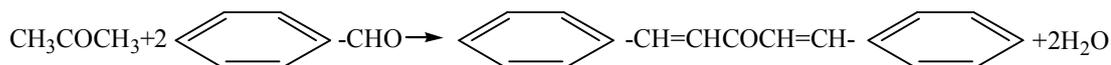


КАРБОНИЛ БИРИКМАЛАРНИНГ КОНДЕНСАЦИЯ ВА ТАУТОМЕРИЯ РЕАКЦИЯЛАРИ

БЎЙИЧА СИНТЕЗЛАР

ДИБЕНЗАЛЬАЦЕТОН



Реактивлар.

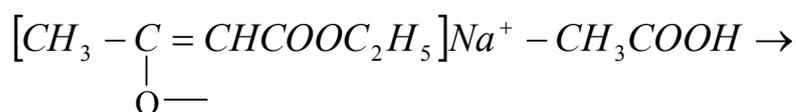
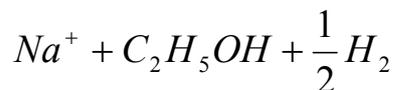
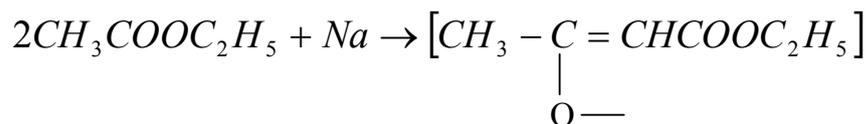
Бензальдегид	19 мл ёки 20 г (0,19 моль)
Ацетон	6 мл (0,08 моль)
Этил спирт	200 мл
Ўювчи натрий	4 г

Конуссимон колбада бензальдегид, ацетон ва спирт олиб, унга 4 г ўювчи натрийнинг 120 мл сувдаги эритмаси аста-секин қуйилади. Реакцион аралашма уй температураси бир қанча вақт тургандан сўнг, чўкмага тушган кристалларни кичикроқ Бюхнер воронкасида филтрлаб олинад ва қайноқ спиртта қайтадан кристаллантирилади.

Оч сарик рангли дибензальацетоннинг суюқланиш тамператураси 112°C.

Микдори 15-16 г.

АЦЕТОСИРКА ЭФИР



Реактивлар.

Этилацетат	60 мл (0,6 моль)
Натрий метали	6 г (0,26 грамм-атом)
Муз сирка кислота	17 мл (0,29 моль)
Натрий хлорид; натрий бикарбонат; кальций хлорид.	

250 мл сиғимли, юмалоқ тубли колба кальций хлорид трубкали қайтарма совиткич билан жиҳозланиб, унга яхши куритилган 60 мл этилацетат ва 6 г натрий солиниб, реакция бошланиши унун колба мой ҳаммомида 100°C гача қиздирилади, кейинчалик реакция натижасида ажралиб чиқаётган иссиқлик хисобига аралашма бир текисда қайнаб туради.

Агар реакция шиддат билан борса, мой ҳаммоми олиб ташланади. Одатда натрийнинг эриш процесси 2 соатга боради. Реакцияга киришмай қолган натрий кейинги ишларга халақит бермайди.

Иссиқ эритмага кислотали муҳит ҳосил бўлгунча 35 мл атрофида 50% ли сирка кислота кўшилади. Сўнгра ацетосирка эфирли қисм ажралиши учун реакцион аралашманинг ҳажмига баробар микдорда натрий хлориднинг тўйинган эритмасидан қуйилади; агар туз эритмаси қуйилганда чўкма тушса, унга озроқ сув қуйилиб, эригунча аралаштирилади.

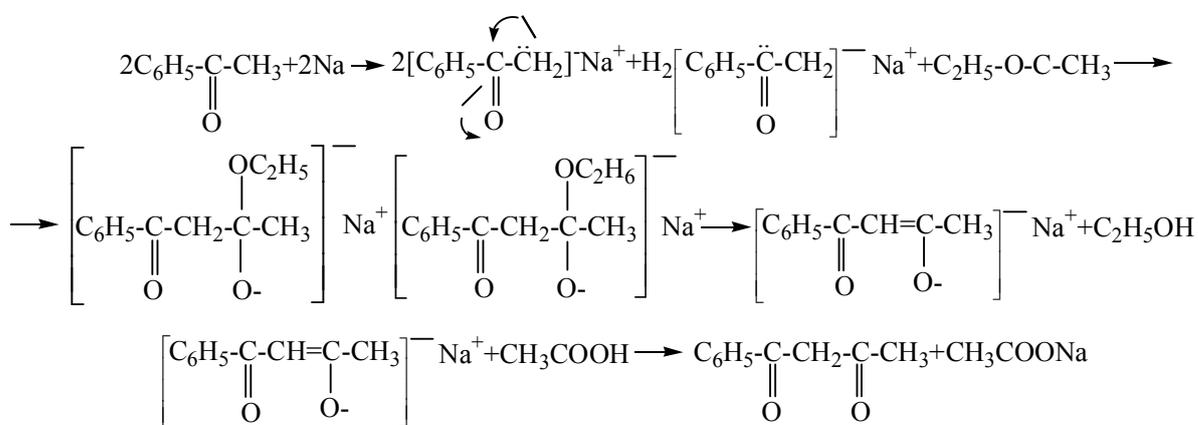
Шундан сўнг ажратгич воронкада ацетосирка эфирли юқори қават ажратиб олиниб, оз миқдордаги натрий бикарбонатнинг тўйинган эритмаси билан чайқатилади.

Ажратиб олинган ацетосирка эфирнинг эритмаси кальций хлорид билан қуритилиб, ортиқча этилатеат хайдалиб, температура 95°C га кўтарилганда хайдаш тўхтатилади.

Қолдиқ вакуумда хайдалиб, ундан 86-90°C (30 мм сим. уст.), 76-80°C (18 мм сим. уст.) ёки 69-73°C (12 мм сим. уст.) да ацетосирка эфири олинади.

Миқдори 13 г

БЕНЗОИЛАЦЕТОН



Реактивлар.

Этилацетат	30 мл ёки 27 г (0,3 моль)
Ацетофенон	14,5 мл ёки 15 г (0,12 моль)
Натрий метали	3 г (0,13 грамм-атом)
Абсолют диэтил эфир; сирка кислота.	

500 мл сиғимли, юмалоқ тубли колба кальций хлорид трубкали қайтарма совиткич билан жиҳозланиб, унга ацетофенон ва этилацетатнинг 80 мл абсолют эфирдаги аралашмаси куйилади ва натрий метали ташланади.

Бир оздан сўнг реакция бошланиб эфир қайнай бошлайди. Эфирнинг қайнаши тўхтагач колбадаги реакцион аралашма сув ҳаммомида яна 45 минут қайнатилади.

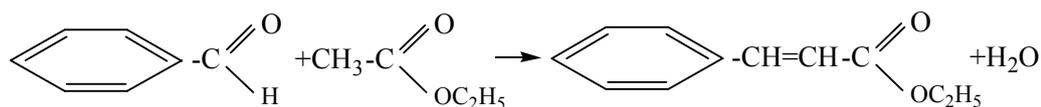
Реакцион аралашма совитилиб, чўкмага тушган натрий бензоилацетон Бюхнер воронкасида фильтрлаб олинади, сўнг қурук эфир билан ювилади ва фильтр қоғозлари орасида эзиб қуритилади.

Олинган моддани 150 мл сувда эритиб, фильтрланади ва фильтрат муз билан совитиб турилган ҳолда сирка кислота кўшиб кислотали муҳит ҳосил қилинади, сўнгра бензоилацетон чўкмага туширилади.

Бензоилацетоннинг чўкмага тушган кристалларини фильтрлаб, сув билан ювилади ва эксикаторда қуритилади.

Бензоилацетоннинг суюкланиш температураси 60-61°C. Миқдори 12 г атрофида.

ДОЛЧИН (корич) КИСЛОТА



Реактивлар.

Бензальдегид 15 мл ёки 16 г (0,15 моль)

Сирка ангидрид 30 мл ёки 24 г (0,54 моль)

Натрий ацетат (сувсиз) 8,2 г (0,1 моль)

Натрий карбонат; хлорид кислота.

Юмалок тубли колба кальций хлорид трубкали қайтарма совиткич билан жиҳозланиб, унга янги хайдаб олинган бензой альдегид, натрий ацетат ва сирка ангидрид солиб, аралашма мой ҳаммомида 180°C да 8 соат қайнатилади.

Реакция тамом бўлгандан сўнг иссиқ аралашмани 750 мл ҳажмли Вюрц колбасига солиб, унга 200-250 мл сув қуйилади ва бензой альдегиднинг ортиқча қисмини ва сирка ангидриддан ҳосил бўлган сирка кислотани сув билан хайдаб олинади.

Қолдиқ курук натрий карбонат билан нейтралланиб, озроқ миқдордаги мойсимон аралашмалардан кутулиш учун эритма иссиқ ҳолда намланган буклама фильтр орқали ўтказилади.

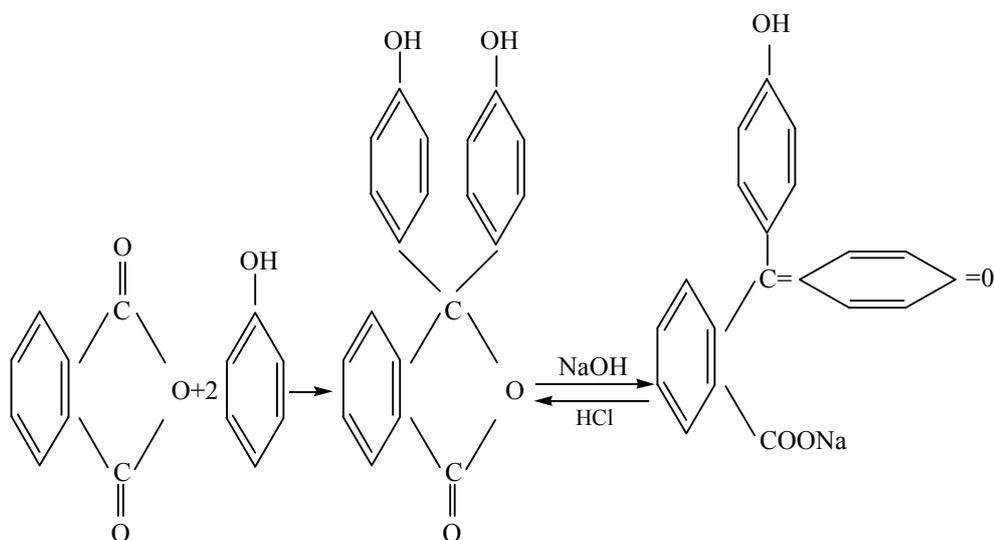
Долчин кислотани ажратиш олиш учун фильтрат хлорид кислота билан кислотали муҳитга келтирилади.

Эритма совитилганда чўкмага тушган долчин кислотани фильтрлаб олинади, сўнг куригилади.

Тоза долчин кислота иссиқ сувда қайтадан кристаллантирилиб олинади; унинг суюқланиш температураси 133°C.

Миқдори 10 г атрофида.

ФЕНОЛФТАЛЕИН



Реактивлар.

Фтал ангидрид

3,2 г (0,02 моль)

Фенол

6,5 г (0,6 моль)

Сульфаткислота; ўювчи натрий; сирка кислота;

хлорид кислота; спирт; активлантирилган кўмир.

Кичикроқ конуссимон колбага фтал ангидрид, фенол ва 1,3 мл концентранган сульфат кислота солиб, аралашма мой ҳаммомида температурани 125-130°C дан оширмай 3 соат киздирилади.

Колбадаги суюқлик, унга туширилган термометр билан вақт-вақти билан аралаштириб турилади. Реакция тамом бўлгандан сўнг, иссиқ аралашма 60 мл сувли стаканга қўйилиб, фенолнинг хиди кетгунча қайнатилади; стакан тагида чўкма ҳосил бўлиб қолиши натижасида қайнаётган модда отилиб сачраб кетиши мумкин. Шунинг учун у доим аралаштириб турилиши керак. Фенол эритмага сув буғи юбориш билан ҳам йўқотилиши мумкин.

Эритма совитилганда тушган чўкма иложи борича стаканда қолдирилиб, Бюхнер воронкаси орқали филтрланади. Стакандаги чўкма (ва қисман филтрадаги) 2 марта озроқ совуқ сув билан ювилиб, 5 % ли ўювчи натрийнинг иссиқ эритмасида эритилиб филтрланади. Тўқ қизил филтрат сирка кислота билан кислотали муҳитга келтирилиб, 2-3 томчи хлорид кислота қўшилади ва бир кеча қолдирилади.

Ҳосил бўлган чўкма филтрланиб, қурилади.

Унинг миқдори 2,5 г атрофида бўлади.

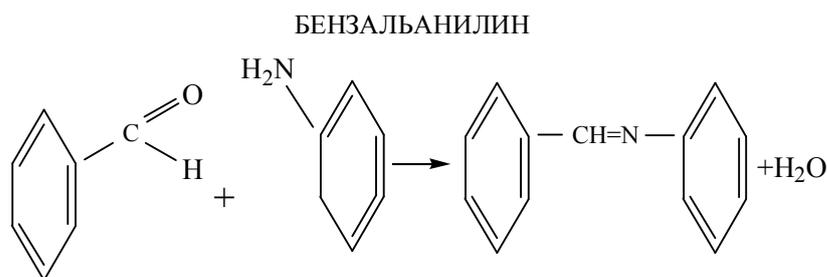
Тоза фенолфталеин олиш учун олинган модда 10 мл спиртда қайнатиб эритилади ва активлантирилган кўмир билан қайнатилади.

Иссиқ эритма Шотта воронкасида филтрланиб, кўмир қайноқ спирт билан ювилади.

Эритма совитилгандан сўнг саккиз ҳажм сув билан суолтирилиб филтрланади ва филтрат чинни косачада спиртни учуриш учун сув ҳаммомида киздирилади ва ярим соат қолдирилади. Совитилгандан сўнг чўкмага тушган фенолфталеиннинг кристаллари филтрланиб ҳавода қурилади.

Тоза фенолфталеиннинг суюқланиш температураси 259-263°C.

Миқдори 1 г атрофида.



Бензальдегид

10 мл ёки 10,6 г (0,1 моль)

Анилин

9 мл ёки 9,3 г (0,1 моль)

Этил спирт

Механик аралаштиргич билан жиҳозланган юмалоқ тубли колбада 10 мл тоза бензальдегид олиб, унга аралаштириб турилган ҳолда 9 мл янги хайдаб олинган анилин қўшилади. Бир неча секунддан сўнг иссиқлик ва сув ажралиб чиқиши билан реакция бошланади.

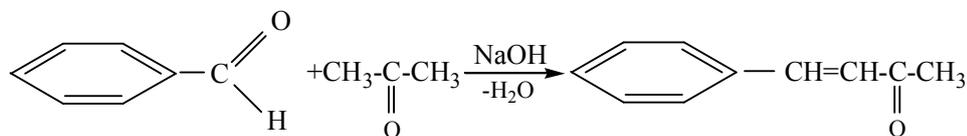
Сўнгра реакцион колба 15 минут совитилгач, яхши аралаштирилиб турилган ҳолда реакцион масса 95% ли 25 мл этил спирти бўлган стаканга қуйилади. Эритма олдин 10 минут қолдирилиб, сўнгра 30 минут музли сувда совитилади. Чўкмага тушган бензальанилиннинг кристалларини Бюхнер

воронкасида филтрлаб, ҳавода курилади. Тоза бензальанилин олиш учун 85% ли спиртда қайтадан кристаллантирилади.

Бензальанилиннинг суюқланиш температураси 52°C.

Миқдори 15 г атрофида.

БЕНЗАЛЬАЦЕТОН



Реактивлар:

Бензальдегид (янги хайдалган)	10,5 г (10 мл)
Ацетон	15,8 г (20 мл)
Натрий гидроксид 10% ли эритмаси	2,5 мл
Бензол	8 мл
Хлорид кислота 10% ли	

Идиш ва қурилмалар:

100 мл сиғимли стакан; термометр; томчилатиш воронкаси; ажратиш воронкаси; аралаштиргич; сув хаммоми; тўғри совитгич; 100 мл сиғимли Вюрц колбаси; вакуумда хайдаш учун қурилма.

Аралаштиргич ва термометр билан таъминланган стаканга 20 мл ацетон, 10 мл бензальдегид ва 10 мл сув қуйилади. Стаканли сув хаммомига 25-30°C га қўйилади. Аралашмага вақти-вақти билан томчилатиш воронкаси орқали 2,5 мл 10% ли натрий гидроксид эритмаси қўшиб борилади. Аралашма хона хароратида 2 соат аралаштирилади. Конденсация жараёни тугагандан сўнг реакцион аралашмага кислотали муҳит ҳосил бўлгунча хлорид кислотани суюлтирилган эритмасини қўшилади (муҳит лакмус ёрдамида аниқланади) ва аралашма ажратиш воронкасига қуйилади.

Юқоридаги сариқ ёғли қатлам, пастки сувли қатламдан ажратилади. Яна уни ажратиш воронкасига қуйи. 8 мл бензол билан экстракция қилинади. Бензолли эритма сариқ мойсимон суюқлик билан бирлаштирилиб, 5 мл сув билан ювилади ва сувли қисми ажратилади.

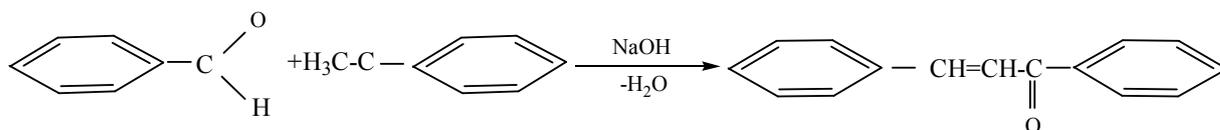
Органик моддалар аралашмаси Вюрц колбасига қуйилади ва сув хаммомида бензол хайдалади, бензальацетон эса вакуумда хайдалади. 148-160°C (3,3 кПа ёки 25 мм сим.уст) оч-сариқ рангли фракция йиғилади. Тиндириш орқали бензальацетон кристалланади.

Унум 10 г (назарийга нисбатан 70%).

Бензальацетон (4-фенил-3бутен-2-ОН, бенцилиденацетон, метилстирилкетон, метилциннамилкетон) рангсиз пластинка. Харорати 48°C, қайнаш температураси 260-262°C. Этил спиртида осон эрийди, диэтил эфирда, хлороформда, бензолда эрийди. Сувда эримайди.

УБ-спектор (этанолда) $[\lambda_{\text{макс}}(\alpha_{\text{г}})]: 284 \text{ нм}, (4,37), 222 (4,08)$.

БЕНЗАЛАЦЕТОФЕНОН



Реактивлар:

Ацетофенон (Янги хайдалган)	13 г (12,6 мл)
-----------------------------	----------------

Бензальдегид (Янги хайдалган)	11,4 г (10,9 мл)
Натрий гидроксид	6 г
Этил спирти.	

Идиш ва қурилмалар:

фарфор стакан ёки 250 мл сиғимли қалин деворли шиша стакан; термометр;
сув хаммоми; аралаштиргич; 250 мл сиғимли конуссимон колба-2 дона.

Устини картон билан ёпилган лекин аралаштиргич ва термометр учун очиқ қисми бор фарфор стакан муз солинган хаммомга жойланади ва 6 г натрий гидроксидни 49 мл сувда эритиб 32 мл этил спирти кўшиб фарфор стаканга куйилади.

Актив аралаштирган ҳолда эритмага 12,6 мл ацетофенон ва 10,9 мл бензольдегид куйилади. Реакция жараёнида аралашмалар ҳароратини 20-30°C оралиғида ушлаб туриш лозим. Стакандагини 2-3 соат аралаштирилади. Бу вақт оралиғида масса қуюқлашади, аралаштиргични олиб, реакция маҳсулотларини 3 соат қолдирилади. (совутиш учун муз билан қолдирилади).

Сариқ чўкма Бюхнер воронкасига сўриб олинади, аввал дистилланган сув билан нейтраллангунча (фильтрат) ювилади (нейтраллиги аниқланади), сўнгра 0°C гача совитилган 5 мл этил спирти билан ювилади.

Ҳосил бўлган маҳсулот этил спиртида қайта кристалланади (1 г модда учун 5 мл спирт олинади) бунинг учун спиртли эритманинг ҳарорати 50°C дан ошмаслиги лозим. Қарама-қарши ҳолда маҳсулот совитилганда ёғ кўринишида чўқади.

Спиртли эритма туз аралаштирилган муз билан совитилади, шундан сўнг ажралган чўкма Бюхнер воронкасига сўриб олинади. Бензальацетофенон ҳавода қурилади.

Қайта кристаллангандан сўнг маҳсулот унумли 18 г (назарийга нисбатан 80%).

Бензолацетофенон (1,3-дифенил-2-пропен-1-ОН халкон, бензилиденацетофенон, стирилфенилкетон)-оқиш-сарик омбимпластинкалар, суюқланиш ҳарорати 62°C, қайнаш ҳарорати 348°C (219°C 2,4 кПа да ёки 18 мм *с.м.уст.*) диэтилэфирда, бензолда ва хлороформда эрийди, этил спиртида қийин эрийди, сувда эрмайди.