

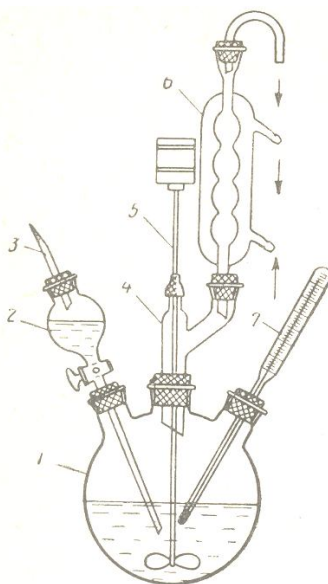


**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ
ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС ТАЪЛИМ ВАЗИРЛИГИ**

БУХОРО МУҲАНДИСЛИК - ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

**«НЕФТ КИМЁВИЙ СИНТЕЗИ»
фанидан тажриба ишларини бажариш бўйича**

Услубий кўрсатма



БУХОРО – 2016

Институт услубий кенгашининг
_____2016 й. № __ баёни
билан тасдиқланган

«Нефт-кимё саноати технологияси»
кафедрасининг _____2016 й. № ____
мажлисида кўриб чиқилган.

Тузувчилар:

доц. Фозилов С.Ф.
доц. Мавлонов Б.А.
асс. Ахмедова О.Б.

Такризчилар:

т.ф.н. Муродов М.Н.
доц. Сафаров Б.Ж.

«Нефт кимёвий синтез» лабораториясида ишлаш қоидалари

Нефт ва газкимё саноати лабораториясида амалий тажрибалар ўтказишда ёнувчан, енгил алангаланувчан суюқлик ва газлар, кучли кислота, ишқорлар ҳамда захарли моддалар билан иш олиб боришга тўғри келади. Шунинг учун аввало ўтказиладиган тажриба мазмунини пухта ўрганган ҳолда қуйидаги кўрсатмаларга риоя қилиш ва бирор бахтсиз ҳодиса рўй берса, тезда биринчи ёрдам чораларини кўриш лозим.

1. Осон учувчан ва тез алангаланувчан суюқликлар (эфирлар, бензол, толуол, спирт, ацетон ва бошқалар) солинган склянкаларни алангадан узокроқда сақлаш керак.

2. Бензол, спирт, эфир, скипидар, ацетон, этил бромид, метил йодид каби енгил учувчан, тез алангаланадиган суюқликларни қиздиришда уларни спирт лампасида қиздирмай, қайтарма совиткич ўрнатилган колбаларни ёпиқ электр плиткаларда қиздириладиган сув, кум ва мойли ҳаммомларда ўрнатиб қиздириш лозим.

3. Осон алангаланувчан моддалар бирорта стакан (колба) ичида ёниб кетса, идиш оғзини дарҳол шиша, чинни қопқоқ билан бекитиш лозим.

Агар ёнаётган суюқлик стол устига ёки полга тўқилиб кетса (ёнса) уни дарҳол кум сепиб ўчириш зарур. Тажриба вақтида у чиқиб кетса, дарҳол ишни тўхатиб, электр асбобларни тармоқдан узиш, ёнаётган спирт лампаларини ўчириш лозим. Осон алангаланувчи суюқликлар ўт олиб кетганда сув сепиш ярамайди, бунда алангани кум ёки ўт ўчиргичдан фойдаланиб ўчириш керак. Тажриба ўтказаетган кишига енгил алангаланувчи моддаларнинг буғи ўтириб, ёниб кетса дарҳол жунли адёл билан ўраш лозим.

4. Агар кишининг бирор ери алангадан ёки қайноқ сувли эритмадан куйса, куйган жойини 0,5 % ли калий пермаганатнинг эритмаси ёки этил спирти билан кўп марта ювиш, сўнгра ош тузининг тўйинган эритмаси шимдирилган пахта қўйиб боғлаш керак.

5. Ёнувчан газларнинг ҳаво билан аралашмаси портлочан бўлади. Шунинг учун, айниқса, водород, кислород, метан, этилен, ацетилен каби газлар билан ишлашда аралашувчи моддаларни нисбатига алоҳида этибор бериш керак.

6. Портлаши мумкин бўлган натрий, калий металлари, уларнинг асослари билан тажрибаларда ҳимоя кўз ойнагини тақиб, ниҳоятда эҳтиёткорлик билан ишлаш лозим. Металл ҳолидаги натрий ва калийни ёғоч пробка билан бекитиладиган керосинли ёки толуолли банкада сақланади.

Шундай металллар билан тажриба ўтказишда қисқичда металлнинг кичик бўлакчасини олиб, филтър қоғози орасида қуришиб, сўнгра пичоқ ёрдамида оксид пардасидан тозалаб ишлатилади, натрий, калий металл қолдиқларини раковинага ёки ахлат челагига ташлаш мумкин эмас, чунки озгина сув тегиши билан шиддатли реакция кетиб портлаши мумкин.

7. Кучли кислота, ишқорлар билан ишлашда, уларни бир идишдан, иккинчисига қуйишда ниҳоятда эҳтиёт бўлиш керак. Кучли ишқор КОН, NaOH эритмалари кўз киприкларига кучли таъсир қилади; кислоталарни суюлтиришда, айниқса, сульфат кислотани сувга томчилатиб қуйиш керак.

8. Суюқликли пробиркани қиздираётганда унинг оғзини ўзингиздан ва ўртоқларингиздан бошқа томонга қаратиб ишланг.

9. Агар кийимга ёки бирор еримизга концентрланган кислота тегса, қаттиқ оғрийди, қийин тuzаланадиган яра ҳосил бўлади. Кислота таъсирида куйган жойни аввал яхшилаб кўп миқдорда сув билан, сўнгра эса 3 % ли натрий бикарбонат эритмаси билан ювиш керак. Ишқор таъсирида куйган жой аввал яхшилаб сув билан, сўнгра эса сирка кислотанинг 1 % эритмаси билан ювилади. Агар кучли кислота ёки ишқорнинг концентрланган эритмалари тўкилса, у ҳолда юқоридаги чорадан сўнг куйган жойга калий перманганат эритмасида ҳўлланган пахта қўйиб боғлаш керак. Агар кўзга ишқор томчилари сачраса, кўз дарҳол кўп миқдорда сув билан, кейин борат кислотанинг тўйинган эритмаси билан ювилади. Агар кўзга кислота сачраса, аввало кўп миқдорда сув, сўнгра 3 % бикарбонат эритмаси билан ювиш керак.

10. Заҳарли ўювчи органик моддалар (фенол, бром ва бошқалар) териға тушганда терини сув билан ювиш ёрдам бермайди. Бундай ҳолатда терини ўзига мос эритувчилар (спирт, бензол) билан ювиш керак. Эритувчини ишлатишда ниҳоятда тезкорлик билан ювиш, айниқса терида кўп эритувчи қолдирмаслик керак, акс ҳолда эритувчиларнинг концентрациясини ошиши, териға заҳарли моддаларнинг сўрилишини тезлаштиради. Тери бром таъсирида куйганда, куйган жойни кўп миқдорда спирт билан ювиб, кейин куйганда қўйиладиган малҳам суртиш керак. Тери фенол таъсиридан куйганда терини ранги нормал ҳолатга келгунча глицерин шимдирилган пахта билан артилади.

11. Симоб билан ишлашда, ниҳоятда эҳтиёт бўлиш керак. Тажриба давомида термометр синса ёки симоб тўкилса, уни махсус усуллар билан ёйғиб олиб тўкилган жойга олтиингугурт сепиш керак.

12. Агар тажриба вақтида шиша идиш синиб ишлаёган кишининг бирор ерини кесиб кетса кесилган жойдан шиша майдаларини олиб ташлаш, сўнгра йод суркаб шу жойга стерилланган дока ёки гигроскопик пахта қўйиб бинт билан сиқиб боғлаш керак.

13. Заҳарли моддалар-ацетилен, ниробензол, сирка ангидрид билан тажрибаларни мўрили шкафта ўтказиш керак.

14. Номаълум моддани аниқлашда уни татиб кўриш ярамайди, модданинг ҳидини аниқлашда қўл билан елпиб ҳидлаш керак.

Куйганда ва заҳарланганда ҳамма вақт зарар кўрган кишиға биринчи ёрдам кўрсатилгач, дарҳол шифокорга мурожаат қилиш керак.

15. Биринчи ёрдам бериш учун зарур бўлган барча дорилар - пахта, бинт, пластирь, куйганда қўйиладиган малҳам дори, йод эритмаси, канакунжут мойи калий перманганат темир(III) хлорид, спирт, тамаки, борат, сирка кислоталар эритмаси, новшадил спирти, глицерин ва бошқалар лабораторияда осон олинадиган жойға қўйилиши керак.

Иш журналини тутиш

Талаба тажриба ишларини бажаришда ишнинг асосий усуллари, реакция учун ишлатиладиган органик бирикмалар, синтез қилинган моддаларни ажратиб олиш, тозалаш ҳамда уларнинг константаларини аниқлаш усуллари билан танишади. Талаба ишни тушунган ҳолда бажариши керак: реакция шароитларини танлаш нимага асосланганлигини, асбоб танлашни, ўтказилган тажрибани тўғри ва аниқ ёза билиши керак.

Бажарилган ишни ёзиш учун тажриба журнали тутилади. Ҳамма ёзмалар журналнинг ўнг бетида бўлиши керак. Журналнинг чап бетига асбобларнинг расми чизилади. 1 – жадвал учун ҳисоблашлар қилинади (қораламасиз бир йўла аслига ёзиш керак!) ва маҳсулотнинг унуми ҳисобланади. Бундан ташқари, ўқитувчи синтез тўғрисидаги танқид ва мулоҳазаларини ҳам журналнинг чап бетига ёзади. Қуйидаги иш журналида синтез қандай кўринишда ёзилишини кўрсатадиган схема келтирилган.

Иш №

Синтез _____
(синтез қилинадиган модданинг номи)

Адабиёт _____
(авторнинг фамилияси, отасининг исми ва дарсликнинг номи)

_____ (нашриёти, нашр этилган йили, бети)

Ишнинг бориши _____
(сана)

Асосий реакциялар _____
(оралиқ реакцияларнинг тенгламалари коэффициенти билан,
_____ маҳсулот унумини ҳисоблаш учун реакциянинг умумий тенгламаси)

Қўшимча реакциялар _____
(оралиқ реакцияларнинг рўйхати ва уларнинг реакция
_____ тенгламаларини ёзиш)

Ишнинг тамом бўлиши _____
(сана)

Препарат топширилган _____
(лаборантнинг имзоси)

Иш қабул қилинган _____
(ўқитувчининг имзоси)

Қуйида синтез ҳисоби учун мисол ва иш режасини тузиш схемаси берилган.

Синтез ҳисоби

Дастлабки моддалар				Керак бўладиган моддалар				Ортиқчаси	
Реактивларнинг номи ва формуласи	Молекуляр масса	Справочникдан олинган константалар (қай. суюқ. хароратлари, зичлик)	Концентрация	кўрсатма бўйича				(моль)	(%)
				(моль)	100 % (г)	Берилган концентрация	Тенглама бўйича (моль)		
				5	6	7	8		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

3 – графага справочникда берилган константалар ёзилади. Ҳисоблаш жадвали 6- ва 7- графаларни тўлдиришдан бошланади: рақамлар методикадан олинади. Агар моддалар миқдори миллиграммларда берилган бўлса, граммга (юқорида айтиб ўтилганидек, ҳамма ҳисоблар журналнинг чап бетига ёзилади) айлантирилади. Агар методикада берилганидан бошқа миқдорда модда олинadиган бўлса, ҳисоблашни пропорционал миқдорда камайтириб ёки кўпайтириб, қайтадан ҳисоблаш керак. Кейин 5- ва 8- графалар тўлдирилади. Олинган ёзмалар асосида қўлланмада кўрсатилганидек моддаларнинг моляр нисбатларини топиш ва стехиометрик тенгламаларига кўра ортиқча модда фоизи 10 – графага ёзилади.

Синтез режаси

Иш режаси тўрт қисмга бўлинади: 1) реакция учун керакли реактивлар тайёрлаш ва асбоб йиғиш; 2) реакцияни ўтказиш; 3) ҳосил бўлган моддани реакцияда ҳосил бўлган бошқа бирикмалардан ажратиш олиш; 4) моддани тозалаш.

Ҳар қайси қисмда бажарилиши керак бўлган операциялар батафсил ёзилади. Ишнинг ҳар бир этапида ишлатиладиган моддаларнинг миқдори кўрсатилади. Энг муҳими хавфсизлик техникаси қоидаларига (осон алангаланувчан, куйдирадиган ва ҳақозо моддалар билан ишлаш қоидаларига) кўпроқ эътибор берилди.

Асбоблар режада ёзилмайди, журналнинг чап бетига уларнинг схемаси чизилади. Колбаларнинг ҳажми, қандай ҳаммомдан фойдаланиш кераклиги, совутгич ва бошқаларнинг хиллари кўрсатилади.

Режа охирида синтез қилинаётган модданинг кўрсатма бўйича чиқадиган миқдори ва константалари, албатта, кўрсатилиши лозим.

Иш режаси ва синтезнинг ҳисобини, албатта, ўқитувчи тасдиқлаши керак.

Ҳисобот

Ҳисобот ишни бажариш вақтида тузилади. Унда режада кўрсатилганларни такрорламаслик лозим. Ҳамма пунктларни бажаришда нима кузатилганлигини ҳисоботда кўрсатиш керак. Экспериментатор аралашмада содир бўлаётган ҳамма ўзгаришларни (қизиш, совиш, лойқаланиш, рангнинг ўзгариши ва бошқаларни) кузатиши керак. Моддаларни тозалашда тозаланадиган модданинг ташқи кўриниши ва контактларининг ўзгариши қайт этилади. Қаттиқ моддаларни қайта кристаллантиришда унинг кристаллга тушгунига қадар ва ундан кейин оғирлиги, эритувчининг миқдори ва кристаллизация усули, шароити кўрсатилади. Суюқ моддаларни тозалашда фракциялаш усули, унинг санаси, ҳайдаш ҳароратининг интервали, фракциялар массаси кўрсатилади.

Айрим операцияларнинг давом этиш вақтини, шунингдек, реакция бирор операцияда тўхтатилиб, кейин давом эттирилса, ўша вақтларни ҳам ҳисобга олиб кўрсатиш керак. Агар экспериментатор синтезни бажараётган вақтида бирорта ўзгартиш киритиб, кўрсатмадан бир оз четга чиқса, бўларнинг ҳаммасини ҳисоботда кўрсатиши ва бу ўзгартиш натижаларининг хулосасини чиқариши керак.

Шунингдек, ҳисоботда реакция механизмларини кўрсатиб, тушунтириб ёзиш керак, масалан, берилган ишда реакция мувозанатини тескари томонга силжитиш учун қандай усул қўлланилгани кўрсатилади.

Этерификация реакцияларида реакция аралашмага минерал кислота нима учун оз миқдорда катализатор сифатида қўшилади? Нима учун унинг

ортиқча миқдори реакция натижасида ҳосил бўладиган маҳсулотни камайтиради? Нима учун реакция аралашмани кўрсатмада кўрсатилган ҳароратдан юқори ҳароратда қиздириб бўлмайди?

Ҳисобот охирида синтез қилинган модданинг миқдори ва константалари жадвали тузилади.

2 – ж а д в а л

Реакциядан олинган модданинг миқдори ва константалари

	Модданинг константалари		Модданинг миқдори	
			(г)	%
Реакциядан олинган модданинг номи ва формуласи	Амалда топилгани	Адабиётда берилгани	Назарияда берилганига нисбатан	Кўрсатмада берилганига нисбатан

Тажриба иши № 1

Нефтан олинган органик бирикмадаги қўшбоғни аниқлаш

Нефтан олинган полимер таркибидаги қўшбоғларни аниқлашнинг химиявий усуллари бром ва йод сонларини аниқлашдан иборат. 100 г полимерга бириккан галлоиднинг грамм ҳисобидаги миқдори йод ёки бром сони деб аталади.

Йод сонини Ганус усулида аниқлаш. Бу усул полимер билан бром йодид орасида бўладиган реакцияга асосланган. Ганус эритмаси тайёрлаш учун ҳажми 1 л бўлган улчов колбасига майдаланган йоддан 6,5 г, сувсиз сирка кислотадан озгина ва 8 г бром солиниб, колбадаги белгигача сувсиз сирка кислота қуйилиб, аралаша суюлтирилади. Бу эритмадан ташқари, калий йодиднинг 10 % ли, натрийгипосульфитнинг 0,1 н ли крахмалнинг 1,0 % ли эритмалари тайёрланади.

Оғзи зич бекиладиган иккита колбага 0,3-0,5 г дан полимер солиниб, 10 мл хлороформда эритилади. Сўнгра колбаларнинг ҳар бирига 30 мл дан Ганус эритмаси қуйилади. Учинчи колбага полимер солинмай, факат хлороформ ва Ганус эритмаси солинади. Учала колба яхши чайқатилиб, 15 мин. сакланади ва унга калий йодиднинг 10 % ли эритмасидан 20 мл ва 100мл сув солиниб, Яна чайқатилади. Кейин реакцияга кирмай колган йод натрий гипосульфитнинг 0,1 н ли эритмаси билан титрланади.Йод сони қуйидаги формуладан ҳисоблаб топилади:

$$й.с. = \frac{(a - b) \cdot 0,01269 \cdot 100}{g};$$

бу формулада: й.с. – йод сони, г ҳисобида;

а – 0,1 н ли натрий гипосульфитнинг контрол тажрибада титрлаш учун сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

б – 0,1 н ли натрий гипосульфитнинг асосий тажрибада титрлаш учун сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

0,01269 - натрий гипосульфитнинг 0,1 н ли эритмасидан 1 миллилитригача эквивалент йод миқдори;

g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида.

Йод сонини Вийс усулида аниқлаш. Вийс эритмаси тайёрлаш учун 13 г йод 1л сирка кислотада эритилиб, филтрланади ва ундан охисталик билан хлор утказилади. Эритма тук рангга кирди дегунча хлорлаш тухтатилади. Огзи зич бекиладиган ва ҳажми 0,5 – 0,8 л бўлган иккита колбага 1 г дан полимер солиниб, уларнинг ҳар бири 10 мл хлороформ ёки тетраҳлор метанда эритилади. Сўнгра колбаларга юкорида тайёрланган Вийс эритмасидан 25 мл дан кушилади.

Вийс эритмаси барча колбаларга бир хил тезликда куйилиши керак. Шу билан бир вақтда полимер солинмаган учинчи колбада контрол тажриба ҳам утказилади. Агар чайкатиладиган колбадаги суюклик рангсизланмаса, у коронгида 10 мин. Сакланади ва калий йодиднинг 10 % ли эритмасидан 20 мл ва 300 – 500 мл сув кушилади. Колбалардаги аралашма крахмал иштирокида натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмаси билан титрланади. Титрлаш эритманинг ранги учгунча давом эттирилади. Ҳисоблаш юкорида кўрсатилган Ганус усулида олиб борилади. Бу усул таркибида аллил гуруҳси бўлган полимерларнинг қўш боғини аниқлашда яхши натижа беради.

Бром сонини Кнопп усулида аниқлаш. Бромид – бромат эритмасига куюк хлорид кислота таъсир эттирилса, эркин бром ажралиб чикиб, куш боғлар билан реакцияга киришади.

Кнопп эритмаси тайёрлаш учун 5,568 г калий бромат ва 40 г калий бромид 1л сувда эритилади. Бундан ташқари, хлорид кислота ва калий йодиднинг 10 % ли эритмаси, натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмаси ҳам тайёрланади.

Конуссимон иккита колбага 0,1 – 0,2 г дан полимер солиниб унинг устига 10 мл хлороформ куйилади. Полимер солинмаган учинчи колбада контрол тажриба утказилади. Полимер эригандан сўнг колбага бюретка ёки пипетка воситасида Кнопп эритмасидан 25 мл ва хлорид кислотанинг 10 % ли эритмасидан 10 мл кушиб, коронгида 4 соат сакланади. Сўнгра колбаларга калий йодид эритмасидан 15 мл ва 150 мл сув куйиб, натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмаси билан титрланади. Индикатор сифатида крахмал ишлатилади.

Бром сони қуйидаги формуладан ҳисоблаб топилади:

$$b.c. = \frac{(a-b) \cdot 0,008 \cdot 100}{g};$$

бу формулада: б. с. – бром сони, г ҳисобида; а – натрий тиосульфат эритмасининг контрол тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида; b - натрий тиосульфат эритмасининг асосий тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида; 0,008 - натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмасидан 1 миллилитрига эквивалент бром миқдори, г ҳисобида; g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида.

Такрорлаш учун саволлар

1. Органиқ бирикмалардаги кушбоғни аниқлашни қандай усуллари биласиз?
2. Ганус эритмаси қандай тайёрланади?
3. Йод сонини Вийс усулида аниқлашни тушунтириб баринг?

Тажриба иши № 2

Функционал гуруҳларни аниқлаш

1) Бром сонини Кнопп усулида аниқлаш. Бромид – бромат эритмасига қуюқ хлорид кислота таъсир эттирилса, эркин бром ажралиб чиқиб, куш боғлар билан реакцияга киришади.

Кнопп эритмаси тайёрлаш учун 5,568 г калий бромат ва 40 г калий бромид 1 л сувда эритилади. Бундан ташқари, хлорид кислота ва калий йодиднинг 10 % ли эритмаси, натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмаси ҳам тайёрланади.

Конуссимон иккита қолбага 0,1 – 0,2 г дан полимер солиниб унинг устига 10 мл хлороформ қуйилади. Полимер солинмаган учинчи қолбада контрол тажриба ўтказилади. Полимер эригандан сўнг қолбага бюретка ёки пипетка воситасида Кнопп эритмасидан 25 мл ва хлорид кислотанинг 10 % ли эритмасидан 10 мл қушиб, қоронгида 4 соат сақланади. Сўнгра қолбаларга калий йодид эритмасидан 15 мл ва 150 мл сув қуйиб, натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмаси билан титрланади. Индикатор сифатида крахмал ишлатилади.

Бром сони қуйидаги формуладан ҳисоблаб топилади:

$$b.c. = \frac{(a-b) \cdot 0,008 \cdot 100}{g};$$

бу формулада:

б. с. – бром сони, г ҳисобида;

a – натрий тиосульфат эритмасининг контрол тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

b - натрий тиосульфат эритмасининг асосий тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

0,008 - натрий тиосульфатнинг 0,1 н ли эритмасидан 1 миллилитрига эквивалент брой миқдори, г ҳисобида;

g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида.

Нефтан олиган полимердаги кислота сонини аниқлаш. Нефтан олиган полимер таркибидаги карбоксил гуруҳлар кислота сонини билдиради, кислота сони ишқор билан титрлаш усулида аниқланади.

Карбоксил гуруҳлар полимер молекуласининг охирида (полиамидлар, полиэфирлар) ёки ёнаки тармоқларида (полиакрил, полиметакрил кислоталар ва бошқалар) бўлиши мумкин. Нейтраллаш реакцияси қуйидагича бўлади. 250 мл ҳажмли иккита конуссимон қолбага полимернинг 1 % ли эритмасидан 100 мл дан олиниб, калий гидроксиднинг спиртдаги 0,5 н ли эритмаси билан (фенолфталеин иштирокида) титрланади. Калий гидроксиднинг 1 г полимердаги карбоксил гуруҳни нейтраллаш учун сарфланган миқдори (мг ҳисобида) кислота сони деб аталади ва қуйидаги формуладан ҳисоблаб чиқарилади:

$$k.c. = \frac{aT \cdot 100}{g};$$

бу формулада:

к. с. – кислота сони, мг ҳисобида;

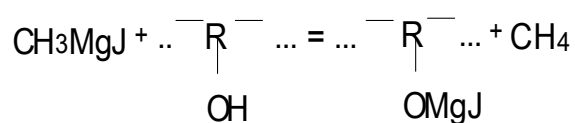
a – калий гидроксид 0,5 н ли эритмасининг полимер эритмасини титрлаш учун сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

T - калий гидроксид 0,5 н ли эритмасининг титри, г/мл ҳисобида;

g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида.

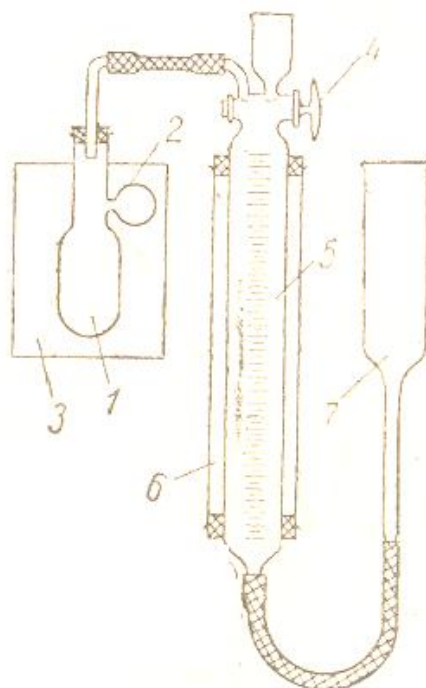
Полимердаги гидроксил гуруҳни аниқлаш. Полимерда гидроксил гуруҳни аниқлашнинг бир неча усуллари бўлиб, улардан бири Чугаев ва Цевитинов усулидир. Бу усул гидроксил гуруҳнинг магний – органик моддалар билан реакцияга киришувига асосланган бўлиб, ундан молекуляр оғирлиги унча катта бўлмаган полимерлар учун фойдаланилади. Молекуляр оғирлиги катта бўлган полимерлар учун эса гидроксил гуруҳларнинг органик кислоталар ангидриди ва хлорангидриди билан реакцияга киришиб, эфир ҳосил қилишига асосланган усулдан фойдаланилади. Бунинг учун, одатда, сирка ангидрид ва фталъ ангидриди ишлатилади. Бу усулларда поливинил спирт, повинил ацеталлари, целлюлоза эфирлари ва бошқа полимерлардаги гидроксил гуруҳлар миқдори аниқланади.

Чугаев ва Цевитинов усули. Бу усул магний йодметилнинг гидроксил гуруҳ билан қуйидаги тарзда реакцияга киришувига асосланган:



Ҳосил бўлган метаннинг ҳажми улчанади; шу метаннинг моляр миқдори полимердаги гидроксил гуруҳларнинг моляр миқдorigа тенг бўлади.

Реакция учун ишлатиладиган барча моддалар сувсиз бўлиши керак, чунки магний йодметил сув иштирокида дарҳол парчланади. Тажриба 1 – расмда кўрсатилган асбобда олиб борилади.



Расм-1. Церевитинов асбоби: 1-реакцион идиш, 2-шар, 3-стакан, 4-икки йўлли жумрак, 5-бюретка, 6-муфта, 7-симобли бараварлаштиргич.

0,02 - 0,03 г чамаси полимер реакционидиш (1) га солиниб, 15 мл пиридинда эритилади. Идишнинг ёнидаги шиша шар (2) га учи кайрилган воронка ёрдамида 5 мл магний йодметил қуйиб, бу идиш стакан (3) га жойлаштирилади. Хозирча икки суюклик бир - бири билан аралашмаслиги керак. Сўнгра идиш (1) пробка билан маҳкам бекитилиб, бюретка (5) га резина най воситасида уланади. Стакан (3) ва бюретка (5) жойлашган муфта (6) даги сувнинг ҳарорати тенглашгач, икки йўлли жумрак (4) ни бир секунд очиб, у Яна ёпиб қуйилади. Шундан кейин воронка (7) ни кутариб, жумрак (4) нинг тешигигача симоб тулдирилади. Натижада бюретка (5) хаводан тозаланади. Сўнгра воронка (1) ва бюретка (5) даги симоблар тенглаштирилиб, бюреткадаги симоб сатхининг баландлиги аниқланади.

Жумрак (4) очилиб, реакцион идиш (1) даги икки суюклик аралаштирилади. Стакан (3) олиб ташланиб, реакцион идиш (1) каттик аралаштирилади. Бу вақтда бюреткадаги симоб пастга туша бошлайди, бу жараён секинлашганда идиш (1) ни чайкатиш тухтатилади. Сўнгра идиш (1) стакандаги сувга солиб совитилади. Идиш совиганда бюреткадаги газнинг ҳажми камаяди ва кейин аста – секин оша бошлайди. Газнинг камайган ҳажми

белгилаб олинади ва нормал шароитга келтирилиб ҳисобланади. Гидроксил гуруҳнинг миқдори қуйидагича ҳисоблаб топилади:

$$x = \frac{0,00719 \cdot v \cdot 17 \cdot 100}{16 \cdot g};$$

бу тенгламада:

x – гидроксил гуруҳнинг миқдори, % ҳисобида;

0,00719 – 760 мм симоб устуни босими ва 0 °C ҳароратда 1 мл метаннинг оғирлиги, г ҳисобида;

v – метаннинг 760 мм симоб устуни босими ва 0 °C ҳароратда келтирилган ҳажми, мл ҳисобида;

17 – гидроксил гуруҳнинг молекуляр оғирлиги;

16 – метаннинг молекуляр оғирлиги;

g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида.

Метаннинг нормал шароитдаги ҳажмини ҳисоблашда пиридиннинг буғ босими (16 мм) ни чиқариб ташлаш керак. Агар полимер молекуласида аминогуруҳ ва иминогуруҳлар бўлса, бу усулда гидроксил гуруҳ миқдорини аниқлаб бўлмайди.

Вейлер усули. Конуссимон иккита колбага 0,2 г дан полимер, 12 % сирка ангидрид билан 88 % сувсиз пиридин аралашмасидан 10 – 15 мл қуйилади. Учинчи колбада намунасиз контрол тажриба ўтказилади. Колбаларнинг оғзи ёпилиб, 60 °C ли сув хаммомида полимер эриб кетгунча иситилади. Сўнгра колбалар совутилиб бир хил ҳажмда сув қуйилади ва эритмалар фенол – фталеин иштирокида калий гидроксиднинг 0,5 н ли эритмаси билан титрланади. Сирка ангидрид гидросил гуруҳлар билан қуйидагича реакцияга киришиши натижасида сирка кислота пиридин билан реакцияга киришиб, туз ҳосил қилади. Бу туз сувсиз шароитда жуда барқарор бўлиб, сув ва ишкор иштирокида парчланади. Полимер таркибидаги гидроксил гуруҳ миқдори қуйидагича топилади:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 0,0085}{g} \cdot 100$$

бу тенгламада:

x – полимер таркибидаги гидроксил гуруҳ миқдори, % ҳисобида;

a – калий гидроксид 0,5 н ли эритмасининг контрол тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

b – калий гидроксид 0,5 н ли эритмасининг асосий тажрибада титрлашга сарфланган миқдори, мл ҳисобида;

g – намунанинг оғирлиги, г ҳисобида;

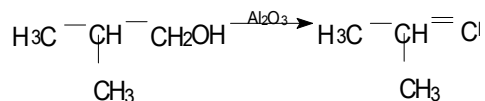
0,0085 – гидроксил гуруҳнинг калий гидроксид 0,5 н ли эритмасидан 1 миллилитрига эквивалент миқдори, г ҳисобида.

Такрорлаш учун саволлар

1. Функционал гуруҳ деганда нимани тушунасиз?
2. Бром сони нима ва уни қандай аниқлаш мумкин?
3. Кислота сони нима ва уни қандай аниқлаш мумкин?
4. Гидроксил сони нима ва уни қандай аниқлаш мумкин?
5. Кнопп эритмаси қандай таёрланади?

Тажриба иши № 3

Изобутил спиртини катализатор ёрдамида сувни ажратиб изопропил спиртини олиш.



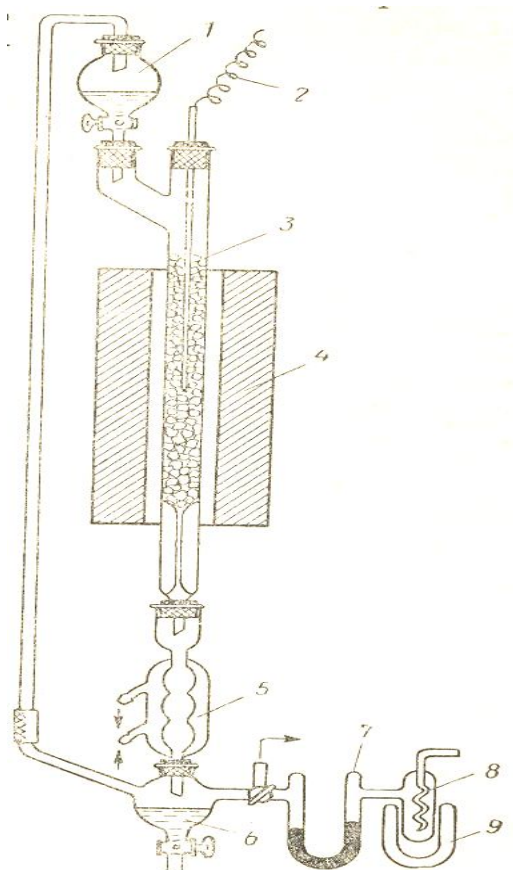
Изобутил спирти.....16 г,20 мл (0,21 г-мол)

Фаоллантирилган алюминий оксиди

Изобутил спиртининг дегидратация жараёни каталитик реакциялар учун мулжалланган курилмада олиб борилади (2 - расм). 2 – 3 см диаметрли ва 70 см узунликдаги реакцион шиша трубка вертикал холдаги трубали электр печга жойлаштирилади. Реакцион трубканинг ўрта қисмида 30 см масофада катализатор қатлами жойлаштирилган. Шиша тагликда жойлашган шиша вата катализатор қатламини пастдан ушлаб туради. Катализатор устидан қийин эрийдиган шиша қатлам жойлаштирилган.

Термопара катализатор қатлами ўрта қисмида жараённи ҳарорати назоратини таъминлаган ҳолда жойлашган.

Печни қўшиб, 330 – 350 °С ҳароратда катализатор қурилади. Йиғичда сув буғларининг конденсацияланишининг тугаши, катализаторни қуриб реакцияга тайёрлигини билдиради. Бюреткага 20 мл изобутил спирти қуйилади ва ундан минутага 10 – 15 томчи тезликда реакцион трубкага берилади. Ҳарорат 350 °С да ушлаб турилади. Изобутилен даражаланган шиша газометрда тупланади. Реакцияда катнашмаган спирт ва сув йиғичда конденсацияланади. Тозаланмаган изобутилен чикимини газнинг ҳажмини ўлчаб уни нормал шароитга ўтказиб аниқлаш мумкин. Газнинг ҳажмини аниқлаш учун, газометрдан бутилен билан бирга чиққан сувнинг ҳажми улчанади.



Расм-2. Изобутил спиртини катализатор ёрдамида сувни ажратиб изопропил спиртини олиши тажриба қурилмаси

1 – томчили воронка; 2 – термомпара; 3 – катализаторга тўла реакцион най; 4 – қувурли печ; 5 – совуткич; 6 – суёқ конденсат йиғгич; 7, 8 – реакция учувчан маҳсулотларини тутқич; 9 – қаттиқ углекислотали Дьюар идиши.

Газ ҳажмининг нормал шароитга ўтиши қуйидаги формула ёрдамида амалга оширилади:

$$V_0 = \frac{V_t (P_t - P) \cdot 273}{T \cdot 760}$$

бу ерда

V_0 - 760 мм. см. уст, ва 0^0C да газнинг ҳажми,

V_t – газометрда улчанган газнинг ҳажми,

P_t - атмосфера босими,

$P - t$ ҳароратда сув буғининг босими.

Қуйидаги жадвалда босимнинг ҳар хил ҳароратлардаги киймати берилган.

Босимнинг ҳар хил ҳароратлардаги киймати

T	P	t	P	t	P
10	9,2	15	12,8	20	17,5
11	9,8	16	13,6	21	18,7
12	10,5	17	14,5	22	19,8
13	11,2	18	15,5	23	21,1
14	12,0	19	16,5	24	22,4

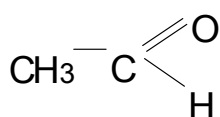
Тажриба иши № 4

Сирка альдегиди синтези

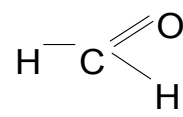
Назарий маълумот

Альдегид ва кетонлар молекуласи таркибида карбон $\begin{array}{l} \diagup \\ \text{C}=\text{O} \\ \diagdown \end{array}$ и бор органик бирикмалардир.

Альдегидларда карбонил гуруҳ бир валенти билан водородни, иккинчи валенти билан радикални бириктиради. Масалан,

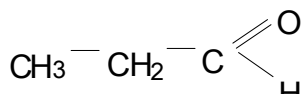


— сирка альдегид,
альдегид

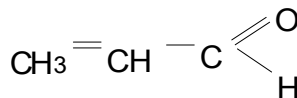


чумоли

Карбонил гуруҳ боғланган углеводород занжирининг табиатига кўра тўйинган ва тўйинмаган альдегидларга ажратилади. Масалан,

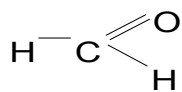


(пропаналь)

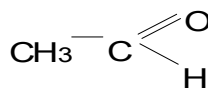


(винил альдегид ёки акролеин)

Альдегидларни номлашда альдегид оксидланганда қайси кислотага осон айланадиган бўлса, шу кислота номига альдегид сўзи қўшиб айтилади, масалан:

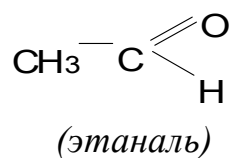
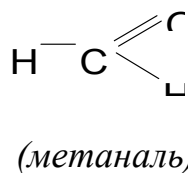


(чумоли альдегид)



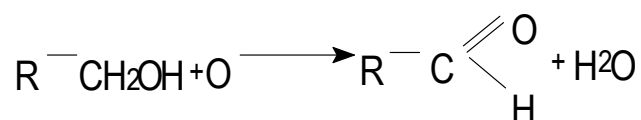
(сирка альдегид)

Женева номенклатурасига кўра альдегидларнинг номи тегишли углеводородларнинг номига “аль” қўшимчаси қўшиб ҳосил қилинади.

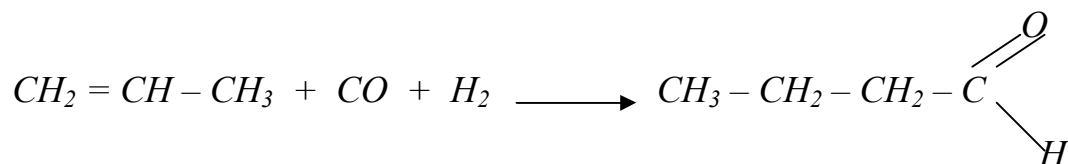
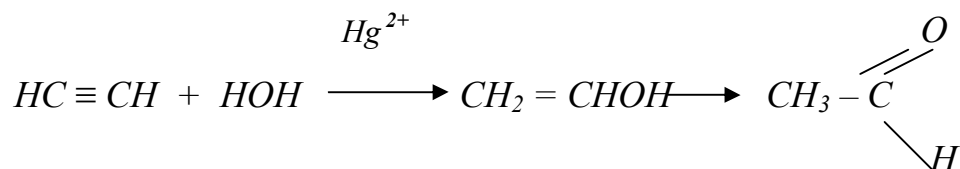


Альдегидлар бир неча хил усулларда ҳосил қилинади:

1. Бирламчи ва иккиламчи спиртларни дегидрогенлаш ҳамда занжирдаги углерод атомларида иккита галоген сақлаган ҳосилаларни сув билан қиздириш орқали олинади. Масалан:



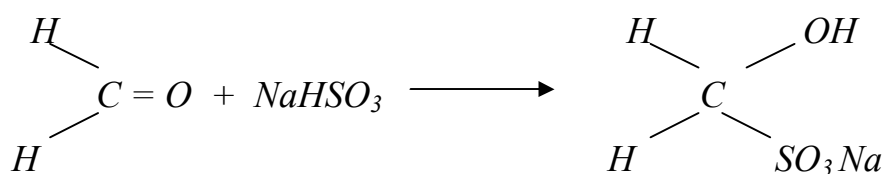
2. Ҳозирги вақтда ацетилен углеводородларига симоб тузлари иштирокида сув бирикитриш ҳам ососинтез усуллари билан ҳам ҳосил қилинади.



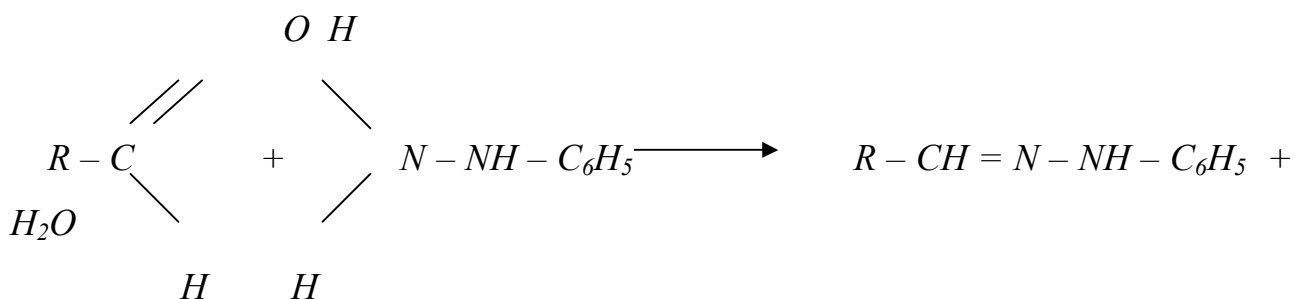
Альдегидлар молекуласида кутбланган карбонил $\begin{array}{c} \text{O} \\ || \\ - \text{C} - \end{array}$ гуруҳ борлиги уларнинг кимёвий реакциялардаги активлигига сабаб бўлади. Шунинг учун альдегидларга тўрт типдаги реакциялар характерлидир.

1. Альдегид молекуласи таркибидаги карбонил гуруҳга боғланган водород атомининг бевосита кучли таъсирида кимёвий реакцияларга кетонларга нисбатан осон киришади. Масалан: альдегидлар ҳаво кислороди (кумуш оксиднинг аммиакли эритмаси) мис (II) гидроксиди таъсирида оксидланиб кислоталарга айланади.

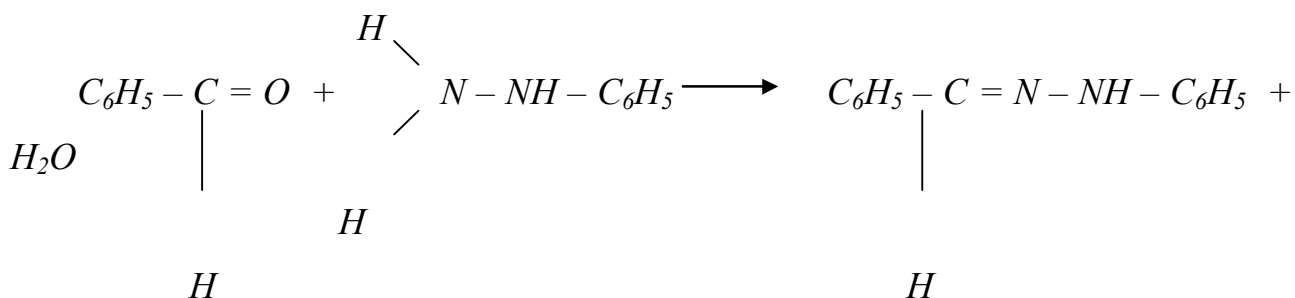
2. Альдегидлар водородни, натрий бисульфатни, цианид кислотани, магний органик бирикмаларни бириктириши мумкин. Альдегидлар натрий бисульфат билан осон бирикиш реакциясига киришади. Реакция тенгламаси қуйидагича ифодаланади:



3. Альдегидлар аммиакнинг гидразин $\text{H}_2\text{N} - \text{NH}_2$, фенилгидразин $\text{H}_2\text{N} - \text{NH} - \text{C}_6\text{H}_5$ каби ҳосилалари билан конденсатланиш реакцияларига киришиб, фенилгидразонлар ҳосил қиладилар. Масалан:



Бензой альдегидга фенилгидразин таъсир эттирилганда фенилгидразон ҳосил бўлади.



Фенил гидразонлар аниқ муайян ҳароратда суюқланадиган кристал бирикмалар бўлиб, альдегид ва кетонларни аниқлашда ишлатилади. Фенилгидразонлар кислоталар таъсирида парчаланиб, эркин альдегидларга қайтарилади.

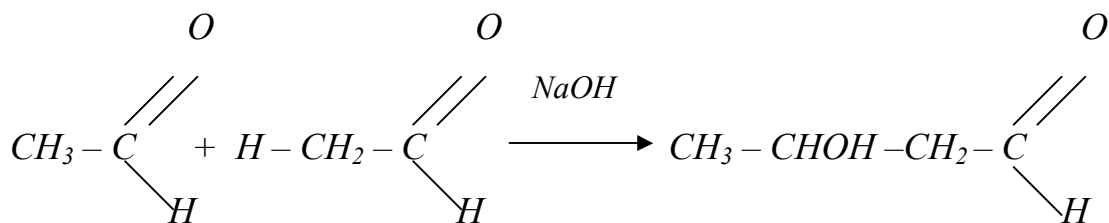
4. Альдегидлар осон полимерланади. Масалан, чумоли альдегид катализатор иштирокида полимерланиб полиформальдегид ҳосил қилади, бу пластмассалар механик жиҳатдан жуда мустаҳкамлиги учун рангли ва қора металллар ўрнида ишлатилади.

Ишқорий муҳитда сирка альдегиднинг молекуласи бир – бири билан бирикиб, конденсатланиш реакциясига киришади. Бу реакция икки хил йўналишда бориши мумкин:

а) альдол конденсацияси – сув ажралмайди.

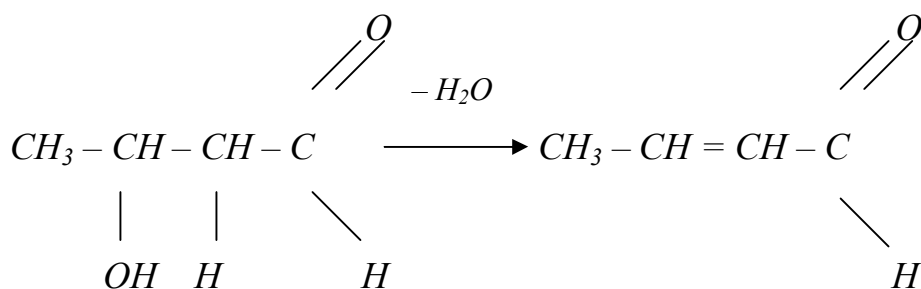
б) кротон конденсацияси – сув ажралиши билан боради.

Сув ажралмай борадиган конденсатланиш реакциясида, бир молекула альдегиднинг карбонил гуруҳидаги кислороднинг қўшбоғи узилиб, унга иккинчи альдегид молекуласининг карбонил гуруҳси ёнида турган углероднинг водород атоми келиб бирикади.

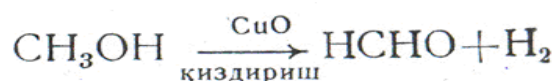
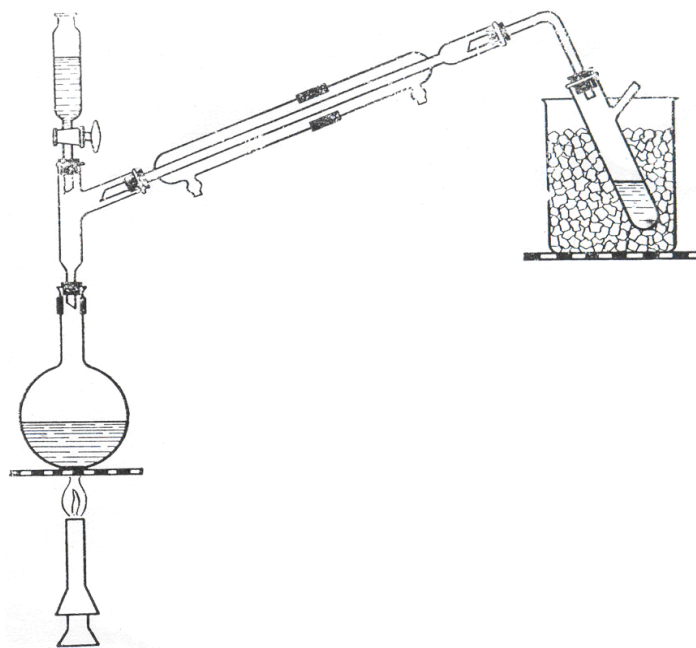


Ҳосил бўлган бирикма альдегидоспиртлар синфига киради. Шунинг учун бу реакция альдоль конденсатланиш реакцияси дейилади.

Ҳосил бўлган альдолдан кейинчалик бир молекула сув ажралиб, у тўйинмаган кротон альдегидига айланади:



Реакция давом эттирилса, смоласимон рангли юқори молекуляр мода ҳосил бўлади. Бу типдаги реакцияларга формальдегиддан ташқари, ёғ қаторидаги ҳамма альдегидлар киради.

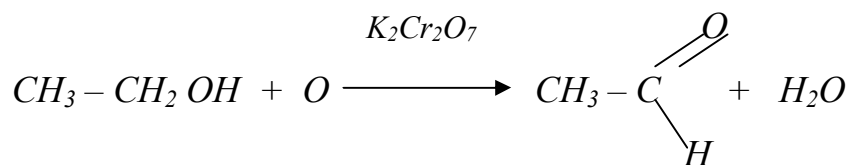


Расм-3. Сирка альдегид синтез қилиш тажриба қурилмаси

Ишнинг бориши

Реактивлар: 5 мл этил спирти, 7,5 мл сув, 2 мл концентранган сульфат кислота, 5 г калий бихромат, 18 мл 20 % ли сульфат кислота.

Расмда кўрсатилганидек асбоб йиғиб, 100 мл ҳажмли юмалоқ тубли колбага 5 мл этил спирт, 7,5 мл сув, 2 мл концентранган сульфат кислота қуйилади. Бошқа идишда 5 г калий бихромат $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ тузидан олиб, унга 20 % ли сульфат кислотанинг эритмасидан 18 мл қўшилади. Ҳосил бўлган аралашмада туз эриб кетгунча қиздирилади. Тайёрланган эритма томизгич воронкаси орқали аста –секин колбага томчилатиб қуйилади. Колба қиздирилса, реакция бошланиб, сирка альдегид буғи ажралиб чиқа бошлайди. У совиткич орқали кабул идишга йиғилади. Сирка альдегид 20 – 21⁰С да қайнайдиган суюқлик бўлгани учун, кабул идиши муз билан совитиб турилади. Сирка алдегидининг ҳосил бўлиш реакция тенграмаси қуйидагича ифодаланади:

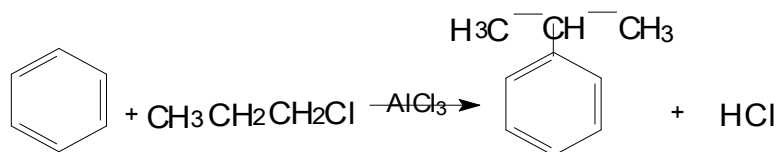


Такрорлаш учун саволлар

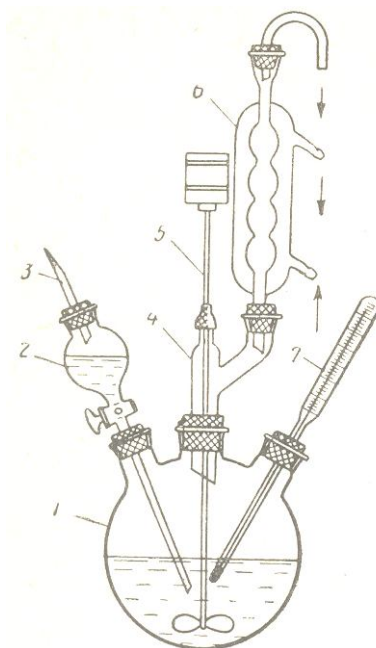
1. Альдегидларда қандай функционал гуруҳ бўлади ва тузилиш формуласини ёзинг.
2. Сирка альдегид а) натрий бисульфат б) гидросиламин билан қандай реакцияларга киришади? Реакциялар тенгламаларини ёзинг.
3. Сирка, пропион, ёғ альдегидларининг альдол конденсатланиш реакциялари тенгламаларини ёзинг.
4. Толуолдан бензальдегид олинишининг икки хил усулини келтиринг.
5. Сирка альдегиди синтезида қайси кучли оксидловчи ишлатилади? Оксидланиш реакцияси тенгламасини ёзинг.

Тажриба иши № 5

Изопропилбензолни оксидлаш.



Реактивлар: 114 мл сувсиз бензол, тиофендан тозаланган бензол, 11 мл, пропил хлорид, 2 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, натрий гидроксид (10 %) ли эритмаси), хлорид кислота 10 % эритмаси, магний сульфат ёки кальций хлорид.



Расм-4. Изопропилбензолни оксидлаш тажриба қурилмаси

1 – реакция қолба; 2 – томизгич воронка; 3 – капилляр; 4 – икки тирсагли форштос; 5 – аралаштиргич; 6 – тесқари совутгич; 7 – термометр.

Ишни мурили шкафта бажарилади: Териға алюминий хлорид тегишидан эҳтиёт бўлинг. Реакция сиғими 300 млли туби юмалоқ икки шохли форштос ёрдамида томизгич воронка, водород хлоридни тутиб олувчиси асбоб ва қайтарма совутгич уланган қолбада олиб борилади. Совутгач ва томизгич воронка кальсий хлоридли найлар билан беркитилади. Сув ҳаммомида туширилган қолбага 80 мл бензол ва 2 г яхшилаб майдаланган алюминий хлорид солинади. Унга аста секин 11 мл пропил хлориднинг 34 мл бензолдаги эритмаси томчилатиб қўшилади. Шу вақтда реакция аралашманинг ҳарорати 80 °С атрофида бўлиши керак. Пропил хлоридни

ҳаммасини қўшиб бўлгач, водород хлорид ажралиб чиқиши тўхтагунча қиздириш давом эттирилади. Реакция ниҳоясига етганлиги қуйидагилардан аниқланилади.

А) кўк лакмус қоғознинг кўкармаслигидан ,

Б) аммиакли пробирка найча учига яқинлаштирилганда тутун чиқмаслигидан . Сўнгра реакцион аралашма стакандаги музли сувга қуйилади ва алюминий гидроксид хлорид кислота билан эритилади. Кейин аралашмани ажратгич варонкага қуйиб устки изопропил қавати ажратилади, натрий гидроксиднинг суюлтирилган эритмаси билан ва нейтрал муҳит ҳосил бўлгунча сув билан магний сульфат ёки кальсий хлорид ёрдамида қуритилади. Бензол ҳайдалади, ундан сўнг $151\text{—}153\text{ }^{\circ}\text{C}$ да қайнайдиган изопропил бензол фракцияси йиғидади. Изопропилбензол миқдори 11 г.

Изопропил бензол (кумол) –рангсиз суюқлик, сувда эрмайди, спирт, эфир, ацетон, хлороформ ва бензоллар билан яхши аралашади. Молекуляр массаси 120,19 қайнаш ҳароратси $152,4\text{ }^{\circ}\text{C}$, суюқланиш ҳароратси $-96,3\text{ }^{\circ}\text{C}$. Осон алангаланади ва портловчи буғ-ҳаво аралашмасини ҳосил қилади.

Такрорлаш учун саволлар

1. Ароматик углеодородларни таърифланг ?
2. Изопропилбензолни физик хоссаларини айтинг ?
3. Изопропилбензолни структура формуласини ёзинг ?
4. Изопропилбензолни олишда реакция ниҳоясига етганлигини қандай билиш мумкин ?

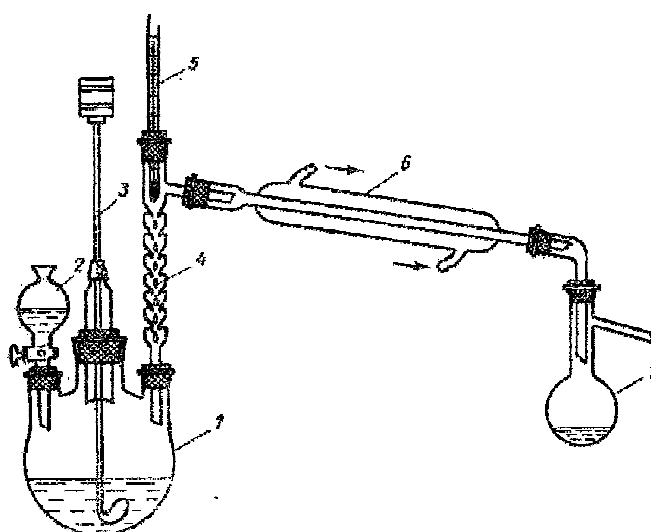
Тажриба иши № 6

Нормал тузилишга эга бўлган туйинган углеводородларни сульфурлаш йули билан алкилсульфанатлар олиш.

o – ва n – Толуолсульфохлоридлар



Реактивлар: 13,3 мл толуол, 48,5 г хлорсульфон кислота, тетрачлорметан, диэтил эфир, кальций хлорид. Иш мўрили шкафта, мўри ишлаб турганда бажарилади!



Аралаштиргич, томизгич воронка ва қайтарма совитгич уланган уч оғизли 200 мл сиғимли туби юмалоқ колбага 48,5 г хлорсульфон кислота солинади.

Колба доимо аралаштирилиб турилган ҳолда, ташқи томондан туз ва муз аралашмасида совитилади ва аста – секин 13,3 мл толуол томизилади. Толуолнинг ҳаммаси қуйиб бўлингандан сўнг реакцион аралашма совитилган ҳолда яна 6 – 8 соат аралаштирилади. Кейин аралашмани эҳтиёткорлик билан, шиша таёқча ёрдамида аралаштириб туриб, 125 – 150 г майда муз бор чинни косачага ағдарилади. Кристалланган n – толуолсульфохлорид шиша фильтрли воронка да мойдан ажратилади. Мойни сувдан ажратиб бир кун музлатгичда қолдирилади. Бунда яна бир қанча n – толуолсульфохлорид ҳосил бўлади. Фильтратда қолган мойсимон маҳсулот 20 – 30 мл углерод тетрачлоридда эритилиб, кальций хлорид билан қуритилади. Эритувчи ҳайдалиб бўлгач,

қолган суюқлик вакуумда (10 мм.см. уст.) 126 °С да хайдаб олинади. о – толуолсульфохлорид миқдори 8 г.

Илгариги олинган п – толуолсульфохлорид эфирда қайтадан кристаллан-тирилади, бунда 9 г п – толуолсульфохлорид ҳосил бўлади.

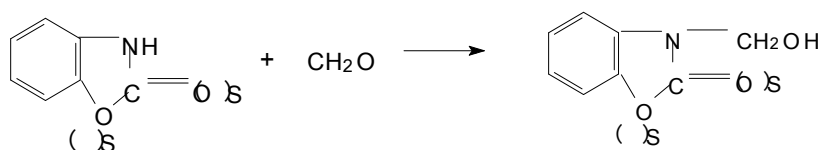
п – толуолсульфохлорид – ёқимсиз ҳидли қаттиқ модда, сувда эримайди, спиртда, эфирда, бензолда эрийди. Молекуляр массаси 190,64; суюқланиш ҳароратси 69 °С; қайнаш ҳароратси 145 °С (15 мм. сим. уст.).

о – толуолсульфохлорид – сувда эримайдиган қаттиқ модда. суюқланиш ҳароратси 67,5 °С; қайнаш ҳароратси 126 °С (10 мм. сим. уст.).

Тажриба иши № 7

Гетероҳалқали бирикмаларнинг гидроксиметил ҳосилаларни синтез қилиш услубиёти

Умумий реакция схемаси:



N-гидроксиметилбензтиазолтион- 16,7 г бензтиазолтион қайноқ спиртда эритилди ва унинг устига 20 мл 38,0 % ли формалин солинди. Сарик рангли кристаллар ҳосил бўлди, уни филтрлаб қуритилди. Чиқим 19,0 (96,5 %). $T_{\text{суюқ}} = 399-400 \text{ К}$.

N-гидроксиметилбензтиазолон- 15,1 г кукунсимон бензтиазолонни 1 л ли конуссимон колбага солиб 800 мл дистилланган сувда қайнатилди, сўнгра 20 мл 40,0 % ли формалин солинди, бентиазолон тўлиқ эригандан сўнг қайноқ эритма филтрланди ва хона ҳароратида совутилди. Игнасимон оқ кристаллар филтрланди, бир неча марта совуқ сувда ювилди, ҳавода қуритилди. Чиқим 13,5 г (96,4 %). $T_{\text{суюқ}} = 398-401 \text{ К}$.

N-гидроксиметилбензоксазолтион - 15,1 г кукун қилиб майдаланган бензоксазолтион 800 мл қайноқ дистилланган сувда эритилди, сўнгра 20 мл 40,0 % ли формалин билан аралаштирилди, қайноқ эритма филтрланди ва хона

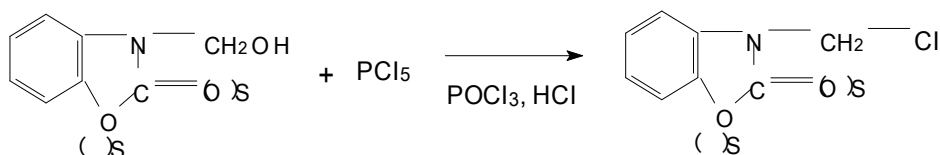
хароратида бир кеча қолдирилди. Игнасимон кристаллар Бюхнер воронкасида Бюнзен колбаси ва сув насоси ёрдамида филтрланди, бир неча марта сув билан ювилгандан сўнг ҳавода қуритилди. Чиқим 17,8 г (98,28 %). $T_{\text{суюк}} = 399-400 \text{ К}$.

N-гидроксиметилбензоксазолон- 13,5 г кукунсимон бензоксазолон 250 мл сувда 85 С да қайнатилди ва 14 мл 33,0 % ли формалин солинди, бензоксазолон тўлиқ эригандан сўнг тезда филтрланди ва 20 соат давомида хона хароратда қолдирилди. Ҳосил бўлган кристаллар Бюхер воронкасида филтрланди ва бир неча марта совуқ сувда ювиб хона хароратида қуритилди. Чиқим 82,0 %. $T_{\text{суюк}} = 396-397 \text{ К}$.

Гетероҳалқали бирикмаларнинг галогенметилҳосилаларини синтез

қилиш методикаси

Умумий реакция схемаси:



N-хлорметилбензтиазолон- 9,05 г кукун қилинган N-гидроксиметилбензтиазолон колбага солиб унга 60 мл 45,0 % ли хлорид кислотаси қўшилди. Реакцион аралашма 10 минут давомида аралаштирилди. Ҳосил бўлган оқ кристаллар филтрланди ва нейтрал муҳитгача совуқ дистилланган сув билан ювилди. Чиқим 9,4 г (94,6 %). Хлороформда қайта кристаллангандан сўнг $T_{\text{суюк}} = 370-372 \text{ К}$ тенг бўлди.

N-хлорметилбензоксазолтион- Уч бўғизли 500 мл ли колбага 36,2 г N-гидроксиметилбензоксазолтион солиб 150 мл хлороформда 313 К хароратда эритилди ва 6 мл тионилхлорид қўшилди. Реакцион аралашма 40 минут давомида қолдирилди. Сўнгра қуруқ муз ва ацетон аралашмаси ёрдамида совутиб аралашмада ҳосил бўлган кристаллар филтрланди ва вакуум эксикаторда КОН остида қуритилди. Чиқим 24,6 г (62,5 %). $T_{\text{суюк}} = 415-417 \text{ К}$.

N-хлорметилбензоксазолон – 4,95 г майдаланган N-гидроксиметилбензоксазолон ва 45 % ли хлорид кислота аралаштирилди ва 10 минут давомида

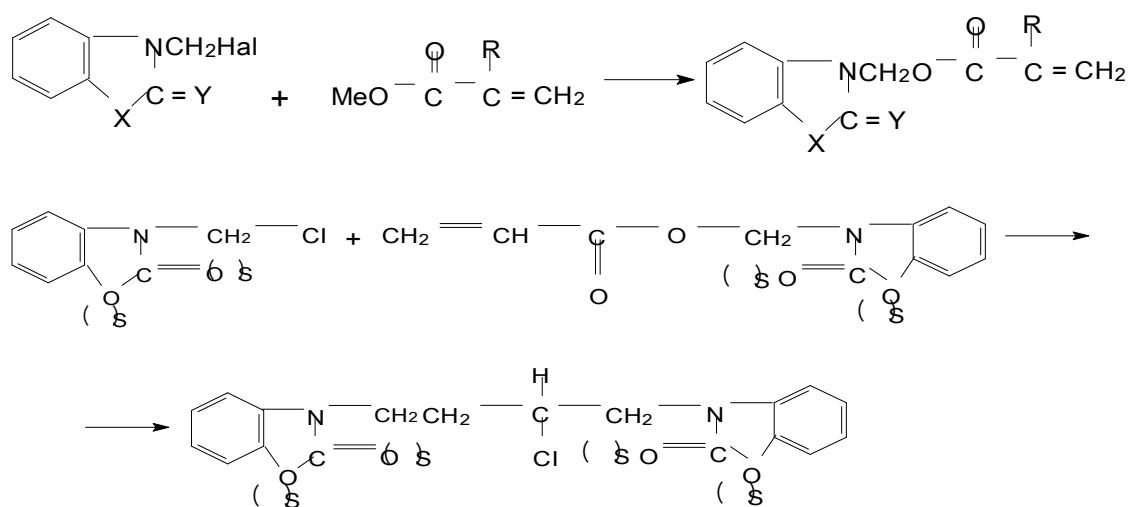
қиздирилди. Ҳосил бўлган маъсулот филтрланди, нейтрал мухитгача совук сувда ювилди. Чиқим 5,0 г (91,0 %). $T_{\text{суюк}} = 475 \text{ К}$.

N-бромметилбензтиазолтион- Ҳажми 500 мл ли уч бўғизли колбага аралаштиргич, тескари совутгич, томчилатгич варонка ўрнатилди. Колбага 19,7 г N-гидроксиметилбензтиазолтион солиб 200 мл хлороформда эритилди. Реакцион аралашмани қиздириб аралаштириб турган ҳолда 54,г PBr_3 солинди. Реакция 1,5 соат давом этгандан сўнг, концентрланган эритма ҳосил бўлгунча хлороформ хайдалди. Ҳосил бўлган кристаллар Бюхнер варонкасида филтрланди ва совук этанол билан ювилди. Вакуум эксикаторда KOH остида қурилди. Чиқим 18,7 г (72,0 %).

(Мет)акрил кислотаси гетероҳалқали эфирларини синтез қилиш

Метакрил кислотаси бензтиазолтионметилен эфири – Уч бўғизли колбага механик аралаштиргич, тескари совутгич ўрнатилди ва унга 26,0 г N-бромметилбензтиазолтион солиб 250 мл ацетонда эритилди, аралаштириб турган ҳолда 10,8 г майдаланган натрий метакрилатдан оз- оздан қўшилди. Реакция хона ҳароратида 60 минут давомида олиб борилди. Натрий бромид ажратилгандан сўнг ацетон вакуумда хайдалди. Кучсиз сариқ – оқ рангли кристаллар ҳосил бўлди. Олинган маҳсулот ацетон : сув (5:1) аралашмасида уч марта қайта кристалланди. Чиқим 22,8 г (83,6 %). $T_{\text{суюк}} = 353\text{-}354 \text{ К}$.

Асосийреакция тенгламаси схемаси:



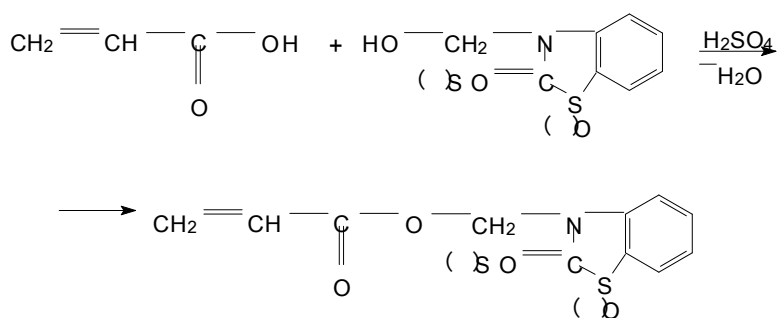
Метакрил кислотаси бензтиазолонметилен эфири – N-хлорметил-бензтиазолонга метакрил кислотаси натрийли тузи таъсир қилдирилди. Реакция 323К да 80 минут давомида олиб борилди. Ҳосил бўлган маҳсулот ацетон : сув (5:3) аралашмасида қайта кристаллангандан сўнг $T_{\text{суюк}} = 355 \text{ K}$ га тенг бўлди.

Метакрил кислотаси бензоксазолтионметилен эфири – 24,4 г N-хлорметилбензоксазолтион 200 мл қуруқ бензолда эритилди ва аралаштириб турган ҳолда оз-оздан 21,6 г метакрил кислотаси натрийли тузидан қўшилди, бир соат реакцияни давом эттиргандан сўнг реакция аралашма ҳарорати хона ҳароратигача камайтирилди, натрий хлорид чўкмаси филтрланди, бензол вакуумда ҳайдалди, ҳосил бўлган чўкма калий гидроксид ёрдамида вакуум эксикаторда қуритилди. Чиқим 22,7 г (91,2 %). Мономерни ацетонда 3 марта қайта кристаллангандан сўнг $T_{\text{суюк}} = 364\text{-}365 \text{ K}$ га тенг бўлди.

Метакрил кислотаси бензоксазолонметилен эфири – уч бўғизли колбага механик аралаштиргич, тескари совутгич ўрнатилди ва 45,6 г N-хлорметилбензоксазолон солиб 350 мл қуруқ ацетонда эритилди, аралаштириб турилган ҳолда 43,2 г натрий метакрилат бўлиб – бўлиб солинди. Сўнгра реакция аралашма 323 К ҳароратда 1,5 соат давомида аралаштирилди. Эритувчи ацетон ҳайдалгандан сўнг, чўкма филтрланди ва ҳавода қуритилди. Чиқим 87,5 %. $T_{\text{суюк}} = 359\text{-}360 \text{ K}$.

Этерификация реакциясини бажариш усубиёти

Акрил кислотаси гетероҳалқали эфирларини этерификациялаш реакцияси ёрдамида синтез қилиш. Асосий реакция тенгламаси схемаси:



Вюрц колбасига 19,7 г гетероҳалқали бирикма гидроксиметилҳосиласини бензолдаги эритмасидан солиб, унинг устига эҳтиётлик билан аралаштириб туриб 2,5 мл концентранган сульфат кислота қўшилади.

Шундан кейин колбага тескари совуткич уланади. Томизгич воронкани колбага бириктириб, колбани мой ҳаммомида 140 °С гача қиздирилади (термометр ҳаммом ичига тушиб туриши керак). Қиздирилган суюқликга аста – секин воронка орқали 6,7 мл акрил кислотаси 2 соат давомида қўшилади ва 140 °С да ҳосил бўлаётган мураккаб эфир чўкмага тушади.

Реакция тамом бўлгандан кейин таркибида акрил кислота қўшимчаси бор дистиллят натрий карбонатнинг концентрланган эритмаси билан нейтралланади. Натрий карбонат эритмаси аста – секин шиша таёқча билан суюқликни аралаштириб туриб қўшилади (CO₂ газининг ажралиб чиқиши натижасида аралашма кўпиради) аралашманинг эфир қисмига туширилган кўк лакмус қоғоз кизаргунча сода эритмаси қўшилади. Акрил кислотаси гетероҳалқали эфири пастги сув каватдан Бюхнер воронка ёрдамида ажратилади Унинг унуми 21,3 г (85,0 %). Акрил кислотаси гетероҳалқали эфирлари, игнасимон рангсиз кристалл модда. Эфир, хлороформ, бензолда яхши эрийди, этанол, сувда эримайди. Молекуляр массаси 251; суюқланиш ҳарорати 81,6 °С.

Гидролизланган полиакрилонитрилни олиниш усули

Нитрон толаси чиқиндисини гидролизлаш сульфат кислота иштирокида тескари совуткич ва термометр ўрнатилган ҳажми 500 см³ реакцион колбада маълум методика ёрдамида амалга оширилди.

Колбага майдаланган нитрон толаси чиқиндисидан керакли миқдорда (10 г) солинди ва унга ҳисобланган миқдорда суюлтирилган сульфат кислота қуюлади. Реакцион аралашма ҳарорати -15 – 20 °С гача NaCl қўшилган муз ёки суюқ азот ёрдамида совутилди. Эритмадан гидролизланган полиакрилонитрилни ажратиш сувсиз метанол ёрдамида чўктириш йўли билан амалга оширилди. Филтрланган полимерни сульфат кислотадан тозалаш учун уни совуқ метил спирти билан ювилди. Сульфат кислота қолдиғи тугаганлиги SO₄²⁻ ионларига хос сифат реакцияси ёрдамида назорат қилинди. Махсулот вакуум – қуритиш шкафида 10 – 15 мм.сим.уст. да қиздирмасдан қуритилди, сўнгра кальций хлорли қуритгичли эксикаторда сақланди ва майдаланди. Паст

хароратда сульфат кислота иштирокида олинган полимер эластик сариқ-қизғиш рангли маҳсулот, сувда, кучсиз суюлтирилган кислота ва ишқорларда эрийди.

Нитрон толаси чиқиндиси сульфат кислота иштирокида 110 – 140 °С совуқ хароратда аналогик методика бўйича амалга оширилди. Маҳсулот реакцион аралашмадан ацетон ёрдамида чўктириб ажратилди. Кислота қолдиғини йўқотиш учун полимер сув билан ювилди, сўнгра вакуум-қуритиш шкафида ва кальций хлоридли эксикаторда қуритилди. Гидролизланган полимер оқ кукунсимон кўринишга эга.

Тажриба иши №8

Полимерланиш услубиёти

Эпихлоргидрин билан бензтиозолинонлар, N-бензтиозолинонлар полимерланиш кинетикасини ўрганиш гравиметрик ва дилатометрик усулларда амалга оширилди. Дилатометрик усулда полимерланиш жараёнида реакцион аралашманинг ҳажмини камайиб бориши билан полимер унуми аниқланади.

Мономерни полимерга айланиш даражаси қуйидаги формула билан (оғир/мик % ларда) ҳисобланади.

$$q = \frac{\Delta V}{V_0 \cdot K} q = \frac{\Delta V}{V_0 * K}$$

V - маълум вақт оралиғидаги реакцион аралашма ҳажмининг ўзгариши, мл;

K - мономер аралашмаси ҳажмининг тўлиқ полимерланишда ўзгариши, яъни камайиш контракция коэффиценти.

Контракция коэффиценти мономер ва полимернинг зичлигига боғлиқ бўлиб у қуйидаги формула билан ҳисобланади.

$$K = \frac{\frac{1}{\rho_m} - \frac{1}{\rho_n}}{\frac{1}{\rho_n}}$$

буерда: d_m ва d_n - мономер ва полимерни тегишлича бўлган зичликлари, г/см³.

Дилатометрик усул-полимерланиш жарёнид амуайян вақтда реакцион аралашманин ҳажмини ўлчашга асосланган [118,119]. Полимернинг ҳосил бўлиш миқдори қуйидаги формула бўйича ҳисобланади:

$$P = \pi D^2 \frac{100}{\frac{d_n - d_m}{d_m} \cdot V} (h_0 - h_1)$$

бунда: D – капилляр диаметри, см;

d_n - полимер зичлиги, г/см³ ;

d_m - мономер зичлиги, г/см³ ;

V - жараён бошланишидаги мономер ҳажми, см³ ;

h_0 – капиллярдаги бошланғич баландлик даражаси, см;

h_1 – вақт бирлигида капиллярдаги суюқлик баландлиги, см.

Дилатометрни тўлдириш вакуумда қуйидагича олиб борилди: ҳайдалган мономернинг ҳисобланган миқдори дилатометр колбачасига жойланади. Бошқа идишда эритувчи ёки эритма аралашмаси жойлаштирилади. Таркибида эпихлоргидрин билан бензтиозолинонлар ва эритувчининг умумий миқдори дилатометрнинг умумий ҳажмига мос келади. Дилатометрни ретортасимон қисми капилляр билан шлиф орқали боғланади.

Эпихлоргидрин билан бензтиозолинонлар ва эритувчили идиш суюқ азот билан совутилади. Системадан вакуум насос ёрдамида ҳаво тортиб олинди. Кейинчалик ҳавосизлантириш учун кетма-кет вакуумда эритмалар музлатилади, лекин ҳар бир музлатилганда системадаги ҳаво вакуум насос орқали тортиб олинади. Сувсизлантирилган ва газсизлантирилган мономер ва эритувчи дилатометрга солинади, вакуум қурилмасидан ечилиб термостатга уланади. Ҳарорат $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ аниқликгача ушланади. Реакцион аралашмани магнит мешалка ёрдамида аралаштирилиб турилади. Аралаштириш дилатометр ичида олиб борилади. Системани ўрнатишдан олдин ҳар эҳтимолга қарши натижаларни қайтадан текширилиб кўрилади.

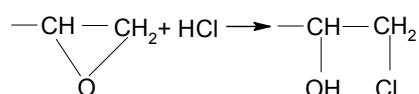
Дилатометрни андозалаш услубиёти. Реакцион система ҳажмининг ўзгаришини ҳисоблаш учун, даставвал капилляр радиус симоб ёрдамида ўлчанади. Симобнинг аниқланган миқдори капиллярга жойлаштирилди ва капиллярнинг узунлиги бўйлаб ҳаракатлантирилди, сўнгра маълум узунликни эгаллагач, тўхтатилади. Мазкур усул билан шундай капилляр танландики, бутун узунлик бўйича симобнинг сатҳи бир хил баландликни эгаллади,

узунлик бўйича капилляр диаметри бир хиллигини кўрсатди. Капилляр диаметри қуйидаги формула бўйича ҳисобланди.

$$D = \frac{4 P}{\pi d h}$$

буерда: P – капиллярдаги симоб массаси, г. d – маълум ҳароратдаги симоб зичлиги, г/см³. h – капиллярдаги симоб баландлиги, см.

Эпоксид гуруҳини аниқлаш. Полимер таркибидаги эпоксид гуруҳига водород хлоридни бирикиб хлоргидрин ҳосил бўлишига асосланган, буни қуйидаги схема буйича кўрсатиш мумкин.



Гидрохлоридлаш реакциясини олиб боришда ҳар хил эритувчилар ишлатилади. Масалан: ацетон, пиридин ва хлороформ аралашмаси, диоксан, мураккаб эфирлар ва ҳоказолар. Эритувчилар секин-асталик билан қуритилади, сабаб таркибидан H₂O олиб чиқарилмаса қўшимча реакция бориши мумкин. Баъзи ҳолда эпоксиднинг фоиз миқдори аниқланмай, балким «эпоксид эквивалент» ёки «эпоксид сони» аниқланади.

Текшириладиган полимердан (0,2-0,6) 0,0002 г аниқликгача ўлчаб олиниб конуссимон колбага солинади. Унинг устига 30 см³ 0,2 н HCl кислотанинг ацетондаги эритмаси солинади, колба оғзи яхшилаб беркитилиб 2,5 соат сақланади ва унинг устига 10 мл ацетон қўшилади, сўнгра 0,1 н NaOH эритмаси билан индикатор сифатида фенольфталейндан фойдаланиб титрланади. Эпоксид гуруҳи x (%) миқдори қуйидаги формула билан ҳисобланади:

$$X = (V_1 - V_2) \frac{F \cdot 0,0043 \cdot 100}{g}$$

Бу ерда V_1 -титрлаш учун кетган NaOH назорат эритма намунаси миқдори, см³.

V_2 -талил қилинаётган намунани титрлашга кетган NaOH миқдори, см³.

F - 0,1н NaOH эритмаси учун тузатиш коэффициентини.

g - текшириладиган полимер намунаси массаси, г.

Дизел ёқилғисининг қуйи ҳароратдаги хоссаларини аниқлаш усуллари

Дизел ёқилғисини турғунлаштирувчи моддаларнинг самарадор-лигини баҳолаш учун учта: қуюлиш ҳароратини аниқлаш, лойқаланиш ҳарорати ва филтрлаш ҳарорати қуйи чегарасини аниқлаш усул қўлланилади.

1. Қуюқланиш ҳароратини аниқлаш усули. Дизел ёқилғисини қуюлиш ҳароратини (T_K) аниқлаш ГОСТ 20287-91 асосида амалга оширилади.

Бу методикага асосан дизел ёқилғисини ҳар 30 мм дан даражаланган узунлиги 160 мл ва диаметри 20 мм бўлган қопқоқли стандарт пробиркага солинади. Пробиркага (ТН-8) термометр бириктирилади, термометр тугунчаси солинган суюқликдан 10 мм юқорида ўрнатилади. Пробиркадаги намуна термостатда қиздирилади, сувнинг ҳарорати 60 ± 1 °С бўлиши лозим. Сўнгра пробирка ҳарорат 30 °С гача келгунча ҳавода сақланади. Сўнгра пробирка совутгичга ўрнатилиб $+15$ °С совутилади.

Совутилгандан сўнг ўрганилаётган маҳсулот фреонли **криостатда** совутилади. Маҳсулот совутилгандан сўнг қуюлиш ҳароратини аниқлаш учун пробирка криостатдан олинади ва 45 ° га қийшайтирилади ва суюқликда менск ҳолати кузатилади. Агар менск араланиб кетса пробирка яна термостатга жойлаштирилади ва қиздирилади, сўнгра қайтадан 4 °С ҳароратда (T_K) аниқланади. Қуюлиш ҳароратига қаралади, менск доимий ўзгармаслиги кузатилади. Менск 1 ° ҳарорат ортганда ўзгаради. Бир неча параллел ўлчамлар натижасида $0,1-0,2$ °С ораликда эканлиги аниқланади.

Қўндирма қўшилган дизел ёқилғиси қуюлиш ҳарорати аналогик ҳолда ўлчанади. Олдиндан дизел ёқилғисида 10 % ли турғунлаштирувчи қўндирма эритмаси тайёрланади.

Маълум концентрацияли турғунлаштирувчи қўндирма эритмаси намунаси дизел ёқилғисига аралаштирилади ва ёпиқ иситиш асбобида $40-60$ °С гача қиздирилади, қўндирма тўлиқ эригандан сўнг, намуна хона ҳароратигача совутилади ва стандарт намуна олиб қуюлиш ҳарорати аниқланади.

Лойқаланиш ҳароратини аниқлаш услубиёти

Лойқаланиш ҳарорати қуйидаги тартибда ГОСТ 5066-91 бўйича аниқланади. Дизел ёқилғиси узунлиги 160 мм ва диаметри 20 -30 мм оралликда ўлчов белгиси қўйилган қалпоқли стандарт пробиркага солинади. Пробиркага ТН-8 маркали термометр пробирка ўқи бўйлаб бириктирилади. Термометр тугунчаси суюқлик солинган пробирканинг пастки қисмидан 15 мм юқорига ўрнатилади. Пробиркага симдан тайёрланган аралаштиргич жойлаштирилди. Ўрганилаётган намуна солинганган пробирка 60 °С ли сувли термостатда қиздирилади. Сўнгра ҳарорат 30 °С бўлгунча пробирка фреон билан совутадиған совутгичга жойлаштирилади. Совутиш вақтида 1 минутда 60 дан 250 гача ҳаракат тезликда аралаштиргич ёрдамида аралаштиририлади, ҳар 15 секунда аралаштириб турилади. Ҳарорат 5 °С бўлгандан лойқаланиш ҳароратини кузатиш учун пробирка совутгичдан олинади, тоза дока билан артилади, этил спирт билан ҳўлланади ва электр лампа ёруғлигида ёқилғи ҳолати кузатилади ва тиниқ эталон билан солиштирилади. Агар пробиркадаги ёқилғи тиниқ шаффоф бўлса, яна қайта совутгичга қўйилади, ҳарорат ҳар градусга совуганда кузатиш қайт қилиб борилади.

Қўндирма солинган дизел ёқилғисини лойқаланиш ҳарорати олдиндан тайёрланган 10 % ли турғунлаштирувчи қўндирма қўшилган дизел ёқилғисида анологик ҳолда ўрганилади. Маълум концентрацияли турғунлаштирувчи қўндирма эритмаси қўшилган дизел ёқилғиси намунаси 80 °С гача иситгичда қиздирилади, турғунлаштирувчи қўндирма дизел ёқилғисида тўлиқ эригандан сўнг 30 °С гача ҳавода совутилади ва қалпоқли стандарт пробиркага солиб совутгичга қўйиб лойқаланиш ҳарорати аниқланади.

Филтрланиш қуйи ҳароратини (совуқ филтлда) аниқлаш усули

Дизел ёқилғиси филтрланиш чегаравий ҳароратини аниқлашда Белгород тажриба – синов ҳароратини аниқлаш заводи томонидан ишлаб чиқарилган ярим автоматик ПАФ қурилмаси ишлатилади. Қурилма таркибига филтр, ўлчов идиши, қобуқ, уч тамонлама каран, U- симон монометр, вакуумли насос, буферли эритма ва бошқалар киради.

Қурилманинг асосий элементи фильтр ҳисобланади, у диаметри 15 мм.ли зангламайдиган пўлат симдан тайёрланган диаметри 15 мм.ли тўрдан иборат.

Фильтрга ҳажми 20 см^3 бўлган даражаланган белги бириктирилган. ГОСТ 22254-92 бўйича филтрлаш қуйи ҳарорати (T_{ϕ}) қуйидагича аниқланади: ўлчов идишига 45 см^3 миқдорда ўрганилаётган ёқилғидан солинади ва тикин билан беркитилади, унга фильтр ва термометр ўрнатилади. Ўлчов идиши қобуққа жойлаштирилади, сўнгра уни 85 мм чуқурликда совутиш ҳаммомига туширилади. Совутиш ҳаммоми ҳарорати $-34,0 \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ да ушлаб турилади. Ўлчаш вақтида вакуум насос ёрдамида 200 мл сув устунни босими ҳосил қилинади. Ўлчов идишидаги ҳарорат ўзгариши кузатилади, фильтр вакуумга уланади, ёқилғи намунаси металл тўр ва пипетка орқали сўрилади, бир вақтни ўзида секундомер ишга туширилади, вакуум узилади, ўлчов идишига ёқилғи оқишига имкон берилади. Агар пипеткани 20 см^3 белгисигача ёқилғи тўлиш вақти 60 секунддан ошса ўлчаш тўхтатилади ва бошқа тоза ёқилғи намунаси билан иш давом эттирилади.

Биринчи ўлчашни (T_{ϕ}) ёқилғи лойқаланиш ҳароратидан $5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ юқори ҳароратдан бошланади. T_{ϕ} аниқлаш намунанинг ҳарорати $1,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$ га ўзгарганида олинади, агар пипетка белгисигача 60 сек давомида ёқилғи тўлмаса ўлчаш тўхтатилади. Совитувчи аралашмали (этанол ва куруқ муз) термостатга 10 мл кўндирмали дизел ёқилғиси солинган пробирка жойлаштирилади. Пробиркани 90° га бурилганда эритма оқиши тўхтагандан сўнг қуюлиш нуқтаси белгиланади. Охириги филтрланиш тўхташ ҳарорати қайд этилади, уни филтрлаш чегаравий ҳарорати деб қабўл қилинган.

Турғунлаштирувчи кўндирмали дизел ёқилғиларни тайёрлаш услуги

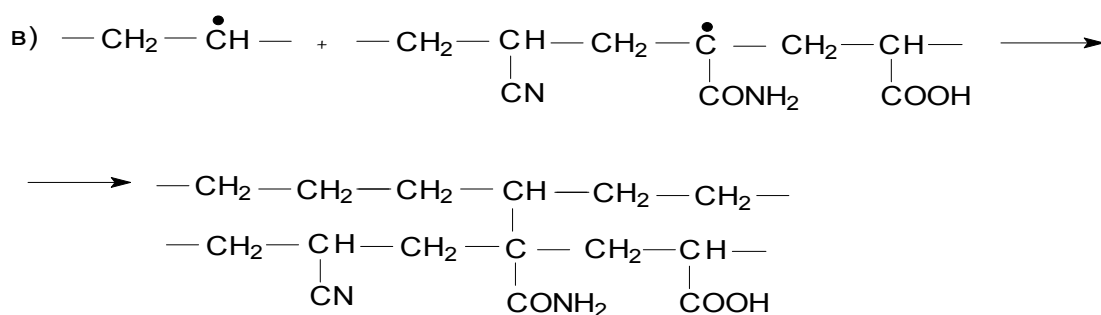
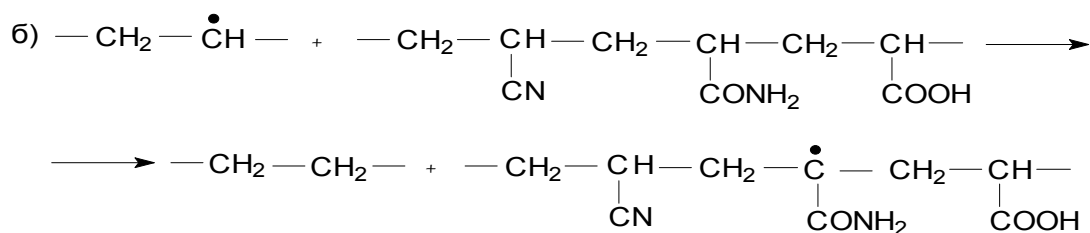
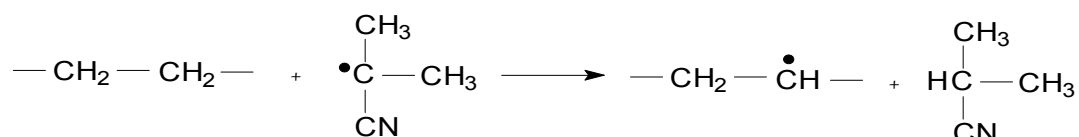
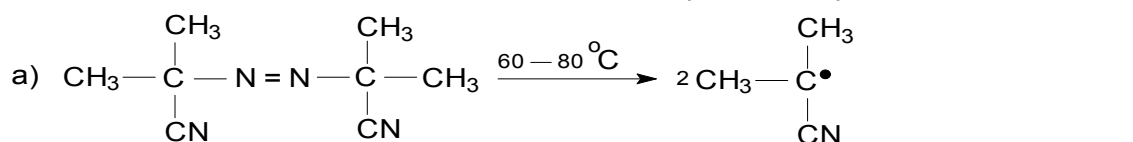
Турғунлаштирувчи кўндирмадан 10 г электрон тарозида ўлчаб эритувчига (ДМФА) солинади ва аралаштирилган ҳолда эритилади. Ундан 100 г дизел ёқилғисига керакли концентрацияда ҳисоблаб қўшилади, сўнгра қуюлиш ҳарорати аниқланади. Синтез қилинган турғунлаштирувчи кўндирмаларнинг турғунлаштириш фаоллиги ГОСТ 20287-91 бўйича баҳоланади.

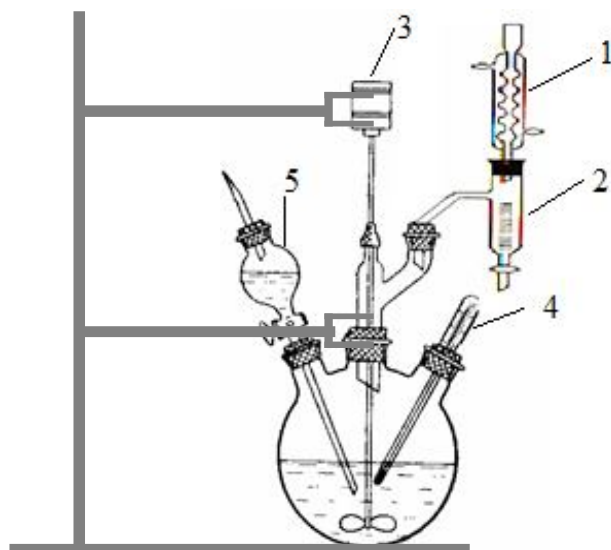
Қуйи молекулали полиэтиленга модификацияланган ГИПАНни пайвандлаш услубиёти

100 мл ҳажмлистиканда 1 г қуйи молекулалиполиэтилен 5 мл CCl_4 да эритилди. Полимер эригандан сўнг унга 0,05 г бензоил пероксид солиб аралаштирилди, сўнг аралашмага 1 г модификацияланган ГИПАН дан солиб $80^\circ C$ да қиздирилди. Реакция инерт газ муҳитида 5 соат давомида керакли ҳароратда олиб борилди.

Реакция тугагач стакан уй ҳароратигача совитилади, сўнггра маҳсулот 5 мл CCl_4 эритилади ва аралаштирилган ҳолда этил спиртда чўктирилади.

1. Полиэтилен ва ГИПАН нинг пайванд сополимерини олиш реакция тенгламаси:





Турғунлаштирувчи қўндирма олиш лаборатория қурилмаси

1–совитгич; 2–сув йиғгич; 3–аралаштиргич; 4–термометр; 5–воронка

Олинган маҳсулот чўкмаси декантациялаш йўли билан ажратилади, чўктирувчи билан ювилади ва Бьюхнер воронкасида филтрланади ва вакуум курутгич шкафта 30°C да доимий оғирликка келгунча қурилади.

Пайвандлаш натижасида намуна массасининг ўзгариши M (%) қуйидаги формуладан топилади:

$$M = (\Delta m_{\text{пр}} / \Delta m_{\text{бош}}) \cdot 100$$

$\Delta m_{\text{пр}}$ - пайвандлаш натижасида намуна массасининг ўзгариши;

$\Delta m_{\text{бош}}$ - намунанинг пайвандлашгача бўлган массаси.

Сўнгра пайвандланган полимерни ва қуйи молекулали полиэтиленни турли эритувчиларда ацетон, спирт, ДМФА да эрувчанлиги аниқланди.

Дизел ёқилғиси қотиш ҳароратини лаборатория шароитида турли усулларда аниқлаш

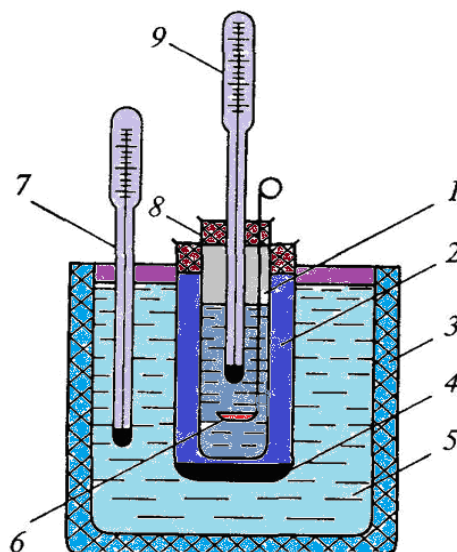
1. Дизел ёқилғисининг лойқаланиши ва қотиши. Ташқи ҳаво ҳарорати пасайиши билан юқори суюқланувчи парафинларни кристалланиши ҳисобига юқори босимда ишлайдиган дизел двигатели бак насос соҳасида дизел ёқилғисини нормал узатилиши бузилиши мумкин (биринчи навбатда нормал парафинлар ҳисобига). Алоҳида кристаллар ўзаро пайвандланиб (бирикиб) тўрсимон кристалл панжарани ҳосил қилади, у ёқилғини бутун ҳажми бўйлаб

тарқалади ва у суюқ ҳолатда бўлган углеводородларнинг асосий қисми ҳаракатчанлигини йўқотиши (секинлаштириш) қобилятига эга бўлади.

Кристалланган углеводородларнинг панжараси ёки тўрсимон тузилиш ҳосил бўлиши ҳисобига дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) ҳаракатини йўқотишини қотиш деб аташ қабул қилинган. Стандартда углеводородларни кристалланиш жараёни бошланиши дизел ёқилғисининг лойқаланиш ҳарорати ёки ёқилғи ҳаракатланишнинг йўқолиши қотиш ҳароратини тавсифлайди.

Лойқаланиш ҳарорати – бу ҳарорат, сувсиз тиниқ дизел ёқилғисини совиш жараёнида кўз ёрдамида кўриб бўлмайдиган дастлабки лойқаланиш белгиси ҳосил бўлишидир.

Дизел ёқилғисини лойқаланиш ва қотиш ҳарорати бўйича хизмат қилишини баҳолаш ёқилғини совутилганда пробирка деворларида кристаллар ўсиши пайдо бўлиши билан белгиланади. Йиғилган асбоб штативга ўрнатилиб вертикал ҳолатга келтирилади.



Дизел ёқилғиси лойқаланиш ва қотиш ҳароратини аниқлаш асбоби:

1–ўрганилаётган ёқилғили пробирка; 2–пробирка; 3–ҳароратдан ҳимояланган қобуқ; 4–кальций хлорид; 5–совитувчи аралашма; 7,9–термометрлар; 8–тиқин.

Таҳлил қилинаётган дизел ёқилғисини (нефт маҳсулоти) солинган асбобни совутиш аралашмасига тушириб -35 ± 5 °C гача совутилади. Совутиш аралашмаси сифатида этанол билан қаттиқ углерод (IV)–оксид ёки керакли

ҳароратни таъминлайдиган бошқа реагентлар қўлланилади. Совитувчи аралашма ҳарорати дизел ёқилғисини (нефт маҳсулоти) учун таклиф қилинаётган қотиш ҳароратидан $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ га паст бўлиши керак. Совитиш аралашмаси ҳарорати $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ аниқликда ушлаб турилади.

Қачонки, таҳлил қилинаётган дизел ёқилғисини (нефт маҳсулоти) тегишли қотиш ҳарорати белгисига келгандан сўнг асбоб 55° бурчакка буралади ва шундай ҳолатда совитиш аралашмасида 1 минут давомида ушлаб турилади. Сўнгра асбоб совитиш аралашмасидан олинади, пробирка тезда тоза материал билан артилади ва дизел ёқилғисига туширилган термометр мениски (кўрсаткичи) қайд этилади.

Агар дизел ёқилғиси мениски аралашиб кетса дизел ёқилғиси солинган пробирка штатив муфтасидан ажратилади ва қайтадан сув ҳаммомида $50\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ гача қиздирилади. Кейинги аниқлаш олдинги ҳароратдан $5,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ дан паст ҳароратда олиб борилади. Дизел ёқилғисига туширилган термометр мниски ўзгармай қолганда қотиш ҳарорати белгиланиб изланиш тўхтатилади. Таҳлил қилинаётган дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) қотиш ҳарорати чегарасини аниқлаш $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ аниқликда бўлгунча, ўрганиш ҳароратини $2,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ га камайтириб ёки ошириб қайта-қайта аниқланади. Дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) мениски ўзгармай қолгунча ўрганиш давом эттирилади. Бу ҳарорат қайд этилади ва бу ҳарорат таҳлил қилинаётган дизел ёқилғисининг қотиш ҳарорати ҳисобланади.

Дизел ёқилғиси қотиш ҳароратини аниқлаш учун иккита параллел тажриба қўйилади. Иккинчи синов биринчи синовга нисбатан $2,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ юқори ҳароратда ўтказилади. Иккала параллел синовнинг ўртача арифметик қиймати натижаси таҳлил қилинаётган дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) қотиш ҳарорати деб қабул қилинади. Натижалар орасидаги фарқ $2,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ дан ортмаслиги лозим.

2. Қотиш ҳароратини аниқлашнинг стандарт усули. Қотиш ҳарорати – бу ҳароратда дизел ёқилғисини стандарт қурилмада 55° бурчакка бурилганда 1 минут давомида ҳаракатланиш кузатилмайди.

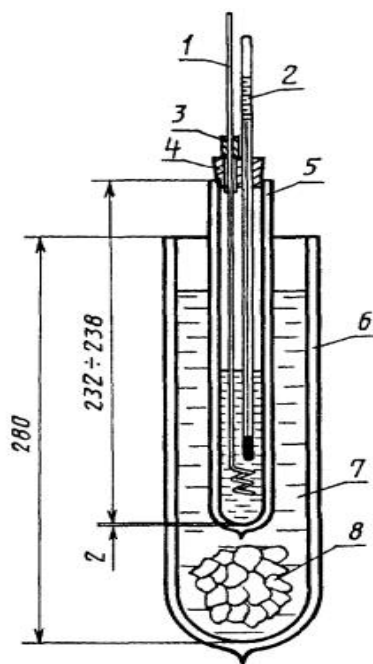
Асбоблар ва реактивлар: узунлиги 160 ± 10 мм ва ички диаметри $20\pm 1,0$ мм бўлган шиша пробирка, узунлиги 130 ± 10 мм ва ички диаметри $50\pm 2,0$ мм

бўлган шиша пробирка, термометрлар, сув ҳаммоми, штатив, сульфат кислота ёки олеум, этанол, қаттиқ углерод (IV)–оксид.

Қотиш ҳароратини аниқлаш ГОСТ 20287–75 бўйича амалга оширилади. Усулнинг моҳияти шундан иборатки, таҳлил қилинаётган дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) дастлаб қиздирилади, сўнгра дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) ҳаракатчанлигини йўқотгунча совутилади.

Сувсизлантирилган дизел ёқилғиси (нефт маҳсулоти) намунаси узунлиги 160 ± 10 мм ва ички диаметри $20 \pm 1,0$ мм бўлган тоза қуруқ шиша пробиркани ҳалқали белгисигача пробирка деворига тегизмасдан солинади.

Сўнгра пробиркага пўкакли тикин ва қотиш ҳароратига мос тегишли термометр ўрнатилади. Бунда термометр пробиркани ўртасигача туширилди, унинг резервуари пробирка остидан 8–10 мм масофада жойлашади. Термометр ҳаракатланмаслиги учун иккинчи ғовак тиккин ўрнатилади, у термометр пастки қисми ўртасига бириктирилади.



Лаборатория шароитида дизел ёқилғиси қотиш ҳароратини аниқлаш аниқлайдиган қурилма

1-аралаштиргич; 2-термометр; 3-махламлагич; 4-пробка; 5-намуна учун идиш;

6-ички диаметр 70 мм. ли Дьюар идиши; 7-совутувчи восита; 8- қаттиқ

углерод (IV)-оксид;

Таҳлил қилинаётган дизел ёқилғили (нефт маҳсулоти) пробирка ва термометр сув ҳаммомига жойлаштирилади ва $50 \pm 1,0$ °C гача қиздирилади. Сўнгра пробирка сув ҳаммомидан олинади, курук материал билан артилиб, пўкак тиқин ёрдамида узунлиги 130 ± 10 мм ва ички диаметри $50 \pm 2,0$ мм бўлган шиша пробиркага солиниб штатив муфтасига қотирилади. Агар таҳлил қилинаётган дизел ёқилғили (нефт маҳсулоти) қотиш ҳарорати 0 °C дан паст бўлса, пробирка олдиндан 0,5 – 1,0 мл сульфат кислота, олеум ёки бошқа қуриткич билан чайилади. Пробиркадаги қуриткич ҳаводаги намни ютиш учун зарур ва у қуйи ҳароратда ёқилғини бакдан двигателга доимий узатилишини таъминлайди. Тажрибалар натижасида шу аниқландики, ҳар қандай дизел ёқилғили (нефт маҳсулоти) лойқаланиш ҳарорати ташқи ҳаво ҳароратидан 3–5 °C дан юқори бўлганда ва қотиш ҳарорати 10–15 °C дан юқори бўлганда қўлланилиши мумкин.

Фойдаланилган адабиётлар:

1. Фозилов С.Ф., Хамидов Б.Н., Сайдахмедов Ш.М., Мавлонов Б.А. Нефт ва газ кимёси (дарслик). Тошкент «Муҳаррир» нашриёти -2014. 588 б.
2. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза, -М.:Химия, 1981.
3. Лебедев Н.Н., Манаков М.Н., Швец П.Ф. Теория химическая процессов основного органического и нефтехимического синтеза,-М.:Химия, 1984
4. М. Аскарлов., Б. Ойхужаев., Ю. Погосов. «Полимерлар химиясидан практикум» Тошкент «Средняя и высшая школа», 1963 й.
5. Г В. Голодников., Т. В. Мандельштам «Практикум по органическому синтезу» Ленинград «Издательство Ленинградского университета», 1976 г.

6. С. Ю. Шомахмудова, Т. Х. Холдорова «Органик синтездан практикум»
Тошкент «Ўқитувчи», 1979 й (55 – 197 б)
7. Соколов Р.С. Химическая технология , т.1.-М.:Владас,-2000.
5. Лебедев Н.Н., Манаков М.Н., Швец П.Ф. Теория химическая процессов
основного органического и нефтехимического синтеза,-М.:Химия, 1984
6. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и
нефтехимического синтеза, -М.:Химия, 1981.

М У Н Д А Р И Ж А

Нефт ва газни қайта ишлаш лабораториясида ишлаш қоидалари.....	3
Иш журналини тутиш	6
Ҳисобот	9
Тажриба иши № 1 Органиқ бирикмадаги кушбоғни аниқлаш	11
Тажриба иши № 2 Функционал гуруҳларни аниқлаш	13
Тажриба иши № 3 Изобутил спиртини катализатор ёрдамида сувни ажратиб изопропил спиртини олиш	18
Тажриба иши № 4 Сирка альдегиди синтези	20
Тажриба иши № 5 Изопропилбензолни оксидлаш	26
Тажриба иши № 6 Нормал тузилишга эга бўлган туйинган угле- водородларни сульфурлаш йули билан алкилсульфанатлар олиш	27
Тажриба иши №7	
Тажриба иши № 8	
Фойдаланилган адабиётлар	29

