وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
المدرسة العليا للأساتذة
القبة القديمة (الجزائر)

قسم الكيمياء

Ministère de l'enseignement supérieur
et de la recherche scientifique
Ecole Normale Supérieure
Vieux Kouba (Alger)

Département de chimie

تحضير وفصل البيتايينات تحمل حلقة البيرميدين بالاستخلاص وكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة.

مذكرة تخرج لنيل شهادة أستاذ التعليم الثانوي

إعداد الطالبتين

- عبدي أميرة.
- حرزلي زهراء.

تحت إشراف الأستاذة

- مالكي تفتيست فتيحة

❖ لجـنة المناقشـــة:

- ❖ الأستاذ: محمودي عبدالغني.....ممتحن.
- ❖ الأستاذ: بوخشم صالح.....رئيس.
- ❖ الأستاذة: مالكي تفتيست.فتيحة.....مشرفة.

السنة الدراسية: 2009 - 2010 م
دفعة جوان 2010 م .

الفهرس

مقدمة عامة.....01

الفصل الأول:الجزء النظري

I- نظرة عامةعن المؤثرات السطحية.....02

I-1- لمحة تاريخية عن المؤثرات السطحية.....02

I-2- تعريف المؤثرات السطحية.....02

I-3-خواص المؤثرات السطحية.....03

I-4- تطبيقاتها.....03

I-5-أنواعها.....04

I-5-1- مؤثرات سطحية أنيونية 04

I-5-2- مؤثرات سطحية كاتونية.....04

I-5-3-مؤثرات سطحية غير أيونية.....04

I-5-4- مؤثرات سطحية مزدوجة الشحنة.....04

I-6-خواص المؤثرات السطحية الأمفوتيرية.....04

I-7- استعمالاتها.....05

I-8- المؤثرات السطحية مزدوجة الشحنة من نوع البيتايين.....05

I-8-1-تعريف البيتايين.....05

I-8-2- ميادين تطبيقاتها 06

I-8-3- أنواعها.....06

I-8-3-1-بيتاييناتحلقية.....06

I-8-3-2- بيتاييناتاليفاتية.....08

I-8-4- خواص البيتاايينات.....08

II- طرائق تحضير البيتاايينات.....10

II -1- طريقة تحضير البيتاايينات ثنائية الحلقة 10

II -1-1- طريقة **Tschitschibabine**.....10

II -**1-2- طريقة kappe et lube**.....10

II -1-3- استعمال سيبوكسيد الكربون

C_3O_2.....11

II -1-4- طريقة **Dvortsak et Huhn** 12

II -2-طريقة تحضير البيتاايينات احادية الحلقة.....12

II -2-1- طريقة **kappe et lube**.....12

II -2-2- طريقة **Dvortsak et Huhn**.....13

II -2-2- **طريقة M.Prystas**.....13

II -2-3- استعمال سيبوكسيد الكربون

C_3O_2.....13

III- التنقية.....15

III -1- تنقية المواد العضوية السائلة.....15

III -1-1- التقطير البسيط.....15

III -1-2- التقطير التجزيئي..... 16

III -1-3- التقطير
البخاري..... 18

III -1-4- التقطير تحت الضغط المنخفض..... 18

III -2- الاستخلاص..... 20

III -2-1- الإذابة..... 20

III -2-2- تعريف عملية
الاستخلاص..... 20

III -2-3- خصائص المذيب المناسب..... 22

III -2-4- خطوات عملية الاستخلاص..... 23

III -2-5- شروط صحة الاستخلاص..... 25

III -3- الترشيح..... 26

III -4- البلورة..... 27

III-5- التسامي..... 28

III-6- التحليل الكروماتوغرافي..... 29

III-6- 1 - تعريف كروماتوغرافيا..... 29

III -2-6- لمحة تاريخية..... 29

III -3-6- مجالات تطبيقات الكروماتوغرافيا..... 29

III -4-6-أنواع الكروماتوغرافيا..... 30

III -4-6-ا- كروماتوغرافيا العمود..... 30

III -6-4–ب- كروماتوغرافيا الورقية.....32

III -6-4–جـ- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة CCM.....33

III -6-4–د- كروماتوغرافيا السائلة عالية الجودة HPLC.....36

III -6-4–هـ- كروماتوغرافيا السائل-الغازي.....36

VI- تحديد بعض الخواص الفيزيائية والطيفية.....37

VI-1 - درجة الإنصهار 37

VI-2-التحليل الطيفي للمركبات العضوية.....38

VI-2 -1- مطيافية فوق البنفسجية UV.....38

VI-2-2- مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR.....40

الفصل الثاني: نتائج البحث ومناقشتها

I-تحضير البيتاايينات.....41

I-1-تحضير البيتاايينات ثنائية الحلقة .....

I-2- تحضير البيتاايينات احادية الحلقة.....

I-3- تحضير البيتاايينات ذو سلسلة كربونية طويلة.....

تحديد الشروط المناسبة لدراسة تفاعلات تحضير البيتاايينات.....

1 -تحديد الطور المتحرك المناسب لكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة.....

2 -تحديد المحل المناسب للمطيافية فوق بنفسجية والمرئية.....

II -التنقية.....

1- استخلاص المتفاعلات والنواتج.....

1 1 - استخلاص الاستر وPCP .....

1 2 - استخلاص

2 - تنقية البيتاايينات

2 1 - تنقية البيتاايينات أحادية وثنائية الحلقة.....

2 2 - تنقية البيتاايينات ذات سلاسل كربونية طويلة الحالة الأولى والثانية.....

III- دراسة العوامل الحركية المؤثرة على تفاعل تحضير البيتاييناتذات السلاسل الكربونية الطويلة.....

1- تاثير مدة التفاعل.....

2-تاثير كمية المتفاعلات.....

الفصل الثالث: الجزء العملي

I- تجفيف المواد المستعملة في التفاعلات.....

I -1- ثلاثي إثيل أمين .....

I -2- البنزميدين، الأميدين والأستر.....

II- تحضير البيتاييناتالمحتوية على حلقة البريميدين.....

II-1- تحضير البيتاييناتثنائية الحلقة.....

II-2- تحضير البيتاييناتاحادية الحلقة.....

II-3- تحضير البيتاييناتأحادية ذات السلاسل الطويلة.....

III- الإستخلاص.....

IV- إعادة البلورة.....

VI- تحضير الواح كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة.....

VII- تحضير المحاليل المستعملة في مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية

VII -1- تحضير محاليل المتفاعلات وخماسي كلورو فينول الناتج.....

VII -2- تحضير محاليل البيتاييناتات .....

مقدمة:

نظرا للفعالية البيولوجية و الصيدلانية لحلقة البيريميدين ارتأينا إلى ت حضير مؤثرات سطحية أمفوتيرية من نوع بيتايين تحتوي على حلقة البيريميدين.

تعتبر البيتاييناتمن أهم المؤثرات السطحية الأمفوتيرية، فبنيتها الزويتريونية المتميزة جعلتها تستعمل في ميادين متعددة كالصناعة و الطب، و الصيدلة ...الخ.

وقد اهتم الكثير من العلماء و الباحثين بدراسة البيتاييناتالمحتوية على حلقة البيريميدين و بحثوا عن الطريقة الأفضل لتحضيرها.

في بحثنا هذا اعتمدنا على إحدى هذه الطرائق وهي طريقة **Dvortsak** لتحضير بيتاييناتأحادية الحلقة، ثنائية الحلقة، ثم بيتاييناتذات سلسلة كربونية طويلة، وذلك بتفاعل α- امينو بيريدين أو اميدين مع مشتق حمض المالونيك. وقد بينت كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة ان المركبات المحضرة عبارة عن خليط من مركبات عضوية، ولفصل البيتاييناتعن المركبات الأخرى استعملنا طريقة الاستخلاص باستعمال محاليل حمضية وقاعدية مخففة . وهي تقنية هامة لفصل مركبات عضوية عن خليط أو عن شوائب يصعب فصلها بطرق التنقية المعروفة كالتقطير وإعادة البلورة.

تشمل مذكرتنا ثلاث فصول رئيسية:

الفصل الأول

يتضمن الجزء النظري الذي تم التطرق فيه

1- لمحة عامة عن المؤثرات السطحية بالإضافة إلى دراسة بعض طرائق تحضير البيتاييناتالمحتوية على حلقة البيريميدين.

2- طرائق تنقية المركبات العضوية بالإضافة إلى دراسة بعض الخواص الفيزيائية والطيفية.

الفصل الثاني

يشمل تحضير وتنقية البيتاييناتات، مع إعطاء أهم الخواص الفيزيائية والطيفية ومناقشة النتائج المتحصل عليها بالاعتماد علي كروماتوغافيا الطبقة الرقيقة ومطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية.

الفصل الثالث

ويتضمن الطرق العملية لتجفيف بعض المواد المستعملة، وطريقة تحضير وتنقية البيتاباينات مع وصف الطريقة العملية لتجارب الدراسة.

وننهي عملنا هذا بخلاصة عامة.