

المحاضرة الثامنة

الاجهزة المستخدمة في التجارب الكيميائية على العينات الصخرية

9-1. تحضير العينات للعمل :

1. نقل العينات الرسوبية الصخرية منها او المفتتة بدقة وحذر بحيث تبقى معزولة عن الوسط المحيط لضمان عدم تماسها مع مواد عضوية أخرى ، ويجب تجنب وضع العينات بأكياس بلاستيكية او قماشية بل توضع بداخل أوعية زجاجية.
2. إذا كانت العينات المراد دراستها قريبة من سطح الارض يجب تجنب الرسوبيات السطحية لأنها معرضة لتأثير عوامل التجوية من رياح وامطار وحرارة والتي تؤدي إلى تفسخها وتغيير محتواها من المادة العضوية.
3. يجب ان تكون أجهزة نقل العينات نظيفة وهذا يتطلب استخدام المذيبات العضوية في تنظيفها.
4. تطحن العينات بعد وصولها إلى المخبر وذلك لتسهيل عملية استخلاص المادة العضوية.
5. تتخذ العينة المطحونة حتى الحصول على قطر حبيبات أقل من (0.2mm).
6. يوزن مقدار محدد من العينة لاستخدامه في استخلاص المادة العضوية منها.

9-2. طرق الفصل الكيميائي:

طرق الفصل الكيميائي هناك أنواع عدّة من طرق وعمليات الفصل الكيميائي، منها

- 9-2-1. **التقطير (Distillation):** وهي عملية كيميائية تعتمد على فصل السوائل والتي تختلف كلّ منها في درجات غليانها، ومن الأمثلة على ذلك طريق فصل الكحول عن الماء، وكذلك فإنّ استخراج النفط وتحويله إلى صناعات نفطية تعتمد على هذا المبدأ أيضاً.
- 9-2-1. **الترشيح (Filtration):** وهي عملية كيميائية مهمة أيضاً تعتمد على مبدأ فصل المواد والتي تختلف في جزيئاتها وأحجامها، سواء أكانت حبيبات صغيرة، أو مواد صلبة، وغيرها.
- 9-2-3. **الكروماتوغرافيا (Chromatography):** أو ما يسمّى أيضاً بالتفريق اللوني، يعتمد

في طريقة فصله على فصل سوائل تختلف في خصائصها الفيزيائية القطبية مثلاً، وعلى اختلاف حجم المكونات، وعلى التآلف بين المركبات ذات نفسها، ولها طرق مختلفة منها كروماتوغرافيا الـ TLC، وكروماتوغرافيا الغاز، وغيرها.

9-2-4. الاستخلاص: (Extraction): وهذه العملية تعتمد أساساً على فصل مواد مختلفة في

طريقة انحلالها وحلها في محاليل عضوية يصعب أن تمتزج، كما تعتمد أيضاً على درجات الحموضة، والتي تؤثر بشكل كبير في تشرّد المواد، مما يؤثر في انحلالها وانتقالها.

9-2-5. التثفيل: (Centrifugation): وهي عملية كيميائية تعتمد على مبدأ "القوة النابذة"

والتي تنشأ نتيجة الدوران المتسارع، وذلك بهدف فصل مزيج مواد إما سائلة، وإما غازية، والتي تختلف في كثافتها، وفي طريقة فصلها للجزيئات، أو القطيرات، أو عناصرها الصلبة العالقة في السائل. كانت هذه أهم طرق الفصل الكيميائي.

ولكن هناك الكثير من الطرق الأخرى؛ كالطرد المركزي والدوامي، والبلورة، والترويق، والتجفيف، والاستشراد الكهربائي، والتبخير، والطفو، والترسيب، والتنخيل، والتسامي.

9-3. استخلاص المادة العضوية من العينة الصخرية: Extraction:

هي عملية كيميائية من عمليات الفصل، والتي يستخدم فيها ما يسمى باسم عامل استخلاص أو المستخلص) الذي يمكن أن يكون في الحالة الغازية أو السائلة أو الصلبة أو الحالة فوق الحرجة)، بإجراء عملية فصل انتقائية لمكوّن أو أكثر ضمن مزيج باستخدام المذيبات، والذي يمكن أن يكون في الحالة الغازية أو السائلة أو الصلبة، غالباً ما يؤدي رفع درجة الحرارة أو الضغط إلى زيادة انحلالية المواد المراد استخلاصها.

ومن المذيبات المستخدمة في عملية استخلاص المادة العضوية من الماء الايتير والكلورفورم حيث ان هذه المذيبات تذيب أغلب المركبات العضوية بشكل جيد ، وهي خاملة كيميائياً ولا تتفاعل مع المركبات المستخلصة ، كما ان لها درجة غليان منخفضة (الايتير 35 C، الكلورفورم 62C) كما انها لا تمتزج بالماء بالتالي يمكن فصلها بسهولة بالتريديد (الايتير يتوضع فوق الماء أما الكلورفورمي توضع تحت الماء).

بالإضافة للمذيبين السابقين توجد مذيبات عضوية أخرى نذكر منها: ثنائي كلور الميثان ، البنزن ، البوتانول -1- ، ثنائي ايتيل الايتير: وهذا المذيب يستطيع إذابة عدد كبير من المركبات العضوية ، كما أنه يفصل بسهولة من المحاليل التي تتشكل بنهاية عملية الاستخلاص(التقطير ، التبخير) ولكنه سريع الاشتعال ويشكل مع الهواء مزائج متفجرة.

مبدأ الاستخلاص وعامل التوزع:

يعتمد مبدأ الاستخلاص على عامل توزع المواد بين سائلين غير قابلين للامتزاج فإذا كانت المادة محلوقة في محل وأضيف إلى هذا المحلول محل آخر لا يمتزج معه و يستطيع أن يحل المادة، فإن قسماً من المادة سينتقل إلى المحل الثاني مشكلاً طبقتين من سائلين غير ممتزجين وكل منهما يحوي على نسبة من المادة، وتعتمد نسبة الانحلال للمادة في كلا السائلين على:

1. قابلية انحلال المادة في كلا السائلين ، 2. حجم السائلين المستخدمين

وعامل التوزع هو النسبة بين تركيز الجسم المنحل في المذيب العضوي (g/ml) إلى تركيز الجسم المنحل في الماء (g/ml) ويمكن التعبير عنه بالمعادلة الآتية:

أنواع الاستخلاص :

توجد انواع مختلفة للاستخلاص تتعلق بطريقة الحصول على المادة العضوية ، ومن لأنواع الاستخلاص:

1. الاستخلاص العادي سائل- سائل Liquid-liquid extraction:

هو الطريقة التي يتم بها عزل مادة ما من مزيج يحوي على مواد أخرى، وفيه يكون عامل الاستخلاص عبارة عن مادة سائلة من أجل استخلاص مواد مختلفة الكثافة غير قابلة للامتزاج فيما بينها من مزيج سائل.

حيث يوضع المحلول المراد استخلاصه مع المذيب ضمن قمع الفصل الموضح بالشكل (9-1) ، وبعد التأكد من إحكام إغلاق القمع بشكل جيد نحرك القمع بشكل مستمر بحيث يكون الصنبور باتجاه الأعلى وبعد فترة نفتح الصنبور ببطء لتحرير الضغط المتشكل داخله ، نكرر العملية عدة

مرات ومن بعدها يوضع القمع على حلقة زجاجية بعد نزع السدادة ، وبعد ان تتفصل طبقتي المذيبين عن بعضها تفصل الطبقة الوسطى من خلال صنوبر القمع وبعد ذلك تؤخذ الطبقة العليا من الطرف الآخر للقمع.

تجمع بعد ذلك الطبقة العضوية المفصولة بعد كل استخلاص للطور المائي وتجفف بشكل مناسب.

ملاحظة : قد يشكل المذيبات أحياناً مستحلباً بدلاً من طبقتين منفصلتين نتخلص من هذا المستحلب بإضافة كمية من ملح لاعضوي (كلور الصوديوم) كما يمكن تكسير المستحلب بإضافة قطرات قليلة من حمض مخفف او أساس مخفف.



الشكل (9-1) قمع الفصل

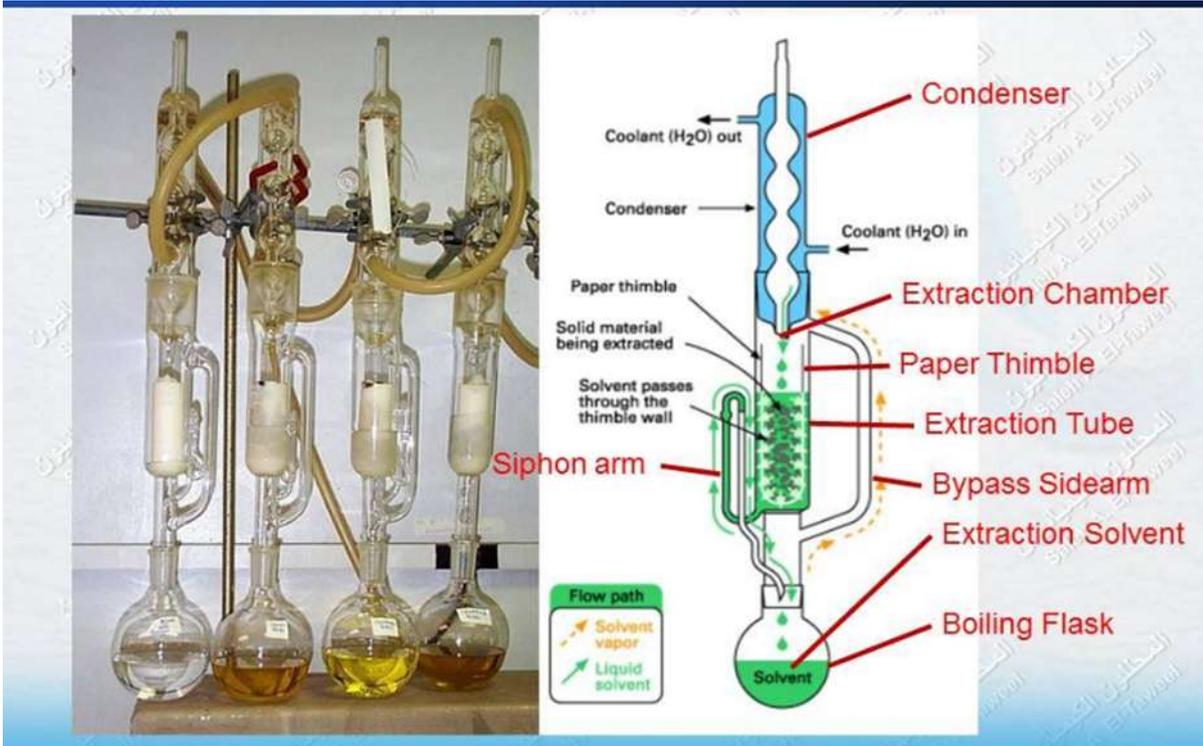
بعد الانتهاء من عملية الاستخلاص يجري فصل المذيب العضوي عن المادة العضوية ، إذا كانت كمية المذيب قليلة ودرجة غليانه غيرمرتفعة يمكن تبخيره مباشرة ضمن حمام مائي ، أما إذا كانت كميته كبيرة يمكن استخدام المبخر الدوراني ، وإذا كانت المادة العضوية تحوي اجزاء سهلة التطاير مع أبخرة المذيب عند تجرى التبخير تحت ضغط مخلخل.

2. الاستخلاص المستمر سائل - سائل:

نستخدم هذه الطريقة عند استخلاص المركبات العضوية من المحاليل المائية عند درجة غليان المذيب ، توجد عدة نماذج من أجهزة الاستخلاص المستمر تختلف فيما بينها حسب كثافة كل من المذيب وكثافة السائل

3. الاستخلاص المستمر صلب - سائل :

يستخدم لاستخلاص مركب صلب بمذيب ساخن وهو غالباً يستعمل لاستخلاص المركبات العضوية الطبيعية من الانسجة النباتية والحيوانية ، ويستخدم في عملية الاستخلاص هذه جهاز سوكلت (Soxhlet extractor) الموضح بالشكل ()، هو جهاز معلمي اخترعه فرانز فون سوكلت عام 1879.



الشكل () جهاز سوكلت

صمم الجهاز أصلاً لإستخلاص الليبيدات من المواد الصلبة، ولكن سوكلت ليس محدوداً باستخلاص الليبيدات، عادة ما يكون سوكلت مطلوباً فقط عندما يكون المركب المرغوب محدود الذوبان في المذيب والشوائب غير ذائبة في هذا المذيب، إذا كان المركب المطلوب له

ذوبانية عالية في المذيب إذن يمكن استعمال الترشيح البسيط لفصل المركب من المواد غير الذائبة.

أقسام الجهاز :

1. **دورق الاستخلاص (Boiling Flask):** له ساعات مختلفة. (30-1000ml) باختلاف كمية المذيب المستخدم في الاستخلاص.

2. **القسم الاوسط :** يتألف من أنبوب مغلق من نهايته السفلية بصفحة توضع فوقها انبوبة من ورق ترشيح خاص سميك (Paper Thimble، كشتبان الاستخلاص) تحوي المسحوق الناعم للمزيج المراد استخلاص المادة العضوية منه وهي تسمح للمذيب بعبورها وتمنع الدقائق الصلبة. ويكون للقسم الاوسط أنبوب جانبي (ذراع التقطير Bypass Sidearm) يبدأ من المنطقة الكائنة تحت الصفحة وينتهي تحت الفوهة المصنفة لهذا القسم ، وله أنبوب جانبي دقيق (Siphon arm) يعمل كمص ، يخرج من منطقة واقعة فوق الصفحة تماماً.

3. **المكثف Condenser:** وظيفته تبريد الابخرة الصاعدة عبر أنبوب صعود الابخرة ، وله فتحتان لدخول الماء وأخرى لخروج الماء

طريقة استخدام الجهاز:

1. توضع المادة الصلبة المحتوية على المركب المرغوب داخل أنبوبة (كشتبان الاستخلاص) مصنوعة من ورق ترشيح سميك Paper Thimble والذي يوضع في الغرفة الرئيسية Extraction Tube لجهاز سوكسلت.

2. يركب جهاز سوكسلت في دورق Boiling Flask يحتوي على مذيب الإستخلاص بكمية Extraction Solvent تعادل نصف حجم الورق ، ويوضع في دورق الاستخلاص منظمتا الغليان (قطع من الزجاج او الخزف وبأشكال مختلفة)

3. يركب المكثف Condenser .

4. بعد تركيب الاجزاء الثلاثة من الجهاز يوضع الدورق في حمام مائي ونسخن لدرجة حرارة

معينة بحيث تكون كافية لتبخير المذيب المستخدم (ثنائي كلور الميثان 60 C، الكلورفورم 70 C) يتبخر المذيب في ذراع تقطير Bypass Sidearm ، ويضمن Condenser تبريد أي بخار للمذيب حيث يقطر في Paper Thimble.

5. بعد تكثف الابخرة تتساقط قطرات المذيب فوق الكشتبان Paper Thimble تمتلئ ببطء بالمذيب الدافئ وذلك سوف يجعل بعض المادة تذوب في المذيب الدافئ. عندما تمتلئ Extraction Tube، فإن الغرفة تفرغ تلقائياً بواسطة ذراع سيفون جانبية Siphon arm والمذيب يرجع مرة أخرى دورق الاستخلاص (Boiling Flask) ربما تترك هذه الدورة لتتكرر عدة مرات، تترك ساعات أو أيام.

خلال كل دورة فإن جزء من المركب غير الطيار يذوب في المذيب. بعد عدة دورات فإن المركب يكون تركز في Boiling Flask. ميزة هذا النظام أنه بدلا من إمرار عدة أجزاء من المذيب الدافئ خلال العينة فإنه يتم استعمال كمية ثابتة من المذيب يعاد تدويرها.

ويمكن التأكد من انتهاء عملية الاستخلاص من خلال ملاحظة لون المذيب حول الكشتبان (يكون لونه غامقاً في بداية التجربة ، بينما لونه في الدورق شفافاً وبنهاية التجربة يكون لونه في الدورق غامقاً بسبب انحلال المادة المستخلصة فيه).

يزال المذيب بعد الإستخلاص، عادة يكون باستعمال المبخر الدوراني Rotatory Evaporatore حيث يعطي المركب المستخلص. يتبقى الجزء غير الذائب من المادة الصلبة في الأنبوبة وعادة ما يتخلص منه.