0.1 نظامي حتى ظهور لون أحمر آجري.

## مقايضة 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 1L 1N من نترات الفضة تعادل 58.44 g من كلوريد الصوديوم

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

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

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

- ✓ محاليل مائية مركزة 30% (وزن/وزن).
- ✓ محاليل مائية ممددة 3% و 6% (وزن/حجم).

## ❖ يعبر عن تركيز الماء الأكسجيني في محاليله 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 الملي لترات من لتر أو ميلي لتر واحد من محلول الماء الأكسجيني).

# Hydrogen Peroxide Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

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

## الخواص الكيميائية

- ✓ **مؤكسد** (يقوم بتحرير الأكسجين).
- ✓ محاليله المائية حمضية إلى معتدلة تبعا لتركيزها.

# Hydrogen Peroxide Physical & Chemical Properties

## الثبتات الكيميائي

- ✓ تتفكك محاليله المائية تدريجيا خلال فترة حفظه، وينبغي عدم تخزينها لفترات طويلة.
- ✓ يزداد تفككه بتأثير الضوء والتحرك وارتفاع درجة الحرارة وارتفاع pH وبوجود بعض المعادن.
- ✓ ثباته أكبر في الأوساط الحمضية.
- ✓ تعتبر محاليله المركزة أكثر ثباتا من محاليله 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 محاليل 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 التأكسدي.

➤ لا تستخدم المحاليل المركزة على الجلد أو الأنسجة الحية لأنها تخرشها.

# Hydrogen Peroxide Identification

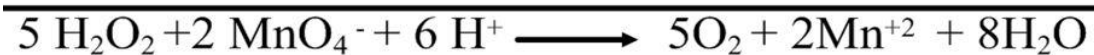
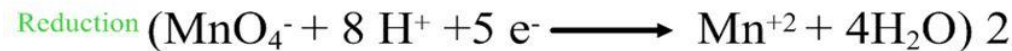
# 1- التفاعل مع برمنغنات البوتاسيوم دستوري

## التفاعل

يتفاعل الماء الأكسجيني مع برمنغنات 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 برمنغنات البوتاسيوم في وسط حمضي إلى شاردة المنغنيز الثنائية عديمة اللون ويتحرر الأكسجين.



# 1- التفاعل مع برمنغنات البوتاسيوم دستوري

## العمل

ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) ثم أضف 2 مل من حمض الكبريت الممدد و ثم أضف قطرة فقطرة من محلول برمنغنات البوتاسيوم وامزج جيدا. لاحظ زوال اللون البنفسجي لقطرات برمنغنات 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 تشكل فوق أوكسيد الكروم ( $\text{CrO}_5$ ) الذي يتم استخلاصه مباشرة بالإيتر 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 بالإيتر، مما يحول دون تفككه من جهة ويمنح الطبقة الإيتيرية لونا أزرقا من جهة أخرى.

## 2- التفاعل مع كرومات البوتاسيوم في وسط حمضي

### العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة 5 مل ماء و 4 قطرات من حمض الكبريت الممدد وامزج جيدا ثم أضف 0.5 مل من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) و 2 مل من الإيثير، ثم أضف 3 قطرات من محلول كرومات البوتاسيوم وامزج جيدا.
- ✓ لاحظ تلون الطبقة الإيثيرية بلون أزرق.



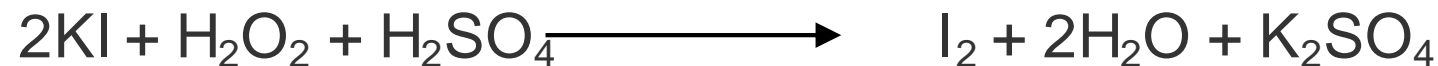
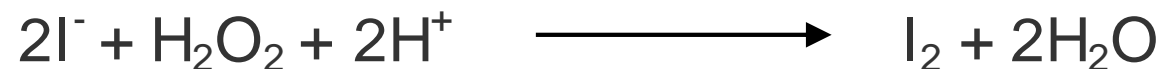
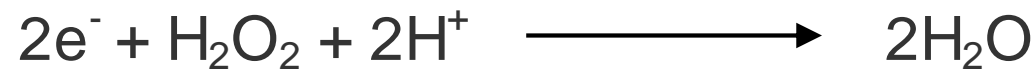
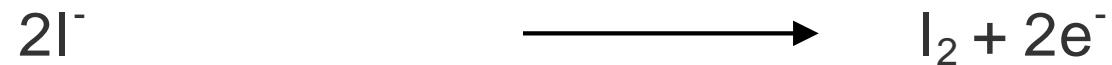
## 3- التفاعل مع يود البوتاسيوم في وسط حمضي دستوري

### التفاعل

يتفاعل الماء الأكسجيني مع يود البوتاسيوم في وسط من حمض الكبريت فيظهر لون بني 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

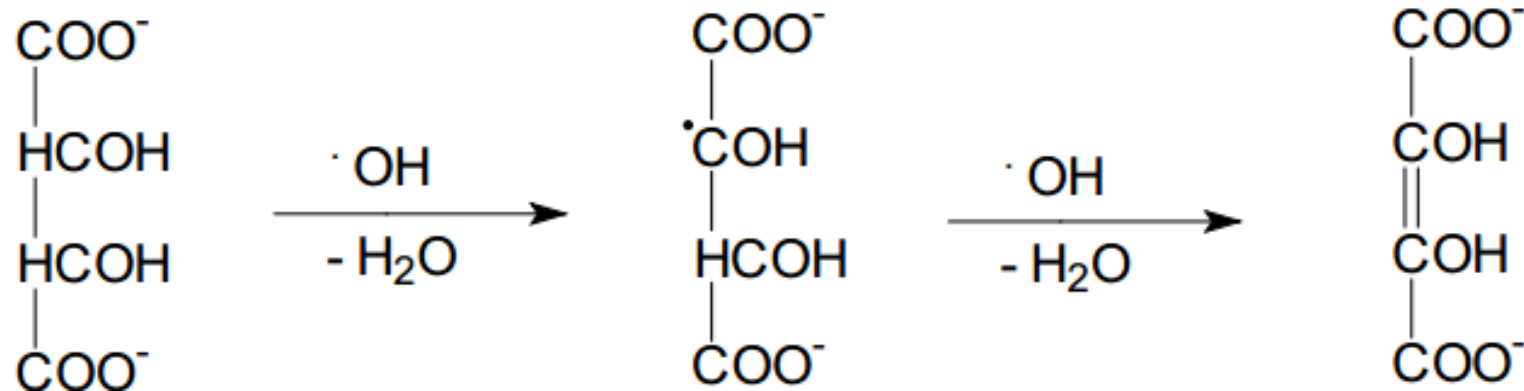
ضع في أنبوب تجربة 1 مل من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) و 2 قطرة من حمض الكبريت الممدد و 2 قطرة من محلول يود البوتاسيوم فيظهر لون بني محمر ثم تتشكل رواسب سوداء دلالة على تشكل اليود.



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

### التفاعل

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



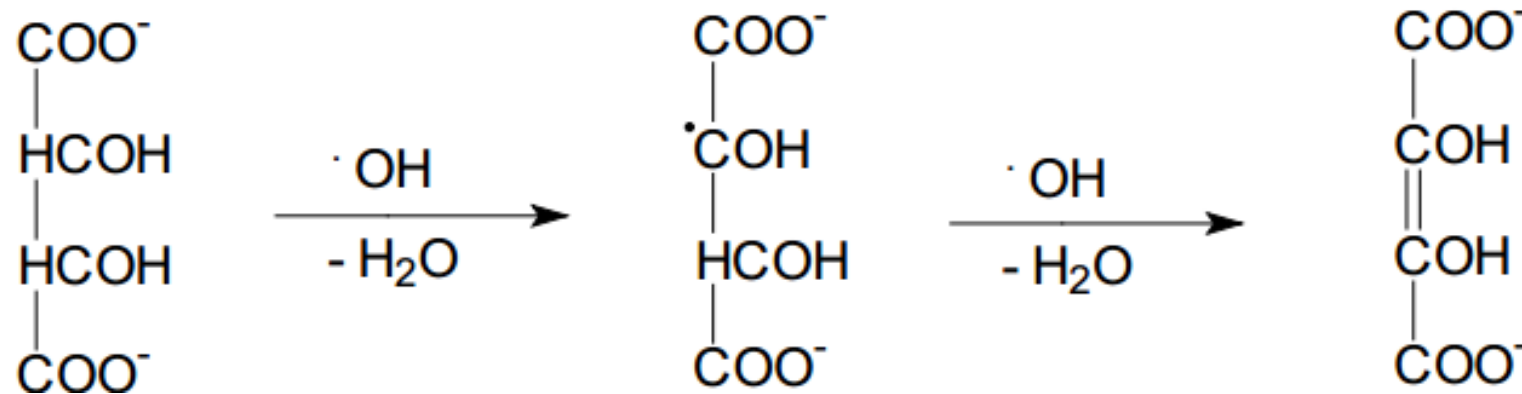
# 4- التفاعل مع حمض الطرطير وفق تفاعل فنتون في وسط قلوي

## المبدأ

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

مراحل التفاعل:

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



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

### العمل

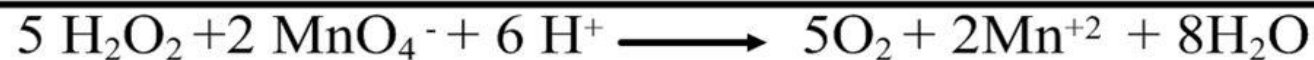
- ✓ ضع في أنبوب تجربة 5 مل من محلول حمض الطرطير، ثم أضف 2 قطرة من كبريتات الحديدي و 2 قطرة من محلول الماء الأكسجيني 6% (وزن/حجم) فيظهر لون أصفر عابر.
- ✓ بعد زوال اللون الأصفر تماما، أضف 0.5 – 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الكثيف فيظهر لون بنفسجي.

# Hydrogen Peroxide Solution Assay

# مقايسة محلول الماء الأكسجيني

## المبدأ

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



## مقايسة محلول الماء الأكسجيني

### العمل

ضع في دورق مخروطي 10 مل من المحلول المجهول و 20 مل من حمض الكبريت  $2\text{ N}$  ومن ثم عاير بمحلول برمنغنات البوتاسيوم  $0.1\text{ N}$  حتى ظهور لون وردي ثابت.

### الحسابات

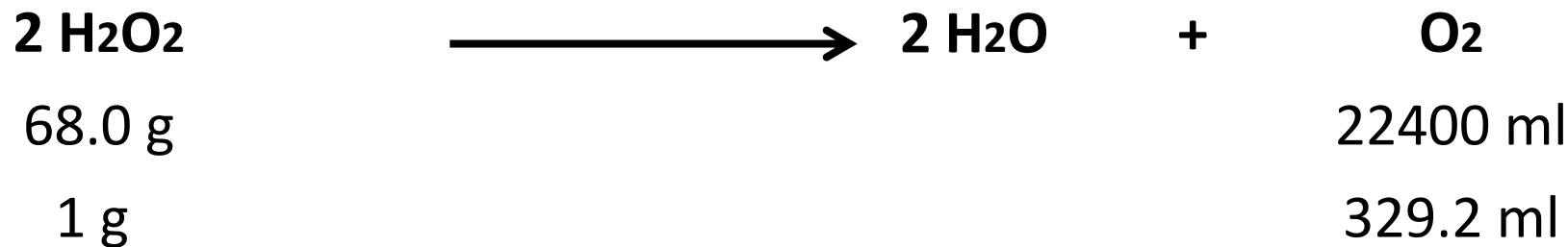
مكافئ واحد من برمنغنات البوتاسيوم يعادل مكافئ واحد من الماء الأكسجيني  
 $1\text{ ل } 1\text{ ن من برمنغنات البوتاسيوم تعادل وزن مكافئ واحد من الماء الأكسجيني}$   
 $1\text{ ل } 1\text{ ن برمنغنات تعادل } (34.015 \div 2 = 17.0075)$  غ ماء أكسجيني  
 $1\text{ مل } 0.1\text{ ن برمنغنات تعادل } 0.0017001$  غ ماء أكسجيني

## مقايسة محلول الماء الأكسجيني

### الحسابات

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

✓ يمكن استنتاج حجم الأكسجين من المعادلة والعلاقات التالية:



✓ أخيرا نقسم حجم الأكسجين المتحرر على حجم أخيزة محلول الماء الأكسجيني فنتنتج لدينا القوة الحجمية.

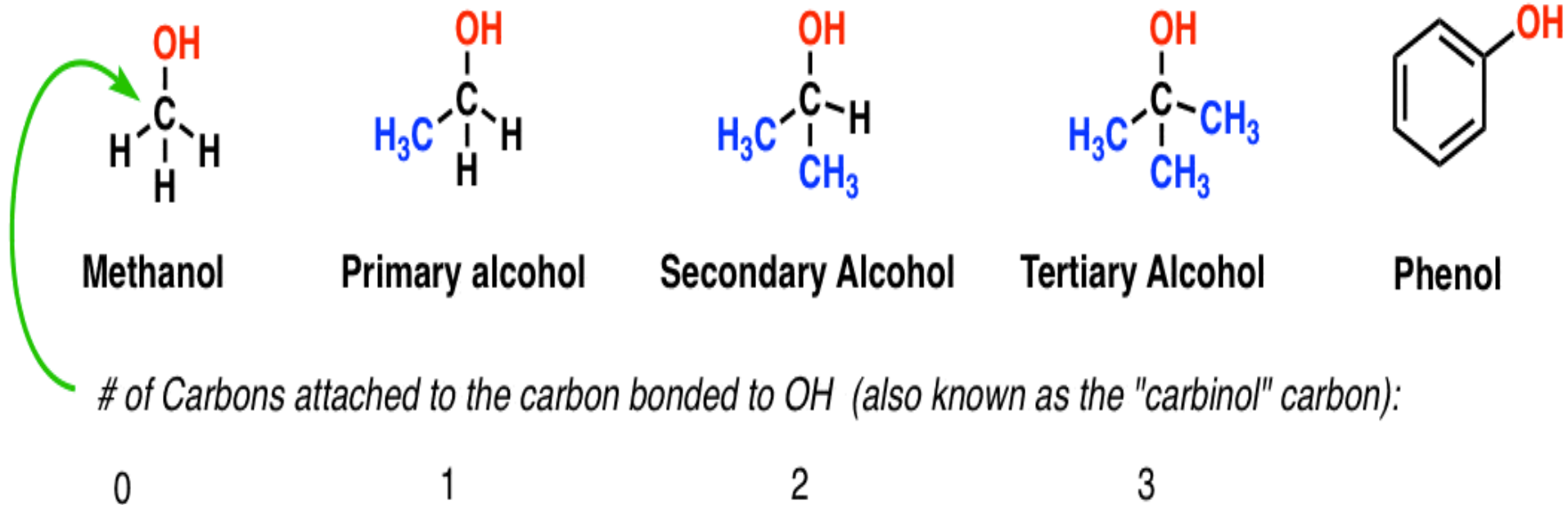
# الجلسة الرابعة

## Methanol & Ethanol

Identification & Differentiation

## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

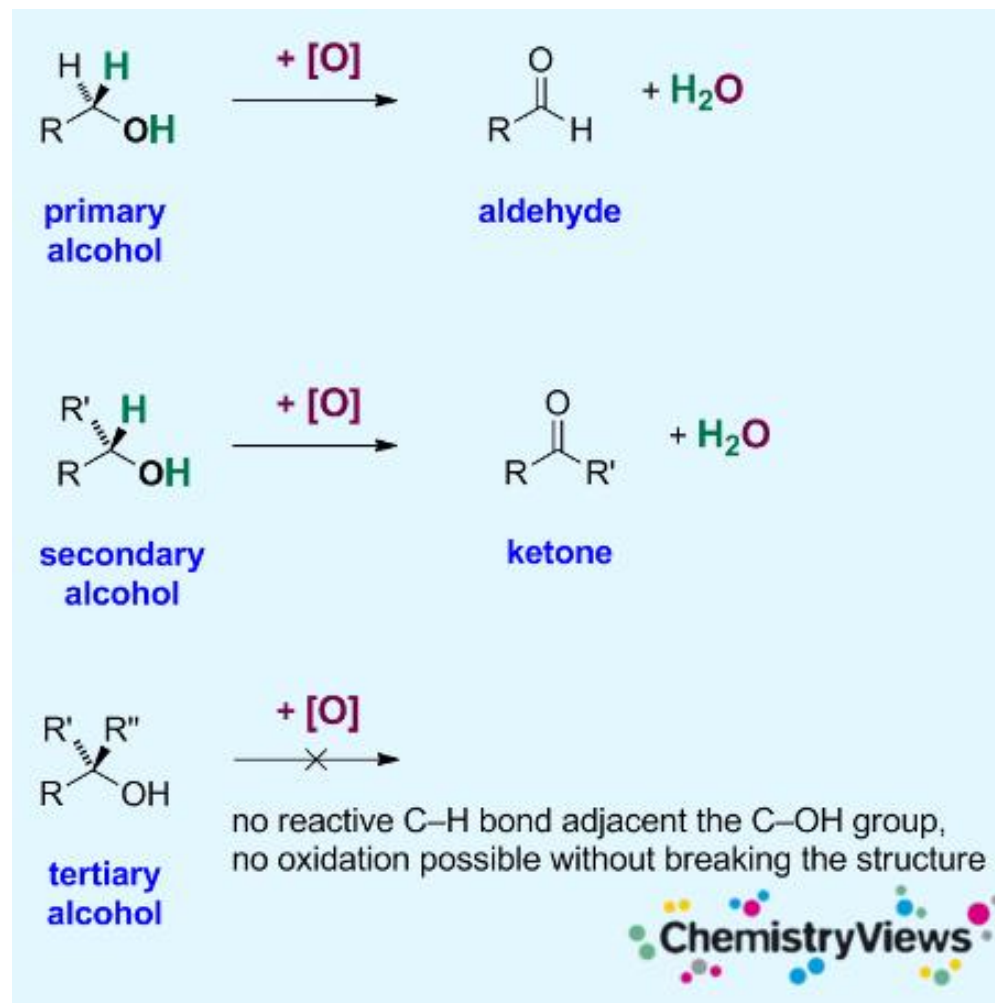
تكون الكحولات على ثلاث رتب: أولية وثانوية وثالثية، وذلك بحسب عدد الجذور الكربونية المرتبطة بالكربون الحامل للوظيفة الهيدروكسيلية (الميتانول هو الاستثناء الوحيد).



## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

- ✓ يمكن التمييز بين الكحولات بالاستناد إلى خواصها **الفيزيائية** (قرينة الانكسار والكثافة 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 بثنائي كرومات البوتاسيوم الحامضي الساخن الألدهيدات والكيتونات، على التوالي، بينما لا تتأكسد الكحولات الثالثية في هذه الشروط التجريبية.

# أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

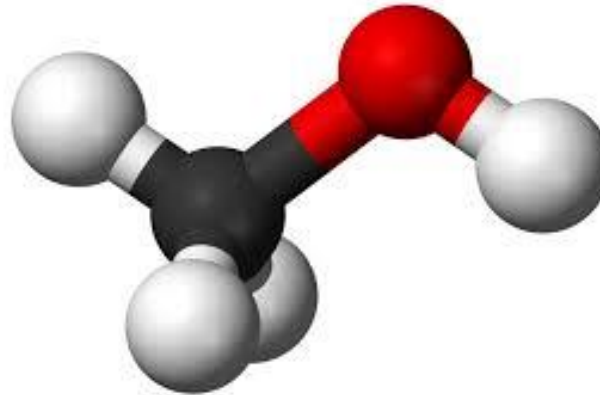


## أنواع ورتب الكحولات وكيفية التمييز بينها

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

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

# Methanol Structure



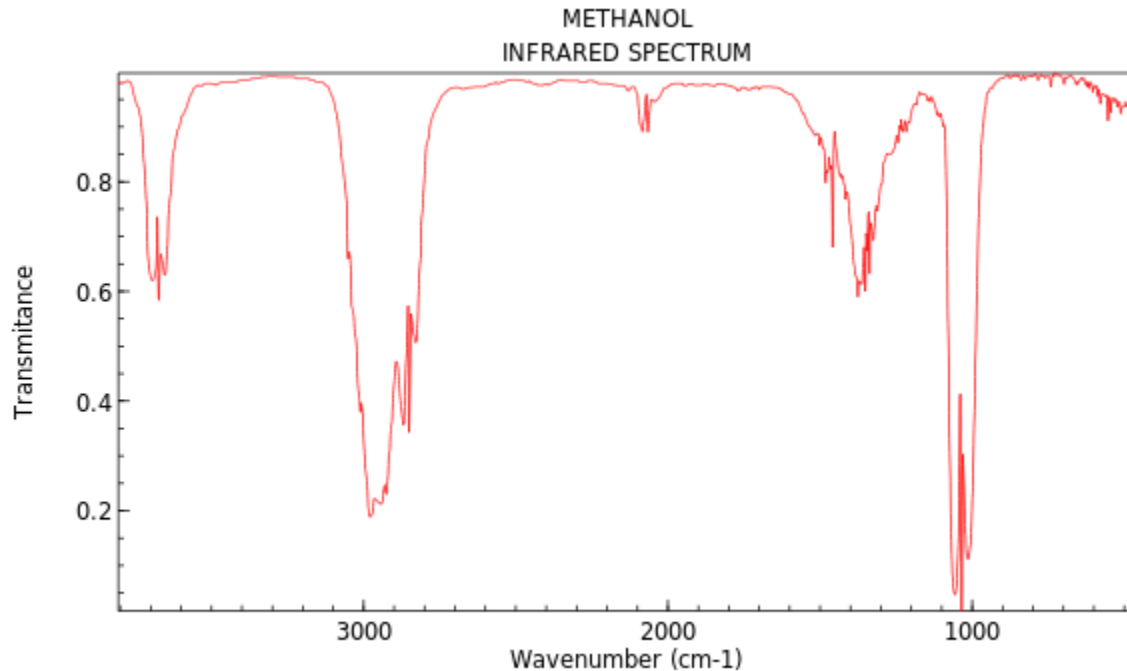
# Physical Properties of Methanol

## الخواص الفيزيائية

- ✓المظهر: 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



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

✓ قرينة الانكسار: 1.330 - 1.328.

✓ التحقق بمطيافية IR: مطابق للطيف المرجعي الدستوري.

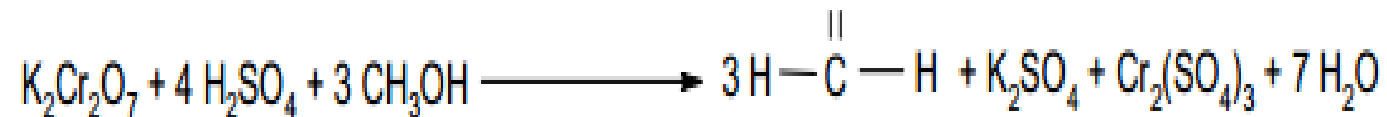
## 2- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

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

### المبدأ

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



dichromate  $\rightarrow$  chromium  $^{3+}$

(orange)  $\rightarrow$  (green)

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

### طريقة العمل

✓ ضع في أنبوب تجربة 0.5 مل من الميثانول 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.



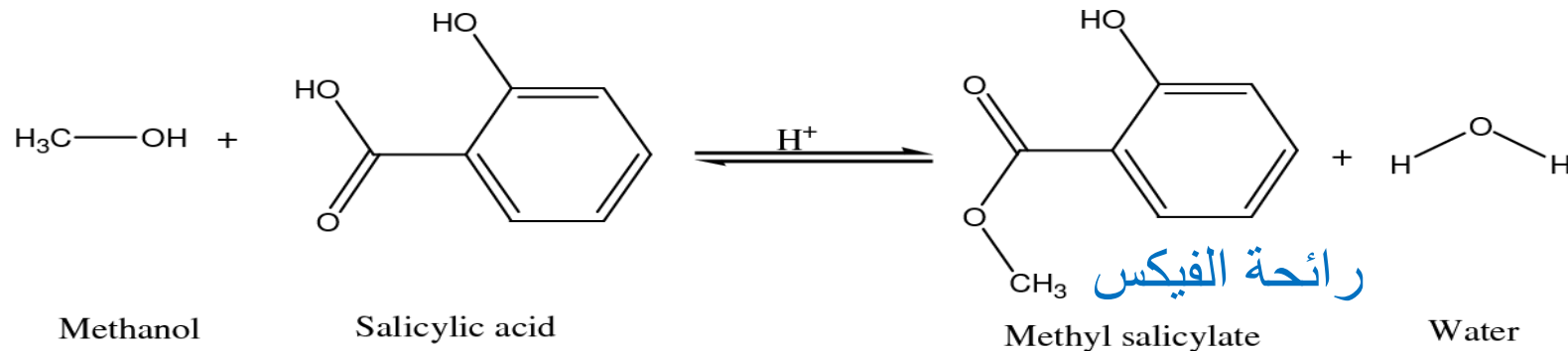
### 3- الأسترة بحمض الصفصاف (اختبار غير دستوري)

#### التفاعل

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

#### المبدأ

تفاعل أسترة مباشرة بين حمض كربوكسيلي وغول، مما يؤدي لتشكل إستر هو صفصافات الميثيل (له رائحة الفيكس).



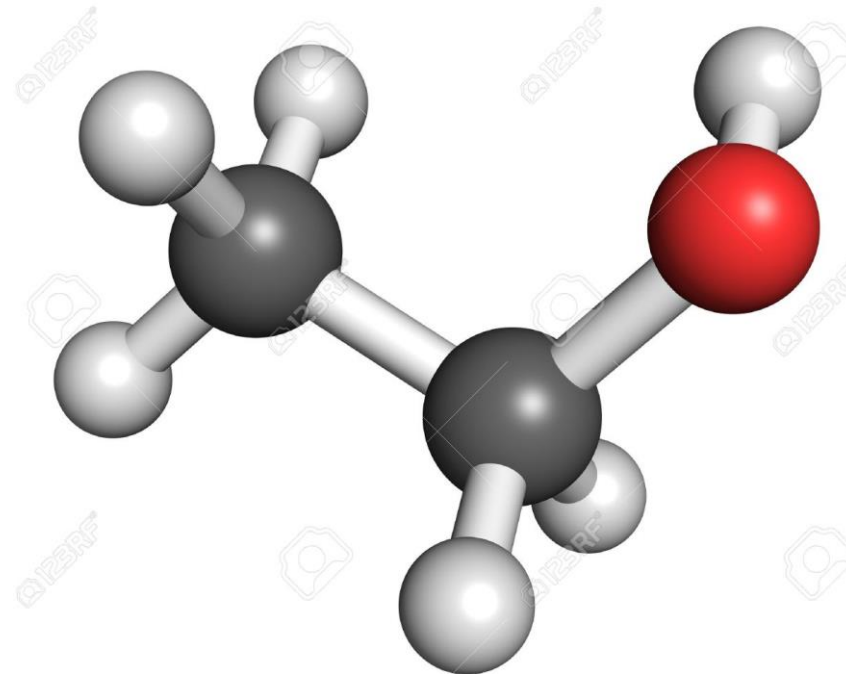
### 3- الأسترة بحمض الصفصاف (اختبار غير دستوري)

#### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبصة 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

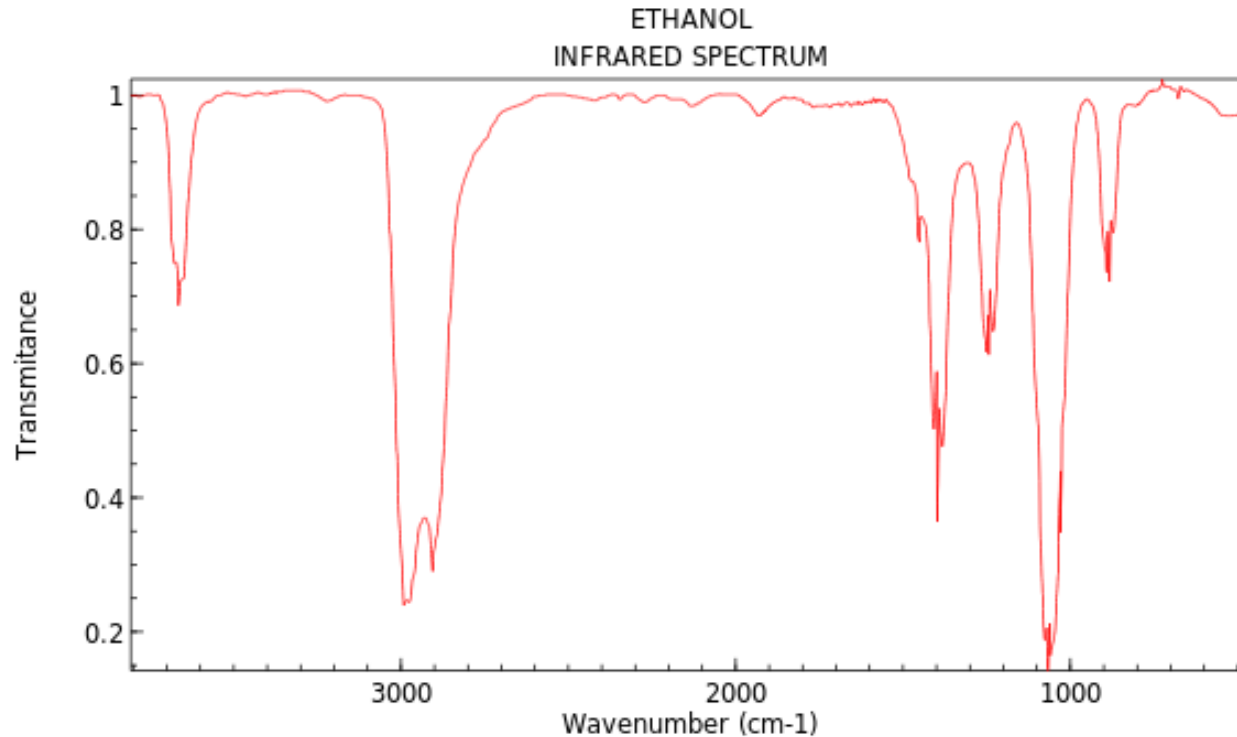
## الخواص الفيزيائية

- ✓ **المظهر:** سائل، شفاف، عديم اللون، رائق، متطاير، 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>)

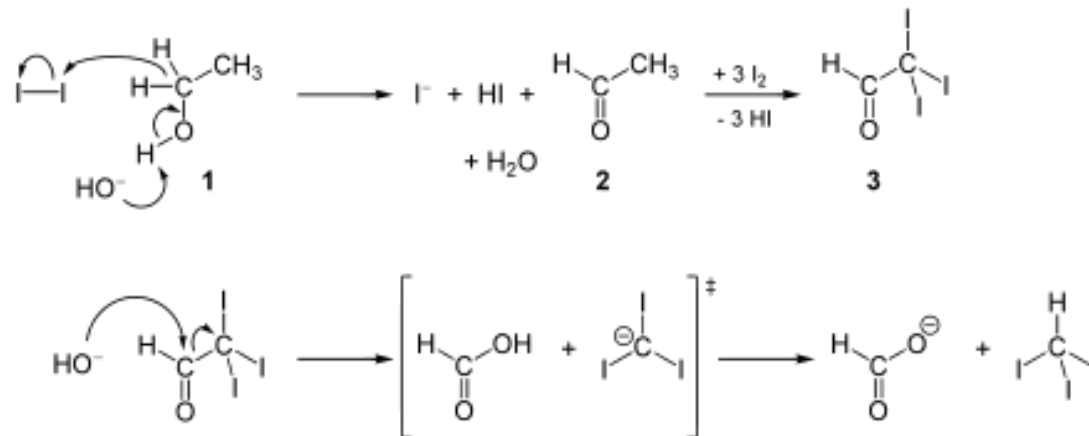
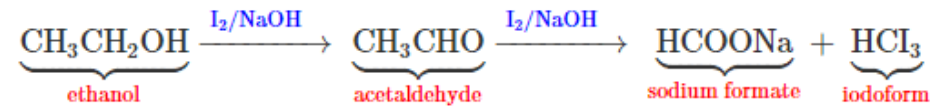
✓ الكثافة النسبية: 0.805 - 0.812.

✓ مطيافية IR: مطابق للطيف المرجعي الدستوري.

## 2- تفاعل تشكيل اليودوفورم (اختبار دستوري)

### التفاعل

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



## 2- تفاعل تشكيل اليودوفورم (اختبار دستوري)

### المبدأ

- يقوم اليود بداية بأكسدة الإيتانول في وسط قلوي مما يؤدي إلى تشكل الأسيتالدهيد (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 الأسيتالدهيد بذرة يود (الاستبدال في الموقع ألفا) مؤدية إلى تشكل ثلاثي يود الأسيتالدهيد (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 و 3 مل ماء و 2 مل من هيدروكسيد الصوديوم الممدد و امزج جيدا، ثم أضف لها 2 مل من محلول اليود اليودي رويدا رويدا مع الرج. استمر بالإضافة حتى ظهور عكر أصفر اللون، ثم اترك المزيج للراحة مدة 30 دقيقة.
- ✓ لاحظ تشكل الراسب الأصفر في أسفل الأنبوب.



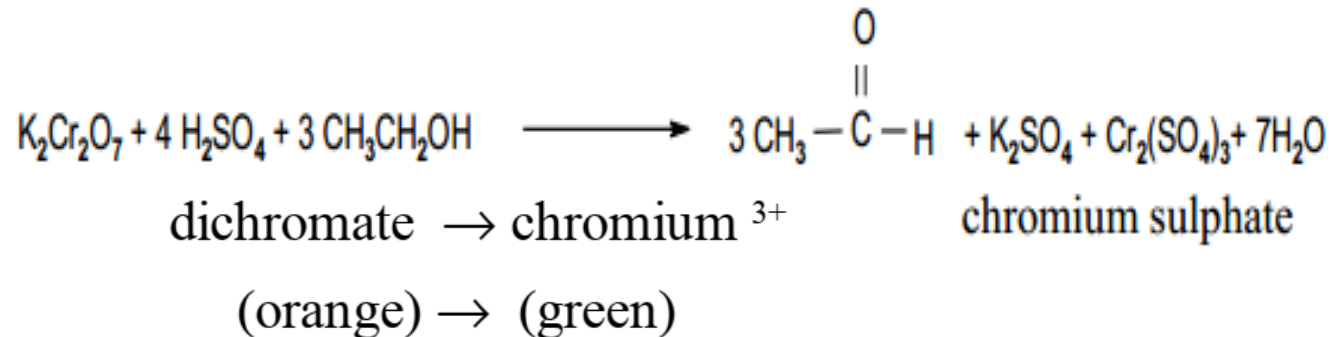
### 3- التفاعل مع دي كرومات البوتاسيوم (اختبار غير دستوري)

#### التفاعل

يتفاعل الإيتانول مع دي كرومات البوتاسيوم في وسط من حمض الكبريت مما يؤدي إلى تشكل الأسيتالدهيد وكبريتات الكروم. نستدل على حدوث التفاعل من خلال انقلاب لون المحلول 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 المحلول من البرتقالي (لون ثاني الكرومات) 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 غالي لمدة 7 - 10 دقائق ولاحظ انقلاب اللون إلى الأخضر/الأخضر المزرق.



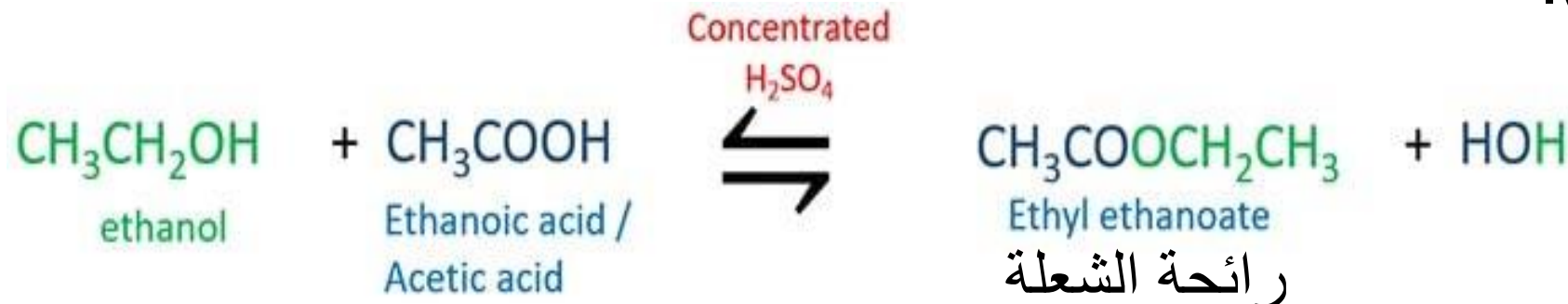
## 4- الأسترة بحمض الخل (اختبار غير دستوري)

### التفاعل

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

### المبدأ

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



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

### العمل

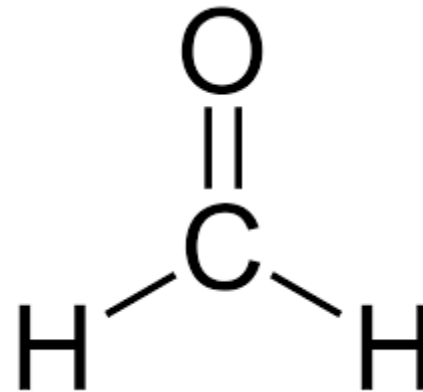
- ✓ ضع في أنبوب تجربة 1 مل إيتانول و 0.25 مل (5 قطرات) حمض الخل و 3 قطرات من حمض الكبريت الكثيف.
- ✓ امزج جيداً، ثم أغلق فوهة الأنبوب بمنديل.
- ✓ ضع الأنبوب في حمام مائي غالي لمدة 4 دقائق.
- ✓ لاحظ انتشار رائحة الشعلة.

# الجلسة الخامسة

# Formaldehyde Solution

Identification & Assay

# Formaldehyde



## Formaldehyde Structure

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

- ✓ يتواجد الفورمالدهيد كجزيئة مفردة بشكل غاز عديم اللون بدرجة الحرارة العادية، له رائحة واذة مخرشة.
- ✓ الانحلالية: شديد الانحلال في الماء ومعظم المذيبات العضوية.

## الخواص الكيميائية

- ✓ يعتبر من أشد الألهيدات الألفاتية تفاعلية.
- ✓ يملك خواصا مرجعة.
- ✓ يدخل في تفاعلات التكاثف والانضمام.

# Formaldehyde Solution (Formalin)

## تعريف

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

## الحفظ

- ✓ يحفظ في أوعية محكمة الإغلاق بعيدا عن الضوء وفي درجات حرارة تتراوح بين 15 و 25 درجة سيليسوس.
- ✓ قد يصبح عكرا خلال فترة حفظه بسبب تبلر الفورمالدهيد فيه، ولذلك يضاف له الميثانول كمثبت (لمنع التبلر) بنسبة 9 – 15%.

# Pharmaceutical & Medical Uses

الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

✓ لمعالجة الثآليل.

✓ في تحضير اللقاحات.

✓ في تفاعلات الكشف المختلفة.

# Formaldehyde Solution Identification

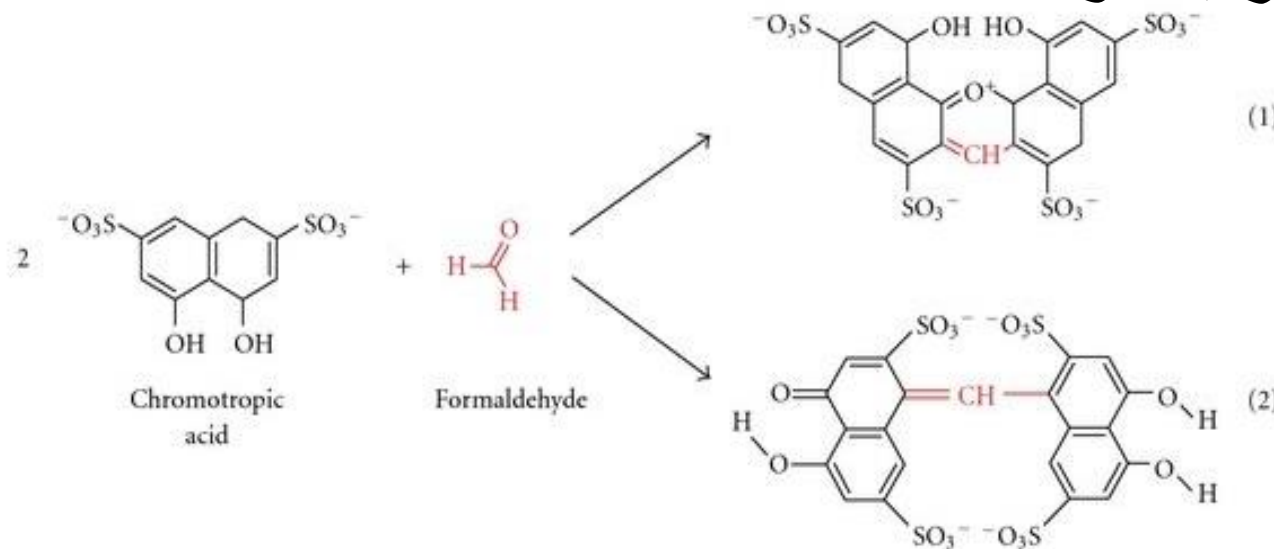
# 1- التفاعل مع حمض الكروموتروبيك (اختبار دستوري)

## التفاعل

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

## المبدأ

يتكاثف الفورمالدهيد مع جزيئتين من حمض الكروموتروبيك، مما يؤدي إلى تشكل منتج وسطي يخضع بدوره إلى عملية أكسدة معطيا بذلك مركبا ملونا.



## ملاحظة

يلعب حمض الكبريت في هذا التفاعل دور مبلمه ومؤكسد.

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

### العمل

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

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

✓لاحظ ظهور لون بنفسجي مزرق أو بنفسجي محمر شديد.

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

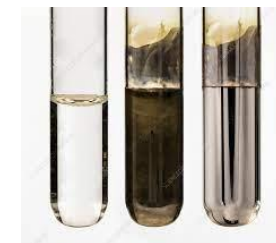
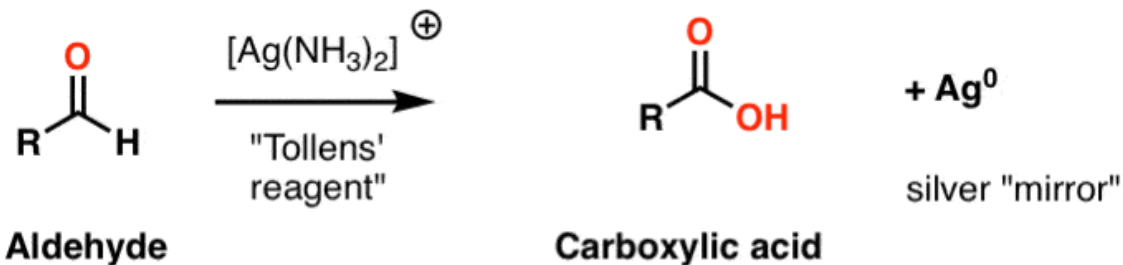
### تركيب الكاشف

نترات الفضة النشادرية.

### المبدأ

يتأكسد الفورمالدهيد بشوارد الفضة في وسط قلوي نشادري، مما يؤدي إلى تشكل حمض النمل، في حين تُرجع شوارد الفضة إلى معدن الفضة وتظهر إما بشكل مرآة فضية على جدار الأنبوب أو بشكل 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 mL من محلول الفورمالين و 2 mL من الماء وامزج جيداً، ثم قم بإضافة 2 mL من محلول نترات الفضة وبضع قطرات من محلول النشادر الممدد حتى الحصول على وسط قلوي خفيف.

✓ سخن على حمام مائي لبضعة دقائق.

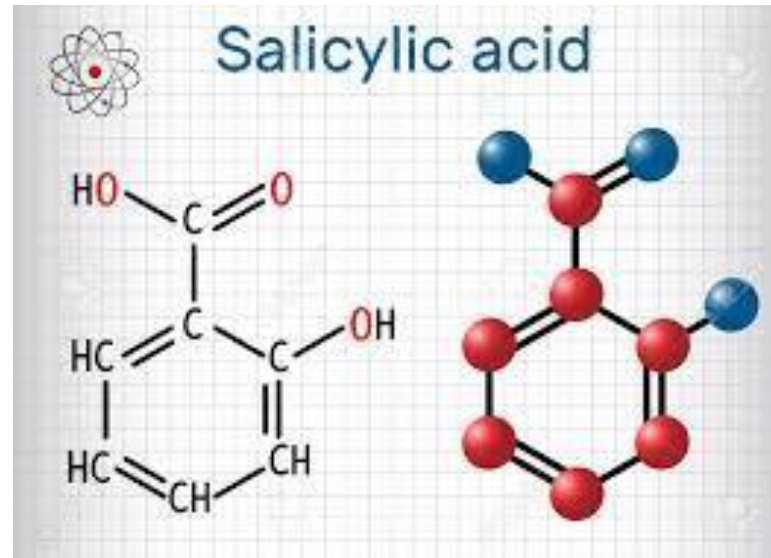
✓ لاحظ ظهور راسب رمادي و/أو تشكل مرآة فضية على السطح الداخلي لأنبوب الاختبار.



### 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 جدا.



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

#### العمل

- ✓ ضع في أنبوب اختبار حوالي 20 mg من حمض الصفصاف، وأضف لها بحذر شديد 2 mL من حمض الكبريت الكثيف، وامزج بهدوء حتى ذوبان حمض الصفصاف.
- ✓ 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 أجمر أرجواني) المزال لونه باستخدام حمض الكبريتي. يشكل حمض الكبريتي مع الفوكسين مركبا انضماميا عديم اللون.

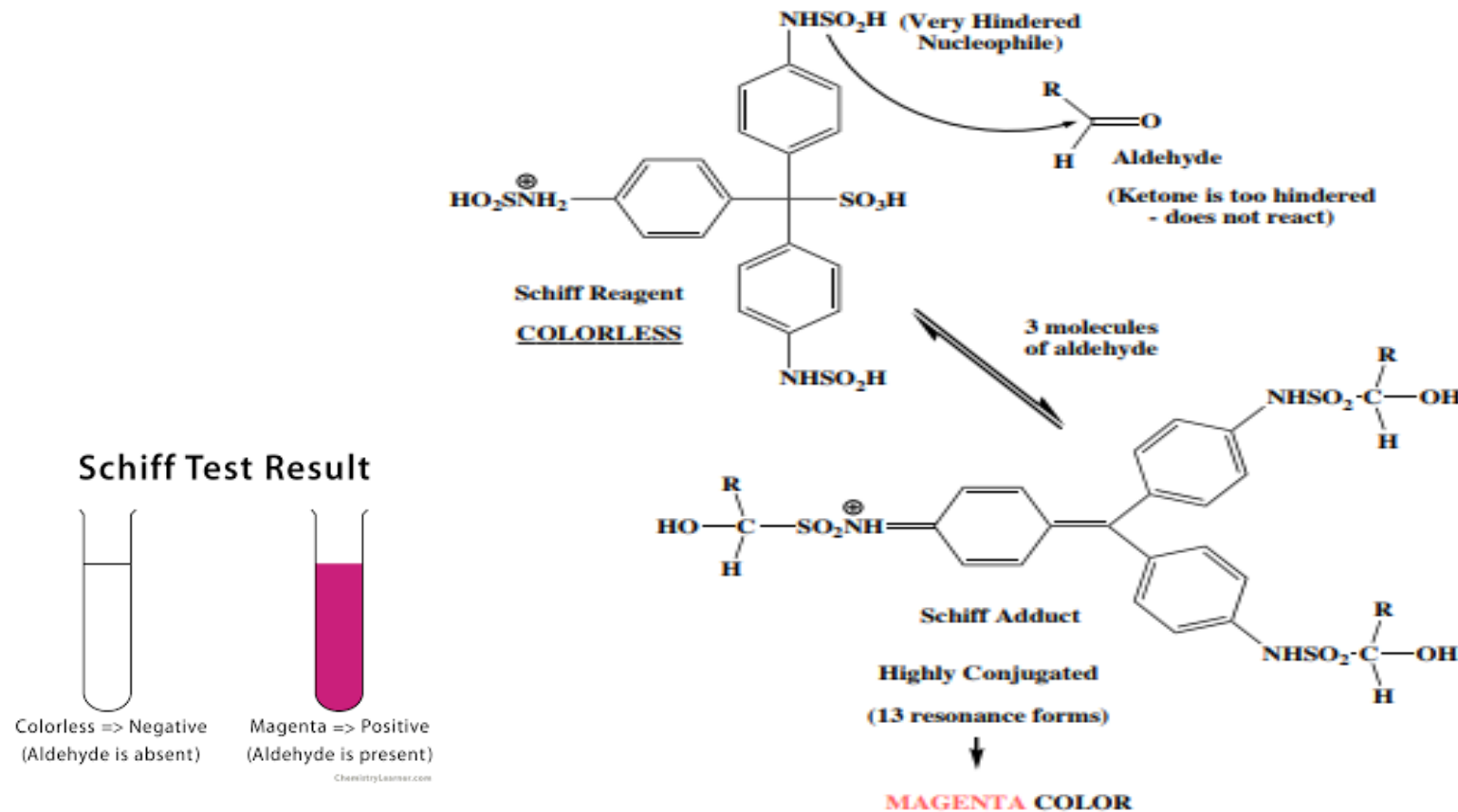
### التفاعل

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 تشكل 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 المحلول بلون زهري/بنفسجي.

### Schiff Test Result



Colorless => Negative  
(Aldehyde is absent)



Magenta => Positive  
(Aldehyde is present)

ChemistryLearner.com

## 5- التفاعل مع كاشف فهلنغ

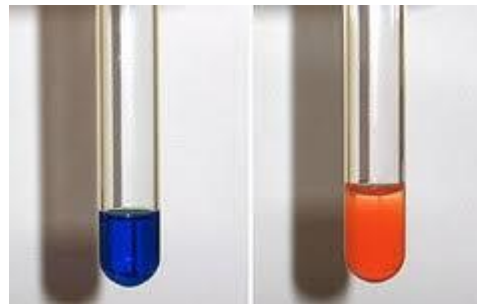
### تركيب الكاشف

فهلنغ A: كبريتات النحاس المائية.

فهلنغ B: طرطرات الصوديوم والبوتاسيوم في وسط قلوي من هيدروكسيد الصوديوم.

### التفاعل

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



## 5- التفاعل مع كاشف فهلنغ

### المبدأ

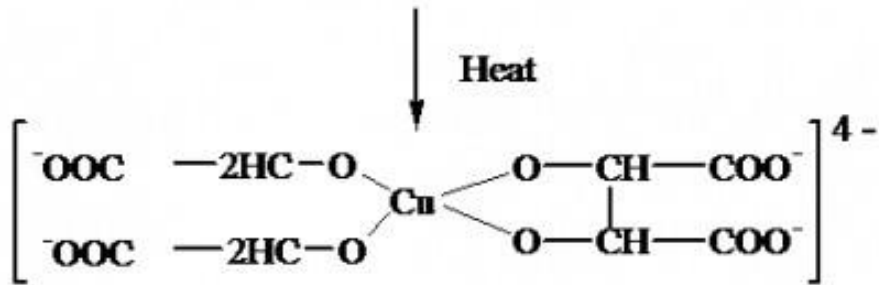
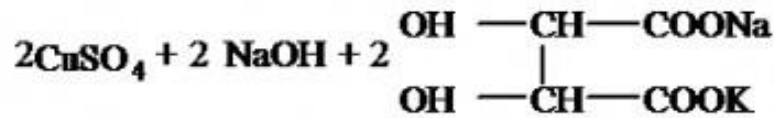
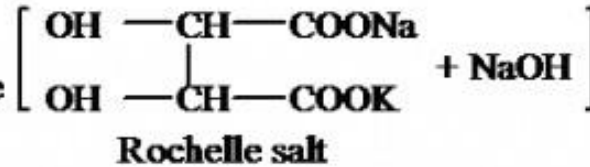
**Fehling's A**

Copper sulphate

$\text{CuSO}_4$

**Fehling's B**

Alkaline solution of  
Sodium potassium Tartarate  
(Rochelle salt + NaOH)



Deep blue colour complex  
(Fehling's solution)



لدى مزج محلولي كاشف فهلنغ مع بعضهما البعض، يتشكل معقد لشوارد النحاس مع الطرطرات مما يجعل للمحلول لونا أزرقا غامقا.

وعند إضافة الألدريد، يقوم هذا الأخير بإرجاع شوارد النحاس إلى النحاسي في وسط قلوي، ويتشكل نتيجة لذلك راسب أحمر أجري هو أكسيد النحاسي.

## 5- التفاعل مع كاشف فهلنغ

### العمل

- ✓ ضع في أنبوب اختبار 1 mL من فهلنغ A و 1 mL من فهلنغ B وامزجهما جيدا، ثم أضف له 2 قطرة من محلول الفورمالين، وسخن على حمام مائي لبضعة دقائق.
- ✓ لاحظ اختفاء اللون الأزرق تدريجيا وظهور راسب أحمر آجري.

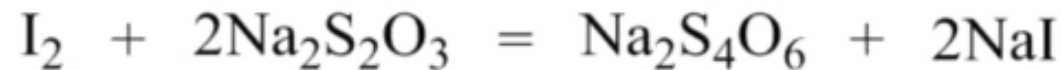
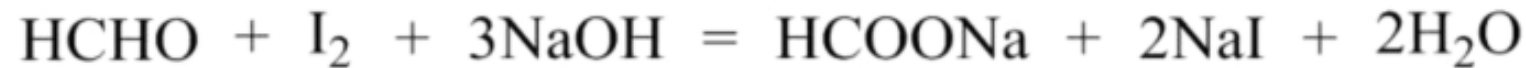


# Formaldehyde Solution Assay

## المبدأ

يعاير محلول الفورمالدهيد معايرة حجمية بالرجوع باستخدام مقياس اليود. حيث يقايس 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 ذرتي يود  
أي يمنح كل ذرة من ذرتي اليود الكترونا واحدا

# Formaldehyde Solution Assay

## العمل

✓ضع في فيول 5 mL من المحلول المجهول و20 mL من محلول اليود العياري 0.1 N و6.7 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 بتيوسلفات الصوديوم 0.1 N حتى ظهور لون أصفر عندها أضف 1.5 مل من هلامة النشاء وعاير حتى زوال اللون الأزرق البنفسجي من هلامة النشاء.

# 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

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

حيث N نظامية محلول الفورمالدهيد المجهول و V حجم أخيدة

حيث N1 نظامية محلول اليود العياري و V1 حجم محلول اليود العياري المضاف.

حيث N2 نظامية محلول التيوسلفات و V2 حجم التيوسلفات المستهلك.

# Formaldehyde Solution Assay

## الحسابات

الطريقة الثانية:

طريقة الميلي مكافئ:

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

علما أن حجم محلول اليود المستهلك لمعايرة الفورمالدهيد = حجم اليود الكلي - الحجم المصروف 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

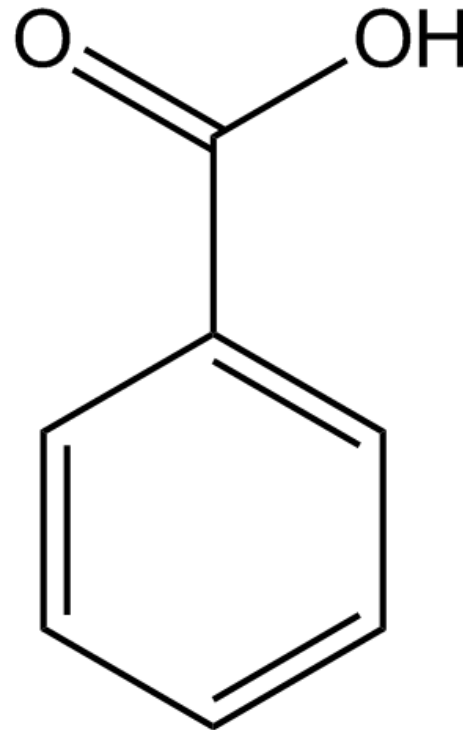
- ✓ تحتوي الحموض الكربوكسيلية في بنيتها على مجموعة الكربوكسيل ( $\text{-COOH}$ ).
- ✓ قد تكون الحموض الكربوكسيلية أليفاتية  $\text{R-COOH}$  (حمض الخل) أو عطرية  $\text{Ar-COOH}$  (حمض البنزويك)، وذلك تبعاً للجذر المرتبط بالمجموعة الكربوكسيلية.
- ✓ قد تكون الحموض الكربوكسيلية إما أحادية الوظيفة الكربوكسيلية (حمض البنزويك) 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 أكسيد الكربون وحدوث فوران في المحلول.

## مقدمة

- ✓ يمكن الكشف عن الحموض الكربوكسيلية من خلال تفاعلها مع أملاح بعض الشوارد المعدنية (كالحديد والكالسيوم) والتي قد تؤدي إلى تشكيل أملاح راسبة بألوان معينة.
- ✓ يمكن لنا التفريق بين الحموض الكربوكسيلية 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 الكربوكسيلية أيضا من خلال تحويلها إلى الإسترات الموافقة باستخدام كحول ملائم وبوجود وسطاء 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 الكربوكسيلية.

# 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 الغالي، ينحل بشدة في الكحول (96%) والعديد من المذيبات العضوية الأخرى كالكلوروفورم والإيثر والأسيتون.

# Pharmaceutical Uses of Benzoic acid

الاستخدامات الصيدلانية

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

# Benzoic Acid Identification

## 1- اختبارات دستورية غير كيميائية

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

✓ التصعيد: ضع قبصة من حمض البنزويك في أنبوب تجربة، ثم سخن الأنبوب من الأسفل بلطف عبر صفيحة تسخين.

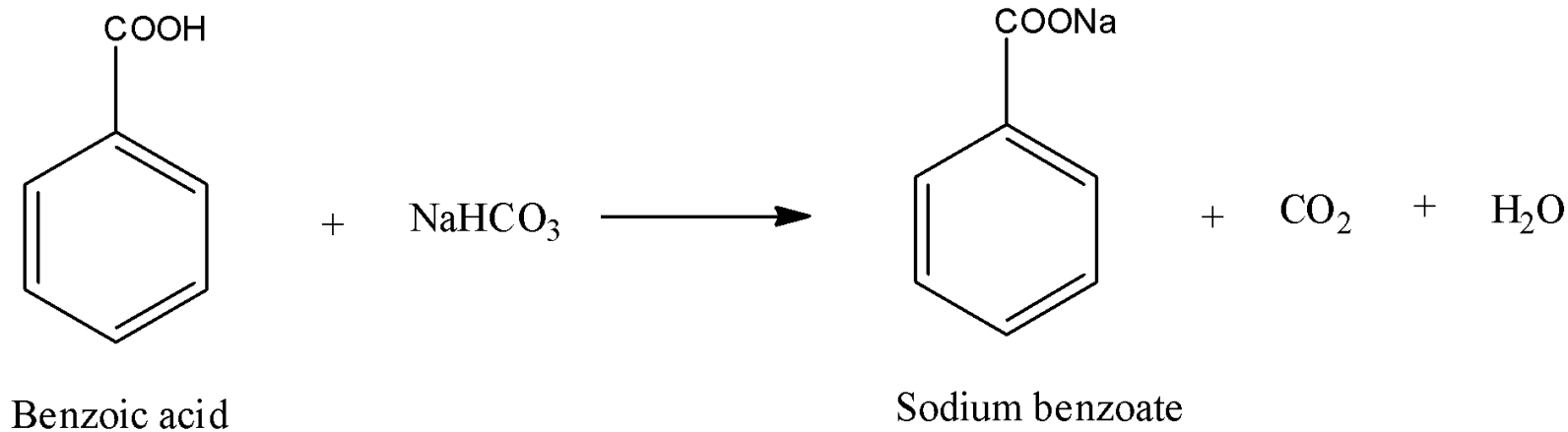
لاحظ تصعد بلوراته البيضاء وتكاثفها على الجدران الداخلية العليا الباردة للأنبوب.



## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

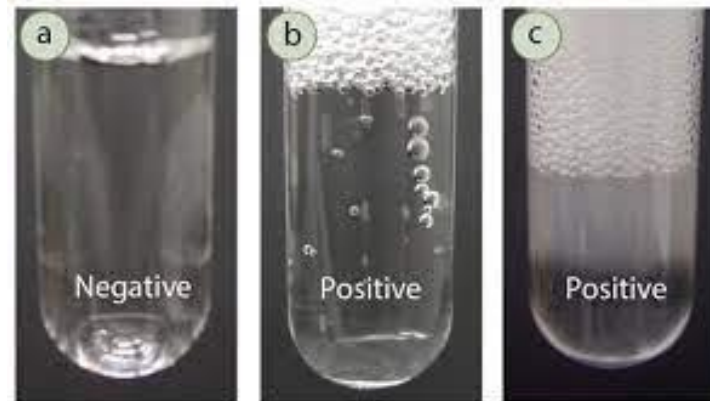
يتفاعل حمض البنزويك مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أكسيد الكربون وحدث فوران في المحلول.



## 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  $\text{CO}_2$ .



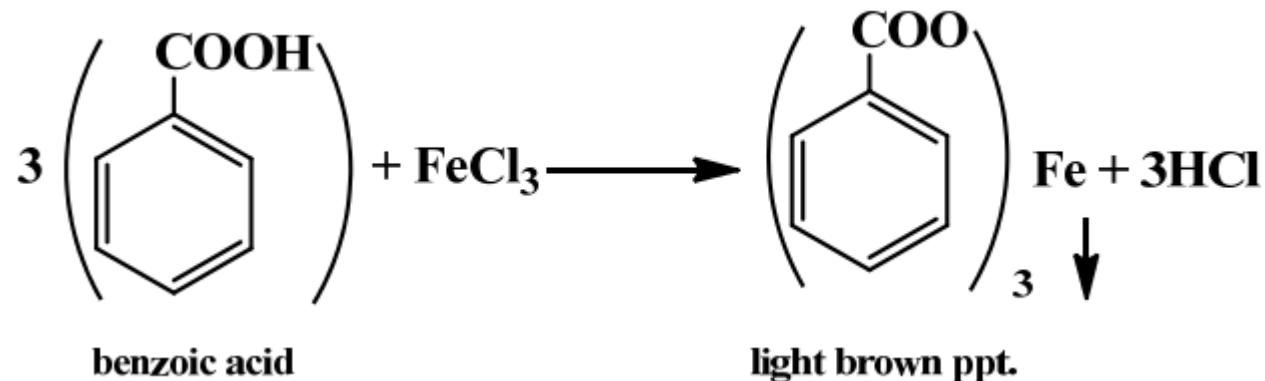
### 3- تفاعل حمض البنزويك مع كلوريد الحديد (دستوري)

#### التفاعل

يتفاعل حمض البنزويك مع كلوريد الحديد في وسط معتدل، مما يؤدي إلى تشكل 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 البنزويك مع كلوريد الحديد (دستوري)

#### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبصة جيدة من حمض البنزويك، وأذبها بـ 0.5 مل من الإيثانول 96%.
- ✓ أضف 1 مل من محلول كلوريد الحديد تدريجياً ثم رج بهدوء.
- ✓ لاحظ ظهور راسب بني فاتح-برتقالي.
- ✓ أضف 0.5 – 1 مل من الإيثر ورج الأنبوب ولاحظ انتقال الراسب إلى الطبقة الإيثرية وانحلاله بها.

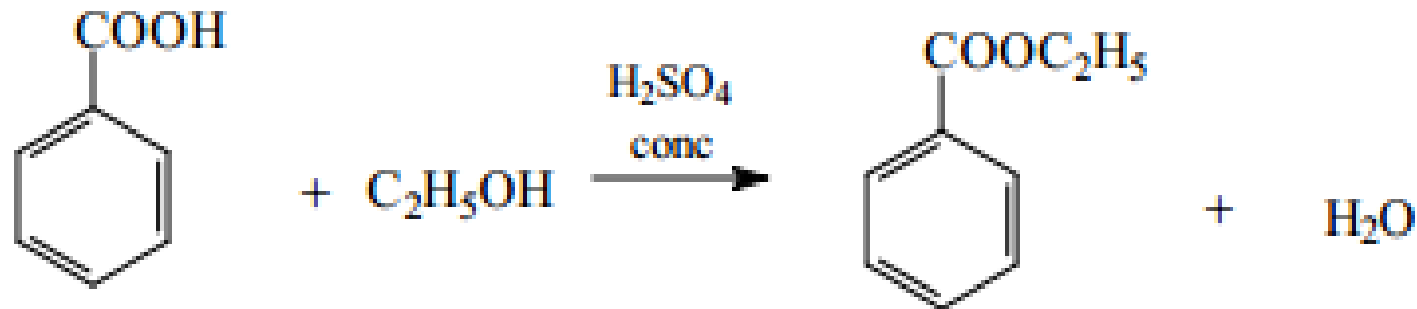
## 4- الأسترة بالإيثانول

### التفاعل

يتفاعل حمض البنزويك مع الإيثانول بوجود وسيط من حمض الكبريت الكثيف، مما يؤدي إلى تشكل إستر بنزوات الإيثيل (له رائحة تشبه رائحة التين المجفف).

### المبدأ

تفاعل أسترة لحمض البنزويك بالإيثانول، يؤدي إلى تشكل إستر بنزوات الإيثيل الذي يستدل عليه من رائحته التي تشبه رائحة التين المجفف.



## 4- الأسترة بالإيتانول

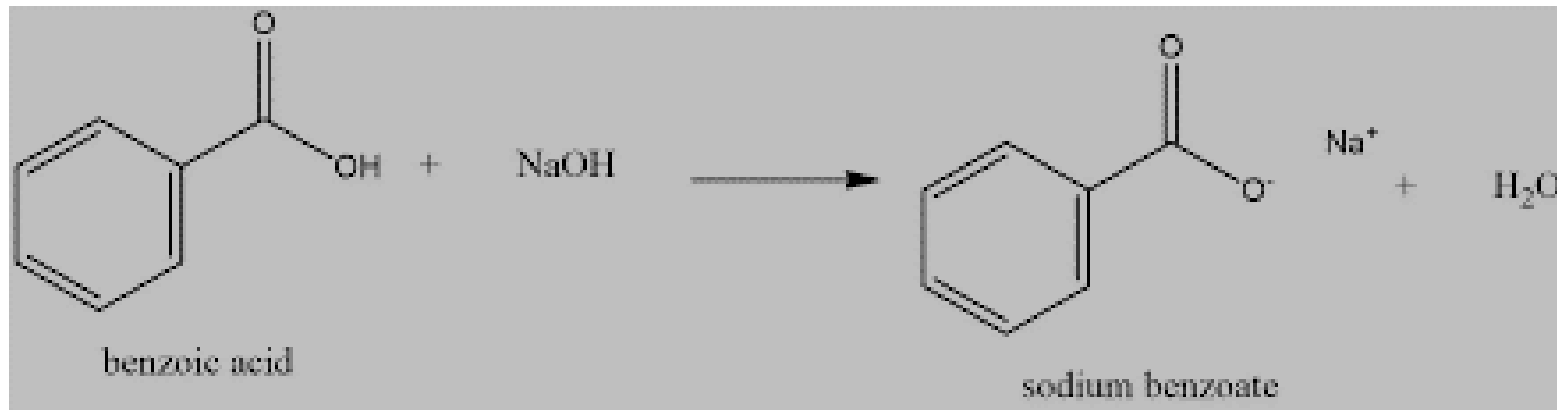
### العمل المخبري

- ✓ ضع في أنبوب جاف تماما قبصة جيدة من حمض البنزويك، ثم أضف لها 1 مل من الإيتانول و 3 قطرات من حمض الكبريت الكثيف وامزجها جيدا، ثم أغلق الأنبوب من فوهته.
- ✓ قم بتسخين المزيج على حمام مائي لمدة 5-10 دقائق واشتم رائحة التين المجفف.

## مقايسة حمض البنزويك

### المبدأ

يعاير 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.



## مقايسة حمض البنزويك

### طريقة العمل

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

## مقايضة حمض البنزويك

### الحسابات

احسب المحتوى من حمض البنزويك إذا علمت أن:

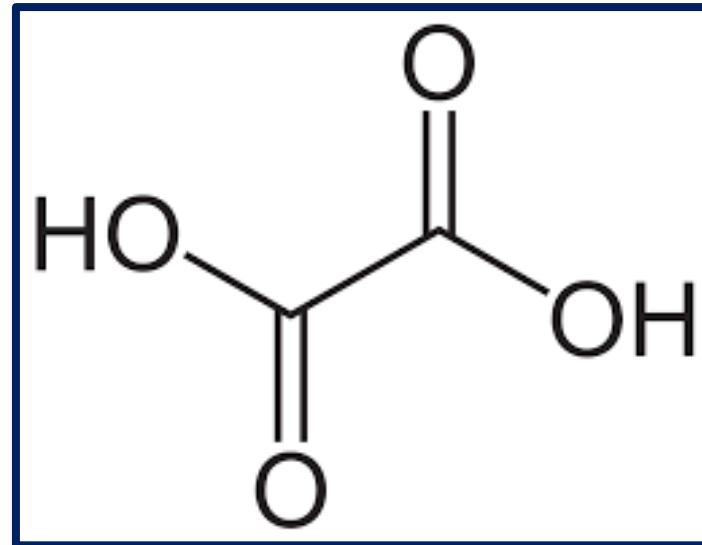
1 mL of 0.1 N sodium hydroxide is equivalent to 0.01221 g of benzoic acid

# الجلسة السابعة

# Oxalic Acid

Identification & Assay

# Oxalic Acid



# Oxalic Acid

## الخواص الفيزيائية

**المظهر:** بلورات شفافة عديمة اللون.

**الانحلالية:** شديد الانحلال بالماء والإيثانول، قليل الانحلال بالإيثير، غير منحل بالكلوروفورم.

## التصنيف الكيميائي

حمض كربوكسيلي ثنائي الوظيفة الحمضية.

# Pharmaceutical Uses of Oxalic acid

الاستخدامات الصيدلانية

✓ يستعمل في المخابر لمنع تخثر عينات الدم.

## 1- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

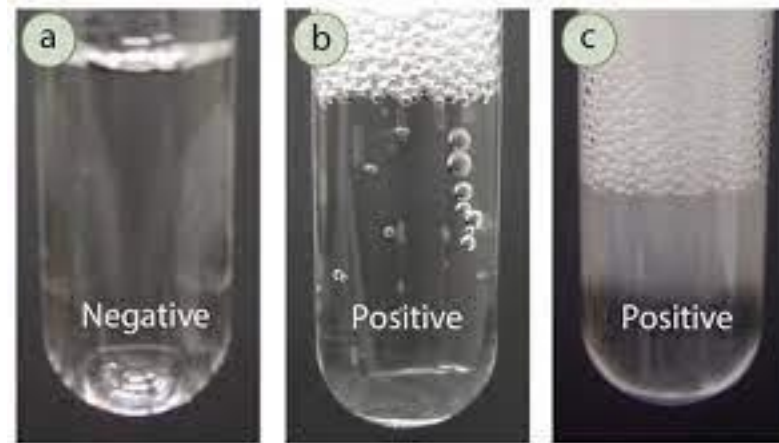
يتفاعل حمض الحماض مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أكسيد الكربون وحدوث فوران في المحلول.



## 1- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### طريقة العمل

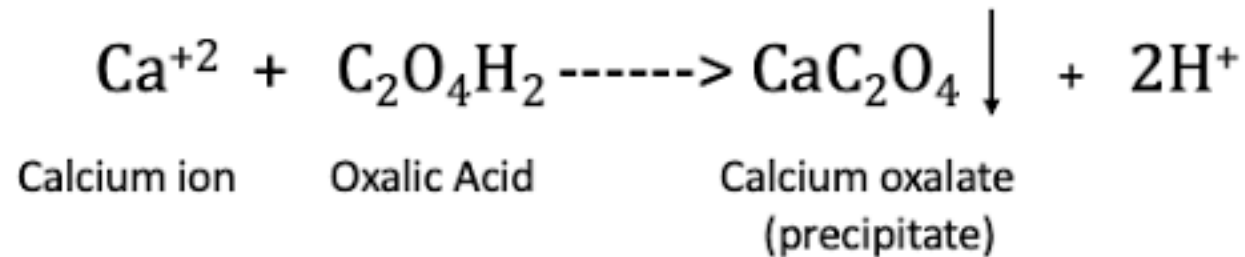
- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة قبضة من حمض الحماض وأضف لها 2 مل ماء وأذبها (استعن بالحرارة للتسريع).
- ✓ أضف 1 - 2 مل من محلول بيكربونات الصوديوم 5% (و/ح) بالتدريج وحرك.
- ✓ لاحظ ظهور فقاعات كثيفة نتيجة تحرر  $\text{CO}_2$ .



## 2- تفاعله مع أملاح الكالسيوم

### المبدأ

تتفاعل شاردة الحماضات (الناتجة من تشرّد حمض الحماض) مع أملاح الكالسيوم في وسط معتدل، مما يؤدي إلى تشكل راسب أبيض هو حماضات الكالسيوم.



## 2- تفاعله مع أملاح الكالسيوم

### طريقة العمل

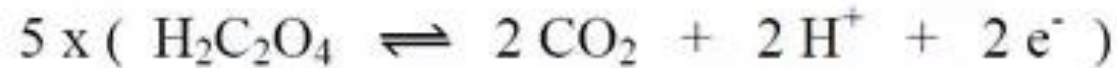
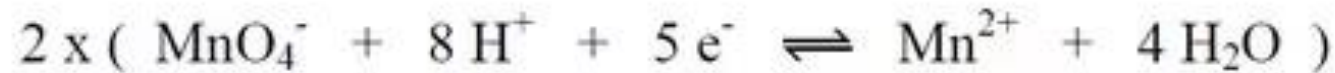
- ✓ ضع في أنبوب تجربة قبضة من حمض الحمض، ثم أضف لها 2 مل من الماء وحرك حتى ذوبان الحمض بالكامل (استعن بالحرارة للتسريع).
- ✓ قم بإضافة 1 مل من محلول كلوريد الكالسيوم.
- ✓ لاحظ ظهور راسب أبيض كثيف مباشرة.



### 3- تفاعله مع برمنغنات البوتاسيوم في وسط حمضي

#### المبدأ

يرجع حمض الحماض برمنغنات البوتاسيوم في وسط حمضي (من حمض الكبريت) إلى شاردة المنغنيز (عديمة اللون)، مما يؤدي إلى زوال اللون البنفسجي لمحلول برمنغنات البوتاسيوم ومن ثم تعكير رائق الكلس بغاز  $\text{CO}_2$  المنطلق.



### 3- تفاعله مع برمنغنات 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 و 2 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم وامزج جيدا وأغلق فوهة الأنبوب بالإبهام وسخن على حمام مائي.
- ✓ لاحظ زوال اللون البنفسجي وانطلاق فقاعات  $\text{CO}_2$ .
- ✓ أضف حوالي 6 مل من محلول رائق الكلس للأنبوب السابق وأغلق فوهته من جديد وامزج جيدا.
- ✓ لاحظ تعكر 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 بضع بلورات من الريزورسينول وحمض الكبريت الكثيف وبالتسخين اللطيف، مما يؤدي إلى ظهور لون أزرق.

## 4- التفاعل مع الريزورسينول وحمض الكبريت الكثيف

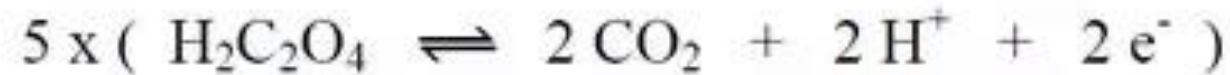
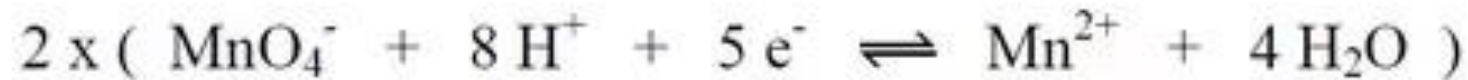
### طريقة العمل

- ✓ 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 تلتصق الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك بلطف بحيث لا تختلط الطبقتين (وانتظر قليلا بعد كل مزج).
- ✓ لاحظ تشكل حلقة زرقاء بين الطبقتين.
- ✓ اخلط الطبقتين معا عبر المزج الحذر ولاحظ تلون المحلول بلون أزرق.

## مقايسة حمض الحماض

### المبدأ

يعاير حمض الحماض معايرة حجمية مباشرة بمقياس أكسدة-إرجاع باستخدام محلول برمنغنات البوتاسيوم العياري وتستمر المعايرة حتى ظهور لون زهري.



## مقايسة حمض الحماض

### طريقة العمل

- ✓ ضع في فيول 10 مل من المحلول المجهول، ثم أضف 6.3 مل من حمض الكبريت (2 N).
- ✓ سخن المزيج إلى الدرجة  $80^{\circ}\text{C}$ ، ثم عاير باستخدام محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 N مع التحريك حتى بداية ظهور اللون الزهري، وعند ثبات اللون يوقف العمل.

## مقايضة حمض الحمض

### الحسابات

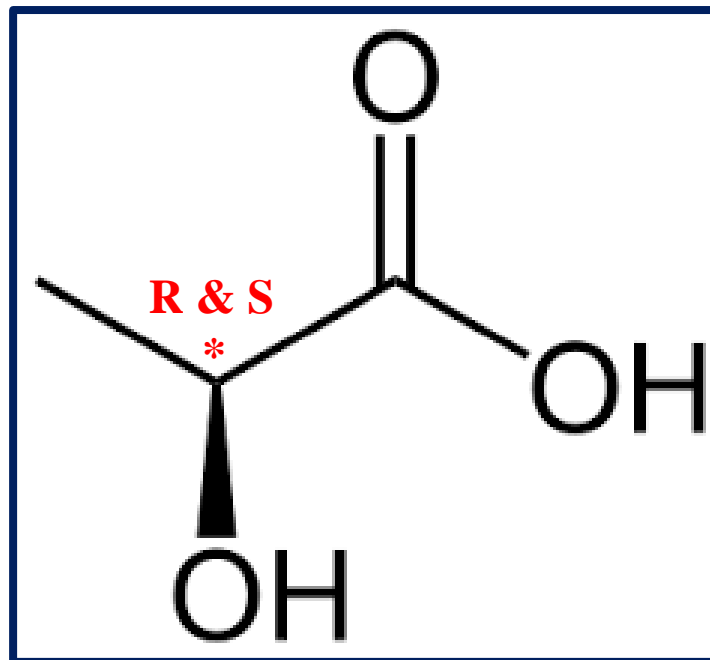
احسب نتيجة المقايضة إذا علمت أن:  
كل 1 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 N تكافئ 6.303 ملغ من حمض الحمض دي هيدرات.

# الجلسة الثامنة

## Lactic Acid

Identification & Assay

# Lactic Acid



MW= 90.1 g/mol

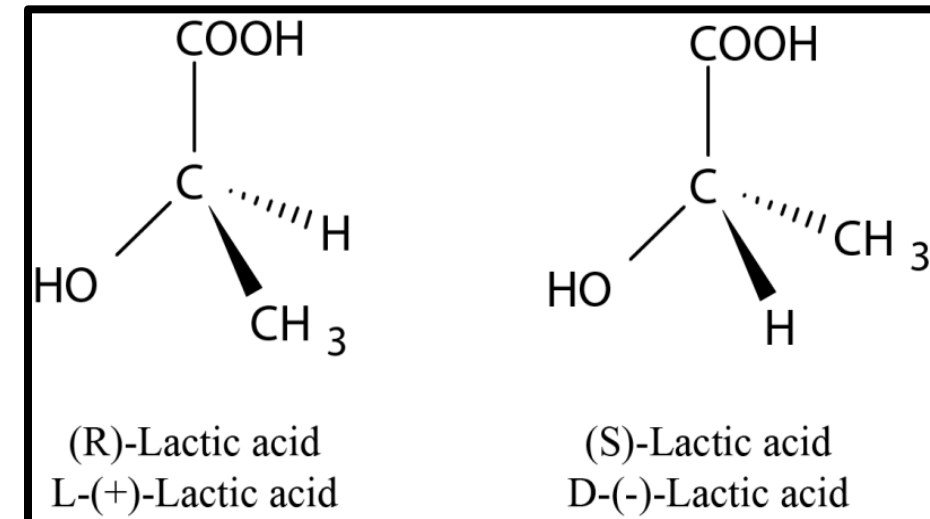
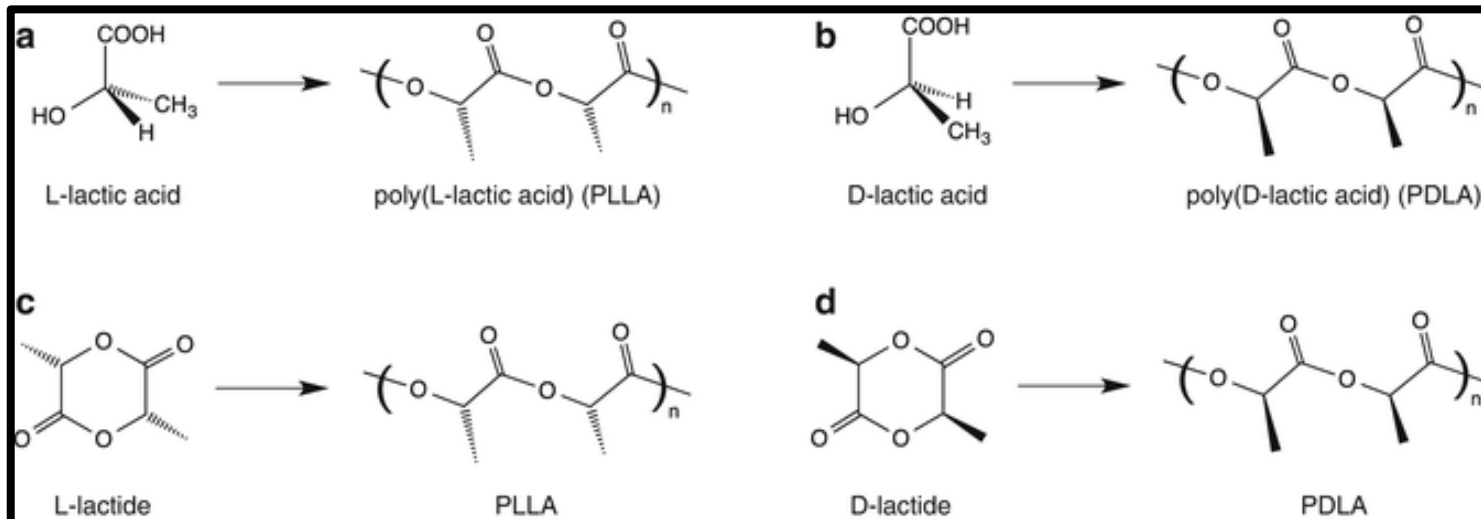
# Lactic Acid

## المزيج الراسيمي (R & S)

### التعريف الدستوري

✓ مزيج من حمض اللبن الحر، ومنتجات تكاثفه الإستيرية (كحمض اللبن اللبني lactoyl-lactic acid 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/مصفر قليلا.

✓ الطعم: حامضي.

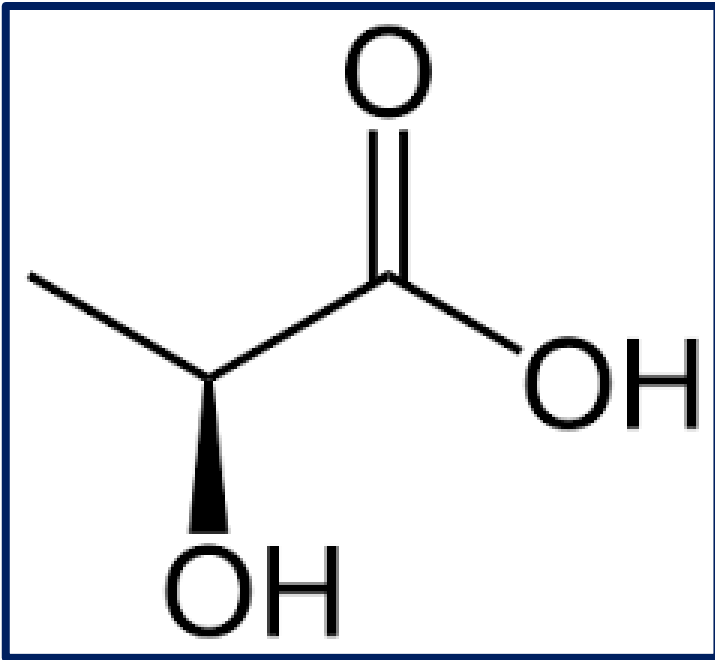
✓ الرائحة: رائحة خاصة غير مستحبة.

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

## التصنيف/الخواص الكيميائية

✓ الحموض العضوية الكربوكسيلية الهيدروكسيلية.

✓ له خواص الحموض الكربوكسيلية والحموض الهيدروكسيلية.



# Pharmaceutical & Medicinal Uses

## الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ يستخدم لمعالجة الإنتانات المهبلية (بيوض).
- ✓ يستخدم في الكريمات والمستحضرات الجلدية لحل التقرنات المختلفة.

# Lactic Acid Identification

# 1- الاختبارات الدستورية غير الكيميائية

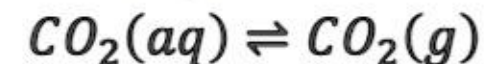
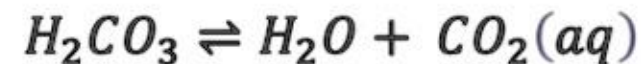
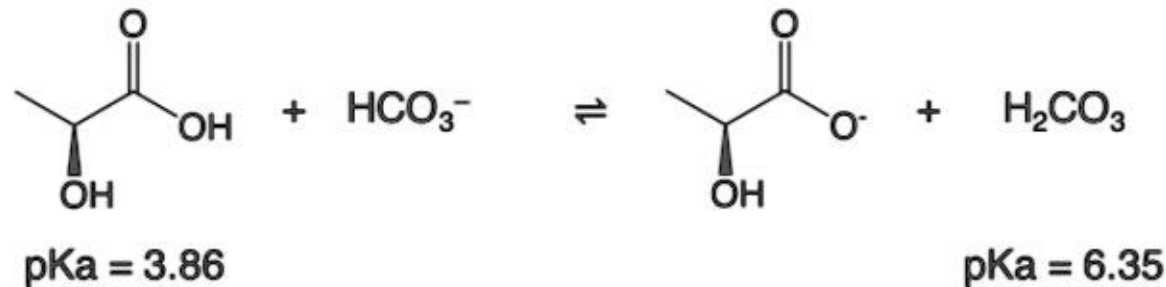
✓ محلوله المائي 10% (وزن/حجم) شديد الحموضة ( $\text{pH} > 4$ ).

✓ الكثافة النسبية: 1.20 - 1.21.

## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### المبدأ

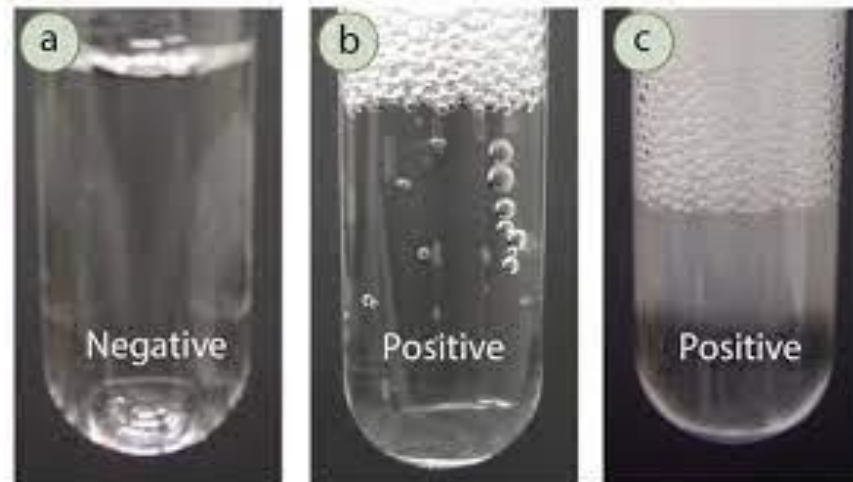
يتفاعل حمض اللبن مع بيكربونات الصوديوم (تفاعل تعديل)، مما يؤدي إلى تحرر غاز ثاني أكسيد الكربون الذي يؤدي إلى ظهور فوران في المحلول.



## 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 فوران المحلول عند كل إضافة ( $\text{CO}_2$  تحرر).



## 3- تفاعل تشكيل اليودوفورم

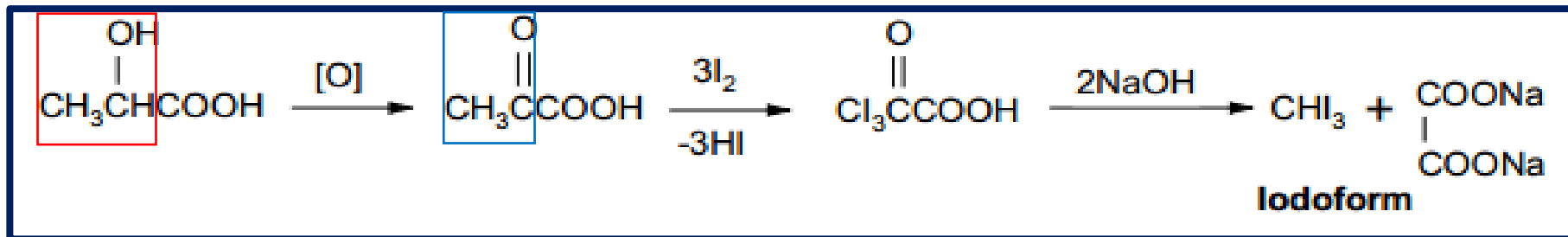
### البنية وتفاعل الكشف

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

### المبدأ

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

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



### 3- تفاعل تشكيل اليودوفورم

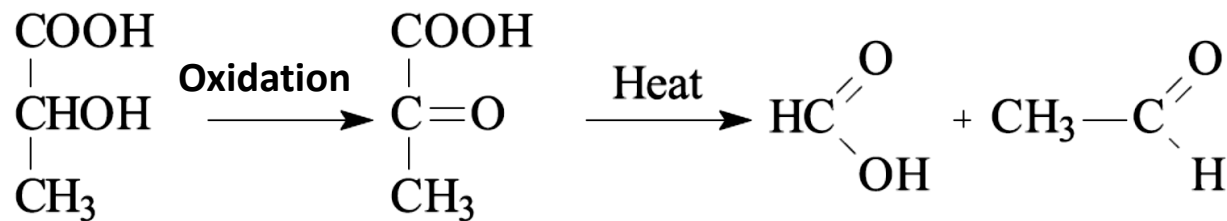
#### طريقة العمل

- ✓ 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 للراحة ولاحظ ترقد الراسب الأصفر إلى الأصفر البرتقالي.

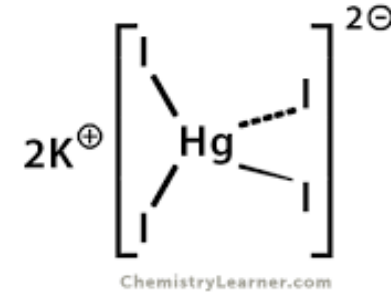
## 4- إرجاعه لكاشف نسلر بعد أكسدته ببرمنغنات البوتاسيوم

### المبدأ

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



### Molecular Structure of Nessler's Reagent



## 4- إرجاعه لكاشف نسلر بعد أكسدته ببرمنغنات البوتاسيوم

### طريقة العمل

- ✓ أضف إلى أنبوب اختبار 1 مل من محلول حمض اللبن 10% (و/ح)، و 2 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم، و 4 قطرات من حمض الكبريت الكثيف.
- ✓ سخن على حمام مائي، لاحظ بعد فترة قصيرة ظهور رائحة الأسيتالدهيد 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 لأملح الزئبق.

## 5- تغييره للون كاشف Uffelmann

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

### 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 جيدا، ولاحظ ظهور لون بنفسجي.

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

✓ لاحظ انقلاب اللون باتجاه الأصفر.

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

### المبدأ

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

### طريقة العمل

✓ضع في أنبوب تجربة 2.5 مل من محلول حمض اللين 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 نيتروبروسيات 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

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

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

## المبدأ

✓ يعتمد المبدأ على مقايضة 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 1 N.
- ✓أغلق الفيول، واتركه لمدة 30 دقيقة.
- ✓أضف 5 قطرات من مشعر الفنول فتالئين، وعابر بمحلول حمض الكبريت 1 N حتى زوال اللون الوردي.

# Assay of Lactic Acid

## ملاحظات

- ✓ تجرى هذه المعايرة بالرجوع لأنها تتطلب وقتاً لإتمام عملية الحلمهة.
- ✓ يجب الانتباه إلى أننا لا نستطيع من خلال هذه المعايرة تحديد نسبة الحمض الحر، لأن هيدروكسيد الصوديوم يقوم بتعديل الحمض الحر والإسترات 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

$$N.V = N_1.V_1 + N_2.V_2$$

N: نظامية محلول هيدروكسيد الصوديوم.

V: الحجم المضاف من هيدروكسيد الصوديوم.

N<sub>1</sub>: نظامية محلول حمض اللبن مجهول التركيز.

V<sub>1</sub>: حجم أحيذة المحلول مجهول التركيز.

N<sub>2</sub>: نظامية محلول حمض الكبريت.

V<sub>2</sub>: الحجم المستهلك من حمض الكبريت.

## الحسابات

• طريقة الميلي مكافئ

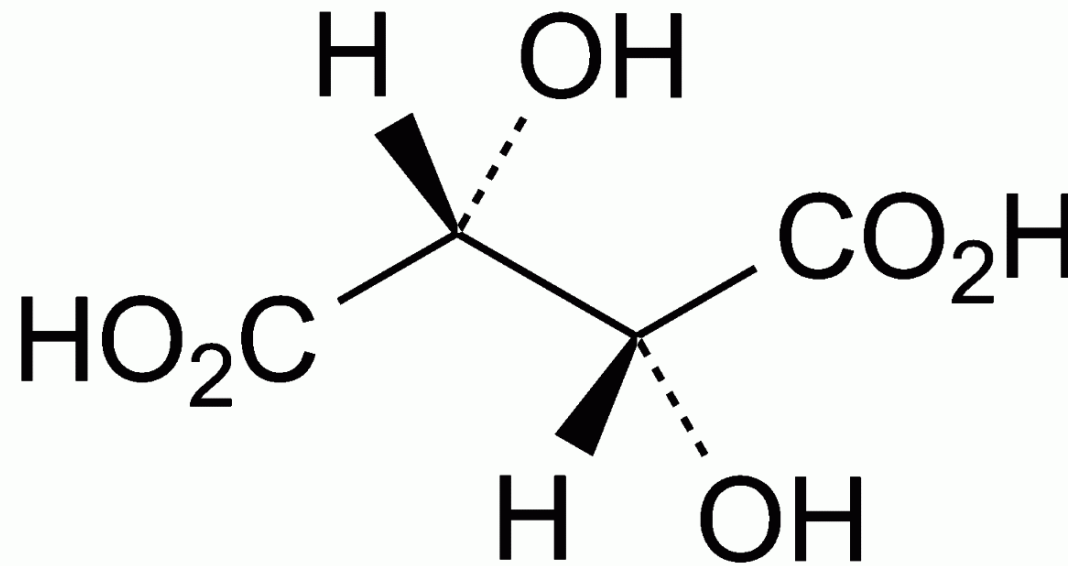
1 mL of 1 N sodium hydroxide is equivalent to 90.1 mg of  $C_3H_6O_3$ .

# الجلسة التاسعة

# Tartaric Acid

Identification & Assay

# Tartaric acid



# Tartaric acid

## الصفات الفيزيائية والكيميائية

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

✓ **درجة الانصهار:** 170°C.

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

## التصنيف الكيميائي

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

# Pharmaceutical Uses of Tartaric acid

الاستخدامات الصيدلانية

✓ عامل حمض.

✓ يستخدم في تحضير الزوج الفوار في المضغوطات الفوارة.

# Tartaric Acid Identification

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

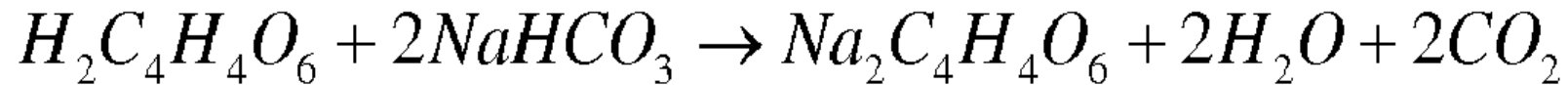
- يتمتع المحلول المائي لحمض الطرطير (10%، وزن/حجم) بحموضة شديدة ( $\text{pH} < 4$ ) ويمكن الاستدلال على ذلك باستخدام شريط الـ pH.



## 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 المحلول.



Tartaric Acid

Sodium  
Bicarbonate

Sodium  
Tartarate

Water

Carbon  
Dioxide

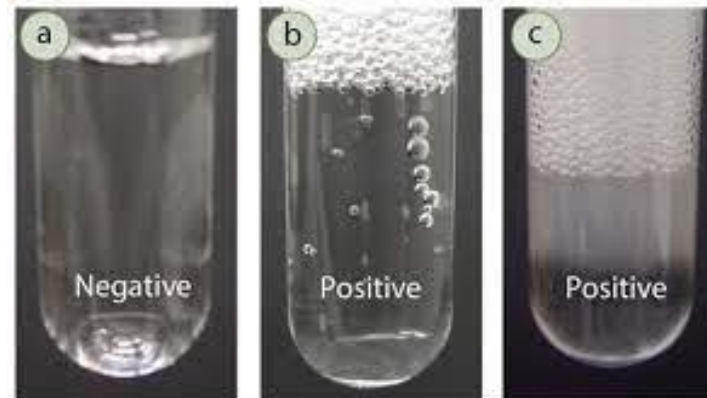
## 2- التفاعل مع بيكربونات الصوديوم

### 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 المحلول المائي للفينول 1-2% مع حجم محدد من المحلول المائي لكلوريد الحديد 10% (يحضر طازجا ويظهر بلون بنفسجي).

### 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 جيدا، ولاحظ ظهور لون بنفسجي.

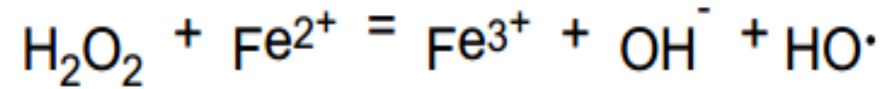
✓ قم بعد ذلك بإضافة قبصة صغيرة من حمض الطرطير الصلب.

✓ 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 تشكل شوارد الحديد الثلاثية وشوارد الهيدروكسيل وجذر الهيدروكسيل.

### التفاعل

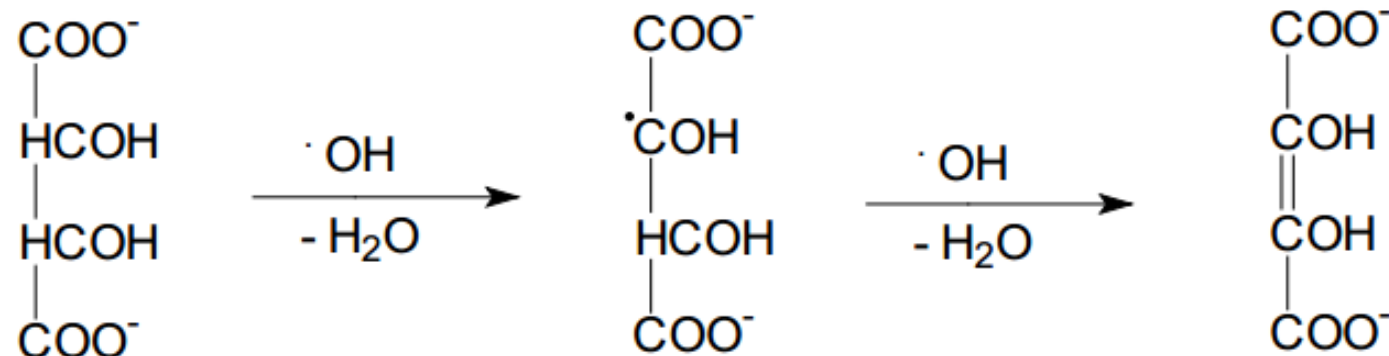
يتفاعل حمض الطرطير مع الماء الأكسجيني وكبريتات الحديد، فيتشكل في البداية لون **أصفر** عابر. يختفي اللون الأصفر مع مرور الوقت، عندها ولدى إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم قطرة فقطرة يظهر لون **بنفسجي**.

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

### المبدأ

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

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

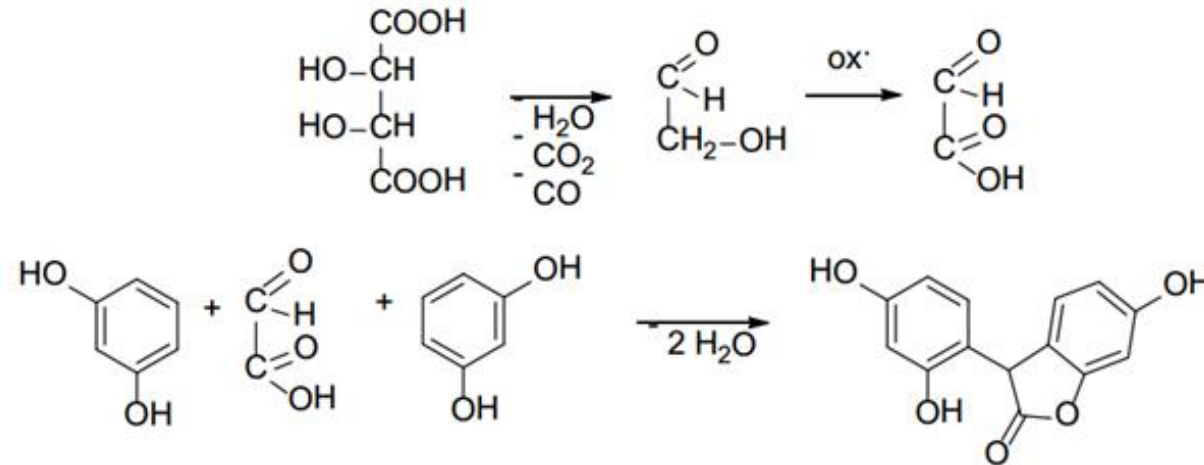
### التفاعل

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

### المبدأ

يؤكسد حمض الكبريت الكثيف حمض الطرطير مؤدياً إلى تشكل الغليكول ألدهيد والذي يتأكسد بدوره معطياً حمض الغليوكسيليك.

يتكاثف حمض الغليوكسيليك فيما بعد مع جزيئين من الريزورسينول، مما يؤدي إلى تشكل صباغ من نمط دي فينيل ميثان الذي يتشكل فيه على الفور حلقة لاكتونية (إستر حلقي) ويظهر المحلول بلون أحمر.



## 5- تفاعل مولر

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قبصة جيدة من حمض الطرطير و 3 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 تلتصق الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك بلطف بحيث لا تختلط فيها الطبقتين (انتظر قليلا بعد كل مزج).
- ✓ لاحظ تشكل حلقة حمراء بين الطبقتين بعد بضعة دقائق.
- ✓ اخلط الطبقتين معا عبر المزج بحذر وضع المحلول 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 تشكل 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 تشكل مشتق برومي مبرتن على شكل ملح أوكسونيوم يظهر بلون أزرق. ولدى تمديد المحلول يظهر اللون الأصلي للمشتق البرومي وهو اللون الأحمر.

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

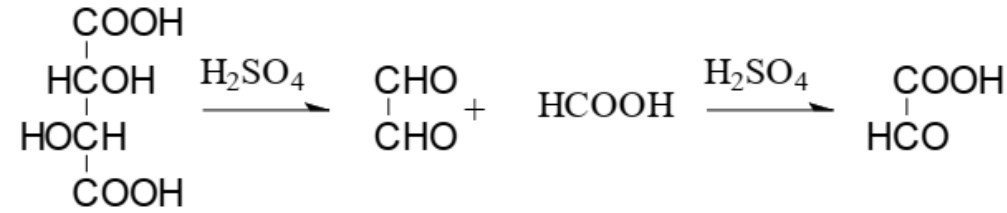
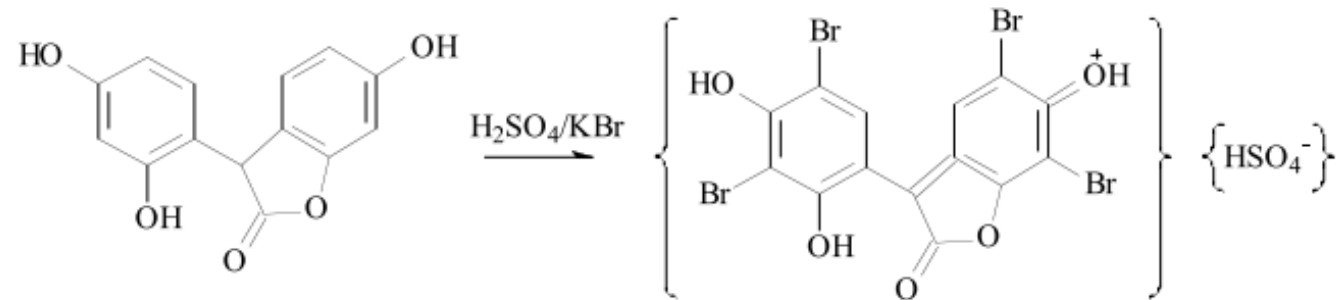
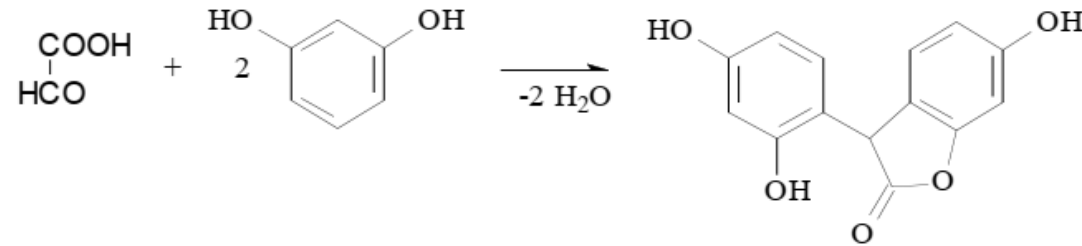


Figure 3.33.4 Glyoxylic acid formation.



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

### طريقة العمل

- ✓ ضع في أنبوب جاف قطرتين من محلول حمض الطرطير 1.5 g/L، ثم أضف لها قطرتين من محلول بروميد البوتاسيوم 100 g/L وقطرتين من محلول الريزورسينول 20 g/L وامزجها جيدا.
- ✓ ثم أضف 3 - 4 مل من حمض الكبريت الكثيف بحذر وامزج جيدا، ثم ضع الأنبوب على حمام مائي غالي لمدة 5 - 10 دقائق، فيظهر لون أزرق داكن.
- ✓ برد الأنبوب ثم صب جزء من محتواه وبحذر في أنبوب آخر يحوي 7 مل من الماء، ولاحظ انقلاب اللون إلى الأحمر.

## ملاحظات

✓ يستطيع حمض الطرطير إزالة لون برمنغنات البوتاسيوم.  
✓ العمل

- ضع قبضة معتبرة من حمض الطرطير في أنبوب جاف، ثم أضف 1 مل ماء وامزج حتى تمام الذوبان (يمكن الاستعانة بالحرارة).
- أضف بعد ذلك 1 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم.
- أضف 2 قطرة من حمض الكبريت الكثيف.
- سخن على حمام مائي.
- لاحظ زوال اللون البنفسجي للبرمنغنات.

## ملاحظات

✓ تترسب شاردة الطرطرات مع شوارد الكالسيوم ببطأ.  
✓ العمل

- ضع قبصة معتبرة من حمض الطرطير 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 تشكل الراسب الأبيض (طرطرات الكالسيوم)، قم برج الأنبوب بشدة، ولاحظ ازدياد العكر.
- اترك الأنبوب للراحة ولاحظ ترقد الراسب الأبيض في أسفل الأنبوب.

## معايرة حمض الطرطير

### المبدأ

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



## معايرة حمض الطرطير

### طريقة العمل

ضع في ورق مخروطي 10 مل من محلول حمض الطرطير المجهول، ثم أضف له قطرة واحدة من مشعر الفينول فتالئين، 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 أخيزة المحلول مجهول التركيز.

## الحسابات

طريقة الميلي مكافئ

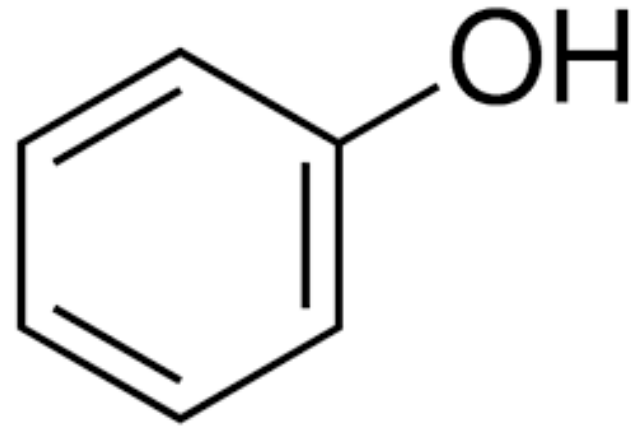
Each 1 mL of NaOH (0.1 N) equivalent to 7.504 mg of tartaric acid.

# الجلسة العاشرة

# PHENOL

Identification & Assay

# Phenol Structure



## الخواص الفيزيائية

- **المظهر:** بلورات أو كتل بلورية عديمة اللون أو ذات لون زهري خفيف، يتميع بسهولة بالحرارة وعند تواجد الماء فيه بنسبة 10%.
- **الرائحة:** له رائحة فينولية مميزة.
- **الانحلالية:** شديد الانحلال في الكحول والجليسرين والكلوروفورم والإيثير ودي كلوروميثان، منحل في الماء.
- **درجة التجمد:** تقريبا  $39.5^{\circ}\text{C}$ .
- **الثبات:** سريع التأكسد بأكسجين الهواء وعند تعرضه للضوء. يعطي بتأكسده مركبات كينونية، مما يمنحه لونا زهريا أو أحمرًا ويزداد اغمقاقه تدريجيا مع الزمن (في حين يكون المركب النقي غير المتأكسد عديم اللون).
- **الحفظ:** يحفظ في أوعية عاتمة محكمة الإغلاق (بعيدا عن الضوء والهواء).

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الكيميائية

- ✓ له خواص حمضية ضعيفة.
- ✓ له خواص مرجعة.
- ✓ يدخل في تفاعلات التكاثف.
- ✓ 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 1% - 0.5 خواصا مخدرة موضعية تسهم في تخفيف الحكّة.
- ✓ يستخدم في تركيب بعض المحاليل المعدة لعلاج وتطهير الفم والبلعوم.
- ✓ تستخدم الحقن الزيتية للفينول في علاج البواسير.

# Phenol Identification

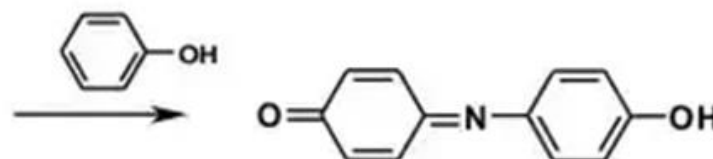
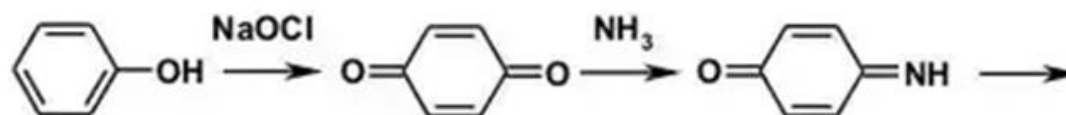
### التفاعل

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

### المبدأ

يتأكسد الفينول بهيبوكلوريت الصوديوم، مما يؤدي إلى تشكل مركب كينوني. يتكاثف المركب الكينوني فيما بعد مع النشادر، مما يؤدي إلى تشكل مركب الإيمينوكينون والذي يتكاثف لاحقا مع جزيئة فينول أخرى، مما يؤدي إلى تشكل 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.

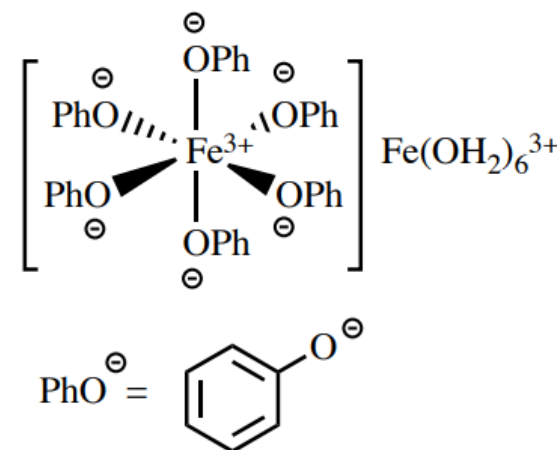
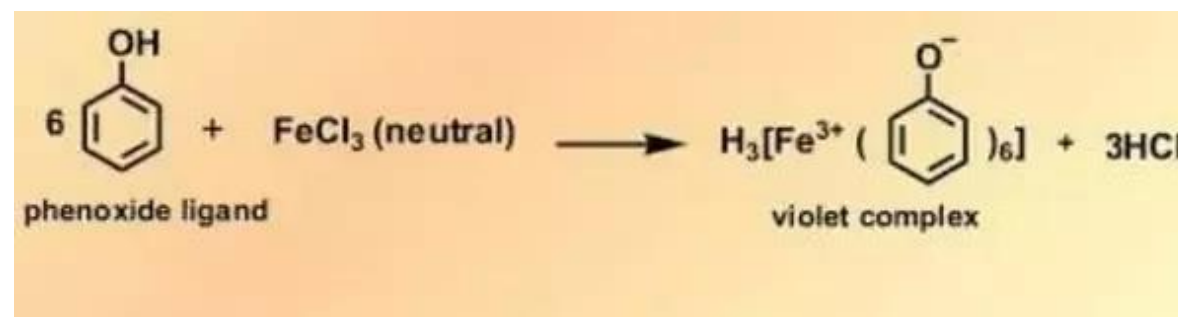


## 2- Phenol with Ferric Chloride

دستوري

### التفاعل

يتفاعل الفينول مع كلوريد الحديد، مما يؤدي إلى تشكل معقد ملون بلون بنفسجي.



## 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 تشكل معقد الفينول مع شوارد الحديد.



### 3- Phenol Bromination

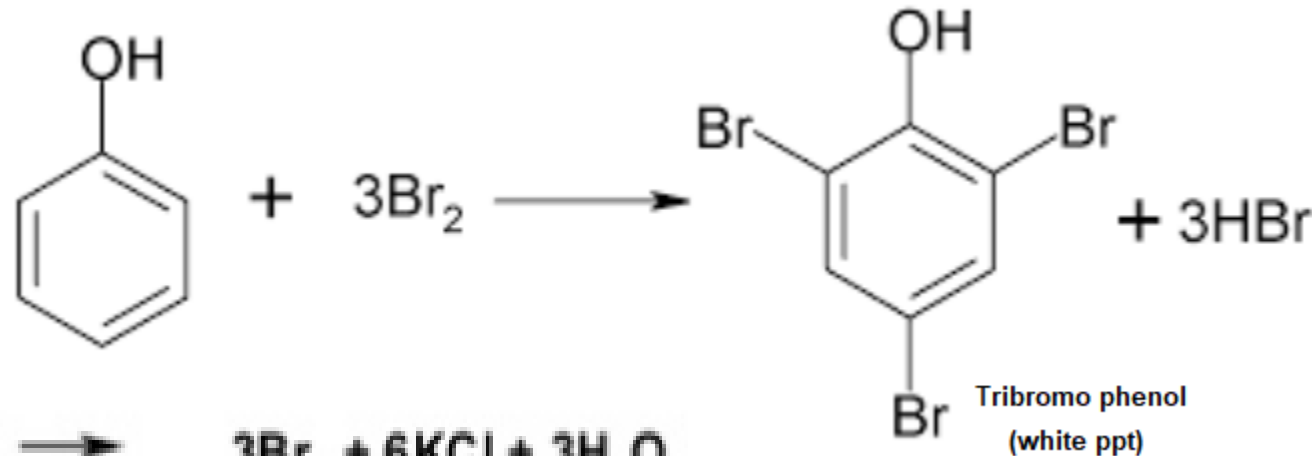
#### دستوري

#### التفاعل

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

#### المبدأ

تفاعل استبدال الكتروفيلى 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 الساحة**) فيتشكل راسب أبيض هو ثلاثي بروم الفينول.

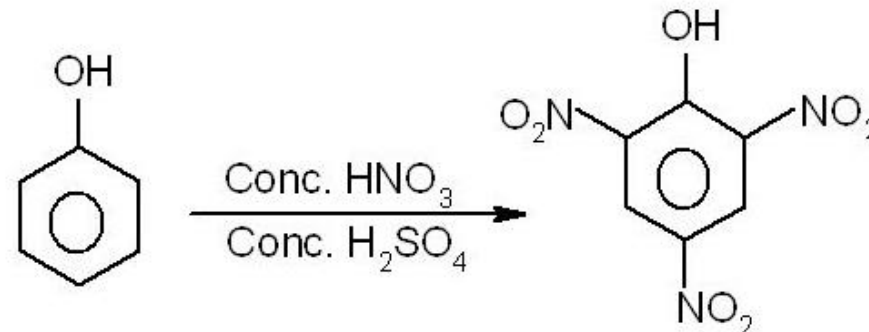
### التفاعل

يتفاعل الفينول مع حمض الآزوت المركز وبوجود حمض الكبريت الكثيف، مما يؤدي إلى تشكل 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، و0.5 مل من حمض الآزوت الكثيف، و0.5 مل من حمض الكبريت الكثيف مع المزج بحذر.
- ✓ لاحظ ظهور لون أصفر دليل تشكل حمض البيكريك (المر).

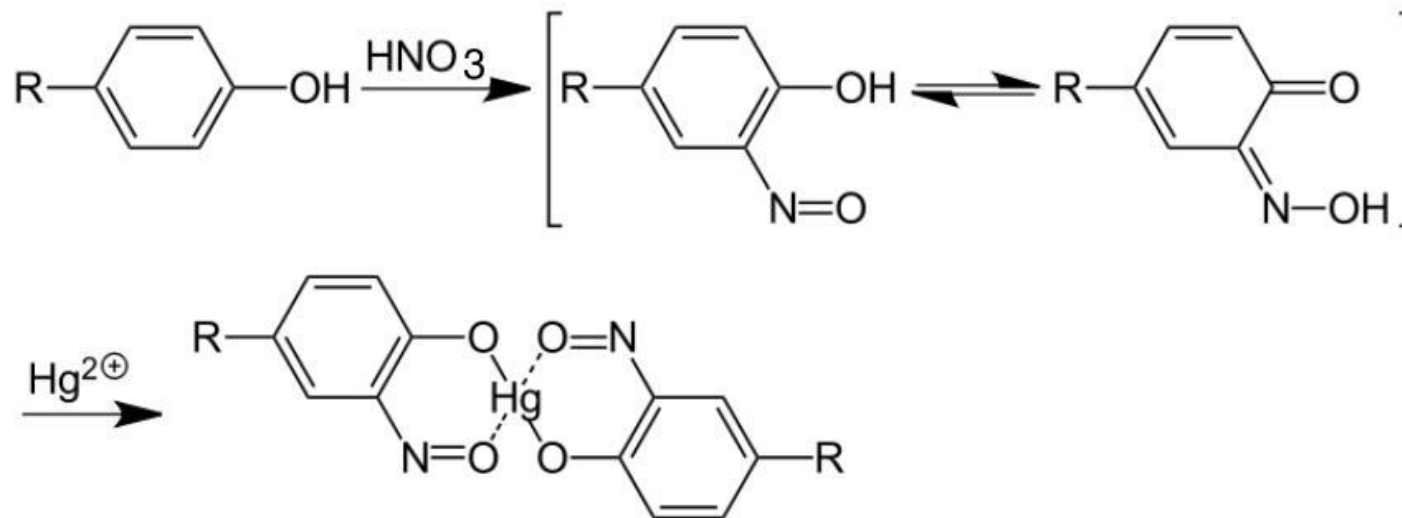
## 5- Phenol with Millon's Reagent

### التفاعل

يتفاعل الفينول مع كاشف ميلون (محلول **الزئبق** في حمض الآزوت الذي يعطي نترات الزئبق) معطيا لونا أحمرًا كرزيا. (مجموعة هيدروكسيلية واحدة وأحد موقعي أورثو شاغر).

### المبدأ

تتم نترجة الحلقة الفينولية في الموقع أورثو بوجود حمض الآزوت الممدد ويتشكل مشتق نثري، ثم يتشكل معقد بين المشتق النثري وشوارد الزئبق يظهر بشكل راسب أو لون أحمر.



## 5- Phenol with Millon's Reagent

### العمل المخبري

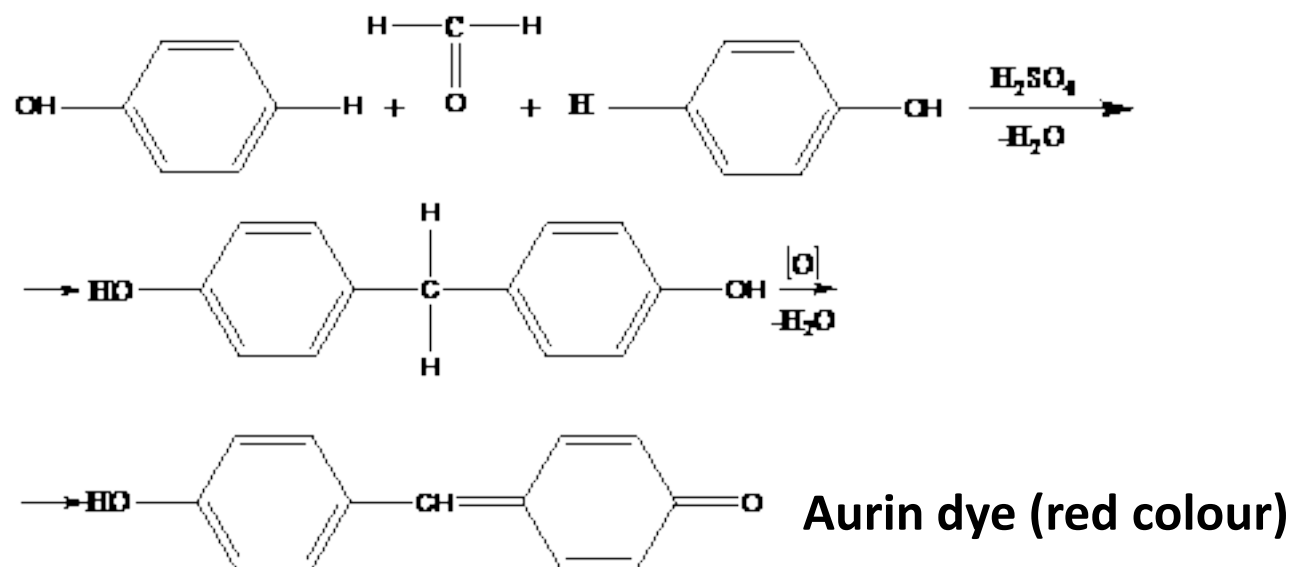
- ✓ ضع في أنبوب 1 مل من محلول الفينول المائي، ثم أضف 1 مل من كاشف ميلون (سام).
- ✓ لاحظ تشكل لون/راسب أحمر كرزي.

## التفاعل

يتفاعل الفينول مع كاشف ماركي (حمض الكبريت الفورمولي) معطيا لونا أحمر.

## المبدأ

في هذا التفاعل يحدث تكاثف بين الفورمالدهيد وجزيئتين من الفينول بوجود حمض الكبريت، ثم يطرأ على الجزيئة المتشكلة عملية أكسدة (بفعل حمض الكبريت الكثيف)، مما يؤدي إلى تشكل صبغ 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.

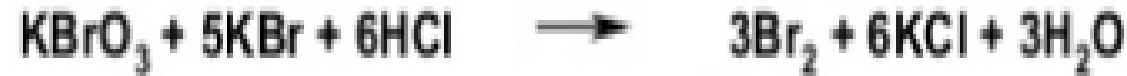
✓لاحظ تشكل لون/راسب أحمر توتي.

# Phenol Assay

## المبدأ

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

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

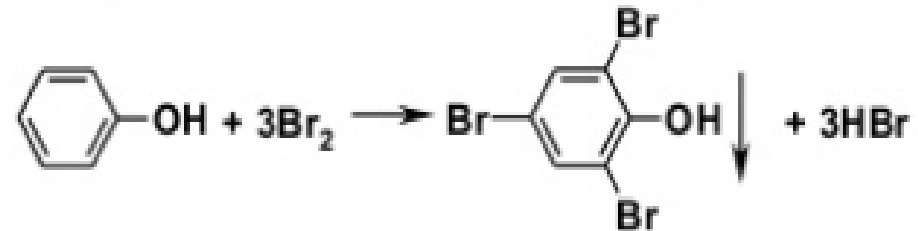


ملاحظة:

نلجأ إلى توليد البروم أنيا لأننا لا نستطيع استخدام محلول البروم نفسه نظرا لصعوبة حفظه وقلة ثباته.

## المعايرة

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



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



ملاحظة:

الغاية من هذه المرحلة هي معايرة اليود عوضا عن البروم لأن محلوله أثبت ولسهولة تحديد نهاية المعايرة باستخدام مشعر هلامة النشاء.

## المعايرة

4. المرحلة الرابعة (مباشرة): يتم في هذه المرحلة معايرة اليود المتحرر بتحت كبريتيت الصوديوم وبوجود مشعر هلامية النشاء 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 المحلول المجهول و 20 مل من مزيج بروميد/برومات البوتاسيوم (0.1 نظامي)، ثم أضف تحت الساحة 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 الساحة) 2.5 مل من محلول يود البوتاسيوم، ثم أغلق الفيول بسرعة، وحرك محتوياته جيداً.
- ✓إبدأ المعايرة باستخدام تيوسلفات الصوديوم 0.1 نظامي، وعندما يصبح لون المحلول 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 وواللون الأزرق البنفسجي لمشعر هلامة النشا من الطبقة المائية.

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البرومات المستهلكة للتفاعل 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 اللازمة لتعديل اليود المتحرر

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

N: نظامية البرومات.

V: الحجم المضاف من البرومات.

N1: نظامية محلول الفينول المجهول.

V1: حجم أخيدة محلول الفينول.

N2: نظامية محلول التيوسلفات.

V2: الحجم المستهلك من التيوسلفات.

إن عدد متبادلات الفينول في هذا التفاعل 6.

## الحسابات

• طريقة الميلي مكافئ

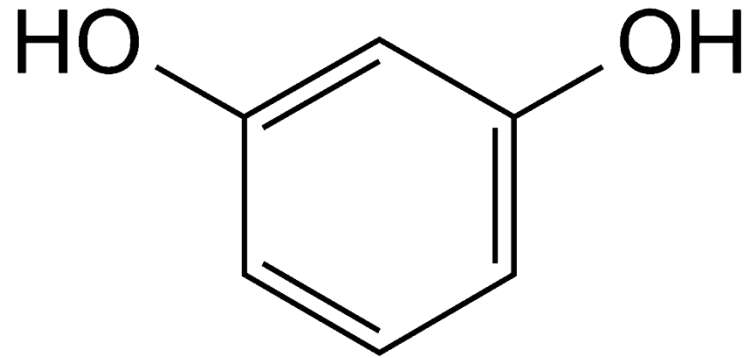
1 mL of 0.0167 M (0.1 N) bromide-bromate is equivalent to 1.569 mg of  $C_6H_6O$ .

# 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 والإيثير، وقليل الانحلال في الكلوروفورم.
- **درجة الانصهار:**  $112^{\circ}\text{C} - 109^{\circ}\text{C}$ .
- **الثبات:** يتأكسد عند تعرضه لأكسجين الهواء أو الضوء، مما يؤدي إلى إحمراره.
- **الحفظ:** يحفظ في أوعية عاتمة محكمة الإغلاق (أي بعيدا عن الضوء والهواء).

## Resorcinol Physical & Chemical Properties

### الخواص الكيميائية

- خواص حمضية ضعيفة.
- خواص مرجعة.
- يدخل بتفاعلات التكاثف.
- يدخل بتفاعلات الاستبدال الإلكتروفيلي.

# Pharmaceutical and Medical Uses

## الاستخدام الصيدلاني/الدوائي

- ✓ له خواص مطهرة وحالة للتقرنات الجلدية ومضادة للحكة.
- ✓ يستخدم في المستحضرات الموضعية المعدة لمعالجة حب الشباب والثآليل والإكزيما والصدفية وللسعات البعوض وغيرها.

# Resorcinol Identification

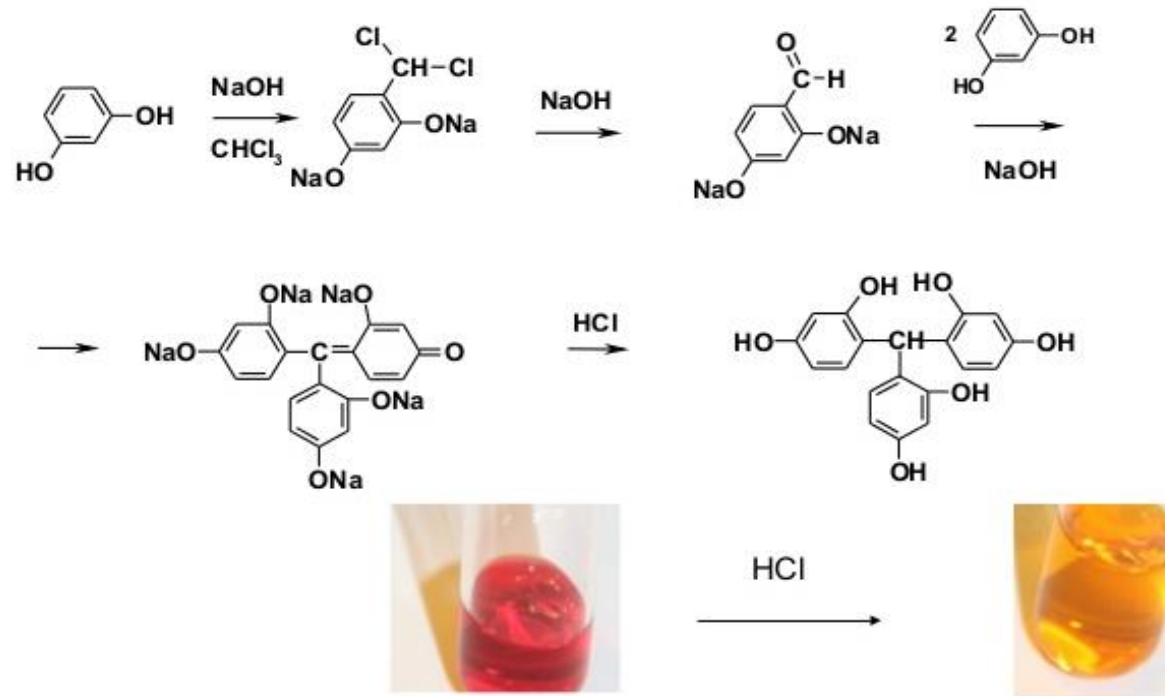
## 1- درجة الانصهار دستوري

### درجة الانصهار

ييدي 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 تشكل 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

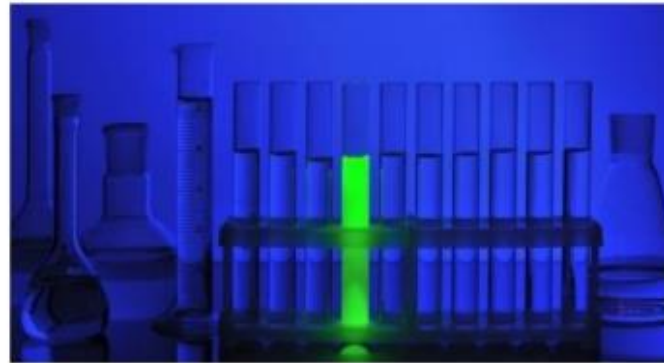
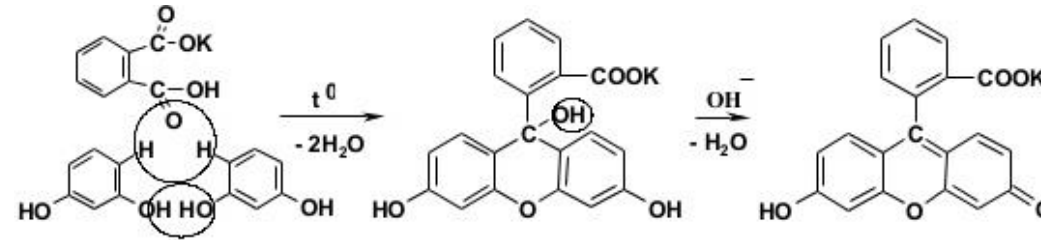
### العمل المخبري

- ✓ 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 و2-3 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.

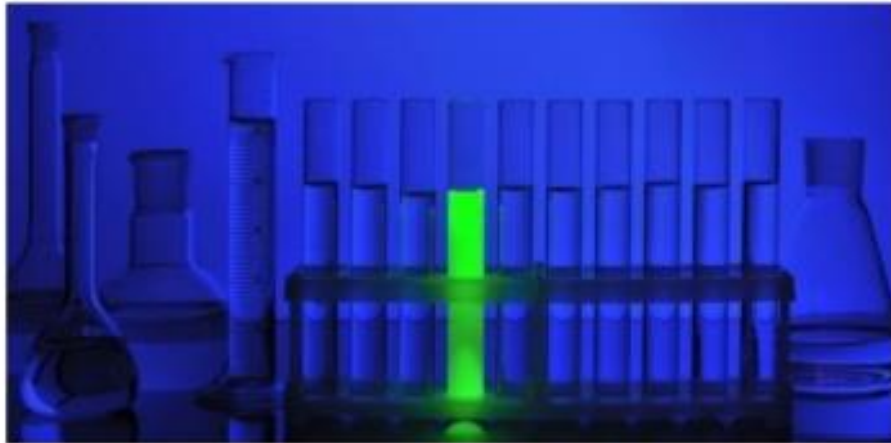
يبدى المحلول الناتج تفلورا **أخضرًا** شديداً عند تعريضه للأشعة فوق البنفسجية.



### 3- التفاعل مع فتالات البوتاسيوم الحامضية دستوري

#### طريقة العمل

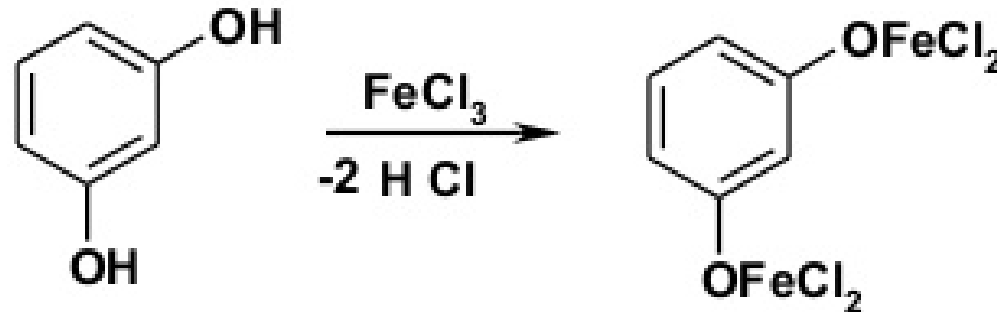
- ✓ أضف إلى أنبوب تجربة 10 ملغ من الريزورسينول و 10 ملغ من فتالات البوتاسيوم الحامضية.
- ✓ اسحق المزيج وجانسه باستخدام قضيب زجاجي ملائم.
- ✓ سخن المزيج على صفيحة تسخين (عند الدرجة  $500^{\circ}\text{C}$ ).
- ✓ لاحظ ظهور لون برتقالي.
- ✓ برد المحتوى، ثم أضف 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد، ثم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



## 4- التفاعل مع كلوريد الحديد دستوري

### المبدأ

- ✓ يتفاعل الريزورسينول مع كلوريد الحديد، مما يؤدي إلى تشكل 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.

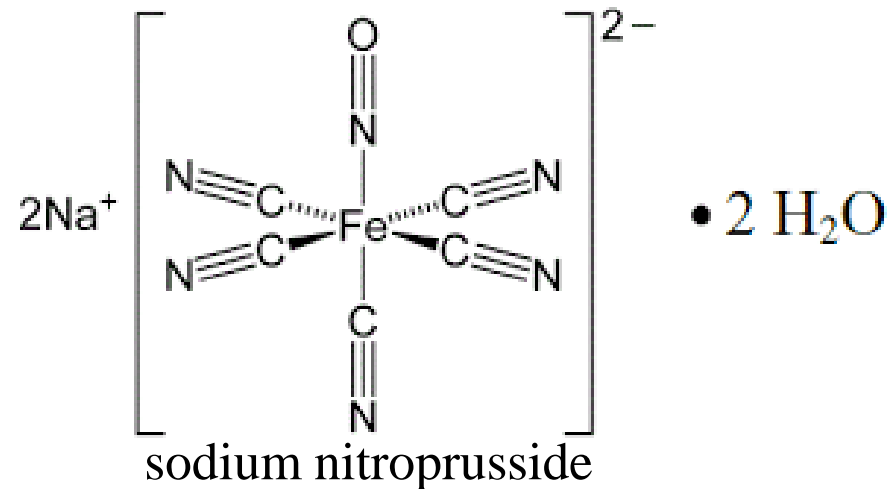
## 5- التفاعل مع كاشف نيتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول

### تركيب الكاشف

نيتروبروسيات الصوديوم ومحلول خلات الصوديوم المشبع والنشادر.

### التفاعل

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



## 5- التفاعل مع كاشف نيتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول

### العمل المخبري

✓ أضف إلى أنبوب تجربة 1.5 مل من كاشف نيتروبروسيات الصوديوم الخاص بالريزورسينول وبلورة واحدة فقط من الريزورسينول ورج جيدا.

✓ لاحظ ظهور لون **أخضر** بعد انحلال البلورة.

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

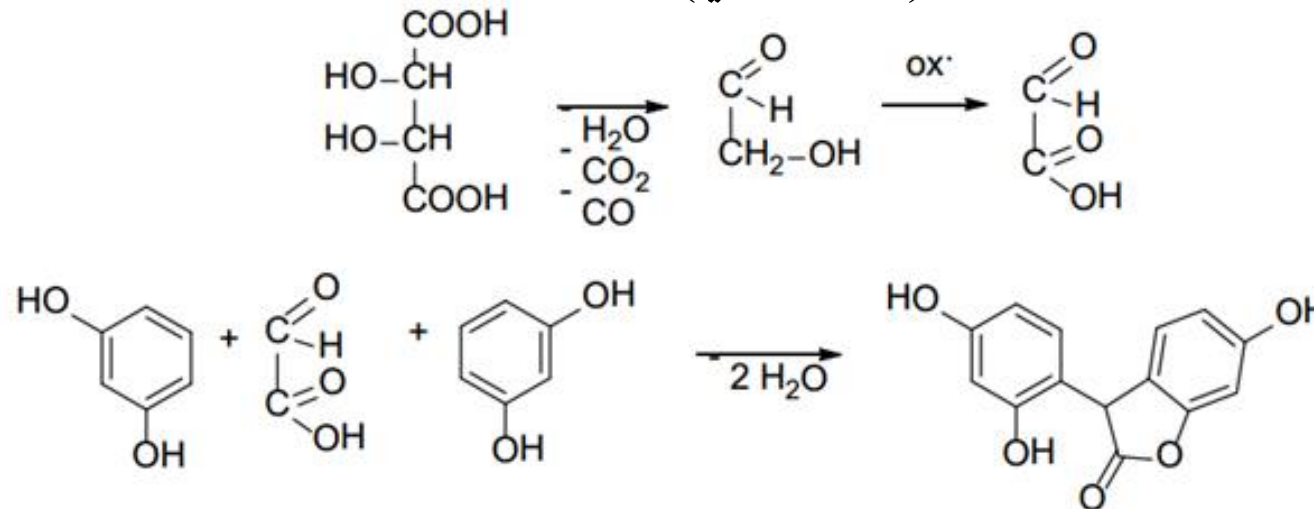
### التفاعل

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

### المبدأ

يؤكسد حمض الكبريت الكثيف حمض الطرطير مؤدياً إلى تشكل الغليكول ألدهيد والذي يتأكسد بدوره معطياً حمض الغليوكسيليك.

يتكاثف حمض الغليوكسيليك فيما بعد مع جزيئين من الريزورسينول مما يؤدي إلى تشكل صباغ من نمط دي فينيل ميتان الذي يتشكل فيه على الفور حلقة لاکتونية (إستر حلقي) ويظهر المحلول بلون أحمر.



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

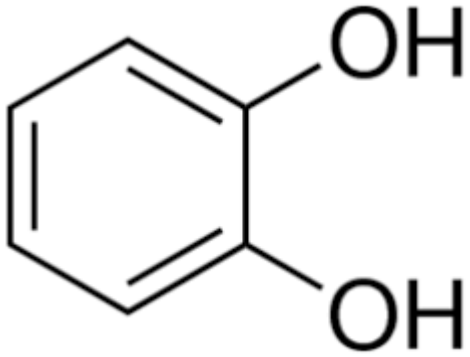
تفاعل مولر

### العمل المخبري

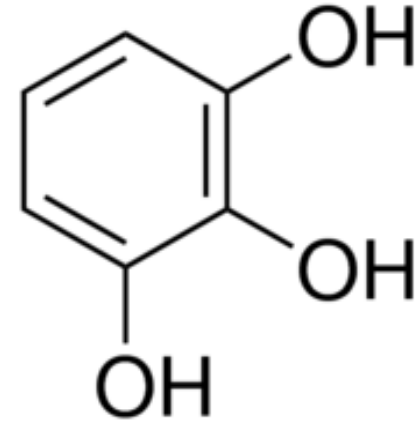
- ✓ ضع في أنبوب جاف قبضة جيدة من حمض الطرطير و 3 بلورات متوسطة من الریزورسينول وأضف لهما 0.5 مل من الماء وامزج حتى الذوبان (استعن بالتسخين لتسريع العملية).
- ✓ أضف بحذر 3 - 2 مل من حمض الكبريت الكثيف على جدران الأنبوب بحيث تتنضد الطبقة المائية فوق طبقة حمض الكبريت.
- ✓ امزج بعد ذلك بلطف بحيث لا تختلط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

## ملاحظات

- يعطي الريزورسينول تفاعلات إيجابية مع كاشف فهلنغ 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 لون بني محمر).



Pyrocatechol

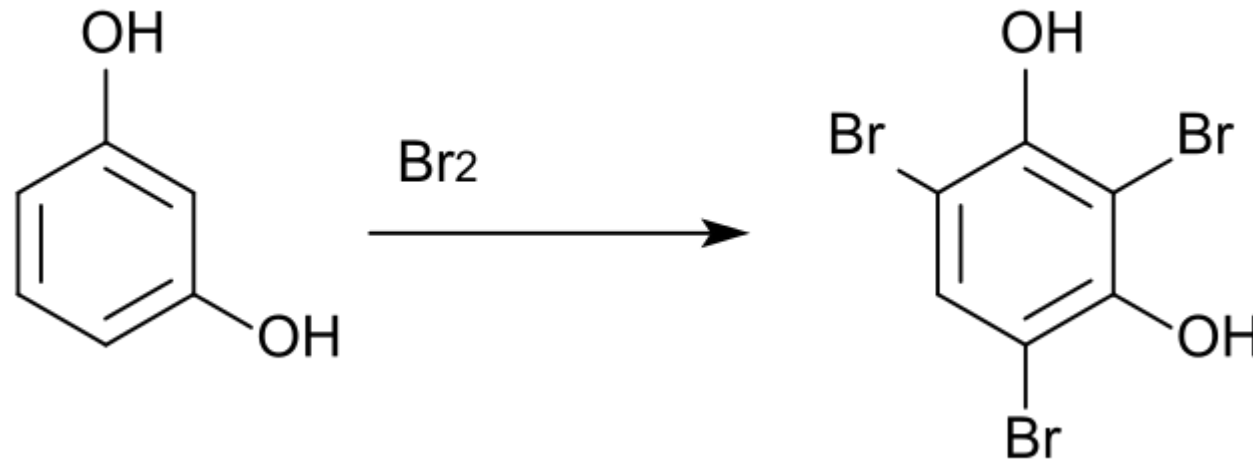


Pyrogallol

## المقايضة

### المبدأ

يُقاس الفينول بمقياس البروم بآلية مشابهة لتلك المتبعة في مقايضة الفينول.



## المقايسة

### الحسابات

احسب محتوى العينة من الريزورسينول إذا علمت أن:

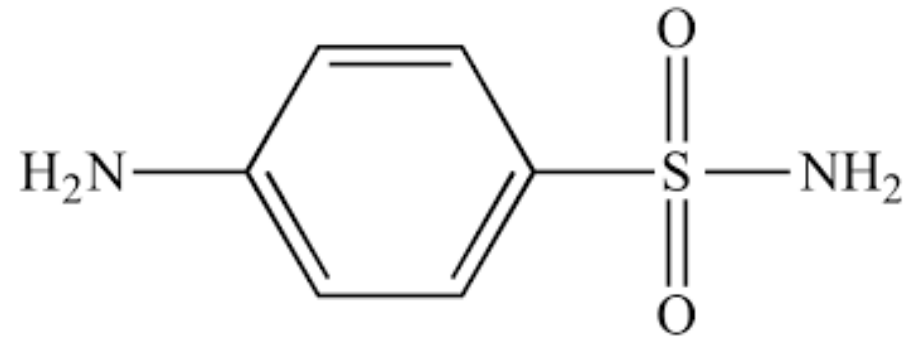
Each 1 mL of 0.0167 M potassium bromate is equivalent to 1.835 mg of Resorcinol

# الجلسة الثانية عشرة

## Sulfanilamide

Identification & Assay

# Chemical Structure



# Physical & Chemical Properties

## الخواص الفيزيائية

✓المظهر: مسحوق ناعم أو بلورات بيضاء/بيضاء مصفرة.

✓درجة الانصهار:  $164.5 - 166^{\circ}\text{C}$ .

✓الانحلالية: شحيح الذوبان في الماء، ينحل في المحاليل الحموض المعدنية الممددة ومحاليل هيدروكسيد الصوديوم والبوتاسيوم، وينحل قليلا في الإيثانول، لا ينحل في كلوريد الميثيلين.

# Physical & Chemical Properties

## الخواص الكيميائية

✓ **الوظيفة الأمينية العطرية الأولية:** تعطي تفاعلات الديأزة وتفاعلات تشكيل مركبات الدي آزو الملونة وتفاعلات التكاثف وتضفي للمركب خواصا قلوية ضعيفة.

✓ **الحلقة العطرية المنشطة بالوظيفة الأمينية:** تسمح بإجراء تفاعلات استبدال الكتروفيلية على الحلقة البنزينية في الموقعين أورثو المجاورين للوظيفة الأمينية.

✓ **الوظيفة السلفوناميديّة:** يمكن أن تتأكسد معطية شاردة الكبريتات، كما تضفي للمركب خواصا 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 والكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (صفائح TLC)

✓ تحديد درجة الانصهار

ينصهر السلفانيلاميد عند الدرجة 164.5 – 166 درجة سيليسيوس.

✓ مطيافية IR

تتم مقارنة طيف IR للمادة المختبرة مع طيف IR لمادة عيارية نقية من السلفانيلاميد.

✓ TLC

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

## 2- كشف الوظيفة الأمينية العطرية

### المبدأ

- يكشف عن الوظيفة الأمينية العطرية الأولية من خلال تشكيل مركب آزوئي ملون.
- ✓ يتم في البداية ديازة السلفانيلاמיד بحمض الآزوتي الوليد (الذي يتشكل من تفاعل حمض كلور الماء مع نتريت الصوديوم)، مما يؤدي إلى تشكل ملح الديازونيوم.
- ✓ يتكاثف ملح الديازونيوم المتشكل فيما بعد مع بيتا النافتول في وسط قلوي، مما يؤدي لتشكل لون أحمر-برتقالي (الصباغ الآزوئي الملون) وغالبا ما يترافق بتشكل راسب من نفس اللون.

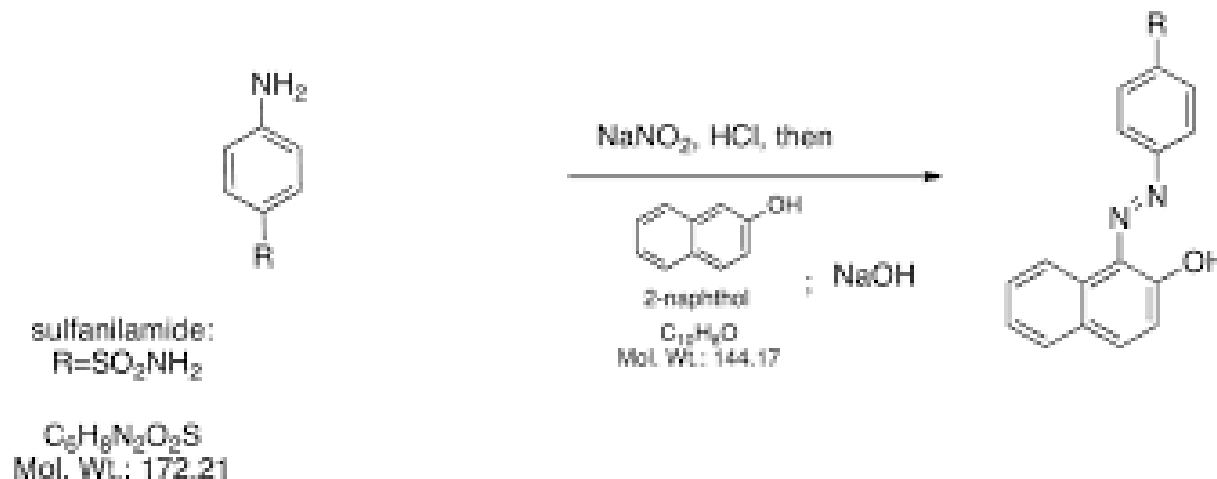
## 2- كشف الوظيفة الأمينية العطرية

### آلية تشكيل الأصبغة الأزوية

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

ملاحظة: نلجأ لتوليد حمض الآزوتي أنيا لأنه لا يتواجد تجاريا بشكل جاهز بسبب عدم ثباته.

2- تكاثف ملح الديازونيوم مع المركبات الفينولية (كبيتا النافتول) 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.

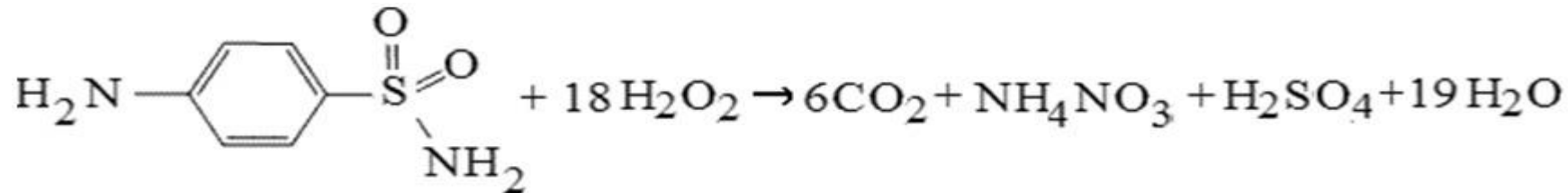
### 3- كشف الكبريت في السلفانيلاميد

#### المبدأ

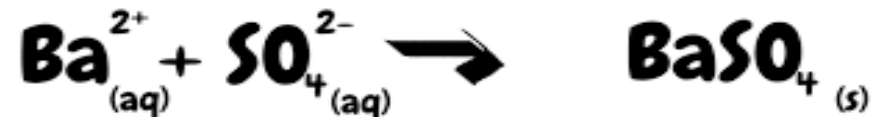
يتم الكشف عن الكبريت في السلفانيلاميد من خلال ترسيب شاردة الكبريتات الناتجة عن أكسدته باستخدام كلوريد الباريوم.

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

تعطي شاردة الكبريتات المتشكلة راسبا أبيضاً (كبريتات الباريوم) عند إضافة محلول كلوريد الباريوم.



barium ions + sulfate ions  $\rightarrow$  barium sulfate



### 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 هيبوكلوريت الصوديوم، مما يؤدي لتشكل لون أحمر ثابت.

### طريقة العمل

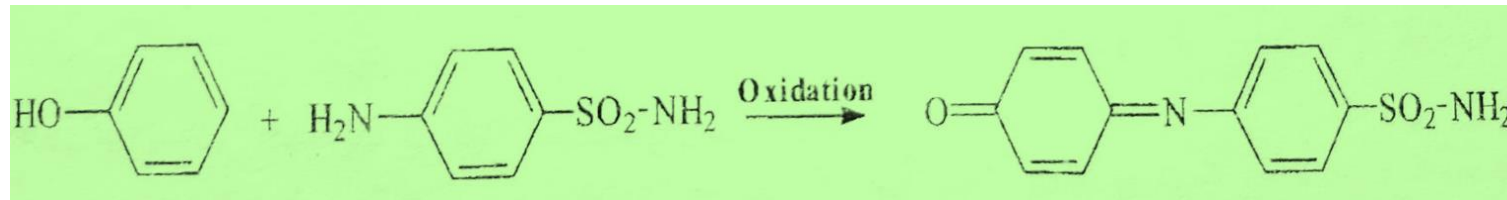
- ✓ ضع في أنبوب تجربة قليلا من السلفانيلاميد الصلب، ثم أضف لها 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد، وسخن حتى تمام الذوبان.
- ✓ أضف 1 مل من محلول هيبوكلوريت الصوديوم، وامزج جيدا.
- ✓ لاحظ ظهور لون أحمر ثابت.

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

### المبدأ

يتفاعل السلفانيلاميد مع الفينول وبرومات البوتاسيوم في وسط حمضي فيعطي لونا أحمرًا بنفسجيا.

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

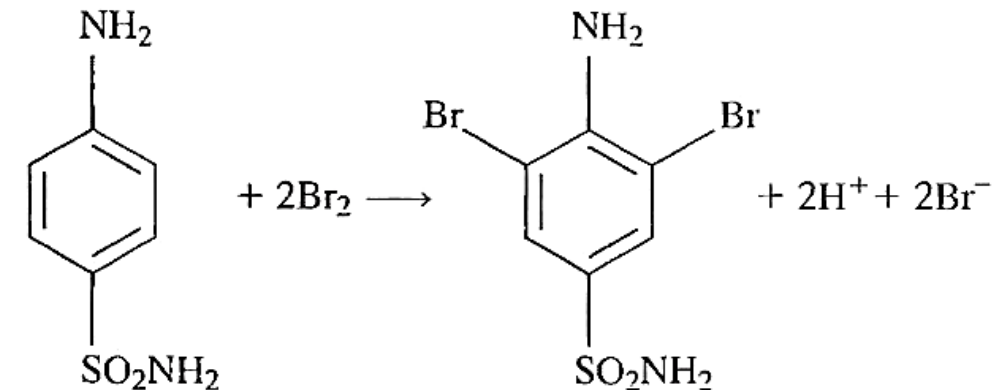
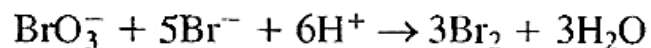


## 5- التفاعل مع الفينول وبرومات البوتاسيوم في وسط حمضي (تشكيل الإيمينو كينون)

### طريقة العمل

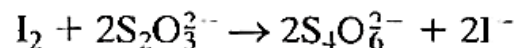
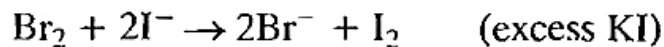
- ✓ضع في أنبوب تجربة قبضة من السلفانيلايد، وأضف لها 2 مل من حمض كلور الماء 2 مول وسخن حتى تمام الذوبان.
- ✓أضف 1 مل من محلول الفينول و 1 مل من محلول برومات البوتاسيوم 0.2 نظامي.
- ✓سخن على حمام مائي لبضعة دقائق.
- ✓لاحظ ظهور لون أحمر بنفسجي.

## المقايضة



sulfanilamide

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



## طريقة المقايسة

- ✓ 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، ثم أغلق 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.

عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البرومات المستهلكة للتفاعل مع السلفا + عدد مكافئات البرومات الفائضة  
عدد مكافئات البرومات الكلية = عدد مكافئات البروم المستهلكة من للتفاعل 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 اللازمة لتعديل اليود المتحرر

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

N: نظامية البرومات.

V: الحجم المضاف من البرومات.

N<sub>1</sub>: نظامية محلول السلفا المجهول.

V<sub>1</sub>: حجم أخذة محلول السلفا.

N<sub>2</sub>: نظامية محلول التيوسلفات.

V<sub>2</sub>: الحجم المستهلك من التيوسلفات.

عدد متبادلات السلفانيلاמיד هنا 4.