

OLIIY VA O'RTA MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI

NAMANGAN DAVLAT UNIVERSITETI

Tabiiy fanlar fakulteti

Kimyo kafedrası

METALORGANIK BIRIKMALAR YORDAMIDA SINTEZLAR

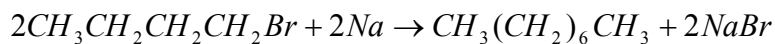
Tuzuvchi:

Gapporov X.
Rahmatova M.

Namangan -2011

METALORGANIK BIRIKMALAR YORDAMIDA SINTEZLAR

n-OKTAN



Reaktivlar.

Butil bromid	24,6 <i>ml</i> yoki 1 g (0,23 <i>mol</i> ')
Natriy metali	7,7 g (0,33 <i>gramm-atom</i>)
Spirt; sul'fat kislota; natriy bikarbonat; kaltsiy xlorid; kumush nitrat.	

Tayyorlangan asbob yaxshi quritilgan bo'lishi kerak

200 *ml* sig'imli, yumaloq tubli, ikki og'izli kolba tomizgich voronka va kal'tsiy xlorid trubkali qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unga oksid pardasidan tozalangan va mayda kesilgan 7,7 g natriy tashlanadi va tomizgich voronkadan kal'tsiy xlorid bilan quritilib haydalgan 24,6 *ml* butil bromid minutiga 20-30 tomchi quyiladi. Kolba vaqt-vaqti bilan chayqatilib, temperatura ko'tarilib ketmasligi uchun sovuq suvda sovitib turiladi. Reaksiya tamom bo'lishi uchun reaksiya aralashma 1 soat davomida suv hammomida qizdiriladi.

So'ngra kolba sovutilib qaytarma sovitkich Libix sovitkichi bilan almashtirilib, oktan moy hammomida oxirgi tomchisigacha haydab olinadi (haydash protsessining oxirida moy hammomining temperaturasi 170°C gacha ko'tariladi).

Haydab olingan oktanning tarkibida odatda oz miqdorda reaksiyaga kirishmay qolgan butil bromid bo'ladi. Uning bor yo'qligini bilish uchun reaksiya mahsulning bir necha tomchisi kumush nitratning spirtidagi 1-2 *ml* eritmasi bilan qizdiriladi; agar butil bromid bo'lsa, hosil bo'lgan kumush bromid hisobiga suyuqlik loyqalanadi.

Butil bromid borligi aniqlansa olingan suyuqlik suv ham momida, qaytarma sovitkichli kolbada, bir necha bo'lak natriy metali bilan uning yangi kesilgan yuzasi ko'k rangga o'tmay qolguncha qizdiriladi.

Oktan natriy qoldiqlaridan ajratilib, alkogolyat hosil bo'lguncha natriyga oz miqdordagi 95% li spirt quyiladi.

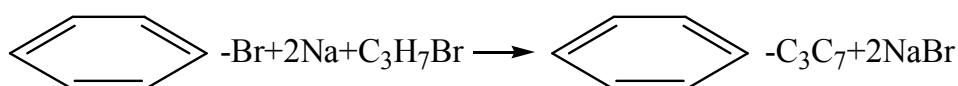
So'ngra unga 15 *ml* suv quyilib, ajratib olingan oktan erigmaga qo'shiladi va ajratgich voronka yordamida oktan qatlami ajratib olinadi.

Oktan ikki marta 15 *ml* kontsentrlangan sul'fat kislota, suv, natriy bikarbonat eritmasi va yana suv bilan yuviladi. So'ngra oktan kal'tsiy xlorid bilan quritib haydaladi.

Toza *n*-oktanning qaynash temperaturasi 125,6°C; $d_4^{20} = 0,7025$; $n_D^{20} = 1,3974$

Peaktsiyadan qolgan natriy qoldiqlarini portlash ro'y bermasligi uchun rakovinaga yoki kislota xurmachalariga tashlash kerak emas. Ularni 95% li spirtda to'la eritib yuborish kerak.

PROPIL BENZOL



Reaktivlar.

Brombenzol	32 g yoki 21 <i>ml</i> (0,2 <i>mol'</i>)
Natriy metali	10 g (0,43 <i>gramm-atom</i>)
<i>n</i> -Propilbromid	26 g yoki 20 <i>ml</i> (0,21 <i>mol'</i>)
Absolyut dietil efir	20 <i>ml</i>
Metil spirt	20 <i>ml</i>
Efir	20 <i>ml</i>
Kal'tsiy xlorid	10 g

1 litrli, uch og'izli, yumaloq tubli kolba kal'tsiy xlorid trubkali sovitkich, tomizgich voronka va termometr (termometr reaksiyon aralashmaga tushib turishi kerak) bilan jihozlanib, kolbani shunday o'rnatish kerakki, uni tashqaridan sovitish mumkin bo'lsin. Kolbada 1-2 *mm* qalinlikda qirqilgan 10 g natriy metali olinib, uning yuzasi ko'milguncha kolbaga absolyut efir (taxminan 20 *ml*) quyiladi. So'ngra 1-2 soat davomida tomizg'ich voronka orqali kolbaga 20 *ml* propilbromid va 21 *ml* brombenzolning aralashmasi oz-

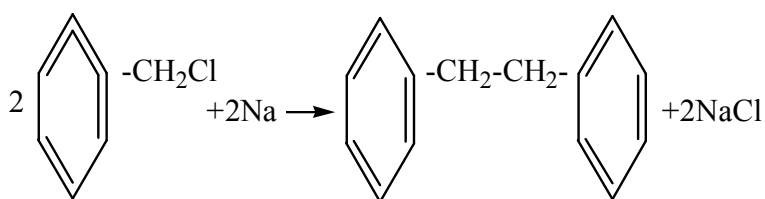
ozdan quyiladi; temperatura 20°C atrofida bo'lishi kerak. Bunda aralashma havo rang tusga o'tadi.

Kolba ikki kun vaqt-vaqti bilan chayqatib turilgan holda, uy temperaturasida qoldiriladi, so'ngra dekantatsiya qilinadi. Aralashmaga 20 ml metstl spirt oz-ozdan quyilib, kolba qaytarma sovitkichga ulanadi va 4 soat suv hammomida qizdiriladi.

SHundan so'ng tuzni eritib yuborish uchun aralashmaga 50 ml suv quyib, uglevodorodli qism ajratiladi va u dekantatsiya qilingan suyuqlikka qo'shiladi. Suvli qism 20 ml effir bilan ekstraktsiya qilinib, so'ngra uglevodorodli qism dekantatsiya qilingan eritma va efirli qism birlashtirilib; 3 g kaltsiy xlorid bilan quritiladi. efir suv hammomida haydalgandan so'ng *n*-propilbenzol 155°C da deflegmator orqali havo sovitkichi bilan haydab olinadi.

Miqdori 16 g atrofida.

DIBENZIL (difeniletan)



Reaktivlar.

Benzil xlorid	45 ml yoki 50 g (0,4 mol')
Natriy metali	12 g (0,5 gramm-atom)
Etil spirt	

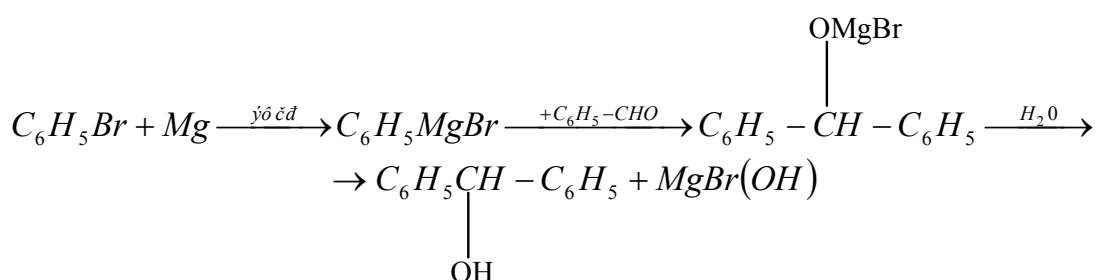
100 ml sig'imli, yumaloq tubli kolba kal'tsiy xlorid trubkali qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unga 45 ml benzil xlorid va yirikroq qilib qirqilgan (reaksiya shiddat bilan ketmasligi uchun natriy yirik qirqiladi) natriy metali solib, kolba moy hammomida 160-180°C da 4 soat qizdiriladi. So'ngra kolbaga havo

sovitkichi ulab, reaksiya natijasida hosil bo'lgan modda gaz alangasida haydaladi; bunda haydalayotgan dibenzil tez yonuvchan bo'lganligi uchun, yig'gichni asbest qog'oz bilan o'rab qo'yiladi.

Natriy metali bilan haydalgan dibenzilni tozalash uchun ikkinchi marta haydab, uning 273-276°C dagi fraktsiyasi olinadi. Spirtida qaytadan kristallantirilgan rangsiz difeniletanning suyuqlanish temperaturasi 52°C.

Miqdori 10 g.

BENZGIDROL (DIFENILKARBINOL)



Reaktivlar.

Brombenzol	23,5 g yoki 16 ml (0,15 mol')
Magniy metali qirindisi	3,6 g (0,15 gramm atom)
Benzal'degid	11,9 g yoki 11 ml (0,11 mol')
Absolyut dietil efir	110 ml
Xlorid kistota	12 ml
Dietil efir	40 ml
Natriy bisul'fitning	
40% li eritmasi	10ml

Yod kristali; soda eritmasi; kal'tsiy xlorid; ligroin.

Benzgidrolni sintez qilishda oldin metall-organik birikma-magniy bromfenil olib, uning sovitib turilgan eritmasiga benzal'degidning absolyut efirdagi eritmasi ta'sir ettiriladi.

500 ml sig'imli, uch og'izli, yumaloq tubli koyaba aralashtirgich, tomizgich voronka, kal'tsiy xlorid trubkali qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unga 3,6 g magniy qirindisi, 30 ml absolyut efir solib, yirik yod kristali tashlanadi.

So'ngra tomizgich voronka orqali 16 *ml* brombenzolning 50 *ml* absolyut efirdagi eritmasidan 4-5 *ml* quyiladi.

Agar reaksiya bir necha minut o'tganda boshlanmasa (efir loyqalanib qaynay boshlamasa), kolba issiq suv hammomiga tushiriladi va reaksiya boshlanguncha bir oz qizdiriladi.

Reaksiya boshlangandan so'ng suv hammomi olib tashlanib, brombenzolning efirli eritmasi shunday tomchilatiladiki, bunda efir bir xilda qaynab turishi kerak.

Brombenzol quyib bo'linganda so'ng, reaksiya kolba undagi magniy eriguncha suv hammomida 1-1,5 soat qizdiriladi. So'ngra kolbadagi magniybromfenil muz bilan sovutilib, 11 *ml* yangi haydalgan benzal'degidnning 30 *ml* absolyut efirdagi eritmasi aralashtirib turilgan holda tomchilatiladi.

30 minutdan so'ng kolba muzdan olinib, reaksiya aralashma uy temperaturasi keltiriladi.

Reaksiya aralashma yana muz bilan sovutilib, 30-40 g muz oz-ozdan qo'shiladi va 12 *ml* kontsentrlangan xlorid kislotaning (dql,19) 12 *ml* suvdagi eritmasi oz-ozdan quyiladi (xlorid kislota bilan parchalash eritma tiniq holga kelguncha olib boriladi).

Efirli eritma ajratilib, suvli qism ikki marta (15-20 *ml* dan) efir bilan ekstraktsiya qilinadi.

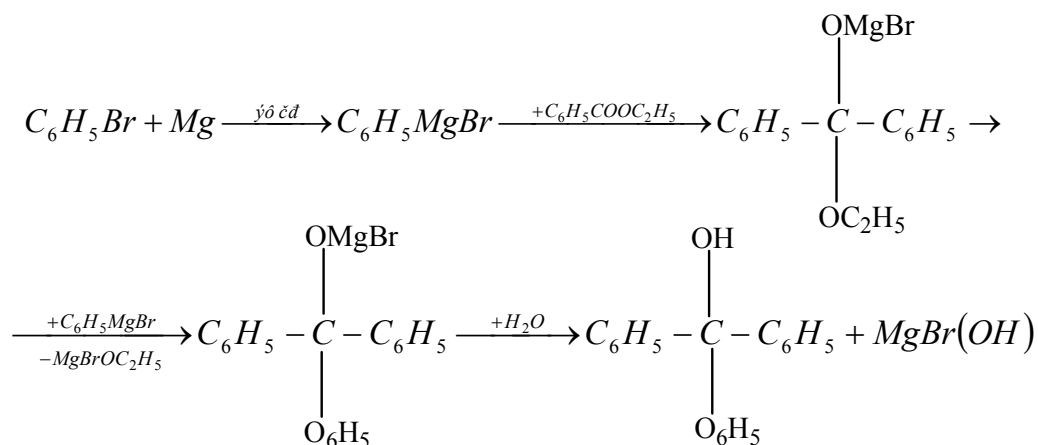
Reaksiyaga kirishmay qolgan benzal'degidni yo'qotish uchun efirli eritmalar 40% li natriy bisul'fitning 10 *ml* eritmasi bilan ajratkich voronkada chayqatiladi. So'ngra ishqoriy muhitga kelguncha soda eritmasi va keyin suv bilan yuviladi, so'ngra kal'tsiy xlorid bilan quritiladi.

Efir haydab bo'lingandan so'ng, moysimon qoldiq sovutilganda kristallana boshlaydi.

SHunday qilib, olingan benzgidrol petrolei efir yoki ligroinda qaytadan kristallantiriladi, suyuqlanish temperaturasi 68-69°C.

Miqdori 15 g

TRIFENILKARBINOL



Reaktivlar.

Brombenzol	23,5 g yoki 16 ml (0,15 mol')
Magniy metali qirindisi	3,6 g (0,15 gramm atom)
Benzoy etil efyar	9,5 g yoki 9 ml (0,063 mol')
Absolyut dietil efir	130 ml
Sul'fat kislota (<i>d</i> q 1,84)	10 g yoki 6 ml
Spirt	

250-300 ml sig'imli, ikki og'izli va yumaloq tubli kolba tomizgich voronka va kal'tsiy xloridli trubkasi bo'lgan qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unda ko'rsatilgan miqdordagi magniy qirindisi, 40 ml absolyut dietil efir va yod kristali olinadi.

So'ngra trifenilkarbiolning sintezi xuddi difenilkarbinoldagidek olib boriladi.

Brombenzolning hammasi quyib bo'lingandan so'ng reaksiyon aralashma magniy erib bo'lguncha suv hammomida 1-1,5 soat qaynatiladi va muz bilan sovutiladi. SHundan so'ng, unga 9 ml yangi haydalgan benzoy etil efirning 30 ml absolyut efirdagi eritmasi, vaqt-vaqti bilan chayqatib turilgan holda, tomchilatiladi; bunda oq cho'kma cho'kmaga tushadi. So'ngra reaksiyon aralashma suv hammomida qaynatilganda quyuv bo'tqasimon massa hosil bo'ladi. Kolba yana muz bilan sovutilib, 100 g muz parchalari oz-ozdan

tashlanib, 6 ml sul'fat kislotaning (*dq* 1,84) 20 ml suvdagi eritmasi tomchilatiladi.

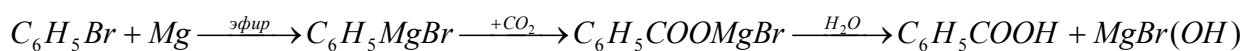
Reaksion aralashmadan efir haydalgandan so'ng, reaksiyaga kirishmagan brombenzol va oraliq mahsul difenilni yo'qotish uchun aralashma suv bug'i bilan haydaladi.

Kolbada qolgan sariq kristall massa-trifenilkarbinol sovutilib, SHotta voronkasida fil'trlanib, suv bilan yuviladi va fil'tr qog'ozi oralig'ida quritiladi.

Spirtda qaytadan kristallantirilgan trifenilkarbinol 162°C da suyuqlanadi.

Miqdori 13,5 g.

BENZOY KISLOTA



Reaktivlar.

Brombenzol 1,5 ml (0,1 mol')

Magniy metali qirindisi 2,4 g (0,1 gramm-atom)

Absolyut dietil efir 90 ml

Karbonat angidrid gazi (ballondan)

Xlorid kislota (*dq* 1,19) 18 ml

Efir 40 ml

O'yuvchi natriyning suyultirilgan eritmasi

250-300 ml sig'imli, ikki og'izli, yumaloq tubli kolba tomizgich voronka va kal'tsiy xlorid trubkali qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unga 2,4 g magniy, 35 ml absolyut efir solib, unga yod kristali tashlanadi.

SHundan so'ng tomizgich voronkadan 11,5 g brombenzolning 35 ml absolyut efirdagi eritmasidan 3 ml quyiladi; agar benzoy kislota yodbenzoldan sintez qilib olinsa, unda 20,4 g (11 ml) yodbenzol olinadi va bunda magniyni yod bilan aktivlantirilmasa ham bo'ladi.

Agar bir necha minut davomida reaksiya boshlanmasa (efir loyqalanib qaynamasa), kolba issiq suv hammomiga tushirilib reaksiya boshlanguncha qizdiriladi.

Reaksiya boshlangandan so'ng, suv hammomi olib tashlanadi va brombenzolning efirli eritmasi kolbaga shunday tomchilatiladiki, bunda efir bir tekisda qaynab turishi kerak.

Qaytarma sovitkichdan kondensatlanib tushayotgan efir oqimi juda tez bo'lmay, bir me'yorda bo'lishi kerak (minutiga 30-40 tomchi).

Brombenzolning hammasi quyib bo'lingandan so'ng, reaksiol kolba suv hammomida magniy erib ketguncha 1-1,5 soat qizdiriladi.

So'ngra kolba tuzli muzda yaxshi sovutilib, unga 20 ml absolyut efir quyiladi va tomizgich voronka kolba tagiga tushirilgan gaz yuboruvchi naycha bilan almashtirilib, fenilmagniy bromidning efirli eritmasiga 3-4 soat davomida ballondan, quritish uchun ikkita sul'fat kislotali Tishchenko sklyankasidan o'tkazilib, karbonat angidrid gazi yuboriladi; agar karbonat angidrid gazi o'rnida muz holdagi qattiq karbonat angidrid ishlatilsa, olinayotgan benzoy kislotaning miqdori ortadi.

So'ngra gaz yuborilayotgan naycha tomizgich voronka bilan almashtiriladi va sovitiq turilgan holda 18 ml kontsentrlangan xlorid kislotaning 18 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Parchalanishnn eritma ikki tiniq qatlam-efir va suvga ajralguncha davom ettiriladi.

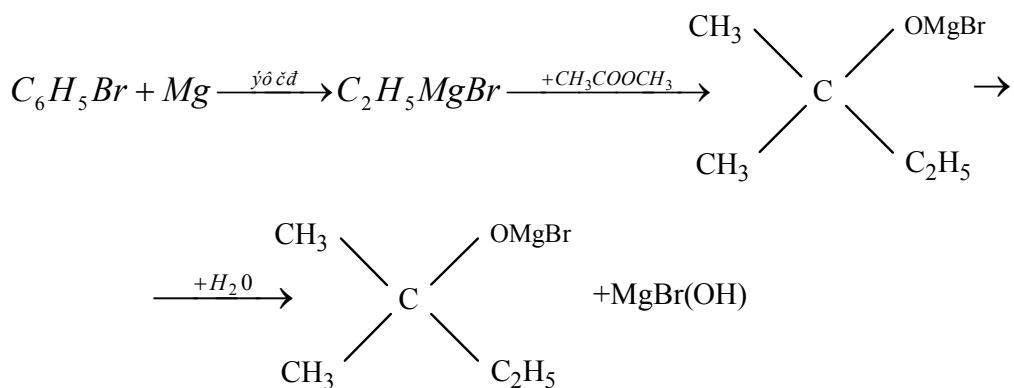
Efirli eritmani ajratib olib, suvli qism ikki marta (20 ml dan) efir bilan ekstraktsiya qilinadi.

Birlashtirilgan efirli eritmalar ajratkich voronkada o'yuvchi natriyning suyultirilgan eritmasi bilan chayqatiladi, ishqorli qismi xlorid kislota bilan kislotali muhitga keltiriladi. Bunda cho'kmaga tushgan benzoy kislotani Byuxner voronkasida fil'trlab olib sovuq suv bilan yuviladi va quritiladi.

Qaytadan qaynoq suvda kristallantirib olingan benzoy kislotaning suyuqlanish temperaturasi 121°S. Agar u vozgonka qilinsa, uning suyuqlanish temperaturasi 122,3°S ga ko'tariladi.

Miqdori 6 g.

DIMETILETILKARBINOL (2-metil butanol-2)



Reaktivlar.

Etil bromid	28 g yoki 20 ml (0,25 mol')
Absolyut atseton	13 g yoki 16 ml (0,22 mom)
Magniy metali qirindisi	6 g (0,25 gramm-atom)
Absolyut efir	140 ml
Efir	60-80 ml
Sul'fat kislotasi; potash.	

250-300 ml sig'imli, uch og'izli, yumaloq tubli kolba aralashtirgich, tomizgich voronka va kal'tsiy xlorid trubkali qaytarma sovitkich bilan jihozlanib, unga 6 g magniy va 50 ml absolyut efir solinadi. Tomizgich voronkada 28 g (20 ml) etil bromidning 20 ml absolyut efirdagi eritmasini olib, aralashtirib turilgan holda, eritmani magniyga quyiladi. Bunda reaksiya kolbaga etil bromidni shunday quyish kerakki, reaksiya aralashma sekinlik bilan qaynasin.

3-4 ml eritma quyilgandan so'ng shiddatli reaksiya ketadi, bunda kolbani sovuh suvga tushirib sovutilishi mumkin. Agar reaksiya birinchi 4 ml eritma quyilganda boshlanmasa, kolba suv hammomida bir oz qizdiriladi va eritma loyqalanib, efir qaynay boshlashi bilan qaytarma sovitkich orqali 50 ml absolyut efir, so'ngra etil bromid eritmasi shunday quyiladiki, bunda kolbadagi reaksiya aralashma bir tekisda qaynasin.

Ko'rsatilgan miqdordagi etil bromid quyib bo'lingandan so'ng va magniyni asosiy qismi erib ketgandan keyin, kolba suv hammomida, 20-30 minut (magniy to'la erib ketguncha) qizdiriladi. So'ngra kolba tuzli muz bilan sovilib, aralashtirgich ishlab turgan holda 16 *ml* absolyut atseton bilan 20 *ml* absolyut efirning aralashmasi tomizgich voronka orqali quyiladi. Atsetonning birinchi tomchilaridanoq hosil bo'layotgan oq cho'kma oldin erib ketib, so'ngra yana ko'k kul rang tusda yopishqoq massa holida cho'kadi. Reaksiya tamom bo'lganidan so'ng kolba muzdan olinib, uy temperaturasigacha isitiladi va suv hammomida 20 minut qaynatiladi.

Kolba yana tuzli muzda sovilib, reaksiya aralashma ammoniy xloridning to'yingan eritmasi bilan parchalanadi; bunda oldin parcha-parcha bo'lib tushayotgan cho'kma keyin erib ketadi.

Efirli eritma ajratib olinib, suvli qism ikki marta (30-40 *ml* dan) efir bilan ekstraktsiya qilinib, birlashtirilgan efirli ekstrakt potash bilan quritiladi. efir suv hammomida haydab bo'lingandan so'ng qolgan qiyom defdegmator orqali 70-95°C, 95-105°C va 105-110°C li fraktsiyalarga bo'linadi.

Ikkinchi fraktsiyani qaytadan haydash bilan dimetilkarbinol (100-104°C da) yig'ib olinadi. Toza dimetiletikarbinol 102°C da qaynaydi.

Miqdori 10 g atrofida.