

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС ТАЪЛИМ
ВАЗИРЛИГИ

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

**«МУХИМ ЯРИМ МАХСУЛОТЛАР, РЕАКТИВЛАР, РЕАГЕНТЛАР
ТЕХНОЛОГИЯСИ»**

фанидан

1-курс магистрантлари учун

**ЛАБОРАТОРИЯ МАШГУЛОТЛАРИ
БУЙИЧА УСЛУБИЙ КУЛЛАНМА**

Тошкент-2007

Ушбу услубий кулланма «Органик кимё ва огрир органик синтез технологияси» кафедраси мажлисида куриб чиқилган ва чоп этишга тавсия қилинган.

Баённома № _____, 2007 йил « _____ » _____

Ушбу услубий кулланма ТКТИ «Ушбу услубий кенгашида» муҳокама қилинган ва куп нусхада нашр этишга рухсат берилган.

Баённома № _____, 2007 йил « _____ » _____

Тузувчилар: к.ф.н., доц. Пулатова Ф.А.

к.ф.д., проф. Максумова О.С.

Такризчилар: Тошкент туқимачилик ва енгил саноати институти профессори,

к.ф.д., Юнусов Л.Ю.

1-Лаборатория иши

МАНЗУ: Изомой кислота синтези

Керакли реагент ва асбоблар:

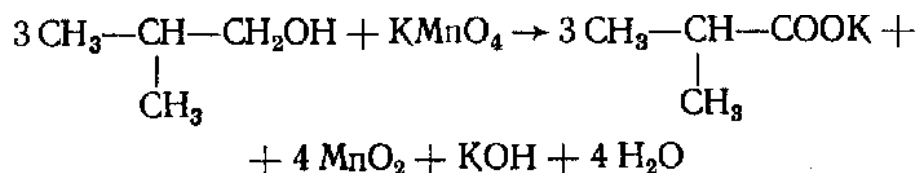
бирламчи изобутил спирт—14,8 г

калий перманганат—42 г

натрий карбонат —12 г

сульфат кислота, натрий сульфат,

эфир



Тажрибани олиб бориш:

Икки ёки уч бугизли юмалок тубли колбанинг бир бугзига аралаштиргич, иккинчи бугзига кайтар совитгич урнатиб унга 14,8 г бирламчи изобутил спирт; 45 мл сув ва 12 г натрий карбонат солинг. Алохида стаканда 400 мл сувда 20 г калий перманганатни эри-тиб, уни колбанинг учинчи бугзига урнатилган томиз-гичдан аралашмага аста-секин аралаштириб туриб ку-йинг. Колба ташкаридан музли сув билан совитилиб турсин. **Оксидловчининг** колган кисмини (22 г) курук холида учинчи бугиздан оз-оздан аралашмага кушинг. Аралашманинг харорати 5°C дан ошмасин.

Аралашмани лабораторияда бир кеча колдириб кетган яхши. Бунинг имконияти булмаса, 3—4 соат 50—60°C да сув хаммомида киздилинг, токи перманга-натнинг пушти ранги марганец **(IV)-оксиднинг** қунгир рангига эга булиб қолсин. Оксид чўкмага тушса, суюқ аралашма рангсизланиб тиниклашади, Чукмани нутч филтрланг, озгина сув билан ювинг-Филтратни тахминан 50 мл ча сув қолгунча буғлатиб юборинг, совитиб 10% ли сульфат кислота билан кислотали му-хит хосил қилинг (рН-индикатор қоғоз). Аралашмани ажратгич воронкага утказиб, 30 мл эфир кушинг, яхшилаб чайқатиб экстракция қилинг, эфир қатламни ажратиб олинг. Яна бир марта 20 мл эфир билан экстракция утказиб, эфир қатламларини бирлаштиринг. Уни натрий сульфат билан сувдан қуритинг. Хайдаш қолбасига филтрлаб утказиб, хайданг. Эфир хайдалиб булгунча сувли совитгич, сунгра хаво совитгич ишлатиб, изомой кислотани тозалаб олинг. Умум 12—13 г.

Тоза изомой кислота $T_{қайин} = 154,4^\circ$, зичлиги
— 0,9504, нур синдириш кўрсаткичи $n_D = 1,3939$,

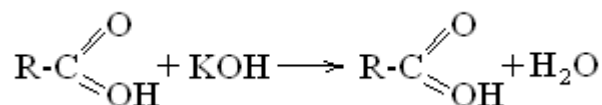
2 - лаборатория иши

МАВЗУ: Органик моддалардаги функционал гурухларни аниқлаш: кислота сонини, эфир сонини, карбонил гурухи миқдорини

Тажрибани олиб бориш:

Кислота сони

Кислота сони деб (к.с.) 1 грамм анализ қилинаётган моддадаги эркин карбон кислоталарни нейтраллаш учун керак бўлган КОН миллиграмм миқдорига айтилади. К.с.ни модда тортмасини КОН нинг спиртли эритмаси билан титрлаш орқали аниқланади.



Тажрибани олиб бориш:

Ҳажми 100 мл бўлган, шлифли, (2 та) термостабил шишадан иборат бўлган колбага аналитик торозида тортиб олинган (0,2-0,3 г) анализ қилинаётган модда солинади. Тортиш аниқлиги 0,0001 гр гача бўлган аналитик торозида олиб борилади. Колбаларга 15 мл дан этил спирти қуйилади, 3-4 томчи индикатор (тимол кўкининг спиртдаги 0,1% ли эритмаси) қуйилади ва КОН нинг спиртдаги 0,1 н эритмаси билан титрланади. Титрлаш жараёнини охирини эритма рангини кислоталик муҳитда сарик рангдан ишкорий муҳитда ҳаво рангга ўтиши орқали аниқланади. Параллел равишда анализ қилинаётган моддаси бўлмаган 15 мл этил спирти титрланади (синов тажрибаси)

К.с.ни ҳисоблаш формуласи:

(а-в) 5,6 К

$$\text{К.с.} = \frac{\text{-----}}{d}$$

а– анализ қилинаётган модда эритмасини титрлаш учун сарфланган 0,1 н КОН эритмаси, мл:

б – синов эритмасини титрлаш учун сарфланган 0,1 н КОН эритмаси миқдори, мл.

5,6 – 1 мл 0,1 н КОН эритмасидаги КОН нинг мг миқдори.

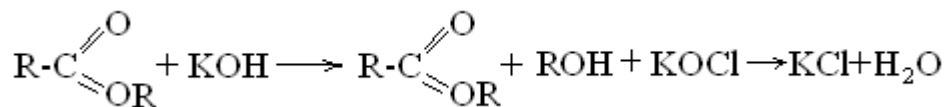
К – 0,1 н КОН эритмаси учун тузатма

d – анализ қилинаётган модданинг гр миқдори

Топилган к.с. ни шу модда учун ҳисобланган к.с. билан солиштирилади. К.с.ни бошқа усул билан ҳам ҳисоблаш мумкин. Бунинг учун ўлчанган моддаларга 5 млдан ацетон ва 3-4 томчи индикатор (тимол кўки) қушилади ва шу захоти NaOH нинг 0,1 н сувдаги эритмаси билан титрланади колган операциялар ва ҳисоблаш ишлари худди юкорилдагидек усулда олиб борилади. Факат формуладаги КОН нинг 0,1 н эритмаси учун тузатма К ни 0,1 н NaOH эритмаси К га алмаштирилади.

Эфир сони

Эфир сони деб 1 г текширилаётган моддадаги эфир гурухларини совунлаш учун керак бўлган КОН нинг мг микдорига айтилади. Кислота сони органик кислоталарни характерлаш учун қандай аҳамиятга эга булса, эфир сони мураккаб эфирларни характерлаш учун худи шундай аҳамиятга эга. Э.с. нини совунлашдан сунг ортиб колган КОН ни НСІ билан қайта титрлаш оркали аникланади.



Одатда эфир сонини кислота сонини аниклаш учун орлиб борилган пробаларда олиб борилади. Бунда кислота сони аникланиб булгандан сунг колбаларга кушимча 25 мл дан КОН нинг 0,1 н эритмаси куйилади, колбага ҳаво музлатгичлари урнатилади, сув ҳаммомида 1 соат давомида қиздирилади. Колбалар совутилгандан сўнг реакцияга киришмаган ишқорни 0,1 н НСІ эритмаси билан титрланади.

Параллел равишда 15 мл этил спирт ива 25 мл 0,1 н КОН нинг (текширилаётган модда сакламаган) эритмаси титрланади.

Қайта титрлаш натижалари бўйича эфир сонини куйидаги формула оркали хисобланади.

(в-а) 5,6 К

$$\text{Э.с.} = \frac{\text{-----}}{d}$$

а – текширилаётган моддани титрлаш учун сарфланган 0,1 н НСІ микдори, мл;

б - Синов эритмасини титрлаш учун сарфланган 0,1 н НСІ мл микдори
5,6 – 1 мл 0,1 н НСІ эритмасига эквивалент булган КОН ли микдори

К – тузатиш коэффиценти

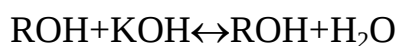
d – текширилаётган модда тортмаси.

Тахлил натижасида топилган эфир сонини ушбу модда учун хисобланган эфир сони билан солиштирилади.

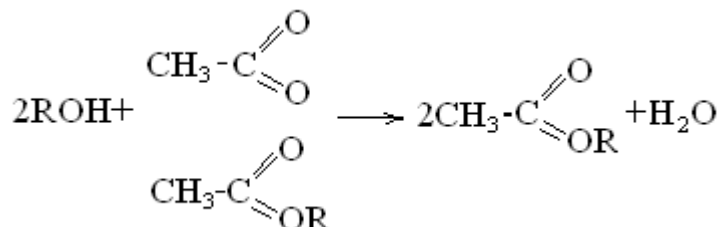
Шуни хам айтиш керакки, эфир сонини янги тортмадан хам юкоридагии усул бўйича аниклаш мумкин, факат текширилаётган эфирда эркин кислоталар булмаслиги керак. Акс холда эфир сони эмас, совунланиш сони топилади. Шунинг учун янги тортмадан эфир сонини аниклашда ҳатоларни олдини олиш учун тортмани дастлаб к.с. аниклашда келтирилган усулда нейтралланади.

Гидроксил сони

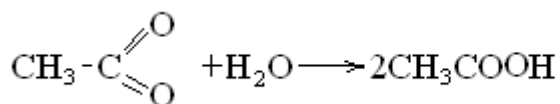
Гидроксил сони деб 1 г текширилаётган моддада куйидаги реакция бўйича алкоголятлар ҳосил қилиш учун керак бўлган КОН нинг миллиграмм микдорига айтилади:



Лекин бу мувозанат реакцияси булганлиги учун г.с. ни тўғридан тўғри аниклаб бўлмайди. Шунинг учун г.с. нинг билвосита усул орқали, яъни спиртларни CHCl_3 иштирокида органик кислоталарни ангидридлари билан ацетиллаш орқали аниқланади. Пиридин билан CHCl_3 этерификация реакциясининг активаторлари ҳисобланади.



Этерификация учун спиртларни миқдорий баҳоланишига сабаб бўлувчи ортиқча ангидрид ишлатилади. Сўнгра сув таъсирида парчаланган ортиқса ангидрид KOH нинг спиртли эритмаси билан титрланади.



Спиртларни ацетиллаш учун зарар бўлган эритмани янги ҳайдалган сирка ангидрид ва пиридиндан 1:3 нисбатда тайёрланади. Эритмани унга кам тушишидан мақлаш керак.

Г.с. аниклаш қуйидагича амалга оширилади. Ҳажми 100 мл бўлган шишали колбага 0,2-0,3 г текшириладиган модда жойлаштирилади. Тортишиш аниқлиги 0,0001 г булган аналитик тарозида амалга оширилади. Колбаларга 4-5 мл дан ацетилловчи аралашма қуйилади ҳаво соутгичи урнатилади ва сув ҳаммомида 45 мин давомида қайнатилади. Шундан сунг ҳар бир колбага совутгич орқали кушилади ва 2 мин давомида қайнатилади. Сўнгра колбани совутиб бир жинсли муҳит ҳосил қилиш учун 10 мл дан н-бутил спирт қўшилади, агар бир жинсли муҳит бўлса н-бутил спирти қўшилмайди. Совутгич колбадан ажратилади, ҳар бир колбага 3-4 томчидан аралашган индикатор қўйилиб 0,1 н KOH спиртли эритмаси билан титрланади.

Индикатор таркиби: 1 қисм 0,1% крезол кизилнинг спиртдаги эритмаси ва 3 қисм тимол кўкининг спиртдаги 0,1% ли эритмаси. Титрлаш жараёни охирини эритма рангини сарикдан сиёҳ ранга ўтиши орқали аниқланади. Параллел равишда синов тажрибаси олиб борилади. Бунда 7 мл дистилланган сув, 5 мл ацетилловчи аралашма ва 10 мл н-бутил спиртини (текшириладиган моддасиз) титрланади.

Титрлаш натижалари асосида г. с. Қуйидаги формула орқали ҳисобланади:

$$\text{Г.с.} = \frac{(\text{в-а}) \cdot 5,6 \cdot \text{К}}{\text{d}}$$

а – анализ қилинаётган моддани титрлаш учун сарфланган 0,1 н КОН эритмаси миқдори, мл;

б – синов тажрибани титрлаш учун сарфланган 0,1 н КОН эритмаси миқдори, мл.

5,6- 0,1 н 1 мл КОН эритмасидаги КОН нинг миллиграмм миқдори.

К – тузатиш коэффициенти

d – текширилаётган модда массаси.

Ушбу методика бўйича г.с. ни эркин карбон кислоталар бўлганда ҳам аниқлаш мумкин, агарда текширилаётган модданинг кислотали сони маълум бўлса.

Унда текширилаётган моддани ҳақиқий гидроксил сони қуйидагича аниқланади.

$$\text{Г.с.}_{\text{ҳақ.}} = \text{Г.с.}_{\text{экс.}} - \text{К.с.}$$

Г.с. _{экс.} – экспериментал Г.с.

К.с.-кислота сони

Гидроксил гуруҳлар таркибини аниқлаш

Аниқлашни Лунге нитрометри орқали амалга оширилади. Лунге нитрометри суви бўлган шиша муфтага жойлашган ва термометр, ҳамда даражаларни тенглаштирувчи мосламадан иборат. Икки тирсакли Пробирка хлоркальцийли трубка орқали нитрометр билан бирлаштирилади ва аниқлаш жараёни босишда ва охирида совутиш учун стаканли сувга солинади. Аниқлашдан олдин реактивлар ва пробиркалар куруқ булиши керак.

Пробирканинг биринчи тирсагига 0,0001 г аниқликда 0,1 – 0,3 гр модда тортмаси солинади ва 2 мл диизоамил эфирда эритилади. Бошқа тиззасига пипетка орқали 5 мл Гриньяр реактиви қўшилади. Пробиркани нитрометрга бирлаштирилади сувли стаканга жойлаштирилади муфта ва стакандаги сувнинг температураси тенг бўлгандан сўнг пробирка икки йулли керак орқали нитрометрга уланади ва даражалари тенглаштирилади. Сўнггра нитрометр атмосфера билан уланади, NaClнинг туинтирилган эритмаси билан тўлдирилади ва реакцион пробирка билан бириктирилади, идишни эса даражаларини тенглаштириш учун туширилади. Пробирка стакандан олинади ва уни шундай эгиш керак-ки текширилаётган модданинг эритмаси пробирканинг бошқа тиззасига утиши ва шу орқали Гриньяр реактивига қўшиш керак. Натижада нитрометр CH_4 билан тўлади.

Аралашмани бир неча бор бир тиззадан бошқа тиззага (эритма, нитрометрда пасайишдан тухтагунича қўйиб турилади. Шундан сўнг пробиркани сувли стаканга туширилади ва тажриба бошидаги ҳароратгача совутилади, даражаларини тенглаштирилади ва ажралиб чиққан CH_4 ҳажми

аниқланади. Бир вақтнинг ўзида нитрометрдаги юзнинг борометр ва ҳарорат кўрсаткичи белгиланади.

Ажралиб чиққан метан ҳажми нормал шароитга келиштирилади.

$$г. ч. = \frac{56,1056 \cdot (V_{хол} - V) \cdot K \cdot c}{g} + к. ч.$$

Гидроксил группаларнинг таркиби (сақланиши) [X %моль] қуйидаги формула бўйича аниқланади:

$$X = 0,0764 V_o/g$$

0,0764 – нормал шароитда 1 мл CH_4 тўғри келувчи гидроксил гуруҳлари.

g – анализ қилинаётган модда тортмаси.

Карбонил гуруҳларини аниқлаш

Карбонил гуруҳларни аниқлаш оксимирланиш реакциясига асосланган.

Аниқлаш методикаси. Ҳажми 250 мл бўлган 2 та конуссимон колбаларга 50 мл дан гидроксилламиннинг 0,5 н нордон эритмаси қуйилади. 8 томчи аралашган индикатор қўшилади ва NaOH 0,2 н эритмаси билан кулранг кўк ҳосил бўлгуна нейтралланади.

Индикатор таркиби: 5 қисм метил кўкининг 90% этил спиртдаги 0,1 % эритмаси. Тайёрланган нейтрал эритмаларга текширилувчи моддадан 0,3-0,5 г қўшилади, Тортилишни 0,0001 г аниқликдаги торозида олиб борилади. Колбаларни таркибий қисми қўшиб аралаштирилади ва 30 мин га қолдирилади.

Ажралиб чиққан HCl ни 0,2 NaOH эритмаси билан ўзгармайдиган кулранг-кўк ранг ҳосил бўлгунча титрланади. Эталон эритма: 20 мл дистилланган сув ва 50 мл 0,5 н ли нордон гидроксилламин 0,2 н ли NaOH эритмаси билан кулранг-кўк ранг пайдо бўлгунча нейтралланган 6 томчи аралаш индикатор. Текшириладиган аралашмадаги карбонил гуруҳларининг сақланишини $[X_1 \% мол]$ қуйидаги формула бўйича ҳисобланади.

а – текшириладиган аралашма тортмасини титрлаш учун кетган 0,2 н NaOH эритмаси ҳажми, мл.

б – оксиланувчи эритмани нейтраллаш учун кетган 0,2 н ли NaOH эритмаси ҳажми мм: 0,0056 – 1 мл 0,2 н ли NaOH эритмасига тўғри келувчи карбонил гуруҳларининг грамм миқдори.

к – 0,2 н ли NaOH эритмасига тузатма

д – анализ қилинаётган модда массаси.

3 – лаборатория иши

МАВЗУ: Сирка кислота изоамил эфири синтези

Керакли реагент ва асбоблар:

Сирка кислота – 15 г

Изоамил спирт – 22,5 г

Сульфат кислота

Натрий бикарбонат

Кальций хлорид

Тажрибани олиб бориш:

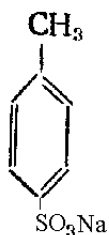
Ҳажми 100 мл ли юмалоқ тубли колбага изоамил спирт, музсирка кислота, 5-10 томчи сульфат кислота солинг. Уларни яхшилаб аралаштириб, колбага йиғгич орқали қайтар совитгич ўрнатинг. Аралашмани плита устида бир соат қайнатинг. Колбада 2 - 3 дона «қайнатар» ҳам бўлсин. Йиғгичда аста-секин сув йиғилади. Сувнинг миқдори унинг назарий ҳисобланган унумига деярли етганда реакцияни тўхтатинг.

Ҳосил бўлган эфирни ажратгич воронкага ўтказинг, аввал сув билан, унг 5% ли натрий бикарбонат эритмаси ва яна сув билан нейтрал шароитгача (рН-индикатор қоғоз) ювинг. Сувдан яхшилаб ажратиб, унинг юқидан кальций хлорид билан қуритиб қутулинг. Эфирни бўғзи узунроқ колбада хайданг. Асосий фракция 138-142⁰С да ҳайдалади. Реакция унуми 20-22 г, $T_{\text{қайн.}} = 142,5^{\circ}\text{C}$, зичлиги $d_4 = 0,8699$ нур синдириш кўрсаткичи $n = 1,4014$.

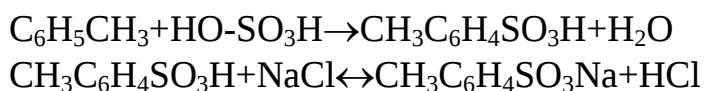
4 - лаборатория иши

Мавзу: Толуолсульфокислотанинг натрийли тузини олиш

Формуласи:



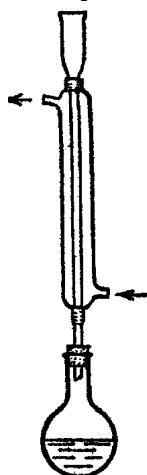
Асосий реакциялар:



Керакли реагент ва асбоблар:

Толуол	16 мл (0,15 моль)
Сульфат кислота	9,5 мл (0,18 моль) $d = 1,84$
Натрий карбонат	8 г
Натрий хлорид	20 г
Таги думалок колба	100 мл
Тескари совитгич	
Кимёвий стакан	
Бюхнер воронкаси	
Бунзен воронкаси	

Тажрибани олиб бориш:



Сигими 200 мл бўлган колбага толуол H_2SO_4 солиб, эҳтиётлик билан плита устида қиздирилади. Колбадаги суюқлик доимо аралаштирилиб турилади. Толуол қайнаши билан қиздириш пасайтирилади.

Бирсоатдан кейин толуолнинг мойсимон қавати эритма сиртида деярли Колмайди. Шу вақтда қайтар совутгичдан конденсат тушиши тўхтайди. Реакция охирига етгач, иссиқ ҳолдаги мойсимон аралашма 10 мл суви бор стаканга солинади. Агар аралашма кристаллана бошласа, уни Яна озгина қиздирилади. Кислотани о-оздан 1,5 гр натрий бикарбонат қўшиб эритмани нейтралланади. Кейин аралашмани аралаштириб, қайнаган ҳолда 4,0 гр NaCl солинади. Эритмани филтрлаб, музли сув билан совитиб, натрий толуольсулфо кислота кристалларини Бюхнер воронкасида филтрланади. Чўкма филтрда сиқиб суюқликдан ажратиладида уни NaCl нинг 2 мл тўйинган эритмаси билан ювилади. Натрий паратолуол сульфа кислотанинг NaCl қўшимчаси билан биргаликдаги унуми 1,7 грни ташкил этади.

5 – лаборатория иши

Мавзу: Кимёвий реактивнинг таркиби ва тозалигини аниқлаш

Органик моддалар таркибини аниқлаш

Органик моддалар асосан углерод, водород, кислород ва азотдан ташкил топган бўлади.

Булардан ташқари уларда олтингугурт, фосфор ва галогенлар ҳам учраши мумкин. Бу элементларни аниқлаш учун мавжуд органик моддалар сувда эрувчан ҳолатга ўтказилади, сўнгра уларга хос бўлган сифат ва миқдорий анализ реакциялари олиб борилади.

Сифат анализида тоза органик моддаларнинг таркибидаги элементлар (C, H, O, N, S, Cl ва бошқалар) аорганик бирикмаларга ўтказилади ва уларнинг мавжудлиги аналитик кимё усуллари ёрдамида аниқланади.

Сифат анализи орқали топилган органик бирикмалар таркибидаги элементларнинг грамм ёки фоиз миқдорини аниқлаш «миқдорий анализ» деб аталади. Элементларни аниқлашда икки хил анализ усулидан фойдаланилади: микроанализ – бунда анализ учун 0,1 - 0,5 г модда ва микроанализ – анализ учун 0,001 - 0,005 г модда сарфланади. Элементларнинг миқдорий анализида сифат анализидаги каби реакциялардан фойдаланилади.

Органик бирикмаларни тозалаш усуллари

Органик бирикмаларни анализ ёки синтез қилишдан олдин уларнинг тозалигига ишонч ҳосил қилиш керак. Органик бирикмаларни тозалаш аралашмадаги бирикмаларнинг эрувчанлиги ва қайнаш температуралари ҳар хиллигига асосланган.

Қаттиқ ҳолатдаги органик бирикмаларни аралашмадан ажратиб олиш ва тозалашнинг ҳар хил усуллари мавжуд. Турли синфга мансуб бўлган органик бирикмаларнинг эрувчанлиги ҳар хил бўлади. Шунга кўра қаттиқ органик моддаларни кристаллантириш ва экстракция йўли билан ажратиб олиш мумкин. Бундан ташқари, суюқланиш ва қайнаш температураларидаги фарқ кичик бўлган қаттиқ бирикмаларни қуруқ ҳайдаш (возгонка) йўли билан ҳам тозалаш мумкин. Бу усул сублимация деб аталади.

Агрегат ҳолати суюқ булган органик моддаларни бир-биридан ажратиш учун оддий атмосфера босимида ва вакуумда фракцияларга ажратиш, сув буғи билан ҳайдаш усулларида фойдаланилади.

Тозаланиши лозим бўлган бирикмалар таркиб ва хоссалари ва бир-бирига ўхшаш жуда кам миқдордаги аралашмалардан иборат ёки температура таъсирига чидамсиз бўлса, хроматографик усулдан фойдаланилади. Хроматографик усуллар ўз навбатида газ – хроматография, газ – суюқлик ва ион алмашгич хроматография усулларига бўлинади.

Тажрибани олиб бориш **Акриламидни куруқ хайдаш**

Кимёвий стаканга тозаланиши лозим бўлган модда – 1 г акриламид солиб, газ алангасида қиздиринг. Стакан ичига туби сув билан мунтазам совитилиб турган колба туширинг. Акриламид сезилар-сезилмас даражада суюкланиб, сўнгра қайнай бошлайди. Аникроғи, қаттиқ акриламид бўлганади. Буг колба тубида қировсимон кристаллар ҳолида йиғилади.

Тоза акрилдамидни колба тубидан сидириб олиб, унинг тозалигини дастлабки акриламид билан таққосланг. Кузатилган жараёни лаборатория дафтарингизга ёзинг.

Гидрохинонни куруқ хайдаш

Кимёвий тарозида 1 г гидрохинон тортиб олиб, чинни косачага солинг. Косачани штативга ўрнатилган гардиш устига қўйиб, юзасига диаметри косача диаметридан бир неча мм каттароқ фильтр қоғоз ёпинг. Фильтр қоғозга бигиз суқиб, унда бир нечта туйнукчалар ҳосил қилинг ва устига оддий воронка тўнкаринг. Воронкани штатив тутқичи билан маҳкамлаб, косачани газ алангасида қиздиринг. 10-15 минутдан кейин воронка деворида гидрохинон қирови пайдо бўлса, қиздиришни давом эттираверинг. Борди-ю қиров пайдо бўлмаса газ алангасини бир оз кўтаринг ва Яна 5-10 минут кутинг ва ҳақозо. Тажриба тугагач, воронка деворидан тоза гидрохинонни сидириб олинг ва уни тажриба учун олинган гидрохиноннинг ташки кўриниши билан солиштиринг. Нима учун шундай? Хулоса ва жавобингизни иш дафтарингизга ёзинг.

Адсорбция хроматографияси:
о-, м- ва п – нитроанилинни ажратиш

Хроматографик колонна 50 г куруқ ҳолдаги Ca(OH)_2 билан тўлдирилади. О-, м- ва п – нитроанилиннинг (хар бири 0,15 гр дан) 50-60 мл петролей эфирдаги эритмаси адсорбентдан секундига 1-2 томчи тезликда ўтказилади. Хроматограмма 200 мл петролей эфирида бажарилади (проявка). Бунда 3 чизик ҳосил бўлади: юкори-оч сарик (п – нитроанилин); урта – сарик (м- нитроанилин); паст – саргимтир жигарранг (о-нитроанилин).

Нитроанилинларни ажратиб олиш учун чизикларни элюирлаш (ювиш) 4 мл метил спирти ва 200 мл бензол аралашмаси билан бажарилади. Бунинг учун аралашма томчиловчи воронка орқали томчилатиб қўшилади. Чизикларни ювиш пайтида элюат фракциялари турли хил идишларда йиғилади. Сунг хар бир фракциядан эритувчи хайдаб олиниб маҳсулот чиқиши аникланади. Хаар бир ажратиб олинган модданинг суюкланиш температураси топилади. Айрим ҳолларда қайта кристалланади.

6 - ЛАБОРАТОРИЯ ИШИ

Мавзу: Синтетик ювиш воситалар композициясини тайёрлаш ва уларни ювиш қобилиятини аниқлаш

Бирламчи алкилсульфатнинг н-додецил спиртидан олиниши

Назарий қисм

Бирламчи алкилсульфатлар бирламчи юқори ёғли спиртнинг сульфатланишидан олинади, иккиламчи алкилсульфатлар эса сульфат кислотанинг с α -олефин билан биргаликдаги ёки иккиламчи олий спиртнинг сульфатланишидан, кейинги брсқичда эса пайдо бўлган сульфоэфирнинг натрий ишқори билан нейтрализация қилиб олинади.

Кейинги йилларда алькилсульфатни ишлабчиқарилиш анчагача ортди, сабаби у яхши ювиш хусусиятига эга. Алкилсульфатлар узининг яхши ювиш хусусияти билан алкилбензолсульфонатлар билан тенглаша олади ва биохимик ёйилиши буйича линей-алкилбензолсульфонатдан яхшироқ.

Тўғри углеводород боғлам бирламчи алкилсульфатлар н-додицилсульфат C_{12} дан бошлаб ювиш хусусиятига эга. Углерод боғининг узунлигига қараб ювиш хусусияти ортади. Энг яхши ювиш хусусиятига C_{14} - C_{17} алкилсульфатлар эга. C_{18} алкилсульфатлар ва юқориси, хона температурасидаги сувда кам эрийди, бундан ташқари улар кальций ионлари билан кам эрувчи тузлар ҳосил қилади. Улар «қаттик» сув баркибида учрайди. Алкилсульфатнинг совиш хусусияти унингг гидрофил группасига ҳам боғлиқ. Гидрофил группаси биринчи С атоми углерод боғида жойлашган алкилсульфатлар энг яхши ювиш хусусиятига эга. Алкилсульфатларнинг хом ашёси юқори ёғли спиртлар (бирламчи ва иккиламчи) ва α -олефинлар C_{12} - C_{18} бўлиб хизмат қилади. Бирламчи алкосульфоатларнинг бирламчи ёғли спиртлар олиш спиртларнинг сульфат кислота билан сульфатлаш иш асосли. Пайдо бўлган сульфо эфири кейин натрий ишқорининг сувли эритмаси билан нейтралланади ва бирламчи алкосульфат олинади.

Сульфатловчи агентлар қилиб қуйидагилар ишлатилади: концентрацияланган сульфат кислота, хлорсульфон кислотаси, триоксид олтингугурти, сульфамин кислотаси ва N-сульфомочевинаси. Сульфит кислота билан спиртларни сульфатлаш реакцияси ва экзотермик ҳисобланади.

Спиртнинг бир мааром даражасидаги конверсиясини кўтариш учун концентрация қилинган кислота ишлатилади (98-100%) спиртга нисбатан кўроқ (1,8-2,0); бундай шароитда бирламчи алкилсульфатларнинг чиқиши 80-90% (масс) ташкил қилади. Реакция бимолекуляр механизм бўйича ўтади. Протенлашган кислотанинг спирт молекуласи билан атакаси секин стадия ҳисобланади:

Пайдо бўлган сувдвн реакция тормозланади. Сульфатлаш жараёнида ножўя реакциялар бўлиб ўтади: олефинларнинг пайдо бўлиб спиртларнинг дегидрпциялашуви, спиртларнинг нордонлашуви оқибатида альдегид ва кетонларнинг пайдо бўлиши. Ножўя реакцияни босиш учун сульфатлаш 20-40⁰С температурада ўтказилади. Пайдо бўлган сульфомассани гидрооксид натрийнинг сувдаги эритмаси билан 50⁰С да нейтралланади.

Иш мақсади – бирламчи алкинсульфат олиш, тажриба материал балансини тузиш, алкилсульфатни ажратиш ва анализ қилиш.

Тажриба қисм

Тажрибани бажариш услуби:

Керакли реагент ва асбоблар:

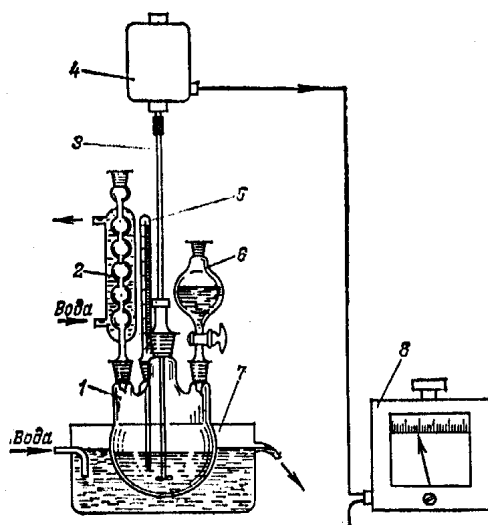
Н-Додецил спирт $C_{12}H_{25}OH$ (ёки миристили $C_{14}H_{29}OH$)

Концентрланган сульфат кислотаси ($d_4 - 1,836$)

20% ли гидрооксид натрийнинг сувли эритмаси

Изопропил спирти

Петролей эфири (ёки енгил бензин)



37-расмда кўрсатилган технология ёрдамида спиртни сульфатлаш жараёни ўтказилади. У технология таркиби қуйидаги қисмлардан иборат: 1-реактор, 2-қайтар совутгич, 3-аралаштиргич, 4-электромотор, 5-томчиловчи воронка, 6-оқиб турувчи сувли ҳаммом, 7-автотрансформатор.

Иш бошлашдан олдин асбобнинг яхши йиғилганлиги, ҳамма қисмларнинг тўғри йиғилиши ва аралаштиргич текширилади. Реакторга 25 мл концентрланган сульфат кислота қуйилади, қайтиш совутгичга ва ҳаммомга сув юборилади. Аралаштиргични ишга солиб, ва тезда араштирган ҳолда томчилаш воронкасидан 46,5 (0,25 моль) н-додецил спирти юборилади, шундай тезлик биланки, бунда реакцион массанинг температураси 60⁰С дан ошмаслиги керак. Реакцион массага спирт қуйиш тўхтатилиши билан у яна 20 минут аралаштирилиб турилади ва аралаштиргич ўчирилиб, сульфомасса яна томчилаш воронкасига қайта қуйилади.

Олинган сульфомассани нейтраллаш яна шу асбобда ўтказилади. Реакторга 100 мл 20% ли гидроксид натрийнинг сувли эритмаси солинади, аралаштиргични ёқиб ват езда аралаштирган ҳолда унга томчи- воронка орқали сульфомасса шундай тезликда қўшиб туриладики, бунда реактордаги температура 50⁰С ошмаслиги керак. Сульфомассани қўшиш жараёни тамом бўлгандана сўнг продукт яна 20-30 мин аралаштириб турилади, хона температураси даражасида совитилади ва бўлиш воронкасига қўйилади ва у ёққа 80-100 мл изопропил спирти қўшилади, силкитилади ва тиндириш учун олиб қўйилади. Бунда реакцияон масса икки қаватга ажралиб қолади.

Тепа қаватни (алкилсульфатнинг спиртли эритмаси) пастки қатламдан ажратишади (сульфат натрийнинг сувли эритмаси) сульфат натрийнинг сувли эритмасини 50 мл изопропил спиртда обработка қилинади, алкилсульфатнинг тулиқ экстракцияси учун. Алкилсульфатнинг спиртли эритмалари қўшилади, бўлиш воронкасига қайта қўйилиб, 100 мл сув қўшилади ва яна 40 мл петролей эфири (ёки енгил бензин) қўшилиб, аралаштирилади ва тиндириш учун олиб қўйилади. Алкилсульфатнинг сувли-спиртли эритмаси (пастки қатлам) Кляйзен колбасига қўйилиб сув қуйувчи насос орқали булган ввакуумда спирт ва петролей эфири (ёки енгил бензин) колдклари ҳайдалади. Кейин қолдиқ олдиндан техник тарозида тортилган чини косачага солинади ва кейин сувли ҳаммомда тўхтатмасдан шишали таёкча билан қўзғаб турилади. Ва куюқ масса ҳосил бўлгунча қайнатилади ва олинган алкилсульфат массаси аниқланади. Юқори қатлам (ташкил топган олефинлар ва петролей эфиридаги биринчи спирт эритмаси)ни қайтадан Кляйзен колбасига қуйилади ва петролей эфир ива қолган сувлвр ҳайдалади. Қолдиқ массаси аниқланади ва унда олефин борлиги анализ қилинади (с 20), ва яна гидроксил аниқланади ва ўша асосида реакцияга киришмаган спирт миқдори аниқланади.

Эксперимент натижалар таҳлил қилиш

1) Текшириш натижалари ва тажриба шароити

Реакция учун олинган:

Мспирт, гр: 39,5

Концентрланган сульфат кислота 25 (45,9) мл (г)

Мольное соотношение 1,86:1

H₂SO₄ : спирт

Реакция массасидан олинган:

Спирт: 5,1

Олефин: 2,3

Алькасулфатдан олинган миқдорий паста гр.

2) Йўқотилган спиртни миқдорини ҳисоблаш

- молекулярная масса. н-додецилового спирта.
- Алкосульфатдан олинган пастанинг миқдори

- Додecilсyльфат натрийнинг молекуляр массаси

Таблица 58 . Тажрибанинг моддий баланси

Олинган	г	% масс	Хосил бўлган	г	% масс
Додecil спирти	39,5	37,5	Алкилсyльфат натрий	40,8	38,7
Сyльфат кислота	45,9	43,5	Додecilен	2,3	2,2
				5,1	4,8
Натрий гидроксид	20,0	19,0	Сув:	8,9	8,6
			Йўқотишлар	48,3	45,7
			Спирт	5,1	4,8
			Кислота	29,8	28,2
			Натрий Гидроксид	13,4	12,7
Хаммаси	105,4	100,0	Хаммаси	105,4	100,0