

әл – ФАРАБИ атындағы ҚАЗАҚ ҰЛТТЫҚ УНИВЕРСИТЕТІ
ХИМИЯ ФАКУЛЬТЕТІ

Органикалық химия және табиғи қосылыстар химия кафедрасы

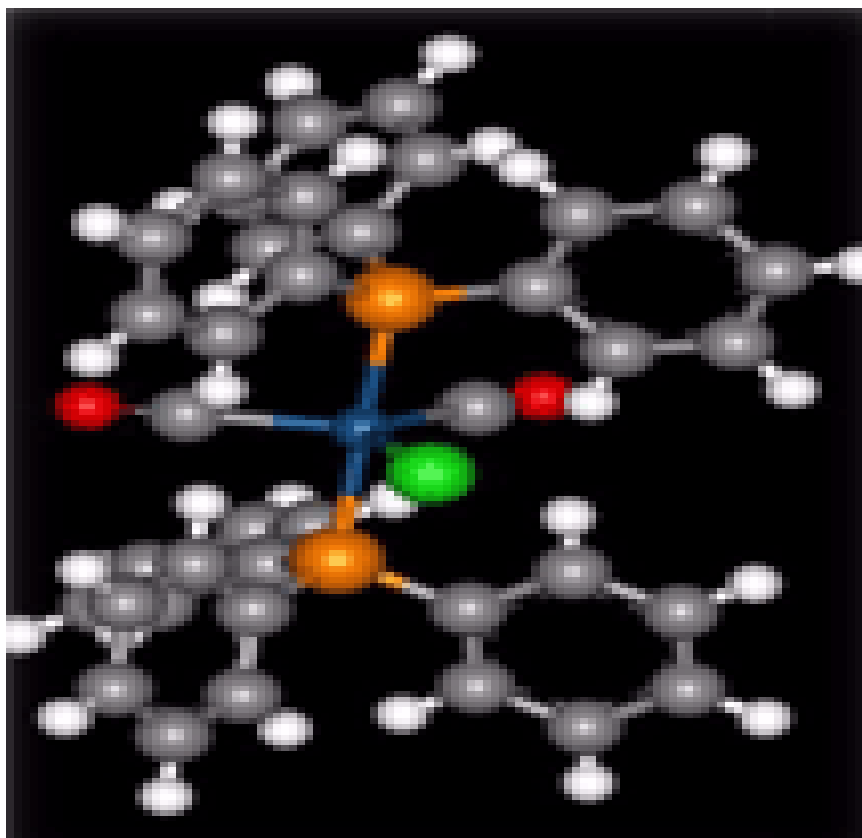
Г.Ш.Бурашева., М.Ж.Тұрмұханова., А.К.Нұрлыбаев., Б.Қ.Есқалиева.,
Г.Б.Сабамбаева.

ОРГАНИКАЛЫҚ ХИМИЯНЫҢ ТЕОРИЯЛЫҚ НЕГІЗДЕРІ
және
ОРГАНИКАЛЫҚ МОЛЕКУЛАЛАРДЫҢ ФУНКЦИОНАЛДЫ
ТУЫНДЫЛАРЫ

пәндері бойынша

ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫСҚА АРНАЛҒАН ӘДІСТЕМЕ
НҮСҚАУЛЫҒЫ

050606 – Химия мамандығына арналған



Алматы, 2009 ж.

әл – ФАРАБИ атындағы ҚАЗАҚ ҰЛТТЫҚ УНИВЕРСИТЕТІ
ХИМИЯ ФАКУЛЬТЕТІ

Органикалық химия және табиғи қосылыстар химия кафедрасы

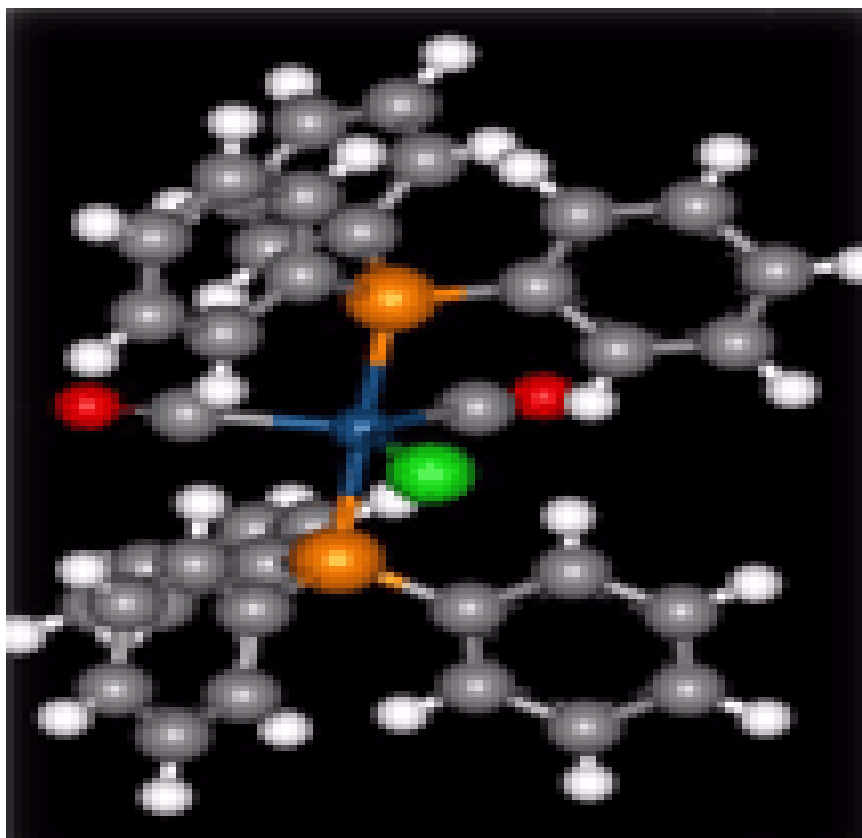
Г.Ш.Бурашева., М.Ж.Тұрмұханова., А.К.Нұрлыбаев., Б.Қ.Есқалиева.,
Г.Б.Сабамбаева.

ОРГАНИКАЛЫҚ ХИМИЯНЫҢ ТЕОРИЯЛЫҚ НЕГІЗДЕРІ
және
ОРГАНИКАЛЫҚ МОЛЕКУЛАЛАРДЫҢ ФУНКЦИОНАЛДЫ
ТУЫНДЫЛАРЫ

пәндері бойынша

ЛАБОРАТОРИЯЛЫҚ ЖҰМЫСҚА АРНАЛҒАН ӘДІСТЕМЕ
НҮСҚАУЛЫҒЫ

050606 – Химия мамандығына арналған



Алматы, 2009 ж.

МАЗМҰНЫ

Органикалық химия лабораториясында өртке қауіпті заттармен жұмыс жасаудың қауіпсіздік ережелері	5
---	---

№1 Зертханалық жұмыс.

Органикалық заттарды қайта кристалдау	9
---	---

№2 Зертханалық жұмыс.

Органикалық қатты заттардың балқу температурасын анықтау	10
--	----

№3 Зертханалық жұмыс.

Жәй айдау.....	11
----------------	----

№4 Зертханалық жұмыс.

Органикалық қосылыстарды хроматографиялық зерттеу	
а) Жұқа қабатты хроматография.....	13
ә) Радиалды қағаз хроматографиясы.....	14

№5 Зертханалық жұмыс.

Көмірсутектердің алыну әдістері және қасиеттері.	
а) Метанды алу	15
ә) Этиленді алу	15
б) Ацетиленді алу	15

№6 Зертханалық жұмыс.

Органикалық қосылыстарға галоид енгізу реакциялары	
а) Бромды этил синтезі.....	16
ә) Бромды бутил синтезі.....	17
б) Бромды изопропил синтезі.....	18

№7 Зертханалық жұмыс.

Карбонилді қосылыстар конденсациясы	
а) Бензальацетон	18
ә) Дибензальацетон синтезі	19
б) Бензальанилин синтезі	20

№8 Зертханалық жұмыс.

Органикалық қосылыстарды ацилдеу әдісі	
а) Сірке қышқылының этил эфирін (этилацетат) алу.....	20
ә) Сірке қышқылының бутил эфирін (бутилацетат) алу	21
б) Сірке қышқылының изоамил эфирін (изоамилацетат) алу	22
в) Бензойн қышқылының этил эфирін (этилбензоат) алу	22

№9 Зертханалық жұмыс.

Арендерді сульфирлеу және нитрлеу әдістері

а) Нитробензол синтезі	23
ә) <i>мета</i> - Динитробензол синтезі	24
б) 2,4-Динитрохлорбензол синтезі	24
в) <i>пара</i> - нитроацетанилид және <i>пара</i> - нитроанилин синтезі	25
г) <i>орто</i> - және <i>пара</i> - нитротолуолдар синтезі	25
д) α – Нитронафталин синтезі	26
е) <i>мета</i> - нитробензой қышқылының синтезі	27
ж) Сульфанил қышқылының синтезі	28

№10 Зертханалық жұмыс.

Ароматты қосылыстарды түрлендіру реакциялары

а) <i>мета</i> - Нитроанилин синтезі	28
ә) Фенилгидроксилламин синтезі	28
б) Анилин синтезі	29
в) Гидробензоин синтезі	30
г) Бензил спиртінің синтезі №1 әдіс.....	30
д) Бензил спиртінің синтезі №2 әдіс.....	31

№11 Зертханалық жұмыс.

Тотығу реакциялары негізіндегі синтездер

а) <i>пара</i> – Бензохинон	31
ә) Антрахинон синтезі	32
б) Бензой қышқылының синтезі	33

№12 Зертханалық жұмыс.

Диазоқосылыстар реакциялары негізінде азот бөліне жүретін синтездер

а) Фенол синтезі	33
ә) Йодбензол синтезі	34
б) Хлорбензол синтезі	35
в) <i>орто</i> – Бромтолуол синтезі	35
г) <i>пара</i> – Динитробензол синтезі	36
д) <i>мета</i> – Хлорнитробензол синтезі	36

№13 Зертханалық жұмыс.

Диазоқосылыстар реакциялары негізінде азот бөлінбей жүретін реакциялар

а) β -нафтолоранж синтезі	37
ә) 1 – фенилазонафтол синтезі	38

Емтиханға дайындық сұрақтары

Пайдаланылған әдебиеттер

ОРГАНИКАЛЫҚ ХИМИЯ ЛАБОРАТОРИЯСЫНДА ӨРТКЕ ҚАУІПТІ ЗАТТАРМЕН ЖҰМЫС ЖАСАУДЫҢ ҚАУІПСІЗДІК ЕРЕЖЕЛЕРІ

1. Жұмыс орнындағы маңызды нәрселер

1. Зертханада тазалық сақтау қажет, жұмыс үстелінде жұмысқа қажетсіз заттар тұрмауы қажет.
2. Үстел үстіндегі шыны ыдыстағы реактивтер мен ерітінділерді, сілтілерді, концентрлі қышқылдарды ұстауға рұқсат етілмейді.
3. Реактиві бар ыдыстардың сыртында атауы жазылуы қажет.
4. Лас ыдысқа қандайда бір тәжірибе жасауға болмайды. Ыдысты жұмыс аяқталған соң бірден жуу қажет.

2. Шыны әйнекпен жұмыс

1. Шыны әйнекпен, химиялық ыдыспен жұмыс істегенде қауіпсіздік ережесін сақтау керек.
2. Жұқа қабатты химиялық ыдысты ашық жалында қыздыруға болмайды, керісінше асбест қағазын қойып бақылап тұрады. Себебі жалын қатты жалындап кетіп ыдыстың бүйірі сынып кетуі мүмкін.
3. Үлкен химиялық ыдысты екі қолмен ұстау керек, бір қолмен жанынан екінші қолмен ыдыстың түбінен ұстайды. Сынған шыны түтікшені шығару үшін қолды кесіп алмай абайлап тартып шығару керек.
4. Шыны түтікшеге резеңке тығынды немесе шланганы бекіту қажет болса, ол үшін түтікше мойынын вазелинмен немесе глицеринмен майлап сағат тілінің бағытымен бұрап отырып бекіту қажет.

3. Өткір және улы заттармен жұмыс істеу ережесі.

1. Зертханадағы әр затты улы деп ойлап, абайлап жұмыс жасау қажет.
2. Улы заттарды пипеткаға ауыз арқылы сорып алуға болмайды, себебі ауыздың наласы күйіп, уланып немесе дәм сезу мүшесі қызмет атқармай қалады. Бұған арнайы әмелше (груша) қолданылады.
3. Барлық улы газдар мен бу бөлетін жұмыстарды тартқыш шкаф астында жүргізеді.
4. Жұқа қабатты ыдысқа концентрлі қышқылды құюға рұқсат жоқ.
5. Қол жуғышқа оңай ұшқыш, жағымсыз иісі бар, сондай – ақ қышқылдар мен сілті ерітінділерін бейтараптамай құюға болмайды. Тартқыш шкафтың астында қажет емес заттарды құятын арнайы ыдыс бар.
6. Зертханадағы заттардың дәмін татып көруге болмайды. Затты абайлап иіскеп көру керек, ол үшін зат құйылған колбаны немесе пробирканы толық тыныстамай қолды ыдыс бетінде ары – бері желпіп көріп иіскейді.
7. Органикалық заттарды сұйылту және қоспа жасау үшін (яғни жылу бөле жүретін реакцияларға) температураға төзімді ыдыстар қолданылуы қажет. Күкірт қышқылын сұйылтқанда суды қышқылға құюға болмайды, себебі қопарылыс беруі немесе күйіп қалуларыңыз мүмкін.
8. Зиянды газ бөле жүретін заттарды жұмыс орнында қыздырмаңыздар.

9. Майда заттарды өлшеу кезінде таразы табақшасына төгуге немесе шашуға болмайды.
10. Шыны ыдыстағы ыстық затты алып жүру үшін екі қолмен ұстау керек, бір қолмен ыдыстың мойынынан екінші қолмен түбінен ұстау қажет.
11. Ыстық зат құйылып тұрған ыдыстың үстіне еңкеюге болмайды.
12. Қышқыл немесе сілті төгілген жағдайда бейтараптау қажет, құм сеуіп, оны алыптастағаннан кейін қалғанын сумен жуу керек.
13. Өртке қауіпті, улы, оңай жанғыш заттарды қол жуғышқа, қоқыс салатын жәшікке салуға болмайды.

4. Кейбір реактивтермен, ерітінділермен жұмыс істеу ерекшеліктері

4.1 Металды натриймен жұмыс істеу

Металды натриймен жұмыс істеу кезінде үстел үстінде су болмау керек, кері тоңазытқыштың шлангасынан шашыраған су, ашық қалған краннан шашыраған су да болмауы тиіс. Натрийді құрғақ ақ қағазда арнайы көзілдірік пен қолғап киіп кесуге болады. Қолға арнайы қолғап кимей жатып металды ұстауға болмайды. Жұмыс аяқталған соң қалған натрийді тазалап, жинап артылғанын мұғалімге беру керек. Жұмысқа қолданылған ыдысты жуар алдында ыдыста натрий қалды ма, жоқ па мұқият қарау керек.

Металды натрийдің уақ қалдықтарын спиртке ерітуге болады.

4.2. Броммен жұмыс

Броммен жұмыс жасау барысында бромның улы екенін есте сақтау қажет. Ол көз жанарына әсер етеді, күйдірген жері ұзаққа дейін жазылмайды. Броммен жасалатын барлық жұмыстар тартқыш шкафтың астында жасалады. Бромды бөлгіш құйғыға (делительная воронка) құю үшін жәй құйғы (воронка) қолданылады, ол үшін бөлгіш құйғының кранын тексеріп, вазелинмен немесе глицеринмен майлау керек.

Бромға күйген жағдайда күйген жерді спиртпен жуады.

4.3. Қышқылдармен жұмыс

Концентрлі қышқылды алып жүргенде немесе құйғанда міндетті түрде резеңке қолғап киіп, шалғыш шалып, арнайы көзілдірік киіп жұмыс жасау қажет. Концентрлі күкірт қышқылын сұйылтқанда немесе концентрлі күкірт қышқылын азот қышқылымен әрекеттестіргенде, мейлі қандай қышқыл болсын, егер қоспа жылу бөле жүрсе, онда қалың қабырғалы химиялық ыдысты немесе фарфор ыдысты қолданылу қажет.

Нейтралданбаған улы сұйықтықтарды қолжуғышқа төгуге мүлде тыйым салынады. Оларды алдымен бейтараптау керек немесе арнайы тартқыш шкаф астындағы арнайы ыдысқа құю керек. **Қышқыл теріге тисе күйдіреді.**

Күйген жерді суық суда 20-30 минут сірке қышқылының сұйытылған ерітіндісімен немесе ас содасының ерітіндісімен жуу қажет.

4.4. Фенолмен және сілтілермен жұмыс

Фенол және сілтілер құрғақ күйде де, концентрлі күйде де теріні күйдіреді. Күйген жерді ұзақ салқын сумен жуады.

Сілтіге күйген жерді сірке қышқылының сұйытылған ерітіндісімен жуады. Фенолға күйген жерді спиртпен жуады.

4.5. Органикалық еріткіштермен жұмыс

Органикалық заттарды, ерітінділерді айдау кезінде және тағы басқа жұмыстарда, яғни атмосфералық қысымда қыздыруға арналған жұмыстарда герметикалық жабық ыдыстарда жүргізуге рұқсат етілмейді. Прибордың ішкі кеңістігі атмосферамен әсерлесіп тұруы қажет, себебі колба жарылып кетуі мүмкін.

Оңай жанғыш заттармен жұмыс жасау кезінде: эфир, петролей эфирі, күкіртті сутек, бензол және т.б. отқа, плиткаға жақын тұрмауы қажет. Оларды ашық жалында, қатты қызған плитkada қыздыруға тыйым салынады. Қыздыруды сулы моншада тоңазытқышқа бекітілген колбада жүргізуге болады.

Эфир буы – ауадан ауыр және үстел бетінде жайылады, ашық жалында қопарылыс немесе өрт беруі мүмкін.

Спирт булары (метил, этил, пропил спирттері) – ауамен әрекеттесіп жарылғыш қоспа түзеді, сондықтан да құрғағанша айдауға болмайды. Буы ішке түскенде яғни иіскеп көргенде өте улы.

Бензол, толуол - өртке қауіпті және жарылғыш, теріге тисе де ішке жұтып қойса да буы улы.

Хлороформ және эфир – наркотикалық әсері бар.

Төртхлорлы көмірсутек - бас ауыртады, адам талып немесе тырысып қалуы да мүмкін.

Ацетон, формалин, анилин – адам ішіне түссе улы. Буына уланғанда бас айналдырып, жүрек айнытады.

Органикалық еріткіштермен жұмыс жасау кезінде қауіпсіздік ережесін сақтау керек, сақтандыратын заттарды қолдану керек.

ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫСТАРДЫ ЕСЕПТЕУ ҮЛГІЛЕРІ

Зертханалық жұмыстың № _____

Жұмыстың аталуы _____

Негізгі реакция теңдеуі (үлгі коэффициенттерімен):

Аралық өнім реакциялары:

Кесте №1

Реакцияға қажетті заттар мен өнімнің есептелу үлгісі

Зат	Әдістеме бойынша көлемі			Оқытушы берген заттың көлемі		
	моль	г	мл	моль	г	мл

Кесте №2

Бастапқы зат пен соңғы өнімнің физика – химиялық сипаттамалары (әдеби мәліметтер)

Заттың аталуы және формуласы	Mr	T _{қайнау} °C	T _{балқу} °C	n _D ²⁰	d	Ерігіштігі

Кесте №3

Шығымдар мен реакция өнімдерінің сипаттамалары, эксперименттік анықтау

Заттың аталуы	Шығымы			Шығымдар мен реакция өнімдерінің сипаттамалары, эксперименттік анықтау		
	г	теориялық шығымнан	практикалық шығымнан	T _{балқу} немесе T _{қайнау}	n _D ²⁰	Ескерту үсі, иісі және т.б.)

Реакция өнімі аз болған жағдайда себебін көрсету қажет:

Оқытушының _____
(Ф.А.Ж.)

(Қолы)

«__» _____ 20__ ж.

№1 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

Органикалық заттарды қайта кристалдау

Жұмысты жасау барысында студент әртүрлі ерігіштігі бар компоненттер қоспасын және сублимацияға негізделген қатты заттардың қоспасын бөлу әдісімен, қайта кристалдау тәрізді әдістермен танысады.

Қайта кристалдау процесіне келесі талаптар қойылады:

1. Кристалданатын заттың ерігіштігіне лайықты еріткіш таңдау.
2. Затты еріту.
3. Ыстық ерітіндіні ерімейтін қоспадан арылту, фильтрлеу.
4. Кристалдану үшін ерітіндіні суыту.
5. Кристалдарды ерітіндіден бөлу.
6. Кристалдарды кептіру.
7. Кристалдың балқу температурасын анықтау.

Еріткішке қойылатын талаптар:

1. Қыздырғанда зат еріткіште еріп, ал керісінше суытқанда нашар еруі қажет.
2. Еріткіш затпен әрекеттеспейді.
3. Қайта кристалданатын заттың ерігіштігі лас қоспа ерігіштігінен ерекше болуы тиіс.
4. Ерітінді кристалл бетінен оңай бөлінуі тиіс.

Еріткішті таңдай отырып мынадай ережені есте сақтай отырған жөн. «Ұқсастық қасиеттеріне байланысты ериді (Подобное растворяется в подобном)». Жақсы зерттелген заттың ерітіндісін және оның сапасын, ерігіштігін анықтамада берілген мағлұматтар бойынша алуға болады.

Жұмыстың орындалу тәртібі: Белгісіз затқа еріткіш таңдау үшін ең алдымен суда ерітіп көру қажет. Ол үшін заттың азғантай бөлігін пробиркаға салып, 1 мл су (еріткіш) құйып, бөлме температурасында бақылау керек. Егер зат суықта ерімесе, онда пробиркадағы затты плитkada қайнағанша қыздырады. Егер алған затымыз таңдаған еріткіште ерісе, онда пробирка салқындағаннан кейін крандағы суық суда суытамыз. Сол сәтте кристалдар түзілуі қажет.

Түсті қоспаға активтендірілген көмір салу керек. Бірақ көмірді қосқанда ол көпіршіп қайнау береді, сондықтан да оны ыстық затқа салуға болмайтынын есте сақтау керек. Керісінше ерітіндіні сәл салқындатып, көмірді салу қажет (көмірді кристалданатын заттан екі есе кем алу қажет).

Кристалданатын заттың еріткішін таңдап алғаннан кейін затты өлшеп жалпақ түпті колбаға салады да, алдын – ала ысытылған суды белгілі мөлшерде қыздыра отырып, құяды. Егер осыдан кейін зат ерімесе, онда тағы да азырақ су қосып қайнату қажет.

Зат толық еріген соң ыстық, қанық ерітіндіні тез құйғыда сүзгі қағазбен сүзеді, бірақ сүзу барысында кристалдар түзілмей, керісінше астыңғы колбаға ерітіндімен бірге өтіп кетуі қажет. Сондықтан да, қыздырып тұрып фильтрлеген дұрыс болады. Құйғыда кристалдану басталмас үшін құйғыны ысытып қою қажет, яғни құйғы мен колбаны су құйып ысытып барып фильтрлейді. Сосын колбаны суытады. Егер ерітінді баяу суыса, кристалдар ірі болады. Колбадан

кристалдар толық түсу үшін колбаны крандағы суық судың астында ұстау керек. Кристалдануды шыны таяқшамен араластырып тездетуге болады.

Алынған кристалдарды сусорғысында Бюхнер құйғысы мен Бунзен колбасының көмегімен фильтрлейді. Бөлінген кристалдарды ауада кептіреді, өлшейді және проценттік шығымын анықтайды.

№2 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

Органикалық заттардың балқу температурасын анықтау

Жұмысты орындау барысында студент органикалық заттың тазалығымен оның идентификациясы және балқу температурасын анықтау әдісімен танысып, әдеби мағлұматтармен салыстырады.

Кристалды органикалық заттардың температурасынан жоғары температура болса, қатты зат басқа фазалық күйге, яғни сұйықтыққа айналады бұл балқу температурасы деп аталады. Заттың нақты балқу температурасы дегеніміз – бір мезгілде қатты немесе сұйық заттың тепе – теңдік күйге келуі.

Балқу температурасы – физикалық константа, ол органикалық заттың сипаттамасы, тазалық критеріі ретінде қолданылады.

Заттар қоспасы қатты ерітінді түзуі сирек кездеседі, негізінен олар тегіс орналаспайды. Ондағы заттың балқуы бірден басталмайды, температураларына байланысты болады. Заттың толық балқуы таза заттың балқу температурасынан төмен болады.



Балқу температурасын анықтауға арналған қондырғы
(1 - сурет)

Балқу температурасын анықтауға арналған қондырғы ретінде дөңес түпті ұзын мойынды колба қолданылады. Колбаға арнайы пробирка салынған, оған тығыны бар термометр орналастырылған. Пробирканың жанында атмосферамен әсерлесетін дөңгелек тесігі болуы керек. Балқу температурасын анықтау үшін

капиллярдың бір ұшын спирт шамында 0,5 см биіктікте ұстап, балқытып бір ұшын бітейді. Шыны әйнектегі затты, капиллярдың ашық жағынан салады, шыны әйнектің үстіне вертикаль бағытта цилиндр түтікшені қойып, капиллярдың тұйық жағын төмен қаратып тастайды. Сол кезде капиллярдағы зат нығыздалады. Осы құбылысты бірнеше рет қайталайды. Капиллярдағы зат 3 – 4 мм шамасында болуы қажет.

Осылайша мұғалім берген екі затты екі капиллярға салады және термометрге жанастырып екі затты бірге термометр ұшындағы резенкеге қыстырады, бірақ термометрдің шкаласы көрініп тұруы тиіс.

Қыздыруды электр плиткасында жүргізеді, алдымен қондырғыны электр плиткасында қатты қыздырады. Термометр көсеткіші $10-15^{\circ}\text{C}$ асқан соң температураны баяулату керек, сынап бағанасы 1 минутта $1-2^{\circ}\text{C}$ көтерілуі тиіс.

Ескерту: затты қыздыру кезінде оның түрі өзгермейді; тығыздалады және арасында ауа бөлініп, көбікше пайда болуы мүмкін. Бұл балқу температурасының басталуы болып есептеледі. Заттың барлығы еріп болған соң балқу температурасы аяқталады. Бастапқы балқу температурасы мен соңғы балқу температурасының аралығында балқыған зат таза зат болады. Екі заттың балқу температурасын анықтап болған соң, олардың қоспасының балқу температурасын дәл осылай анықтайды.

Алынған заттың балқу температурасын мұғалімге көрсетеді. Жұмыс дәптеріне қондырғының суретін салып, заттардың балқу температурасын жеке – жеке және қоспаны жеке жазу қажет. Анықтамалық көмегімен заттың идентификациясын, балқу температурасын, Δt табу қажет.

№3 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

Жәй айдау

Жұмыстың орындалу барысында студент сұйық органикалық қоспаны бөлу мен оларды тазарту әдістерінің бірін үйренеді. Олар заттың идентификациясын анықтау арқылы балқу, қайнау температурасы және сыну көрсеткіштерімен танысады.

Д.Н.Коновалов туыстас сұйықтықтар қатынасын - өзара құрамы жағынан жақын немесе сәйкес сұйықтықтармен буы ұқсас деген заңдылықтар ашты. Оның бірінші заңында, берілген компоненттің салыстырмалы қатынасының өсуі сұйық фазада да, оның буында да артады. Сондықтан да екі компонентті жүйедегі ортақ будың қысымына кеткен компоненттерден әлдеқайда бай, қажетті қысымда қоспаның қайнау температурасын төмендетеді.

Белгілі бір қатынаста алынған кейбір сұйықтықтарды айдау кезінде құрамындағы бу сұйықтық құрамынан ешбір айырмашылығы жоқ қоспа түзеді. Қайнау температурасы мен құрамы өзгеріссіз айдалған ерітінділерді т.б. бөлінбей қайнайтын немесе азеотропты деп атайды.

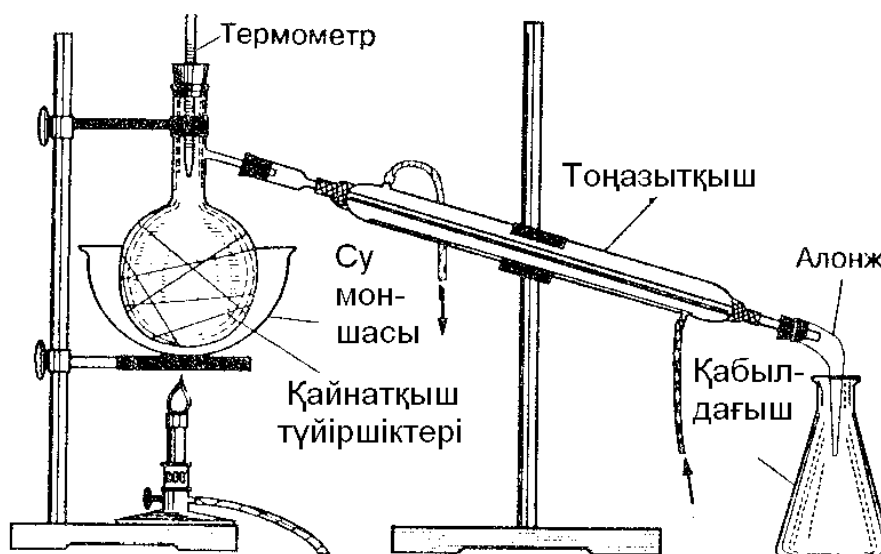
Жәй айдау 2 топқа бөлінеді: жәй айдау және ректификация.

Айдау әдісі - ерітінділерден арылуға, қайнау температурасы әртүрлі заттардың құрамын қоспадан тазартуға және бірнеше өнімді бөлуге қолданылады.

Талапқа сай айдау 3-ке бөлінеді: атмосфералық қысым қатысында, вакуумда айдау және су моншасында айдау.

Жәй айдауда қайнаған сұйықтықтың буы айдау колбасынан тоңазытқышқа түседі, одан конденсатқа айналады. Осылайша сұйық қоспаны бөлу негізінен тек булану сатысына өтеді.

Айдалынатын заттың құрамы, қоспаның қайнау температурасы бір – бірінен айырмашылығы болғанда жәй айдау қолданылады. Айдауға арналған сұйықтықтың қайнау температурасының айырмашылығы 30°C болады. Жәй айдау затты тазарту үшін де, ауыр ұшатын және ұшпайтын қоспаларды тазарту үшін де ыңғайлы. Атмосфералық қысымда жәй айдауға арналған қондырғы 2 - суретте көрсетілген.



Атмосфералық қысымда айдауға арналған қондырғы
2 - сурет

Бұл қондырғыда арнайы түтікшесі бар Вюрц колбасы қолданылады. Қондырғыны жинау барысында термометрдің, яғни сынапты дөңгелегіне мұқият болу керек, себебі ол түтікшеден 0,5 см төмен және айдауға арналған сұйықтықтың буына жанасуы қажет.

Тоңазытқышқа түскен конденсат айдау колбасына түспейді, керісінше қабылдағышқа түседі, оны тура тоңазытқыш немесе кері емес (нисходящий холодильник) тоңазытқыш деп атайды.

Егер айдалынатын сұйықтықтың температурасы $120-130^{\circ}\text{C}$ төмен болса, тура тоңазытқыштың орнына сулы жейделі (с рубашкой) тоңазытқыш яғни – Либих тоңазытқышы қолданылады. **Айдау кезінде тоңазытқышта судың үздіксіз болуын бақылау қажет, себебі өрт шығуы немесе жарылыс болуы мүмкін.** Егер айдалатын заттың температурасы $120-130^{\circ}\text{C}$ жоғары болса, онда тоңазытқыштың ішкі түтікшесі температуралардың айырмашылығына төзбей ішкі және сыртқы түтікшелер шытынауы мүмкін. Сол себепті қайнау температурасы $120-130^{\circ}\text{C}$ заттарды айдау үшін кері тоңазытқыш, ауа тоңазытқышы (тоңазытқышта су жүрмейді тек ауада) қолданылады.

Қабылдағыш ретінде жалпақ түпті кез келген колба, сондай – ақ Эрленмейер колбасын пайдалануға болады.

Нәтижесінде тұрақты температурада өнімді алып, анықтамалықтың көмегімен оның қайнау температурасын және сыну көрсеткішін анықтай отырып, таза органикалық заттың фракциясын жинайды.

№4 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС **ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ ХРОМАТОГРАФИЯЛЫҚ** **ЗЕРТТЕУ**

а) Жұқа қабатты хроматография.

Жұқа қабатты хроматографияда адсорбент ретінде алюминий оксиді және силикагель қолданылады. Жұмысты жасау үшін активтілігі үшінші дәрежелі алюминий оксиді қажет.

Активтілігі төмен алюминий оксидінің құрамында су көп болады.

Активтілігін арттыру үшін фарфор табақшаға салып, уатып қыздырғышта 4-5 сағат 300-400⁰С күйдіреді. Содан кейін оны ыстықтай сеуіп, суытып, құрғақ сүртілген банкаға салады.

Реактивтер: динитрофенилгидразон, глюкоза, ацетон, бензальдегид, метилэтилкетон, бензофенон, формальдегид, алюминий оксиді, гипс, ерітінділер жүйесі, бутанол – сірке қышқылы – су (4:1:5), бензол – петролейн эфирі (3:1).

Ыдыстар мен қондырғылар: елеуіш, шыны әйнек оқтауша, жіп, шыны бет және оны орналастыратын арнаулы металл қондырғы.

Алюминий оксидін арнайы елеуіш немесе капронды елеуіш арқылы жалпақ шыны бетіне биіктігі 8 – 13 см, қалыңдығы 0,25 мм үш қабат етіп себеді, себілген адсорбентті оқтаушамен тегістейді.

Шыны әйнектің төменгі жағынан санағанда 1,5-2 см шамасында зерттелетін затты енгізеді. Енгізілген нүктелер бір сызықтың бойында бір – бірінен арақашықтығы 1,5-2 см болуы тиіс. Әр нүктені жеке-жеке тамызғышпен адсорбенттің үстіне жәй тигізіп қана қояды, яғни тамызады.

Дайындалған шыны әйнекшені қиғаштап ұстап тұрып БУВ (бутанол – сірке қышқылы – су 40:12,5:29) құйылған эксикаторға, қабырғасын тигізбей салып қақпағын жабады. Еріткіш шыны әйнектің жоғарғы шегіне жеткенде алып кептіреді. Кепкеннен кейін еріткіштің фронтын белгілейді, сосын нүктелердің төменнен жоғары көтерілу жолын (х), еріткіш фронтын (у) және олардың қатынасын $R_f = x/y$ анықтайды.

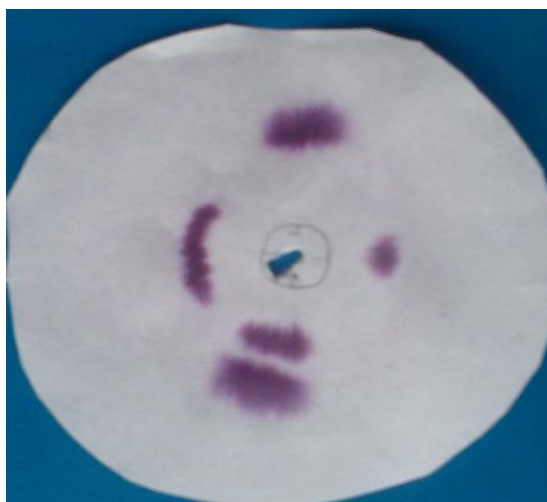
б) Радиалды қағаз хроматографиясы

Жұмыстың мақсаты: студенттерге қоспа түрінде берілген ерітінділердің үлгісі, аминқышқылдар мен көмірсулардың бөлінуін және құрамын анықтау.

Ыдыстар мен қондырғылар: екі Петри табақшасы, еріткіш қоспасы, н-бутанол – сірке қышқылы – су (4:1:5), айқындағыш ацетондағы 1% - нингидрин (аминқышқылдары үшін), реактивтер о-толуидин және мочеина (көмірсулар үшін).

Дөңгелек хроматограмма жасау үшін диаметрі бірдей екі Петри табақшасы қолданылады. Төменгі Петри табақшаға еріткіш құйылады. Фильтр қағазын Петри табақшасынан диаметрі 1 – 1,5 см артық етіп дөңгелектеп қиып алады. Қағаздың ортасына радиусы 1,5 – 2 см циркуль мен қарындаштың көмегімен өлшеп шеңбер салып алады, оның төрт жағына қарындашпен 3-4 мм-лік дөңгелекше сызады. Осы дөңгелекшелерге “стандарт заттар” (көмірсулар) сәйкес келеді. Сондай-ақ екі дөңгелекше бақылаушы қоспаға арналады.

Енгізілген нүктелер кепкеннен кейін міндетті түрде қолды жақсылап жуып, дисктің ортасына фитиль қою керек. Фитильдің биіктігі Петри табақшасының биіктігімен сәйкес келуі қажет.



Радиалды қағаз хроматографиясы
(3 - сурет)

Соданкейін еріткіш құйылған Петри табақшасына фитиль орнатылған қағаз дискіні салады, фитиль еріткішке тиіп тұруы керек. Оның үстін екінші Петри табақшасымен жабады да, біраз уақытқа қалдырады. Еріткіш Петри табақшасының шетіне жетуге 0,5-1,0 см қалғанда хроматограмманы алып, еріткіш ауданын сызып алып ауада, кептіргіш шкафта немесе жылы ауада кептіреді. Одан әрі хроматограмманы пульвизатормен сәл ылғал болғанша үрлейді, ауада кептіреді, сосын кептіргіш шкафта қажетті түстердің бояуы байқалғанша ұстайды.

№5 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС КӨМІРСУТЕКТЕРДІҢ АЛУ ӘДІСТЕРІ МЕН ХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ

Метанды алу

Реактивтер: сірке қышқылының натрий тұзы, натронды ізбес ($\text{NaOH} + \text{Ca(OH)}_2$) қоспасы, бром суы, калий перманганатының 1% ерітіндісі.

Ыдыстар мен қондырғылар: пробиркалар, газ жүретін түтікшелі тығын, спирт шамы.

Газ жүретін түтікшемен жабдықталған пробиркаға сусыз сірке қышқылының натрий тұзын және натронды ізбесті (NaOH , биіктігі 1 см) спирт шамының жалынында қыздырып, бөлінген газды жағыңдар. Сосын түтікшенің ұшын калий перманганатының ерітіндісі құйылған пробиркаға батырып, өзгерістерді бақылаңдар. Бұдан кейін түтікшенің ұшын бром суы құйылған пробиркаға батырыңдар.

Тапсырма:

1. Бөлінген газ қандай жалынмен жанады?
2. KMnO_4 ерітіндісі арқылы метан өткізгенде қандай өзгеріс болады? Себебін түсіндір.
3. Бром арқылы метан өткізгенде оның түсі өзгере ме? Неге?
4. Метанның түзілу реакциясын жазыңдар.

Этиленді алу

Реактивтер: калий перманганатының 1% ерітіндісі, этил спирті, концентрлі H_2SO_4 , Al_2O_3 , бром суы.

Ыдыстар мен қондырғылар: пробиркалар, газ жүретін түтікшелі тығын, спирт шамы.

Пробиркаға 8-10 тамшы концентрлі күкірт қышқылын, 4-5 тамшы этил спирті және бірнеше түйір Al_2O_3 (катализатор ретінде) салады. Газ жүретін түтікшелі тығынмен жауып оның ұшын бром суы құйылған пробиркаға батыру керек. Алғашқы пробирканы спирт шамымен қыздырады. Бром суымен реакциядан кейін түтікшенің ұшын калий перманганатының 1% ерітіндісіне батырады.

Тапсырма:

1. Этиленнің түзілу реакциясының теңдеуін жазыңдар.
2. KMnO_4 ерітіндісі құйылған пробиркада не болады? Неліктен?
3. Бром суы құйылған пробиркада не болады? Неліктен? Реакция теңдеуін жаз.

Ацетиленді алу

Реактивтер: кальций карбиді, бром суы, калий перманганатының 1% ерітіндісі, фенолфталеиннің 1% ерітіндісі.

Ыдыстар мен қондырғылар: пробиркалар, газ жүретін түтікшелі тығын, спирт шамы.

Газ жүретін түтікшемен жабдықталған пробиркаға бір кесек кальций карбидін салып, 3-4 тамшы су құйыңдар. Газ күйіндегі ацетиленнің бөлінуіне көңіл аударыңдар. Газ жүретін түтікшенің ұшын KMnO_4 ерітіндісі құйылған пробиркаға батырады. Дәл осы тәжірибені бром суы ерітіндісімен жүргізіндер. Ацетилен бөлінуі аяқталған соң пробиркаға 1 тамшы фенолфталеин қосыңдар.

Тапсырма:

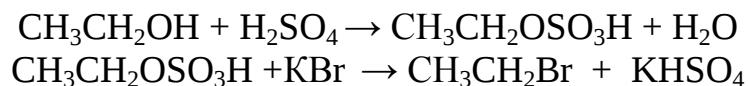
1. Ацетилен қандай жалынмен жанады?
2. Ацетиленнің түзілу реакциясының теңдеуін жазыңдар.
3. Ацетилен өткізгенде KMnO_4 ерітіндісі қандай өзгеріске ұшырайды? Реакция теңдеуін жазыңдар.
4. Ацетилен өткізгенде бром суы қалай өзгереді? Реакция теңдеуін жазыңдар.

5. Бастапқы пробиркаға фенолфталеин қосқанда ерітінді түсінің өзгеруін түсіндіріңдер.

№6 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРҒА ГАЛОИД ЕНГІЗУ РЕАКЦИЯЛАРЫ

Бромды этил синтезі



Реактивтер: этил спирті – 28 мл, калий бромиді – 25 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 51,5 г (28 мл).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл дөңгелек түпті колба, дефлегматор, термометр, сулы тоңазытқыш, аллонж, конусты колба, бөлгіш құйғы.

Дөңгелек түпті колбаға немесе Вюрц колбасына 28 мл концентрлі күкірт қышқылын тез құйып, колбаны суыта отырып, 28 мл этил спиртіні құямыз. Жылы қоспаны араластыра отырып, суық судың астында ұстап суытамыз да 20 мл мұздай су қосамыз. Себебі кейін 25 г ұнтақталған KBr қосады. Реакциялық колбаны дефлегматор арқылы, тығыны бар термометрмен және тура тоңазытқышқа бекітіп, аллонж арқылы мұзды суы бар қабылдағышқа (аллонжтың ұшы 1...1,5 см мұзды суға түсіп тұруы қажет) жалғайды. Реакция жүру барысында қабылдағышқа шетінен мұз қосып отырады.

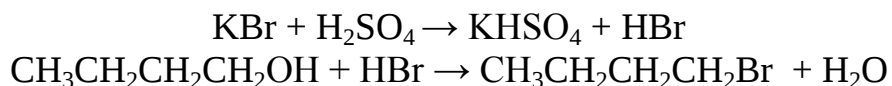
Реакциялық қоспаны құмды моншада 35 – 50°C бромды этилдің майлы тамшылары тоқтағанша қыздырады. Егер колбадағы реакциялық қоспа бұрқылдап қатты қайнаса, тасыса қыздыруды уақытша тоқтата тұрып аз уақыттан кейін қайта жалғастыруға болады.

Реакция аяқталғаннан кейін қабылдағыштағы затты бөлгіш құйғыға құйып қояды да, сәлден кейін (төменгі бөлік) бромды этилді сыйымдылығы 100 мл колбаға бөліп алады. Колбаны тұз салынған мұзбен жақсылап суытады, үздіксіз араластырып тұрып тамшылатқыш құйғымен концентрлі күкірт қышқылын бромды этилдің астына бөлек қабат түзгенше тамшылатып қосады. Күкірт қышқылымен өңдегенде қоспа құрамындағы этил спиртінен арыламыз. Ол бромды этилдің астыңғы бөлігіне түседі. Колбадағы қоспаны құрғақ бөлгіш құйғыға құйып, төменгі бөлігін (күкіртті қышқыл) бөліп тастайды, ал жоғарғы бөлігін (бромды этил) Вюрц колбасына құяды. Құрғақ бромды этилді сулы моншада айдайды, қабылдағышты мұзды моншаға салып өнімді жинайды. Өнім 35 – 40 °C айдалуы қажет.

Шығымы: 22 г. (теориялық шығымның 50%)

Бромды этил – түссіз сұйықтық, спиртпен, эфирмен, хлороформмен әрекеттеседі, суда жақсы ериді (0,914 г 100 мл 20°C). Қайнау температурасы 38,4°C, $\rho_{20}^{20}=1,4555$, $n_D^{20}=1,423$

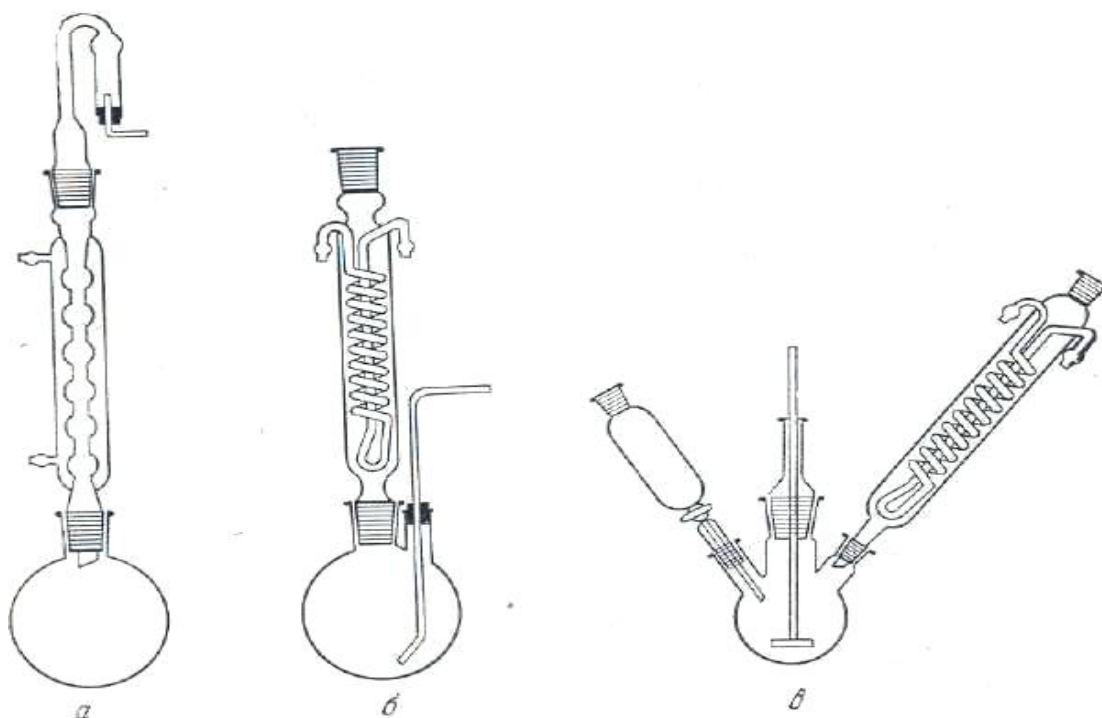
Бромды бутил синтезі



Реактивтер: 37 г калий бромиді, 40 мл су, 23 мл бутанол –1, 25 мл концентрлі күкірт қышқылы.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл дөңгелек түпті колба, кері тоңазытқыш, жәй айдауға арналған қондырғы, бөлгіш құйғы, қабылдағыштар.

Сыйымдылығы 250 мл дөңгелек түпті колбаға майда үгітілген калий бромидінің 37 г мөлшерін салып, оған 40 мл су және 23 мл бутанол – 1 суыта отырып қосады. Содан кейін араластырып тұрып аз-аздан 3-4 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Колбаны тығыны бар кері тоңазытқышпен жауып 2 сағат баяу қайнату қажет. Тек қоспа қайнаған сәттен бастап уақытты санау керек. Қайнатуға қоймас бұрын калий бромиді тез еру үшін колбаны араластырады және ішіне қайнатқыш түйіршіктер салады, себебі қайнау орталығы болуы тиіс. Нәтижесінде қайнаған қоспа броммен әрекеттесіп қызыл-қоңыр түсті болуы қажет.



Кері тоңазытқыштар
(4 – сурет)

А) Реакцияны жүргізуге арналған. Бұл жерде реагенттерді алдын ала қосып әрекеттестіріп алады.

Екі және үш мойынды колбалар препаратты химиялық реакцияларды жүргізуге өте қолайлы. Мысалы:

Б) Кері тоңазытқышта суытып, түтікшемен газды бөледі.

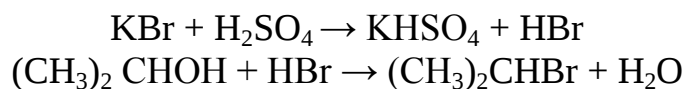
В) Қоспаны тоңазытқышта суытып тұрып, механикалық араластырғыш көмегімен үнемі араластыра отырып ерітіндіні тамызады.

Қайнауды тоқтатып, колбаны жәй айдауға арналған қондырғымен яғни тура тоңазытқышқа қосады, өйткені қоспадағы 1-бромбутаннан арылу қажет. Алонждың ұшы қабылдағышқа құйылған 50 мл суық суға батып тұруы тиіс. Айдауды қабылдағышқа 1-бромбутанның ауыр майлы тамшы тамуы тоқтағанша жалғастырады. Өнімді сумен бірге бөлгіш құйғыға құяды, төменгі қабатын бөліп алады. Егер өнім түсті болса, онда оны сұйытылған натрий гидросульфитінің ерітіндісімен жуады. Өнімді реакцияға түспеген спирт пен дибутил эфирінен бөліп алу үшін, оны 0°C температураға келтірілген күкірт қышқылымен араластырады. Төменгі (қышқыл) қабатын төгеді, 1-бромбутанды сумен, 10% натрий гидрокарбонатымен, содан кейін қайта сумен жуады және құрғақ кальций хлоридімен кептіреді. Кепкен өнімді айдап, 99 – 103° С аралығындағы фракцияны жинайды.

Алынған өнімнің практикалық шығымын есепте.

Ескерту : бұл әдіс бойынша шығымы көрсетілмеген.

Бромды изопропил синтезі



Реактивтер: изопропил спирті – 15 мл, калий бромиді – 15 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 19 мл.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл дөңгелек түпті колба, дефлегматормен айдауға арналған қондырғы, бөлгіш құйғы, Вюрц колбасы.

Дөңгелек түпті колбаға 15 мл изопропил спиртін, 19 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып, оны араластырып тұрып суық су астында ұстаймыз. Бөлме температурасында суытылған қоспаға араластырып тұрып 15 г калий бромидін қосады. Содан кейін колбаны дефлегматор арқылы Либих тоңазытқышына қосып, реакциялық қоспаны қабылдағышта майлы тамшылардың түсуі тоқтағанша құмды моншамен айдайды. Алонждың ұшы қабылдағыштың ішіндегі суға батып тұруы тиіс. Егер реакциялық қоспа тым қатты қайнаса, қыздыруды аздаған уақытқа сөндіреді.

Бромды изопропилді судан бөлгіш құйғы арқылы бөліп алады. Бөліп алынған майлы қабатқа абайлап аз–аздан концентрлі күкірт қышқылын бөлек қабат түзгенше тамызады. Осылайша изопропил спиртінен және аралық өнім диизопропил эфирінен тазартылған жаңа өнім – изопропилбромидті Вюрц колбасында айдайды, 57–61°C аралығында фракцияны жинайды.

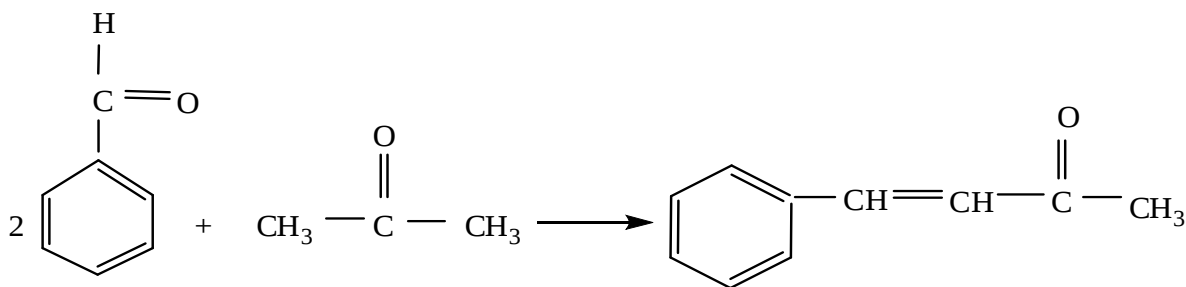
Шығымы: 8-10 г (теориялық шығымның 30-40%).

Бромды изопропил – түссіз сұйықтық, қайнау температурасы $59,4^{\circ}\text{C}$, $\rho_{4}^{20}=1,31\text{ г/см}^3$, $n_{\text{D}}^{20}=1,4251$ майы суда ериді ($0,344\text{ г}$ 100 мл $12,5^{\circ}\text{C}$), этил спирті мен диэтил эфирінің қатысуында кез келгенінде әрекеттеседі.

№ 7 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

КАРБОНИЛДІ ҚОСЫЛЫСТАР КОНДЕНСАЦИЯСЫ

Бензальацетон



Реактивтер: бензальдегид (жаңа айдалған) - 21 г ($0,2\text{ г-мол}$), ацетон $31,5\text{ г}$ (40 мл), натрий гидроксидінің 10% ерітіндісі – 5 мл , тұз қышқылы, бензол.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл стакан, бөлгіш құйғы, сулы монша, Либих тоңазытқышы, араластырғыш шыны таяқша.

Сыйымдылығы 100 мл стаканда үнемі араластырып тұрып $31,5\text{ мл}$ ацетон алып, оған бензальдегидпен 20 мл су құяды. Қоспаны сулы моншада суытады, аз - аздан 5 мл 10% натрий гидроксидінің ерітіндісін қосады, температураны $25 - 30^{\circ}\text{C}$ асырмау керек. Содан кейін қоспаны $2,5$ сағат бойы бөлме температурасында араластырады.

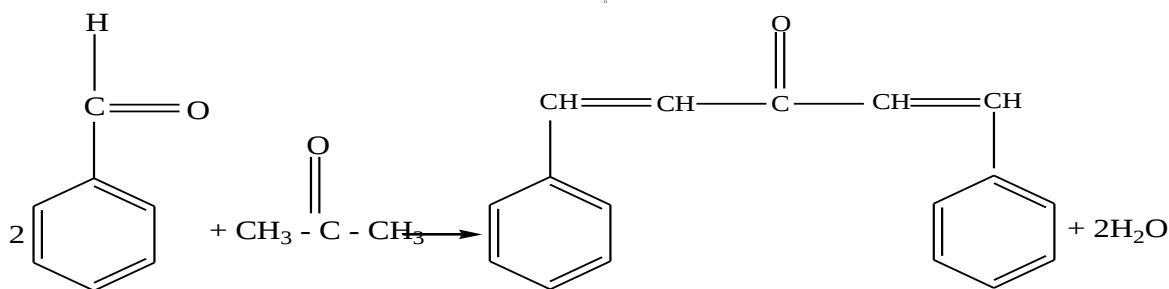
Реакция аяқталған соң реакциялық қоспаға лакмус қағазымен тексере отырып, қышқылдық ортаға дейін сұйытылған тұз қышқылын қосады. Осы қоспаны бөлгіш құйғыға құяды: жоғарғы сары майлы қабатты төменгі сулы қабаттан бөліп алады. Төменгі сулы қабатты 10 мл бензолмен жуады, түзілген бензолды ерітіндіні (жоғарғы қабатты) алдыңғы бөліп алған сары майлы қабатқа қосады. Оған 10 мл су құйып шайқайды, бөлгіш құйғы арқылы бөледі. Бензолды сулы моншада айдайды, қалғанын вакуумда айдайды. Алғашқы бөлінген жасылдау дистиллятты алып тастайды да, қалған таза өнімдікелесі қабылдағышқа жинайды.

Шығымы: 20 г (теориялық шығымның 69%)

Қайнау температурасы - $148 - 160^{\circ}\text{C}$ (25 мм), $133-143^{\circ}\text{C}$ (16 мм) немесе $120 - 130^{\circ}\text{C}$ (7 мм). Өнім тұра берсе кристалданып кетеді. Балқу температурасы $40 - 42^{\circ}\text{C}$,

Ескерту: 1. бензальацетон адам терісіне тез әсер етеді, сондықтан онымен жұмыс істегенде мұқият болу керек.

Дибензальацетон синтезі



Реактивтер: бензальдегид (жаңа айдалған)-7,8 г (7,5 мл), ацетон 2,22 г (2,8 мл), этил спирті, - 60 мл, натрий гидроксиді -7,5 г, этилацетат - 25 мл.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл стакан, сулы монша, араластырғыш шыны таяқша, сыйымдылығы 50 мл колба.

7,5 г натрий гидроксидінің суытылған 75 мл судағы ерітіндісін және 60 мл этил спирті стаканға құйып, суық суда суытып тұрып, механикалық араластырғышпен немесе шыны таяқшамен араластырады. Алдын ала дайындалған 7,5 мл бензальдегид пен 2,8 мл ацетон ерітіндісін 20-25°C араластырып тұрып қосады. 2-3 минуттан кейін лайлану басталады және мақта тәрізді тұнба түзіледі. Реакциялық қоспаны процесс кезінде қыздырмау керек, себебі 30°C-тан жоғары температурада дибензальацетонның шығымы төмендеп кетеді. 15 минуттан кейін қалған бензальдегид пен ацетонды қосады. Барлығын қосып болған соң тағы 30 минут араластырады. Түзілген қою тұнбаны Бюхнер құйғысында сүзіп алады, фильтрді дистильденген сумен жуады, содан кейін екі фильтр қағазының арасына салып кептіреді.

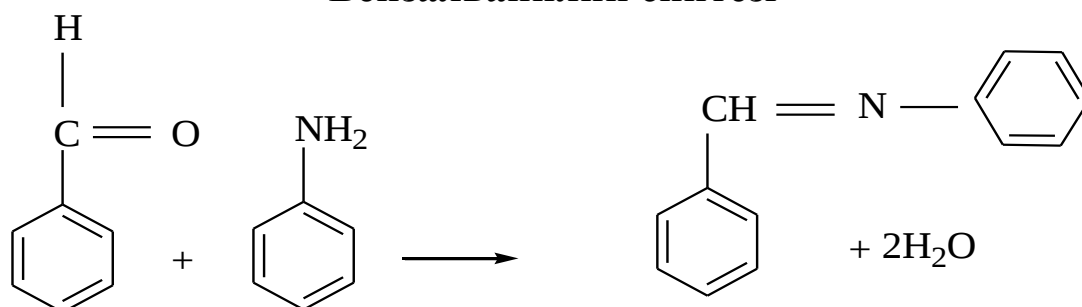
Шығымы: 7-8 г (теориялық шығымның 80-90%).

Таза өнім алу үшін дибензальацетонды этилацетатта қайта кристалдайды, содан кейін балқу температурасын және R_f (бензол: этилацетат: петролейн эфирі = 1:1:5) анықтап, әдебиеттегі көрсеткіштермен салыстырады.

Дибензальацетон (1,5-дифенил-1,4-пентадиен-3-он; стирилкетон; дистирилкетон; дицинамилкетон; цинамон)-ацетонда қайта кристалданған сарғыш-жасыл моноциклді жапырақша немесе диэтил эфир және этил спиртінде қайта кристалданған пластинка; балқу температурасы 112°C. Өнім этилацетатта, ацетонда, хлороформда ериді. Суда, этил спиртінде диэтил эфирінде нашар ериді.

Хроматография: $R_f = 0,95$ (Силуфол пластинкасы, бензол: этилацетат: петролейн эфирі = 1:1:5, ацетон ерітінді).

Бензальанилин синтезі



Реактивтер: бензальдегид (жаңа айдалған) - 10,5 г (10 мл), анилин (жаңа айдалған) - 9,3 г (9,2 мл), этанол 95 % - 25 мл, этанол 85 %; ацетон: петролей эфирі: бензол: аммиактың сулы ерітіндісі (конц) = 100:200:50:2.

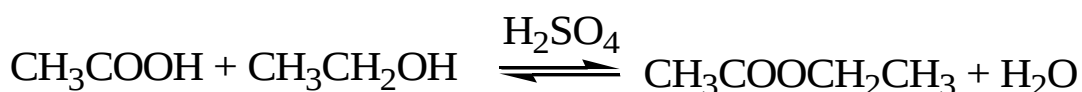
Ыдыстар мен қондырғылар: 50 мл, 100 мл стакандар, сулы монша, сыйымдылығы 50-250 мл жалпақ түпті колба - 2, шыны таяқша, термометр, Silufol, хроматографиялық камера; тұнбаны бөлгіш құрал, Кофлер блогы немесе балку температурасын анықтайтын құрал.

Сыйымдылығы 100 мл стаканға 10,5 мл бензальдегид құяды, араластырып тұрып, оған 9,3 г анилин қосады. Бірнеше секундтан соң жылу бөле жүретін реакция басталады, реакциялық массаны 15 минутқа қойып қояды. Уақыт өткен соң араластырып тұрып 95 % 25 мл этанолы бар стаканға құяды. Ерітіндіні бөлме температурасында 10 минутқа қалдырады да, кейін 30 минут мұзды суда суытады. Алынған кристалды затты Бюхнер құйғысында бөліп, ауада кептіреді. Бензальанилинді 85% этанолда қайта кристалдайды, балку температурасын анықтайды және R_f есептейді.

Шығымы: 15 г (теориялық шығымның 83%).

Бензальанилин (N - бензилиденанилин) – (күкіртті көміртеkte қайта кристалдағанда) сары ине тәрізді. Балку температурасы 54°C және қайнау температурасы 300°C ; суда ерімейді, этанолда, диэтил эфирінде ериді.

№8 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ АЦИЛДЕУ ӘДІСІ Сірке қышқылының этил эфирін (этилацетат) алу



Реактивтер: (мұзды) сірке қышқылы – 21 г (20 мл), этил спирті 18 г (23 мл), күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 4,6 г, натрий карбонаты, сусыз кальций хлориді және кальций хлоридінің қаныққан ерітіндісі.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 150 мл Вюрц колбасы - 2, тамшылатқыш құйғы, бөлгіш құйғы, Либих тоңазытқышы, сулы монша, термометр.

Тамшылатқыш құйғысы бар Вюрц колбасына 3 мл этил спиртін және 2,5 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып Либих тоңазытқышына жақсылап бекітеді. Қыздыруды құмды моншада 120°C жүргізеді. Жоғарыда көрсетілген температураға жеткен соң тамшылатқыш құйғыға алдын ала дайындалған 20 мл сірке қышқылы мен 20 мл этил спиртінің қоспасын тамшылата бастайды. Қабылдағышқа тамып жатқан сірке этил эфирінің жылдамдығына қарай қоспа жылдамдығын тамызады.

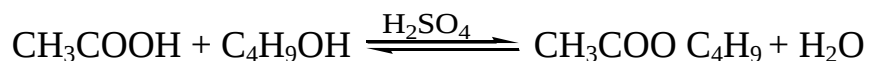
Этилацетатты айдап болған соң бөлгіш құйғыға құяды, содан кейін одан реакцияға түспеген сірке қышқылын бөлу үшін қаныққан натрий карбонатының

ерітіндісімен жуады, индикатор қағазымен бақылап отырады. Эфирлі бөлікті бөліп алып, дәл осылай қаныққан кальций хлоридімен реакцияға түспеген этил спирті бөледі (біріншілік спирттермен кальций хлориді кристалды молекулярлы қосылыс түзеді $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ сірке қышқылының этилэфирінде ерімейді, бірақ суда ериді). Қоспаларды бөлген соң эфирлі бөлікті бөліп алып, құрғақ кальций хлоридімен кептіреді, Вюрц колбасында сулы моншада айдайды. 75...79°C аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы: 20 г (теориялық шығымның 65%).

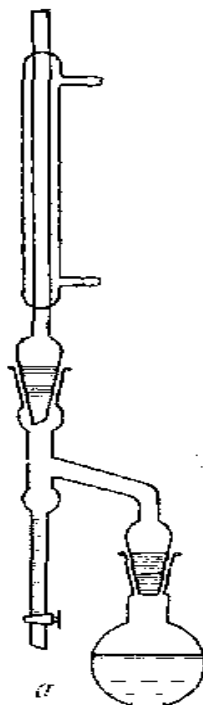
Сіркеэтил эфи́рі (сірке қышқылының этил эфи́рі) – иісі жағымды түссіз ерітінді. Көптеген ерітінділермен реакцияласады: этил спирті, диэтил эфи́рі, бензол, хлороформ, суда шектеулі ериді (20°C - де 8,5% ерітінді түзеді). Қайнау температурасы 77,15°C, $\rho_{4}^{20} = 0,8820$, $\eta_{\text{D}}^{20} = 1,3941$

Сірке қышқылының бутил эфи́рі (бутилацетат)



Реактивтер: (мұзды) сірке қышқылы – 21 г (20 мл), н-бутил спирті 25 г (31 мл), күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 3,7 г (2 мл), натрий карбонатының 5% ерітіндісі, кальций хлориді (сусыз).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, тамшылатқыш құйғы, сулы тоңазытқыш, бөлігіш құйғы, суға арналған “ұстағыш”, екі мүйізді форштосс, құмды монша, термометр, Вюрц колбасы.



Күрделі эфирлерді алуға арналған қондырғы
5 – сурет

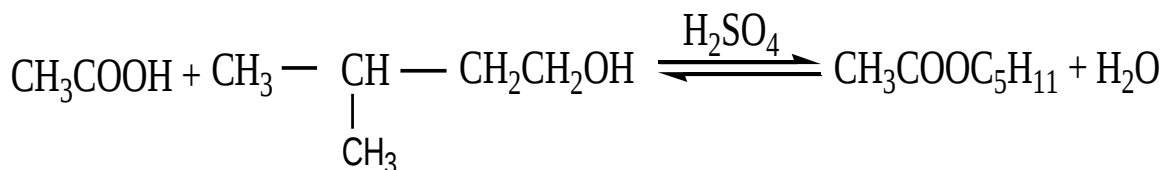
Дөңгелек түпті колбаға екі мүйізді форштосс жалғанған, оған тамшылатқыш құйғы және суға арналған “ұстағыш” арқылы жалғанған кері тоңазытқыш бар колбаға 20 мл мұзды сірке қышқылын, 31 мл н-бутил спирті және 2 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды. Қоспаны құмды моншада қайнағанша қыздырады. Реакцияда бөлінген су бутил спиртінде азеотропты қоспа түрінде бөлініп “ұстағышқа” түседі. Ұстағышқа жиналған сұйықтықты өлшеуіш цилиндрге құйып алады, жоғарғы бөлігін (бутил спирті) тамшылатқыш құйғы арқылы реакциялық колбаға қосады. Су бөлініп болғанда немесе ұстағыштағы су қабаты өзгергенде аяқталады деп есептеледі.

Алынған эфирді бөлгіш құйғыда алдымен сумен, сосын натрий гидрокарбонатының ерітіндісімен бейтарап ортаға келтіріп индикатор қағазымен тексереді және қайтадан сумен жуады. Эфирді сулы қабаттан бөліп, оны күйдірілген кальций хлоридімен кептіріп, Вюрц колбасында айдайды, фракцияны 124...126⁰С аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы: 27 г (теориялық шығымның 70%).

Сірке қышқылының бутил эфирі (бутилацетат) - эфир иісі бар сұйықтық, этил спиртімен, диэтил эфирімен әрекеттеседі, суда аз ериді, (1г 100 мл 25⁰С), қайнау температурасы 124...126⁰С.

Сірке қышқылының изоамил эфирі (изоамилацетат)



Реактивтер: мұзды сірке қышқылы – 15,7 г (15 мл), изоамил спирті – 23,5г (29 мл), күкірт қышқылы (ρ=1,84 г /см³) – 1,54 г, натрий карбонатының 5% ерітіндісі, кальций хлориді (сусыздандырылған).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, тамшылатқыш құйғы, сулы тоңазытқыш, бөлгіш құйғы, суға арналған “ұстағыш”, екі мүйізді форштосс, майлы немесе құмды монша, термометр, Вюрц колбасы, дефлегматор.

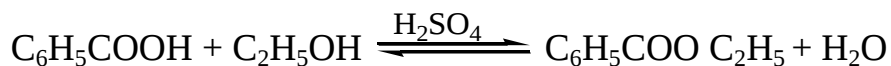
Арнайы тамшылатқыш құйғы, “ұстағыш”, кері тоңазытқышпен жабдықталған дөңгелек түпті колбаға 15 мл мұзды сірке қышқылын, 30 мл изоамил спирті және 1 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды. Бұл қоспаны сулы немесе майлы моншада қайнатады. Қайнау барысында бірте – бірте ұстағышқа су жиналады. Судың бөлінуі тоқтағанда реакция аяқталды деп санауға болады.

Алынғын эфирді бөлгіш құйғыға құяды да сумен жуады, 5% натрий карбонатының ерітіндісімен бейтарап ортаға келтіреді де, сусыз кальций хлоридімен кептіреді. Колбадағы өнімді Вюрц колбасында айдайды. Негізгі фракцияны 138 – 142⁰С аралығында айдалады.

Шығымы: 21 г (теориялық шығымның 61,7%).

Сірке қышқылының изоамил эфирі (изоамилацетат, сірке қышқылының изопентил эфирі) – жеміс-жидек иісіне ұқсас түссіз сұйықтық, этил спиртімен, диэтил эфирімен хлороформмен әрекеттеседі, суда нашар ериді (0,31 г 100 мл суда), қайнау температурасы 142⁰С, $\rho_{4}^{20}=0,8720$, $n_D^{20}=1,4053$.

Бензой қышқылының этил эфирін синтездеу (этилбензоат)



Реактивтер: Бензой қышқылы – 15 г, этил спирті (абсолютті) – 39 г (50 мл), күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г /см³) – 2,8 г, (1,5 мл), диэтил эфирі, натрий карбонатының 5% ерітіндісі, натрий сульфаты (сусыздандырылған).

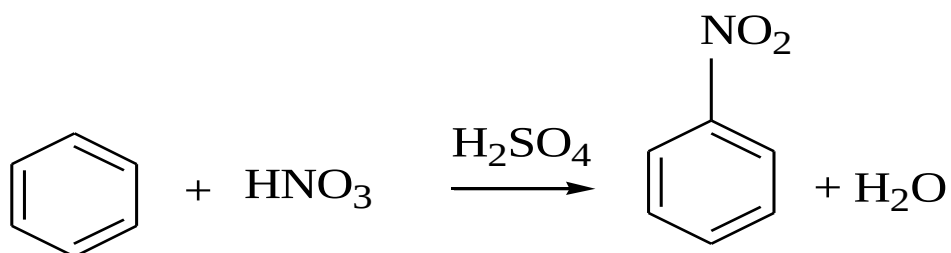
Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 150 мл дөңгелек түпті колба, сулы тоңазытқыш, бөлгіш құйғы, Вюрц колбасы, термометр, хлоркальцилі түтікше, сулы монша.

Дөңгелек түпті колбаға 15 г бензой қышқылын, 50 мл абсолютті этил спиртін, 1,5 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды. Колбаны тығыны бар кері тоңазытқышқа қояды, оған хлоркальцилі түтікше жалғанады, одан әрі сулы моншада 1 сағат қыздырады. Реакция аяқталғаннан кейін этил спиртінің қалдығын айдайды, қалған қалдықты ішінде 100 мл суы бар бөлгіш құйғыға құяды. Бензой қышқылының этил эфирін 20 мл эфирмен үш рет сұйылтып бөліп алады. Эфирлі экстракт құрамындағы бензой қышқылынан арылу үшін натрий карбонатының 5% ерітіндісін қолданады, содан кейін сусыз натрий сульфатымен кептіреді. Эфирді Вюрц колбасында, сулы моншада айдайды, ал тұнбасын асбесті торда газ жанарғысымен айдап жинап алады. Фракцияның қайнау температурасы 210 – 212⁰С.

Шығымы: 15 г (теориялық шығымның 83%).

Бензой қышқылының этил эфирі (бензой қышқылының этил эфирі, этилбензоат) – түссіз сұйықтық, этил спиртінде, диэтил эфирінде, хлороформда ериді, суда аз ериді (0,08 г, 100 мл). Қайнау температурасы 212,6⁰С, $\rho_{4}^{20}=1,0470$, $n_D^{20}=1,5068$.

№9 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС АРЕНДЕРДІ СУЛЬФИРЛЕУ ЖӘНЕ НИТРЛЕУ ӘДІСТЕРІ Нитробензол синтезі



Реактивтер: бензол – 10 мл, азот қышқылы ($\rho=1,4 \text{ г/см}^3$) – 11 мл, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 13 мл, натрий гидроксидінің 5% ерітіндісі, кальций хлориді (сусыздандырылған).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, ауа тоңазытқышы, сыйымдылығы 100 мл бөлгіш құйғы, сулы монша, сыйымдылығы 100 мл Вюрц колбасы, сыйымдылығы 50 мл колба.

(Жұмысты тартқыш шкафта жасау керек!)

Дөңгелек түпті колбаға 11 мл концентрлі азот қышқылын құяды. Араластырып тұрып және сыртқы салқындықты суық суда сақтай отырып, ақырын 13 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Нитрленген қоспа бөлме температурасында суығаннан кейін аз-аздан (1 мл-ден) үздіксіз араластыру арқылы 10 мл бензол құяды. Бензолды құйып болған соң, колбаны тығыны бар ауа тоңазытқышқа бекітеді де, сулы моншада 30 минут 60°C (сулы монша температурасы) қыздырады. Реакциялық қоспаны жиі араластыра отырып, температураны үнемі сақтау керек.

Процесс аяқталғаннан кейін колбаны бөлме температурасына дейін суда суытады, колба ішіндегі қоспаны бөлгіш құйғыға құяды. Төменгі (қышқыл) қабатын бөліп алады, ал жоғарғы (нитробензол) қабатын сумен, 5% натрий гидроксиді ерітіндісімен жуады (қышқыл қалдықтарын бейтараптау үшін), содан кейін қайтадан сумен жуады. Осы кезде нитробензол төменгі қабатқа түседі. Жуылған нитробензолды (яғни төменгі қабатты) құрғақ колбаға құйып алып, күйдірілген (сусыз) кальций хлоридін салады. Колбаны тығыны бар ауа тоңазытқышқа бекітеді де, қайнап тұрған сулы моншада ерітінді мөлдір болғанша қыздырады. Оны Вюрц колбасына (кальций хлоридісіз) құйып алады да, ауа тоңазытқышында айдайды, және $207 - 211^\circ\text{C}$ қайнаған фракцияны жинайды.

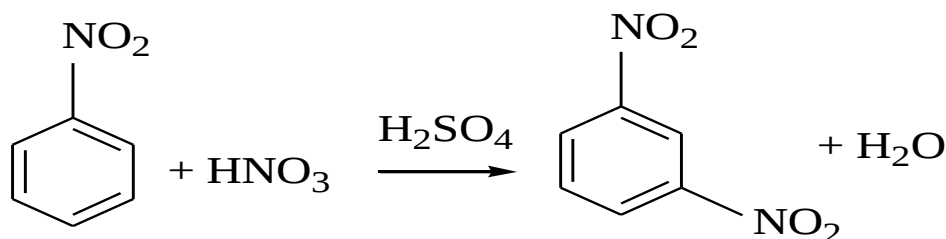
Нитробензолды құрғағанша айдауға болмайды!

М – динитробензолдың жарылып кетуінің алдын алып, қадағалау керек!

Шығымы: 11 г (теориялық шығымның 81%).

Нитробензол – майлы ерітінді, сары түсті, өткір иісті, бензолда тез ериді, суда шектеулі ($0,19 \text{ г } 100\text{мл } 20^\circ\text{C}$), этил спиртінде, диэтил эфирінде ериді. Қайнау температурасы $210,9^\circ\text{C}$, $\rho_{25}^4=1,1986$, $n_D^{20}=1,5524$.

мета – Динитробензол синтезі



Реактивтер: нитробензол – 4,1 мл (5 г), азот қышқылы ($\rho=1,4 \text{ г/см}^3$) – 12,5 мл, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 17,0 мл, этил спирті – 50 мл.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, ауа тоңазытқышы, сыйымдылығы 250 мл стакан, сулы монша, термометр.

(Жұмысты тартқыш шкафта жасау керек!)

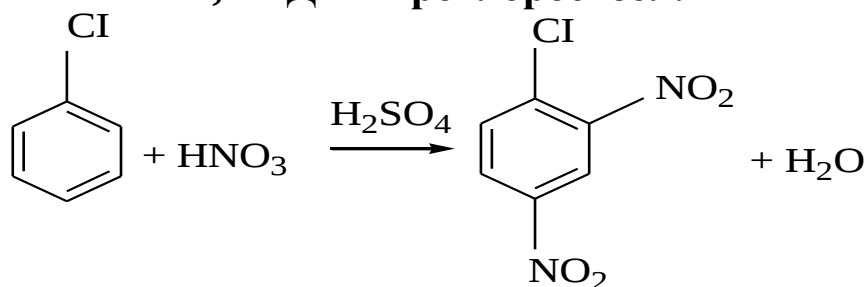
Дөңгелек түпті колбаға 17 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды, содан кейін ақырындап араластырып тұрып 12,5 мл концентрлі азот қышқылын қосады. Алынған қоспаға 4,1 мл нитробензолды тамшылатып қосады, араластырады да, тығыны бар ауа тоңазытқышқа 1 сағат қыздыруға қояды, үнемі араластырып тұру қажет. Қыздыру уақыты өткеннен кейін реакцияның аяқталғанын білу үшін үлгі алады. Ол үшін пробиркаға суық су алып, шыны таяқшамен бірнеше тамшы реакциялық массадан тамызады. Сонда м-динитробензол пробирка түбінде кристалл түзу керек, су бетінде майлы нитробензол болмауы тиіс. Егер майлы қабат болса, қыздыруды тағы да 10 – 15 минут жалғастырады.

Суыған реакциялық қоспаны араластырып тұрып, суық суы бар стаканға құяды, қатты м-динитробензолды сүзіп, жуады. Жаңа өнімді 50 мл стаканға салып ыстық суда ерітеді. Бұл құбылысты екі рет қайталайды. Суыған м-динитробензолды этил спиртіңде қайта кристалдау арқылы тазартады (1 г өнімге 7 мл этил спиртің алады).

Шығымы: 5-6 г (териялық шығымның 75-90%).

М – динитрбензол – түссіз кристалл зат, бензолда, эфирде, ацетонда, спирте (2,6 г 100 мл, 20⁰С), суда нашар ериді (0,32 г 100 мл 100⁰С)

2,4 – Динитрохлорбензол.



Реактивтер: хлорбензол – 21 г (19 мл); азот қышқылы (1,4 г/см³) - 30 мл; күкірт қышқылы (ρ=1,84 г/см) – 47 мл; мұз 300 г.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 200 мл кең мойынды колба, механикалық араластырғыш, термометр, сулы және майлы моншалар.

(Жұмысты тартқыш шкафтың астында жасайды!)

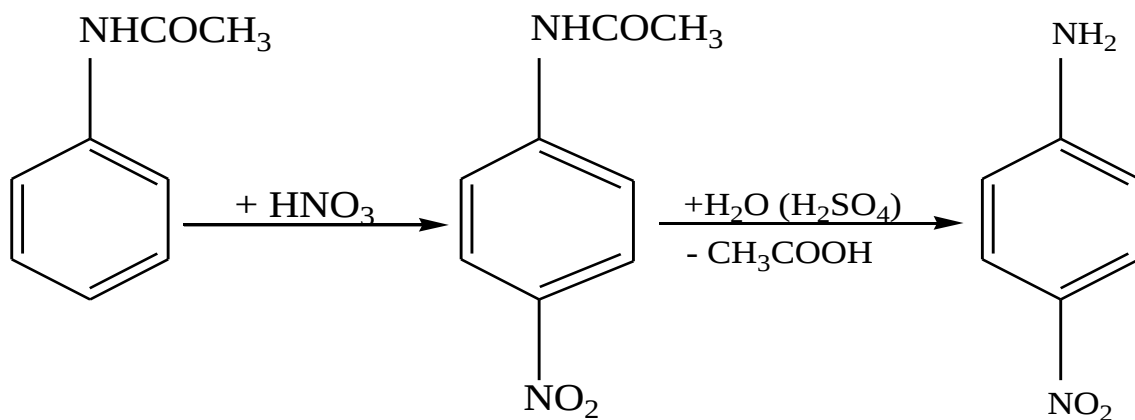
Механикалық араластырғышы мен термометрі бар сыйымдылығы 200 мл кең мойынды колбаға 21 г (19 мл) хлорбензол мен 23,5 мл концентрлі күкірт қышқылын қосып, үнемі араластыра отырып сулы моншада қыздырады.

Қалған күкірт қышқылын 30 мл азот қышқылымен (күкірт қышқылына азот қышқылын құяды) араластырады, содан кейін бұл қоспаны ақырын аз-аздан реакциялық колбаға құяды, температураны 100⁰С жеткізбеу керек. Қоспаны қосып болған соң үнемі араластырып тұрып 1 сағат сулы моншада қыздырады, содан кейін 1 сағат майлы моншада 120⁰С қыздырады. Түзілген затты ұсақталған 300 г мұзға араластырып тұрып құяды. Өнімді сүзіп алып фильтрде бейтарап ортаға келгенше жуады, кептіреді.

Шығымы: 30 г (теориялық шығымның 83%).

Таза түссіз 2,4–динитрохлорбензолды алу үшін спиртте қайта кристалдайды. Балқу температурасы 52-53⁰С.

***пара* -Нитроацетанилид және *пара*-нитроанилин**



Реактивтер: ацетанилид – 5 г, азот қышқылы (1,4 г/см³)-2,4 мл; күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/мл) – 14мл; күкірт қышқылының 25% ерітіндісі 26 мл, натрий гидроксидінің 10% ерітіндісі.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл үш мойынды колба, сыйымдылығы 100 мл колба, кері тоңазытқыш.

Термометрі мен араластырғышы бар колбаға 5 г ацетанилидті 10 мл күкірт қышқылымен әрекеттестіріп, 40⁰С-тан асырмай қыздырады. Сосын 5⁰С дейін суыған реакциялық ерітіндіге үнемі араластырып тұрып 4 мл концентрлі күкірт қышқылының 2,4 мл азот қышқылындағы қоспасын 15⁰С -тан асырмай температураны бақылап отырып қосады. Осы температурада реакциялық қоспаны 45 минут ұстап, содан кейін 250 – 300 мл мұзды суға құяды. Тұнбаға түскен *p*-нитроацетанилидті Бюхнер сүзгісімен сүзіп, сумен жуады. 100-150⁰С анализге қажетті үлгіні кептіріп алады.

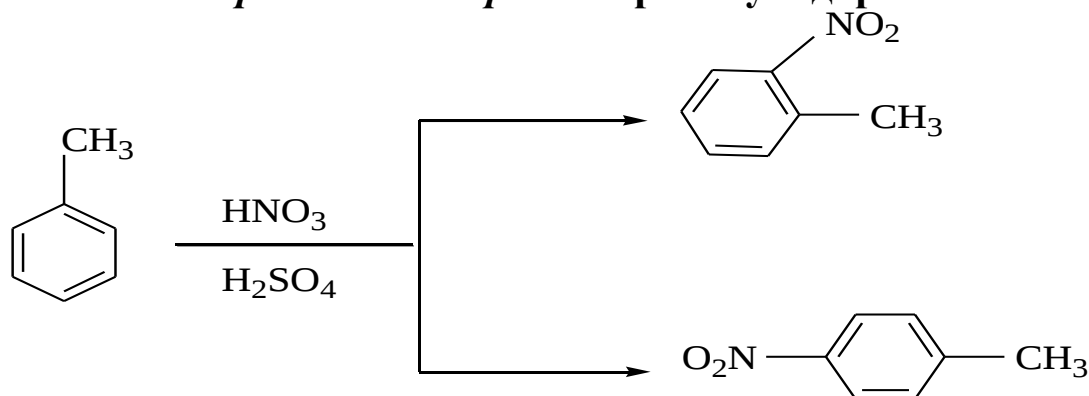
***p*-Нитроацетанилид** – ақшыл сары түсті аморфты зат, көптеген органикалық еріткіштерде қиын ериді. Балқу температурасы 206-207⁰С.

Жаңа алынған *p* – нитроацетанилидті 25 мл 25% күкірт қышқылының ерітіндісін араластырып кері тоңазытқышқа жалғап, толық ерігенше қайнатады. Ыстық ерітіндіні сүзіп, натрий гидроксидінің 10% ерітіндісімен сілтілік ортаға келтіреді. *p*-Нитроанилин кристалын суығаннан кейін сүзіп алып, суық сумен жуады және сумен қайта кристалдайды.

Шығымы: 4 г (78% ацетанилидтің теориялық шығымынан).

***p*-Нитроанилин** – сары кристалл, балқу температурасы 147-147,5⁰С. Этил спиртінде, ацетонда, эфирде ериді, суда шектеулі (0,08 г 100 мл 20⁰С, 2,2 г – 100⁰С).

орто- және пара- Нитротолуолдар



Реактивтер: толуол 25 г (29 мл), азот қышқылы ($\rho=1,4$ г/мл) - 24,3 мл, күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/мл) - 25 мл кальций хлориді.

Ыдыстар мен қондырғылар: Сыйымдылығы 250 мл үшмойынды колба, тамшылатқыш немесе бөлгіш құйғы, термометр, ауа салқындатқышы, араластырғыш.

Термометрі мен тығыны бар араластырғыш және тамшылатқыш құйғысы бар үш мойынды колбаға нитрлеуші қоспа дайындайды, оған 24,3 мл (34 г) азот қышқылына аз-аздан 25 мл күкірт қышқылын қосады, температура 60°C -тан аспауы қажет. Осы температураны ұстап тұрып 25 г (29 мл) толуолды тамшылатып қосады. Төменгі қышқыл қабатты бөліп алады, ал жоғарғы майлы қабатты бірнеше рет сумен жуады, сусыздандырылған кальций хлоридімен кептіреді. Майды кальций хлоридінен бөліп алады, оны стаканда немесе колбада мұзбен суытады. Біраз уақыттан кейін түзілген кристалдарды п-нитротолуолды майдан сүзіп алады.

Шығымы: 23 г (теориялық шығымның 60%).

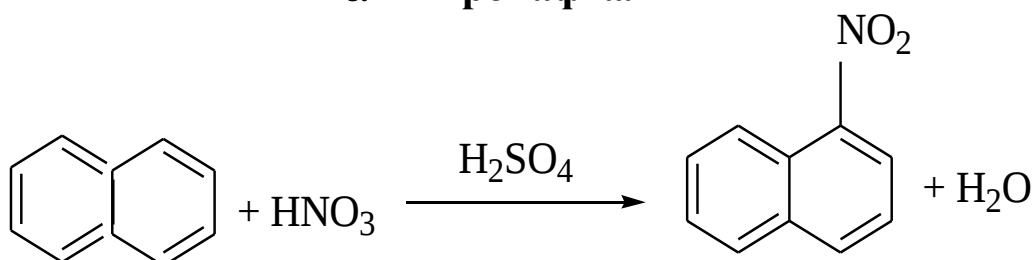
п-Нитротолуол - ақшыл-сары түсті кристалды зат. Балқу температурасы $51-54^{\circ}\text{C}$, қайнау температурасы 238°C , $\rho_4^{20}=1,2860$, этил спиртінде, эфирде, ацетонда, бензолда жақсы ериді, суда нашар ериді (0,04 г 100 мл 30°C). Таза өнім алу үшін оны айдап, $232-236^{\circ}\text{C}$ аралығындағы фракцияны жинайды.

Майлы бөлігін де сол пробиркада айдап, $216-222^{\circ}\text{C}$ аралығындағы фракцияны жинайды. Алынған сары сұйықтық о-нитротолуол болып табылады.

Шығымы: 16,7 г (теориялық шығымның 35%).

Балқу температурасы $9,5^{\circ}\text{C}$ (α - түрі), - $3,8^{\circ}\text{C}$ (β - түрі). Қайнау температурасы $219 - 216,5^{\circ}\text{C}$ (α - түрі), $222 - 223^{\circ}\text{C}$ (β - түрі).

α -Нитронафталин



Реактивтер: Нафталин – 5 г, концентрлі азот қышқылы 3,9 г, күкірт қышқылы – 5,0 мл, этил спирті.

Ыдыстар мен қондырғылар: 50 мл фарфор стакан, термометр, араластырғыш.

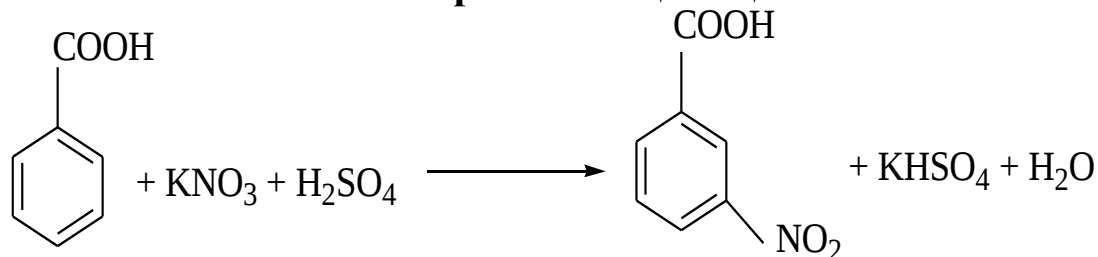
Араластырғышы мен термометрі бар фарфор стаканға 5,0 мл күкірт қышқылын 2,7 мл су және 3,9 г (2.8 мл) конц. азот қышқылын құяды. 50⁰ С-қа дейін қыздырылған нитрлеуші қоспаға (термометр қоспа ішінде тұрады) 5,0 г жақсылап ұсақталған нафталинді араластырады. Алынған қоспаны механикалық араластырғышпен 50⁰С температураны ұстап, 1 сағат бойы қыздырады. Температураны 60⁰С көтеріп тағы 1 сағат араластырады. Реакциялық қоспа суығаннан кейін алынған нитронафталин қышқылдың бетіне қалқып шығады. Өнімді бөліп алып, фарфор табакшада қайнаған сумен бірнеше рет жуады. Бұл кезде су буымен нафталин қалдықтары бөлінеді. Балқыған нитронафталинді қатты араластырып тұрып суық суға құяды. Қатқан шар тәрізді өнімді сүзіп алып, ауада кептіреді.

Шығымы: 5,8 г (теориялық шығымның 86%).

Таза α - нитронафталин алу үшін этил спиртінде қайта кристалдайды.

α -Нитронафталин – сары кристалды өнім, балқу температурасы 59-60⁰С. Этанолда, эфирде, хлороформда, ацетонда ериді.

мета-Нитробензой қышқылы



Реактивтер: бензой қышқылы 5 г, натрий нитраты – 10 г; күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/см) – 13 мл, барий гидроксиді – 17,5 г.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 50 мл үшмойынды колба, ыстықтай сүзуге арналған құйғы, су буымен айдауға арналған қондырғы, термометр, араластырғыш.

Арнайы араластырғышы мен термометрі бар үш мойынды колбаға 13 мл күкірт қышқылын құйып 70⁰С дейін қыздырады. Моншаны алып тастап үнемі араластырып тұрып 5 г бензой қышқылы мен 10 г натрий нитратының қоспасын қосады, температура 80⁰С аспауы керек. Содан кейін температураны 85-90⁰С дейін көтереді, реакциялық массада нитробензой қышқылының майлы қабаты түзілгенше сулы моншада қыздырады. Реакциялық қоспа суығаннан кейін суық суға құяды, түзілген тұнба м– нитробензой қышқылын фильтрлейді, алдымен суық сумен, сосын бірнеше рет ыстық сумен жуады.

Тұнбаны су буымен айдайтын колбаға құйып, әрекеттеспеген бензой қышқылын айдайды.

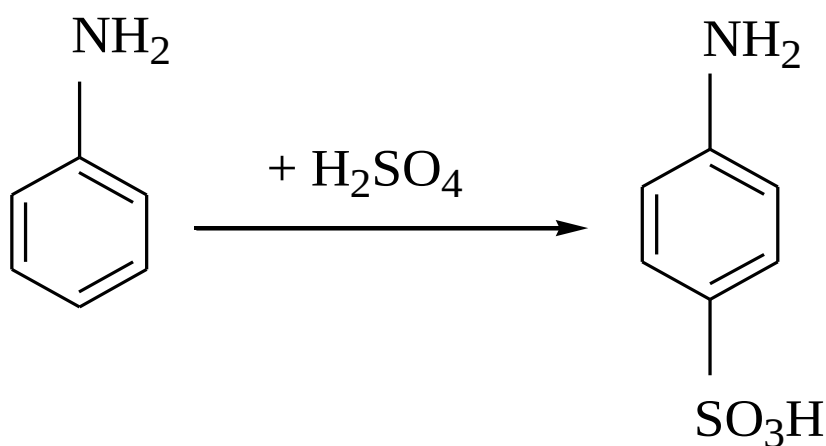
м-Нитробензой қышқылын барий тұзы ретінде тазартады. Ол үшін жаңа алынған қышқылды 20 есе сумен сұйытылған барий гидроксидінің әлсіз сілтілік ыстық ерітіндісімен ерітеді. Содан кейін 200 мл су қосады және қоспадағы тұнба тұтас еріп кеткенше қыздырады. Филтратты салқындатып, түзілген тұнбаны ерітіндіні сүзуге арналған құйғы арқылы фильтрлейді.

Таза қышқылды алу үшін, барий тұзын 10% күкірт қышқылымен қайнатады. Суыған соң түзілген м-нитробензой қышқылын фильтрлейді, суық сумен жуып қайта кристалдайды.

Шығымы: 3,8 г (теориялық шығымның 56%).

м-нитробензой қышқылы – ақ кристалды ұнтақ. Балқу температурасы 140-141⁰С. Этил спиртінде, эфирде ериді, бензол мен суда нашар ериді (0,31 г 100 мл).

Сульфанил қышқылы



Реактивтер: Анилин – 9 мл, концентрлі күкірт қышқылы (H₂SO₄) – 16 мл, натрий гидроксиді (NaOH) – 4 г, концентрлі тұз қышқылы.

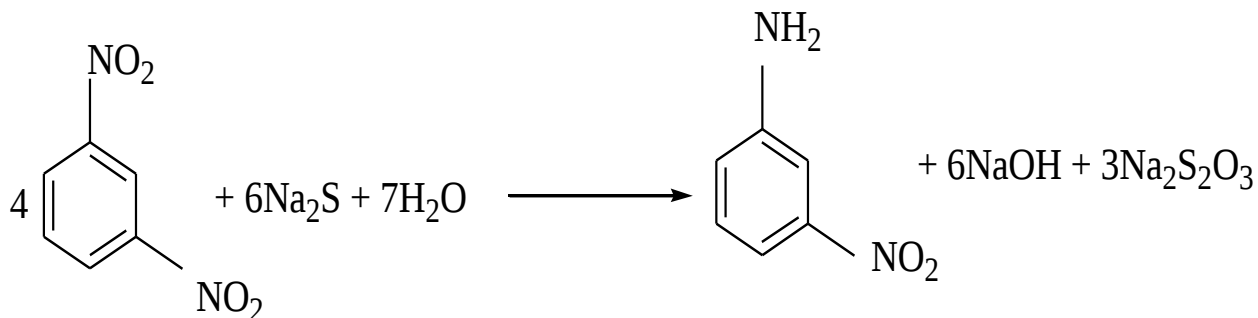
Ыдыстар мен қондырғылар: фарфор табақшасы, шыны жапқыш, колба, құйғы, қыздырғыш.

Фарфор табақшасына аздаған мөлшерде анилинді күкірт қышқылымен араластырады. Алынған қоспаның бетін жауып, плитkada 1...2 сағат қыздырады. Табақша плитkadan 2-3 см биік тұруы тиіс. Қатты зат сұр-күлгін түсті болады. Бұл заттың үлгісі сілтіде анилин бөлмеуі қажет. Егер анилин бөлінсе, тағы 10-15 мин затты қыздыру қажет. Ыстық сульфанил қышқылына 4 г натрий гидроксидінің 36 мл судағы ерітіндісін қосады. Қоспаны 5 мин активтендірілген көмір қосып қыздырады, қоспаны фильтрлейді және филтратты концентрлі тұз қышқылымен қышқылдық ортаға келтіреді (рН 3). Суытқаннан кейін түскен кристалдарды сүзіп, қайта кристалдайды. Өнімді екі филтр қағазының арасына салып кептіреді.

Шығымы 10-12 г (теориялық шығымның 60-70%).

Сульфанил қышқылы (п - аминобензолсульфоқышқылы) – түссіз, кристалды зат. Балқу температурасы 286...288⁰С. Көптеген органикалық еріткіштерде, суық суда нашар ериді (1,08 г 100мл 20⁰ С), ыстық суда гидрат түрінде жақсы ериді (6,67 г 100мл 100⁰), ал 40⁰С жоғары бензой қышқылы түзіледі.

№10 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС
АРОМАТТЫ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ ТҮРЛЕНДІРУ РЕАКЦИЯЛАРЫ
мета – Нитроанилин



Реактивтер: м – динитробензол 5 г, натрий сульфиді – 12,5 г.

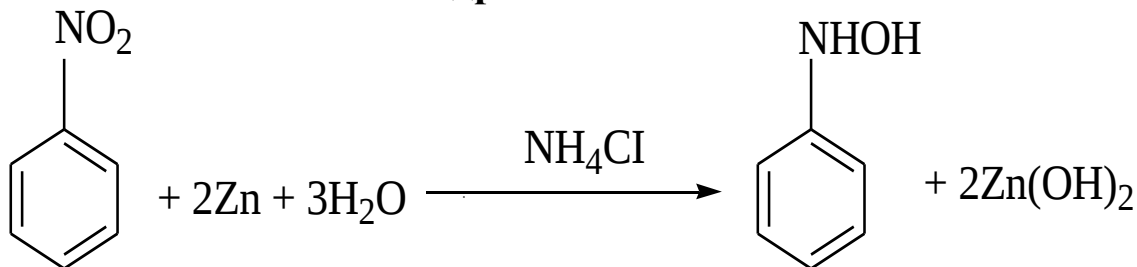
Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, механикалық араластырғыш, термометр.

Термометрі мен механикалық араластырғышы бар дөңгелек түпті колбаға 25 мл суды құмды моншада 85⁰С қыздырады. Араластырып тұрып 5 г ұнтақталған динитробензолды себелеп қосады, себебі жұқа қабат түзілу керек. Үнемі араластырып тұрып 12,5 г натрий сульфидінің 10 мл судағы ерітіндісін құяды. Реакцияның аяқталуын білу үшін, яғни м-динитробензолдың түзілуін, қоспаның бір тамшысын мыс сульфатына батырылған фильтр қағазына тамызып көреді. Мыс сульфатында түзілген қара дақ 20 секундта кетпесе, реакцияның аяқталғанын білдіреді. Реакциялық қоспаны суытып, бір күнге қалдырады. Түзілген м-нитроанилинді Бюхнер құйғысында сүзіп алады және сумен қайта кристалдайды.

Шығымы: 2,5 г (теориялық шығымның 60%).

м – Нитроанилин (1-амино-3-нитробензол) - қатты зат, этанолда қайта кристалдағанда сары ине тәрізді болады, эфирде, бензолда, суда ериді (6,1 г 100 мл 25⁰С), Балку температурасы 114⁰

Фенилгидроксилламин синтезі



Реактивтер: нитробензол – 8,5 г (7,1 мл), мырыш ұнтағы – 15,5 г, аммоний хлориді – 4,5 г, натрий хлориді – 50 г, бензол.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл фарфор стақан, араластырғыш шыны таяқша, термометр, сулы монша.

Араластырғышы мен термометрі бар фарфор стақаннан тұратын арнайы қондырғыға 4,5 г аммоний хлоридін, 135 мл су және 7,1 мл нитробензол құйып,

қоспаны 15 минут араластырады, оған 15,5 г мырыш ұнтағын салады. Егер мырыш ұнтағы активті болса, температура өздігінен 60 – 65° С дейін көтеріледі. Ал егер керісінше температура көтерілмесе, қоспаны 60 – 65° С жеткенше сулы моншада қыздырады.

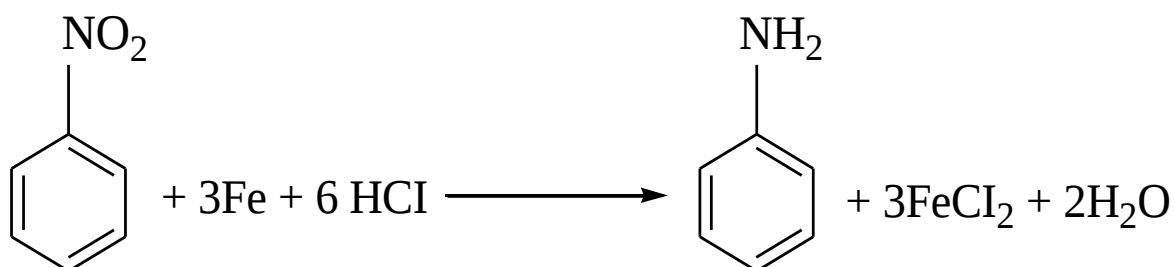
Жылы қоспаны сүзеді, тұнбаны 20 мл ыстық сумен жуады. Содан кейін фильтратты 50 г натрий хлоридімен қанықтырады және мұзбен суытады. Фенилгидроксиламин ашық-сары түсті ұзын ине тәрізді болып бөлінеді, оны фильтрлі қағазда сүзіп, 40 – 50° С кептіреді.

Фенилгидроксиламинді құрамындағы қалдықтардан, минералды тұздардан тазарту үшін бензолмен қайта кристалдайды.

Шығымы: 4,5 г (теориялық шығымның 59,7%).

Фенилгидроксиламин – түссіз инелер, балку температурасы 82° С, эфирде, спирте, хлороформда, ыстық бензолда, суда өте жақсы ериді.

Анилин синтезі



Реактивтер: нитробензол – 12 г (10 мл), темір ұнтағы – 19 г, тұз қышқылы (ρ=1,19 г /мл) – 66,6 г, натрий гидроксидінің 40% ерітіндісі, натрий хлориді, қатты натрий гидроксиді – 1 г, мырыш ұнтағы.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл дөңгелек түпті колба, ауа тоңазытқышы, бөлгіш құйғы, су буымен айдауға арналған қондырғы, сулы монша.

Ауа тоңазытқышымен жалғанған дөңгелек түпті колбаға 10 мл нитробензол, 13 г темір ұнтағын салып араластырады. Алынған қоспаға аз-аздан 56 мл концентрлі тұз қышқылын үнемі араластыра отырып қосады. Егер реакция тым қатты жүрсе қоспаны сулы моншада суытады. Тұз қышқылын қосып болғаннан кейін сулы моншада 0,5 сағат араластырып тұрып қыздырады. Реакцияның аяқталуын нитробензол иісінің кетуінен біледі (өткір миндаль иіс болмауы керек). Ыстық қоспаны ақырындап 40% натрий гидроксидінің ерітіндісімен сілтілік ортаға дейін бейтараптайды. Осы колбада су буымен айдайтын қондырғымен анилинді айдайды. Айдауды дистиллят түссіз болғанға дейін жүргізеді.

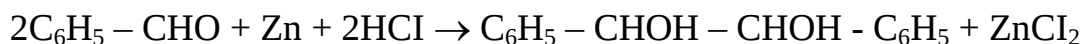
Алынған ерітіндідегі анилинді натрий хлоридімен қанықтырады (100 мл ерітіндіге 20 г тұз қосады). Анилинді бөлгіш құйғымен бөледі, қалғанын диэтил эфирімен экстракциялайды. Эфир шығындыларын анилинге қосады да, қатты натрий гидроксидінің түйіршіктерімен кептіреді. Содан кейін эфирді айдайды,

колбаға аз мөлшерде мырыш ұнтағын салып анилинді ауа тоңазытқышымен айдап, өнімді жинап алады. Қайнау температурасы $182 - 184^{\circ}\text{C}$.

Шығымы: 9 г (теориялық шығымның 99%).

Анилин – өзіне тән иісі бар, түссіз ерітінді, жарықта, ауада, қарайып кетеді. Суда шектеулі ериді. ($3\% - 20^{\circ}\text{C}$ және $6\% 100^{\circ}\text{C}$) спиртпен, эфирмен бензолмен араласып кетеді. Балқу температурасы $6,15^{\circ}\text{C}$, қайнау температурасы $184,4^{\circ}\text{C}$, ($\rho_{4}^{20}=1,0217 \text{ г/см}^3$), $\eta_D^{20}=1,5863$. **Анилин өте улы зат!**

Гидробензойн



Реактивтер: Бензальдегид – 6,5 г (6,2 мл); мырыш ұнтағы – 3 г, тұз қышқылы ($\rho=1,18 \text{ г/см}^3$) – 9 г (7,6 мл), этил спирті – 15 мл.

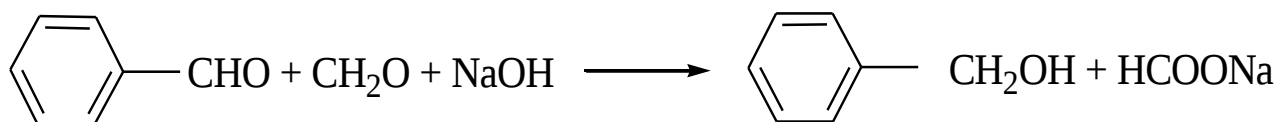
Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл үш мойынды колба, тамшылатқыш құйғы, сулы кері тоңазытқыш, сулы монша, 400 мл стакан, араластырғыш.

Араластырғышы және тамшылатқыш құйғысы, тоңазытқышы бар сыйымдылығы 250 мл үш мойынды колбада 6,2 мл жаңа айдалған бензой альдегидін 10 мл этил спиртінде ерітеді. Ерітіндіге 3 г мырыш ұнтағын салады, араластырып тұрып тұз қышқылының спирттегі ерітіндісін (7,6 мл концентрлі тұз қышқылының 5 мл спирттегі ерітіндісі) тамшылатқыш құйғы арқылы тамшылатып қосады. Реакциялық массаның температурасы $45-50^{\circ}\text{C}$ болуы керек. Содан кейін қоспаны 1 сағатқа қоя тұрады да, уақыт өткеннен кейін 100 мл суға құяды. Тұнбаны фильтрлеп кептіреді және бензолда қайта кристалдайды.

Шығымы: 4 г (теориялық шығымның 61%).

Гидробензойн (1,2 – дифенил – 1,2 – этандиол) – түссіз кристаллды зат. Балқу температурасы $138-139^{\circ}\text{C}$, $\rho^{134} = 0,927$. Суда нашар ериді, бензолда шектеулі, спирте тез ериді.

Бензил спирті (1 әдіс)



Реактивтер: Бензальдегид – 20 г (19 мл); формалин 40 мл, натрий гидроксидінің 40% ерітіндісі – 40 мл, натрий гидросульфиті – 2 г, натрий сульфаты (сусыз) – 2 г.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл екі мойынды колба, бөлгіш құйғы, кері тоңазытқыш, араластырғыш, ауа тоңазытқышында айдауға арналған қондырғы.

Араластырғыш пен кері тоңазытқышы бар сыйымдылығы 500 мл екі мойынды колбаға 19 мл бензой альдегидін, 50 мл су және 40 мл формалин

қосады. Араластырып тұрып 40 мл натрий гидроксидінің 40% ерітіндісін құяды, осы кезде температура 70°C-ке дейін көтеріледі. Бұдан ары қарай реакциялық қоспаны 10 сағатқа қояды, бірте-бірте сұйықтық екі бөлікке бөлінеді. Жоғарғы бөлігін (бензил спирті) бөлгіш құйғымен бөліп алады. Әректеспей қалған бензальдегидті натрий гидросульфитінің көмегімен бөледі. Қоспаны сумен шайқайды және біраз тұрған соң сулы бөлікті бензил спиртінен бөліп тастайды. Содан кейін сусыз натрий сульфатымен кептіреді, айдап фракцияны жинайды. Қайнау температурасы 204...206°C.

Шығымы: 13 г (теориялық шығымның 63,8%).

Бензил спирті – түссіз сұйықтық, қайнау температурасы 205,2°C, $\rho_{4}^{19} = 1,0427$ г/мл, $\eta_D^{20} = 1,5395$. Эфирде, ацетонда, спиртте жақсы ериді, суда нашар ериді (4г 100 мл 17°C).

Бензил спирті (2 әдіс)



Реактивтер: Бензой альдегиді – 21,9 г (20 мл); калий гидроксиді 18 г, эфир – 40 мл, натрий гидросульфитінің 40% ерітіндісі – 5 мл, натрий карбонатының 10% ерітіндісі, натрий сульфаты (сусыз) – 4 г, тұз қышқылы.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 100 мл конустық колба, бөлгіш құйғы, дөңгелек түпті колба, кері тоңазытқыш, сулы монша.

Сыйымдылығы 100 мл жалпақ түпті колбаға жаңа айдалған бензой альдегидін құяды, суыған ерітіндіге 18 г калий гидроксидінің 12 мл судағы ерітіндісін қосады. Қоспаны тұрақты эмульсия түзілгенше араластырып, бір түнге қойып кетеді.

Түзілген кристалдық массаға аз мөлшерде тұнба еру үшін су құяды. Бензил спирті екі рет эфирмен (20 мл) бөліп алады, ал сулы сілтілік ерітіндіні, әрекеттеспеген бензой қышқылын бөліп алу үшін қалдырады. Эфир шығындыларын қосқаннан кейін бөлгіш құйғыда 5 мл натрий гидросульфитінің 40% ерітіндісімен араластырады. Содан кейін эфирлі ерітіндіні күкіртті қышқылының қалдықтарынан бөліп алу үшін натрий карбонатының ерітіндісімен жуады, сусыз натрий сульфатымен кептіреді және эфирді сулы моншада айдайды. Сулы тоңазытқышты ауа тоңазытқышпен ауыстырып бензил спирін айдайды.

Шығымы: 8 г (теориялық шығымның 72%)

Сулы – сілтілі ерітіндіні тұз қышқылымен қышқылдық ортаға келтіреді. Бөлінген бензой қышқылын фильтрлейді және ыстық суда қайта кристалдайды.

Шығымы: 10 г (теориялық шығымның 80%).

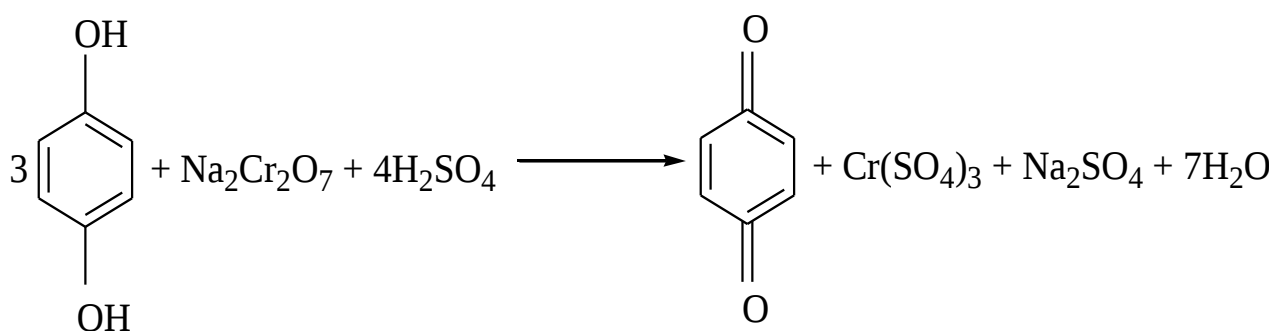
Бензил спирті – түссіз сұйықтық, қайнау температурасы 200°C, $\rho_{4}^{18} = 1,0427$ г/мл, $\eta_D^{20} = 1,5395$. Эфирде, ацетонда, спиртте жақсы ериді, суданашар ериді (4 г 100 мл 17°C).

Бензой қышқылы: Балқу температурасы 122°C.

№11 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

ТОТЫҒУ РЕАКЦИЯЛАРЫ НЕГІЗІНДЕ ЖҮРГІЗІЛЕТІН СИНТЕЗДЕР

n – Бензохинон синтезі



Реактивтер: Гидрохинон – 4 г, натрий дихроматы – 14 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 5 г (2,7 мл), бензол – 40 мл, кальций хлориді (сусыз).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл конусты колба, сыйымдылығы 100 мл дөңгелек түпті колба, бөлгіш құйғы, термометр, сулы монша, сулы тоңазытқыш, Вюрц колбасы.

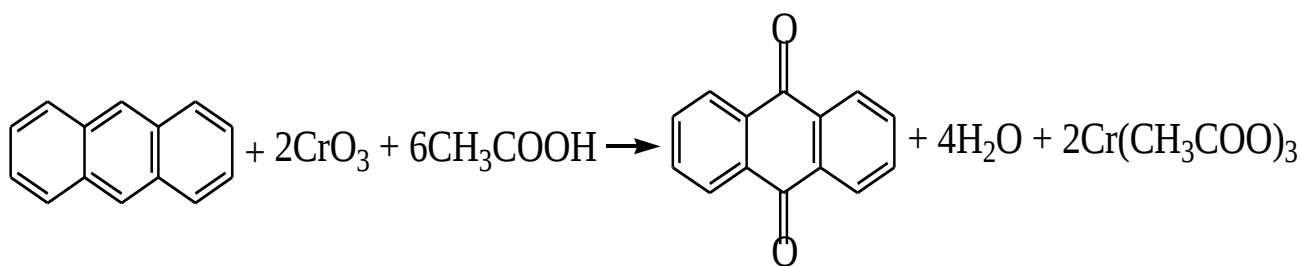
Конусты колбада 4 г гидрохинонды 100 мл суда 50°C ерітеді, 2,7 мл концентрлі күкірт қышқылын тамшылап қосады. Қоспаны суытып, температураны 20°C асырмай 7 мл судағы 14 г натрий дихроматының ерітіндісін қосады. Бастапқы кезде хингидронның қою жасыл тұнбасы түзіледі (п-бензохинон мен гидрохинонның комплексті эквимолекулярлы қосылысы). Натрий дихроматын одан әрі қоса бергенде тұнба сарғыш–жасыл түске боялады. Алынған қоспаны 10°C дейін суытады, п-бензохинонның тұнбасын фильтрлеп алады және суық сумен жуады.

Сулы фильтраттан өнімді бензолмен екі рет (20 мл-ден) бөліп алады. Бензол шығымын кері тоңазытқышпен жалғанған дөңгелек түпті колбаға құйып, оған алдында фильтрлеп алынған тұнбаны қосады да п-бензохинон толық ерігенше сулы моншада қыздырады. Жылы (қайнамаған) ерітіндіні сусыз кальций хлоридімен араластырып, сұйықтық мөлдір болғанша қайнатады. Ерітіндіні Вюрц колбасында кальций хлоридінен фильтрлеп, сулы моншада бензолды ерітіндінің көлемі екі есе азайғанша айдайды. Қалған қоспаны мұзды сумен салқындатқанда п-бензохинон кристалдары түзіледі, оны фильтрлеп, ауада кептіреді.

Шығымы: 3,1 г (теориялық шығымның 80%).

n-Бензохинон (п-хинон) - өткір иісті, алтын тәрізді сары түсті кристалл зат, суық суда аз ериді; ыстық суда, спирте, эфирде, бензолда жақсы ериді; құрғақтай айдалады; ауада ұшқыш; балқу температурасы $115,7^\circ\text{C}$, $\rho_4^{20} = 1,3180$.

Антрахинон синтезі



Реактивтер: антрацен – 5г, хром оксиді (VI) – 20г, сірке қышқылы – 300 мл.

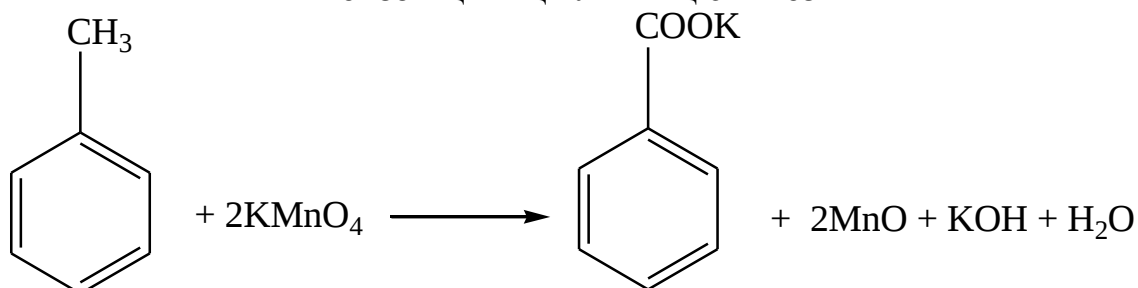
Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл екі мойынды колба, кері тоңазытқыш, сыйымдылығы 1000 мл стақан, сыйымдылығы 205 мл жалпақ түпті колба – 2.

Кері тоңазытқыш пен тамшылатқыш құйғысымен жалғанған екі мойынды колбада 5 г антраценді сірке қышқылында қыздыра отырып ерітеді. Қоспаны баяу қайнатады және тамшылатқыш құйғы арқылы тотықтырғыш қоспаны қосады. Оны алдын ала 20 г хром (VI) оксидін 20 мл су мен 80 мл сірке қышқылында еріту арқылы дайындайды. Тотықтырғышты 1 сағат көлемінде асықпай қосады. Реакциялық қоспаны тағы 15 минут баяу қыздырады (колбадағы заттың тотықсызданғанын ерітіндінің жасыл түске боялуынан байқайды. Қоспаны 500 мл суы бар стақанға құйып бір түнге қалдырады. Осы уақыт аралығында түзілген сары тұнбаны Бюхнер сүзгісімен сүзіп сумен жуады. Ылғал тұнбаны сірке қышқылымен қайта кристалдауға болады.

Шығымы: 4 г (теориялық шығымның 68,5%).

Антрахинон – ромбик тәрізді ашық сары түсті кристалды зат, суда ерімейді, спирте нашар ериді, анилинде жақсы ериді. Балқу температурасы 268⁰С.

Бензой қышқылының синтезі



Реактивтер: толуол – 5 г, (5,75 мл), калий перманганаты 17 г, тұз қышқылы (ρ=1,19 г/см³)

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл дөңгелек түпті колба, кері тоңазытқыш, құм моншасы, сыйымдылығы 750 мл стақан, сыйымдылығы 250 мл жалпақ түпті колба.

Дөңгелек түпті колбаға 5,75 мл толуол, 350 мл су және 17 г калий перманганатын салып 4 сағат құм моншасында қыздырады. Қайнау орталығы болу үшін қайнатқыш салады. Реакция аяқталған сәтте тұнбаның үстіндегі марганец диоксиді түссіз болуы тиіс. Егер реакциялық қоспа түсті болса, 1 мл этил спиртін немесе қымыздық қышқылын қосып 10-15 минут қыздырады.

Ыстық ерітіндіні қатпарлы сүзгі арқылы сүзеді, марганец диоксидінің тұнбасын ыстық сумен жуады. Филтратты стақанда 50-100 көлемге дейін буландырады және түзілген марганец оксидінен (VI) сүзіп алады. Тұнбаны 5 мл ыстық сумен жуады, филтратты концентрлі тұз қышқылымен қышқылдық ортаға келтіреді, индикатор қағазымен тексереді. Осы сәтте бензой қышқылы тұнбаға түседі, Бюхнер сүзгісінде сүзіп, суық сумен жуады, және кептіреді.

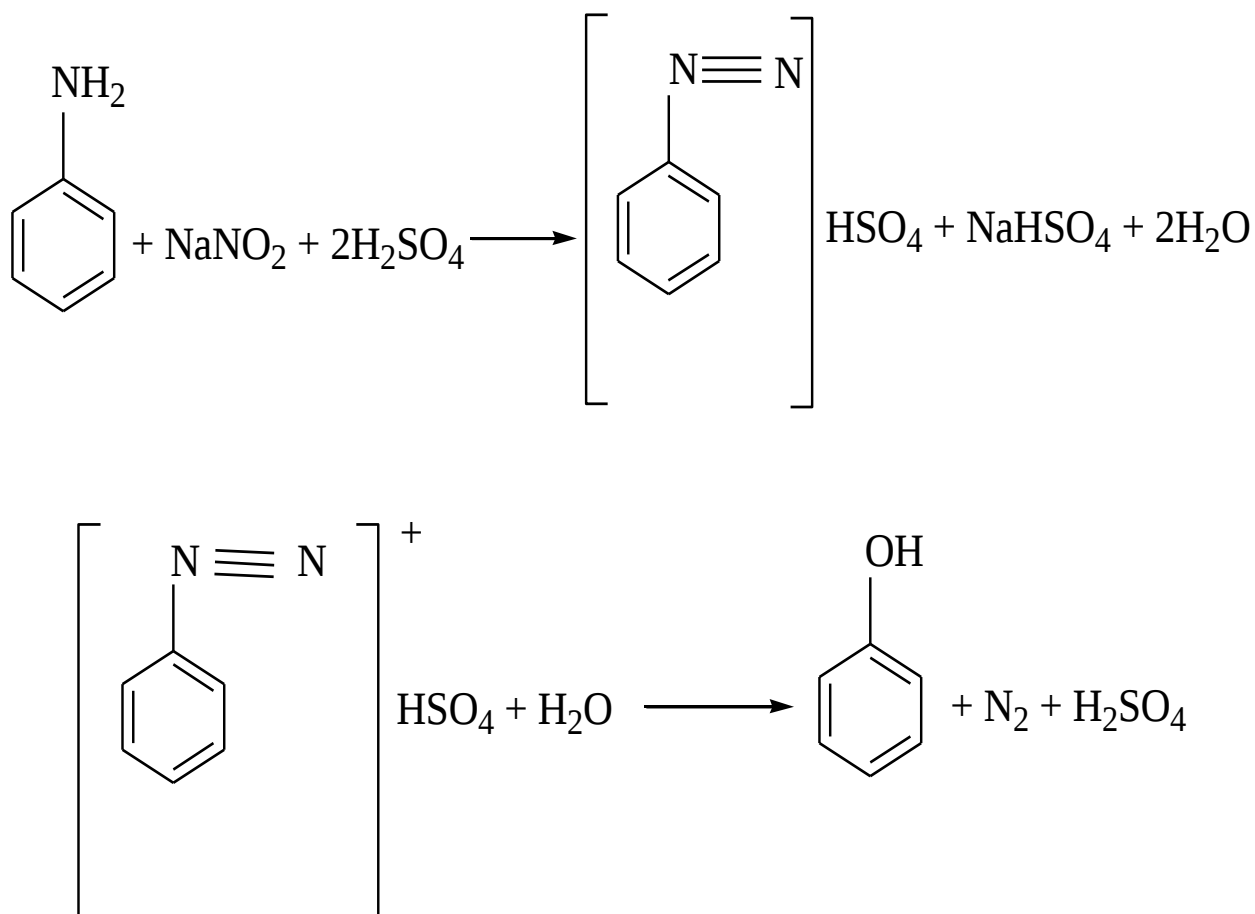
Шығымы: 5 г (теориялық шығымның 75%).

Бензой қышқылы – пластинка тәрізді кристалды зат, суық суда нашар, ыстық суда жақсы ериді (0,27г 100 мл 18⁰С және 5,9 г 100 мл 100⁰С). Хлороформда, ацетонда, бензолда жақсы ериді. Балқу температурасы 122⁰С, $\rho_{4}^{15} = 1,2659$.

№12 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС

ДИАЗОҚОСЫЛЫСТАР РЕАКЦИЯЛАРЫ НЕГІЗІНДЕ АЗОТ БӨЛІНЕ ЖҮРЕТІН СИНТЕЗДЕР

Фенол синтезі



Реактивтер: анилин – 14,5г (14,2 мл), натрий нитриті (NaNO₂) – 10,5 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 27,6г (15 мл), диэтил эфирі, кальций хлориді (сусыз), натрий хлориді, мұз 100 г.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл стақан, тамшылатқыш құйғы, араластырғыш, тамшылатқыш құйғы, су буымен айдауға арналған қондырғы, су моншасы, сыйымдылығы 50 мл Вюрц колбасы, термометр.

Стақан, механикалық араластырғыш немесе шыны таяқша және тамшылатқыш құйғы алады. Стақанға 75 мл су құяды, оған араластырып тұрып 15 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Ерітіндіні суытпай тұрып, 14,2 мл анилин құяды. Алынған қоспаға 100 г мұз қосады, сондай-ақ стақанды сыртынан мұзды сумен 0...+5⁰С суытады. Осы сәтте анилин гидросульфаты бірте-бірте тұнбаға түседі.

Суытылған ерітіндіге тамшылатқыш құйғыдан араластыра отырып 10,5 г натрий нитритінің 45 мл судағы ерітіндісін тамшылатып қосады. Натрий нитритінің белгілі мөлшерін қосқан соң үлгі алып йодкрахмал қағазымен азот қышқылының бар-жоқтығын тексереді. Реакция соңына қарай процесс баяулайды, сондықтан да үлгі алар алдында бірнеше минут күту керек. Егер азот қышқылы жоқ болса, йодкрахмал қағазы көгереді, бұл реакцияның аяқталғанын білдіреді.

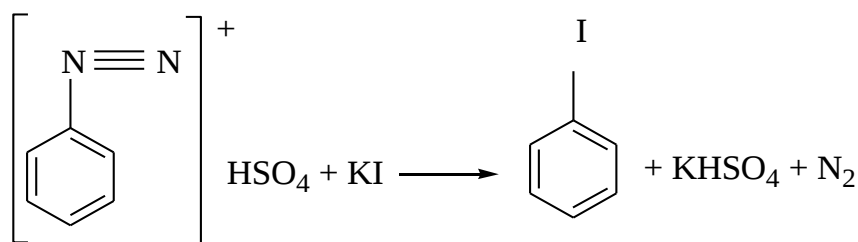
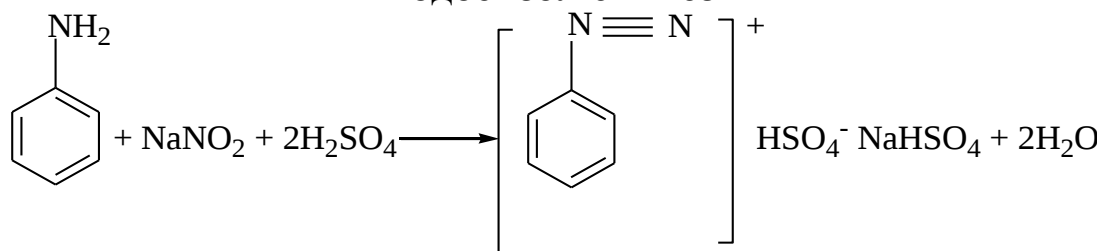
Сулы ерітіндіде фенилдиазониттің гидросульфаты суда ыдырап, азот пен фенол бөлінеді жүреді. Ыдырауды тездету үшін стақандағы затты дөңгелек түпті колбаға құйып, су моншасында азот бөлінуі аяқталғанша қыздырады.

Фенолды осы колбада су буымен айдайды. Айдауды бром суында тұнба түзбей қалғанға дейін жүргізеді. Фенолды тұтас айдап болғаннан соң дистиллятты натрий хлоридімен қанықтырады және бірнеше рет диэтил эфирімен фенолды бөліп алады. Эфир экстрактісін кальций хлоридімен кептіреді, эфирді сулы моншада айдайды, ал фенолды кішкене Вюрц колбасында асбест торымен ауа тоңазытқышында қолданып 179-183⁰С температурада айдайды.

Фенол: 9 г (теориялық шығымның 65%)

Фенол – түссіз кристалды зат, ауада күлгін түске айналады. Спиртте, хлороформда, эфирде жақсы ериді. Балку температурасы 40,9⁰С, қайнау температурасы 181,2⁰С, $\rho_{4}^{20} = 1,0710$, $n_D^{20} = 1,5403$

Йодбензол синтезі



Реактивтер: анилин – 9,9 мл, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 20,2 г, натрий нитриті (NaNO_2) – 7,7 г, калий йодиді – 29 г, натрий гидроксидінің 10% ерітіндісі, кальций хлориді (сусыз), құрғақ мочеина.

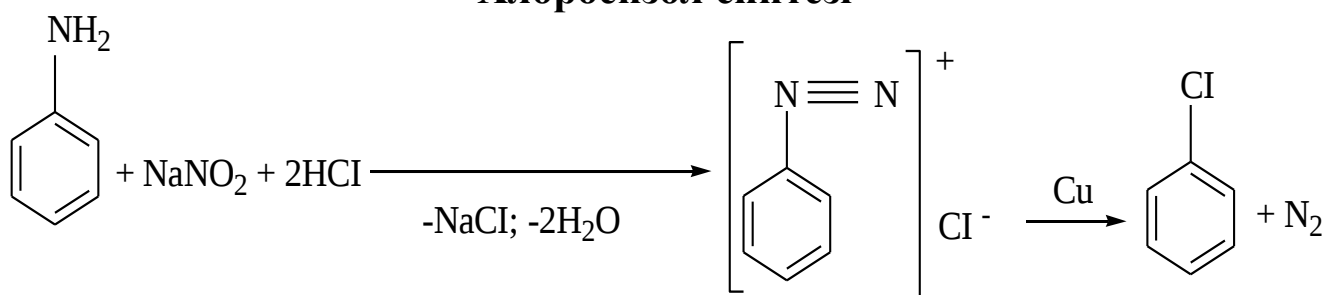
Ыдыстар мен қондырғылар: фарфор стакан, тамшылатқыш құйғы, термометр, араластырғыш, кері тоңазытқыш, су буымен айдауға арналған қондырғы, бөлігіш құйғы, Вюрц колбасы, сыйымдылығы 1л дөңгелек түпті колба.

Тамшылатқыш құйғысы және термометрі бар фарфор стаканға 9 мл анилинді құяды, оған 11 мл концентрлі күкірт қышқылын 65 мл суда сұйылтып қосады. Қоспаны 0⁰С дейін суытады. Тамшылатқыш құйғымен 45 мл суда еріген 7,7 г натрий нитритін аз-аздан тамшылата қосады. Осы диазоттау реакциясы кезінде температура +5⁰С аспауы қажет. Натрий нитритін қосып болғаннан кейін 1 сағат бойы қоспаны салқындата отырып араластырады, азотты қышқылдың артық мөлшерін құрғақ мочеина қосу арқылы бөліп алады (газ бөлініп болғанша). Алынған диазоқосылыстың ерітіндісіне ақырындап 29 г калий йодидінің 35 мл судағы ерітіндісін қосып, қоспаны сол температурада 1 сағатқа қалдырады. Уақыт өткеннен кейін стакандағы қоспаны дөңгелек түпті колбаға құйып, кері тоңазытқышта азоттың бөлінуі тоқтағанша қыздырады. Қоспаны 32 мл 10% - тік натрий гидроксидімен сілтілік ортаға келтіреді де, су буымен йодбензолды айдайды. Қабылдағыштағы өнімді бөлігіш құйғымен бөледі, кальций хлоридінде кептіреді. Содан кейін Вюрц колбасында айдап, фракцияны жинайды. Қайнау температурасы 189-190⁰С.

Шығымы: 21,5 г (теориялық шығымның 98%).

Йодбензол – түссіз сұйықтық, суда ерімейді, керісінше спирте, эфирде, хлороформда жақсы ериді. Балку температурасы 31⁰С, қайнау температурасы 188,5⁰С, $\rho_{4}^{15}=1,8383$, $n_D^{18}=1,6213$.

Хлорбензол синтезі



Реактивтер: анилин – 15 г (14,7 мл), тұз қышқылы ($\rho=1,19$ г/см³) – 52,5 мл, натрий нитриті (NaNO2) – 11,2 г, мыс ұнтағы – 10 г, диэтил эфирі – 40 мл, кальций хлориді (сусыз).

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 400 мл фарфор стакан, араластырғыш, тамшылатқыш құйғы, сулы буымен айдауға арналған қондырғы, су моншасы, сыйымдылығы 1л дөңгелек түпті колба, Вюрц колбасы.

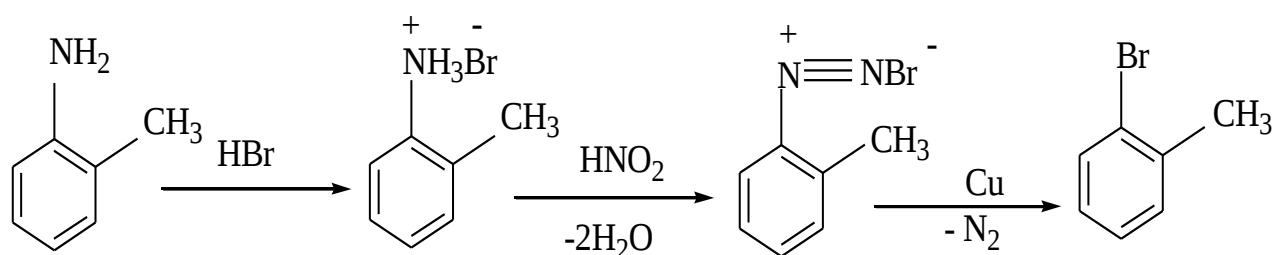
Фарфор стаканға 14,7 мл анилин құяды, 25 мл су және араластырып тұрып 52,5 мл концентрлі тұз қышқылын қосыды. Түзілген анилин тұзын 5⁰С дейін суытады және оған 11,2 г натрий нитритінің 25 мл судағы ерітіндісін тамшылап араластарады. Диазоттау процесінің аяқталғанын, не аяқталмағанын йодкрахмалды қағазбен тексереді. Диазоттау аяқталған соң қоспаны мұзды суда ұстауды жалғастырады, аз-аздан 2 г мыс ұнтағын салады. Сол сәтте азоттың қатты бөлінуі байқалады. Реакция баяулап азоттың бөлінуі аяқталғанда мұзды суды алып тастап, араластырып отырып 8 г мыс ұнтағын қосады. Содан кейін

стақанда түзілген затты 1 л дөңгелек түпті колбаға құяды да, су буымен хлорбензолды айдайды. Дистиллятты суытады, алынған хлорбензолды екі рет (20 мл) диэтилэфірімен бөліп алады. Эфир шығындыларын қосып құрғақ кальций хлоридімен кептіреді. Эфирді су моншасында айдайды, ал хлорбензолды Вюрц колбасында қайнау температурасы 127 – 131⁰С аралығындағы фракцияны жинау арқылы бөліп алады.

Шығымы 11 г (теориялық шығымның 60,7%).

Хлорбензол – түссіз сұйықтық, спирте, эфирде, хлороформда, бензолда жақсы ериді, суда шектеулі ериді. Қайнау температурасы 132⁰С $\rho_{4}^{20}=1,1066$, $\eta_D^{20}=1,5248$.

Орто – Бромтолуол синтезі



Реактивтер: о-толуидин 23,7 г, бромсутек қышқылы 40% ерітіндісі 133,3 мл, натрий нитриті 15,3 г, мыс (ұнтағы) – 0,7 г, натрий гидроксиді 1,3 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/см³) – 3,3 (1,8 мл), кальций хлориді (сусыз).

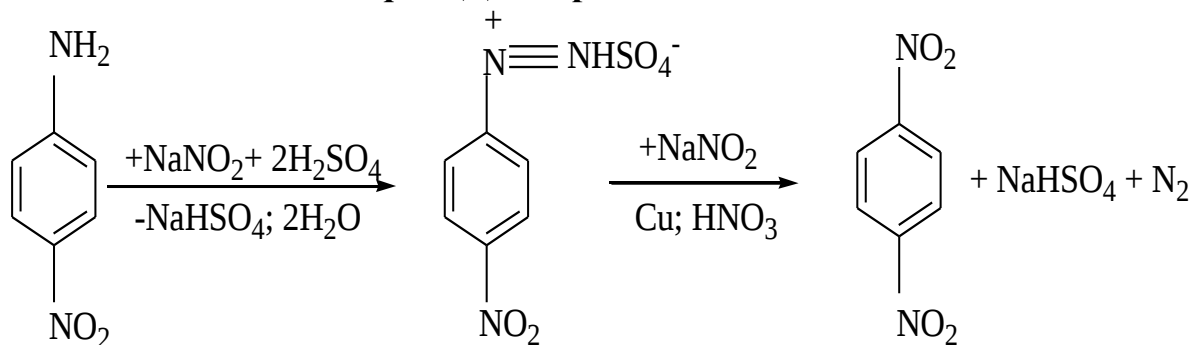
Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 500 мл дөңгелек түпті колба, кері тоңазытқыш, термометр, су буымен айдауға арналған қондырғы, бөлгіш құйғы, су моншасы, Либих тоңазытқышы.

Дөңгелек түпті колбада 23,7 г о-толуидинді 133,3 мл 40% бромсутек қышқылының ерітіндісінде ерітеді. Алынған о – толуидиннің гидробромид ерітіндісін 10⁰С дейін суытады және оған аз-аздан 15,3 мл натрий нитритінің ерітіндісін қосады. Натрий нитритін қосқан сайын колбаның қақпағын жауып, тұман тәрізді бу кеткенше шайқайды. Диазоттау реакциясын жүргізгенде температураны 10⁰С асырмайды. Реакция аяқталған соң 0,7 г жаңа әзірленген мыс ұнтағын қосады, колбаны кері тоңазытқышқа қосады да сулы моншада абайлап азот бөлінгенше қыздырады. Диазоний тұзының ыдырауын баяу жүргізеді, қауіптенер жағдай бола қалса мұздай сумен суыту керек. Су моншасында 30 минут ұстап процессті аяқтайды. Түзілген о-бромтолуолды осы колбада су буымен айдайды. Қосымша өнім о-крезолды бөліп алу үшін дистиллятты 1,3 г натрий гидроксидімен сілтілік ортаға келтіреді. Содан кейін о-бромтолуолды бөлгіш құйғыда судан бөледі. Алынған өнімді 3,3 г (1,8 мл) концентрлі күкірт қышқылымен шайқайды, сумен жуады, құрғақ кальций хлоридімен кептіреді және айдайды, фракцияны 178-181⁰С аралығында жинайды.

Шығымы 17 г (теориялық шығымның 45%).

о-Бромтолуол – түссіз сұйықтық, суда ерімейді, бензолда, спирте, эфирде жақсы ериді. Қайнау температурасы 181,7⁰С, $\rho_{4}^{20}=1,4222$, $\eta_D^{20}=1,5605$.

пара – Динитробензол синтезі



Реактивтер: п-нитроанилин – 3,5 г, натрий нитриті - 11,5 г, мыс ұнтағы – 7 г, күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 6 мл, азот қышқылы - ($\rho=1,39 \text{ г/см}^3$)

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 300 мл стақан, механикалық араластырғыш, термометр, су буымен айдауға арналған қондырғы.

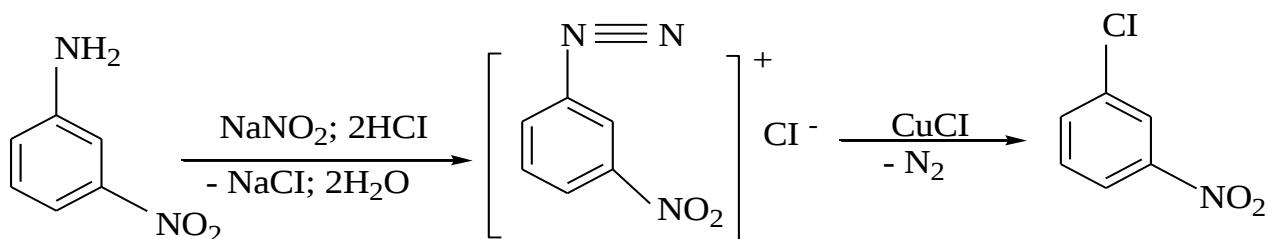
(Жұмысты тартқыш шкафтың астында жасайды!)

Стақанда 11,5 г натрий нитритін 30 мл суда ерітеді, 7 г мыс ұнтағын салады да, қоспаны 60°C сулы моншада араластырып тұрып қыздырады. Содан кейін үнемі араластырып тұрып аз-аздан күкірт қышқылының сулы ерітіндісінде (6 мл концентрлі күкірт қышқылын 30 мл суда ерітеді) 3,5 г п-нитроанилинді ерітіп құяды. п-Нитроанилин қышқылда тұтастай еруі тиіс. п-Нитроанилинді қосқан сайын реакциялық қоспа көпіршиді, оны 2,5 ... 3 сағат бойы аз-аздан қосады. Температураны $60-70^\circ\text{C}$ асырмау керек. Қосып болғаннан соң араластыруды жалғастырады, реакциялық қоспаны бөлме температурасында суытады. Азот қышқылымен қышқылдық ортаға келтіреді, су буында айдап 1,5-2 дистиллятты жинайды. Дистиллят суыған соң п-динитробензолдың кристалдары түзіледі, оны Бюхнер сүзгісінде сүзіп алады.

Шығымы: 2-2,5 г (теориялық шығымның 47-59%)

п-динитробензол – кристалды зат, ыстық суда нашар ериді, бензолда ериді, спирте, эфирде қыздырғанда ериді. Балку температурасы $173-174^\circ\text{C}$.

мета – Хлорнитробензол синтезі



Реактивтер: м-нитроанилин – 14 г, тұз қышқылы ($\rho=1,19 \text{ г/см}^3$) – 47,6 г (40 мл), натрий нитриті - 7 г, мыс купоросы – 30 г, натрий хлориді (сусыз) – 10г, натрий гидросульфиті – 5г, натрий гидроксиді – 2,5 г, бензол – 50 мл.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 150 мл стақан, сыйымдылығы 500 мл дөңгелек түпті коба, сыйымдылығы 300 мл жалпақ түпті

коба, кері тоңазытқыш, термометр, тамшылатқыш құйғы, бөлгіш құйғы, су моншасы, айдауға арналған қондырғы, механикалық араластырғыш немесе шыны таяқша.

Механикалық араластырғышы, тамшылатқыш құйғысы, термометрі бар стақанда 14 г м-нитроанилинді 25 мл судағы 40 мл тұз қышқылының ерітіндісінде араластырып, қыздыра отырып ерітеді. Алынған қоспаны мұзы бар су моншасында суытады, диазоттайды, тамшылатқыш құйғы арқылы ақырындап 1⁰С температурада 18 мл судағы 7 г натрий нитритінің ерітіндісін қосады. Диазоттаумен қатар дөңгелек түпті колбада концентрлі тұз қышқылында мыс (I) хлоридінің ерітіндісін дайындайды.

Диазоттау аяқталғаннан кейін (йодкрахмал қағазымен тексереді) түзілген қалдықтарды сүзгі қағазында сүзіп алады да, фильтратты 25-30⁰С температурада CuCl ерітіндісімен бірге дөңгелек түпті колбаға құяды. Түзілген тұнбаны сулы моншада кері тоңазытқышпен азот бөлінуі аяқталғанша қыздырып ыдыратады. Азот ыдырап болған соң қоспаны суытып, ерітіндісін декантациялап бөліп алады. Тұнбаны 50 мл бензолда ерітеді және сілтінің сулы ерітіндісімен содан кейін сумен жуады, бөлгіш құйғы арқылы бөледі. Бензолды ерітіндіні құрғақ кальций хлоридімен кептіреді, бензолды айдайды, ал м-хлорнитробензолды вакуумда айдайды. 124-125⁰С температурадағы реакцияны жинайды.

Шығымы: 10 г (теориялық шығымның 62%)

м-Хлорнитробензол – ашық сары түсті кристалл, суда ерімейді, спиртте, эфирде, бензолда жақсы ериді. Балку температурасы 44,4⁰С, қайнау температурасы 235-236⁰С.

№13 ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫС ДИАЗОҚОСЫЛЫСТАР РЕАКЦИЯЛАРЫ НЕГІЗІНДЕ АЗОТ БӨЛІНБЕЙ ЖҮРЕТІН РЕАКЦИЯЛАР

***β*-Нафтолоранж синтезі**

Реактивтер: сульфанил қышқылы – 5г, β-нафтол – 4 г, натрий нитриті – 2г, натрий гидроксиді 2н ерітіндісі – 62,5 мл, тұз қышқылының 4н ерітіндісі – 25 мл, натрий хлориді.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл стақан, шыны таяқша, Стақанда 5 г сульфанил қышқылын 12,5 мл 2н натрий гидроксидінде ерітеді және 2г натрий нитритінің 25 мл судағы ерітіндісін 0-5⁰С температурада қосады.

Одан әрі суыта отырып үнемі араластыру нәтижесінде алынған қоспаны 25 мл 4н тұз қышқылының ерітіндісімен әрекеттестіреді.

Содан кейін бөлме температурасында қоспаны п-диазобензолсульфоқышқылын тез β-нафтолдың (4г β-нафтолды 50 мл 2н натрий гидроксидінде ерітеді) сілтілік ерітіндісіне құяды.

Біраз уақыттан соң сәбіз түсті сарғыш кристалдар түзіле бастайды. Бояғыш заттың ерігіштігін азайту үшін натрий хлоридімен қанықтырады. Кристалды Бюхнер сүзгісінде сүзіп суық сумен жуады.

Шығымы: 8 г (теориялық шығымның 75%)

1 - Фенилазонафтол синтезі

Реактивтер: анилин – 0,9 г, β -нафтол – 1,4 г, 0,7 г - натрий нитритінің 2н ерітіндісі – 10 мл, тұз қышқылының 4н ерітіндісі – 25 мл, этил спирті.

Ыдыстар мен қондырғылар: сыйымдылығы 250 мл стақан, шыны таяқша.

Сыйымдылығы 200 мл стақанда 0,9 г анилинді (1:1) сұйытылған тұз қышқылында ерітеді. Суытылған қоспаны стақанда араластыра отырып 0,7 г натрий нитритінің 2,5 М судағы ерітіндісіне қосады. Қосуды баяу жүргізеді, қоспа температурасын $0,5^{\circ}\text{C}$ асырмау керек. Ол үшін моншаға су құйып мұз салып қояды да, стақанды суға батырып ұстап тұрады. Диазоттау алдында бос азот қышқылының қалдығы бар жоқтығын тексеру үшін үлгі алып көреді, йодкрахмал қағазында тексереді. Нитритті тамызғаннан кейін 5 минут өткенде азот қышқылының қалдықтарынан арылу үшін мочевианы салуға болады.

Азоқосылыс: 10 мл 2н натрий гидроксидіндегі 1,4 г β – нафтолдың ерітіндісін үнемі араластырып тұрып, температураны 5 – 10°C асырмай диазоқосылыс түзгішті қосады.

Индикатор қағазының көмегімен ерітінді ортасы сілтілік болуын қадағалау керек (егер сілтілік ортадан ауытқып бара жатса, тағы сілті қосады). Түзілген бояғыш затты тұндырады, майда уатылған натрий хлоридін қосады.

Шығымы: 2 г (теориялық шығымның 80%)

Балку температурасы: 130°C затты тазалау үшін этил спиртімен қайтакристалдайды.

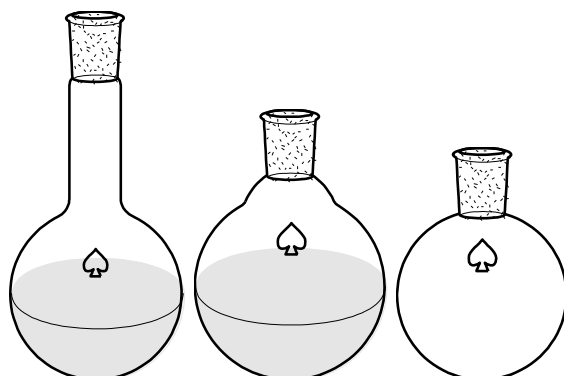
Лабораториялық жұмыстарды жасаудың алғашқы техникасы

Колбалар

Суреті

Қолданылуы

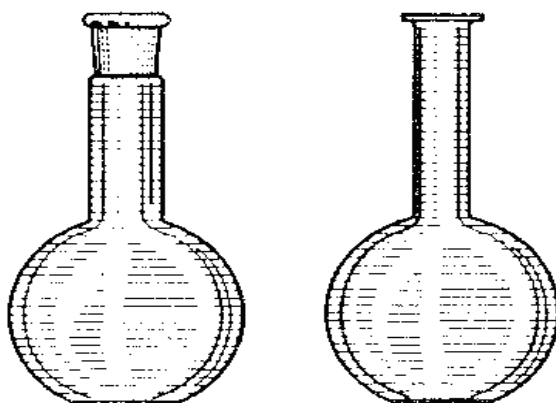
Дөңгелек түпті колбалар



Органикалық
реактивтерді
қолданылады.

синтездермен
қыздыруға

Жалпақ түпті колбалар



Дистилденген су мен ерітінділерді
сақтау (эфирлі ерітінділерді тек
шлифтелген тығынмен жабу керек)
үшін қолданылады.

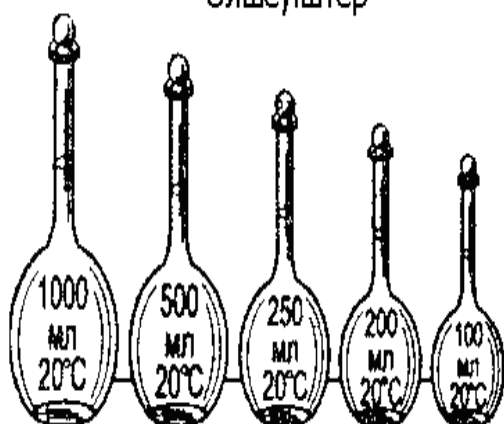
Жалпақ түпті колбалар (Эрленмейер колбасы)



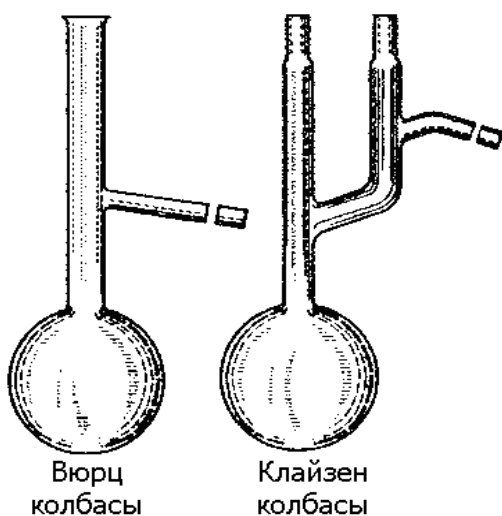
Затты титрлеуге, ерітінділерді
сақтауға, декантация әдісімен
қоспаны бөлуге қолданылады.

Берілген концентрациядағы
ерітінділерді әзірлеуге арналған.

Өлшеуіштер



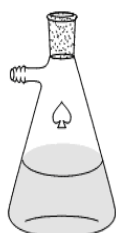
Вакуумда айдауға, газ жинауға арналған колба.



Вюрц колбасы

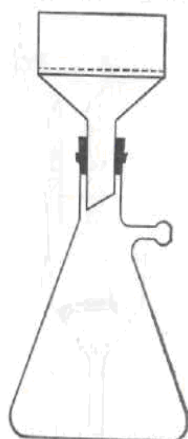
Клайзен колбасы

Мына жерге Бюхнер құйғысын бекітеді
Мына түтікшеге вакуумды насосты жалғайды



Бунзен колбасы

Бюхнер құйғысы



Вакуумде қолданылады.

филтлеуге

Құйғылар

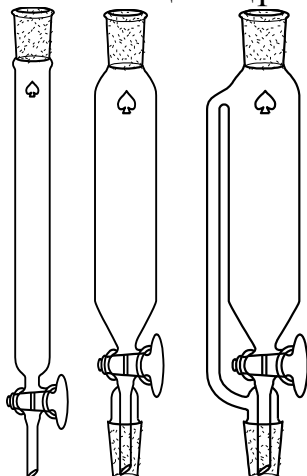
Суреті

Қолданылуы



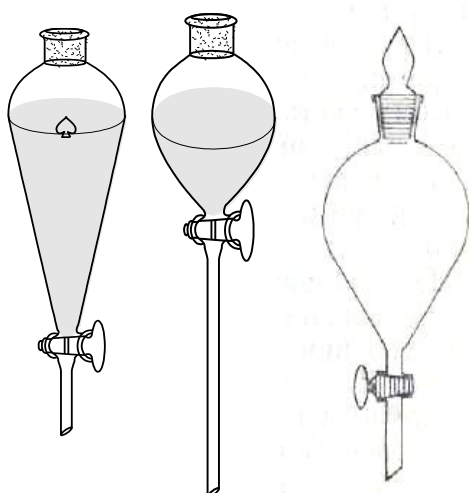
Фильтрлеуге және ерітінділерді құюға арналған.

Тамшылатқыш құйғы



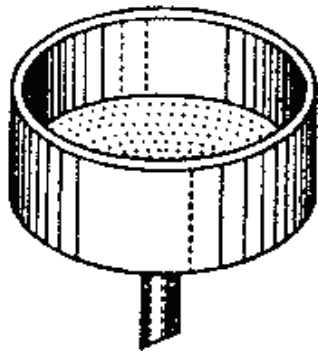
Реакциялық қоспаға реактивті тамшылап қосуға арналған

Бөлгіш құйғылар



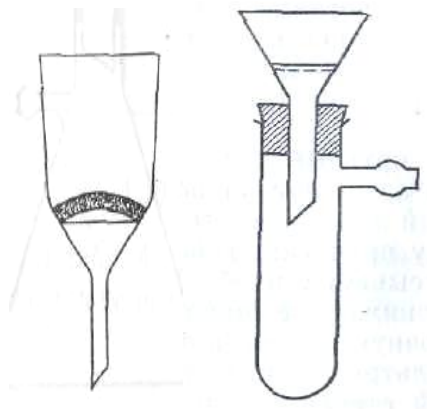
Бір – бірінде ерімейтін ерітінділерді бөлуге, экстракциялауға қажетті құрал.

Бюхнер құйғысы



Вакуумде фiльтлеуге арналған

Шотта құйғысы

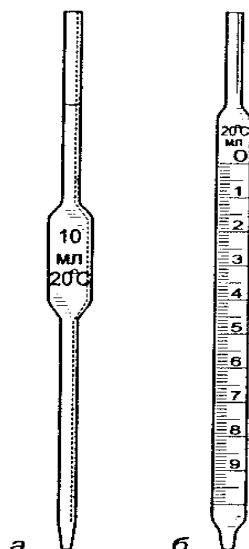


Аса майда кристаллдарды Бунзен колбасында сүзуге арналған.

Өлшеуіш құрылғылар

Суреті

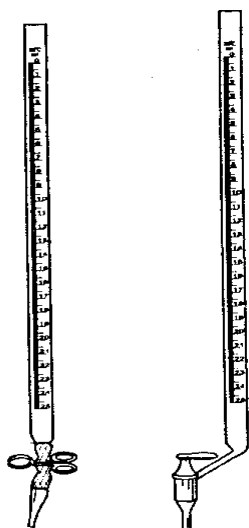
Пипеткалар
а - жөй пипетка
б - калибрлі пипетка



Қолданылуы

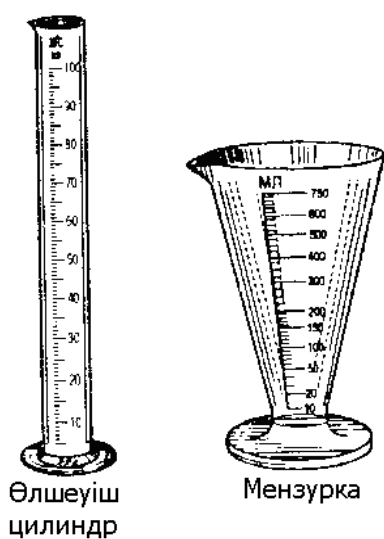
Ерітіндінің аз көлемін нақты мөлшерде алуға қолданылады.

Бюреткалар



Ерітіндінің нақты мөлшерін өлшеу үшін және көбінде аналиткалық химияда қолданылады.

Ерітінді көлемін шамалап немесе көзмөлшермен алуға арналған.



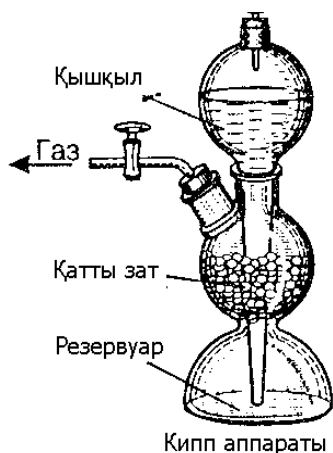
Өлшеуіш цилиндр

Мензурка

Газбен жұмыс жасау қондырғылары

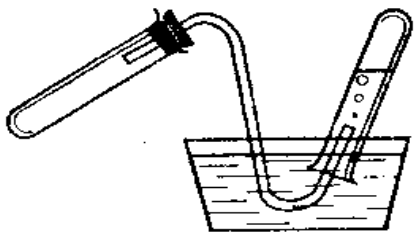
Суреті

Қолданылуы

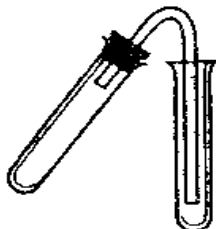


Қышқылды қатты затпен әрекеттестіру арқылы (H_2S , H_2 , CO_2) газдарды жинауға арналған қолданылады.

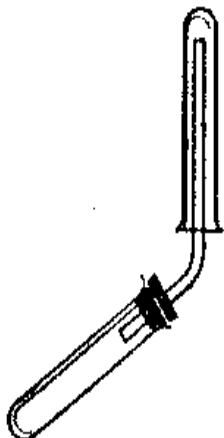
Су астында газды жинау



Ауадан ауыр газдарды жинау



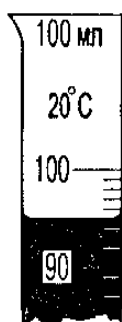
Ауадан жеңіл газдарды жинау



Суда ерімейтін (O_2 , CO_2 , NO_2) газдарды жинауға арналады. Суда еритін (HCl , NH_3 , Cl_2) газдарды жинауға болмайды.

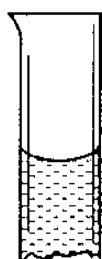
Бұлай (CO_2 , Cl_2 , H_2S) жинайды.

Бұлай (H_2 , NH_3) жинайды.

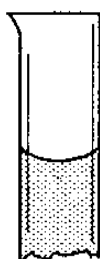


а

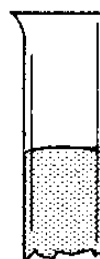
а - өлшеуіш цилидрге құйылған
б - минисктердің түрлері



Түссіз ерітінді



Боялған немесе түсті ерітінді



Сынапқа және басқа да
әйнекке жұғымсыз заттарға
арналған

б