

Ж. А. Әбілов
К. Б. Бажықова

ОРГАНИКАЛЫҚ
ХИМИЯДАН ЗЕРТХАНАЛЫҚ
ЖҰМЫСТАР

Оқу құралы

ӘОЖ 547 (075.8)

КБЖ 24.2я73

Ә 20

*Баспаға әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті
химия және химиялық технология факультетінің
Ғылыми кеңесі және
Редакциялық-баспа кеңесінің шешімімен ұсынылған*

Пікір жазғандар:

химия ғылымдарының докторы, профессор **Б.Ж. Жиенбаев**
химия ғылымдарының докторы, доцент **Н.А. Султанова**

Әбілов Ж.А., Бажықова К.Б.

Ә 20 Органикалық химиядан зертханалық жұмыстар: оқу құралы.
– Алматы: Қазақ университеті, 2014. – 208 б.

ISBN 978-601-04-0444-1

Оқу құралында органикалық қосылыстардың алыну жолдары мен олардың химиялық қасиеттеріне сай сапалық реакциялар көрсетілген.

Еңбекте зертханалық жұмыстардың тақырыптарына сай сипаттамалар берілген. Әр зертханалық жұмыстың соңында жасалған жұмыс бойынша сұрақтар мен жаттығулар келтірілген.

Жоғары оқу орындары студенттері мен магистранттарына, сонымен қатар осы салаға қызығушылық танытатын ғылыми қызметкерлер мен оқытушыларға арналған.

ӘОЖ 547 (075.8)

КБЖ 24.2 я 73

ISBN 978-601-04-0444-1

© Әбілов Ж.А., Бажықова К.Б., 2014
© әл-Фараби атындағы ҚазҰУ, 2014

АЛҒЫ СӨЗ

Органикалық химия практикумы университеттердің оқу бағдарламасына сай қарастырылады. Яғни дәріс сабақтарымен қатар жүргізіліп, теориялық курсты толықтырады әрі материалды тереңірек игеруге мүмкіндік береді.

Оқу құралы жоғары оқу орындарының білім стандартына сәйкес жазылып, химия мамандығы бойынша және органикалық химия пәнін оқитын биология мамандығының студенттеріне бағытталды.

Оқу құралы екі бөлімнен тұрады:

1. Органикалық қосылыстарды идентификациялау.
2. Органикалық қосылыстарды синтездеу.

Бірінші бөлімде органикалық қосылыстардың алыну жолдары мен олардың химиялық қасиеттеріне сай сапалық реакциялары көрсетілген.

Екінші бөлімде маңызды органикалық қосылыс кластарының өкілдерін синтездеу жолдары көрсетілген.

Еңбекте зертханалық жұмыстардың тақырыптарына сай сипаттамалар беріліп, әр зертханалық жұмыстың соңында жасалған жұмыс бойынша сұрақтар келтірілді.

Бұл оқу құралында органикалық қосылыстардың әртүрлі класс өкілдеріне тән реакциялар көрсетілген. Сондай-ақ, қосылыстардың физикалық қасиеттері: ерігіштігі, жанғыштығы, жалын түстері және т.б. көрсетілген. Кейбір қосылыстардың практикалық маңызды қасиеттерін көрсететін тәжірибелер де бар.

Практикумда студенттер органикалық химияда кеңінен қолданылатын хроматография (қағазды, жұқа қабатты, колонкалы) мен органикалық қосылыстарды идентификациялау әдістерімен танысады.

Оқу құралында, негізінен, болашақ педагог мамандарды дайындау ерекшеліктері де ескерілген. Осыған байланысты орта мектептердегі химия пәнінде орындалатын қарапайым тәжірибелерге көп көңіл бөлінген.

Бұл жұмыстардың өзіндік практикалық бағыттары бар. Оларды

мектептердегі факультатив сабақтары мен арнайы үйірмелерде қолдануға болады.

Практикалық жұмыстарды студент алдын ала берілген жұмыстың теориясымен танысқаннан кейін ғана орындайды. Әрбір тәжірибелік жұмыс соңында тақырыпқа байланысты және өзін-өзі тексеруге арналған сұрақтар берілді.

Әр студенттің тәжірибелік жұмыстарға арналған зертханалық жұмыс дәптері болуы қажет. Онда:

- а) тақырыптың атауы;
- б) жұмыстың қысқаша сипаттамасы;
- в) прибор суреті;
- г) бақылау;
- д) реакция теңдеулері мен тақырыптағы сұрақтарға жауаптар;
- е) қорытынды жазылады.

КІРІСПЕ

Органикалық химия – көміртек қосылыстары және олардың туындыларының қасиеттерін зерттейтін ғылым.

Табиғаттағы химиялық құбылыстарды түсіну және техниканың дамуындағы органикалық химияның рөлі үлкен. Қазақстандағы химия өнеркәсібінің дамуы, ғылым және халық шаруашылығының әртүрлі салалары мен ондағы өзекті мәселелерді шешуде маңызды.

Органикалық химияның қазіргі дамуы жаңа органикалық заттар алумен ғана емес, сонымен қатар бұрын мүмкін болмаған заттардың жаңа түрлерінің ашылуымен де сипатталады. Қазір органикалық химияның теориялары толығып, жеке салалары тереңірек зерттеліп, органикалық заттарды синтездеуі де үнемі толығуда.

Органикалық химияның негізін құрайтын бөлімдерге: органикалық молекулалардың құрылыс теориясы, электрондық және кеңістіктік эффектілер, оптикалық қасиеттері, органикалық молекулалардың стереоизомерленуі, қосылыстардың кластары мен топтары арасындағы биогенетикалық байланыс, реакциялардың негізгі механизмдері, органикалық молекулалардың нәзік құрылымын анықтау әдістері (химиялық, физика-химиялық, физикалық, электрохимиялық) жатады.

Органикалық химия органикалық қосылыстардың реакциялық қабілеттілігін болжау және түсіндіру үшін әртүрлі қазіргі заманғы теориялық көзқарастарды кванттық-химиялық, термодинамикалық есептеулер және аспаптық әдістерді кеңінен қолданады.

Органикалық химия іргелі жаратылыстану-ғылыми пәндері арасында ерекше орын алады.

Идентификациялау және заттардың күрделі қоспаларын бөлу, олардың құрылысын анықтау, реакциялардың механизмін зерттеу, талдау үшін зерттеудің жаңа физикалық әдістерін кеңінен қолдану органикалық химияның дамуына ықпал етеді.

Жасанды өнімдер алу және табиғи органикалық заттарды өңдеу, мұнай-химиялық синтез, коксохимия, парфюмерия, тамақ, фармацевтік өнеркәсіптер және ауыл шаруашылық, полимерлі материал-

дар өндірістері сияқты маңызды салалардың дамуы үшін негіз болады.

Органикалық химия іргелі ғылым болғандықтан, биология, медицина, физика, математика, ауылшаруашылығы ғылымдарымен де тығыз байланысты. Ол осы ғылым салаларының жетістіктерін өзінің даму барысында кеңінен пайдаланады, ал басқалар үшін жаңа ғылыми бағыттарды жасау және жетілдіруде негіз болып табылады. Органикалық химияның мұндай адам қызметінің барлық сфераларына кеңінен енуі органикалық химия негізін терең зерттеу қажеттілігін тудырады.

ОРГАНИКАЛЫҚ ХИМИЯ ЗЕРТХАНАСЫНДА ЖҰМЫС ІСТЕУ КЕЗІНДЕГІ ҚАУІПСІЗДІК ЕРЕЖЕЛЕРІ

Химия зертханасында жұмыс кезінде белгілі бір қауіпсіздік ережелерін сақтау керек. Бұл ережелерді тек жеке бастың қауіпсіздігі емес, сонымен қатар бірге жұмыс жасап жатқан адамдардың да қауіпсіздігін қамтамасыз еткен жөн. Қауіпсіздік жағдай жасалатын жұмыстың түріне байланысты. Дегенмен, жалпы ережелері бар, оның орындалуы зертханадағы әрбір жұмыс жасаушылардан міндетті түрде талап етіледі. Оған төмендегі ережелерді жатқызуға болады:

1. Зертханада жалғыз жұмыс жасауға болмайды, себебі кездейсоқ бір сәтсіз оқиғалар кезінде дер кезінде көмек көрсету және сол сәтте оқиғалардың зардабын жою үшін қасында адам болу керек.

2. Тазалық, тыныштық, тәртіп және қауіпсіздік ережелері сақталуы керек, себебі жұмыстағы әрбір ұқыпсыздық, салақтық, асығышылық сәтсіз оқиғаларға әкеліп соғады.

3. Зертханада жұмыс жасайтын әр адам: өрт сөндіру құрал-жабдықтарының тұрған жерін, құм салғыш жәшік, асбест және кенеп одеялаларды және дәрі-дәрмек салынған қобдишаның (KMnO_4 , H_3BO_3 , MnHCO_3 ерітінділері, йод, мақта, бинт, пластрь, күйікке жағатын май) қай жерде тұратынын білу керек.

4. Зертханада темекі тартуға, тамақ ішуге, химиялық ыдыстармен су ішуге қатаң тиым салынады.

5. Жұмыс жасарда алдын ала қолданылатын және синтезделетін заттың қасиеттерін мұқият біліп алған жөн. Экспериментті бас-тарда жетекшімен жұмыс жоспарын, орнын және прибор схемасын талқылап алу керек. Тәжірибеге арналған приборды құрастырып, оны мұқият тексеру керек.

6. Тәжірибені жуылмаған лас ыдыста жүргізуге болмайды. Ыдыс таза әрі құрғақ болуы керек. Тәжірибе аяқалғаннан кейін ыдысты тазалап жуу керек.

7. Жұмыс өте ұқыпты жүргізілуі тиіс, химиялық заттардың бетке және қолға тиіп кетпеуін қадағалау керек (галогентуындылар, фенолдар, нитротуындылар және т.б.), себебі олар теріге зақым келтіреді.

8. Қандай да болмасын заттың дәмін татып көруге болмайды. Заттардың буын және газды ыдысқа еңкеймей белгілі бір қашық-

тықта сақтықпен қолдың жеңіл қозғалысымен желпіп иісін иіскеуге болады.

9. Сұйық немесе қатты заттар салынған шынысауытты бір қолмен мойнынан, екінші қолмен түбінен ұстау керек.

10. Жұмыс жүргізіп жатқан приборды бақылаусыз қалдыруға қатаң тыйым салынады.

11. Химиялық заттар сақталатын ыдыстар (банка, шыны, колба), т.б. ыдыстарда міндетті түрде сол заттардың аттары жазылған этикеті болу керек.

12. Органикалық заттарды және олардың ерітінділерін пипеткамен соруға болмайды.

13. Пробиркада немесе колбада сұйық және қатты затты қыздырғанда, жұмыс жасаушы ыдысты өзінен және қасындағы адамдарға қарама-қарсы жаққа қарату керек. Ыдыстың жоғары жағынан да қарауға болмайды, себебі кездейсоқ масса лақтырылып, жарақат алуы мүмкін.

14. Жұмыс аяқталған соң газды, суды, электр құралдарын ток көзінен ажыратып синтез жүргізген заты бар колбаны алып, жұмыс орнын қалыпқа келтіру керек.

15. Концентрленген қышқыл мен сілті ерітінділерін басқа да иісі бар оңай тұтанатын заттар, органикалық ерітінділерді қол жуғышқа төгуге қатаң тиым салынады. Мұндай ерітінділерді арнайы ыдыстарға құяды.

16. Түтіндегіш және ағызғыш, иісті заттармен тәжірибені тартпа шкафта (түтін иіс) жүргізу керек.

17. Әр зертханада қорғағыш маскалар, көзілдірік, газтұтқыш (противогаз), респиратор болуы керек.

18. Әр бөлмеде өртке қарсы құралдар: құм салынған жәшік және күрек, сөндіруші одеяло (асбесты немесе қалың жүнді), өрт сөндіргіштер болуы керек. Әр зертханада алғашқы медициналық көмек көрсететін медикамент – танин мен йодты спирт, калий перманганаты, натрий гидрокарбонаты, қышқылы, сондай-ақ мақта, бинт, пластырь, күйкке қарсы май болу керек.

Шыны әйнекпен жұмыс

1. Шыны әйнекпен, химиялық ыдыспен жұмыс істегенде қауіпсіздік ережесін сақтау керек.

2. Жұқа қабатты химиялық ыдысты ашық жалында қыздыруға

болмайды. Себебі жалын қатты жалындап кетіп ыдыстың бүйірі сынып кетуі мүмкін.

3. Үлкен ыдысты екі қолмен ұстау керек, бір қолмен жанынан, екінші қолмен ыдыстың түбінен ұстайды.

4. Сынған шыны түтікшені шығару үшін қолды кесіп алмай абайлау керек.

5. Шыны түтікшеге резеңке тығынды немесе шланганы бекіту қажет болса, ол үшін түтікше мойнын вазелинмен немесе глицеринмен майлап, сағат тілінің бағытымен бұрап отырып, бекіту керек.

Қышқылдар және сілтілермен жұмыс ережелері

1. Қышқылдар мен сілтілер қолданылатын жұмыстар қорғағыш көзілдірік немесе маска және резеңке қолғаптармен жасалуы керек. Қышқылдар, сілтілер және олардың ерітінділері теріге тигенде күйдіреді, көзге тисе, адамның көзі көрмей қалуы мүмкін.

2. Қышқылдар мен сілтілерді пипетка арқылы ауызбен соруға тиым салынады.

3. Қышқылды ыстыққа төзімді ыдыста сұйылтады және *қышқылды суға* жайлап құяды. Себебі көп жылу бөлінеді де ерітінді шашырайды. Жұмыс кезінде қорғағыш көзілдірік киеді.

4. Калий және натрий гидроксидтерін аз мөлшерде алып суға салып ерітеді. Қатты гидроксидтерді қолмен емес, қысқыштармен алу керек.

5. Күкірт қышқылын кептіргіш ретінде вакуум-эксикаторда қолдануға болмайды. Себебі эксикатор жарылып кетсе, ішіндегі қышқыл жұмыс жасап жатқан адамдарға шашырайды.

6. Қышқылдар мен сілтілерді үлкен ыдыстан кіші ыдысқа воронка арқылы ауыстырған кезде міндетті түрде көзілдірік, резеңке қолғап және фартук киеді.

7. Балқытқыш қышқылмен жұмыс өте сақтықты талап етеді. Міндетті түрде резеңке қолғап, маска киіп, тек тартпа шкафта және арнайы ыдыста жүргізу керек.

8. Төгілген қышқылдар немесе сілтілерді міндетті түрде көзілдірік және резеңке қолғап киіп нейтралдау керек. Содан кейін төгілген және шашыраған заттарды жинап, жұмыс орнын тазалау керек.

Жарылғыш, жеңіл тұтанғыш және улы заттармен жұмыс жасау ережелері

Броммен жұмыс істеу

1. Бромды тек қалың қабатты нығыз жабылатын тығыны бар склянкада сақтайды. Склянқаларды тек тартпа шкафта, құм салынған темір жәшіктерде немесе фарфор ыдыстарда сақтайды.

2. Бром адамның тыныс органдарына әсер етеді және теріге тиесе күйдіріп, қиын жазылатын жараға айналады. Барлық жұмыстар резеңке қолғап, көзілдірік немесе бетке қалқаншамен жартылай әйнектері түсірілген тартпа шкафта жүргізіледі.

3. Бром құйылған ыдысты тек құм салынған дорбаларда ғана тасымалдайды.

4. Тамызғыш воронкадан бром қосатын жұмыс жүргізердің алдында, воронканың кранын тексеру керек. Жай майлағышты сүртіп тастап фосфор қышқылын жағу керек. Содан соң эфир құйып герметиктігін тексереді. Кранның түп жағына шүмегі шығып кетпес үшін резеңке сақина кигізеді. Тамшылатқыш воронкаға бір құйғанда 10 мл-ден артық бром құюға болмайды.

Металдық натриймен жұмыс істеу

1. Металдық натрий және калиймен жұмыс істеу кезінде ерекше сақтық қажет. Натрий мен калийдің сумен және галоген құрамдас қосылыстармен жанасуын болдырмау керек. Натриймен барлық жұмысты тек қорғағыш көзілдірікпен, судан (қол жуғыш, сулы насос және т.б.) алыс жерде жүргізу керек.

2. Металды натрийді қалың шыны немесе қаңылтыр ыдыстарда сусыз керосин ішінде, жоғары қайнағыш инертті көмірсутектерде немесе трансформатор майында сақтайды.

Натрий салынған банкілер металл ыдыста немесе құм салынған жәшіктерде сақталынады. Банкінің сыртын тығынмен және оның үстін фарфор тостағаншамен төңкеріп жабады.

3. Металды натрийді тек қана пинцетпен, қышқышпен алады да бірден керосин немесе сусыздандырған көмірсутек толтырылған стаканға салады.

Металды натрийді құрғақ ақ қағазда пинцетпен ұстап тұрып кесіп алып, керосин немесе толуол, ксилол толтырылған стаканға салады. Натрийдің қабатындағы оксид пленкасын кесіп алып тастайды да, сүзгі қағазбен керосинді сорғытып бірден реакцияға жі-

береді. Натрий кесіндісін бөлек керосинге салып тығынмен жауып қояды. Натриймен барлық жұмысты тек қорғаныс көзілдірікпен судан алыс жерлерде жүргізеді (*су тисе жанады!*)

4. Тәжірибе аяқталғаннан кейін қалдық натрийді керосин құйылған банкіге салады. Сүзгі қағазын натрий кесілген, реакция жүргізілген ыдыстарға техникалық этил немесе метил, изопропил спиртіні құйып нейтралдайды.

5. Натрий қалдықтарын раковинаға немесе мусор жәшіктер ше тастауға қатаң тиым салынады.

6. Натрий салынған ыдыстарды тек ауадағы немесе құмды жылытқыштарда қыздыру керек.

7. Металдық натрийді галоидты алкил, карбонилді қосылыстар, қышқылдар мен спирттерді, нитроқосылыстарды кептіруге қолдануға болмайды.

8. Натрийдің қалдықтарын бос колбалар мен склянкаларда қалдыруға болмайды. Бетінде ақ қабықша түзілген натрий калий хлоридіне ұқсас болады. Сондықтан оларды шатастырмай, өте сақ болу қажет.

10. Натрий немесе калий жанғанда оның жалынын құм сеуіп сөндіру керек.

Улы заттармен жұмыс істеу

1. Улы (цианидтер, диметил сульфат, хлор ангидридтерінің жеңіл молекулалы қышқылдары, фосген, азот оксидтері, т.б.) заттармен резеңке қолғап киіп, тартпа шкафта өте сақтықпен жұмыс істеу керек.

2. Калий және натрий цианидтерімен жұмыс жасарда жетекшіден жұмыс инструкциясын алып танысу қажет. Экспериментті жетекшінің қатысында *тартпа шкафта* жүргізу керек.

Фенол, галоген, нитроқосылыстар, қанықпаған карбонилді қосылыстары және қышқылдарымен, гидринмен, т.б. жұмыс кезінде, мұндай заттар тері мен тыныс органдарына зиян болғандықтан міндетті түрде резеңке қолғап, қорғағыш көзілдірік киіп, жұмысты *тек тартпа шкафта* жасау керек.

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 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.

Төрт хлорлы көмірсутек – бас ауыртады, адам талып немесе тырысып қалуы мүмкін.

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

Жанғыш және жарылғыш қауіпті заттармен жұмыс ережелері

Жеңіл тұтанғыш эфир, петролейн эфирі, ацетон, спирт сірке этил эфирі, күкіртті көміртек, газ және бензол тәрізді заттармен жұмысты ашық оттан және электр плиталарынан алыс жерде жүргізу керек. Жеңіл тұтанғыш заттарды алдын ала қыздырылған сулы жылытқыштарда, суытқышпен жалғанған колбада жүргізеді.

2. Жеңіл тұтанғыш және жанғыш сұйықтарды ашық ыдыстарда горелкада және плиткада қыздыруға болмайды.

3. Жұмысқа арналған приборларды жинар алдында, жеңіл тұтанғыш заттары жақын жерде тұрған горелкаларды қыздыру көздерінен ажырату керек.

4. Жеңіл тұтанғыш заттарды раковинаға, шелекке және мусор жәшіктерге тастауға болмайды, себебі кездейсоқ тасталған шырпыдан өрт болуы мүмкін.

5. Айдау жұмыстарын колбада ерітінді қалмағанша түбіне дейін айдауға болмайды, себебі көптеген сұйық заттар (диэтил эфирі, диоксан, т.б.) жарылғыш пероксидтер түзеді.

6. Органикалық ерітінділерді (диоксан, эфир, ТГФ, т.б.) пайдаланар алдында олардың құрамында пероксидтің бар-жоғын тексеру керек.

Сутегімен жұмыс кезінде сутегінің ауамен қопарылғыш қоспа түзетінін есте сақтау керек.

Сондықтан:

а) сутегі жүретін приборлардың герметиктігін мұқият тексеру керек;

б) прибордан ауа толық шығарылғаннан кейін сутегін тазалап тексеру керек. Ол үшін сутегін пробиркаға жинап алып шырпымен жағып көреді. Егер жанған кезде тарс еткен дыбыс болмаса, онда сутегі таза деп есептелінеді;

- в) сутегі толтырылған приборды сутегінің тазалығын тексергеннен кейін ғана қыздыру керек;
- г) тәжірибе аяқталғаннан кейін қыздыруды тоқтатып приборды, сутегі тоғын суыту керек.

Төменгі қысымда жұмыс істеу ережелері

1. Вакуумда кез келген шыны прибормен жұмыс жасағанда міндетті түрде қорғағыш көзілдік немесе маска кию керек. Бұл ережені әсіресе вакуумда айдау, вакуум-экзикаторда ауаны сорғанда, вакуумдық сүзу кезінде сақтау керек.

2. Прибор герметивті, қысым біркелкі болу үшін вакуумдағы жұмысқа қатысты шыны приборлардың сынықтары немесе сызаттары болмау керек. Айдау қолданылатын колба тек дөңгелек формалы, барлық ыдыстардың мойындары шлифтенген болу керек. Олар жұмыс алдында арнайы маймен сыланады.

3. Вакуум-экзикатордан ауаны шығару үшін оны алдын ала орамалмен нығыздап орап немесе металдық тордан жасалған арнайы қақпаққа салады.

Вакуумдық айдау жұмыстарынан кейін көзілдірікті прибор суығанша және ауамен қосылғанша шешуге болмайды. Қысымды теңестіргеннен кейін 3-5 минут уақыттан соң ғана көзілдірікті шешу керек.

Дене жарақаттанғанда және кездейсоқ жағдайларда алғашқы медициналық көмек көрсету

1. Дене термиялық күйген кезде жара орнын бірден көп мөлшердегі таниннің спиртті, этил спиртінің немесе калий перманганатының ерітіндісімен жуу керек.

2. Қышқылдармен күйген кезде ол жерді бірден судың көп мөлшерімен, артынан 3%-дық натрий гидрокарбонаты ерітіндісімен жуу керек.

3. Сілтілермен күйген кезде ол жерді алдымен ағынды сумен, содан кейін 3%-дық сірке қышқылымен, содан соң қайтадан сумен жуу керек.

4. Егер көзге қышқыл мен сілті тамса, бірден 3-5 минут уақыт бойы сумен оның ағынын көзге бағыттап жуу керек. Содан кейін көзге қышқыл тисе натрий гидрокарбонаты, ал сілті тисе бор қышқылының ерітіндісімен шаю керек. Осындай көмектен кейін дәрігерге көріну керек.

5. Фенолмен күйген кезде жарақат алған жерді спиртпен жуып өңдейді.

6. Броммен күйген кезде оны бірден спиртпен немесе сілтінің сұйытылған ерітіндісімен, соңынан спиртпен жуу керек. Бұдан кейін жараға күйікке арналған майды жағады. Егер бром буымен дем алып жұтып қойса, мақтаны спиртке салып онымен дем алу керек, содан соң сүт ішіп таза ауаға шығу керек.

7. Тері суда ерімейтін органикалық заттармен зақымданса, ол жерді сол заттың ерітіндісінің көп мөлшерімен жуып, жарақат алған адамды медпунктке апару керек.

Жергілікті өртті және жанған киімді сөндіру

1. Өрт пайда болса бірден зертханадағы газды, электр приборларын сөндіру керек. Өрт маңындағы жанғыш заттарды тез алып өртті көмір қышқыл газы толтырылған өрт сөндіргішпен, құммен немесе өрт сөндіргіш одеялмен сөндіру керек. Өрт жалынына су шашуға болмайды, себебі көп жағдайда ол өрт аймағын кеңейтуге әкеледі.

2. Егер адамның үстіндегі киімі жанса, оның үстіне бірден өрт сөндіргіш одеялды жабу керек. Үсті жанған адамға жүгіруге болмайды, себебі өрт одан сайын өршиді. Өзінің үстіндегі киім жанса өзі үстіне су құйып немесе еденде жылдам аунап өшіруге болады.

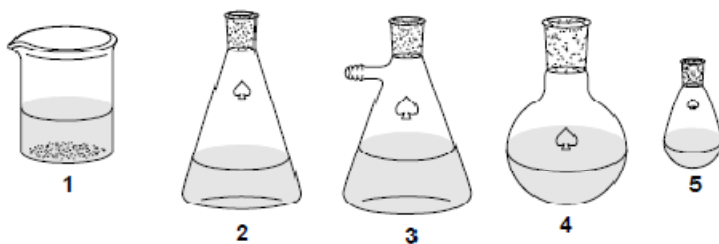
ОРГАНИКАЛЫҚ ХИМИЯДАН ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫСҚА АРНАЛҒАН ЫДЫСТАР

Органикалық қосылыстармен реакция жүргізгенде сәйкес құралдар мен ыдыстарды дұрыс таңдап алу аса маңызды рөл атқарады. Осыған байланысты органикалық химия зертханасында қолданылатын түрлі ыдыстарға сипаттама берілген.

Химиялық стакандар. Олар әртүрлі материалдар – шыны, фарфор, полипропиленнен дайындалады. Полипропиленді стакандар қыздыру мен салқындатуды қажет етпейтін заттарды өлшеу мен хроматографиялық фракцияларды жинауда қолданылады. Шыны стакандар (әсіресе ыстыққа төзімді) химиялық реакцияларды жүргізу мен кристалдауда қолданылады. Ерітінділер дайындауда көп жылу бөлінетіндіктен (күкірт қышқылын сұйылту, сілтіні

еріту) ыстыққа төзімді фарфорлы стакандарда жүргізу қолайлы (1-сурет).

Колбалар. Колбалар – зертханалық ыдыстың негізгі түрі. Олар қолданылуына байланысты түрі, көлемі, шлифі, мойнының санына, сондай-ақ дайындалатын шыны түрі мен қалыңдығына байланысты бөлінеді.



1-сурет.

1 – химиялық стакан; 2 – конусты колба; 3 – Эрленмейер колбасы;
4 – түбі дөнес колба; 5 – алмұрт тәрізді колба

Колбалар түріне қарай жазық табанды, дөнес, алмұрт тәрізді деп бөлінеді. Жазық табанды және жұқа қабырғалы колбаларды жоғары температурада, әсіресе вакууммен жұмыс жасағанда қолдануға болмайды. 100°C жоғары температурада қыздырғанда арнайы шыныдан дайындалған дөнес және қалың қабырғалы колбалар қолданылады (1-сурет).

Органикалық синтездің біршама күрделі операциялары үшін арнайы насадкалары форштосы бар бір екі және үш мойынды колбалар қолданылады (2-сурет).

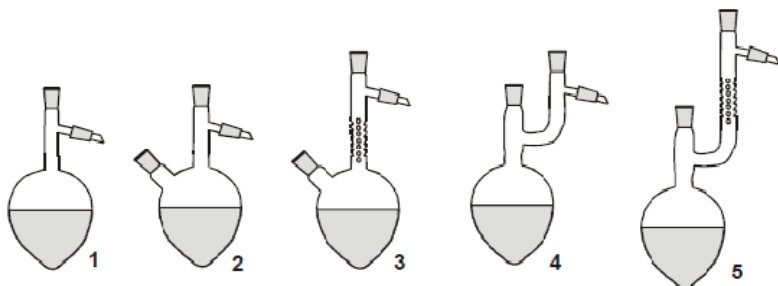


2-сурет.

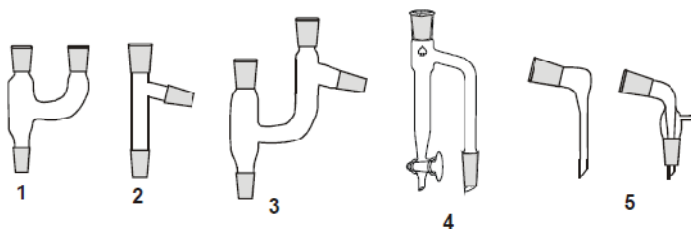
1 – екі мойынды колба; 2 – үш мойынды колба; 3 – форштос

Атмосфералық қысымда айдау үшін арнайы Вюрц колбалары

немесе бір мойынды арнайы насадқасы бар колбалар қолданылады. Олардың мойындары арнайы шлифтенген болады (3-4 суреттер).



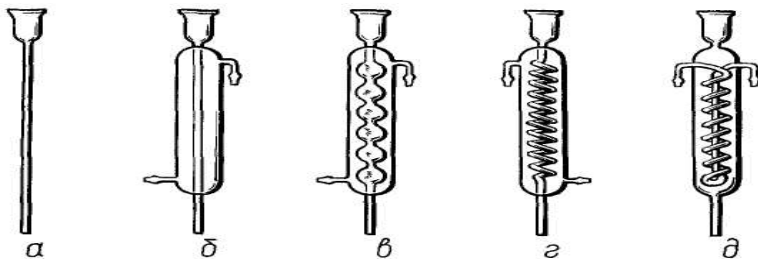
3-сурет. Айдауға арналған колбалар: 1 – Вюрц колбасы, 2 және 3 – Фаворский колбалары, 4 және 5 – Кляйзен колбалары, 3 және 5 – колбалардың «шырша» тәрізді дефлегматорлары



4-сурет. Насадка мен алонждар. 1 – екі мойынды насадқа, 2 – Вюрц насадқасы, 3 – Кляйзен насадқасы, 4 – Дина-Старк насадқасы, 5 – аллонж түрлері

Салқындатқыштар. Салқындатқыштар химиялық реакциялар мен органикалық қосылыстарды айдағанда сұйық буын салқындату және конденсациялау үшін қолданылады. Тура салқындатқыштар зат буын немесе ерітіндіні конденсациясына арналған. Кері салқындатқыштарда бу конденсацияланып реакциялық қоспаға қайта келеді. Салқындатқышта буды салқындату үшін су қолданылады (сулы салқындатқыш).

Қайнау температурасы жоғары сұйықтарды айдау кезінде ауа салқындатқыштары, ал төменгі температурада қайнайтын сұйықтарды айдағанда Либих салқындатқышы қолданылады. Синтетикалық жұмыстарда ерітінділер буланып кетпес үшін әртүрлі салқындатқыштар қолданылады (5-сурет).



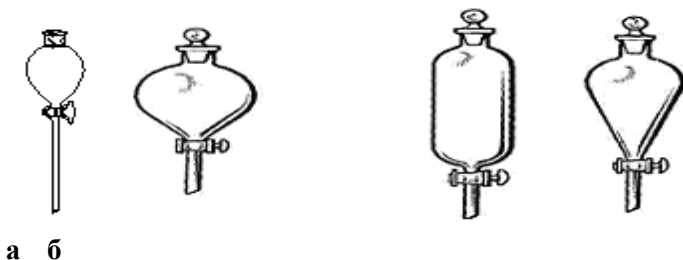
5-сурет.

- а) ауа салқындатқышы, б) Либих салқындатқышы,
в) кері шарикті салқындатқыш,
г) суытқыш спиралі бар салқындатқыш

Салқындатқыштардың ішіндегі қарапайымы ауа салқындатқышы. Ол шлифтелген шыны түтіктен тұрады. Ауа салқындатқышы қайнау температурасы 150°C жоғары сұйықтарды айдау немесе конденсациялау үшін қолданылады. Себебі сулы салқындатқыштарды пайдаланса температура бірден күрт төмендегенде сынып кету қаупі бар. Сондай-ақ ауа салқындатқышын балку температурасы жоғары заттарды айдауға да қолданады.

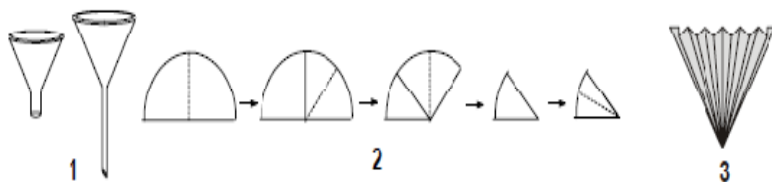
Салқындатқыштарды пайдаланғанда ондағы су ағынын қадағалап отыру керек!

Тамшылатқыш және бөлгіш воронкалар. Реакциялық қоспаларға сұйықтарды құю үшін цилиндр, шар тәрізді ұзын түтікпен жалғанған үлкен шамадағы тамшылатқыш воронкалар қолданылады (6-сурет).



6-сурет. а) тамшылатқыш воронкалар; б) бөлгіш воронкалар

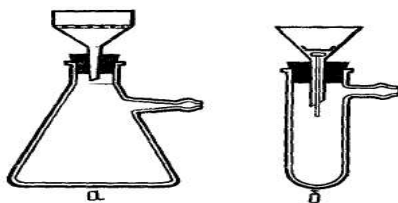
Бөлгіш воронкалар тамшылатқыш воронкалар сияқты, бірақ қалың шыныдан дайындалған түтігі қысқа болады. Олар араласпайтын сұйықтарды бөлуде және экстракциялауда қолданылады. Қарапайым воронкалар мен сүзгі қағаздан қатпарлы сүзгі дайындау 7-суретте көрсетілген.



7-сурет.

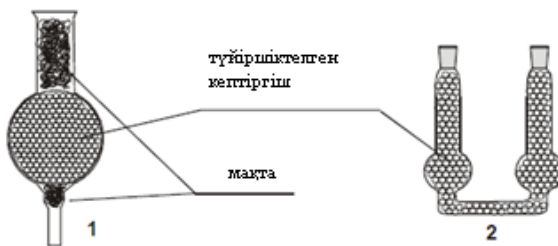
1 – қарапайым химиялық воронка, 2 – қатпарлы сүзгіні дайындау,
3 – дайын сүзгі

Кристалды заттарды вакуумде сүзу үшін қабылдағыш ретінде арнайы қалың қабырғалы Бунзен колбасы мен Бюхнер воронкасы (а), ал аз мөлшердегі заттарды сүзу үшін пробиркалар мен воронкалар (б) немесе Шотта воронкасы қолданылады (8-сурет).



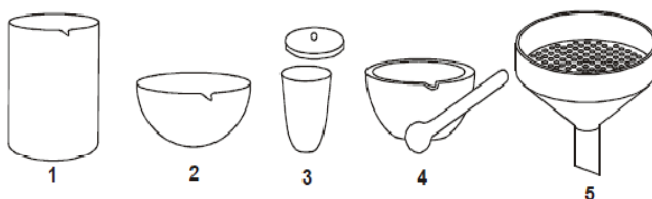
8-сурет. Сүзуге арналған приборлар

Хлоркальцийлі түтіктер. Хлоркальцийлі түтіктер газдарды кептіру үшін қолданылады. Онда суды сіңіретін зат көбінесе түйіршіктелген CaCl_2 болады. 9-суретте осындай түтіктің екі түрі көрсетілген. Бірі приборды су буынан бөлу үшін онда ауаның ылғалдылығына сезімтал затпен прибордағы атмосфералық қысым реттеледі. Екіншісі газ ағынын кептіруге арналған.



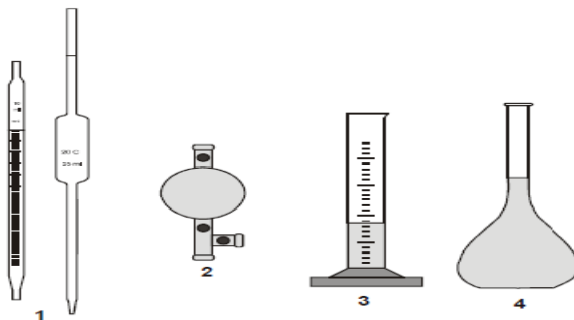
9-сурет. Кептіргіш түтіктер. 1 – хлоркальцийлі түтік;
2 – U-тәрізді түтік (газ ағыны кетіруге арналған)

Фарфор ыдыстар. Фарфор ыдыстар шыны ыдыстарға қарағанда ыстыққа төзімділігі және беріктігімен ерекшеленеді. Жанбайтын сулы ерітінділерді ашық отта кептіру үшін фарфор тостағанша, ал қыздыру үшін бюкс қолданылады. Ал әр түрлі қосылыстарды ұнтақтау үшін фарфор келілер қолданылады (10-сурет).



10-сурет. Фарфор ыдыстар.
1 – стакан, 2 – буландыруға арналған тостағанша,
3 – бюкс, 4 – келі, 5 – Бюхнер воронкасы

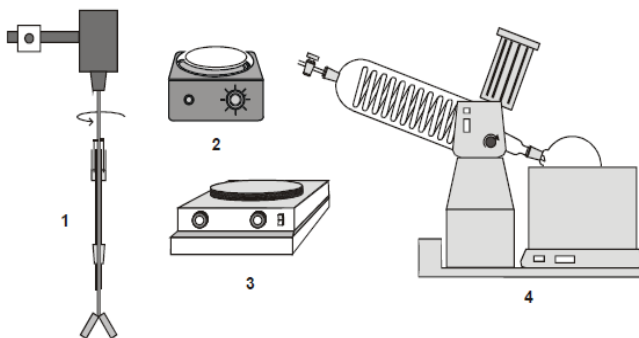
Өлшеуіш ыдыстар. Өлшеуіш ыдыстар, негізінен, сұйық көлемін өлшеуге арналған. Сұйық реагенттің қажетті мөлшерін алу үшін пипетка мен өлшеуіш цилиндрлер қолданылады. Өлшеуіш колбалар онда белгілі концентрациядағы ерітінділерді дайындау үшін қолданылады (11-сурет).



11-сурет. 1 – пипетка мен оны толтыруға арналған ғруша;
2 – өлшеуіш цилиндр; 4 – өлшеуіш колба

Басқа зертханалық қондырғылар. Колба және басқа зертханалық приборларды бекіту үшін қысқыштар, сақиналар орнатылатын болат штативтер қолданылады.

Реакциялық қоспаны араластыру үшін механикалық және магниттік араластырғыштар қолданылады. Соңғысы тұтқыр және көп көлемді сұйықтарды араластыру үшін ыңғайлы. Сондай-ақ зертханада еріткіштерді айдау үшін роторлы буландырғыштар да қолданылады. Онда ерітіндіні атмосфералық қысымда айдауға болады, бірақ та прибордың құрылымы оны төмендетілген қысымда жүргізуге мүмкіндік береді. Нәтижесінде затты су, спирт, толуол сияқты ерітіндіде қатты қыздырмай концентрлеуге болады (12-сурет).



12-сурет

1 – механикалық араластырғыш, магнитті араластырғыш; 2 – қыздырусыз және
3 – қыздырумен; 4 – роторлы буландырғыш

ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ БӨЛУ, ТАЗАЛАУ ӘДІСТЕРІ

Кез келген органикалық қосылысты зерттеу үшін оны таза күйінде бөліп алу керек. Айта кететін бір жағдай, еш уақытта абсолютті таза зат болмайды. Әдетте тазалау әдістерін қолданып, негізгі заттың мөлшерін 90-99%-ға дейін жеткізеді. Тазалаудың арнайы әдістерін қолданып, органикалық қосылыстың құрамындағы қоспаның мөлшерін 10^{-3} - 10^{-4} %-ға дейін кемітеді. Органикалық қосылыстарды бөліп алудың және тазалаудың әдістері практикалық сабақтарға арналған оқу құралдарда толығырақ қарастырылған. Біз заттарды тазалауда қолданылатын жалпы принциптерді ғана атап өтеміз.

Қатты заттарды тазалаудың негізгі әдісі – *кристалдау*. Ол үшін тазаланатын затты сәйкес еріткіштің аз мөлшерінде қыздыра отырып ерітеді. Содан кейін ыстық ерітіндіні тез сүзіп алып, суытады. Температура төмендеген сайын заттардың ерігіштігі де төмендейтіндіктен, еріген зат ерітіндіден суығанда кристалл түрінде бөлініп шығады, ал қоспа ерітіндіде қалып қояды. Қайта кристалданған қоспаның мөлшерін тағы да азайтуға болады.

Сұйық заттарды тазалауда және бөлуде жиі қолданылатын әдіс – *айдау*. Айдау – қайнау температуралары әртүрлі сұйықтарды қоспадан қайната отырып жекелеп бөліп алу. Айдаудың бірнеше түрі бар: жай айдау, фракциялап айдау және вакуумдық айдау. Қоспадағы сұйықтардың қайнау температураларының айырмашылықтарына қарай айдаудың қажетті түрі қолданылады.

Сүзу. Қатты заттарды сұйық заттардан бөлу үшін көп жағдайда сүзу әдісі қолданылады. Егер тұнба ұсақ дисперсті болса, онда центрифуга әдісі қолданылады.

Органикалық зертханада кәдімгі сүзу қалыпты атмосфералық қысымда тек қатты заттарды сүзу қажеттігі болмағанда қолданылады. Сүзу материалы ретінде сүзгі қағаз, мақта, шыны мақта, асбест, т.б. қолданылады. Сұйытылған ерітінділерді қатпарлы сүзгі арқылы сүзеді. Сүзу кезінде приборды таңдау маңызды деп есептеледі. Үлкен воронка мен үлкен сүзгі жылдам сүзу үшін ыңғайлы, бірақ бұл кезде сүзгі материалы мен воронка қабырғасында заттың қалуынан шығым төмендейді. Аса үлкен емес воронка мен сүзгіде заттар аз жоғалады, бірақ олар көп көлемдегі заттарды сүзуге жараммайды. Сонымен сүзгі шамасын сүзу мақсатына қарай таңдау қа-

жет. Екінші бір жағдай сүзгі мөлшері воронка шамасына сәйкес болу керек.

Егер ерітінді ақырын жүрсе және сүзілетін сұйық сүзгіде қатты салқындаса, ыстық ерітінділерге арналған воронка қолданылады.

Ерімейтін суспензия қоспаларын сүзгі қағаз салынған конусты воронкадан өткізеді. Сүзер алдында сүзгіні ылғалдайды. Сүзу кезінде воронкадағы сұйықтың деңгейі сүзгіден төмен болу керек. Кейбір жағдайда қатпарлы сүзгі қолданылады. Ыстық ерітінділерді сүзу үшін воронканы арнайы электр плитасында қыздырады немесе ішкі жағы су буымен қыздырылатын воронка пайдаланылады. Осындай сүзуден кейін қатты фаза сүзгіде ластанып қалады. Сондықтан заттарды бөлетін аталған әдіс кейінгі жұмыстарда фильтратты қолданғанда ыңғайлы.

Қатты фазаларды сұйықтардан бөлу үшін төменгі қысымда сүзу жиі қолданылады. Сүзу приборы ретінде сулы насосқа жалғанатын бүйір тесігі бар арнайы воронка және қабырғасы қалың арнайы колба (Бюхнер склянкасы), қолданылады. Бюхнердің фарфорлы воронкасын немесе тесікті шыны сүзгісі бар воронка, сондай-ақ шыны шегесі бар воронка да қолдануға болады. Сүзу үшін Бюхнер воронкасының түбіне қағаз сүзгі салады. Сүзгі воронкаға нығыз жабысу үшін оны бірнеше су тамшысымен немесе ерітіндімен ылғалдап приборды сулы насосқа қосады. Аз мөлшердегі заттарды сүзу үшін шыны шегесі бар диаметрі одан сәл үлкен сүзгі қағаз салынған кәдімгі конусты қабырғасы қалың воронканы қолдануға болады. Воронканы резеңке тығыны бар қабырғасы қалың воронкаға немесе Вюрц колбасына орналастырады (8-сурет).

Экстракция

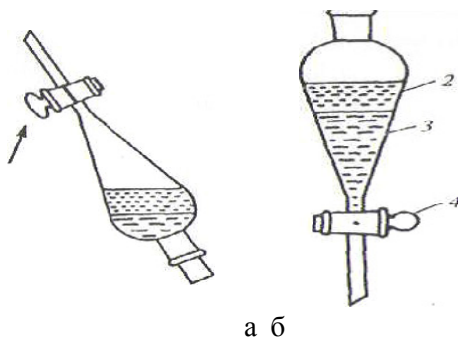
Экстракция дегеніміз қатты немесе сұйық заттарды қоспалардан басқа бір еріткіштер арқылы бөліп алу. Мұның мәні мынада: суда немесе су мен қышқыл қоспасында еріп тұрған заттың үстіне органикалық еріткіштер құю арқылы ерітіп, бетіне қалқытып шығарады да, судан бөліп ағызып алады.

Экстракциялауды көп жағдайда бөлгіш воронкаларда жүргізеді (13-сурет).

Экстракция – ерітіндідегі немесе қоспадағы заттарды бөліп алу үшін еріткішті қолдануға тура келеді. Бұл еріткіштерге органикалық еріткіштер қолданылады. Олар: диэтил эфирі, бензол, хлоро-

форм, дихлорэтан, төртхлорлы көміртек, петролейн эфири, этилацетат, т.б. Дәлірек айтқанда экстракцияда араласпайтын екі еріткіштерді шайқау арқылы сорып алатын затты еріткіштердің үстінгі қабатында да, астыңғы екінші қабатында да бірдей концентрацияда таралатын күйге келтіреміз. Осындай қатынас таралу коэффициенті деп аталады. Бұл коэффициент берілген заттың табиғатына және температураға тәуелді. Бірақ ол бастапқы концентрацияға заттар мен еріткіштердің мөлшеріне тәуелді емес. Сұйықтардың бірімен-бірінің араласуы үш түрлі жағдайда жүзеге асады.

- 1 – толық ериді;
- 2 – белгілі мөлшерде ғана ериді;
- 3 – өте нашар ериді.



13-сурет

- а) екі араласпайтын еріткіштің арасындағы затты анықтау: 1 – қақпағы бар жоғарғы бөлігі; 2 – еріткіш; 3 – басқа еріткіште экстракцияланатын зат; 4 – кран.
- б) тығыздығы жоғары бөлігі воронканы ұстау үлгісі

Бірінші жағдайда ерітінділер бірімен-бірі толық араласып, толық ерітіндіктен нақтылы ерітінді деп аталады. Екінші жағдайда сұйықтықтардың біріне бірінің еруі толық жүзеге аспайды. Сондықтан ерітіндіде 2 қабат пайда болады. Бұл толық еру температурасы деп аталады. Үшінші жағдайда сұйықтар бір-бірінде ерімейтін болғандықтан немесе нашар ерітіндіктен толық ерітінді пайда болмайды. Мысалы, май мен су, керосин мен су, хлороформ мен су. Бұл сұйықтардың массасы ауырлары астыңғы, массасы жеңілдері үстінгі қабатта түзіледі. Мұндай екі сұйықтықты толық еріту үшін екеуін де еріте алатын үшінші еріткіш алады. Ондай

еріткіш екі қабаттағы сұйықтықты ерітеді, бірақ температура тұрақты шамаға жеткенше ол қабаттар бірімен-бірі араласып кете алмайды. Сұйықтықтарды экстракциялауға арнайы эксикаторлар, сондай-ақ бөлгіш воронкалар қолданылады. Ал қатты заттарды экстракциялау қажет болғанда үздіксіз жұмыс істейтін аппарат – сокслет пайдаланылады. Ол еріткіші және қайнатқышы бар колбадан құралады.

Экстракцияланатын қатты затты екінші зат шығып кетпейтіндей етіп бекітілген сүзгі қағаздан жасалған гильзаға салады да гильзаны эксикаторда араластырады. Соңынан еріткіш колбаны қыздырғанда гильзадағы зат экстракцияланып, бүйір қабырғасындағы деңгейге жеткенге дейінгі мөлшерде сұғындырмаға толады. Сұйықтық колбаға ағады. Аппаратта ұзақ уақытқа экстракцияланса да еріткіш көп жұмсалмайды. Экстракциядан шыққан ерітіндіні айдамай тұрып, қатты зат салып құрғатады.

Экстракциялау үшін органикалық еріткіштер: диэтил эфирі, бензол, толуол, хлороформ, дихлорэтан, төртхлорлы көміртегі, петролейн эфирі, этилацетат және т.б. жиі қолданылады.

Экстракция жүргізудің әртүрлі жолы бар. Оларға мына әдістер жатады: мацерация – қалыпты жағдайда немесе бөлме температурасында қатты затты бірнеше қабат аздаған мөлшерлі еріткіште ерітіп экстракциялау; дигидрлеу – қатты затты еріткіштің порцияларымен қыздырып экстракциялау; перколяция – қатты заттың үстінен еріткішті үнемі ағызып өткізу арқылы экстракциялау; перфорация – зат ерітіндісінің ішінен еріткішті үнемі айналдыра өткізіп отыру арқылы (циркуляциялау) экстракциялау.

Хроматография әдісі

Хроматография – бөлу әдісі, жан-жақты әдіс. Бұл әдісті 1903 жылы М.С. Цветов ашқан «хромос» түс, «графо» жазу деген мағына білдіреді. Хроматография әдісі, негізінен, бірі қозғалатын, ал екіншісі қозғалмайтын және өзара араласпайтын екі фазадан тұратын динамикалық процесс. Қозғалмалы фазаға – газ, сұйық қозғалмайтын фазаға – тесікті не түйіршікті қатты заттар немесе жұқа пленкалар жатады. Қозғалатын фаза қозғалмайтын фазаға сіңіріледі.

Хроматография әдісін қолдану аппаратына байланысты (қозғалмайтын фазаның геометриялық қабатына байланысты: 1) жалпақ

қабатты қағазды және жұқа қабатты хроматография; 2) колонкалы хроматография деп бөледі.

Көптеген органикалық және бейорганикалық заттарды анықтап, ажырату барысында хроматографиялық әдіс жиі қолданылады. Хроматография зерттелетін заттың бір-бірімен қосылмайтын екі фазадан әр-түрлі дәрежеде еруіне, таралуына негізделген.

Хроматографияның басты сипаты R_f қозғалу коэффициенті болып саналады. Ол еріткіштің жүру жолы мен заттың жүру жолына қатынасымен анықталады.

Байланысу дәрежесін R_f мына формуламен анықтайды.

$$R_f = X_i / X_{Эл}$$

мұндағы X_i – заттың мәре сызығынан жарықтың бойымен жүрген жолы.

$X_{Эл}$ – еріткіштің мәре сызығынан оның көтерілген шекарасына дейінгі қашықтық.

Жылжу коэффициенті көптеген факторларға байланысты болады: заттың құрылысы, еріткіштің құрамы, қағаздың сапасы, ортаның температурасы және т.б.

Хроматография әдісін қолдану барысында физикалық-химиялық тұрғыдан қарастырғанда негізгі үш топқа бөлуге болады.

1. **Таралмалы хроматография** – екі еріткіште еріген заттың іріктеліп таралу бейімділігіне негізделген.

2. **Адсорбциялық хроматография** – еріген затты іріктеліп таралу бейімделуіне қарай адсорбенттен еріткішпен бөлу.

3. **Ығыстыру немесе ион алмастырғыш хроматография** – еріген затты іріктеліп таралу бейімділігіне қарай адсорбенттен бөлу.

Қолдану жағдайына байланысты колонкалы, қағаз арқылы бөлу, жұқа қабат арқылы бөлу, газды хроматография деп бөлінеді

Қағазды хроматографиялық әдіс

Хроматография әдісінің ішінде ең жеңіл жүретіні қағазда жүргізілетін хроматография. Қағазды хроматографияда арнайы сүзгі (хроматографиялық) қағаздар қолданылады. Хроматографиялық қағаздардың бірнеше түрі бар. Олар бір-бірімен қалыңдығымен сіңіру қабілеті арқылы ажыратылады. Кейде хроматографиялық қа-

газды алдын ала сірке ангидридімен өңдейді. Сонда целлюлозаны ацилдеу жүреді, күрделі эфирлі топтар түзіледі. Бұл қағаз адсорбциялық қасиеттерінің өзгеруіне және қосылыстарға хроматографиялық бөлінуінің жеңілдеуіне әкеледі.

Хроматографияға арналған қағаз. Хроматография қою үшін арнайы F-3 және F-11 қағазы алынады. Жұмыстың дұрыс орындалуы үшін қағаз бетіне сіңетін сұйықтықтың арақашықтығы дұрыс және бірдей болу қажет. Ол үшін хроматографиялық қағаздың екі жағынан бір-біріне перпендикулярлы бағытты ұзындығы 30 см етіп жолақ қиып алады, ені зерттелетін үлгілердің санына және хроматографиялық камераның құрылысына байланысты. Қағаздың екінші шетінен арақашықтығы 1-2 см қара қарындашпен сызып алып, оның үстіне арасы 1-2 см етіп, бірінен соң бірін шыны капиллярдың көмегімен анықтайтын ертінділердің аздаған мөлшерін тамызады.

Хроматографиялық камерада хроматограмманың орналасуы

"Жоғары қарай жылжитын" хроматограмманы алу үшін қағаздан түтік жасап, шетін бір-біріне тиместей етіп қыстырғышпен бекітеді. Осылай түтік сияқты оралған қағазды хроматографиялық ыдысқа немесе эксикаторға салады. Ыдыстың түбіне арнайы дайындалған ерітіндіні құяды. Қағаз камераның қабырғасына тимеуі керек. Ыдыстың аузын шыны қақпақшамен тығыз етіп жауып 35-40°C температурада термостаттың ішіне 1,5-2 сағатқа қояды. Белгілі уақыт өткеннен кейін еріткіш 10-12 см биіктікке көтеріледі. Содан соң хроматограмманы камерадан алып, оны 15 минуттай 50-80°C-да кептіргіш шкафта кептіреді. Осыдан кейін хроматограмманы алу үшін оны белгілі анықтағыш ертінділермен пульверизатор көмегімен бүркіп шашады. Соңынан тағы да 5 минут 70-90°C температурада кептіргіш шкафқа құрғатады. Міне, осы кезде бетінде дақтар пайда болады. Осы дақтар мен оның орналасу жағдайлары әрбір анықталатын зат үшін әртүрлі болады. Зерттелетін ертіндіден түскен дақтардың орналасу жағдайы мен стандарттан түскен дақтардың орналасу жағдайларын салыстыра, зерттелетін ертінділердің қоспасында жоғарыдан тамызылған заттардың бар немесе жоқтығын анықтайды.

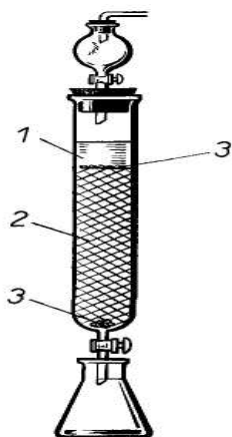
Колонкалы хроматография

Колонкалы хроматография кезінде белгілі бір еріткіш сіңірілген зат колонкадағы түтінге араластырылады да бөлшектеуге тиісті қоспа салынады. Осы заттың үстіне бірінші еріткіште ерімейтін екінші еріткіш (қозғалғыш еріткіш) құйылады. Қозғалғыш фаза ретінде алынған еріткіш қоспадан сүзіліп, оның еритін бөлшектерін тұрақты фазадан төмен қарай ағызады. Колонкадан төмен аққан қоспаны еріткішпен (қозғалғыш) қайталап, бірнеше рет жуғанда құрамындағы заттың ерігіштігіне байланысты қоспа ерітіндісінен колонкада әртүрлі қабаттар пайда болады. Егер крахмалды сумен ылғалдап пайдаланса, қоспадан аминқышқылын тазартып бөлуге мүмкіндік туады.

Адсорбциялық хроматографияда да колонка пайдаланылады. Мұнда тұрақты фазаға тесікті қатты заттар қолданылады. Онда тесіктер газ, сұйық заттарды адсорбциялауға өте бейім келеді. Заттар жақсы адсорбциялану үшін адсорбциялайтын заттың беткі аумағы үлкен және адсорбцияға бейім болуы керек. Мысалы, ауаның азот оксидімен қоспасы бар қолбаға активтелген көмір кесегін салса, ыдыс ішіндегі қоңыр түс жойылып кетеді. Демек, активтелген көмір азот оксидін адсорбциялап сіңіріп алады. Сия немесе бояу араласқан суға көмір түйірлерін тастап жіберсе, сия немесе бояуды көмір кесегі сіңіріп алады да су тазарады. Адсорбенттер қасиетіне қарай полярсыз және полярлы адсорбент болып екіге бөлінеді. Активтелген көмір полярсыз адсорбент, ал полярлы адсорбентке мыналар жатады; темір оксиді, магний, кальций оксиді, магний сульфаты, магний карбонаты, көмірсулар, жай эфир, үшінші реттік аминдер, нитроқосылыстар, көмірсутектер.

Ығысу немесе ион алмастырғыш хроматография қоспадағы аниондар мен катиондарды тиісті адсорбенттердің жәрдемімен бөлуге негізделген. Құрамында негіздік гидроксо топ және қышқыл қалдықтары болатын ион алмастырғыш смола, полиэлектролиттер ығыстыру хроматографиясында көбірек пайдаланылады.

Колонкалы хроматография шыны бюреткалар (диаметрі 8-12 мм, ұзындығы 25-30 см) қолданылады (14-сурет).



14-сурет

Хроматографиялау колонкасы

Хроматография үшін қолданылатын колонканың жіңішкерген түбіне: 1) шыны мақта, оның үстіне зат; 2) оның үстіне сорбент, одан кейін қайтадан зат; 3) оның үстіне қайтадан қайтадан сорбент; 4) ең үстіне элюент (қозғалғыш фаза) құйылып аузы бөлгіш воронкасы бар тығынмен бекітіледі де штативке орналастырады. Астыңғы кранға хроматографияланатын зат шығу үшін стакан қойылады.

Хроматография үшін Al_2O_3 алынып (0,25 мм), електен өткізіледі. Колонканың түбіне аздап мақта салып, үстіне құрғақ күйіндегі адсорбентті толтырып, нығыздайды.

Содан кейін үстіне шыны мақта салынады. Колонканы ерітіндімен адсорбент бойын толтырады, ерітінді колонкадан толық өткеннен кейін, таза элюентті жіберіп заттың бөлінуін қадағалайды.

Егер зат түссіз болса, бірдей аздаған мөлшердегі үлгілерді алып хроматограммамен тексеріп отырады. Зат қоспасының колонкада бөлінуі сатылы түрде біртіндеп жүреді. Сорбентті құрғақ күйінде немесе хроматографияланатын еріткішке қосып, суспензиясын пайдаланады.

Жұмыс істеу үшін үстіңгі воронкадан ерітінді құйып, колонканың төменгі тесігінен ерітінді түгел өткенше сүзеді. Одан хроматографиялауға дайын элюент алынды. Содан кейін алынған затты хроматографиялайды. Осы сияқты сорғыш қағаздың немесе сорғыш оксидтердің көмегімен қоспаларды бір-бірінен хроматографиялау арқылы бөлуге болады.

Әрі қарай криоскопиялық, эбулоскопиялық әдістермен немесе масс-спектрометрдің көмегімен заттың молекулалық массасы анықталады.

Заттың молекулалық массасын, сандық және сапалық құрамын біліп, ол затқа белгілі бір молекулалық брутто-формула беруге болады.

ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРДЫҢ ҚҰРЫЛЫСЫН ФИЗИКА-ХИМИЯЛЫҚ ӘДІСТЕР АРҚЫЛЫ ЗЕРТТЕУ

Органикалық қосылыстардың құрылысы, негізінен, химиялық тәсілдермен зерттеледі, бірақ бұл тәсілдер көп уақыт алады. Сондықтан соңғы кездері органикалық қосылыстардың құрылысын анықтауда физикалық зерттеу әдістерінің маңызы зор.

Физика-химиялық әдістерді қолдану органикалық қосылыстардың молекулаларының құрылысын тез жоғары дәлдікпен анықтауға мүмкіндік береді және зерттеу үшін алынатын заттың мөлшері, химиялық әдістермен салыстырғанда бірнеше есе аз болады.

Органикалық қосылыс молекулаларының құрылысын анықтайтын ең маңызды физикалық әдістеріне оптикалық спектроскопия (ИҚ-спектрі, УК-спектрі және көрінетін аралықтағы спектрлер), ядролық магниттік резонанс (ЯМР), электронды парамагнитті резонанс (ЭПР), масс-спектроскопия, рентген құрылымдық анализ және т.б. жатады. Бұл әдістермен арнайы оқулықтардан толығырақ танысуға болады.

Инфрақызыл спектроскопиясы (ИҚ)

Инфрақызыл спектрі (ИҚ) молекулалардың бос және өзара әсерлесуінен сондай-ақ күрделі молекулалардағы жеке байланыстардың 2-50 мк (200-5000 см⁻¹) аймақтағы тербелмелі қозғалысына негізделген. Ол көрінетін жарықтың қызыл аймағынан кейін басталып ұзақ микротолқынды аймаққа таралатын ($\lambda=2,5$ нм) спектрдің ұзын толқынды бөлігінде жатады. Ауыр атомдардың тербелісі, молекулалардың айналу қозғалыстары алыс ИҚ аймақтарында 50-1000 мкм немесе 200-10 см⁻¹ аралығындағы аналитикалық аймақта жатыр, ал 20 см⁻¹-ден төмен сәуле шығару жиіліктері бар микротолқын немесе радиотолқын аймақтары жатады. Негізгі электрондық күйде болатын ИҚ спектрлері молекуланың екі тербелмелі деңгейлерінің арасындағы ауысуды қамтамасыз етеді. Сонымен ИҚ спектрі көрінетін жарықтың қызыл жолағынан басталатын молекуланың тербелісі мен ондағы байланыстарға тәуелді болады.

ИҚ спектріне жоғары сезімталдық тән, бұл әдіспен басқа әдістерде байқалмайтын қоспаларды анықтауға болады.

ИҚ спектрі заттардың құрылысы жайлы көп мәлімет береді.

Молекула ИҚ аймағында сәуле шығару квантын сіңіргенде едәуір жоғары тербелмелі деңгейге өтуі мүмкін. Қалыпты температурада молекула негізгі күйден қозған күйге ауысады. Сіңірілген энергияның бір бөлігі айналу деңгейін қоздыруға жұмсалады немесе молекулалардың кинетикалық энергиясына ауысады. ИҚ спектрлерінің сіңіру жолақтары мен толқын жиілігі, сандарының мәндерімен, сіңіру жолақтары интенсивтілігімен сипатталады.

Физика-химиялық анализ әдістерінің ішінде ИҚ спектроскопия әдісі органикалық қосылыстардың құрылысын дәлелдеуде маңызды рөл атқарады. Себебі тербелмелі ИҚ спектроскопияны іс жүзінде қолдану үшін молекуладағы жиіліктерге басқа топтар тербелістерінің аз ғана әсері маңызды рөл атқарады. Бұл мәселе алдымен құрамында CH_3 , CH_2 , C-OH және басқа да атомдары бар валенттік тербелістері және олармен тығыз байланыста болатын сипаттаушы жиіліктері бар органикалық қосылыстар үшін қарастырылған. Қазіргі кезде жекеленген органикалық қосылыстардың ИҚ спектрлері бойынша, сондай-ақ органикалық әртүрлі заттан тұратын атомдардың көптеген топтарына тән маңызды деректер жинақталған.

Органикалық қосылыстардың сапалық ИҚ анализінде белгісіз затты тексергенде, негізінде оның құрамындағы функционалдық топтарды анықтауға болады. Бұдан басқа ИҚ спектрі заттың тазалығы, құрамы, мүмкін болатындай жалпы формуласы жайлы да мәлімет береді.

Сонымен ИҚ спектрі заттың құрылысын анықтауда алғашқы мәлімет беретін спектрлік әдіс.

ИҚ спектрімен жұмыс жасағанда сулы ерітінділер қолданылмайды, себебі судың жұтылу жолағы өте кең аймақты алады. Сондықтан спектр түсіру үшін заттың жұтылу аймағына бөгет жасайтын арнайы ерітінділер қолданылады немесе затты май күйінде пленкаға салып немесе құрғақ күйінде КВг таблеткасында дайындайды. Зерттелетін зат барынша ерітіндіге инертті болу керек, яғни қосылыста болуы мүмкін функционалды топтары болмау керек. Көбінесе спектр түсіру үшін заттың 0,1 М және 1 М ерітінділері дайындалады.

ИҚ спектроскопиясының көмегімен, сондай-ақ химиялық өнеркәсіп өнімдерін алу үшін технологияның тиімділігін жақсарту мақсатындағы химиялық және технологиялық процестердің жүру жылдамдығын да анықтауға болады.

Ультракүлгін спектрі (УК)

Бұл тәсіл зерттелетін органикалық қосылыстардың сіңіру спектрлерін, қысқа толқындар бөліктерінің спектрлерін алу үшін қолданылады.

Молекулалық жүйелердің адсорбциялық спектрлері көрінетін және ультракүлгін аймақтарда байқалады. Заттың 180-400 нм ультракүлгін және 400-800 нм көрінетін аймақтағы электромагнитті сәулені жұту спектрі молекуланың электрондық күйінің өзгерісіне байланысты болады.

Осыған байланысты ультракүлгін және көрінетін жарық аймағындағы жұтылу спектрлерін электрондық спектрлер деп атайды. Мұндай спектрлердің табиғаты бірдей болады. Жұтылу энергиясы электрондарды қоздыру энергиясына ауысып ионданады. Сондықтан электронды спектрлерді біріктіріп негізінен органикалық қосылыстардың құрылысын дәлелдеу үшін қолданады.

Органикалық қосылыстардағы мұндай жұтылу біркелкі және қосарланған байланыстардағы электрондардың валенттік қозғалыстарының ауысуларына негізделген.

Байланыстың беріктігі атомдардағы ядролардың ауысу энергиясымен анықталады. Жұтылу кезіндегі әр атомға сәйкес толқын ұзындығы хромофор деп аталады. Осы хромофор молекула құрылысы жайлы мәлімет береді. Жарықтың жұтылуы мен молекула құрылысы арасындағы байланыс эмпирикалық сипатта болады. Сондықтан электронды спектр көмегімен заттың құрылысын дәлелдеу үшін әр түрлі хромофордың спектрлік сипаттарын білу керек.

Ароматты қосылыстардың өздері ультракүлгін аймағында жұтылатын хромофорлар бола алады. Бензол сақинасының интенсивтілігі мынандай бағытта өсетін: ($\varepsilon_1=200$, $\varepsilon_2=7900$, $\varepsilon_3=60000$), біріншісі – анық, екіншісі – әлсіз тербелетін 255, 204 және 184 нм аймақтарындағы жұтылу жолақтары болады. Алкилді орынбасарлар бензол сақинасының батохромды ығысуына әкеледі, бірақ интенсивтілігіне онша әсер етпейді. Электронды ауысулардың бағыттары қосылыс құрамындағы орынбасардың табиғатына байланысты болады. Бензол туындылары үшін жақын келетін жұтылу жолағы 220 нм жоғары, бірақ орынбасарларына тәуелсіз 220-250 нм аймаққа дейін созылады.

Электрондық спектр бойынша сапалық және сандық адсорбциялық анализ әдістері көп атомды молекулалар мен иондар немесе

заттар қоспасы, сондай-ақ полимерлер үшін кеңінен қолданылады. Мұндай жағдайда спектрофотометрлік анализ көбінесе сұйық фазада жүргізіледі.

Ядролы магнитті резонанс спектроскопиясы (ЯМР)

Ядролы магнитті резонанс әдісі, негізінен, органикалық қосылыстардың құрылысын дәлелдеу мақсатында қолданылады. Алғаш рет ЯМР спектрін 1945 жылы Стэнфорд университетінде Н протондары үшін Ф. Блох алған.

Көптеген изотоптардың ядросы қозғалыс санын анықтайтын – спин (I) қозғалыс моменті және квант санымен (m_z) сипатталады. Ядро магнит моментімен μ кішкентай магнит сияқты әрекеттеседі. Спин квант саны $I = 0, 1/2, 1, 3/2, 2$ т.б. сандарға тең болуы мүмкін. Мұндай ядроларға ^1H , ^{19}F , ^{31}P , ^{13}C элементтері жатады.

Қазіргі кезде органикалық химияда *протонды магнитті резонанс* ПМР (ЯМР ^1H) және *көміртекті* (ЯМР ^{13}C) жиі қолданылады.

ПМР спектрлері зерттелетін қосылыста сутегі протоны болған жағдайда байқалады.

ЯМР спектрлері әртүрлі жиіліктегі спектрометрлерде жазылады. Барлық приборлардың жұмыс принциптері бірдей болады.

ЯМР спектрлерін түсіру үшін 5-20%-дық ерітінділер қолданылады. Ерітінді ретінде зерттелетін аймақта өзінің жеке сигналы жоқ заттар қолданылады. Жиі қолданылатын ерітінді CCl_4 немесе дейтерленген CDCl_3 , D_2O . Химиялық ығысу эталонға қатысты өлшенетін болғандықтан, эталон зерттелетін ерітіндіге (ішкі эталон) тамызылады немесе жеке ампулада (сыртқы эталон) қойылады. Зерттелетін ерітінді цилиндр тәрізді сыртқы диаметрі 5 мм, ішкі диаметрі 3 мм, ұзындығы 15 см ампулага 0,3 мл көлемде құйылады.

Электрондық парамагнитті резонанс (ЭПР)

Бұл әдісте тұрақты магниттік өрісте парамагниттік заттардың электромагниттік толқындардың резонанстық сіңірілу құбылысы негізге алынған. ЭПР әдісін зерттелетін молекуланың магниттік моменттері электрондардың айналмалы қозғалыстарынан туатын жалқы электрондары бар қосылыстарға қолдануға болады. ЭПР әдісі әсіресе бос радикалдарды идентификациялау үшін қолданылады. Әдіс органикалық қосылыстар қандай агрегаттық жағдайда

болса да қолданылады. Сондықтан парамагниттік бөлшектер қатынасы химиялық реакциялардың кинетикасы мен механизмін зерттеуде теңдесі жоқ табылмайтын әдіс. ЭПР спектрлерін зерттейтін приборларды радиоспектрометр деп атайды.

Масс-спектрометрия

Масс-спектрометрия – спектрлік анализ әдісіне жатады (*масс* – масса, *спектрометр* – суретке түсіру). Оның көмегімен тек аналитикалық анализдер жасайды. Масс-спектрометрия әдісі газ тәрізді заттар *иондарының массасына* (m/z) байланысты магнит өрісінде бөліну қабілетіне негізделген. Онда иондардың массаларын анализдейтін заттардың фрагменттерін және зерттелетін заттың ионизация кезінде алынған иондар санын анықтайды. Осыған байланысты масс-спектрометрия әдісімен массалары әртүрлі элемент изотоптарына сандық және сапалық анализдер жасауға болады.

Масс-спектрометрияның дамуы 1910 жылы Дж. Томсонның зарядталған бөлшектер шоғырын электрлік және магниттік өріс көмегімен бөліп, фотопластинкаға түсіріп, жүргізген зерттеуінен басталады. Алғашында масс-спектрометрия әдісі изотоптарды бөлу үшін, кейін газды-сұйықты хроматографиялық әдіспен бірге ауыр ұшатын қоспаларды анализдеуге қолданыла бастады.

Масс-спектрометрия әдісін сондай-ақ көмірсутектердің, спирттер, т.б. органикалық қосылыстардың қоспасын анализдеуге қолдануға болады.

Әр зат спектрінде бірнеше жолақ сызықтар болады. Осы көп сызықтардың ішінен анықталатын заттың массалық санына сәйкес келетін интенсивті сызықтарды табуға болады.

Масс-спектрометриялық анализ әдісі жеңіл, жылдам және аса жоғары дәлдіктегі нәтижелер береді. Осындай ерекшеліктеріне байланысты масс-спектрометрия әдісі қазіргі кезеңде химия мен мұнай физика, медицина, геология саласында, тамақ өнеркәсібінде және тағы да басқа ғылым мен техниканың әр түрлі салаларында кеңінен қолданылады.

Органикалық қосылыстарды анализдеуде масс-спектрометрия молекулалық және атомдық массаны дәл өлшеуге, зерттелетін заттың элементтік құрамын есептеуге, химиялық және кеңістіктегі құрылымын анықтауға, сондай-ақ оларға сандық және сапалық анализ жүргізуге мүмкіндік береді.

Молекулалық рефракция

Молекулалық массаның меншікті рефракцияға көбейтіндісін молекулалық рефракция деп атайды, яғни молекулалық рефракция MR-ға тең.

Меншікті рефракция сыну көрсеткіші n мен тығыздықты ρ тәжірибе жүзінде анықтау нәтижесінде төмендегі формула арқылы есептеледі.

$$R = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{1}{\rho}$$

Молекулалық рефракцияға аддитивтік (жиынтық) қасиет тән, ол молекулаға кіретін элементтердің атомдық рефракцияларының қосындысына тең. Онай полюстенетін π -байланыстары бар органикалық молекулалар біршама үлкен молекулалық рефракция көрсетеді, сондықтан молекулада қос және үш байланыс болуы молекуладағы рефракцияны белгілі шамаға арттырады. Егер қос байланыс бір жай байланыспен бөлінсе, яғни қосарланған қос байланыс жүйесі бар болса, онда екі қос байланысқа сәйкес рефракцияның қосындысына біраз мөлшерде қосымша рефракция қосылады.

Сыну көрсеткішін анықтау арқылы заттардың тазалығы дәлелденеді. Молекулалық рефракция – дәлелденбеген формулаларды тексеруге ыңғайлы эксперименталдық тәсіл. Көптеген жағдайда молекулалық рефракцияны анықтау арқылы изомерлерді ажыратуға (мысалы, қос байланыстардың әртүрлі орналасуын) және жаңа қосылыстар үшін ұсынылған бірнеше формулалардан құрылымына сәйкесін таңдап алуға болады.

Күрделі органикалық қосылыстардың толық құрылымын анықтау үшін жоғарыда көрсетілген физикалық тәсілдердің тек біреуін ғана қолдану жеткіліксіз. Әдетте әрбір нақты қосылыс үшін бірнеше әдістерді қиыстырады, мысалы, масс-спектрометрия мен хроматографияны, сонымен қатар алынған мәліметтердің тез түзілуі үшін компьютерлік есептеулер қолданылады.

ОРГАНИКАЛЫҚ ЕРІТКІШТЕР ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЗАЛАУ

Диэтил эфирі

Диэтил эфирі (эфир, күкіртті эфир) қайнау температурасы $34,6^{\circ}\text{C}$, n_d^{20} -1,3527, d_4^{15} -0,7193, тұтану температурасы 41°C ;

Эфир жақсы еріткіш органикалық заттарды экстракциялау, сондай-ақ көптеген қосылыстарды синтездеу үшін, әсіресе, элементорганикалық қосылыстармен синтезде қолданылады. Эфир сумен $34,15^{\circ}\text{C}$ қайнайтын, құрамында 1,26% су болатын азеотропты қоспа түзеді. Техникалық эфир судың, этил спиртінің, ацетальдегидтің қоспаларымен ластанады. Ұзақ сақтағанда жарық пен ауа қатысында асқын тотық түзе бастайды. Асқын тотықты эфирдің бірнеше мл тұз қышқылымен қышқылданған 2%-дық калий йодиді ерітіндісінің тең мөлшерін қосып шайқау арқылы тексеруге болады. Асқын тотық болса эфир қабаты қоңыр түске боялады. Ал егер крахмал ерітіндісін қоссақ көк түс береді.

Эфирді айдау алдында асқын тотықты қосылыстарды жою қажет. Себебі айдаудың соңында колбаның ысып кетуінен олар жарылыс беруі мүмкін.

Сусыз және басқа қоспалары жоқ абсолютті эфирді әртүрлі реактивтермен өңдеу нәтижесінде алады. Ең алдымен асқын тотықтарды жою үшін құрамында аздаған күкірт қышқылы бар 5%-дық жаңадан айдалған мыс купоросын қосады. 1 л эфирге шамамен 100 мл ерітінді жұмсалады. Содан кейін эфирді 0,5%-дық калий перманганатымен құрамындағы ацетальдегид сірке қышқылына дейін тотыққанша шайқап араластырады. Әрі қарай эфирді 5%-дық натрий гидроксидімен және сумен жуады. Оны жалпы эфир массасына есептегенде мөлшері 10% кальций хлоридінде бірнеше күн ұстап кептіреді.

Бірнеше күн өткеннен кейін эфирді қатпарлы сүзгі арқылы жұқа кесілген натрий салынған (эфир массасынан 0,5-1%) қоңыр түсті ыдысқа сүзеді. Склянканы кеуекті хлоркальцийлі түтікпен жабдықталған тығынмен жауып бірнеше күнге қараңғы жерге қалдырады. Жұмысты бастамас бұрын эфирді кептірілген эфирмен айдауға арналған дефлегматоры бар колбаға бірнеше жаңадан кесілген натрий түйірлерін салып айдайды. Қабылдағышты салқындатқышпен хлор кальцийлі түтікпен жабылған аллонж арқылы жалғайды.

Абсолютті эфирге қойылатын қатаң талаптарға сай жұмыстар үшін соңғысын қайтадан литий алюмогидридінің аз мөлшерін қосып айдауға болады. Эфирді ашық отта немесе ашық от маңында айдауға болмайды. Эфир булары ауадан ауыр және төменге қарай түсе бастайды. Ауамен жарылғыш қоспалар түзіледі.

Петролейн эфирі. Бензин. Лигроин

Петролейн эфирі, бензин, лигроин әртүрлі алифатикалық көмірсутектердің қоспасынан тұрады, олардың қайнау температуралары әртүрлі. Петролейн эфирі (қайнау температурасы 30-50°C), бензин (70-90°C), лигроин (90-100°C).

Еріткіштер құрамында қанықпаған және ароматты көмірсутектер болмауы тиіс. Еріткіш құрамында қанықпаған көмірсутектердің бар екендігін бромның төртхлорлы көміртегімен немесе калий перманганатының судағы ерітіндісімен әрекеттестіру нәтижесінде үлгінің түссізденуінен байқауға болады.

Қанықпаған көмірсутектерді анықтау үшін үлгінің бромның төрт хлорлы көміртегіндегі ерітіндісінен немесе калий перманганаты ерітіндісінен түссізденуінен байқауға болады. Қанықпаған көмірсутектер қоспасын анықтау үшін 0,5 мл петролейн эфирін, лигроин, бензинді 3 мл төртхлорлы көміртегіте еріте отырып, қоспаға 2%-дық бромның төрт хлорлы көміртегіндегі ерітіндісін тамшылатып бром түсі бірнеше минут сақталғанша қосады.

Калий перманганаты бар үлгіні келесідей жолмен дайындайды: пробиркадағы 2 мл, 2%-дық калий перманганатының судағы ерітіндісіне анықталатын еріткіштің 2-3 тамшысын тамызып, 10-20 секунд шайқап араластырады. Егер түссіздену 1 минут аралығында көмірсутек байқалмаса, онда ерітіндіде қанықпаған қосылыстар жоқ деп есептеледі.

Қанықпаған көмірсутектерден ерітіндіні 20-30 минут бойы сұйық көлемінің 10%-ға тең концентрлі күкірт қышқылымен шайқап жуу арқылы босатады.

Шайқауды механикалық араластырғышта қалың склянкада жақсылап тығынмен бекітіп жүргізеді. Склянканы орамалмен орап қою керек. Күкірт қышқылымен әрбір өңдеуден кейін үлгі алып калий перманганатының күкірт қышқылындағы 10%-дық ерітіндісімен қанықпаған қосылыстарға тексереді.

Лигроин мен бензиндегі ароматты қосылыстар еріткішті олеум-

мен шайқап араластырғаннан кейін толық жойылады. Содан соң тазаланушы еріткішті сумен шайып, 10%-дық сілті ерітіндісімен, содан соң қайта сумен шайып, тығыны бар склянкаға құяды. Еріткішті кальций хлоридімен бірнеше күн кептіріп, айдауға арналған қондырғыда қабылдағышты ауадағы ылғалды жібермеу үшін хлоркальцийлы түтікпен жауып натриймен айдайды.

Петролейн эфирі, бензин, лигроинді ашық отта айдауға болмайды. Көмірсутектер отқа қауіпті және ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

Этил спирті (этанол)

Қайнау температурасы – 78,33°C; n_D^{20} – 1,3616; d_4^{20} – 0,789; тұтану температурасы – 14°C.

Этил спирті жоғарғы еріткіштік қасиетке ие, сумен, эфирмен, хлороформмен, бензолмен кез келген қатынаста араласады. Синтетикалық этил спирті сірке альдегидімен, ацетонмен ластанады. Ашыту арқылы алынған спирт құрамында жоғарғы спирттер болады. Денатурирлеуші зат ретінде пиридин, метил спирті және бензин қолданылады. 95%-дық спиртті бензолды айдау арқылы алынған техникалық абсолютті спиртке бензол мен судың аз мөлшері болуы мүмкін.

Кәдімгі спирт – ректификат – бұл суы бар азеотропты қоспа, құрамында 4,4% су болады. Бұл қоспаның қайнау температурасы – 78,18°C.

Спиртті сусыздандыру – абсолюттеудің бірнеше жолдары бар.

Бензолмен азеотропты айдау

Абсолютті спиртті (99,5%) ректификаттың бензолмен азеотропты айдау арқылы алады. Ең алдымен 64,9°C температурада үш азеотропты қоспа түзіледі: 71,1% бензол, 18,5% спирт, 7,4% су. Содан соң 62,8°C-та бензол мен спирттің азеотропты қоспасы айдалады. Ал 78,3°C температурада сусыз спиртті айдайды.

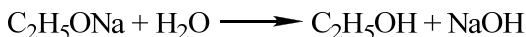
Кептірілген кальций оксидімен сусыздандыру. Кері салқындатқышы бар хлор кальцийлі түтікпен жабылған колбада 1л 95,6%-дық спиртті 250 г кальций оксидімен 6 сағат аралығында қайнатады. Кейін спиртті дефлегматор мен төменгі салқындатқышы бар, қабылдағышы хлоркальцийлі түтікпен жабылған колбадан айдайды. Спирттің бірінші порциясын алып тастайды. Қалған айдалға-

нынан 99,5% спирт түзіледі. Сусыздандырылған спирт өте ылғал тартқыш болып келеді.

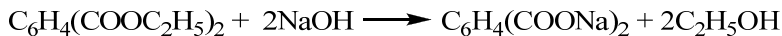
Магниймен сусыздандыру. Абсолютті спиртті әрі қарай магний көмегімен сусыздандыру арқылы 99,95% спирт алады.

Хлоркальцийлі түтікпен жабылған кері салқындатқышқа жалғанған колбаға 5 г магний жоңқаларын, 0,5 г йод, 75 мл 99,5%-дық спирт қосады. Қоспаны реакция басталғанша қыздырады. Бұл реакция аяқталғаннан кейін қоспаны қайтадан қыздырады. Егер сутегі бөлінсе, онда магний толық ерігенше қыздырады. Содан кейін тағы да 900 мл 99,5%-дық спирт қосады. Қоспаны 30 минут қыздырады. Спиртті сулы жылытқышта хлор кальцийлі түтікпен жабылған қабылдағышқа айдап алады. Алғашқы 25 мл дистиллятты алып тастайды. Соңынан 99,95%-дық спирт алады. Мұндай спирт өте ылғал тартқыш болып келеді.

Натрий мен диэтилфталат көмегімен сусыздандыру. Сапасы жоғары абсолютті спирт күрделі эфир қатысында натриймен сусыздандырып алынады:



Натрий гидроксиді тез сабындалатын күрделі эфирлермен әрекеттеседі. Сол кезде натрий гидроксидінің жойылуы нәтижесінде тепе-теңдік ығысады:



Хлор кальцийлі түтікпен жабылған кері салқындатқышпен жалғанған колбаға 1 л 99,5% этанол мен 7 г натрийді салады. Натрий толық ерігеннен кейін 30 г диэтилфталат қосып 1 сағат уақыт кері салқындатқышпен қайнатады. Содан кейін спиртті сулы жылытқышта ауадағы ылғалдан қорғайды. Спирттің алғашқы порциясын (20-25 мл) алып тастайды. Мұндай спирт құрамында 0,01-0,05% су болады. Диэтилфталаттың орнына этилформиат (40 г) немесе диэтилоксалат (25 г) алуға болады.

Этил спирті өртке қауіпті және ауамен қопарылғыш қоспа түзеді (2,6-18,9%).

Метил спирті

(Қайнау температурасы – $64,7^{\circ}\text{C}$; n_D^{20} -1,3286; тұтану температурасы $+8^{\circ}\text{C}$; d_4^{20}).

Техникалық метил спиртінің құрамында 0,6% ацетон мен 1% су болады. Ацетонды натрийдің нитропрусидімен анықтайды. Метанол үлгісін сумен сұйылтып, сілтінің аз мөлшерін қосып, бірнеше тамшы натрийдің нитропрусидінің ерітіндісін тамызады. Ацетон болса сірке қышқылын қосқанда қоюлана түсетін қызыл түс пайда болады.

Спирт құрамындағы ацетонды жою үшін 500 мл метанол, 25 мл фурфурол, 60 мл 10% натрий гидроксидінен тұратын қоспаны кері салқындатқышпен сулы жылытқышта 6-12 сағат қыздырады. Содан кейін хлор кальцийлі түтікпен жабылған төменгі салқындатқышы бар дефлегматорға жалғанған колбада спиртті айдайды. Метил спирті сусыздандыру үшін бірнеше сағат кальций оксидімен қайнатып, соңынан дефлегматорлы колбадан спиртті айдайды. Нәтижесінде 99,5-99,8% спирт алынады. Метил спирті сумен азеотропты қоспа түзбейді. Сондықтан сусыз метанолды фракциялық айдау арқылы алуға болады.

Абсолютті метанолды магний металының көмегімен жоғарыда аталған әдіс бойынша алады. Метил спирті өте улы және тез жанғыш болып келеді. Метил спиртінің буымен демалса, денеге тисе, әсіресе ішке қабылдаса уланады.

10-15 г метил спирті ішке қабылдау ауыр улануға әкеліп соғады да сал ауруына, соқырлыққа және өлімге де әкеледі. Метил спиртімен жасалатын барлық жұмыстар арнайы инструкция арқылы жүргізілуі қажет. Метанол өртке қауіпті және ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

Бензол

(Қайнау температурасы – $80,1^{\circ}\text{C}$; балқу температурасы – $5,5^{\circ}\text{C}$ 5,5; n_D^{20} – 1,5010; тұтану температурасы $+11^{\circ}\text{C}$; d_4^{20} – 0,879).

Сатылымға түсетін бензолдың құрамында 0,15% тиофен болады. Бензол су және этил спиртімен үштік азеотропты қоспа түзеді.

Бензолды азеотропты айдау арқылы сусыздандыруға болады. Ылғал бензолды айдағанда, алдымен сумен азеотропты қоспа ($69,25^{\circ}\text{C}$) айдалады. Айдау кезінде дистилляттың алғашқы 10%-ын алып тастайды. Содан кейін қабылдағышқа таза түссіз бензол

айдалады. Бензолды алдымен метал натриймен қайнатып, соңынан натрий қатысында айдаса жақсы сусызданады. Бензолдағы тиофенді изатинмен индифенді реакция арқылы анықтауға болады.

10 мл концентрлі күкірт қышқылындағы 10 мг изатин ерітіндісін 3 мл бензолмен шайқап араластырады. Біраз уақыттан кейін пайда болған көк-жасыл түстен тиофеннің бар екендігін байқауға болады.

Бензолды тиофеннен тазарту үшін техникалық бензолды механикалық араластырғышта концентрлі күкірт қышқылымен 1 сағат шайқайды. Күкірт қышқылымен өңдеуді қышқылдық қабат түссіз болғанша өңдейді. Содан кейін бензолды сумен шайып 10% натрий гидроксидінің ерітіндісімен, сумен шайып, кальций хлоридімен кептіріп натрий металын салып айдайды.

Бензол – күшті у. Бензол буымен демалу улануға әкеледі, кей жағдайда өлімге дейін жеткізеді. Бензол теріге жеңіл сіңіп организмге түседі. Бензол өртке қауіпті, оның буы ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

Ацетон

(Қайнау температурасы – 56,2°C; n_D^{20} – 1,359; тұтану температурасы +16,1°C; d_4^{20} – 0,792).

Ацетон сумен, эфирмен, спиртпен кез келген қатынаста араласады. Техникалық ацетонда су, метил спирті, сірке қышқылы болады. Метил спиртінен тазалауды ацетонды кері салқындатқышпен жалғанған колбада калий перманганатының аз мөлшерін күлгін түс пайда болғанша қосып қыздыру арқылы жүргізеді. Кейін сусыз поташ қосып, қоспаны фильтрлеп, фильтратты айдап алады.

Фосфор оксидінде 1-2 сағат ұстау арқылы ацетонды кептіруге болады. Кептіру барысында фосфор оксидінің ерітіндісін периодты түрде қосып отырады. Содан соң ацетонды жаңа кептіргіште айдайды. Қоспаны қайнатып, кептіргішті 5 сағат сайын ауыстырады. Одан соң ацетонды кальций хлоридімен қабылдағышқа айдап алады.

Ацетонды сонымен қатар сусыз поташпен бірнеше сағат аралығында колбаны кері салқындатқышқа жалғап қыздыру арқылы кептіруге болады. Ацетон отқа қауіпті. Ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

Диоксан

(Қайнау температурасы – 101,5°C; балқу температурасы – 12°C; n_D^{20} – 1,4224; тұтану температурасы +5°C; d_4^{20} – 0,035).

Диоксан көптеген органикалық заттар үшін жақсы еріткіш болып табылады. Суда және де көптеген органикалық еріткіштерде шексіз ериді. Техникалық өнім егер ұзақ сақталса, құрамында сірке қышқылы, су, ацетальдегид, сірке альдегиді, асқын тотықтар болады. Сондықтан ең алдымен асқын тотықтарға тексереді. Диоксанды тазалау әдістерін оның ластану дәрежесіне байланысты таңдайды. Ластану деңгейін анықтау үшін диоксан үлгісін алып метал натриймен қыздырады. Егер натрий диоксанмен аздаған мөлшерде әрекеттесіп қоңыр түсті тұнба түзбесе, онда диоксанды метал натрий қосып 1-2 рет айдау жеткілікті. Егер де натрий диоксанмен қоңыр тұнба түзсе, онда диоксанды толығық тазалайды. Асқын тотықтар және сірке қышқылын техникалық диоксанды ұнтақталған калий гидроксидімен 6 сағат бойы кері салқындатқыш жалғанған колбада қыздыру арқылы бөліп алады. Содан кейін диоксанды сірке қышқылы мен ацетальдан тазартады. Кері салқындатқышпен және газ жүретін түтік колбаның түбіне жететіндей жалғанған дөңес түпті колбаға 1 л диоксанды, 100 мл судағы 14 мл концентренген тұз қышқылын құяды. Қоспаны 12 сағат бойы сірке альдегидінен тазарту үшін қоспаға азоттың әлсіз тоғын жіберу арқылы қайнатады. Содан кейін қоспаны салқындатып, біртіндеп толық ерігенше аздап қатты калий гидроксидін қосады. Диоксанның жоғарғы қабатын бөлгіш воронкада бөліп, 1 тәулікке калий гидроксидінде қалдырамыз. Содан соң диоксанды кері салқындатқышпен жабдықталған колбаға құйып алып, 6-12 сағат бойы 5 г металды натриймен қайнатады. Егер де қайнау кезінде барлық натрий толық реакцияласса, онда оған жаңа порциясын қосады. Диоксанды натриймен дефлегматор және мен термометрі бар төменгі салқындатқышпен жалғанған колбадан хлор кальцийлі түтікпен жабылған қабылдағышқа айдайды. Салқындатқышты суық сумен салқындату кезінде салқындатқыш түтігінде диоксанның кристалданбауын қадағалау керек. Диоксанда асқын тотықтар түзілмеуі үшін оны қараңғы склянкада сақтау керек.

Диоксан өртке қауіпті, ауамен жарылғыш қоспа түзеді. Денсаулыққа зиянды заттар қатарына жатады. Сақталу кезінде асқын тотықтар түзіледі.

Тетрагидрофуран

(Қайнау температурасы – 65,4°C; n_D^{20} – 1,4070).

Тетрагидрофуран сумен және басқа да органикалық еріткіштермен шексіз араласады. Сумен азеотропты қоспа 63,2°C-та қайнайды, құрамында 94,6% тетрагидрофуран болады. Диэтил эфирі сияқты тетрагидрофуран асқын тотықтарға түзуге бейім болады. Абсолютті тетрагидрофуранды дайындау үшін сулы тетрагидрофуранға құрғақ калий гидроксидін бөлінген су қабатында 50% сілті болатындай шайқап қосады. Тетрагидрофуранды бөліп алып оған қатты калий гидроксидін қосады. Қоспаны кері салқындатқышпен 1 сағат қайнатады. Алғашқы 15% бастапқы фракцияны алып тастап, 20% қалдықты қалдыру арқылы тетрагидрофуранды айдап алады. Жиналған ортаңғы фракцияны металды натриймен қайнатып, қараңғы склянкаға айдап алады. Тетрагидрофуран асқын тотық түзуге бейім болып келеді. Сондықтан да асқын тотықтарға тексеру қажет.

Этилацетат

(Қайнау температурасы – 77,1°C; n_D^{20} – 1,3701; тұтану температурасы – 4°C; d_4^{20} – 0,901).

Техникалық өнім су, спирт және сірке қышқылының қоспасы болады. Этилацетат сумен этил спиртімен азеотропты қоспа түзеді. Этилацетатты алдымен 5%-дық гидрокарбонаты ерітіндісімен шайқау арқылы тазалап алып, кальций хлоридінің қанық ерітіндісімен және сусыз магний сульфатымен кептіріп, айдайды. Этилацетат өртке қауіпті және ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

Хлороформ

(Қайнау температурасы – 61,2°C; n_D^{20} – 1,4455; d_4^{20} – 1,4985).

Хлороформ 55,5°C-та сумен этил спиртімен үшіншілік азеотропты қоспа құрайды. Техникалық хлороформда фосгенді тұрақтандыру үшін қосылатын 1%-дық этил спирті болады. Фосген хлороформның фотохимиялық бөлінуінен пайда болады. Спирт қоспасын суы бар механикалық араластырғышта шайқау арқылы бөледі. Содан соң концентрленген күкірт қышқылының бірнеше порциясымен шайқайды. Хлороформды бөлгіш воронкада сумен шайқау арқылы жуып, сусыз поташпен кептіреді де фосфор оксидінің аз мөлшерімен айдайды. Жарықта хлороформ оттек әсерінен

фосген мен хлорсутек түзіп ыдырайды, сондықтан хлороформды қараңғы склянкада сақтау керек.

Хлороформ ауамен жарылғыш қоспалар түзбейді, хлороформды натриймен айдауға және кептіруге болмайды. Хлороформның булары наркотиктік әсер береді.

Төртхлорлы көміртек

(Қайнау температурасы – 76,8°C; n_D^{20} – 46,03; d_4^{20} – 1,595)

Төртхлорлы көміртек құрамында 4,5% су болатын және 66°C температурада қайнайтын сумен азеотропты қоспа түзеді. Сумен (4,3%) және этил спиртімен (9,7%) үштік азеотропты қоспа 61,8°C температурада қайнайды. Техникалық төртхлорлы көміртекте 4%-ға дейін күкіртті көміртегі болады. Төртхлорлы көміртекті тазалау үшін салқындатқышы бар колбада 50–60°C-та 1 литр төртхлорлы көміртек пен 60 г калий гидроксидін 60 мл сумен 100 мл спирттегі ерітіндісін қыздырып, 30 минут араластырады. Өңдеуді бірнеше рет қайталайды да, түссізденгенше органикалық бөлігін сумен аз мөлшердегі күкірт қышқылымен шаяды. Кейін сумен тағы шайып, кальций хлоридімен кептіріп, айдап алады. Төртхлорлы көміртекті толығымен кептіру үшін фосфор оксидінде бірнеше сағат қайнатып, айдайды.

Көп жағдайда төртхлорлы көміртекті сумен 66°C температурада қайнайтын азеотропты қоспа беретіндіктен сусыздандыру үшін тек айдау қажет. Су дистилляттың алғашқы порцияларымен айдалады. Бұдан кейін, егер түссіз сұйық айдалса, төртхлорлы көміртек таза деп есептеледі.

Төртхлорлы көміртегі улы. Сілемейлі қабатты тітіркендіріп, бас айналуға, дірілдеуге, естен тануға дейін әкеледі. Төртхлорлы көміртекті натрий мен кептіруге болмайды, себебі ол жарылғыш.

Пиридин

(Қайнау температурасы – 115,6°C; n_D^{20} – 1,5100; d_4^{20} – 0,982; тұтану температурасы – 20°C).

Пиридин сумен, спиртпен, эфирмен барлық қатынаста араласады. Ол сумен 94°C-та қайнайтын, құрамында 57% пиридин болатын азеотропты қоспа түзеді. Хлор кальцийлі түтікпен жабылған кері салқындатқышы бар колбада калий гидроксидімен қайнату арқылы сусыз пиридин алады. Соңынан пиридинді дефлегматор

немесе колонкамен жабдықталған колбада калий гидроксидімен айдау арқылы қабылдағышқа 114-116°C-тағы фракцияны жинап алады. Техникалық пиридиннен құрғақ пиридинді қатты калий гидроксидімен қайнатып, фракциялап, соңынан мырыш хлоридінің қышқыл сулы – спиртті ерітіндісімен өңдейді. 424 г мырыш хлориді, 365 мл су, 173 мл концентрлі күкірт қышқылы, 345 мл 95,6 % -дық этил спиртінен дайындалған қоспаға араластыру арқылы 500 мл жаңадан айдалған пиридинді қосады. Түзілген $ZnCl_2 \cdot 2C_5H_5N$ тұнбасын сүзіп екі рет абсолютті этил спиртінен қайта кристалдайды. Таза пиридинді натрий гидроксиді тұзының ерітіндісінен (100 г өнімге 26,7 г натрий гидроксиді 40 мл суда қосылады) алады. Түзілген пиридинді сүзу арқылы бөліп, барий оксиді немесе қатты калий гидроксидімен қайнатып, кептіреді. Содан кейін пиридинді қабылдағышты ауадағы ылғалдан қорғау үшін хлор кальцийлі түтікпен жауып фракциялап бөліп алады.

Пиридин улы, оның буы жүректі айнытады, асқазанның түйіліп ауруына жүйке жүйесінің бұзылуына әкеледі. Ауамен жарылғыш қоспа түзеді.

ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫСТАРДАҒЫ ТӘЖІРИБЕЛЕР НӘТИЖЕЛЕРІН ЖАЗУ

Зертханалық жұмыстарды орындау үш этаптан тұрады:

1. Экспериментке дайындалу.
2. Экспериментті жүргізу.
3. Нәтижелерді өңдеу және есеп.

Экспериментті жүргізу екі мақсатқа бөлінеді:

а) құрылған жоспардың дұрыстығына көз жеткізу, яғни негізгі теориялық ережелер түсінікті және меңгерілген.

б) орындалатын реакциялардың эксперименталдық формасы мен физика химиялық константаларды өлшеу әдістері жайлы түсінік алу.

Экспериментті жүргізу жоспары жұмысқа дайындық хаттамасы түрінде жазылады. Титул бетінде жұмыстың тақырыбы мен нөмірі және орындаушының аты-жөні, фамилиясы, тобы, факультеті 2-графада көрсетіледі:

1 – жұмысқа дайын.

2 – жұмыс орындалды, есебі қабылданды.

1-графада тезис түрінде жазылған эксперименттің орындалуына құралған жоспар, физика-химиялық константалар жазылады және приборлар суреті көрсетіледі.

2-графада эксперименттік жұмыстың орындалуы, реакция өнімдерінің шығымын есептеу, олардың физика-химиялық константаларын анықтау және нәтижелері қорытындылап жазылады.

Хаттаманы әр студент жеке жазу керек және жұмысқа жіберу және орындалған жұмыстың есебін тапсырудағы негізгі құжат болып есептеледі.

Хаттама қысқаша талдаумен аяқталу керек, себебі алынған нәтижелер бойынша студент алдына қойылған мақсатқа қалай жеткендігін қорытындылай алады.

Экспериментте алынған нәтижелер 1-кестеге (синтездік жұмыстар үшін) және 2-кестеге (сапалық реакциялар үшін) жазылады.

1-кесте

Синтезделетін заттардың физика-химиялық константалары

№	Заттың формуласы	Молекулалық массасы	Константалар				Шығымы				
			анықтауыш тағы		практикалық		теориялық		практикалық		
			t	n _D	d	t	n _D	г	%	г	%

2-кесте

Сапалық реакцияларды жазу үлгісі

№	Бастапқы зат	Не жасалды	Не байқалды	Реакция	Қорытынды

№1 зертханалық жұмыс

Кристалдау және қайта кристалдау

Кристалдау. Кристалдау әдісі қоспа компоненттерінің әртүрлі ерігіштігіне негізделген қатты заттар қоспасын бөлу.

Кристалдау процесі:

1) заттың қыздырылған қаныққан ерітіндісін сәйкес еріткіште дайындау;

2) ерімейтін қоспадан ыстық ерітінділерді сүзу;

3) кристалдану тудыратын ерітіндінің салқындауы;

4) ерітіндіден кристалдарды бөлу;

5) кристалдарды кептіру.

Кристалдау әдісімен таза заттар алу үшін ерітінді дұрыс таңдау керек.

Ерітіндіге қойылатын талаптар: 1) зат ерітіндіде қыздырғанда жақсы, ал салқындатқанда нашар еруі қажет;

2) ерітінді затпен әрекеттеспей керек;

3) кристалданатын заттың ерітіндідегі ерігіштігінің құрамындағы қоспалардың ерігіштігінен айырмашылығы болу керек, 4) ерітінді кристалдың бетінен оңай жуылу керек.

Ерітіндіні таңдағанда «ұқсас зат ұқсас ерітіндіде ериді» деген ұстанымға сүйену керек. Жақсы зерттелінген заттар үшін ерітінді және оның мөлшерін анықтауыштарда көрсетілген ерігіштігіне байланысты таңдауға болады.

Барлық жағдайда тазаланып жатқан заттың балқу температурасы еріткіштің қайнау температурасынан жоғары болуы қажет. Шамамен 10°C, әйтпесе салқындатқан кезде кейбір органикалық заттар түскен кезде майлы зат ретінде бөлініп еріткішпен араласпайды. Егер де мұндай жағдай болса, онда қоспаны қатты суытып колбаңның қабырғасына үйкелеп қайта кристалдау керек. Таза зат алу үшін қайта кристалдауды қайталап ерітіндіні өте баяу суыту керек.

Белгісіз зат үшін ерітінді таңдағанда алдымен оның ерігіштігін суда тексеру қажет. Ол үшін заттың аз мөлшерін пробиркаға салып, 1 мл су (ерітінді) құйып оның бөлме температурасындағы ерігіштігін байқайды. Егер зат салқында ерімесе, зат салынған пробирканы қайнағанша плитkada қыздырады. Егер ерітінді кристалдауға жарамды болса, онда пробирканы салқындатқанда кристал-

дар түсу керек. Зат құрамында боялған қоспалар болса активтелген көмір қосады. Көмірді салған кезде бірден көпіретіндігін ескеру керек, сондықтан оны ыстық ерітіндіге емес, біраз салындатылған ерітіндіге қосу керек (көмір кристалданатын заттың 2% салмағына есептеліп алынады).

Кристалдау үшін ерітіндіні таңдағаннан кейін затты өлшеп алып конусты колбаға салып алдын ала қыздырылған суды (ерітіндіні) біртіндеп қосады. Егер бұл кезде зат ерімесе тағы да су немесе ерітіндіні қосып тағы да қыздырады.

Зат толық ерігеннен кейін ыстық ерітіндіні сүзу кезінде кристалдар түспейтіндей етіп сүзу керек. Кристалдану процесі воронкада басталмас үшін воронканы ақырын қыздыру керек және ерітіндінің артық қанықпауын қадағалау керек. Егер ерітінді ақырын салқындаса, онда ірі кристалдар түзіледі. Кристалдарды толық бөлу үшін колбаны салқын судың ағынында салқындату қажет. Кристалдануды колба қабырғасын шыны таяқшамен үйкелеу арқылы жылдамдатуға болады.

3-кесте

Органикалық заттарды қайта кристалдандыруда қолданылатын еріткіштердің қасиеті

№	Еріткіш	Қайнау температурасы	Органикалық заттарды ерітуі
1	Су	100	Спирттер, карбон қышқылдары, фенолдар, альдегидтер, кетондар
2	Этил спирті	78	Спирттер, фенолдар, альдегидтер, кетондар, амин қышқылдары
3	Метил спирті	64,7	Спирттер, фенолдар, альдегидтер, кетондар, амин қышқылдары
4	Ацетон	56,4	Альдегидтер, кетондар
5	Сірке қышқылы	118,5	Карбон қышқылдары
6	Бензол	80	Көмірсутектер, спирттер, нитрокосылыстар
7	Толуол	110	Бензолдағы сияқты, бірақ ерігіштігі жоғары
8	хлороформ	61	Галогентуындыларға, майлар және т.б.

Бөлінген кристалдарды ерітіндіден вакуумды сулы насос арқылы Бюхнер воронкасы кигізілген Бунзен колбасында (егер ерітінді көп болса) және бүйір тесігі бар кішкентай пробиркада сүзеді. Кристалдарды бөліп алғаннан кейін ауада кептіріп, өлшейді және таза заттың шығымын кристалдауға алған заттың салмағына қатысты есептейді.

Кристалдау және қайта кристалдау әдісі арқылы заттарды тазартуға мынандай үш мәселеге көңіл бөлу керек:

1) органикалық заттың ерігіштігі температураға тікелей байланысты болуы шарт;

2) берілген бір еріткіште тазартылуға тиіс зат бөгде затқа қарағанда жақсы еруге тиіс;

3) еріткіш тазартылған затпен реакцияға түспеуі қажет.

Еріткішті тандап алу. Бірінші пробиркаға бірдей мөлшерде 0,01 г тазаланған зат және бірдей көлемде (0,5-1 мл) әртүрлі еріткіштерді құйып, қалыпты температурадағы ерігіштігін байқайды. Сол пробиркалардағы затты қыздырып ерітеді. Қыздырғанда қай еріткіште тазаланатын зат жақсы еріп, ал суытқанда кристалл көп түсетін еріткіш сол зат үшін қолайлы болып есептеледі.

Егер еріткіш су емес, органикалық еріткіш болса, онда кері салқындатыш қолданылады. Одан әрі қарай қыздырылған ерітінді қатпарлы сүзгі арқылы сүзіледі де сүзгіден өткен ерітінді суытылады.

Ерітіндінің сууы кезінде заттың қайтадан кристалдануы жүреді. Бұл түзілген таза кристалдар ерітіндіден сүзу арқылы бөлініп алынады. Алынған таза заттың массасы өлшеніп, шығымы анықталады. Таза заттың балку температурасы анықталады. Алынған нәтижелерді 4-кестеге жазады.

4-кесте

№	Заттың аты, құрылымдық формасы	Мол. масса	$t_{\text{балку}}^{\circ}\text{C}$ анықтама	$t_{\text{балку}}^{\circ}\text{C}$ тәжірибе	Кристалл түрі, формасы	Шығымы, %
1						
2						
3						

Реактивтер: қымыздық қышқылы, нафталин, су және этил спирті.

Құрал-жабдықтар: стакан, таразы, сүзгі қағаз, спирт шамы.

Қымыздық қышқылын қайта кристалдандыру. Сыйымдылығы 100 мл стаканға 1 г қымыздық қышқылын салып, оның үстіне 50 мл дистилденген су құйып, қоспаны қышқыл толық ерігенше қыздырады да, алынған ыстық ерітіндіні колба сыртынан суық сумен тез салқындатады. Колба түбіне ине тәрізді қымыздық қышқылының кристалдары шөгеді. Қоспаны Бюхнер воронкасында сору арқылы сүзіп, алынған кристалдарды суық сумен сүзіп жуады да сүзгі қағазға сорғызу арқылы кептіреді (8-сурет).

Нафталинді қайта кристалдандыру. 1 г нафталинге 30 мл этил спиртіні қосып, сулы жылытқышта қыздырады. Нафталиннің ерімегені болса, оған тағы да 2-3 мл этил спиртіні қосады. Егер қоспа майланса, аздап салқындатып барып, 0,1-0,25 г көмір ұнтағын қосады да ерітіндінің түсі жойылғанша 2-3 мин қыздырады. Ыстық ерітіндіні сүзіп, алынған ерітіндіні колба сыртынан суық суға салып немесе су ағынының астына ұстап суытады. Салқындағанда таза нафталиннің кристалдары түзіледі. Түзілген кристалдарды бөліп алу үшін ерітіндіні Бюхнер воронкасында сүзеді. Алынған кристалдарды сүзгі қағазда кептіреді. Кептірілген таза нафталинді оның балқу температурасын анықтауға жұмсайды.

Бақылау сұрақтары

1. Кристалдау және қайта кристалдау процестеріне анықтама беріңдер?
2. Қайта кристалдау процесін түсіндіріңдер?
3. Еріткіш және оған қандай талаптар қойылады?
4. Кристалдану жылдамдығы неге байланысты?
5. Неліктен қайта кристалдауға ерігіштігі жоғары ерітіндіні таңдауға болмайды?

№2 зертханалық жұмыс

Возгонкалау (сублимация)

Возгонкалау деп қатты заттың қыздырғанда сұйықтыққа айналмай, бірден буға айналып, қайтадан қатты заттың түзілуін айтады. Возгонкалау – қатты заттарды тазартудың бір жолы.

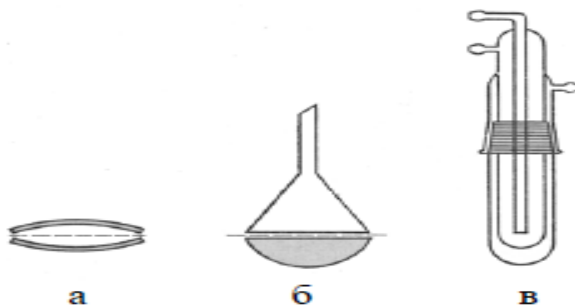
Возгонкалануға барлық заттар бірдей қабілетті емес. Сондықтан возгонкалау заттарды тазалаудың универсалды әдісі емес.

Возгонкалау кезінде затты абайлап қыздыру керек. Возгон-

калауды конусты воронкамен жабылған фарфорлы табақшада жүргізуге болады. Сублимат қайтадан табақшаға түспес үшін оны тесілген домалақ сүзгі қағазбен жабады. Воронканы штативке лапкамен бекітіп суық сумен ылғалданған сүзгі қағаздың қиыршықтарымен кептіреді. Спирт шамының жалыны зат салынған табақшаға тимеу керек (3-5 см).

Заттың буланып ұшқан қақтары воронка қабырғасында 15-20 минуттан кейін пайда болады. Сублимацияның екі түрі болады:

- а) қарапайым сублимация (15-сурет. а, б);
- б) вакуумда өтетін сублимация (15-сурет. в).



15-сурет

а – сағаттық шыныдағы затты қайта буландыру; б – фарфор табақшаға воронка қойып буландыру; в – вакуумдағы сублимацияға арналған прибор

Возгонкалауды аз мөлшерде сағат шынысында да жүргізуге болады. Ол үшін тесігі бар сүзгі қағазды сағат шынысына қойып, үстіңгі жағынан екінші сағат шынысымен жабады. Пробиркаға 1 г нафталин салып баяу қыздырады, нәтижесінде нафталин возгонкаланып, пробирканың ауыз жағында қайта кристалданады.

Бейорганикалық химия курсында йодты возгонкалайды.

Бақылау сұрақтары

1. Возгонкалау қандай жағдайда қолданылады?
2. Возгонкалау температурасы дегеніміз не?
3. Возгонка кезінде зат шығымы болмас үшін затты қалай қыздырады?
4. Сублимация жылдамдығын арттыру үшін не істеу керек?

№3 Зертханалық жұмыс

Айдау

Айдау деп қоспа заттарды буға айналдырып, оны конденсациялау арқылы бір-бірінен бөлуді айтады.

Д.Н. Коновалов ұқсас сұйықтар қатынасын – өзара құрамы жақын немесе сәйкес сұйықтармен буы ұқсас деген заңдылықтарды ашқан. 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 сұйықтарды айдау кезінде құрамындағы бу сұйықтық құрамынан ешбір айырмашылығы жоқ қоспа түзеді. Қайнау температурасы мен құрамы өзгеріссіз айдалған ерітінділерді бөлмей қайнайтын немесе азеотропты деп атайды.

Бір-бірінде еритін әртүрлі сұйық заттарды қайнау температураларының, әртүрлілігіне сүйене отырып буландырып, бөлшектеп айдау арқылы бөледі.

Мұндай сұйықтар қоспасын қыздырған кезде алдымен қайнау температурасының ең төменгісі буға айналады, ол бу салқындатқыш түтіктер арқылы өткенде қайта салқындап, сұйыққа айналады. Тазарту үшін осы әдісті бірнеше рет қайталауға болады.

Зертханада сұйықтардың қоспасын 3 түрлі әдіспен айдайды: а) *қалыпты атмосфералық қысымда жай айдау*; б) *су буының әсерімен айдау*; в) *вакуумда айдау*.

Жай айдаудың өзін екі топқа бөледі: жай айдау және ректификациялау.

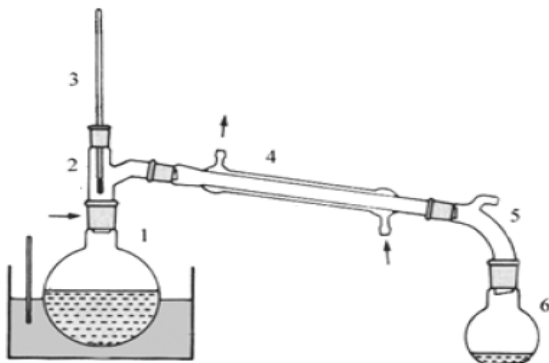
а) Айдалатын заттың құрамы, қоспаның қайнау температурасы бір-бірінен айырмашылығы болғанда жай айдау қолданылады. Айдауға арналған сұйықтың қайнау температураларының айырмашылығы 30°C болу керек.

Егер айдалатын сұйықтың температурасы 120-130°C төмен болса кері салқындатқыш қолданылады.

Ал егер айдалатын сұйықтың температурасы 120-130°C жоғары болса онда салқындатқыштың ішкі түтікшесі температураның айырмашылығына төзімсіз болып, сынып кетуі мүмкін. Сондықтан мұндай сұйықтарды айдау кезінде ауа салқындатқышы қолданылады.

Қалыпты атмосфералық қысымда жай айдауға қажетті приборды қолдан құрастырып алуға болады. Бұл әдіспен, әсіресе, қайнау температурасы әртүрлі, тез буланып ұшып, бір-бірінде қалыпты температурада араластырып, ерітуге болатын сұйық заттар қоспасын айдайды. Приборды құрастыруға бүйірінде жанама түтігі бар Вюрц колбасы пайдаланылады (16-сурет).

Егер Вюрц колбасы болмаса, түбі дөңес колбаны (1) насадка (2) арқылы кері салқындатқышпен (Либих салқындатқышын) (4) жалғайды. Кері салқындатқышқа алонж (5) арқылы қабылдағышты (6) жалғауға болады. Колбадағы сұйықтың қайнау температурасын анықтау үшін термометр (3) салынады. Қоспадағы сұйықтық біркелкі қайнап, тасып кетпеуі үшін колбаға пемзаның, болмаса қыш қиыршықтарының сынықтарын салып қыздырады.



16-сурет

Сұйықты жай айдауға арналған зертханалық кондырғы схемасы:

- 1 – Вюрц колбасы; 2 – термометр; 3 – Либих салқындатқышы; 4 – алонж;
5 – қабылдағыш

Айдалатын сұйықтың қолбаға воронка арқылы құяды және сұйықтың деңгейі ыдыстың жартысынан аспайтын болуы керек. Айдау аяқталған соң приборды бөлшектеп, әр бөлігін таза-лап жуу қажет.

Тәжірибе нәтижелері дәптерге келесі 5-кесте бойынша жазылып отырады.

№	Заттың аты, құрылымдық формуласы	Мол. масса	$t_{\text{қайнау}}^{\circ\text{C}}$ анықтама	$t_{\text{бқайнау}}^{\circ\text{C}}$ тәжірибе	Шығымы, %
1					
2					

Реактивтер: Этил спирті, хлороформ, т.б. бензол, ксилол, анилин.

Құрал-жабдықтар: 100-150 мл колба, термометр, 2 штатив, кері салқындатқыш, сулы жылытқыш, Вюрц насадқасы, алонж, қабылдағыш (колба), өлшеуіш цилиндр.

Айдауға арналған приборды 16-суретте көрсетілгендей жинау керек. Сыйымдылығы 100-150 мл колбаға 30 мл этил спиртіні құйып, аузын термометр орнатылған тығынмен тығындайды.

Оны салқындатқышпен жалғап, штативке қозғалмайтын етіп бекітіп, колбаны баяу қыздырып этил спиртіні айдайды. Айдалатын зат біркелкі қайнау үшін колбаға 1-2 түйір пемза немесе керамика сынығын салады.

Бензол мен ксилол қоспасын фракциялау немесе бөлшектеу әдісімен бөлу. Сыйымдылығы 100-150 мл колбаға 25 мл бензол ($80^{\circ\text{C}}$), 25 мл ксилол (138-141) құйып, аузын термометр орнатылған тығынмен тығындайды. Оны салқындатқышпен жалғап, штативке қозғалмайтын етіп бекітіп, колбаны баяу қыздырады. Температура $80-102^{\circ\text{C}}$ -қа жеткенге дейін бөлінген бензолды бір колбаға, $102-125^{\circ\text{C}}$ арасындағы қоспаны бір колбаға, $125-141^{\circ\text{C}}$ арасында айдалған ксилолды үшінші колбаға жинайды. Қоспаны толық бөлу қажет болса, $102^{\circ\text{C}}$ -қа дейінгі алынған фракцияларды қайта айдайды. Бірнеше рет қайта айдау арқылы таза зат алуға болады.

Анилинді су буымен айдау. Колбаға 2 мл анилин мен 20 мл су құйып, аузын ұзын газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындап, штативке бекітеді. Шыны түтіктің екінші ұшын суы бар стаканға орналастырылған бос пробиркаға енгізіп, қоспаны баяу қыздырады, сол кезде $184^{\circ\text{C}}$ -та қайнайтын анилин $100^{\circ\text{C}}$ температурада толық конденсацияланады. Қоспаның $2/3$ бөлігі айдалған кезде қыздыруды тоқтатады. Айдалған заттың құрамында алдымен ақшыл су эмульсиясы түзіліп, одан анилин тамшылары жиналып,

май тәрізді қабат түзеді. Айдалған затта анилин 1:4 немесе 1:5 қатынасындай болады. Айдалатын зат құйылған пробирка ішінде ешқандай анилин бөлшектері қалмайды.

Айдау әдісінде сұйықтардың қайнау температурасын да анықтауға болады. Сұйықтық қайнағанда колбаның жоғары бөлігінде, термометр мойнында жиналып салқындаған және конденсацияланған бу 1-2 секундта бір тамшы сұйыққа айналып, термометр түбінен үздіксіз тамып тұратындай мөлшерде қыздырылады. Қыздыруды термометрдегі сынап тұрақты бір нүктеге келгенше тоқтатпайды. Сынап көтеріліп келіп тоқтаған жерін жазып алады. Бұл оның қайнау температурасы болады. Сұйық бір зат қайнап біткенше температура тұрақты болады. Ал егер қоспа болса, алдымен температурасы төмен бір зат қайнап, айдалып біткен соң сынап көрсеткіші төмен түсіп, біраз уақыттан кейін температурасы бірінші сұйықтан жоғары екінші зат қайнап, температура қайта көтеріліп белгілі жерде тұрақталады.

1. Спирт – су (1:1) қоспасынан құратын жеңіл қайнайтын компонентті (этил спирті) айдау

16-суретте көрсетілгендей қондырғыны құрастырады. Алдымен штативке қалақша көмегімен қысқышты қондырғыны құрастырып, колбаның аузынан (бүйір тесігіне қарама-қарсы қабырға бойымен) айдалатын сұйықты (мысалы, сұйыққа алдын ала қалам сиясының 2-3 тамшысын қосады) құяды.

Колбадағы сұйық біркелі қайнау үшін бір ұшы тұйықталып жабылған бірнеше капиллярды салады. Содан кейін колбаны термометр кигізілген тығынмен (2) жабады (термометрдің сынапты ұшы колбаның бүйір тесігі деңгейінде орналасуы керек). Салқындатқышты резеңке түтіктерінің (шланга) көмегімен су кранына қосады (су салқындатқыштың астыңғы бүйір тесігінен кіреді).

Осыдан кейін колбаны сулы жылытқышта немесе әлсіз жалында қыздырады (бұл кезде колба мен ортасында асбесті металл тор болу керек).

Қажетті температураға жеткенде (78.3°C) спирт айдала бастайды және қабылдағышқа тамшылап ағады. Этил спирті айдалған кезде термометрдегі температура тұрақты болады. Егер температура біртіндеп көтеріле бастаса, айдауды тоқтатады. Бұл спирттің толық айдалғанын, ал Вюрц колбасында судың қалғанын білдіреді.

Бақылау сұрақтары

1. Айдау дегеніміз қандай процесс?
2. Жай айдау дегеніміз не?
3. Колбалардың қандай түрлерін білесіңдер? Олар қалай қолданылады?
4. Неліктен жай айдау кезінде колбаға сұйықты $2/3$, ал вакуумдық айдауда $1/2$ көлем көлем құяды?
5. Сұйықтың қайнау сипаты неге байланысты? Қайнатқыш дегеніміз не?
6. Ректификация дегеніміз не? Оның жай айдаудан өзгешелігі қандай? Айдауға салқындатқыштарды қалай таңдайды?

№4 Зертханалық жұмыс

Органикалық қосылыстардың физикалық қасиеттерін анықтау

1. *Қатты заттардың балку температурасын анықтау.* Жұмыс барысында студент органикалық заттардың тазалығын анықтау және оларды балку температурасы бойынша идентификациялаумен танысады.

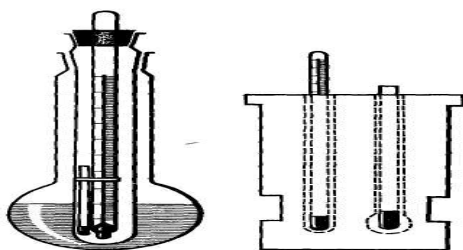
Кристалды органикалық заттардың бір фазалық күйден екінші фазалық күйге ауысып сұйыққа айналу температурасын балку температурасы деп атайды. Нақтырақ айтқанда, заттың балку температурасы бұл заттың қатты және сұйық екі фазада тепе-теңдікте болатын температурасы.

Балку температурасы органикалық заттардың тазалығын сипаттауда жиі қолданылатын физикалық шама.

Таза және қоспа заттардың балку температурасы бірдей болмайды. Қоспа заттар әр уақытта таза заттардан бірнеше градус төмен темпетатурада балқиды.

Зат құрамындағы қоспалар олармен сирек қатты заттар түзеді, көбінесе олар біркелкі таралмайды, нәтижесінде зат бірден балқымайды. Таза және қоспа заттардың балку температурасы бірдей болмайды. Қоспа заттар әр уақытта таза заттардан бірнеше градус төмен температурада балқиды, ал таза заттар көрсетілген балку температурасынан шамамен $0,5-1^{\circ}\text{C}$ не жоғары, не төмен температурада балқиды.

Таза заттар. Таза заттардың балку температурасын анықтағанда бір жағы бітеу жіңішке шыны түтікке таза заттың майдаланаған ұнтағын қалыңдығын 3-4 мм етіп салып, сақина тәрізді резеңке немесе метал сыммен термометрдің сынабы бар жағына 17-суреттегідей етіп бекітеді (а).



а б

17-сурет. Балқу температурасын анықтау қондырғысы

Термометр пробирканың түбіне, қабырғасына тимеу керек және шкалалары анық көрініп тұруы қажет. Термометр орналастырылған пробиркасы бар прибордың ішіне глицерин құйып қыздырады. Қыздыру кезінде термометр жанындағы жіңішке шыны түтіктегі зерттелетін заттың қызу әсерін қандай өзгеріске түсе бастағанын толық балқығанға дейінгі өзгерістерді дәптерге жазып алады. Балқығанда көзге қорғағыш көзілдірік киіп, үлкейткіреп көрсететін лупамен қарайды. Бір заттың балқу температурасын нақтылы анықтау үшін сол затпен тәжірибені кем дегенде 3 рет қайталау керек.

Қоспа заттар. Қоспа заттардың балқу температурасын анықтау үшін алдымен қоспа дайындалады. Мысалы, мочевина (133°C) мен дифениламин (54°C) қоспасын даярлау үшін 0,7 г дифениламин, 0,3 г мочевина өлшеп алып, бір-біріне қосып, әбден майдалап ұсақтайды. Қоспаны жіңішке шыны түтікке салып, екеуін алдыңғы тәжірибедегідей термометрге бекітіп, пробиркаға орнатып, глицерин құйылған приборда қыздырады. Қоспа мен таза зат балқу температурасы аралығында $8-12^{\circ}\text{C}$ жуық айырмашылық болады. Алынған нәтижелерді б-кестеге толтырып жазады.

б-кесте

№	Заттың аты, құрылымдық формуласы	Мол. масса	$T_{\text{балқу}}^{\circ}\text{C}$ анықтама	$t_{\text{тәж.}}^{\circ}\text{C}$ тәжірибе	Кристалдың түрі, формасы
1					
2					

Тәжірибенің салыстырмалы қатесі $\Delta T^{\circ} = T^{\circ}_{\text{анық}} - T^{\circ}_{\text{тәж}}$.

$T^{\circ}_{\text{анық}} - 100\%$

$T^{\circ} - X\%$

Реактивтер: салол, п-толуидин, бензидин, дифениламин, мочевина, о-нитрофенол, нафталин, п-нитрофенол т.б.

Құрал-жабдықтар: термометр, шыны түтік, қыстырғыш резеңке, балку температурасын анықтау қондырғысы.

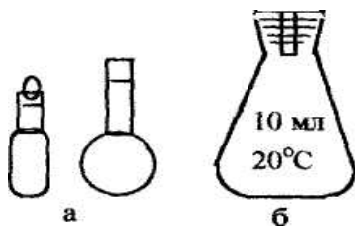
Бақылау сұрақтары

1. Балку температурасы дегеніміз не?
2. Балку температурасы қандай приборда анықталады?
3. Қоспа заттардың балку температурасы қалай анықталады?

2. Сұйықтардың тығыздығын анықтау.

Тығыздық – таза заттардың маңызды константаларының бірі. Ол температураға байланысты өзгеріп отырады. Көп жағдайда салыстырмалы тығыздық анықталады. Стандарт ретінде 4°C температурадағы тығыздығы 1-ге жуық (0,999997 г/см³) су алынады. Заттың тығыздығын анықтау үшін көлемі 1-2 мл пикнометр алынады. Жұмыстың алдында оны ацетон, спирт немесе эфирмен жуып, кептіргіш шкафта немесе ауамен үрлеп кептіреді.

Сұйықтардың тығыздығын пикнометрмен анықтайды (18-сурет. а,б).



18-сурет Пикнометр түрлері

Құрғақ пикнометрді аналитикалық таразыда өлшеп су санын анықтайды. Ол үшін 20°C пикнометрге су құйып, судың массасын өлшейді. Алдын ала дистилденген суды құрамындағы ауаны шығару үшін 10 минут қайнатады. Содан кейін пикнометрді белгісіне дейін сумен толтырады. Оны қысқышпен бекітіп 10 минутқа 20°C-та судың деңгейі стакандағы су деңгейінен төмен

болатындай етіп ыстыққа төзімді стаканға орналастырады. Стаканнан пикнометрді алмай тұрып судың деңгейін, тек оның артық мөлшерін капиллярмен немесе сүзгі қағазбен алып тастайды. Пикнометрдің ішкі жағын әбден сүртіп стаканнан алып, тығынмен жауып, сыртынан сүртіп аналитикалық таразыда 15-20 минутқа қалдырады да соңынан өлшеп, 20°C-тағы пикнометрдің сумен массасын (m_B) анықтайды. Сонда 4°C-тағы пикнометрдегі су массасын (m) келесі теңдеу бойынша табады:

$$B = \frac{(m_B - m_n) 0,999997}{0,99823}$$

Мұндағы, $(m_B - m_n)$ – 20°C-тағы пикнометрдегі масса, 0,99823 – 20°C-тағы су тығыздығы.

B – пикнометр үшін тұрақты шама. Пикнометрді зерттелетін ерітіндімен толтырып, суға жүргізгендей анықтау жүргізіледі.

Ерітінді тығыздығын келесі формула бойынша есептейді:

$$\rho_4^{20} = \frac{m - m_n}{B}$$

B – су саны, m – пикнометрдің затпен массасы, m_n – бос пикнометрдің массасы.

Қажетті реактивтер: этанол, гексан, су және т.б. органикалық еріткіштер.

Қажетті құрал-жабдықтар: әртүрлі көлемді пикнометрлер, термостат, стакан, таразы.

Бақылау сұрақтары

1. Сұйықтың тығыздығы дегеніміз не?
2. Тығыздық қандай приборда анықталады?
3. Пикнометрдің қандай түрлері бар?
4. Заттың тығыздығы қалай анықталады?

3. Сыну көрсеткішін анықтау

Заттың сыну көрсеткіші рефрактометрия әдісімен анықталады. Рефрактометрия – зерттелетін заттың *сыну көрсеткішін* анықтауға негізделген. Ол қайнау, балку температурасы, меншікті салмақ, мольдік сіңіру көрсеткіші сияқты әр зат үшін тұрақты шама.

Сыну көрсеткіші температураға тікелей байланысты. Температура артқан сайын сыну көрсеткішінің мәні төмендейді. Сондықтан өлшеу кезінде температура тұрақты болу керек.

Сыну көрсеткішін *рефрактометр* деп аталатын прибормен анықтайды. Кең таралған және жиі қолданылатын рефрактометрлер – Аббе, Пульфрих және Карат рефрактометрлері. Олар шекті сыну бұрышын өлшеуге негізделген. Жарық көзі ретінде натрий сәулесі толтырылған түтік қолданылады.

Сыну көрсеткіші үтірден кейінгі төртінші мәніне дейінгі дәлдікпен өлшенеді.

Сыну көрсеткішін анықтау кезінде алынған нәтиже анықталатын ерітінді үшін алдын ала химиялық анықтауыштан қарап, жазылып алынады да, тәжірибе жүзінде нақты анықталған нәтижемен салыстырылады. Бұл заттың қаншалықты таза екендігін көрсетеді.

Анықтау нәтижелерінің қорытындысы 7-кестеге жазылады.

7-кесте

№	Заттың аты, құрылымдық формуласы	Мол. масса	n_D^{20} анықтама	n_D^{20} тәжірибе (бөлме темп)
1				
2				

Тәжірибенің салыстырмалы $\Delta n_D^{20} = n_D^{20}_{\text{анық}} - n_D^{20}_{\text{тәж}}$.

$$n_D^{20}_{\text{анық}} - 100\%$$

$$n_D^{20} - X\%$$

Қажетті реактивтер: этанол, су және т.б. органикалық еріткіштер.

Қажетті құрал-жабдықтар: рефрактометр, шыны таяқша, мақта.

Бақылау сұрақтары

1. Сұйықтың сыну көрсеткіші дегеніміз не?
2. Сыну көрсеткіші қандай приборда анықталады?
3. Рефрактометр дегеніміз не?

№5 Зертханалық жұмыс

Органикалық заттардың сапалық және сандық құрамын анықтау

Органикалық қосылыстардың сапалық құрамы

Қандай да болмасын органикалық заттың құрамын зерттеу үшін әуелі сол заттың құрамын ыдыратып, аорганикалық қосылысқа айналдырады. Органикалық заттар ыдырау процесінде ең алдымен көміртектері – С (IV) оксидіне, Н – суға, N – азотты қосылыстарға, S –сульфидтерге, галогендер – галоген туындыларына айналады. Сол пайда болған қосылыстардан аналитикалық әдіспен жеке химиялық элементтерді анықтайды.

Зерттелетін заттың сапалық құрамын анықтау оның органикалық немесе бейорганикалық қосылысқа жататындығын, құрамына қандай элементпен функционалдық топтар кіретіндігін анықтауға мүмкіндік береді.

Белгілі заттар мысалында сапалық элементтік анализ жасауға болады.

1 – Саты – алдын ала тексеру.

1. Алынған заттың сыртқы түріне қарап сипаттаңыздар: агрегаттық күйі, бояуы, иісі, кристалл формасы.

2. Затты скальпельде қыздырыңыз.

Қыздыру және от жалынында тексеру.

Заттың кристалдарын салып немесе ерітіндінің бірнеше тамшыларын скальпельге тамызып қыздырады. Заттың сыртқы түрінің бояуының түсінің өзгеруін бақылаңыздар.

Егер зат әлсіз көгілдір түсті жалынмен жанса онда оттекті қосылыстар (спирттер, эфирлер және т.б.), ал сары жалын (көбінесе күйе) қаныққан көмірсутектерге бай (ароматты немесе ацетиленді көмірсутектер) екендігін көрсетеді. Кейде қыздырғанда тұнба түзіледі. Оны органикалық қышқылдар, негіздердің тұздары мен бисульфитті туындылар береді. Егер зат балқымаса онда ол неорганикалық зат деп саналады.

3. Физикалық константаларын: қатты заттар үшін балку температурасын ($t_{балку}$), сұйық заттар үшін сыну көрсеткіші мен қайнау температурасын анықтаңыз.

4. Заттардың ерігіштігін тексеріп, нәтижесін кестеге жазыңыздар.

Ерігіштігін анықтау. Заттың ерігіштігін әртүрлі ерітінділерде тексереді: суда, эфирде, 5%-дық тұз қышқылы, концентрлі күкірт қышқылы, 5%-дық натрий гидроксиді, 5%-дық натрий бикарбонатында.

Ерігіштігін анықтау үшін заттың аз мөлшерін (қатты заттан 0,05-0,1 г және сұйықтардан 0,2 мл) алып, аздап қоса отырып араластырады.

Қышқыл немесе сілтіде ерігіштігін тексергенде қыздыруға болмайды. Себебі қыздыру кезінде гидролиз жүреді.

Концентрлі күкірт қышқылындағы ерігіштігін тексергенде алдымен пробиркаға 2-3 мл қышқыл құйып, соңынан тексерілетін затты салып ерітінді температурасының өзгеруін, газ бөлінуін, тұнба түсуін, түсінің өзгеруін бақылайды. Нәтижесін 8-кестеге жазады.

8-кесте

Еріткіштер	Су	Эфир	конц. H ₂ SO ₄	5% HCl	5% NaOH	5% NaHCO ₃
Бастапқы зат						

Суда төменгі спирттер (молекуласында 3С атомына дейін), фенолдар, карбон қышқылдары, алифатты аминдер ериді.

Зерттелетін заттың сулы ерітінділерін лакмус қағазымен тексереді. Карбон қышқылдарының ерітінділері, нитрофенолдар, сульфокышқылдар қышқылдың реакция, ал аминдер сілтілік реакция көрсетеді.

Эфирде барлық органикалық заттар ериді, ал көмірсутектер, амин және сульфокышқылдар, кейбір көп негізді ароматты қышқылдар, кейбір амидтер, мочевина туындылары мен көп атомды спирттер мочевина туындылары нашар ериді.

Тұз қышқылында және басқа минералды қышқылдарда негіздік сипаттағы қосылыстар мен аминдердің тұздары түзіледі.

Концентрлі күкірт қышқылында ароматты сақинада электронакцепторлық топтары бар әлсіз негіздік ароматты аминдер ериді. Еру көбінесе химиялық реакцияның жүруі кезінде қызуына байланысты болады (спирт, эфир). Сілтіде қышқылдық қасиеті бар заттар ериді (карбон қышқылдары, фенолдар және т.б.).

5%-дық натрий гидрокарбонаты ерітіндісінде тек бензол сақинасында күшті электроакцепторлық орынбасарлары бар карбон қышқылдары мен фенолдар ериді.

5. Қосылыстың сапалық элементтік құрамын анықтау.

Қажетті реактивтер: крахмал, концентрлі және 10%-дық күкірт қышқылы, бензол, мочеви́на, ақ стрептоцид, сірке қышқылы, йодоформ, дихлорэтан, этил спирті, күміс нитраты ерітіндісі, тиомочевина, мыс (II) оксиді, қант, хлороформ, төрт хлорлы көміртек, натрий металы, темір (III) хлориді, темір (II) сульфатының 5%-дық ерітіндісі, концентрлі тұз қышқылы, сусыз мыс (II) сульфаты, жүн, мата, 10%-дық натрий гидроксиді, құрғақ белок, балық ұны, сульфанил қышқылы, 7%-дық натрий нитропруссиді, натронды ізбес, казеин, қорғасын ацетатының ерітіндісі.

Қажетті құралдар: фарфор табақша, спирт шамы, шыны таяқша, сүзгі қағаз, газ жүретін түтік, пробирка, стакан.

Органикалық зат құрамындағы көміртегін көмірлену дәрежесі бойынша анықтау. Органикалық заттардың көпшілігі суын бөліп алғанда, жаққанда көмірге айналады – көмірленеді.

Көмірлену – сол зат құрамында көміртегінің бар екенін дәлелдейді. Көмірленуді әдетте тартпа шкафта жасау қажет. Көмірлену арқылы анықтау үшін мынадай тәжірибелер жасалады.

а) Фарфор табақшаға немесе химиялық темір қасыққа құмшекерден немесе ұннан бір шымшым салып, спирт шамының жалынына қыздырса, ол біртіндеп көмірлене бастайды. Ең соңында қара түсті заттың ғана қалғанын көреміз. Бұдан біз органикалық заттың құрамында көміртек болатынын білеміз.

ә) Кальций карбидінің бір-екі түйірін ұшы сүйірленген шыны түтікті тығынмен тығындалған пробиркаға салып, оған аздап су тамызса, пробиркадағы заттан газ бөлініп, түтіктің сүйір ұшынан шыға бастайды. Егер сол газға от тигізсе, ол қызыл жалын шығарып, күйеленіп жанады. Бұл – ацетилен газы. Ацетилен жанғанда жүретін *реакция теңдеуін жазыңдар*.

б) Фарфор табақшаға аздап қана бензол тамызып, от алдырса, түтіндеп, күйе бөліп жанады. Бұл оның құрамындағы көміртегінің сутегінен көп екендігінің белгісі.

Реакция теңдеуін жазыңдар.

в) фарфор келіге 15-20 г қантты түйгіштеп, майда етіп ұнтақтап, оған 1-2 тамшы су тамыза отырып, араластыру керек. Ылғалданған

дымқыл қант ұнтағын жіңішке стаканға салып, шыны таяқшамен араластыра отырып, 10 мл мөлшерінде концентрлі күкірт қышқылын қосса, қант ұнтағы алғашында біртіндеп қарайып, соңында ортасындағы шыны таяқшаның бойымен көмірленеді де, жоғары қарай көтеріледі. Стаканда көміртегі қалады да CO_2 , SO_2 газ күйінде бөлінеді, газбен қоса су буы да ұшады. Бұл процесс қант құрамындағы сутегі мен оттегін, яғни суды концентрациялы күкірт қышқылын өзіне тартып алып, тек көміртегін қалдыру арқылы жүреді.

г) 10%-дық күкірт қышқылына малынған шыны таяқшамен таза ақ қағазға жазу жазса, және оны біраз кептіруге қойса, сұйықтық кепкен кезде жазу көрінбей қалады. Жазу жазылып, кептірілген қағазды электр плитканың жылуына жылытса, қағаздың қышқыл тиген жері қарайып, жазу айқын көріне бастайды да, қышқылдың ізі қара күйеге айнала бастайды. Демек, қағаз құрамында көміртегінен құралатын органикалық зат – целлюлоза бар деген қорытынды шығара аламыз.

Қанттың құрамындағы көміртек пен сутегін мыс (II) оксидінің көмегімен тотықтыру арқылы анықтау. Көміртек пен сутегін анықтаудың ең қолайлы әдісі – қосылысты мыс (II) оксидімен тотықтыру. Органикалық заттағы көміртегі мыс (II) оксиді құрамындағы оттегі әсерінен тотығып, көмірқышқыл газын түзеді. Оны кальций немесе барий гидроксидінің көмегімен анықтай аламыз.

Органикалық зат құрамындағы сутек мыс (II) оксиді құрамындағы оттегімен қосылып су түзеді. Оны мыс (II) сульфатының құрғақ ақ ұнтағын ерітіндіге қосқанда көк түске $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ боялуына қарап ажыратуға болады.

Ол үшін мынадай тәжірибе жасайық. Оған қажетті прибор құрастырып алу қажет. Приборға пробирка, газ жүретін түтік орнатылған тығын, 0,2 г мыс (II) оксиді, бір шымшым қант ұнтағы, мыс (II) сульфатының құрғақ кристалдары, кальций немесе барий гидроксиді құйылған стакан қажет. Тығынның пробиркаға қарай шығып тұрған ұшына үстіне мыс (II) сульфатының құрғақ кристалдары себілген мақта тығындайды. Пробиркаға 1 г мыс (II) оксиді мен 0,2 г қант қоспасын салып, тағы да мыс (II) сульфатының құрғақ ұнтағын сеуіп, штативке бекітеді де, газ жүретін түтіктің

екінші ұшын стақандағы кальций немесе барий гидроксидіне біраз батырыңқырап орналастырады.

Штативке бекітілген пробирканың алдымен барлық жерін, одан кейін қоспа зат тұрған жерін қатты қыздырады. Қызу әсерінен қоспадағы қант балқиды, содан кейін оның құрамындағы көміртегі мыс (II) оксидіндегі оттегі әсерінен тотығып, газға айналады. Ол газ екінші пробиркадағы барий оксидін лайлайды, оған қарап, қант құрамында көміртегі болатынын білеміз, ал мақтадағы сусыз мыс (II) сульфаты көгергенде, қант құрамында сутегі бар деген қорытындыға келеді. Қыздырған пробирка түбінде мыстың қызғылт кристаллдары және қызғылт мыс (I) оксидінің ұнтағы қалады. Осындай әдіспен глюкозаны ($C_6H_{12}O_6$), глицеринді ($C_3H_8O_3$) жағуға болады. Мұнда да жоғарыдағыдай құбылыстар байқалады.

Мұндағы жүретін реакция теңдеуін аяқтаңдар:

- 1) $C_{12}H_{22}O_{11} + CuO \rightarrow Cu + ? + ?$
- 2) $CuSO_4 + H_2O \rightarrow ?$
- 3) $Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow ? + ?$

Фарфор табакшаға біраз этил спиртіні құйып, от тигізеді. Жалынның үстінен воронка төңкеріп, воронканың жіңішке түтігінің ұшына үстіне мыс (II) сульфатының құрғақ кристалдары себілген мақта тығындап, түтікке резеңке түтік жалғастырып, оның екінші ұшын $Ba(OH)_2$ құйылған пробиркаға батырып қояды. Бұл тәжірибеден де жоғарыда айтылған құбылыстарды байқаймыз. Байқалған құбылысты түсіндіріп, келесі реакция теңдеуін жазыңыздар:

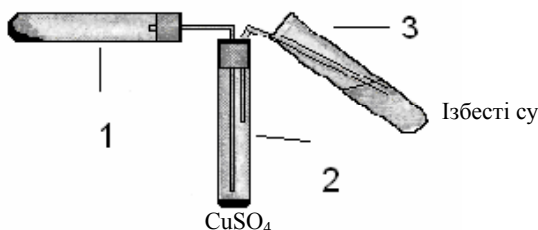
- 1) $C_2H_5OH + O_2 \rightarrow$
- 2) $CuO_4 + H_2O \rightarrow$
- 3) $Ba(OH)_2 + CO_2 \rightarrow$

Органикалық заттардағы көміртегі, сутегі және хлорды сапалық анықтау.

Крахмалдың аздаған мөлшерін (0,5-1 г) 0,5 г мыс оксидінің (II) ұнтағымен араластырады. Алынған қоспаны пробиркаға салып штативке горизонталь бекітеді. Осы пробиркаға сусызданған мыс купоросын салады. Содан кейін оны бір ұшы ішінде ізбес суы бар пробиркаға салынған газ жүретін түтік кигізілген тығынмен

жабады. Пробиркаға зат қоспасын салып тұрған шетінен қыздырады. Мыс сульфаты және ізбес суында қандай өзгерістер болғанын белгілеңіздер. Бұл өзгерістердің себебін түсіндіріңдер. Мыс сымының ұшынан орам жасап спирт шамының жалынында қыздырады. Содан кейін орамдалған сымды (салқындағаннан соң), органикалық затқа, мысалы төрт хлорлы көміртегіне матырады да, орамдалған сымды қайтадан жалынға ұстайды. Жалынның жасыл түске енгенін белгілеңдер. Сіздердің бұл жасағандарыңыз *Бейлштейн үлгісі* деп аталады. Бұл үлгі бойынша фтордан басқа барлық галогендерді сапалық анықтауға болады (жалынның түсін бояйтын басқа ұшқыш мыс галогенидтерімен (II) салыстырғанда, мыс фториді (I) ұшқыш емес.

Органикалық қосылыстарды сапалық анықтау. 19-суреттегідей қондырғыға парафинмен мыс оксидінің қоспасын салып қыздырады. Реакция өнімі CO_2 және H_2O .



19-сурет. Көмірсутектердегі көміртегі мен сутегін сапалық анықтау

Жану өнімдерін анықтау. 0,1 г органикалық зат және 1 г мыс оксидін 1-пробиркаға, ал 2-пробиркаға сусыз мыс сульфатын, 3-пробиркаға ізбес суын құйып салып қыздырады.

Сол кезде пробирканың ішкі қабырғасында су тамшылары пайда болады. Ал ізбес суы бар пробиркадағы сұйық лайланады. Бұл реакция өнімі – CO_2 .

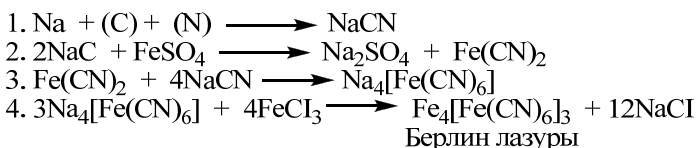
Органикалық зат құрамындағы азотты натрий металымен анықтау. Органикалық заттардың құрамындағы азотты анықтаудың бірнеше жолдары бар:

а) *Исі бойынша анықтау.* Жібек, жүн, шаш, мүйіз және т.б. органикалық заттар жанғанда өзіне тән иіс шығарады.

ә) *натронды ізбесің көмегімен анықтау.* Ұнтақталған құрғақ

казеиннен (белок) аздап пробиркаға салып, оған натронды ізбесен (NaOH) пен Ca(OH)₂ қоспасын натрий гидроксидінің концентрациялы ерітіндісімен CaO сөндіру арқылы даярлайды) екі есе артық мөлшерде қосып қыздырса, одан аммиак бөлінеді. Оны қызыл лакмус қағазы көмегімен анықтайды.

б) *мочевина құрамындағы азотты анықтау* (тәжірибе тартпа шкафта жасалады, көзге қорғаныш көзілдірік кию керек). Құрғақ пробиркаға мочевианың CO(NH₂)₂ бірнеше кристалдарын және сүзгі қағазға салынып, керосиннен сыртындағы тотық қабығынан тазартылған, бидайдың үлкендігіндей натрий түйірін қосып, баяу қыздырады. Алдымен натрий балқиды, содан кейін қыздыруды 1-2 минут күшейтеді. Пробирка қатты қызып, ішіндегі қоспа ыдырап, мочевина құрамындағы азот және көміртегін натриймен қосылып, цианды натрий тұзын түзеді. Осы қатты қызған пробирканы 10-15 мл суық суы бар стаканға бірден батырғанда, пробирка шығынап сынады. Шыны сынығымен қоса суды аздап қайнатады (Сақ болу керек! Қоспада әлі де әрекеттеспеген натрий болуы мүмкін). Алынған ерітіндіні сүзеді. Ерітіндінің бір бөлігіне бірнеше тамшы темір (II) сульфатының 5%-дық ерітіндісінен және сонша FeCl₃ тамызады да концентрациялы тұз қышқылымен қышқылдайды. Зерттеп отырған затымызда азот болса, берилин лазуры деп аталатан көк тұнба түзіледі. Бұл – органикалық заттардың құрамындағы азотты анықтаудың негізгі әдісі. Зерттеуге алынған органикалық зат жоғары температураның әсерінен ыдырап, соңынан реакция мынандай теңдеу бойынша жүреді:



Органикалық зат құрамындағы күкіртті натрий металының қатысымен анықтау (тартпа шкафта, көзге қорғаныш көзілдірік кию керек). Балық ұнын, 0,2-0,3 г құрғақ белок немесе сульфанил қышқылын құрғақ пробиркаға салып, оған металл натрийдің (натрийді тазартып алу қажет) бидайдай түйірін қосып, қыздырады. Пробирканы сындырып, пайда болған қоспаны 10-15 мл суда ерітеді де ерітіндіні сүзеді. Алынған күкіртті натрий ерітіндісін үш пробиркаға бөліп құяды.

Бірінші пробиркаға 1%-дық натрий нитропруссидінің $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_3\text{NO}] \cdot \text{H}_2\text{O}$ (мұны сабақ алдында ғана суық суға еріту арқылы даярлайды) ерітіндісінен бірнеше тамшы тамызады. Қоспада күкірт болса, ерітінді қызыл күлгін түске боялады.

Реакция теңдеуі:

Екінші пробиркаға бірнеше тамшы қорғасын ацетатының ерітіндісін тамызады. Нәтижесінде PbS қара тұнба түседі.

Реакция теңдеуін жазыңдар.

Бақылау сұрақтары

1. Органикалық қосылыстардың сапалық құрамы дегеніміз не?
2. Органикалық қосылыстардың құрамында қандай элементтер болады?
3. С, Н, S, Cl, N элементтерін қалай анықтауға болады ?
4. Бельштейн үлгісі дегеніміз не?
5. Берлин лазуры қалай алынады?

№ 6 Зертханалық жұмыс

Қаныққан көмірсутектер

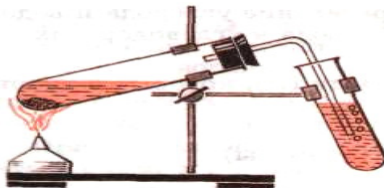
1. Метан алу және оның қасиеттері

Реактивтер: натрий, калий ацетаты, натронды ізбес, сода, калий перманганаты, бром суы, концентрлі тұз қышқылы.

Қажетті құрал-жабдықтар: штатив, пробирка, стакан, газ жүретін шыны түтік, спирт шамы, фарфор тостағанша.

Бір бөлік сусыз натрий ацетаты мен екі бөлік натронды ізбесің қоспасын фарфор тостағаншада араластырып, құрғақ пробиркаға салып, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітіп, штативке көлбеу орнатады.

Метан алуға арналған прибор 20-суретте көрсетілген.



20-сурет. Метан алуға арналған прибор

Алдымен пробирканы баяу, ал қоспа салынған жерін қатты қыздырады. Газ жүретін түтіктің екінші ұшын алдымен бром суы құйылған, содан кейін калий перманганаты ерітіндісі бар пробиркаға батырады. Бөлініп жатқан метаның әсерінен 2 пробиркаға батырады. Бұл қалыпты жағдайда және катализаторсыз метан бромнан әрекеттеспейтінің және тотықпайтынын көрсетеді.

Қыздыруды тоқтатпай тұрып, метанды су астында жинайды. Ол үшін газ жүретін түтіктің ұшын суы бар ыдысқа батырып, газ жүретін түтікті судан шығармай тұрып, қыздыруды тоқтатпайды. Газ толған пробирканы су астында бармақпен басып тұрып, судан шығарады да спирт шамының жалынына жақындатып, аузын ашады немесе аузын тұтатады, метан көкшіл түсті күйесіз жалын шығарып жанады. Метан толық жану үшін пробиркаға шетінен аз-аздап су құю керек, сол кезде пробирка түбіндегі газ біртіндеп жоғары көтеріледі де жану толық жүреді.

Байқалатын құбылысты түсіндіріп реакция теңдеуін аяқтаңыздар?

2. Қаныққан көмірсутектердің орынбасу реакциясына қатысуы

Реактивтер: метан, хлор, су.

Қажетті құрал-жабдықтар: 3 цилиндр.

Үш цилиндр алып, біріншісіне суды ығыстыру арқылы метан, екіншісіне хлор, үшіншісінің бір бөлігіне метан, екінші бөлігіне хлор толтырып, суға төңкеріп батырған күйінде жарыққа біраз қояды да, қайсысында қандай өзгеріс болатынын бақылайды. Нәтижесінде үшінші цилиндрде хлор метандағы сутегінің орнын біртіндеп басып, хлор көмірсутекті қосылыстар, ең соңында төрт хлорлы көмірсутек түзеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Қалған екі цилиндрде ешқандай өзгеріс байқалмайды.

Көмірсутектердің тотығуға бейімділігінің өте нашар екендігін байқауға болады.

3. Зерттелетін затты фарфор табакшаға аз ғана тамызып, жалынның үстіне шыны ұстаса, қараяды. Бұл метанмен салыстырғанда пентан немесе газолин құрамындағы көміртегінің массалық үлесінің артық екенін көрсетеді.

Байқалған құбылысты түсіндіріп, реакция теңдеуін жазыңыздар!

4. Зерттелетін заттан құрғақ пробиркаға 1 мл және концентрлі күкірт қышқылынан 1 мл құйып, қоспаны баяу бірнеше минут шайқайды. Шайқау барысында суға салып, салқындатып отыру керек.

Сақ болу керек!

Қоспада қандай құбылыс байқалады, ал байқалмаса, себебін түсіндіріңдер.

Зерттелетін зат пен концентрлі азот қышқылының бірдей мөлшерін таза пробиркаға қосып, баяу, содан кейін қаттырақ қыздыра отырып бірнеше минут шайқайды. Қаныққан көмірсутектеріне қалыпты температурада азот, күкірт қышқылдары әсер етпейді. Тек жоғары температурада ғана қаныққан көмірсутектеріндегі НН орнын сульфо-немесе нитро- топтар алмасып, жаңа сульфо- және нитро- қосылыстар түзеді.

3. Синтездеу жолымен бутан алу және оның жануы

Реактивтер: йодты этил (бромды этил немесе хлорлы этил), металл натрий, ацетонитрил, су.

Қажетті құралдар: қабырғасында бүйір түтігі бар пробирка, сүзгі қағазы, спирт шамы, штатив спирт шамы, шырпы.

Қабырғасында бүйір тесігі бар құрғақ таза пробиркаға 2 мл йодты этил құйып, оның үстіне сүзгі қағазбен құрғататын натрий металының кішкене кесегін саламыз. Реакция жүрісін тездету үшін 2-3 тамшы ацетонитрил ($\text{CH}_3\text{-CN}$) қосады. Аузы тығындалған пробирканы штативке бекітіп, жайлап қыздырады. Ішінде реакция жүре бастағанда қыздыру тоқтатылады. Сол кезде метал натрий йодты этилмен әрекеттесіп бутан бөлінеді де, аузы суға төңкерілген пробиркадағы суды ығыстырып шығарып пробирка түбіне жиналады. Пробирканың су астында тұрған қалпында бас бармақпен аузын басып тұрып, судан шығарып алып, аузына шырпы жалынын жақындатса жанады.

Йодты этил мен метал натрий әрекеттескенде жүретін реакцияның теңдеуін аяқтаңыздар:



Жоғарғы тәжірибедегі құрастырылған прибордағы пробиркаға бромды этил ерітіндісінен 2-3 мл құйып, үстінен натрий металы кесегін салып спирт шамының жалынында аздап қыздырады. Алғашында реакция баяу жүреді, біраз уақыттан кейін реакцияның

жүруі жылдамдайды. Мұнда газды жоғары тәжірибегедей жинап алып, жағып көреді.

Байқалған құбылыстарды талдаңыздар.

Бақылау сұрақтары

1. Метан алу үшін не себепті сусыз натрий ацетаты қолданылады?
2. Калий перманганаты мен бром суының түсі одан метан газын жібергенде қалай өзгереді?
3. Метан жалынының түсі қандай?
4. Неліктен қаныққан көмірсутектері бөлме температурасында реакцияға түспейді?
5. Бутанның жалынын метан жалынымен салыстырыңыз.
6. Бутан жанғанда жанғанда қандай заттар түзілетінін реакция теңдеуі бойынша көрсетіңіз.

№7 зертханалық жұмыс

Алкендер (этилен көмірсутектері)

Реактивтер: концентрлі H_2SO_4 мен этил спиртінің қоспасы (1:4) бром суы, калий перманганатының 2%-дық сода қосылған ерітіндісі, керамика түйірлері немесе пемза.

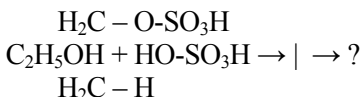
Қажетті құралдар: штатив, пробирка, газ жүретін шыны түтік, спирт шамы.

Этилен алуға арналған прибор 16-суретте көрсетілгендей құрас-тырылады.

Пробиркаға 5 мл этил спиртінің концентрлі күкірт қышқылы-мен қоспасын (қоспаны алдын ала 1:3 қатынаста дайындайды) құйып, оған аздап пемза қосады (сұйық біркелкі қайнау үшін). Пробирканы штативке сәл қиғаш бекітеді және натронды ізбес түйірлерімен толтырылған хлор – кальций түтігімен жалғастырады да газ жүретін түтігі бар тығынмен жабады (20-сурет). Қоспаны абайлап (қышқыл) спирт шамының жалынында қыздырады. Пробиркадағы ауаны ығыстыру үшін біраз уақыт күтіп, этиленді бром суына, содан кейін калий перманганатының ерітіндісіне жібереді. Натронды ізбес қоспаны қыздырғанда этиленмен бірге аздап бөлінетін күкіртті газды сіңіреді. Пробирканы баяу абайлап қыздырады. Қыздырғанда пробиркадағы қоспа қарая бастайды да, одан этилен газы бөлінеді. Қоспасы бар пробирканы қыздырғанда (100–110°C) этил спирті күкірт қышқылымен қосылып су бөлінеді

де, этил күкірт қышқылының күрделі эфирін түзеді. Күрделі эфир ары қарай этилен мен күкірт қышқылына ыдырайды.

Реакция теңдеуін аяқтаңыздар.



Мұнда күкірт қышқылы катализатор қызметін атқарады. Газ жүретін түтіктің ұшынан шығып жатқан газдың қасиетін зерттеу үшін келесі тәжірибелерді жасайды:

1. Бром суының әсері.

Бром суы бар пробиркаға жібергенде, бром суы шығып жатқан газ түссізденеді, оның түссізденуі бромның этилен молекуласындағы қос байланыстың үзіліп қосылу реакциясы арқылы бромды этилен немесе 1,2-дибромэтан түзіледі (бром суы орнына калий перманганаты ерітіндісін алуға болады).

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

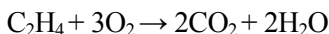
2. Этиленнің тотығуы.

Түтіктен шығып жатқан этиленді екінші пробиркадағы 2%-дық сода қосылған калий перманганатының ерітіндісіне жібергенде, ерітіндінің күлгін түсі біртіндеп жойыла бастайды да қоңыр түсті MnO_2 тұнбаға түседі. Этилен тотығып екі атомды спирт этандиолға айналады. Бұл жағдайда этилендегі қос байланыстың π -байланысы үзіледі де калий перманганатынан бөлінген оттегімен, су молекуласындағы сутегімен, ОН тобы есебінен пайда болған 2ОН тобымен қосылып, 2 атомды спирт молекуласын түзеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

3. Этиленнің жануы.

Бөлініп жатқан этиленді су астында жинап алып немесе газ жүретін түтіктің ұшында жағады.



4. Концентрлі күкірт қышқылының әсері. Құрғақ пробиркаға 2 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып, этилен шығып жатқан түтікті ептеп қышқылы бар пробиркаға енгізсе, қышқыл этиленмен әрекеттесіп, түссіз сұйық қоңыр түске айнала бастайды. Нәтижесінде сірке этил эфирі түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

5. Концентрлі азот қышқылының әсері. Құрғақ пробиркаға 2-3 мл концентрлі азот қышқылын құйып, этилен газын жіберсе, қышқыл этиленмен әрекеттесіп, қоңыр тарта бастайды, сол кезде пробирканың қатты қызуы мүмкін, сондықтан оны суға салып, салқындату керек. Реакция нәтижесінде смола тәрізді қоспа түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Зертханалық жолмен этиленді қалай алуға болады?
2. Этилен алуда концентрлі күкірт қышқылының рөлі қандай?
3. Калий перманганаты мен бром суынан этиленді өткізсе қандай өзгерісі байқауға болады?
4. Вагнер реакциясы дегеніміз қандай реакция?
5. Этилен жанғанда жалынның түсі қалай өзгереді?
6. Этиленге концентрлі азот және күкірт қышқылдарының әсері қандай?

№8 Зертханалық жұмыс

Ацетилен және диенді көмірсутектері

(Жұмыс тартпа шкафта жүргізіледі!)

Реактивтер: кальций карбиді, концентрлі H_2SO_4 мен этил спиртінің қоспасы (1:4) бром суы, калий перманганатының 1%-дық марганцовка ерітіндісі, 10%-дық натрий карбонаты ерітіндісі, 1%-дық күміс нитраты ерітіндісі, 5%-дық аммиак ерітіндісі, мыс хлоридінің (I) аммиактағы ерітіндісі.

Қажетті құралдар: штатив, пробирка, газ жүретін шыны түтік, сүзгі қағаз, тигель қақпағы, спирт шамы.

Пробиркаға кальций карбидінің түйірін салып 1 мл су құйып бірден газ жүретін түтікпен жалғанған тығынмен тығындайды, бөлінген ацетиленді түтіктің ұшына жағып көру арқылы тексереді.

Жанған жалынның түсін бақылайды!

Содан соң газ жүретін түтікті ауыстырады: ацетилен бөлініп жатқан пробирканың аузын аузы кең газ жүретін түтікке жалғанған тығынмен жауып қайтадан жағады. Жалынға тигель қақпағын апарды. Сол кезде қақпақта кара күйе пайда болады.

Ацетиленнің ісі бола ма?

Кальций карбидінен ацетиленнің алыну жолын көрсететін (жартылай және толық жануы) реакция теңдеуін жазыңыздар?

1. Ацетиленнің тотығуы.

Пробиркаға калий перманганатының 1%-дық ерітіндісін құйып, сондай мөлшердегі натрий карбонаты ерітіндісін құйып алынған ерітіндіні ацетилен арқылы жібереді. Ерітіндінің күлгін түсі біртіндеп жойылып қоңыр түсті марганец оксидінің (II) қабыршақты тұнбасы түзіледі. Ацетилен тотыққан кезде заттар қоспасы түзіліп, ацетилен жартылай CO_2 дейін толық тотығады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

2. Ацетиленнің метал туындыларын – ацетиленидтерді алу.

Ацетиленидтермен жұмыс жасау кезінде қауіпсіздік ережесін сақтау қажет!

Құрғақ күйінде сәл қыздырса немесе сокса күшті қопарылыс береді.

Мыс ацетиленидін алу (I). Пробиркаға 2-3 мл мыс хлоридінің аммиактағы ерітіндісін құяды да ацетилен ерітіндісінен өткізеді. Нәтижесінде ерітінді қызыл қоңыр түске боялып, сонынан мыс ацетиленидінің қызыл қоңыр тұнбасы түзіледі. Бұл сезімтал реакцияны ацетиленнің өте аз мөлшері болғанда анықтау үшін пайдаланады. Одан кейін сүзгі қағазды мыс хлоридінің аммиактағы ерітіндісімен ылғалдап ацетилен бөлініп жатқан пробирканың аузына апарды. Сол кезде қағаз қызыл қоңыр түске боялады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Реакция кезінде ацетилен қандай қасиет көрсетеді.

Күміс ацетиленидін алу. Пробиркаға 2 мл 1%-дық күміс нитратының ерітіндісін құяды да 5%-дық аммиак ерітіндісін алдыменен түзілген күміс оксидінің тұнбасы ерігенше қосады. Алынған ерітіндіден ацетиленді өткізеді. Нәтижесінде күміс оксидінің сұр сары тұнбасы түзіледі. Түзілген тұнбаны сүзіп судың аз мөлшерімен жуады да сүзгі қағазда сығып алады да құрғақ сүзгі қағазға ауыстырып, асбест торда абайлап қыздырады. Күміс ацетилениді қопарылыс береді. Қалдықты сүзгі қағазбен бірге стакандағы суға салып аздаған концентрлі күкірт немесе азот қышқылын қосады.

Барлық реакция теңделерін жазыңыздар?

Ацетиленнің суда және ацетонда еруі. Бір пробиркаға 5 мл ацетон, екіншісіне 5 мл су құяды. Екі пробиркаға толық қаныққанша ацетиленді өткізеді. Содан соң әр пробиркаға 0,5 мл мыс хлоридінің аммиактағы ерітіндісін қосады. Ацетоны бар пробир-

када қызыл қоңыр тұнба түзіледі, ал суы бар пробиркада әлсіз бояу пайда болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

ДИЕНДІ КӨМІРСУТЕКТЕР

І. Диенді көмірсутектердің қанықпағандығы.

Реактивтер: Бензолдағы 5%-дық каучук ерітіндісі (немесе резеңке клей), 3%-дық бромның бензиндегі ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: пипеткалар, пробирка.

Пробиркаға 2 мл каучуктың бензиндегі ерітіндісін құйып (немесе резеңке клей) пипеткамен 3%-дық бромның бензиндегі ерітіндісін тамшылатып құяды. Бромның әр порциясын қосқаннан кейін пробирканы жақсылап шайқайды. Нәтижесінде бром түссізденеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Каучуктерді тану

Реактивтер: Каучуктерді олардың пиролиз өнімдері арқылы анықтауға арналған реактивтер, каучуктың үлгілері.

Құрал-жабдықтар: иілген газ жүретін түтік, стакан, мұз.

Құрғақ пробиркаға 3-5 түйір зерттелетін каучуктан салып, иілген газ жүретін түтік кигізілген тығынмен жабады. Газ жүретін түтіктің ұшын 1 мл каучуктерді анықтайтын реактив құйылған қабылдағыш пробиркаға батырады. Содан кейін қабылдағышты мұзды су құйылған стаканға батырады да, пробирканы толық және соңынан түбін қатты қыздырады. Нәтижесінде каучук пиролизденіп, түзілген газ тәрізді өнімдер әртүрлі түске боялады: табиғи каучук – қызыл күлгін түс, бутадиенді және бутадиен-стиролды каучук – жасыл, бутадиен-нитрилді – шие қызыл, хлорпропенді каучук – күлгін түске боялады.

Бақылау сұрақтары

1. Ацетиленді алудың қандай негізгі жолы бар?
2. Ацетилен қандай затқа дейін тотығады?
3. Ацетиленге калий перманганатының әсері қандай?
4. Метал ацетиленидтерін қалай алуға болады? Не себепті олар жарылғыш болады?
5. Ацетилен суда және ацетонда ерігенде қандай өзгеріс болады?
6. Кучеров реакциясының механизмі қандай?
7. Диенді көмірсутектердің қанықпағандығын қалай дәлелдеуге болады?
8. Каучуктерді қалай ажыратамыз?

№ 9 Зертханалық жұмыс

Көмірсутектің галоген туындылары

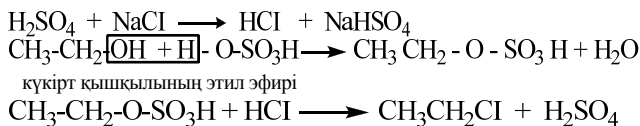
Хлорлыметил алу

Реактивтер: этил спирті мен H_2SO_4 (1:1) қоспасы, (NaCl) ас тұзы, мұзды су.

Қажетті құралдар: штатив, пробирка, стакан, газ жүретін шыны түтік, спирт шамы.

Пробиркаға H_2SO_4 мен метил спиртінің қоспасынан 3-4 мл құйып, оның үстіне қалақшамен майдаланған NaCl салып, штативке тігінен орналастырады да, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітеді. Газ жүретін түтіктің екінші ұшын мұзы бар суға батырып, пробирканы баяу қыздырады. Қоспадан бөлінген хлорлы метил мұзы бар стакан ішінде суынып, оның кристалдары түзіледі.

Реакция теңдеуі :



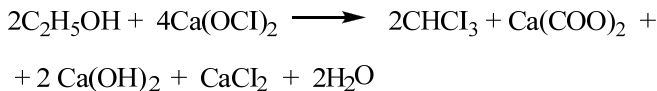
Пайда болған кристалдарды шыны таяқшаға жабыстырып жалынға ұстаса, ол жасыл түске боялады.

Хлороформ алу

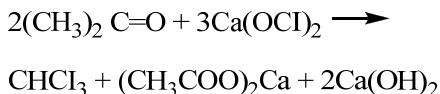
Реактивтер: этил спирті, хлорлы ізбес ($\text{Ca}(\text{OCl})_2$), ацетон.

Қажетті құралдар: штатив, пробирка, стакан, газ жүретін шыны түтік, спирт шамы.

Пробиркаға 1 мл этил спирті немесе ацетон құйып, оның үстіне аздап ақ түсті борпылдақ хлорлы ізбес ұнтағын салып, аузын газ жүргізетін түтігі бар тығынмен бекітіп, штативке орнатады. Түтіктің екінші ұшын мұзы бар немесе қары бар пробиркадағы суға батырып, пробирканы $90\text{-}95^\circ\text{C}$ баяу қыздырады. Қоспадан бөлінген хлороформ мұзы бар немесе қары бар суда суынып, иіссіз сұйыққа айналады. Хлороформ суда ерімейді, тек спиртте немесе эфирде ериді. Ондағы реакция мына схема бойынша жүреді:



Егер ацетон алынса:



Йодоформ алу

Реактивтер: этил спирті, кристалдық йод, 10%-дық NaOH, су.

Қажетті құралдар: пробирка, сүзгі қағаз, спирт шамы.

Пробиркаға 5-6 тамшы этил спиртіне 1 мл су қосып, оның үстіне йодтың бірнеше кристалдарын ұнтақтап салады. Алынған қоспаның ішіндегі йод ерігенше NaOH қосып, 60-70°C-қа жеткенше баяу қыздырады. Салқындатқанда өзіне тән иісі бар сары түсті йодоформның кристалдары тұнбаға түседі, ерітіндіні сүзеді де, сүзгі қағазға салып кептіреді. Тәжірибе кезінде йодоформ түзілу үшін ондағы заттар мына схема бойынша реакцияланды:



Бромды этил алу

Тәжірибе тарпа икафта жүргізіледі. Реактивтер: C₂H₅OH мен H₂SO₄, бром суы (1 мл суға 2 мл бром қосу керек), суық су.

Қажетті құралдар: пробирка, штатив, пемза, газ жүретін шыны түтік, стакан, спирт шамы.

Пробиркаға этил спирті күкірт қышқылының қоспасынан 2-3 мл құйып, ерітінді біркелкі қызу үшін ішіне бірнеше түйір пемза салып, штативке орнатады да, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындайды.

Түтіктің екінші ұшын суық суы бар стаканға батырылған, бром суы құйылған пробиркаға енгізеді. Қоспасы бар пробирканы баяу, қайнағанда пайда болған көбік газ жүретін түтікке, кірмейтіндей етіп қыздырғанда этилен бөлініп екінші пробиркадағы бром суын түссіздендіреді. Сол кезде пробиркада ауыр май тәрізді қызыл түсті сұйық зат бромдыэтилен түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

1,2-дибромэтанды алу (Тартпа ишафта!).

Реактивтер: этилен алуға арналған қоспа (1:2 қатынастағы 96%-дық этил спирті мен концентрлі күкірт қышқылының қоспа), бром.

Қажетті құралдар: этилен алуға арналған қондырғы, 100-200 мл химиялық стакан.

Суық су құйылған стаканға батырылған пробиркаға 2 мл су құйып пипеткамен 2-3 тамшы бром тамызады (*абайлау керек*).

Содан кейін пробиркаға алынған этиленді жібереді. Бромның қоңыр түсі біртіндеп әлсізденеді. Этиленді реакциялық қоспа толық түссізденгенше жібереді. Реакция аяқталғаннан кейін пробирка түбінде 1,2-дибромэтанның түссіз майлы тамшылары түзіледі. Алынған өнімнің бір тамшысын шыны таяқшамен алып от жалынына апарайды. Сол кезде жалынның түсінің өзгеруін бақылауға болады.

Этиленнің броммен реакция теңдеуін жазыңыздар. Реакция қандай механизммен жүреді?

Галогеналкилдердегі галогеннің нуклеофильдік орынбасу реакциясы

1. Сілті ерітіндісінің галоген көмірсутектеріне әсері.

Реактивтер: дихлорэтан, бромэтил, HNO_3 , AgNO_3 , сұйытылған натрий сілтісі, су.

Қажетті құралдар: 2 пробирка, штатив, стакан, газ жүретін шыны түтік, спирт шамы.

Екі пробирка алып, біреуіне дихлорэтан, екіншісіне бромэтиленден құйып, оның үстіне дистилденген су қосып, шайқаған соң тұндырады. Тұнғанда пайда болған үстіңгі қабаттан (су) екінші бір пробиркаға құйып алып, оған AgNO_3 ерітіндісін тамызып тексереді. Егер ерітіндіде галоген ионы болса, онда тұнба пайда болады. Ондай жағдайда галоген көмірсутектеріндегі галоген иондары жойылғанша 2 пробиркадағы қосылысты сумен жуу керек. Соңынан галоген ионынан тазарған дихлорэтан мен бромэтилге 1-2 тамшы сілті ерітіндісін тамызып, біраз шайқай отырып, баяу қыздырады. Қоспа салқындағаннан кейін үстіңгі бөлігіндегі су аралас сілті қабаттан тағы да екінші пробиркаға құйып алып, оған сұйытылған HNO_3 қышқылынан және 1-2 тамшы AgNO_3 тамызады.

Сол кезде галоген күміс тұзы тұнбасы түзіледі.

Алкилгалогенидтердегі сілтілік гидролиздің реакция теңдеуін

жазыңыздар және реакция механизмін S_N1 және S_N2 қарастырыңыздар?

Біріншілік, екіншілік және үшіншілік алкилгалогенидтерде реакция қандай механизммен жүреді?

Мына тапсырмаларды орындаңыздар:

1. Пробиркадағы тұнбаның түсіне қарап, қайсысында күміс бромиді, қайсысында күміс хлориді тұзы бар екенін анықтаңыз.

2. Реакцияның жүруі қай пробиркада шапшаңырақ болады, оның себебін түсіндіріңіздер.

3. Галоген көмірсутектер сумен немесе сілтінің судағы ерітіндісімен әрекеттескенде спирттер түзіледі. Галоген көмірсутектегі галоген орнын ең алдымен сілті құрамындағы ОН тобы басады. Себебі сілті суға қарағанда әлдеқайда күштірек диссоциацияланады, сондай-ақ сілтінің спирттегі ерітіндісі судағы ерітіндісіне қарағанда реакцияласуға өте бейім болады.

Хлороформ қасиеті.

Реактивтер: хлороформ, 10%-дық NaOH ерітіндісі, 1%-дық $AgNO_3$, 10%-дық аммиак ерітіндісі, 1%-дық $KMnO_4$, 20%-дық HNO_3 , су.

Қажетті құралдар: кері салқындатқыш, мензурка, газ жүретін шыны түтік, 100 мл стакан, мұз.

1. Пробиркаға 1 мл хлороформ және 1 мл су құяды. Содан кейін пробирканы жауып шайқап араластырады. Біраз уақыт өткеннен кейін екі қабат түзіледі.

2. Пробиркаға 1,5-2 мл хлороформ құйып бірнеше тамшы йодтың KI-тағы ерітіндісін тамызады да, қоспаны шайқап араластырады. Ерітіндінің төменгі қабаты алқызыл түске боялады. Хлороформ йодты жақсы ерітеді, шайқап араластырғанда йод сулы ерітіндіден хлороформға өтіп, алқызыл түске боялады.

Хлороформ гидролизі.

Пробиркаға 1 мл хлороформ және 3 мл 10%-дық NaOH ерітіндісін құяды. Содан кейін пробирканы кері салқындатқышпен жауып шайқап, араластырып қайнағанша қыздырады да салқындатады. Тәжірибе жағдайында хлороформ хлор ионы мен құмырсқа қышқылын түзіп гидролизденеді (сілтілі ортада құмырсқа қышқылының натрий тұзы – натрий формиаты – $HCOONa$ түзіледі). Түзілген хлор ионын анықтау үшін пробиркаға гидролизаттың 1/3 бөлігін алып оны 20%-дық HNO_3 қышқылдап бірнеше тамшы 1%-дық $AgNO_3$ қосады.

Сілтілі ортадағы хлороформның гидролиз реакциясын және хлордың күміс нитратымен әрекеттесу реакциясын жазыңыздар?

Құмырсқа қышқылы құрамында альдегид тобы болғандықтан жеңіл тотығады. Бұл қасиеті оны ерітіндіден анықтауға негізделген. Хлороформның сілтілік гидролизат қалдығын екіге бөледі. Оның біріншісіне жаңа дайындалған күміс гидроксидінің аммиакты ерітіндісін, ал екіншісіне бірнеше тамшы 1%-дық KMnO_4 ерітіндісін қосады. Бірінші пробиркада металл күміс тұнбаға түседі (күміс айна реакциясы), ал екінші пробиркадағы ерітінді жасыл түске боялады (KMnO_4 сілтілі ортада аниондары боялатын марганец қышқылының тұзына тотықсызданады).

Реакция теңдеуін жазып, теңестіріңіздер?

Галоформдарға (хлороформ, бромформ, йодоформ) түсті реакция.

Реактивтер: хлороформ, бромформ, йодоформ, 10%-дық резорцин ерітіндісі, 10%-дық NaOH .

Қажетті құралдар: пробиркалар, мензурка.

Үш пробирка алып әрқайсысына 1 мл 10%-дық резорцин ерітіндісінен және 5 тамшы 10%-дық NaOH ерітіндісін қосады. Бірінші пробиркаға 5 тамшы хлороформ, екіншісіне де сондай мөлшерде бромформ, ал үшіншісіне аздап йодоформ қосады. Соңынан қоспаны қыздырады. Ерітінділер боялады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Төрт хлорлы көміртегінің қасиеті.

Реактивтер: төртхлорлы көміртегі, 10%-дық NaOH , 20%-тік HNO_3 , 1%-дық AgNO_3 , этил спирті, өсімдік майы (немесе басқа май).

Қажетті құралдар: фарфор табақша, мензурка, асбест торы, мыс сымы.

Төртхлорлы көміртегі майлар, смолалар, каучукты еріту үшін еріткіш ретінде кеңінен қолданылады. Олардың басқа көптеген органикалық еріткіштерден өзгешелігі оның жанбайтындығы. Осы қасиетіне байланысты химиялық өндірістерде, зертханаларда, кітап қоймаларында өрт сөндіргіштерде және т.б. қолданылады.

а) Пробиркаға 1 мл төртхлорлы көміртегін және 1 тамшы өсімдік майын қосады да қоспаны шайқап араластырады. Тәжірибе нәтижесін жұмыс дәптеріне жазады.

б) Фарфор табақшаға 2 мл этил спиртіні құйып, табақшаны

асбест торға қойып, спиртті жағады (*тартпа ишафта!*). Жанған отты төрт хлорлы көміртегімен сөндіреді.

в) Пробиркаға бірнеше тамшы төрт хлорлы көміртегін және бірнеше тамшы 2-3 мл 10%-дық NaOH ерітіндісін тамызып қоспаны абайлап (араластырып) қайнауға 1-2 минут қалғанша қыздырады. Содан кейін салқындатып сілтілі сұйықты басқа пробиркаға құйып алады да 20%-дық HNO₃ ерітіндісімен қышқылдайды және бірнеше тамшы 1%-дық AgNO₃ ерітіндісін қосады.

Тәжірибе нәтижесін гидролиз нәтижесімен салыстырыңыздар?

CCl₄ молекуласындағы Cl атомының қозғалғыштығы жайлы қорытынды жасаңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Галоген туындыларды қалай алуға болады?
2. Галоген туындыларға қандай сапалық реакциялар жүргізіледі?
3. Галогеналкилдердегі галогеннің нуклеофильдік орынбасу реакциясы қалай жүреді?
4. Галоген туындылардың гидролиз нәтижесінде не түзіледі?
5. Хлороформ мен төрт хлорлы көміртегінің қасиеттері қандай?

№ 10 Зертханалық жұмыс

Бір атомды қаныққан спирттер

I. Этил спиртіні алу.

Реактивтер: бромды этил, калий гидроксиді.

Құрал-жабдықтар: 100-150 мл колба, мензурка, сулы жылытқыш.

Колбаға 5-6 мл бромды этил мен 20 мл калий гидроксидінің ерітінділерін құйып, аузын салқындатқышы бар тығынмен тығындағаннан соң, ас тұзының қанық ерітіндісін қосып қойылғанша қыздыру арқылы судан айырады. Алынған ақ түсті CuSO₄-тың аузы жабық шыны шөлмекте немесе эксикаторда сақтайды.

2. Спирт ерітіндісінің концентрациясын жоғарылату.

Реактивтер: этил спирті, натрий карбонаты.

Құрал-жабдықтар: пробирка, фарфор тостағанша, пипетка, 100-150 мл колба, мензурка, сулы жылытқыш, бөлгіш воронка.

Пробиркаға құрамында шамамен жартылай суы бар этил спиртінен 5-6 мл құйып, оған құрғақ Na₂CO₃ салады. Натрий

карбонаты ерітіндіде ерімеген жағдайға келгенше салына береді. Сол кезде пробирканың түбіне карбонаттың судағы ерітіндісі, ал оның үстінде таза спирт қабаты пайда болады. Спирттің тазалығын зерттеу үшін пипеткамен аздап фарфор тостағаншаға тамызып тұтатқанда, жақсы жанады. Қалғанын бөлгіш воронкамен бөліп алып, сақтап қойып, келесі тәжірибеде қолданылады.

3. Натрий этилатын алу және оның қасиеті.

Реактивтер: абсолюттік этил спирті, натрий металы, фенолфта-
леин немесе лакмус ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: пробирка, сүзгі қағаз, пинцет, колба, мен-
зурка, сулы жылытқыш, фарфор тостағанша, газ жүретін түтік,
сіріңке, кері салқындатқыш, штатив.

Құрғақ пробиркаға 4-5 мл абсолютті этил спирті құйып, оның үстіне үлкендігі арпа дәнідей жаңа кесілген, керосиннен сүзгі қағазбен тазартылған металл натрий түйірін салады. Пробирканың аузы ұшы сүйір, газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындалып, штативке тігінен бекітіледі. Сол кезде натрий мен спирт белсенді әрекеттесіп, сутегі бөлініп шыға бастайды. Пробирканың бос кеңістігіндегі ауа тегіс шыққаннан кейін газ жүретін түтіктің ұшына жанған шырпы жақындатады. Реакция нәтижесінде бөлінген сутегі ауадағы оттегімен қосылып, жанады. Егер пробирка ішіндегі ауа толық шықпаған болса, сутегі қопарылыс бере (күркіреуік газ) жанады. Сондықтан пробирка ішіндегі ауа толық шыққанша жағуды тоқтата тұру керек. Пробиркаға салынған натрий түгел реакцияласқаннан кейін пробирканы суытады, пробиркада пайда болған натрий алкоголяты тұнба түзбесе, онда ерітіндіден фарфор тостағаншаға бірнеше тамшы тамызып, ішінде реакцияласпай қалған спирті болса, қайнатып буландырады. Тостағанша ішіндегі натрий алкоголятына су қосып, сұйылтады да, оған фенолфталеин немесе лакмус ерітіндісін тамызғанда түзілген натрий алкоголятының ыдырауы нәтижесінде ерітінді сілтілік қасиет көрсетеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

4. Спирттердің судағы ерігіштігін анықтау.

Реактивтер: этил спирті, бутил, изоамил спирттері, этилен гликоль, глицерин, су, фенолфталеин ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: 5 пробирка, көк және қызыл лакмус қағазы, фарфор тостағаншалар, сіріңке.

Бес пробиркаға 4-5 мл су құяды да, бірінші пробиркаға этил спирті, екіншісіне – бутил, үшіншісіне – изоамил спирті, төртін-

шісіне – этиленгликоль, бесіншісіне – глицерин қосып, араластырады.

Бірінші пробиркадағы спирт мөлдір күйінде қалады, яғни этил спирті суда шексіз ериді, екінші пробиркадағы бутил спирті нашар ериді, үшінші пробиркадағы изоамил спирті ерімей, су бетіне қалқып шығады да, екіге бөлініп тұрады, төртінші және бесінші пробиркадағы этандиол мен глицерин суда жақсы ериді.

1. Әр пробиркаға шыны таяқшаны матырып оны көк және қызыл лакмус қағаздарына тамызады.

Әр пробиркаға 1 тамшы фенолфталеин ерітіндісін тамызады.
Қандай өзгерісті байқадыңыздар ?

2. Фарфор тостағаншаларға әр спирттерден 2 мл құйып сіріңке тамызып жағамыз. Спирттердің жанған кездегі жалын түстерін салыстырыңыздар.

3. Пробиркаларға спирттерден құйып әрқайсысына 0,5 мл калий йодидіндегі йод ерітіндісін тамызамыз да шайқап араластырамыз.

Не байқадыңыздар?

6. Спирт құрамындағы суды анықтау.

Реактивтер: абсолютті (сусыз) этил спирті, ректификат, этил спиртінің сұйық ерітіндісі (1:1), сусыз мыс сульфаты.

Құрал-жабдықтар: 3 пробирка.

Үш пробирка алып, біріншісіне 2-3 мл сусыз этил спирті, екіншісіне 96%-дық этил спирті (ректификат), үшіншісіне сұйылтылған спирт құйып, сусыз ақ түсті CuSO_4 -ның бірнеше түйірлерін салады. Бірінші пробиркада сусыз мыс сульфатының түсі су болмағандықтан өзгермейді, екінші пробиркада тұз біртіндеп көгере бастайды, яғни сусыз тұз спирт құрамындағы суды тартып алып, көк түсті мыс купоросының кристаллогидратына $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ айнала бастайды, үшінші пробиркада су жеткілікті мөлшерде болғандықтан тұздың көгеруі өте тез жүреді. Сусыз этил спирті ректификатты алдын ала айдау арқылы және құрамындағы суды сусыз мыс сульфатының көмегімен сіңіріп, сусыздандыру нәтижесінде даярланады. Сусыз мыс сульфатын алдын ала даярлау үшін 5-10 г мыс сульфатының кристаллогидратын ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) фарфор тостағаншаға салып, көк түсі жойылғанша қыздырып кептіреді.

6. Спирттердің тотығуы.

Реактивтер: этил спирті, калий дихроматының 5%-дық ерітін-

дісі және құрғақ ұнтағы, калий перманганатының әлсіз ерітіндісі, ұшы түйіртпектелген мыс сымы, күкірт қышқылы.

Құрал-жабдықтар: 3 пробирка, мензурка, сулы жылытқыш.

Үш пробиркаға метил немесе этил спиртінен 0,5 мл құяды.

Бірінші пробиркадағы спиртке, қызыл мыс торының кішкентай кесіндісін немесе сымнын, ұшын түйіртпектеп (ол пробиркаға еркін салынатындай болу керек), қара түсті мыс оксидіне айналғанша қыздырады да, пайда болған мыс (II) оксидін спирті бар пробиркаға салады. Сол кезде этил спирті мыс (II) оксиді әсерінен тотығып, альдегидке айналады, оны иісінен байқауға болады. Этил спирті болса, сірке альдегидінің иісі сезіледі. Бұл кезде мыс (II) оксиді мысқа дейін тотықсызданады.

Екінші пробиркадағы спиртке 2 мл калий дихроматы ерітіндісімен 1 мл сұйылтылған күкірт қышқылын қосып баяу қыздырса, ерітіндінің түсі жойыла бастайды. Реакция тез жүріп, құмырсқа не сірке альдегидтерінің, өткір иістері сезіледі. Хром алты валенттіктен үш валенттікке дейін тотықсызданады.



Бақылау сұрақтары

1. Зертханалық жолмен этил спирті қалай алады?
2. Спирттердің ерігіштігі қалай өзгереді?
3. Натрий этилаты қалай алынады?
4. Спирттің құрамындағы суды қалай анықтайды?
5. Спирттер қалай тотығады?
6. Спирттердің қышқылдық және негіздік қасиетін көрсететін реакцияларды атаңдар?

№ 11 зертханалық жұмыс

Көп атомды спирттер

Мыс гликолятын алу

Реактивтер: этил спирті, этиленгликоль, глицерин, мыс (II) сульфатының 2%-дық ерітіндісі, 10%-дық NaOH ерітіндісі, калий гидросульфаты, сұйылтылған күкірт қышқылы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, пипетка, газ жүретін түтік, сулы жылытқыш, воронка.

Пробиркаға 3-4 мл 10%-дық NaOH ерітіндісін құйып, оның үстіне 2%-дық мыс (II) сульфаты ерітіндісінен бірнеше тамшы тамызады.

Пайда болған көгілдір тұнба үстіне бірнеше тамшы этиленгликольден тамызады да қоспаны шайқайды. Сол кезде қоспадағы көгілдір тұнба еріп, көк түске айналады.

Реакция теңдеуін жазыңдар да гликоляттың, қандай қасиет көрсететінін түсіндіріңдер.

Глицерин мен гликольдің суда ерігіштігі. Бір пробиркаға глицерин, екінші пробиркаға этиленгликоль құйып, екеуіне де су қосып, шайқайды байқалған құбылысты бір атомды этил спиртімен салыстыра отырып түсіндіру керек.

Глицерин мен этиленгликольді жағу. Аузы газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындалған екі пробиркаға глицерин мен этиленгликоль құйып, қайнағанша қыздырады. Түтіктен шыққан газды жағады. Жалынның түсін метан және этилен газдарының жалыны мен салыстырыңыздар.

1. Пробиркаға 2-3 мл калий дихроматының қанық ерітіндісін және сондай мөлшерде концентрлі күкірт қышқылын құйып, 1-2 мл этил спирті тамызады да, қоспаны өте сақтықпен қыздырады. Реакция жылу бөле жүреді, қыздыру барысында калий дихроматының сарғыш түсі жойылып, хром (III) сульфатының жасыл түсті ерітіндісі пайда болады және альдегидтің иісі шығады. Оны күкірт қышқылды фуксинге батырылған қағаз арқылы анықтауға болады.

1. Не себепті көміртек көп болса да бұл газ түтінденбей жанады?

2. Жанғанда қандай заттар түзіледі? *Реакция теңдеуі арқылы көрсетіңіздер.*

Натрий глицераты мен гликолятын алу. Аузы тарлау бір колбаға глицерин, екінші колбаға этиленгликоль құйып, оның үстіне керосиннен тазартылған бидай түйіріндей натрий металын салыңыздар да аузын воронкамен жауып қойып қараңыздар, реакция жүрмесе, ептеп қыздырыңыздар, бөлінген сутек газын жағып көріңдер.

Мына сұрақтарға жауап беріңіздер:

1. Қандай заттар жанады, жанған кезде қандай заттар бөлінеді?

2. Екі пробирканың қайсысында сутек шапшаң бөлінеді?

Неліктен?

3. Пробиркада реакция нәтижесінде қандай заттар түзіледі?

Реакция теңдеуі арқылы көрсетіңіздер.

4. Натрий глицераты түзілген пробиркада сонында не себепті көмірлену процесі жүреді? Жауаптарыңызды түсіндіріңдер.

Мыс глицератын алу. Пробиркаға 2-3 мл мыс (II) сульфаты ерітіндісін құйып, оның үстіне натрий гидроксиді ерітіндісін мыс (II) гидроксиді толық тұнбаға түскенше қосады. Тәжірибе дұрыс шығу үшін сілті артық болғаны жөн. Қоспаны екі пробиркаға бөліп, біреуіне бірнеше тамшы глицерин тамызып, екінші глицерин қосылмаған пробиркадағы қоспамен салыстырады, содан кейін глицерин құйған пробирканы шайқап, қайта салыстырады. Глицерині бар пробиркадағы қоспа еріп, ерітінді көк түсті мыс глицератына айналады.

Бақылау сұрақтары

1. Көп атомды спирттерді зертханалық жолмен қалай алуға болады?
2. Көп атомды спирттерге мыс гидроксидінің әсері қандай?
3. Көп атомды спирттердің ерігіштігі бір атомды спирттерге қарағанда қалай өзгереді?
4. Этиленгликольді глицерин мен этанолдан қалай ажыратуға болады?
5. Көп атомды спирттер қалай жанады?

№ 12 зертханалық жұмыс

Жай эфирлер

Спирттен жай эфирдің түзілуін *дегидрлеу* реакциясы деп қарастыруға болады. Бұл процесс концентрлі күкірт қышқылы қатысында оңай іске асады.

Диэтил эфирін алу

Реактивтер: этил спирті, изоамил спирті, концентрлі күкірт қышқылы, глицерин, мыс сульфаты ерітіндісі, натрий гидроксиді ерітіндісі, натрий металы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, колба, мензурка, спирт шамы, газ жүретін түтік, бөлігіш воронка.

Пробиркаға 1 мл этил спирті мен 1 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып, сақтықпен қыздырады. Қоспа кайнай бастағанда қыздыруды тоқтатып, оның үстіне 10-15 тамшы спирт тамызса, бірден қоспадан эфир иісі байқалады. Этил спирті күкірт қышқылымен әрекеттесіп, жай эфир пайда болады. Оны иісінен ажыратады.

Реакция теңдеуін жазыңдар ?

Осындай жолмен диизоамил эфирін де алуға болады.

Этил спиртінен йодты этил алу. Пробиркаға 3-4 мл этил спирті мен концентрлі йодсутек қышқылының (1:3) қоспасын құйып, пробирканың ауыз жағына тотияйын салынған, аздап мақта қойып, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітіп, штативке орнатады. Қоспасы бар пробирканы аздап қыздырғанда спиртпен йодсутек қышқылы бір-бірімен белсенді әрекеттесіп, йодты этил, ауыр сұйық зат пробирканың түбіне жинала бастайды. Пайда болған су тотияйынның түсін көгертеді. Концентрлі йодсутек қышқылы орнына калий йодиді немесе натрий йодидін алуға болмайды. Себебі йод тұздарының күкірт қышқылымен әрекеттесуінен түзілген йодсутек тез тотығып кетеді де реакция нәтижесінде йодты этил түзілмейді.

Бромэтил алу. Бұл хлорэтил алуға өте ұқсас. Пробиркаға 3-4 мл концентрлі күкірт қышқылы мен абсолютті этил спиртінің, (1:1) қоспасын құйып, оған 1 г калий бромидін салып, 1-2 мл су қосып пробирканы бір ұшы суық суға батырылатын ұзын газ жүретін түтігі бар (салқындатқыш қызметін атқарады) тығынмен тығындайды. Қоспасы бар пробирканы қатты қыздырады, қоспадан бөлінген бромэтил (38,4°C қайнайды) газ жүретін түтіктен шығып, суық су құйылған колбаға барады. Колбадағы суда бромэтил салқындағанда суда ерімейтін май тәрізді ауыр сұйықтыққа айналады да судың түбіне жиналады, оны реакция аяқталғаннан кейін, судан бөлгіш воронка арқылы бөліп алады. Қоспасы бар пробирканы қыздыруды тоқтатпастан бұрын газ жүретін түтіктің суға батырылған жағын судан шығару керек, себебі ауа қысымына байланысты сұйықтық пробиркаға еніп кетеді. Содан кейін қыздыруды тоқтатады. Бұл жағдайда алдыменен күкірт қышқылының этил эфирі, содан кейін ол калий бромидімен қосылып бромэтил түзіледі.

Оны реакция теңдеуі арқылы көрсетіңіздер.

Бақылау сұрақтары

1. Жай эфирлерді зертханалық жолмен қалай алуға болады?
2. Этил спиртінен йодты этилді қалай алуға болады?
3. Не себепті көміртек көп болса да бром этил түтінденбей жанады?
4. Жанғанда қандай заттар түзіледі ?

№13 Зертханалық жұмыс

Альдегидтер мен кетондар

Ацетиленді гидратациялап альдегид алу

Реактивтер: метил спирті, этил спирті, ерітіндісі, фуксин ерітіндісі, пиридин,

Қажетті құралдар: спираль тәрізді мыс сым, пробирка, мензурка, тамызғыш воронка, колба, спирт шамы.

Құрғақ колбаға кальций карбидінің бірнеше түйірін салып, тамызғыш воронкаға су немесе ас тұзының қанық ерітіндісін колбаға әрбір секундта 1 көпіршік газ бөлінетіндей етіп тамызады. Бөлінген газ – ацетилен тазару үшін күкірт қышқылы құйылған шөлмек арқылы өтеді. Тазартылған ацетилен алдын-ала сынап оксиді (0,5 г) мен күкірт қышқылы қосылған 10-15 мл суық суы бар колбаға барады.

Ондағы жүретін реакция қандай?

Колбаға 2 валентті сынап тұзының қатысында ацетилен сумен қосылып, алдымен ақ тұнба түзіледі де ол біртіндеп еріп, сірке альдегидіне түзіледі.

Реакция қандай сатыда жүреді?

Судағы ерітіндіде сірке альдегиді бар екенін дәлелдеу үшін күкірт қышқылы фуксин сіңген қағазға батырылса, қызыл түске боялады. Кучеров реакциясы көмегімен альдегидтерді немесе кетондарды үш байланысы бар органикалық қосылыстардан алу өте қиын.

Сірке альдегидіне түсті реакция

Пробиркаға 2,5 мл натрий нитропруссидтің сұйытылған ерітіндісіне 4-5 тамшы сірке альдегидінен, 1-2 тамшы пиридин ерітіндісінен тамызып, қатты шайқаса қоспаның түсі қара көк түске айналады.

Ацетон алу және оның қасиеттері

Реактивтер: ізбес суы, натрий ацетаты (сусыз), йод кристалдары, ерітіндісі, натрийдің нитропруссиді ерітіндісі (жаңадан дайындалған), ацетон, хлорсутекті гидроксилламин (сусыз көмір қышқылы натрий тұзы).

Қажетті құралдар: целлюлоид, фотоленка кесіндісі, ацетатты талшық, 3 пробирка, штатив, газ жүретін түтік, сүзгі қағаз, воронка, колба, кристаллизатор, спирт шамы.

Ацетонды органикалық қышқылдардың тұздарын ауасыз жерде қыздыру арқылы алуға болады. Ацетонды өте аз мөлшерде алу үшін пробиркаға 3-4 минуттан кейін пробиркадан ацетон иісі байқалады. Оны жағып көруге болады. Одан қалған заттың сода екенін суығаннан кейін тұз қышқылын қосып анықтауға болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Ацетонды көбірек мөлшерде құрғақ кальций ацетаты немесе барий тұзының құммен қоспасын пиролиздеу арқылы алады.

Қабырғасы қалың пробиркаға (1/5) кальций ацетатын немесе барий тұзы мен құмның қоспасын (2/1) салып, штативке бекітеді. Пробирканы газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындап, түтіктің екінші ұшын суық су құйылған кристаллизаторға батырылған суы бар пробиркаға енгізеді. Пробирканың алдымен барлық жерін, одан кейін қоспа тұрған жерін қатты қыздырады.

Алынған тұз ыдырап, түзілген заттармен бірге ацетонда, суда ериді. Егер ерітінді лайланса, сүзеді. Заттың ацетон екенін йод кристалдары және сілті арқылы анықтайды. Сілтіні йод ерігенше және ерітінді түссізденгенше қосқанда йодоформның сарғыш тұнбасы түзіледі. Реакция йодоформ алуға ұқсас.

Осыған сүйене отырып, реакция теңдеуін жазу керек.

Тұз салынған пробиркадағы қалдықтың карбонат екенін анықтау үшін, қосқанда көмір қышқыл газдың бөлінуін ізбес суы арқылы анықтайды.

Ацетонның ерігіштік қасиеті. 3 пробирка алып біреуіне целлюлоид, екіншісіне фотоленка кесіндісін, үшіншісіне ацетатты талшықтан салып, оның үстіне 2-3 мл ацетон құйып, шыны таяқшамен араластырса қатты заттың бәрі еріп кетеді. Пайда болған ерітінділерді қатты зат бегіне жағып, біраз қойып қойса, ацетон ұшып кетеді де бастапқы зат қатайып, қайтадан әртүрлі пішінге келеді. Ацетонды осы қасиетіне сүйене отырып, киноленка үзілген кезде жалғастырушы зат ретінде қолданылады. Ол үшін үзілген пленканың екі ұшына ацетон жағып, бір минуттан кейін бірінің ұшын біріне беттестірсе, жабысып қалады.

Оксиль ацетон алу. Пробиркаға 4-5 мл су құйып, оның үстіне 1,5 г хлорсутек гидросиламин кристалдарын салады да шайқап ерітіп, 1 г сусыз натрий карбонатымен қоспаны нейтралдайды. Қоспа нейтралданған кезде жылу бөлінеді, оны салқындатады.

Нейталданған гидросиламинге 1 мл ацетон қосады да шайқайды. Бұл кезде де қоспадан көпіршіктену арқылы бөлінеді де, қоспа тағы да қыза бастайды. Соңында қоспада түссіз оксиль ацетон кристалы түзіледі. Ол кристалл қоспа салқындаған сайын көбейе береді. Оксиль ацетонның формуласына сүйене отырып, ацетон мен гидросиламин арасындағы реакцияның арасындағы реакцияны жазыңыздар.

Ацетоннан йодоформ алу. Құрғақ пробиркаға 1 мл ацетон мен 1 мл йод ерітіндісін құйып оның үстіне йод түсі жойылғанша бірнеше тамшы натрий гидроксиді ерітіндісін тамызу керек. Сол кезде қоспада өзіне тән иісі бар сары түсті тұнба түзіледі, егер бірден түзілмесе, аздап қыздыру керек.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Альдегидтердің тотығуы. Альдегидтердің кетондардан басты айырмашылығы тез тотыққыштығында. Альдегидтер кейбір металдардың оксидтерімен және гидроксидтерімен қосылғанда, оларды тотықсыздандырады да тез тотығып қышқылға айналады.

Күміс айна реакциясы.

Реактивтер: 5%-дық формалин, 10%-дық NaOH, азот қышқылының сұйытылған ерітіндісі, сірке альдегиді ерітіндісі, мыс сульфаты, аммоний гидроксиді.

Қажетті құралдар: пробирка, сулы жылытқыш, өлшемді мензурка, спирт шамы.

Тазартылған пробиркаға 3-4 мл күміс нитратының ерітіндісін құйып, оған 3-4 тамшы аммоний гидроксидінің сұйытылған ерітіндісін қосады. Алғаш түсі ақ, содан кейін қоңыр тұнба түзіледі. Тұнба ерігенше шайқай отырып, аммоний гидроксидінің ерітіндісін тағы да тамызады. Пайда болған қоспа күміс оксидінің аммиактағы ерітіндісі. Осы қоспаға бірнеше тамшы 5%-дық формалин ерітіндісін қосқанда, реакция жүргені байқалмаса, оны 40-50°C су жылытқышта немесе спирт шамының жалынында аздап қыздырады. Сол кезде пробирканың ішкі қабырғасын күмістің өте жұқа қабаты қаптайды, немесе қара түсті тұнбасы пайда болғаны байқалады.

Жұмыс аяқталғаннан кейін пробиркада пайда болған күміс пен құмырысқа қышқылының аммоний тұзын ерігенше азот қышқылының сұйытылған ерітіндісімен жуу керек.

Екі валентті мыс қосылысының әсерінен альдегидтердің тотығуы. Пробиркаға 1 мл формалин, 1,5 мл 10%-дық NaOH

құйып, тұнба түзілгенше мыс сульфатының (II) ерітіндісін қосады. Қоспаны қайнағанға дейін қыздырады. Алдымен сары тұнба мыс (I) гидроксиді түзіледі, одан кейін ол қызыл түсті мыс (I) оксидіне айналады. Формальдегид құмырысқа қышқылына тотығады.

Осы жолмен басқа альдегидтерді де тотықтыруға болады.

Альдегидтердің полимерленуі. Сірке альдегидінің полимерленуі

Реактивтер: 10%-дық күкірт қышқылы, сірке альдегидінің ерітіндісі.

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшемді мензурка, спирт шам.

Пробиркаға 2-3 мл 10%-дық күкірт қышқылын құйып, оған бірнеше тамшы сірке альдегидінің ерітіндісін тамызады. Қоспаны біртіндеп қыздырады, ол алдымен сарғыш түсті жағымсыз иісті альдолға, одан кейін өткір иісті кротон альдегидіне, соңында қоңыр тартып смола тәрізді массаға айналады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Егер сілті орнына катализатор ретінде минералды қышқылдарды қосып қыздырса, не циклді не тізбекті полимерлер түзіледі.

Альдегидтер мен кетондардың қосылу реакциясына қатысуы

Реакция кезінде қосылатын заттар альдегид тобындағы оттегінің қос байланысы арқылы байланысады.

Альдегидтер мен кетондардың гидросульфитпен қосылуы

Реактивтер: натрий бисульфит ерітіндісі, ацетон, мұз немесе қар.

Қажетті құралдар: пробирка, өлшеуіш мензурка, кристаллизатор.

Пробиркаға 2 мл ацетон мен 2-3 мл натрий бисульфиті ерітіндісін құйып, араластырады. Қызған қоспаны мұзға немесе қарға салып суытады. Сол кезде кристалды түрде ацетонның бисульфит қоспасының тұнбасы түзіледі.

Тұнбаға сұйытылған тұз қышқылын немесе сода қосса, қайтадан ацетонға және бисульфитке ыдырайды. Бұл реакцияны көбінесе ацетонды қоспадан бөлу үшін қолданады. Осындай тәжірибені сірке альдегиді үшін де жасауға болады.

Альдегидтер мен кетондардың орынбасу реакциясына қатысуы

Реактивтер: ацетон, сірке альдегиді, фосфор (V) хлориді ұнтағы, мұз немесе қар.

Қажетті құралдар: 2 пробирка, өлшемді мензурка, колба, кристаллизатор.

Екі пробирканың біреуіне ацетоннан 3 мл, екіншісіне сірке альдегидінен 3 мл құйып, екеуіне 5 грамнан фосфор (V) хлориді ұнтағын қосады. Қоспаны шайқай отырып, мұзды немесе қары бар суда салқындатады. Фосфор (V) хлориді толық ерігенше шайқайды да, оған 10-15 мл суық су қосады. Сонда бірінші пробиркада суда ерімейтін -2,2-дихлорпропан түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңдар.

Ал екінші пробиркаға су қосқанда еріп, қайтадан альдегид түзіледі. Осы екеуінде түзілетін зат суда ерімейді, бірақ тез арада гидролизденіп, тұз қышқылы және ортафосфор қышқылы түзіледі.

Бақылау сұрақтары

1. Ацетонды зертханалық жолмен қалай алуға болады?
2. Альдегидтер мен кетондарды қандай сапалық реакциялармен анықтауға болады?
3. Ацетонның ерігіштік қасиеті қандай ?
4. Альдегидтер мен кетондар қандай қосылу реакциясына қатысады?
5. Альдегидтер мен кетондардың орынбасу реакциясына қатысуы қалай жүреді?

№14 Зертханалық жұмыс

Бір негізді қаныққан карбон қышқылдары

Қышқылдар және оның тұздарының судағы ерігіштігі

Реактивтер: Құмырска қышқылы, сірке, қышқылы, май (изомай), қышқылы, стеарин және пальмитин қышқылы, диэтил эфирі немесе бензол, дистилденген су.

Қажетті құралдар: Пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Жеке пробиркаларға зерттелетін қышқылдардан аздап тамызып (0,5 г) немесе кристалдарын салып, оның үстіне 2 мл су қосып, бөлме температурасында шайқайды. Қай қышқылдың суда жақсы еритініне бақылау жасап, ерімегендерін аздап қыздырады. Салқындағаннан соң байқалған құбылыстарды жазып алады. Алынған ерітінділерді келесі тәжірибелерге қолдануға болады. Қышқылдардың топтары артқан сайын ерігіштігі артады, ал радикал саны артқан сайын ерігіштігі кемиді.

Карбон қышқылдарының қышқылдығын минералды қышқылдармен салыстыру

Реактивтер: 0,1 н құмырсқа, сірке, май, тұз қышқылдарының ерітінділері.

Қажетті құралдар: Пробиркалар, өлшеуіш мензурка, пипетка, индикатор қағазы.

Индикатор қағазына қышқыл ерітінділерін пипеткамен тамызады. Индикатор қағазының шкаласы бойынша олардың рН-ын анықтап салыстырады.

Алынған нәтижелерді жұмыс журналына жазады.

Құмырсқа қышқылы және оның қасиеттері

Реактивтер: құмырсқа қышқылы немесе натрий формиаты, хлороформ, 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісі, 1%-дық күміс нитраты ерітіндісі, 5%-дық аммиак ерітіндісі, концентрлі H_2SO_4 ізбес суы, 5%-дық калий пермангаты ерітіндісі, хром оксиді (VI).

Қажетті құралдар: Сулы жылытқыш, газ жүретін түтік, пипетка, пробирка, кері салқындатқыш.

а) Пробиркаға 5-6 тамшы хлороформ тамызып 2-3 мл 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісін құйып, пробирканы кері салқындатқышпен жалғанған тығынмен жауып араластыра отырып абайлап 3-4 минут қыздырады. Қоспа қайнамау керек, себебі хлороформ буланып ұшып кетеді.

Хлороформды гидролиздеу арқылы алынған құмырсқа қышқылының түзілу реакциясын жазыңыздар! Сілтілі ортада құмырсқа қышқылының тұзы натрий формиаты түзіледі.

ә) Құмырсқа қышқылының күміс гидроксидінің аммиактағы ерітіндісімен әрекеттесуі.

Пробиркаға алдыменен күміс гидроксиді ерітіндісін дайындайды. Ол үшін 1%-дық күміс нитраты ерітіндісінің 1-2 мл ерітіндісіне 1-2 тамшы 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісін қосады. Түзілген күміс гидроксиді тұнбасын 5%-дық аммиак ерітіндісін тамшылата қосып ерітеді. Алынған мөлдір ерітіндіге хлороформ гидролизі кезінде түзілген натрий формиатының 0,5 мл ерітіндісін қосады. Реакциялық қоспасы бар пробирканы бірнеше минут сулы жылытқышта қыздырады (60-70°C). Металдық күміс айна тәрізді болып пробирка қабырғасында түзіледі немесе қою тұнба болады.

Натрий формиатының күміс гидроксидімен тотығу реакция теңдеуін жазыңыздар!

б) Құмырсқа қышқылының калий перманганаты ерітіндісімен тотығуы.

Пробиркаға 0,5 г құмырсқа қышқылын немесе оның тұзын алып 0,5 мл 10%-дық күкірт қышқылы және 1 мл 5%-дық калий пермангаты ерітіндісін құйып пробирканы газ жүретін түтікпен жалғап жауып түтіктің ұшын 2 мл ізбес суы құйылған пробиркаға батырады да пробиркадағы реакциялық қоспаны қыздырады. Пробиркада қандай өзгерістер байқалады ?

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

в) Құмырсқа қышқылының хром оксидімен тотығуы (VI) (тартпа икафта!).

Пробиркаға 1 г хром оксидін салып 2,5 мл құмырсқа қышқылын қосады. Бірнеше минуттан кейін күшті реакция жүріп, қоспа қайнайды. Реакциялық қоспа түсінің өзгеруін бақылаңыздар!

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

г) Құмырсқа қышқылын концентрлі күкірт қышқылы қатысында қыздырып ыдырату (тартпа икафта!).

Құрғақ пробиркаға 1 мл құмырсқа қышқылын немесе оның 1 г тұзын алып 1 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Пробиркаға газ жүретін түтікпен жалғап жауып абайлап қыздырады. Құмырсқа қышқылы көмір қышқыл газы (II) мен су түзе ыдырайды. Бөлінген көмір қышқыл газын газ жүретін түтік ұшынан жағып көреді. Жалынның түсіне назар аударыңыздар! Реакция аяқталғаннан кейін улы газдың бөлінуін тоқтату үшін реакциялық қоспасы бар пробирканы бірден салқындату керек!

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Сірке қышқылын оның тұздарынан алу.

Реактивтер: Натрий ацетаты CH_3COONa (сусыз) және 10%-дық ерітіндісі, концентрлі H_2SO_4 қар (мұз), магний және мыс оксиді, темір хлориді (III), метилоранж, лакмус, фенолфталеин.

Қажетті құралдар: Колба, пробирка, газ жүретін түтік, өлшеуіш мензурка, спирт шамы, стакан, шырпы.

а) Сірке қышқылын алу. Колбаға 1 г құрғақ натрий ацетатын салып, үстіне 2-3 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындайды. Газ жүретін түтіктің екінші ұшын қар немесе мұз салынған стаканға батырылған пробиркаға енгізеді. Қоспада реакция бірден жүре бастайды. Қоспаны қайнатпай, баяу қыздырып, сірке қышқылын газ жүретін түтік

арқылы пробиркаға айдайды. Пробиркада таза сірке қышқылының кристалдары пайда болады (Егер бөлінген сірке қышқылын салындатпай жинаса көк лакмус қағазы түсінің өзгеруінен немесе ісінен байқайды).

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

ә) Этил спиртіні тотықтыру арқылы сірке қышқылын алу.

Реактивтер: Этил спирті, H_2SO_4 , калий хроматы.

Қажетті құралдар: Колба, пробирка, өлшеуіш мензурка, спирт шамы, стакан.

Колбаға хром тұзының қоспасынан (майдаланған дихромат калий тұзына концентрлі H_2SO_4 қосып (1:1) алдын ала даярлайды) 6-8 мл құйып оның үстіне сұйытылған (1:4) этил спиртінен 5-6 мл қосып, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітіп, түтіктің екінші ұшын қар немесе мұзы бар стакандағы пробиркаға енгізеді. Қоспаны баяу қыздырады. Пробиркаға жиналған сірке қышқылы таза болмай, құрамында альдегид және эфир болуы мүмкін. Ондағы түзілген қышқылды иісі арқылы байқауға болады. Дихроматты калий күкірт қышқылымен әрекеттескенде атом аралық оттегі, ол спиртті альдегидке дейін, альдегидті қышқылға дейін тотықтырады. Кейде қышқыл иісінен альдегид иісі басым болуы мүмкін. Ондай жағдайда ерітіндідегі қышқылды содамен нейтралдап, ерітіндіні қыздырғанда альдегид буланып кетеді. Қалған қоспаға тұз қышқылын қосып қыздырса, сірке қышқылының иісі анық білінеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

б) Сірке қышқылының қышқылдық қасиеті. Үш пробирка алып 1 мл 10%-дық сірке қышқылы ерітінділерін құяды. Бірінші пробиркаға 1-2 тамшы метилоранж, екіншісіне 1-2 тамшы көк лакмус, ал үшіншісіне 1%-дық фенолфталеиннің спирттегі ерітіндісін тамызады. Қай пробиркадағы сірке қышқылы ерітіндісінің түсі өзгереді?

Қорытындысын жазыңыздар.

в) Сірке қышқылының натрий карбонатымен әрекетесуі.

3-4 мл 10%-дық натрий карбонаты ерітіндісіне 2-3 мл сірке қышқылын құяды. Не байқалады?

Реакция теңдеуін жазыңыздар. Сірке қышқылы натрий сульфаты және хлоридімен реакцияға түсе ме?

г) Сірке қышқылының магний және мыс оксидімен әрекетесуі.

Пробиркаға 2-3 мл сірке қышқылын құйып аздап магний қосып пробирканы газ жүретін түтікпен жалғап жабады. Біраз уақыттан кейін бөлінген газды жағып көреді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Пробиркаға салынған 0,2 г мыс оксидіне (II) 2-3 мл сірке қышқылын құйып, соңынан пробирканы ақырын қыздырады.

Ерітінді түсіне назар аударыңыздар! Реакция теңдеуін жазыңыздар.

ғ) Темір ацетатын алу және оның гидролизі. Пробиркаға 2-3 тамшы 10%-дық натрий ацетаты ерітіндісін құйып бірнеше тамшы 3%-дық темір хлориді ерітіндісін қосады. Нәтижесінде темір гексаацетаты хлоридінің комплексті тұзының сарғыш-қызыл түсті ерітіндісі түзіледі $[\text{Fe}_3(\text{OH})_2\text{H}_3\text{COO}]_6^+\text{Cl}$. Ерітіндіні қайнатса комплексті тұзды гидролизі жүреді. Яғни қоңыр қызыл түсті үлпек тәрізді темір ацетаты (III) түзіледі.

Темір ацетаты мен оның гидролиз реакциясының теңдеуін жазыңыздар!

д) Сірке қышқылының калий перманганаты ерітіндісімен тотығуы.

Пробиркаға 0,5 мл сірке қышқылын алып 2,5 мл 5%-дық күкірт қышқылы және 5 мл 1%-дық калий пермангаты ерітіндісін құйып реакциялық қоспаны араластырады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Карбон қышқылдарының орынбасу реакцияларына қатысуы

Реактивтер: сірке қышқылы, металдық Na, Mg, CuO, NaOH, Na₂CO₃, фенолфталеин, ізбес суы.

Қажетті құралдар: пробирка, газ жүретін түтік, стакан, спирт шамы, өлшемді мензурка.

1. Металдардың әсері. Пробиркаға 2-3 мл сірке қышқылын құйып, оған натрий металынан 2-3 түйір салып аузын сүйірленген газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітеді. Реакция активті жүреді де, газ бөліне бастайды. Оны газ жүретін түтіктің ұшында жағып көруге болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

2. Тотықтармен әрекеттесуі. Пробиркаға 2-3 мл сірке қышқылын құйып, оның үстіне металл Mg, CuO салып аузын сүйірленген газ жүретін түтігі бар тығынмен бекітеді. Реакция активті жүреді де, газ бөліне бастайды. Оны газ жүретін түтіктің ұшында жағып көруге болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

3. Негіздермен әрекеттесуі. Пробиркаға 2-3 мл фенолфталеинмен боялған сұйытылған NaOH құйып, оған ерітінді түссізденгенше сірке қышқылын қосқанда ерітінді тұзы түзіледі. Оны ерітінді түсінің өзгеруінен байқауға болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

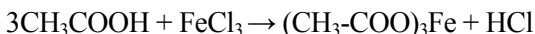
Қышқылдар мен олардың тұздарының кейбір қасиеттері.

Темір тұзының түзілуі.

Реактивтер: FeCl₃ ерітіндісі, CH₃COONa ерітіндісі, мұз немесе қар.

Қажетті құралдар: 2 пробирка, өлшемді мензурка, колба, кристаллизатор.

Пробиркадағы 3 мл CH₃COONa ерітіндісіне бірнеше тамшы FeCl₃ ерітіндісін қосқанда, қоспа қызыл түске боялады. Онда темір ацетаты түзіледі:



Қоспаны ары қарай қыздырса, темірдің комплексті тұзы түзіледі:



Бақылау сұрақтары

1. Қышқылдар және оның тұздарының судағы ерігіштігі қандай?
2. Карбон қышқылдарының қышқылдығын минералды қышқылдармен салыстырыңдар?
3. Сірке қышқылын және оның тұздарын қалай алады?
4. Карбон қышқылдары тотыққанда қандай өнімдер түзіледі?
5. Сірке қышқылы мен көмір қышқылының қышқылдық қасиеттерін салыстырып қандай қорытынды жасауға болады?

№15 Зертханалық жұмыс

Жоғары молекулалы қаныққан карбон қышқылдары

Сабыннан қышқыл алу

Реактивтер: сабын, 10%-дық күкірт қышқылы, дистилденген су

Қажетті құралдар: стакан, өлшеуіш мензурка, шыны таяқша, спирт шамы.

Стаканға 50 мл су құйып, оған жұқалап кесілген қатты сабынды салып қыздыра отырып, шыны таяқшамен салынған сабын толық ерігенше араластырады. Сабын ерітіндісінен 3-4 мл пробиркаға құйып, оның үстіне 10%-дық күкірт қышқылынан 2 мл қосып, қайнағанша қыздырады. Сол кезде сабын құрамындағы қышқыл май сияқты қоспаның бетіне қалқып шығады. Қоспаны суытқанда бетіндегі қышқыл қатты күйге айналады. Ол сабын құрамында болатын стеарин қышқылы.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Сабынның гидролизденуі

Реактивтер: этил спирті, сабын, фенофталеин, дистилденген су

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Пробиркаға 4-5 мл этил спиртіні құйып, оған сабын түйірлерін салып, қыздыра отырып еріту керек. Пайда болған ерітіндіден 1-2 мл фенофталеин тамызғанда ерітіндіде ешқандай өзгеріс байқалмайды. Оның үстіне бірнеше тамшы дистилденген су қосқанда, ерітінді алдымен қызыл түске боялады. Мұның өзі сабын суда ерігенде сілтілік қасиет көрсететінін дәлелдейді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Сабынның тұздармен әрекеттесуі

Реактивтер: сабын, 5%-дық кальций хлориді, мыс сульфаты және қорғасын ацетаты ерітінділері, дистилденген су.

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Жоғары тәжірибеден қалған сабын ерітіндісінің біріншісіне 1 мл 5%-дық кальций хлориді ерітіндісін, екіншісіне 1 мл 5%-дық қорғасын ацетаты ерітіндісін, үшіншісіне 1 мл 5%-дық мыс сульфаты (II) ерітіндісін қосады. *Не байқалады?*

Кальций хлориді сабын құрамындағы қышқылмен қосылып, суда ерімейтін тұнба түзеді. Кермек суларда болатын кальций және

магний гидрокарбонаттарымен суда әрекеттесіп, тұз түрінде тұнба түзеді. Қорғасын сабыны медицинада қорғасын пластрі ретінде қолданылады. Мыс сабынды тұнбасы бар пробирканы (ақшыл көгілдір түсті) қайнай бастағанша қыздырады. Нәтижесінде мысты сабын жасыл түсті сақина болып бетіне қалқып шығады. Егер ертіндіде натрий тұзының артық мөлшері болса жасыл сақина түзілмейді. Ондай жағдайда тағы да 5%-дық мыс сульфаты (II) ерітіндісін қосады да қоспаны қайтадан қайнағанша қыздырады.

Реакция теңдеуін жазып, себебін түсіндіріңіздер.

Са-, Pb- және Cu сабындарының еруі

Реактивтер: Са-, Pb- және Cu сабындары, 10%-дық сірке, тұз қышқылдары, бензол, дистилденген су.

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Жоғары тәжірибеде алынған Са-сабыны тұнбасының жартысына 10%-дық сірке қышқылын қосады. Тұнба еріп қыздырған кезде май қышқылдарының майлы қабаты түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Са-сабыны тұнбасының екінші жартысын 10%-дық тұз қышқылы ерітіндісінде ерітеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Pb-сабыны сірке және тұз қышқылымен де әрекеттеседі. Оған да сондай тәжірибе жасап *реакция теңдеуін жазыңыздар?*

Суда ерімейтін май қышқылдарының сабыны органикалық еріткіштерде ериді.

Cu-сабыны тұнбасы бар пробиркаға 1 мл бензол қосып әбден араластырады. Нәтижесінде мыс сабынының жасыл түсті бензолды ерітіндісі түзіледі.

Сабынның тұздалуы.

Реактивтер: сабын ерітіндісі, құрғақ натрий хлориді, дистилденген су.

Қажетті құралдар: пробиркалар, шыны таяқша, өлшеуіш мензурка.

Пробиркаға 2-5 мл сабын ерітіндісін құйып оған шыны таяқшамен араластыра отырып құрғақ натрий хлоридін қанық ерітіндіні түзілгенше қосады. Ерітінді қаныққанда сабынның ерігіштігі азаяды да ерітінді лайланады содан соң натрий тұзы мөлдір ерітінді бетіне ірімшік тәрізді болып қалқып шығады.

Бұл процесс қалай аталады ?

Сабының эмульгирленуші қасиеті

Реактивтер: сабын ерітіндісі, құнбағыс майы, дистилденген су.

Қажетті құралдар: пробиркалар, шыны таяқша, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Екі пробиркаға 2-3 тамшы өсімдік майын тамызады. Біріншісіне 2 мл дистилденген су, екіншісіне 2 мл 1%-дық сабын ерітіндісін құяды да, екі пробирканы да әбден шайқап араластырады. Сабыны бар пробиркада ақ сүт тәрізді эмульсия түзіледі, ал су құйылған пробиркадағы май тамшылары біртіндеп бөлініп бетіне қалқып шығады, яғни майдың судағы эмульсиясы тұрақсыз болады.

Бақылау сұрақтары

1. Сабыннан қышқылды қалай алады?
2. Сабынның гидролизденуі қалай жүреді?
3. Са-, Рb- және Си сабындарының ерігіштігі қандай ?
4. Сабынның тұздалу процесі қалай аталады?
5. Сабынның эмульгирлену процесін түсіндіріңіздер?

№16 Зертханалық жұмыс

Екі негізді қанықан карбон қышқылдары

Қымыздық қышқылын алу (тартпа шкафта!)

Реактивтер: Қант, HNO_3 .

Қажетті құралдар: конусты колба, өлшеуіш мензурка, фарфор табақша, спирт шамы, штатив.

Түбі тегіс колбаға 10-15 г қант ұнтағын салып, оның үстіне 50 мл HNO_3 қосып спирт шамы жалынында қоспадан азот диоксиді бөлінгенше қыздырады. Азоттың диоксиді бөлінуі тоқтаған кезде ғана колбада қалған сұйықты фарфор табақшаға құйып, қыздыру арқылы бастапқы бөлімнің жартысына келгенше буландырады, пайда болған қымыздық қышқылын салқындатып, алынған кристалды келесі тәжірибеге пайдаланады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Қымыздық қышқылының ыдырауы.

Реактивтер: қымыздық қышқылы, ізбес суы.

Қажетті құралдар: бүйір қабырғасында түтігі бар колба, спирт шамы, штатив.

Бүйір қабырғасында түтігі бар колбаны штативке бекітіп, оған

аздап қымыздық қышқылын салып, аузын тығындайды. Колбаның бүйір қабырғасына орнатылған газ жүретін түтік болады. Қоспаны қыздырғанда қымыздық қышқылы CO_2 (ізбес суын лайлайды) мен CO (жанады) ыдырайды. *Егер катализатор ретінде күкірт қышқылын қолданса, қандай заттарға ыдырайды.*

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Қымыздық қышқылының тотығуы.

Реактивтер: қымыздық қышқылы, KMnO_4 , сұйытылған H_2SO_4 .

Қажетті құралдар: пробирка, өлшеуіш мензурка, газ жүретін түтік, спирт шамы, штатив.

Аузында газ жүретін түтігі бар пробиркаға концентрлі қымыздық қышқылын аздап құйып, оның үстіне сұйытылған күкіртті қышқылын және 5-6 мл KMnO_4 ерітіндісін қосып аузын жауып, газ жүретін түтіктің ұшын ізбес суына батырып, қоспасы бар пробирканы жайлап қыздырса, KMnO_4 түсі бірден жойылып, бөліне бастайды. Тәжірибе кезінде KMnO_4 күкірт қышқылымен қосылып, оттегі бөлінеді, бөлінген оттегі қымыздық қышқылын CO_2 -ге дейін тотықтырады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Натрий оксалатын алу

Реактивтер: натрий формиаты, 10%-дық кальций хлориді ерітіндісі.

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, газ жүретін түтік, спирт шамы, штатив.

Құрғақ пробиркаға 1-1,5 г натрий формиаты тұзын салып спирт шамында қыздырады.

Тұз кристалдары еріп, соңынан кристаллизацияланған судан тазаланған натрий формиаты қайтадан қатты болады. Осы кезде пробирканы газ жүретін түтікпен жауып қыздыруды жалғастырады. Тұз ыдырап газ тәрізді сутегін бөледі, оны түтік ұшына жалын апарып тексеруге болады. Қыздыруды сутегінің бөлінуі тоқтағанша жалғастырады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Түзілген қымыздық қышқылын анықтау үшін: салқандатқаннан кейін пробиркаға 4-5 мл су құяды. Ерітіндіні сүзіп сүзілген ерітіндіге 10%-дық кальций хлориді ерітіндісін тамшылатып қосады. Нәтижесінде кальций оксалаты тұнбаға түседі. Кальций оксалаты тұнбасын екіге бөледі: біріншісіне 10%-дық тұз қышқылы ерітін-

дісін, екіншісіне 10%-дық сірке қышқылы ерітіндісін қосады. Қандай пробиркадағы кальций оксалаты ериді?

Реакция теңдеулерін жазыңыздар ?

Қымыздық қышқылының калий тұзын алу.

Реактивтер: 1 н қымыздық қышқылы және 1н калий гидроксиді ерітінділері.

Қажетті құралдар: пробиркалар, бюретка, өлшеуіш мензурка, штатив.

Пробиркаға бюреткадан 2 мл 1 н қымыздық қышқылы ерітіндісін құйып, екінші бюреткадан 1 мл 1 н калий гидроксидін құяды. Қымыздық қышқылының қышқыл калий тұзы тұнбаға түседі. Калий гидроксиді ерітіндісін одан ары қарай қоса берсе тұнба еріп кетеді.

Қымыздық қышқылының толық және орташа калий тұздарының түзілу реакциясын жазыңыздар?

Кальций, қорғасын және мыс оксалаттарын алу.

Реактивтер: 10%-дық кальций хлориді, қорғасын ацетаты және мыс сульфаты ерітінділері, 10%-дық аммоний оксалаты.

Қажетті құралдар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка.

Үш пробирка алып, біріншісіне 1 мл 10%-дық кальций хлориді, екіншісіне қорғасын ацетаты және үшіншісіне мыс сульфаты ерітінділерін құйып әрқайсысына 10%-дық аммоний оксалаты ерітіндісінен қосады. Барлық пробиркаларда тұнба түзіледі.

Реакция теңдеулерін жазыңыздар?

Ескерту: аммоний оксалатын 10%-дық қымыздық қышқылы ерітіндісіне аммиак ерітіндісін тамшылатып лакмус бойынша нейтралды реакцияға дейін қосу арқылы алуға болады.

Бақылау сұрақтары

1. Қымыздық қышқылын зертханалық жолмен қалай алады?
2. Қымыздық қышқылының ыдырауы нәтижесінде не түзіледі?
3. Қымыздық қышқылының тотығу өнімі қандай?
4. Қымыздық қышқылының калий тұзын қалай алады?

№17 Зертханалық жұмыс

Күрделі эфирлер. этерификация реакциясы Сірке қышқылының этил эфирін алу (Этилацетат)

Реактивтер: сірке қышқылы, этил спирті, концентрлі күкірт қышқылы, натрий хлоридінің қанық ерітіндісі, CuSO_4 .

Қажетті құралдар: 2 пробирка 2 кері салқындатқыш, сулы жылытқыш, пипетка, мензурка.

Реакция катализатор минералды қышқылдар қатысында жүреді. Минералды қышқылдардың рөлін анықтау үшін тәжірибені катализатор қатысында және катализатор қатысынсыз жүргіземіз.

1. Ол үшін бірінші пробиркаға 2 мл этил спиртімен 2 мл мұзды сірке қышқылын және 1 тамшы концентрлі күкірт қышқылын құйып араластырамыз.

2. Екінші пробиркаға дәл сондай мөлшерде реагенттерді құямыз, бірақ күкірт қышқылын қоспаймыз.

Екі пробирканы кері салқындатқышпен жалғап, араластыра отырып $65-70^\circ\text{C}$ температурада сулы жылытқышта 8-10 минут қыздырамыз (*Реакциялық қоспа қайнамау керек*). Содан кейін екі пробирканы да салқындатамыз. Екі пробиркадағы түзілген этилацетатты бөлу үшін 3-4 мл қаныққан натрий хлоридінің ерітіндісін қосамыз. Сонда этилацетат түссіз, жағымды иісті сұйық бетіне калқып шығады.

Реакцияда пайда болған эфирді пипеткамен немесе бөлгіш воронкамен бөліп алады. Алынған эфир таза болмайды, себебі пайда болған эфир сумен гидролизденіп, қайтадан спирт және қышқыл түзеді. Бұл процесс реакция тепе-теңдік қалыпқа келгенше жүреді. Реакция нәтижесінде эфирден басқа судың бөлінгеніне көз жеткізу үшін сусыз CuSO_4 қосып қыздырса, эфир түзілген сайын тұздың түсі біртіндеп көк түске айнала бастайды. Себебі реакция нәтижесінде ол бөлінген суды сіңіріп, кристаллогидратқа айналады. Реакция нәтижесінде бөлінген эфирді тазалау үшін оны айдау керек.

Екі пробиркада түзілетін этилацетаттың мөлшері бірдей ме? Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Минералды қышқылдың рөлі қандай? Не себепті минералды қышқылдың артық мөлшерін қосса эфир түзілмейді?

Күрделі эфирлердің гидролизі

Реакция жағдайының реакция жылдамдығына әсері.

Реактивтер: этилацетат, 20%-дық күкірт қышқылы, 30%-дық натрий гидроксиді.

Қажетті құралдар: 3 пробирка, 3 кері салқындатқыш, сулы жылытқыш, мензурка.

Үш пробиркаға 2-3 мл этилацетат құямыз. Біріншісіне 1 мл су, екіншісіне 1 мл 20%-дық күкірт қышқылы ерітіндісін, үшіншісіне 1 мл концентрлі натрий гидроксиді ерітіндісін (30%-дық) құямыз. Пробиркаларды кері салқындатқыштармен жалғаймыз. Реакциялық қоспаны шайқап араластырып, содан кейін 5-10 мин сулы жылытқышқа қоямыз (сулы жылытқыш температурасы 65-75°C болу керек). Тәжірибе аяқталғаннан кейін нәтижелерін салыстырамыз. Әр пробиркадағы этилацетат көлемі қаншалықты азаяды? Осыған байланысты гидролиз реакциясының қышқылды, сілтілі және нейтралды ортадағы жылдамдығы жайлы қорытынды жасалады.

Этилацетаттың әртүрлі ортадағы гидролиз реакциясының теңдеуін жазыңыздар?

Сірке қышқылының этил эфирінің қасиеттері (этилацетат)

Сірке қышқылының этил эфирінің NaOH-қа әсері.

Реактивтер: этилацетат, 2%-дық NaOH, 10%-дық HCl, металдық Na, 10%-дық H₂SO₄, ізбес суы.

Қажетті құралдар: сүзгі қағаз, конго қағазы (индикатор), пинцет, скальпель, стакан, газ жүретін түтік, мұз, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Пробиркаға 1 мл этилацетат құйып, араластыра отырып этилацетат толық ерігенше 2%-дық NaOH тамызады. Басқаша 3 пробиркаға әрқайсысына 1 мл этилацетат құйып біріне су, екіншісіне NaOH, үшіншісіне H₂SO₄ қосып сулы жылытқышта қыздырады.

Нәтижесін байқап түсіндіріңіздер?

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Этилацетаттың таутомерлі өзгеру схемасы мен NaOH-пен реакциясын жазыңыздар?

Этилацетаттың қандай формасы: кетонды және енолды формаларының NaOH-пен реакцияға түсетінін көрсетіңіз. Алынған түссіз ерітіндіге 10%-дық HCl конго бойынша қышқылдық реакция көрсеткенше қосады. Түзілген этилацетат майлы қабат болып бөлінеді.

Сірке қышқылы этил эфирінің натрий тұзын алу

Реактивтер: этилацетат, натрий металы.

Қажетті құралдар: пробирка, скальпель, сүзгі қағаз, мұзды су құйылған стакан.

Пробиркаға 1 мл этилацетат құйып, оған оксид пленкасынан тазартылған натрий металының бір кішкене түйірін салады. Натрий реакцияға түскеннен кейін пробирканы мұзы бар стаканда суытады. Түзілген натрийлі этилацетат тұнбаға түседі. $(\text{CH}_3\text{-CONa)-COOC}_2\text{H}_5$.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Сірке қышқылды этил эфирінің кетондық ыдырауы.

Реактивтер: этилацетат, 10%-дық H_2SO_4 натрий металы, ізбес суы, натрий нитропруссиді.

Қажетті құралдар: пробиркалар, газ жүретін түтік, мұзды су құйылған стакан.

Пробиркаға 1 мл этилацетат және 2 мл 10%-дық H_2SO_4 құяды. Пробирканы газ жүретін түтікпен жалғап, жауып түтіктің бір ұшын 3 мл ізбес суы құйылған пробиркаға батырады. Реакциялық қоспаны араластырып, ақырындап қайнағанша қыздырады. Этилацетаттың гидролизденуімен ацетосірке қышқылының декарбоксилденуі жүреді. Реакция барысында бөлінгенін ізбес суының лайланғанынан байқауға болады. Содан соң бос пробиркаға бөлінген сұйықтан бірнеше тамшы құйып алып, сыртынан мұзбен суытады. Қабылдағыш пробиркаға 1 мл су құйып, алынған ерітіндіден ацетонды анықтауға болады (натрий нитропруссидімен).

Этилацетаттың кетондық ыдырау реакциясының теңдеуін және ацетоннан йодоформның түзілуін жазыңыздар?

Пробиркаға 1-2 тамшы ацетосірке қышқылы эфирін тамызып, үстіне 2 мл су құйып, 1 тамшы 2%-дық темір хлориді (III) ертіндісін тамызамыз. Нәтижесінде біртіндеп түзілкен ацетосірке қышқылы эфирінің енолды формадағы темір тұзының күлгін түсі пайда болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Сірке қышқылының этил эфирін алу жолы қандай?
2. Күрделі эфирлердің гидролизінің механизмі қандай?
3. Неліктен сілтілі ортадағы гидролиз қайтымсыз?
4. Сірке қышқылының этил эфирінің қасиеттері қандай?
5. Сірке қышқылы этил эфирінің натрий тұзын қалай алады?
6. Сірке қышқылы этил эфирінің кетондық ыдырауының нәтижесінде не түзіледі?

№ 18 Зертханалық жұмыс

Майлар

Майлардың ерігіштігін анықтау.

Реактивтер: этил спирті, этилацетат, өсімдік майы, жануар майы, 10%-дық күкірт қышқылы, ас тұзының қанық ерітіндісі, сабын, натрий гидроксиді, натрий карбонаты, марганцовка.

Қажетті құралдар: 3 пробирка, пипетка, шыны түтігі бар тығын, сулы жылытқыш.

Этил спирті, төрт хлорлы көміртегі, этилацетаттан 3 пробиркаға құйып, әр қайсысына бірнеше тамшыдан өсімдік майын тамызады. Ерігіштікті майдың еру мөлшеріне қарай анықтайды.

Май құрамындағы глицеринді анықтау.

Калий гидросульфатының 2 г ұнтағына 5-6 тамшы өсімдік майын қосып, қыздырады. Қоспадан тыныс мүшелерін қатты тітіркендіретін өткір иісті, ақшыл бу бөлінеді. Май гидролизденіп, глицеринге және қышқылға айналады. Глицерин құрамынан гидросульфат суды сіңіріп алғанда акролейнге айналады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Май құрамындағы қанықпаған қышқылдарды Е.Е. Вагнер реакциясы бойынша анықтау.

Пробиркаға 5 мл май (күнбағыс, мақта, балық, т.б.) құйып, оған 2 мл калий перманганаты ерітіндісінен араластырғанда ол түссізденеді. Яғни қос байланысы бар қанықпаған қышқылдар калий перманганатымен тотығады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Майдың гидролизденуі.

Жануар майларынан (сыыр, қой, т.б.) 2-3 г салып, оның үстіне 8 мл этил спиртің, 2-3 г NaOH, 3-4 мл су қосып аузын салқындатқыш қызметін атқаратын ұзындығы 40-50 см шыны түтігі бар тығынмен бекітіп, сулы жылытқышта қыздырады. (Пайда болған қоспаның гидролизденгенін анықтау үшін аздап пробиркаға құйып алып, үстіне дистилденген су қосады, толық гидролизденгенше қоспа қалдықсыз еріп кетеді). Гидролизденуден түзілген спиртті қоспадан қыздырғанда спирт буланып кетеді. Қалған қоспадан аздап пробиркаға құйып, оған қышқылдық орта түзілгенше 10%-дық күкірт қышқылын қосады. Нәтижесінде май қышқылы бөлінеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Өсімдік майын қағазда экстракциялау.

Реактивтер: Этил спирті, этилацетат, бензол, эфир, өсімдік майы.

Қажетті құралдар: сүзгі қағаз, капилляр.

Сүзгі қағазының бір бөлігіне капиллярмен диаметрі 5-6 мм болатындай етіп өсімдік майын тамызады. Осындай 4 үлгі дайындайды. Әр май нүктесінің ортасына капиллярды қағазға перпендикуляр ұстап диаметрі 20 мм болатындай біріншісіне этанол, екіншісіне этилацетат, үшіншісіне бензол, төртіншісіне эфир тамызады. Органикалық ерітінділер – этилацетат, бензол, эфир ұшып кеткеннен кейін нүкте ортасында майсызданған бос орын қалады, ал этанол тамызған нүкте ешқандай өзгеріссіз қалады.

Тәжірибе нәтижелерін түсіндіріп, жазыңыздар?

Майлардың эмульгирленуі.

Реактивтер: Өсімдік майы, 5%-дық күкірт қышқылы, сабын ерітіндісі, 5%-дық натрий гидроксиді, су, белок.

Қажетті құралдар: 5 пробирка, штатив, өлшеуіш мензурка.

Бес пробиркаға 2-3 тамшы өсімдік майынан тамызып, біріншісіне – су, екіншісіне 3 мл 5%-дық натрий гидроксидін, үшіншісіне 3 мл 5%-дық натрий карбонатын, төртіншісіне 3 мл сабын ерітіндісін, бесіншісіне 3 мл белок ерітіндісін қосады. Барлық пробиркаларды шайқағанда эмульсия түзіледі. Содан соң пробиркаларды штативке бекітіп қояды. 3-5 минут уақыт өткеннен кейін қандай пробиркада тұрақты, қандай пробиркада тұрақсыз (сұйық бетінде май қабаты бар) эмульсия түзілгенін байқауға болады.

Тәжірибе нәтижелерін түсіндіріп, жазыңыздар ?

Майлардың қанықпағандығын йод саны арқылы анықтау

Йод саны – 100 г майға қосылған йодтың грамм мөлшері.

Йод саны көп болған сайын қышқыл құрамында қос байланыс көп болады.

Реактивтер: өсімдік майы, хлороформ, 2%-дық крахмал ерітіндісі,

Қажетті құралдар: 50-100 мл конусты колба, өлшеуіш мензурка, бюретка.

Көлемі 50-100 мл конусты колбаға 10 мл 10%-дық хлороформдағы өсімдік майы ерітіндісін құямыз да, оған 2 тамшы 2%-дық крахмал ерітіндісін және жылдам араластырып, бюреткадан 0,05%-

дық йодтың спиртті ерітіндісін көк түс пайда болғанша тамызамыз (ерітінді бетінде көк сақина пайда болады).

*Тәжірибеге алынған өсімдік майының йод санын есептеңіздер.
Йодтың стеародиолеинге қосылу реакциясын жазыңыздар!*

Майдың қышқыл санын анықтау.

Реактивтер: өсімдік майы, спирт: бензол (1:1) қатынасындағы қоспа, фенолфталеин ерітіндісі, 0,1 н КОН ерітіндісі,

Қажетті құралдар: 50-100 мл конусты колба, өлшеуіш мензурка, бюретка, таразы.

Көлемі 50-100 мл конусты колбаға спирт: бензол (1:1) қатынасындағы қоспадағы 2 г өсімдік майын ерітіп, 2 тамшы фенолфталеиннің спиртегі ерітіндісін тамызамыз. Май ерітіндісіне араластыра отырып бюреткадан 0,1н КОН ерітіндісін ашық алқызыл түс пайда болып, араластырғаннан кейін түсі жойылмағанша тамызамыз.

2 г өсімдік майындағы бос май қышқылдарын нейтралдау үшін қанша мл 0,1 н КОН жұмсалғанын анықтаңыздар?

Бастапқы майдың қышқыл санын есептеңіздер.

Оны қандай мақсатта анықтайды?

Майды КОН титрлегенде қандай реакция жүреді?

Майды термиялық ыдыратқанда акролеиннің түзілуі (тартпа шкафта!).

Реактивтер: өсімдік майы, калий гидросульфаты кристалдары.

Қажетті құралдар: пробирка, спирт шамы, пипетка.

Құрғақ пробиркаға аздап калий гидросульфат кристалдарын салып оған 1 тамшы өсімдік майын немесе сиыр, қой майын қосып алдыменен ақырын, абайлап, соңынан қатты қыздырамыз. Қоспа көмірленеді. Пробиркадан су буы және жеңіл майдың ыдырау өнімдері бөлінеді. Бөлінген заттардан акролеиннің өткір иісін байқауға болады.

Триглицеридтің гидролиз реакциясын жазыңыздар.

Қандай заттың дегидратациялануынан акролеин түзіледі?

Акролеиннің түзілу реакциясын жазыңыздар?

Майдың натрий гидроксидінің спиртті ерітіндісімен сабындануы

Реактивтер: қатты қой немесе сиыр майы, 15%-дық натрий гидроксидінің спиртті ерітіндісі, су, қаныққан натрий хлориді ерітіндісі.

Қажетті құралдар: 50-100 мл конусты колба, сулы жылытқыш, ауа салқындатқышы, мензурка, тығын.

Көлемі 50-100 мл конусты колбаға 1,5-2 г қатты майды салып, 6 мл 15%-дық натрий гидроксидінің спиртті ерітіндісін құяды. Колбаны ауа салқындатқышымен жалғап тығындап жауып қоспаны сулы жылытқышта араластырып 10-12 минут қыздырады. (сулы жылытқыш температурасы 80°C). Реакцияның аяқталғанын анықтау үшін гидролизаттың бірнеше тамшысын 2-3 мл ыстық дистилденген суға құямыз: егер май тамшысы бөлінбей гидролизат толық ерісе, реакция аяқталған деп есептеледі. Сабындану аяқталғаннан кейін гидролизаттан сабынды 6-7 мл ыстық қаныққан натрий хлориді ерітіндісін қосып бөлеміз. Бөлінген сабын ертіндісі бетіне қалқып шығады. Қоспаны тұндырып болған соң сумен салқындатып, қатқан сабынды бөліп алады.

Тристеариннің натрий гидроксидімен сабындану реакциясын жазыңыздар.

Реакция өнімдерін атаңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Майлардың ерігіштігі дегеніміз не және ол қалай анықталады?
2. Май құрамындағы қанықпаған қышқылдарды анықтау әдісі?
3. Майдың гидролизденуі қалай жүреді?
4. Майлардың қанықпағандығын қандай әдіспен анықтайды?
5. Майдың қышқыл саны дегеніміз не?
6. Майды термиялық ыдыратқанда қандай қосылыстар түзіледі?

№ 19 Зертханалық жұмыс

Оксикарбон қышқылдары

Сүт қышқылының ыдырауы

Сүт қышқылының күкірт қышқылы әсерінен ыдырауы

Реактивтер: сүт қышқылы, концентрлі және сұйытылған күкірт қышқылы ерітіндісі, избес суы, 5%-дық KMnO_4 .

Қажетті құралдар: газ жүретін түтік, пробиркалар, өлшеуіш мензурка, штатив, спирт шамы.

Пробиркаға 1 мл сүт қышқылы мен 1 мл концентрлі күкірт қышқылын құйып, аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындап, баяу қыздырады. Шыққан газды су астында пробиркаға жинап жа-

ғады. Газды газ жүретін түтіктің аузында жағуға болады. Реакция нәтижесінде сірке альдегиді, иіс газы, су түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Сүт қышқылының қышқылдық ортада ыдырауы.

Пробиркаға 1 мл сүт қышқылы, 1 мл концентрлі және 1 мл сұйытылған күкірт қышқылы ерітіндісін құйып аузын газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындап штативке бекітіп, түтіктің екінші ұшын ізбес суы құйылған пробиркаға батырады. Қоспаны қайнағанша қыздырады, бөлінген газдың әсерінен ізбес суы лайланады.

Сүт қышқылы ыдырағанда түзілетін құмырсқа қышқылы перманганат әсерінен тотығып, көмір қышқыл газы және суға бөлінеді. Көмір қышқыл газы ізбес суын лайлайды.

Егер ізбес суын сумен алмастырып, қоспаны тағы да аздап қыздырса, суда газ көпіршіктері бөлінеді. Бірнеше минуттан кейін ерітіндіден альдегид иісі сезіледі. Суда еріген альдегид екенін дәлелдеу үшін өткен тәжірибедегідей альдегидке тән реакцияны жасау керек.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Лимон қышқылының ыдырауы.

Реактивтер: лимон қышқылы, күкірт қышқылы, йод кристалдары, ізбес суы.

Қажетті құралдар: газ жүретін түтік, пробиркалар, өлшеуіш мензуркалар, спирт шамы.

Пробиркаға 1 г лимон қышқылын салып, оған 2 мл күкірт қышқылын қосады. Қоспа құйылған пробирканың аузын ұшы сүйір газ жүретін түтігі бар тығынмен тығындап, қыздырғанда бөлінген газды жағуға болады. Жанғандағы жалынның түсін байқау керек. Егер бөлініп жатқан газды ізбес суына жіберсе, ол лайланады.

Қыздыруды тоқтатпай, газ жүретін түтікті ізбес суынан алып, кристалл йод түйірлері мен КОН ерітіндісі құйылған пробиркаға батырады. Бірнеше минуттан кейін КІ ерітіндісі бар пробиркаға түссізденгенше КОН қанық ерітіндісін қосып шамалы қыздырып, одан кейін суытады. Сарғылт түсті йодоформ тұнбасы түзіледі.

Шарап қышқылының тұздарын алу.

Реактивтер: шарап қышқылы, КОН ерітіндісі.

Қажетті құралдар: пробиркалар, шыны таяқша, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Пробиркаға 1 мл концентрленген шарап қышқылын құйып, оның үстіне аз-аздан КОН ерітіндісін шыны таяқшамен араластыра отырып тамызса, қышқыл шарап қышқылы калий тұзының кристалдары түзіледі. Пайда болған тұнбаға артық мөлшерде КОН қосып шайқаса, тұнба түгел еріп, суда ерігіш орта тұз пайда болады.

Оксиқышқылдағы ОН тобының қасиеттері.

Орта тұздардың мыс (II) гидроксидінің әсерінен тотығуы.

Реактивтер: өткен тәжірибеде алынған шарап қышқылының қалыпты тұзы, ерітіндісі, Сегнет ерітіндісі, аммиактағы ерітіндісі.

Қажетті құралдар: пробирка, өлшеуіш мензурка, сулы жылытқыш.

Пробиркаға 1 мл мыс сульфаты, 1 мл КОН ерітіндісін құйғанда, пайда болған жасыл түсті тұнбаға 1 мл (алдыңғы тәжірибеде алынған) шарап қышқыл калий тұзының ерітіндісін тамызып, шайқау керек. Бұл кезде шарап қышқылының орта тұзының құрамындағы 2ОН тобымен әрекеттеседі де, қою көк түсті ерітінді түзіледі.

Егер шарап қышқылды калий тұзының орнына шарап қышқыл калий натрий тұзы (Сегнет тұзы) алынса, онда Фелинг сұйықтығы түзіледі.

Орта тұздардың әсерінен тотығуы.

Шарап қышқыл калий-натрий (Сегнет тұзы) тұзынан 2-3 мл пробиркаға құйып, аммиактағы ерітіндісінен 1 мл қосады да, сулы жылытқышта қыздырады. Реакция нәтижесінде күміс айна түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Сүт қышқылының пирожүзім қышқылына дейін тотығуы

Реактивтер: сүт қышқылы, 5%-дық KMnO_4 , сірке қышқылы, фенилгидразин, сода ерітіндісі.

Қажетті құралдар: колба, пробирка, сүзгі қағаз, спирт шамы, өлшеуіш мензурка.

Колбаға 1 г сүт қышқылын құйып, содамен (лакмус арқылы байқап) нейтралдау керек. Нейтралданған қоспаға 20 мл 5%-дық KMnO_4 қосып, қайнағанша қыздырғанда, бөлінген атомдық оттегі әсерінен сүт қышқылындағы окси топша– кетон топшасына дейін тотығып, пирожүзім қышқылына айналады.

Құрамында пирожүзім қышқылының бар екенін анықтау үшін, ерітіндіні сүзеді. Ерітіндіден 5 мл алып, сірке қышқылынан қосады және фенилгидразиннің сірке қышқылындағы ерітіндісінен бірне-

ше тамшы тамызады. Бірнеше минуттан кейін фенилгидразин пирожүзім қышқылы тұнбаға түседі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Окси қышқылдардың ыдырау өнімдерін салыстырыңыздар?
2. Оксиқышқылдардың ОН тобы бойынша реакцияларын атаңдар?
3. Оксиқышқылдар қалай тотығады?
4. α -Окси қышқылдарға қандай сапалық реакция жүргізуге болады?

№ 20 Зертханалық жұмыс

Алифатты қатардағы нитроқосылыстар

Реактивтер: 3%-дық FeCl_3 (III), 5%-дық NaOH ерітіндісі, концентрлі NaOH, диэтил эфирі, Zn (ұнтағы), 1%-дық фенолфталеиннің спирттік ерітіндісі, лакмус қағазы (қызыл және көк).

Қажетті құралдар: пробиркалар, мензурка, пипетка, спирт шамы.

Нитрометанның таутомериясы. Пробиркаға 2-3 тамшы нитрометан тамызып, қатты араластыра отырып толық ерігенше су тамызады. Нитрометанның сулы ерітіндісінің 1 тамшысын көк лакмус қағазына тамызады. *Индикатор қағазының түсі өзгере ме?* Содан кейін 1-2 тамшы 1%-дық фенолфталеиннің спирттік ерітіндісін қосып, шайқап араластыра отырып, тұрақты қызғылт түс пайда болғанша 5%-дық NaOH ерітіндісін қосады.

Нитрометанның аци-формасы мен натрий гидроксиді арасындағы таутомерлі өзгерісінің реакция теңдеуін жазыңдар?

Нитрометан молекуласының CH_3 тобындағы Н атомының қозғалғыштын түсіндіріңіз?

Алынған ерітіндіге 2-3 тамшы 3%-дық FeCl_3 (III) және 1-2 мл диэтил эфирін қосады. Қоспаны шайқап араластырады. Эфир қабатына өтетін интенсивті бояу байқалады. Бұл бояу темірдің (III) комплексті тұзы мен нитрометанның ациформасының түзілуімен түсіндіріледі. Бұл тұз эфирде ериді.

Нитрометанның тотықсыздануы. Пробиркаға нитрометанның 1-2 мл концентрлі натрий гидроксиді ерітіндісіндегі бірнеше тамшысын құйып шайқап араластыра отырып ерітеді. Содан кейін аздап мырыш ұнтағын қосып реакциялық қоспаны спирт шамында

қыздырады. Пробирканың ұшына ылғалданған қызыл лакмус қағазын жақындатады.

Онда қандай өзгеріс байқалады ?

Пробиркадан бөлінген буды абайлап желпіп иіскейді.

Нитрометанның сілтілі ортада метал мырышпен тотықсыздану реакциясының теңдеуін жазыңыздар ?

Бақылау сұрақтары

1. Нитроқосылыстардың таутомерлену процесін түсіндіріңіздер?
2. Нитрометанның аци- және нитроформасында ортаның рН қалай өзгереді?
3. Нитрометанның сілтілі ортада тотықсыздану өнімі қандай?

№ 21 Зертханалық жұмыс

Алифатты қатардағы аминдер

Реактивтер: ацетамид, этил спирті, бром, концентрлі натрий гидроксиді, металл натрий.

Қажетті құралдар: сулы жылытқыш, Вюрц колбасы (50-100 мл), сулы салқындатқыш, аллонж, иілген газ жүретін түтік, стакандар (100 мл), мұз.

1. Ацетамидтен метиламин алу (тартпа икафта!).

Көлемі 50-100 мл Вюрц колбасына 1г ацетамид, 4 мл су және 1 мл бромды салады (абайлап!). Қоспаны шайқап араластыра отырып бром түсі жойылғанша натрий гидроксидінің концентрлі ерітіндісін тамшылатып қосады да, соңынан сонша көлемдегі натрий гидроксидін қосады. Бұл уақытта колбаны сулы салқындатқышта салқындатады. 10-15 минуттан кейін реакциялық қоспаға қайнатқыш (пемза) салып сулы салқындатқыш пен аллонжды жалғап метиламинді 1-2 мл су құйылған пробиркаға айдап алады. Қабылдағыш пробирканы мұз салынған стаканға батырады, аллонж ұшы суға 0,5 см батып тұруы қажет. Вюрц колбасын құрғатып сүртіп содан кейін асбест торында қыздырады. Айдауды қабылдағыш пробиркадағы сұйық көлемі 3-4 есе артқанда тоқтатады. Метиламиннің өткір ісіне мән беру керек.

Ацетамидтен метиламинді алудың реакция теңдеуін жазыңыздар (Гофман қайтатоптасуы)?

2. Ацетамидтен этиламин алу (тартпа икафта!).

Пробиркаға 0,5 г ацетамид салып 5 мл этил спиртінде ерітеді. Содан кейін метал натрийдің кішкентай 2 түйірін салып, пробир-

каны иілген газ жүретін түтікпен жауып ұшын 2 мл этил спирті құйылған қабылдағыш пробиркаға батырады. Реакциялық қоспасы бар пробирканы анда-санда араластырып отырады. Реакцияны метал натрий толық жойылғанша жүргізеді. Қабылдағыш пробиркадағы ерітіндінің иісін бақылайды. Алынған этиламиннің спирттік ерітіндісін келесі тәжірибелерге пайдалануға болады!

Ацетамидтің тотықсыздану реакциясының теңдеуін жазыңыздар?

Аминдердің қасиеті.

Реактивтер: 0,2 н аммиак, біріншілік, екіншілік және үшіншілік аминдердің ерітінділері, Универсалды рН қағазы, концентрлі NaOH, тетраметиламмоний йодиді, тетраэтиламмоний йодиді, метиламмоний хлориді, 10%-дық NaOH, 5%-тік AgNO₃, 1%-дық фенолфталеиннің спирттегі ерітіндісі, натронды ізбес, концентрлі HCl, мұзды сірке қышқылы, 15%-дық KOH спирттік ерітіндісі, 3%-дық FeCl₃, 5%-дық мыс сульфатының ерітіндісі, хлороформ, 10%-дық натрий нитриті, пикрин қышқылы, қызыл лакмус қағазы.

Қажетті құралдар: фарфор табакша, сулы жылытқыш, иілген газ жүретін түтік, пемза, химиялық воронкалар, стакандар (100 мл), мұз, сүзгі қағаз.

1. Аминдердің жануы және сумен әрекеттесуі. Құрғақ пробиркаға 0,5 г метиламмоний және 1 г натронды ізбесі салады. Қоспаны шыны таяқшамен араластырады. Пробирканы сүйір ұшы бар иілген газ жүретін түтікпен тікелей жалғап қоспаны спирт шамында қыздырады. Газ жүретін түтіктің ұшынан бөлінген метиламинді жағып көреді. Аммиакпен салыстырғанда аминдер ауада жанады. Содан кейін газ жүретін түтіктің ұшына ылғалданған лакмус қағазын жақындатады. Нәтижесінде метиламин суда гидроксид ион түзетіндіктен лакмус қағазы көгереді.

Келесі реакция теңдеуін жазыңыздар:

1. Метиламиннің метиламмоний хлориді мен натрий гидроксидінен түзілуі,

2. Метиламиннің жануы,

3. Метиламиннің сумен әрекеттесуі.

2. Біріншілік, екіншілік, үшіншілік аминдермен аммиактың негіздік қасиеттерін салыстыру.

Универсалды индикатор қағазының бір жолағына аммиак және біріншілік, екіншілік, үшіншілік аминдер тамызады. рН шкаласы

бойынша бояулардың түсін салыстырып, зерттелетін аминдер мен аммиактың рН анықтайды.

3. Аммонийдың төрт орынбасқан гидроксидтерінің түзілуі. Алдыменен ылғал күміс оксидтерін алып алады. Ол үшін 2-3 мл 5%-дық күміс нитратына сілтілік ортаға дейін 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісін қосады. Нәтижесінде қою қоңыр түсті тұнба түзіледі. Оны сүзіп, дистилденген сумен фильтрат түссіз болғанша (күміс оксидінің пептизациясы нәтижесінде) жуады.

Екі пробиркаға 2 мл су құйып оған аздаған тұз мөлшерін салады: бірінші пробиркаға- тетраметиламмоний йодиді, екіншісіне тетраэтиламмоний йодиді. Араластырған кезде бұл тұздар ериді. Әр пробиркаға 2 тамшы 1%-дық фенолфталеиннің спирттегі ерітіндісін құйып, соңынан алынған ылғалды күміс оксидін (AgOH) салады (оны сүзгіден алады). Пробирканы қатты шайқап көлемін 5-7 мл дейін сұйылтады да штативке бірнеше минутқа қалдырады. Түзілген тұнбаның түсін бақылаймыз. Ерітінді ашық малина түске боялады.

Тетраметиламмоний йодидінің ылғал күміс оксидімен, сондай-ақ алынған негіздің диссоциациясының сызба-нұсқасын жазыңыздар. Қандай зат тұнбаға түседі ?

4. Амин тұздарының түзілуі. Метиламинді метиламмоний хлоридімен натронды ізбес қатысында қыздырады. Пробирканың газ бөлініп жатқан тесігіне концентрлі тұз қышқылына малынған шыны таяқшаны жақындатады. Таяқшаның жан-жағы тұманда-нады.

Тәжірибені түсіндіріп реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Екі пробиркаға 1-2 мл-дан біріншісіне 3%-дық FeCl_3 ал екіншісіне 5%-дық мыс сульфатының ерітіндісін құяды. Әр пробиркаға газ тәрізді метиламинді енгізеді. Темір хлоридінің ерітіндісі бар пробиркада қоңыр тұнба түзіледі, ал мыс сульфаты бар пробиркада түзілген көгілдір түсті тұнба ашық-көк түсті комплексті ерітінді түзіп ериді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар (FeCl_3 иондық түрдегі)?

Изонитрилді реакция (тартпа шкафта!).

Бұл реакция тек біріншілік аминдерге тән. Пробиркаға метиламмоний хлоридінің бірнеше кристалдарын қосады да, 2-3 тамшы хлороформ және 1 мл 15%-дық калий гидроксидінің спирттік ерітіндісін қосады. Қоспаны абайлап қыздырады. Нәтижесінде изонитрилдің жағымсыз иісі пайда болады. Изонитрил улы, сон-

дыктан тәжірибе аяқталғаннан кейін 3-4 мл концентрлі тұз қышқылын немесе 10%-дық күкірт қышқылының ерітіндісін қосады.

Келесі реакция теңдеулерін жазыңыздар:

1. Изонитрилдің метиламин, хлороформ және калий гидроксидіен әрекеттесуі;

2. Изонитрилдің тұз қышқылы қатысындағы гидролизі.

5. Біріншілік аминдердің азот қышқылымен реакциясы.

Бұл реакцияны алифатты қатардағы біріншілік аминдерге сапалық реакция ретінде пайдаланады. Пробиркада 1 мл суда 0,2 г метиламмоний хлоридін ерітіп, үстіне 1 мл 10%-дық натрий нитриті ерітіндісін қосады. Реакция қоспасына мұзды сірке қышқылының бірнеше тамшысын тамызса азот кішкентай ауа көпіршіктері түрінде бөлінеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

6. Пикрин қышқылымен реакция.

Аминдердің көпшілігі пикрин қышқылымен жақсы кристалданатын қосылыстар түзеді. Аммиак пен аммоний тұздары мұндай қосылыстар түзбейді.

Пробиркаға 1,5 мл қаныққан пикрин қышқылының сулы ерітіндісін құйып метиламин ерітіндісін жібереді. Қоспаны араластырады, содан кейін пробирканы мұзды су құйылған стаканға батырады. Біраз уақыттан кейін метиламин пикратының кристалдары бөлінеді.

Бақылау сұрақтары

1. Ацетамидтен метиламин мен этиламинді қалай алуға болады?
2. Аминдер қандай қасиет көрсетеді?
3. Біріншілік, екіншілік, үшіншілік аминдермен аммиактың негіздік қасиеттерін салыстырыңыздар?
4. Амин тұздарын қалай алады?
5. Біріншілік аминдердің реакцияларының ерекшеліктерін атаңыздар?

№ 22 Зертханалық жұмыс

Амин қышқылдары

Реактивтер: Амин сірке қышқылы ерітіндісі, мыс қарбонаты, 25%-дық проценттік аммиак ерітіндісі, монохлорсірке қышқылы, натрий нитриті ерітіндісі, тұз қышқылы, сірке қышқылы, нейтралданған формалин ерітіндісі.

Амин сірке қышқылын алу.

1 мл суы бар пробиркаға 4 мл 25%-дық аммиак ерітіндісіне 0,5 г монохлорсірке қышқылын шайқай отырып қосып, аузын тығындап, келесі күнгі сабаққа дейін қойып кету керек. Келесі сабақта қоспаны фарфор табақшаға құйып, құрамындағы аммиак толық бөлінгенше қыздырады. Қыздыру кезінде қоспаға мыс карбонатынан 1 г қосады. Алынған қоспаны сүзіп, сүзіндіні қоймалжың ерітіндіге айналғанша буландырады. Салқындаған кезде амин сірке қышқылының мыс тұзы кристалды түрде тұнбаға түседі. Кристалдан амин сірке қышқылын алу үшін күкіртті сутек қышқылын қосады, сол кезде күкіртті мыс тұзы және амин сірке қышқылы түзіледі. Аммиак суда ерігенде аммоний гидроксидіне айналады.

Амин қышқылдарының сандық құрамын анықтау. 2 мл амин сірке қышқылына бір тамшы қызыл метилді индикаторын тамызса, ол сарғыш түске боялады, яғни бұл ерітіндінің рН 6,2 шамасында нейтрал қасиет көрсеткені. Амин сірке қышқылының осы нейтрал ерітіндісіне нейтралданған формалиннен 1 мл қосса, ерітінді қышқылданып, қоспадағы индикатордың әсерінен қызғылт түске айналады. Сөйтіп метилен-амил-сірке қышқылы түзіледі. Осы жағдайларды ескере отырып, реакция теңдеуін жазыңыздар.

Амин сірке қышқылының мыс тұзын алу.

Жоғарғы тәжірибеден қалған амин сірке қышқылынан пробиркаға 2 мл құйып алып, үстіне 0,5 г мыс (II) оксиді ұнтағын салып қыздырса, ашық көк түске боялады. Ерітіндіні сүзеді, алынған ерітіндіні сулы жылытқышта кристалдану басталғанша қыздырады, одан соң салқындатады. Сонда амин сірке қышқылы мыс тұзының көк түсті ине тәрізді кристалдары тұнбаға түседі.

Мыс (II) оксидінің орнына мыс (II) гидроксидін немесе мыстың гидрокарбонатын пайдаланса да болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар ?

Аминсірке қышқылына азотты және тұз қышқылдарының әсері.

Екі пробирканың біреуіне 1 мл тұз қышқылын, екіншісіне 2 мл натрий нитриті ерітіндісін және бірнеше тамшы концентрлі сірке қышқылын құйып, оның үстіне 2 мл амин сірке қышқылын қосу керек. Қоспаны шайқағанда екінші пробиркадан азот газ түрінде көпіршіктеніп бөлінеді де пробиркада окси сірке қышқылы қалады, ал бірінші пробиркада хлор сірке қышқыл аммоний тұзы $[\text{HOOC}-\text{CH}_2-\text{NH}_3]\text{Cl}$ түзіледі.

Аминқышқылдарын қағазда таралмалы радиалды хроматография әдісімен бөлу.

Реактивтер: Аминқышқылдарының түрлері, хроматографияға арнайы дайындалған жүйе, 0,5%-дық нингидрин ерітіндісі, никель сульфаты ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: Петри ыдысы, хроматография қағазы, шыны капиллярлар, пульверизатор, электроплитка, циркуль.

Жұмысқа аминқышқылдарының (белгісіз және белгілі) топтамасы алынады. Жұмыс алдында нингидрин айқындауышымен бүріккенде қолдың ізі қалмас үшін, қолды сабындап жуу керек.

Хроматографияға арналған қағазды тек сүзгі қағаздың бір бөлігімен ұстау керек.

Хроматографиялық қағаздан диаметрі Петри ыдысынан 1,5 см-ге артық шеңбер жасап кесіп алады. Оның ортасынан циркуль көмегімен диаметрі 1,5-2 см болатындай дөңгелек жасайды. Сол дөңгелекке арақашықтығы 1,5-2 см болатындай өлшеп салыстыру үшін стандарт ретінде белгілі амин қышқылдарының ерітінділерін тамызады (тамшы диаметрі 2-3 мм). Бұдан кейін стандартты амин қышқылдарының шетіне зерттейтін белгісіз қоспа ерітіндісін тамызады.

Әр аминқышқылы жеке капиллярмен тамызылады.

Содан кейін хроматография қағазын кептіріп, қайтадан аминқышқылдарын сол бастапқы нүктесінің үстіне тамызады. Осылайша 3-4 рет қайталайды. Тамызып біткеннен соң хроматограмманы кептіреді де шеңбердің ортасынан жіңішке тесік тесіп, сүзгі қағаздан жасалған өзекшені (фитильді) қояды. Петри ыдысына бутил спирті: су: сірке қышқылының 4:5:1 қатынасынан дайындалған жүйе ерітіндісін құйып хроматограмманы қояды да ыдыстың бетін нығыздап жабады. Хроматограммаға ерітінді өзекше бойымен көтеріліп таралады. Ертіндіні хроматограмма қағазының шетіне 0,5-1 см жеткізбей алады. Содан соң хроматограмманы кептіріп пульверизатордан арнайы дайындалған 0,5%-дық нингидрин ерітіндісімен бүркеді. Айқындауышты бүркеннен кейін хроматограмманы жылы ауада (термостатта немесе электр плитасы үстінде ұстап) кептіреді.

Кептірген кезде қағаздың жанып немесе күйіп кетпеуін қадағалау қажет!

Хроматограмма қағазы кепкеннен соң онда күлгін қызғылт түсті амин қышқылдарының дақтары пайда болады. Хроматограм-

мадағы дақтар жақсы көрініп, сақталу үшін оны никель сульфаты ерітіндісімен сулайды. Әрбір нүктеден шыққан аминқышқылдарының дақтарының таралу коэффициентін R_f өлшеп қоспамен салыстырып белгісіз зат құрамы анықталады.

Белгісіз аминқышқылындарын қоспадан анықтағанда олардың дақтарының түстері мен R_f мәндері стандарт аминқышқылдарына сәйкес келсе ғана сол қышқылға ұқсас деп қорытынды жасалады.

Қағазға енгізілген аминқышқылдары әртүрлі жылдамдықта жылжуы аминқышқылдарының химиялық құрылысына, олардың органикалық еріткіштеріне еру жылдамдығына байланысты.

Қозғалу жылдамдығы R_f бойынша есептеледі.

R_f мәні тек аминқышқылдарының химиялық құрылысына ғана емес хроматографиялық қағаздың сыртына оның тығыздығына және қоршаған орта температурасына да байланысты.

Бақылау сұрақтары

1. Амин қышқылдарын алудың қандай жолдары бар?
2. Амин қышқылдарының сандық құрамын қалай анықтауға болады?
3. Аминсірке қышқылына азотты және тұз қышқылдарының әсері қандай?
4. Аминқышқылдарын қағазда таралмалы және радиалды хроматография әдісімен қалай бөледі?

№ 23 Зертханалық жұмыс

Белоктар

Белоктар, яғни протеиндер, амин қышқылдарының қалдықтарынан құралған, ауыр молекулалы, күрделі органикалық қосылыстар. Белок құрамында әртүрлі амин қышқылдары болғандықтан, белоктарды толық гидролиздегенде әртүрлі амин қышқылдардың молекуласы түзіледі. Белоктар амин қышқылдары тәрізді амфотерлі қасиет білдіретін қосылыстар. Белоктардың кепшілігі суда еріп, коллоидты ерітінді түзеді, кейбіреулері нейтрал ерітіндіде, ал басқа біреулері сілтілік және қышқылдық ортада ери алады. Белоктар пептидтік (-NH –CO-) буындардың жан-жағынан көмірсутек радикалының байланысуы арқылы түзіледі. Осы буындардың және радикалдың түріне қарай белоктар бірнеше топтарға жіктеледі, олар: альбуминдер, глобулиндер, проламиндер, гистондар, склеропротеиндер, нуклеопротеиндер, глюкозопротеин-

дер, фосфорпротеиндер, т.б. Белок ерітінділерін даярлау әртүрлі жолдармен жүзеге асады.

Реактивтер: белок ерітінділері, күкірт қышқылды аммонийдің қанық ерітіндісі, аммоний сульфатының ұнтағы, натрий хлоридінің ұнтағы, магний сульфатының ұнтағы, сірке қышқылы, натрий хлоридінің қанық ерітіндісі, этил спирті, фенол және формалин ерітіндісі, натрий гидроксиді, күкірт, азот, тұз қышқылдары, үш хлорлы сірке қышқылы, сульфосалицил қышқылы, сірке қышқылды қорғасын тұзы ерітіндісі, күкірт қышқылды мыс тұзы ерітіндісі таннин ерітіндісі, темірдің синероидты калий ерітіндісі, пикрин қышқылы, т. б.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, сүзгі қағаз, спирт шамы.

Белокты аммоний сульфаты қатынасында тұнбаға түсіру. Жұмыртқа, ет, сүт белогын аздап үш пробиркаға жеке-жеке құйып, оған күкірт қышқылды аммонийдің қанық ерітіндісін қосып шайқаса, лайланып глобулин тұнбаға түсе бастайды. Қоспаларды екі қабатты сүзгі қағазбен сүзіп, алынған сұйықтықтың бір бөлігін баяу қыздырса, ерітіндіден альбумин үю арқылы бөліне бастайды, қалған бөлігіне аммоний сульфатының ұнтағын еруі тоқтағанша салып шайқаса, қоспа тағы да лайланып, альбумин тұнбаға түседі. Тұздар ерітіндісі арқылы тұнбаға түскен белоктарға су қосса, қайтадан еріп кетеді, *оның себебі не ?*

Магний сульфаты мен натрий хлориді әсерінен белокты тұнбаға түсіру. Екі пробиркаға жұмыртқа белогының 2 мл ерітіндісін құйып, біреуіне әбден ұнтақталған натрий хлоридін, екіншісіне магний сульфатын, ерітінді әбден қаныққанша араластыра отырып салу керек. Біраз уақыттан кейін екі пробиркада да глобулин тұнбасы түзіле бастайды. Қоспаны сүзіп, алынған ерітіндідегі нейтрал ортада тұнбаға түспейтін альбуминді тұнбаға түсіру үшін сұйылтылған сірке қышқылын қосады, сол кезде қоспада қышқыл орта пайда болады да альбумин тұнбаға түседі.

Белокты минерал қышқылдар көмегімен тұнбаға түсіру. Үш пробирканың біреуіне – азот, екіншісіне – күкірт, үшіншісіне – тұз қышқылынан 3 мл құйып, оның үстіне сүт белогынан 1 мл қосса, ақ түсті борпылдақ белок тұнба түзіледі. Қоспаны шайқаса, азот қышқылы бар пробиркадағы тұнба мөлшері арта түседі де тұз және күкірт қышқылы бар пробиркадағы қоспаның, тұнбасы еріп кетеді. Қышқыл әсерінен белоктар дегидратацияланатын болғандықтан, қайтымды реакция түзілмейді.

Белокты органикалық қышқылдар көмегімен тұнбаға түсіру. Екі пробирка алып, екеуіне де сүт белогын құйып, біреуінің үстіне бірнеше тамшы үш хлорсірке қышқылын, екіншісіне сульфосалицил қышқылынан тамызса, екеуінде де белок тұнбаға түсе бастайды. Бұл екі қышқыл белокты анықтауда өте қажетті реактивтер.

Ауыр металл тұздары қатынасында белокты тұнбаға түсіру. Екі пробиркаға 2 мл белок ерітіндісін құйып, біреуіне араластыра отырып, мыс сульфатының ерітіндісінен, екіншісіне қорғасын ацетаты ерітіндісінен бірнеше тамшы тамызса, тұзды ортада нашар еритін белоктар ірімшіктелген тұнба түзеді. Тұз ерітіндісі артық қосылса, тұнба еріп кетеді. Ауыр металдың кейбір тұздары қатысқан кезде бөлінген белоктар қайта ерімейді, сондықтан да (мысалы сынап тұзы) улы болып есептеледі.

Алкалоидты реактивтердің белокқа әсері. Үш пробиркаға 2 мл белок ерітіндісін құйып, үшеуін де екі-үш тамшы сірке қышқылымен қышқылдайды, біріншісіне пикрин қышқылынан тамызса, сарғыш тұнба түзіледі, екіншісіне таннин ерітіндісінен бірнеше тамшы тамызса, ірімшіктелген қанық ерітіндіде еріп кететін тұнба пайда болады, ал үшіншісіне бірнеше тамшы тұз қышқылын тамызып, оның үстіне темірдің синероидты калий ерітіндісінен бірнеше тамшы тамызса, тұнба түзілмейді. Бұл түскен тұнбалар әр түрлі белок заттары.

Фенолдың, формалиннің және спирттің белокқа әсері. Үш пробирканың біреуіне фенол, екіншісіне формалин үшіншісіне этил спиртің құйып, олардың үстіне 1 мл белок ерітіндісін қосады. Үшінші пробиркаға тағы да аздап натрий хлориді кристалын салады. Сонда үшеуінде де (әуелі фенол құйылғаны, содан кейін формалині бар пробиркада) тұнба түзіледі.

Белокты анықтауға арналған түсті реакция

Реактивтер: белок ерітіндісі, концентрлі азот қышқылы, жүн, ақ мақта, табиғи жібек пен жасанды жібек, сүт, ұн, натрий гидроксидінің ерітіндісі, мыс (II) сульфаты ерітіндісі.

Ксантопротеин реакциясы.

а) 2 мл белок ерітіндісіне 1 мл концентрлі азот қышқылын қосады. Белок ұйиды, түсі біртіндеп сарғыш түске айналады. Аздап қыздырса, түсі сарғая түседі. Егер осыған аммиак ерітіндісін тамызса, ұйыған белок еріп, түсі қызғылт сары ерітіндіге айналады.

ә) 3-4 мл азот қышқылы бар пробиркаға ақ мақта және жүн салады. Жүннің түсі сарғаяды да, мақта өзгермейді. Оларды сумен жуғанда, жүннің түсі сарғыш күйінде қалады. Осы сияқты, жібек пен табиғи жібекті тұз қышқылына салғанда табиғи жібекте *Ксантопротейн* реакциясы жүреді де, ал жасанды жібекте белоктық зат болмағандықтан, өзгермей қалады.

б) қаймағы алынған сүтке аздап азот қышқылын тамызғанда белок ұйи бастайды, яғни ксантопротейн реакциясы жүреді.

Биурет реакциясы. 2-3 мл белок ерітіндісіне 2-3 мл натрий гидроксиді ерітіндісін және бірнеше тамшы мыс (II) сульфатының әлсіз ерітіндісін тамызады. Қоспа ашық күлгін түске боялады. Бұл реакция белоктағы пептидті топшаны (-CO-NH-) анықтау үшін жүргізіледі.

Миллон реакциясы. 1 мл белок ерітіндісіне Миллон реактивінен аздап (азотты сынап реактиві) қосса, ақ түсті, қыздырса қызыл-күрең, кей жағдайда қызғылт түсті тұнба түзіледі. Миллон реактиві құрамында фенол топтары бар (желатиннен басқа) белокты органикалық қосылыстарға реактив болады.

Адамкеевич реакциясы. Пробиркаға 2 мл белок ерітіндісін, 1 мл сірке қышқылын және 1 мл глиоксаль қышқыл тұзы ерітіндісін қосып шайқап, оған пробирка қабырғасы арқылы сыздыктата 2 мл концентрлі күкірт қышқылын қосыңдар. Қышқыл мен қоспа аралығында қызыл түс, кейде қою қабатты түрлі-түсті сақиналар байқалады. Егер сақина көпке дейін байқалмаса, пробирканы сәл қозғап, оны спирт шамы жалынында баяу жылту керек.

Белок құрамындағы кейбір элементтерді анықтау.

Реактивтер: жұмыртқа белогы, натронды ізбес, концентрлі тұз қышқылы, натрий гидроксиді ерітіндісі, қорғасын ацетаты.

Нингидрин реакциясы. Бұл реакция α -амин қышқылы бар белоктарға тән. Бір пробиркаға белок ерітіндісінен 2 мл құйып, оның үстіне нингидрин ерітіндісінен 5-6 тамшы тамыза отырып, қоспаны біраз уақыт қыздырса, қоспа қызғылт, одан соң күлгін түске боялады.

Белок құрамындағы азотты анықтау. Шала піскен жұмыртқаның белогын пробиркаға құйып, оған аздап ұнтақталған натронды ізбес салып араластырып, қоспаны қыздырады. Сілті белоктан азотты аммиак күйінде ығыстырып шығарады. Бөлініп жатқан ам-

миакты иісінен, лакмус қағазы көмегімен немесе концентрлі тұз қышқылына батырылған таяқшаның көмегімен анықтауға болады.

Белоктағы күкіртті анықтау.

Пробиркаға шала піскен жұмыртқаның 2 мл белогын құйып, оған концентрлі натрий гидроксиді ерітіндісінен 4-5 мл қосып, қатты қыздырғанда да аммиак иісі сезіледі. Сонымен бірге сілті ішінде белок толық ериді. Белок құрамындағы күкірт натрий сульфиді күйінде немесе басқа еритін тұздар күйінде ерітіндіге өтеді. Ерітіндіден аздап бөліп алып, оған 1 мл қорғасын ацетатының ерітіндісін қосқанда, алдымен қорғасынның (II) гидроксидінің ақ тұнбасын түзіледі. Содан кейін барып құрамындағы күкірт мөлшеріне қарай қоңыр, қара қоңыр немесе қара түсті қорғасын сульфиді тұнбасы түзіледі. Ол Pb^{2+} анионына тән қасиет.

Бақылау сұрақтары

1. Белоктарды тұнбаға түсіргенде не түзіледі?
2. Белоктарды қандай минералды қышқылдармен тұнбаға түсіреді?
3. Белоктарды қандай органикалық қышқылдармен тұнбаға түсіреді?
4. Белоктарға қандай сапалық реакциялар жүргізуге болады?
5. Белоктың құрамындағы N,S элементтерін қалай анықтайды?
6. Белоктарға сапалық реакция теңдеулерін жазыңыздар?

№ 24 Зертханалық жұмыс

Мочевина (карбамид)

Көмір қышқылының екі гидроксил тобы амин тобымен орын алмасқанда түзілетін затты *мочевина* дейді. Мочевина белокты денелердің ыдырау өнімі ретінде адам несепінде 2% шамасында болады. Ыдыраған белоктың азоты 80% шамасында мочевина түрінде белініп шығады. Бұл жоғарғы қысымда аммиак пен көміртек (IV) оксиді, фосген мен аммиак, цианамид пен су қосылғанда алынады.

Реактивтер: карбамид кристалдары, концентрациялы натрий гидроксиді, концентрациялы тұз қышқылы, барий гидроксиді, концентрлі карбамид ерітіндісі, азот қышқылы, қымыздық қышқылы, кристалды карбамид, мыс (III) сульфаты ерітіндісі, 2-3%-дық карбамид ерітіндісі, бромдылау қышқыл натрий гидроксиді ерітіндісі (бромды сілтіге сарғайғанша қосу арқылы даярлайды), азотты қышқыл натрий тұзының ерітіндісі, сұйытылған күкірт қышқылы, формалин.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш цилиндрлер, шыны таяқша, спирт шамы, лакмус қағазы.

Карбамидтің гидролизденуі.

а) 10 мл суы бар пробиркаға 2 г карбамид салып, оған концентрлі натрий гидроксидінен 5 мл қосып, қыздырғанда, бөлінген аммиакты иісі немесе концентрлі тұз қышқылына батырылған таяқшаны жақындату арқылы анықтайды: 0,5 г карбамидті 2-3 мл суға ерітіп, оның үстіне біраз барий гидроксидінің мөлдір ерітіндісін, қосып, қатты қыздырады. Қоспа қайнаған кезде аммиак иісі сезіледі де, барий карбонаты ақ түсті тұнба түзеді және дымқылданған лакмус қағазы бөлініп жатқан аммиак газы әсерінен көгереді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Азот қышқыл карбамид тұзын алу.

5 мл карбамидтің концентрлі ерітіндісіне 2 мл концентрлі азот қышқылын қосқанда, қоспа қызады. Оны суық суда салқындатсақ, азот қышқылының карбамид тұзы тұнбаға түседі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Карбамидтің қымыздық қышқылымен әрекеттесуі

Пробиркаға 3 мл концентрлі карбамид ерітіндісін құйып, оның үстіне 3 мл қымыздық қышқылын қосады. Қоспаны аздап шайқағанда, кристалды тұнба пайда болады.

Биурет түзілу реакциясы. 1 г карбамид кристалын пробиркаға салып қыздырса, алдымен балқиды, содан кейін ыдырап, қайтадан кристалданады. Бұдан аммиак бөлінеді. Оны ылғалданған қызыл лакмус қағазы көмегімен немесе тұз қышқылына батырылған таяқша көмегімен анықтауға болады.

Пробиркадағы қалған кристалды салқындатып, оған 2-3 мл су қосып, аздап қыздырғанда түзілген биурет суда ериді. Түзілген заттың биурет екенін дәлелдеу үшін биуреттің судағы ерітіндісіне 1-2 мл 10 %-дық натрий гидроксиді мен 1-2 тамшы 2%-дық мыс (III) сульфаты ерітіндісін тамызады. Қоспа қызыл-күлгін түсті мыстың комплексті биурет қосылысын береді.

Карбамидтің бромдылау қышқыл натрий тұзы әсерінен тотығуы. Пробиркаға 2 мл 2%-дық карбамид ерітіндісін құйып, оған 2 мл бромдылау қышқыл натрий ерітіндісін тамызады. Тотығу нәтижесінде азот бөліне бастайды. Бөлінген азот мөлшері карбамид мөлшеріне байланысты болады.

Карбамидтің азотты қышқылмен әрекеттесуі. Пробиркаға 2-3 мл 3%-дық карбамид ерітіндісін және сондай мөлшерде азотты

қышқыл натрий ерітіндісін құйып, оның үстіне 1 мл сұйылтылған күкірт қышқылын қосады.

Реакциядан көп мөлшерде түссіз, иіссіз газ азот және көмір қышқыл газы бөлінеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Карбамид формальдегид смоласын алу. Пробиркаға 6-7 мл формалин ерітіндісін және бір тамшы концентрлі тұз қышқылын құйып, оған 5 г карбамид кристалын қосып, қайнағанша қыздырады. Қоспада одан ары қарай өзінен бөлінген жылу әсерінен конденсациялану реакциясы жүре береді. Қыздыру кезінде формальдегидте карбамид ериді, содан кейін біртіндеп поликонденсацияланады, яғни қоспа қоңыр тартып, жоғары молекулалы кристалды зат карбамидті формальдегид смоласы түзіледі.

Пробирканы салқындатып, сыртын қағазбен орап алып, сындырып байқаса, оның ішінен смоланы көруге болады. Поликонденсациялану нәтижесінде әр түрлі құрамды үлкен молекулалы смолалар түзіледі (карбамидті смола). Осыған негізделіп дайындалған пластмассаларды *аминопластар* дейді.

Бақылау сұрақтары

1. Карбамид дегеніміз қандай қосылыс?
2. Карбамидтің гидролиздену процессін түсіндіріңіздер?
3. Биурет реакциясы дегеніміз қандай реакция?
4. Карбамидке әр түрлі қышқылдардың әсері қандай?
5. Карбамидтен формальдегид смоласын қалай алады? Реакция теңдеуін жазыңыздар?

№ 25 Зертханалық жұмыс

Ароматты көмірсутектер және олардың туындылары

Реактивтер: бензол, бром суы, 1%-дық калий перманганаты, темір ұнтағы, концентрлі күкірт қышқылы, бензой қышқылы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, спирт шамы, мензурка, стакан, сулы жылытқыш.

1. Бензолға бром суы мен калий перманганатының әсері.

Екі пробирка алып, әрқайсысына 0,5мл бензол құяды: біріншісіне 1 мл бром суын, екіншісіне 1 мл 1%-дық калий перманганаты ерітіндісін қосады. Пробиркаларды шайқап араластырады.

Пробиркадағы ерітінділердің түстері өзгере ме?

2. Бензолдың жануы.

Бір тамшы бензолды шыны таяқшаға тамызып спирт шамының жалынына апарды. Бензол жалындап және күшті ысталып жанады. Метанның жануымен салыстырыңыздар.

3. Бромбензолды алу.

Пробиркаға 1 мл бензол және 1мл 10%-дық бромның төрт хлоры көміртегіндегі ерітіндісін құяды да, пышақтың ұшымен темір ұнтақтарынан аздап алып оған салады. Қоспаны қайнаған сулы жылытқышта 5 минут қыздырады, содан кейін пробирканың ішіндегіні суы бар стаканға құяды. Бромбензол стакан түбінде ауыр май тәрізді өнімі ретінде жиналады.

(Тәжірибе тартпа икафта жүргізіледі!)

4. Нитробензолды алу.

Пробиркаға 5 мл концентрлі күкірт және азот қышқылдарының қоспасын құяды (қоспаны алдын-ала 2:1 қатынаста дайындайды) және үнемі шайқап араластыра отырып 2 мл бензолды тамшылап қосады. Қоспаны 3 мин шайқайды, содан соң пробирканың ішіндегісін суық суы бар стаканға құяды. Стаканның түбінде нитробензол тамшылары жиналады (оларды бөлгіш воронка көмегімен бөлуге болады).

5. Бензолсульфоқышқылды алу

Пробиркаға 0,5 мл бензол және 0,5 мл концентрленген күкірт қышқылын құяды. Пробирканы қоспасымен абайлап сулы жылытқышта біртекті ерітінді алынғанша қыздырады. Содан кейін оны суы бар пробиркаға құяды. Егер сульфурлену аяқталған болса, түссіз ерітінді түзіледі.

6. Натрий бензоатын алу

Пробиркаға 0,5 г бензой қышқылын құйып, бензой қышқылының кристалдары ерігенше 2 н натрий гидроксиді ерітіндісін қосады. Егер де 2 н түссіз ерітіндіге 2 н тұз қышқылы ерітіндісін құйса, қайтадан бензой қышқылы тұнбаға түседі.

Сульфурлеу

Реактивтер: бензол, толуол, ксилол, концентрлі күкірт қышқылы.

Құрал жабдықтар: пробиркалар, мензурка, сулы жылытқыш, спирт шамы.

Бензол, толуол, ксилолдан үлкен пробиркаға 1 мл құйып, олардың үстіне 3 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Қоспаны

сулы жылытқышта қыздырады. Бензолы бар қоспаны бензол ұшып кетпейтіндей байқап қыздыру керек (бензолдың қайнау температурасы $80,1^{\circ}\text{C}$).

Толуол мен ксилол күкірт қышқылында біртіндеп ериді. Екі пробиркадағы қоспа толық еріген кезде, су жылытқыштан үшеуін де алып, пробирканың сыртынан салқын сумен салқындатып, әрқайсысына 10-15 мл суық су құяды. Бензол бар пробиркада бензол су бетіне шығады, ал толуол мен ксилол сульфокосылыстар түзу нәтижесінде, біртіндеп ыдыстың түбіне шөгеді. Толуол мен ксилолдың сульфурленуі метил радикалына байланысты. Ол бензол сақинасындағы пара- және орто- жағдайдағы сутегінің, қозғалғыштығын арттырады. Соның нәтижесінде толуол мен ксилол *n-o*-толуол немесе ксилол сульфокышқылдарын түзеді. Ал бензол концентрациясы өте жоғары қышқылда аз да болса, сульфурленеді, бірақ толуол мен ксилолға қарағанда сульфурлену өте баяу жүреді.

Реакция теңдеулерін жазыңыздар?

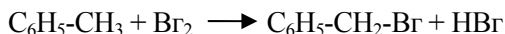
Галогендеу

Реактивтер: бензол, толуол, бромның төрт хлорлы көміртегіндегі ерітіндісі, темір, алюминий ұнтағы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, спирт шамы, лакмус қағазы, мензурка

1. Екі пробиркаға бензол мен толуолдан 1 мл құйып, оған төрт хлорлы көміртегіндегі бром ерітіндісінен 1 мл қосады. Аздан соң толуолы бар пробиркадағы ерітіндінің түсі баяу өзгере бастайды, ал бензолы бар пробиркада ешқандай өзгеріс байқалмайды. Қоспаны қайнағанша қыздырсақ, бензолы бар пробиркада тағы да өзгеріс байқалмайды, ал толуолы бар ерітіндінің түссізденуі арта түседі.

Бензол кәдімгі жағдайда және жоғары температурада бромданбайды, ал толуол жоғары температурада броммен реакцияға түседі. Бұл жағдайда негізінен бромды бензил — C_6H_5 — CH_2 — Br түзіледі:



Бөлінетін бромсутекті ылғалданған лакмус қағазымен анықтауға болады. Бромды бензилді анықтау үшін ерітіндіде сағат шынысына бірнеше тамшы тамызып, буландырады. Алғаш толуол

толық буланады, одан соң өткір иісті бромды бензил бөліне бастайды.

2. Ароматты көмірсутектерінің бромдануына катализатордың әсері көп. Ол үшін үш пробиркаға 2 мл бензол, үш пробиркаға толуол құйып, әр қайсысына 3 мл бром ерітіндісін қосады. Бензол мен толуолы бар пробирканың біреуіне катализатор ретінде темір ұнтағын, екіншісіне алюминий ұнтағын салып, ал үшіншісін катализатор қоспай салыстыру үшін қоямыз.

Катализатор қосылған пробиркаларда реакция активті жүреді, ал қыздырсақ, реакция өте тез жүріп, бромсутектің бөлінуі арта түседі.

Катализатор қатысында бензолдың бромдануы нәтижесінде бром бензол және о-бромбензолмен п-бромбензолдың қоспасы түзіледі.

Катализатор қатысында толуолдың бромдануы бензол сақинасында жүреді. Қыздырғанмен ешқандай бромды бензил түзілмейді, тек п-және-о-бром толуол түзіледі.

п-және о-бромтолуолдың түзілгендігін, алынған реакция өнімдерін буландыру арқылы анықтауға болады. Булану нәтижесінде сағат шынысында аромат иісті өнімдер о- және п-бромтолуол қалады.

Тәжірибе барысында реакция жылдамдығына катализатор табиғатының да әсері бар екеніне көз жеткізуге болады. Алюминий бар пробиркада реакция едәуір активті жүреді.

Ароматты қосылыстардың тотыққыштығы

Реактивтер: бензол, толуол, калий перманганаты ерітіндісі, 10%-дық күкірт қышқылы, стирол, 3-4%-дық сірке қышқылындағы бром ерітіндісі.

Құрал жабдықтар: пробиркалар, мензурка, спирт шамы, сулы жылытқыш.

Толуолдың тотығуы. Бензол мен толуолдан екі пробиркаға 1 мл құйып, оның үстіне 1 мл сұйылтылған күкірт қышқылын және калий перманганаты ерітіндісін қосып бірер минуттай араластыру керек. Толуол қоспасы бар пробиркадағы ерітінді түссіздене бастайды. Бензол қоспасы бар пробиркада ешқандай өзгеріс байқалмайды. Сулы жылытқышта қыздырғанда толуол қоспасы бар пробиркада түссіздену бұрынғыдан да күшейе түседі, ал бензол

қоспасында ешқандай өзгеріс байқалмайды. Толуол тотыққанда бензой қышқылы түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Стиролдың бромдануы. 1 мл стиролға бром ерітіндісінің түссізденуі тоқтағанша сірке қышқылындағы бром ерітіндісін қосқанда пайда болған әлсіз сарғыш ерітіндіге, қоспа мөлшерінен екі еседей артық суық су қосады. Бірнеше минуттан кейін пайда болған ақ тұнбаны сүзу арқылы бөліп алады. Мұнда бромсутектің бөлінуі байқалмайды. Бұған қарағанда бромстиролдың бүйір тізбегіндегі қос байланысты ұзу арқылы қосылу реакциясына қатысады да фенилдибромэтан түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Бақылау сұрақтары

1. Бензолға тотықтырғыштардың әсері қандай?
2. Бензой қышқылының тұздары қалай алынады?
3. Ароматты қосылыстарды сульфирлеу реакциялары қандай ?
4. Ароматты қосылыстарды галогендеу реакциялары қандай?
5. Ароматты қосылыстардың тотыққыштығы қандай?

№26 Зертханалық жұмыс

Көмірсулар

Моносахаридтер

Реактивтер: крахмал, қант, клетчатка, *a*-нафтолдың 10%-дық жаңа даярланған спирттегі ерітіндісі, 3%-дық глюкоза, фруктоза, глицерин, 10%-дық сода, бром суы, күміс оксидінің аммиак суындағы ерітіндісі, фелинг сұйықтығы, мыс (II) сульфаты ерітіндісі, натрий гидроксиді ерітіндісі, жаңа даярланған сірке қышқылындағы фенилгидразин ерітіндісі, концентрлі тұз, күкірт қышқылдары, темір (III) хлориді ерітіндісі, арабиноза немесе ағаш ұнтағы, анилин, кристалды резорцин, натрий амальгамасы, этил, метил спирттері, бензальдегид, эфир, барий гидроксиді, этилмеркапталь, ксилоза, қорғасын карбонаты, хлорсутект глюкоза, рибоза ұнтағы, йодобром смоласы, этилацетат, активтелген көмір, хлорлы тетраметил глюкоза, күміс перхлораты, натрий ацетаты, сірке ангидридi, пиридин, бром, қорғасын карбонатының негіздік тұзы, кальций карбонаты, хлор қышқылы, кальций глюконаты, хлор қышқыл

магний, магний карбонаты глюкон қышқылының пентаацетилхлор ангидридi, азот қышқылы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, мензурка, сүзгі қағаз, пипетка.

Көмірсуларға ортақ реакция (Молиш реакциясы). Үш пробиркаға 1-2 мл су құйып, бірінші пробиркаға бірнеше түйір қант, екіншісіне бірнеше түйір крахмал, үшіншісіне сүзгі қағаздың кішкентай 2-3 мм бөлігін салып, үшеуіне де 2-3 тамшыдан α -нафтол тамызады. Қоспа суда нашар еритін нафтол әсерінен лайланады. Қоспалардың үстіне пипеткамен 1 мл концентрлі күкірт қышқылын тамызады. Пробиркаларда нафтол мен су қоспасы арасында қызыл күлгін түсті сақина түзіледі де, шайқаса, қоспа қызып, толық боялады. Қоспаға су қосып сұйылтса, боялған заттар ірімтіктеліп бөлінеді.

Егер алынған заттар көмірсу болмаса, қоспада қышқыл әсерінен күлгін түсті сақина түзілмейді. Мұнда көмірсулармен α -нафтол арасында күрделі реакциялар жүреді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Көмірсулардың концентрлі қышқылдар әсерінен ыдырауы. Үш пробирка алып, біреуіне 2-3 мл қызылша қантының (сахароза), екіншісіне глюкозаның, үшіншісіне фруктозаның ерітінділерін құяды. Бірінші пробиркаға сондай мөлшерде күкірт қышқылын қосып, араластырмай қойып қояды. Қоспадағы күкірт қышқылы ауыр сұйық болғандықтан, алдымен қант ерітіндісінің астына өтеді де біртіндеп кара-қоңыр сақина түзеді. Егер қоспа суық болса, сақина түзбеуі мүмкін, ондай жағдайда араластырмай, аздап қыздыру керек. Екінші, үшінші пробиркаларға 2 мл концентрлі тұз қышқылын қосып 20-30 секунд қайнатып, екеуіндегі пайда болған өзгерістерді байқайды. Көмірсулар қышқыл әсерінен ыдырау процесіне ұшырайды.

Көп атомды спирттерді тотықтырып қантты заттар (триоза) алу. Пробиркаға 5 тамшы глицерин мен 5 мл 10%-дық сода ерітіндісін құйып, оның үстіне сары түске боялғанша араластырып, бром суын тамызады да, қоспаны түссізденгенше қыздырады. Ерітіндіде глицероздың пайда болғанын анықтау үшін, қоспадан бір пробиркаға 2-3 мл бөліп алып, оған күміс оксидінің аммиактағы ерітіндісін қосады да, қоспаны су жылытқышта аздап қыздырады. Сол кезде пробиркада күміс айна немесе кара түсті тұнбаға түседі. Ол триозадағы альдегид тобына тән қасиет.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Моносахаридтердің тотығуы

Күміс оксидінің тотықсыздануы.

Таза екі пробирка алып, екеуіне де 3 мл күміс оксидінің аммиақтағы ерітіндісін құйып, біреуіне 3%-дық глюкоза, екіншісіне 3%-дық фруктоза ерітіндісінен 2 мл қосады да, 70°-80°С сулы жылытқышта 4-5 минут ұстағанда, күміс тотықсызданып, жеке күйінде пробирка қабырғасына қонады немесе қара түсті тұнба түзеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Мыс (II) гидроксидінің тотықсыздануы.

Пробиркаға 3 мл 1%-дық глюкоза, 1,5 мл 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісін құйып, оның үстіне 0,5 мл CuSO_4 ерітіндісін қосады да, қоспаны аздап қыздырады. Нәтижесінде глюкоза глюкон қышқылына дейіп тотығып мыс (I) оксидінің қызғылт тұнбасы түзіледі

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Фелинг сұйықтығымен реакция. Екі пробиркаға біріне 1,5-2 мл 1%-дық глюкоза, екіншісіне фруктоза ерітіндісін құйып, әр қайсысына сондай мөлшердегі фелинг сұйығын қосып қоспаның жоғарғы жағын қайнағанша қыздырады. Екі пробирканың да жоғарғы жағында мыс (I) гидроксидінің сары тұнбасы түзіліп, артынан мыс (I) оксидінің қызыл түсті тұнбасына өзгереді. Қыздырылмаған пробирканың төменгі жағы көк түсті болып өзгеріссіз қалады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Фелинг сұйығы дегеніміз қандай қосылыс?

Глюкоза мен құмырсқа альдегидіне күкірт қышқылды фуксин ерітіндісінің әсері.

Екі пробиркаға 1 мл күкірт қышқылды фуксин ерітіндісін құйып біріншісіне 1 мл формалин, екіншісіне 1 мл глюкоза ерітіндісін қосып араластырады. Біраз уақыттан соң формалин құйылған пробиркадағы қоспа қызыл-күлгін түске боялады да, глюкоза құйылған пробиркада ешқандай өзгеріс байқалмайды. Глюкоза мен формалинде карбонил тобы бар, соған қарамастан глюкоза, күкірт қышқыл фуксин және натрий гидросульфатымен карбонил тобына тән сапалық реакция бермейді.

Себебі не? (Моносахаридтердің молекуласының көбі жартылай ацетальды тұйық тізбекті таутомерлік формада болатындығын ескеру.)

Пентаацетил глюкозаны алу.

Құрғақ пробиркаға 1 г сусыз глюкоза мен 1 г сусыз натрий ацетатын салып араластырады. Сосон қоспаға 5 мл сірке ангидридін құйып қоспаны шыны таяқшамен араластырады. Пробирканы кері салқындатқышпен тығын арқылы жалпап жауып спирт шамында 5-10 минут қыздырады. Пробирканы ауада салқындатып, соңынан реакциялық қоспаны 25 мл мұзды су құйылған стаканға құйып араластырады. Біраз уақыттан кейін пентаацетилглюкоза кристалдары бөліне бастайды. 10 минуттан соң кристалдардың бір бөлігін сүзіп алып, мұзды сумен шаяды да қағаз беттері арасында кептіреді.

Түзілген кристалдарды микроскопта қарап суретін салыңыздар.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Моносахаридтердің кальций гидроксидімен реакциясы.

2 мл 20%-дық глюкоза ерітіндісіне тамшылата отырып ізбес суын қосады. Кальций гидроксиді еріп кальций глюконаты түзіледі. Ізбес суының артық мөлшерін қосса пробиркада шайқаған кезде жойылмайтын тұнба түзіледі. 5 мин соң ерітіндінің 1 мл сүзіп алып Кипп аппаратында CO_2 ағынынан өткізеді. Кальций карбонатының тұнбасы бөлінеді. Егер ұзақ уақыт бойы жүргізсе тұнба еріп кетеді.

Кальций глюконаты мен оның көмір қышқыл газымен әрекеттесу реакциясы теңдеулерін жазыңыздар!

30 мл суға 5 г глюкозаны ерітіп, оған 10 мл бром суын қосып, үй температурасында бром толық ерігенше араластырып, пайда болған ерітіндіні Вюрц колбасына құйып, су жылытқышта ашық-қоңыр түсі түссізденгенше қыздырады. Қыздырғаннан кейінгі ерітіндіге 50 мл су қосып, сұйылтады да, құрамындағы бромсутек қышқылынан айыру үшін фарфор стаканға құйып, қорғасын карбонатының негіздік тұзынан аздап қосып, араластырады. (Қоспа толық нейтралданғанша.) Қоспаны қорғасын тұзының тұнбасынан сүзіп бөлгеннен соң ерітіндіге 3 г кальций карбонатын қосып 10 минут қайнатады. Қоспаны қайта сүзеді де, алдымен жалында, содан кейін сулы жылытқышта 10 мл қалғанша буландырады. Қалған ерітіндідегі пайда болған кальций глюконатының кристалдануын тездету үшін бірнеше тамшы этил спиртіні тамызады.

Қант қышқылының калий тұзы (тартпа икафта!).

Фарфор стаканда 5 г глюкозаға 50 мл су, 30 мл 25%-дық азот

қышқылын қосып, сулы жылытқышта үнемі араластыра отырып, азот (IV) оксиді толық бөлініп біткенше қыздырады Содан кейін қоймалжың ерітінді түзгенше буландырады. Қоймалжың ерітінді қызыл қоңыр түске айналады. Оған 3-4 мл су қосып, қоспаны калий карбонатымен сілтілік орта түзгенше нейтралдайды

Бұдан қант қышқылының калий тұзы түзіледі. Ол суда жақсы ериді.

Бром суы әсерінен тотығуы (тартпа шкафта!).

Екі пробиркаға 1,5 мл бром суын құйып, біреуіне 1 мл глюкоза, екіншісіне 1 мл фруктоза қосып, су жылытқышта 10 минут қыздырады. Су жылытқышта қыздырылған қоспадағы бромның қоңыр түсі түссізденбесе, спирт шамы жалынында аздап бром түсі жойылғанша қыздырады. Салқындатылған ерітіндіге фенол және күлгін түске боялған темірдің (III) хлоридін қосып шайқап, екі пробирканы бір-бірімен салыстырыңыздар ?

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Глюкозамин қышқылын алу (тартпа шкафта). 2 г хлорсутек глюкозаминді 40 мл суда ерітіп, одан 4 мл құйып алып, 1,1 г сары түсті сынап (II) оксидін салып, сулы жылытқышта сынап оксиді сарғайғанша шайқап отырып қыздырады. Одан кейін спирт шамы жалынында қыздырып, қоспаны тұндырады. Сынап тұнбаға түседі. Ерітіндіні күкіртті сутек қышқылымен қышқылдап, сынап сульфидін тұнбаға түсіреді. Ерітіндіні қайнату арқылы D-глюкозамин қышқылының кристалдарын алады

Реакция теңдеуін жазыңыздар?

Моносахаридтердің тотықсыздануы

Глюкозадан сорбит алу. 1 г глюкозаны 10 мл суға ерітіп, үй температурасында 3 г 2,5%-дық жаңа даярланған натрий амальгамасын қосады. Қоспаны сұйылтылған күкірт қышқылымен нейтралдайды. (Қоспаның температурасы 25°-тан аспау керек.) Қоспаны сынабынан тазартылғаннан кейін тағы да сұйылтылған күкірт қышқылымен нейтралдайды да, 4 мл қалғанша су жылытқышта буландырып, оған 30 мл таза этанол қосады, пайда болған тұнбаны сүзеді де, алынған ерітіндіні қоймалжың тартқанша буландырады. Қоймалжың ерітіндіні 50%-дық 3 мл күкірт қышқылына ерітіп, оның үстіне 1 мл бензальдегид қосып, араластырады да, қоспаға аздап суық су қосып, сұйылтып, сүзеді. Сүзіндіге аздап су қосып, құрамындағы бензальдегидті кетіру үшін шамалы эфир,

ал күкірт қышқылын кетіру үшін барий гидроксидін қосып, шайқайды да, қайтадан қоймалжың ерітінді түзгенде сулы жылытқышқа қойып буландырады. Қоспаға 90%-дық этил спиртінен аздап қосады да, қойып қояды. Аз уақыттан кейін сорбит тұнбаға түседі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Диэтилмеркаптал D-глюкоза алу.

Бөлме температурасында 7 г глюкозаны 7 мл (тығыздығы 1,19) тұз қышқылында ерітіп, суық суға қойып, оның үстіне 4 г этил меркаптал қосады да, толық ерігенше араластырады. Қоспаны бірнеше рет ауық-ауық өте баяу қыздырып, қайта салқындатқанда, аз уақыттан кейін диэтил меркаптал-глюкоза кристалданып, қоспа әлсіз қызғылт түске боялады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Диэтилмеркаптал D-ксилоза алу. 3 г ксилоза, 3 г тұз қышқылы және 3 г этилмеркаптал қоспасына аздап суық су қосып, гомогенденгенше шайқау керек. Қоспаны бірнеше минуттан кейін 2 мл метанол қосып, қорғасын карбонатымен нейтралдайды. Ерімеген қорғасын карбонатын сүзу арқылы бөліп, 50 мл ыстық, метанолмен жуады. Алынған ерітіндіні сарғыш түсті қоймалжың болғанша су жылытқышта буландырады. Қалған қоспаны салқындатса диэтилмеркаптал-D-ксилоза кристалданады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Карабинос әдісі бойынша D-маннит алу.

0,5 г D-маннозаға 50 мл этил спирті, үстіне жаңа даярланған *никель-релей* қоспасынан аздап қосып сулы жылытқышты бір сағаттай қайнатады. Соңынан пайда болған тұнбаны сүзіп, алынған ерітіндіні су жылытқышта сироп тәрізді күйге келгенше тағы қайнатады. Алынған сиропқа 5-6 мл этил спирті қосады да тоңазытқышқа қойып суытып, қоспаны сүзеді. Сүзіндіден алынған D-маннитті ауада кептіру керек.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Моносахаридтердегі жартылай

ацетальды гидроксилдің басқа заттармен әрекеттесуі

Метил- α -глюкопиранозид алу.

1-әдіс. 20 мл метил спиртіне хлорсутегін қаныққанша қосады да, 180 мл метил спирті құйып, сұйылтады. Алынған ерітіндіге

50 г майдаланған D-глюкоза қосып, аузы ұзын түтігі бар (салқындатқыш) тығынмен жабылған қолбада бір сағаттай, қоспа ашық сары түске боялғанша, қыздырады. Қоспа салқындағанда метил-а-D-глюкопиранозид кристалдана бастайды.

2-әдіс. 20 мл метанолға 10 г глюкоза, 9 мл тұз қышқылын қосып, салқындатқыш ретінде ұзын түтігі бар тығынмен тығындалған қолбаны сулы жылытқышта 1-2 сағат қайнатады. Қоспаны тоңазытқышқа қойып, салқындатқанда метил-а-D-глюкопиранозид тұнбаға түседі. Тұнбаны метанолда қайта кристалдандыруға болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Метил-α-D-рибофуранозид алу. 3 г α-рибоза мен 50 мл құрғақ метанол қоспасына 0,3 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады да біраз уақыттан кейін йодобром смоласымен нейтралдайды. Қоспаны қоймалжың күйге келгенше буландырады, содан соң салқындатады да 15 мл этилацетат қосып, түссізденгенше активтелген көмір салып, сүзеді. Сүзіп алынған ерітіндіні 3 мл қалғанша буландырады да, қайта салқындатады. Сол кезде метил-а-D-рибофуранозид кристалданады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Гидроксил топтарындағы оттегінің алмасу реакциясына қатысуы

Гидразон, озазон және оның туындылары. Пробиркадағы 5 мл 10%-дық глюкозаға 1 мл жаңа даярланған сірке қышқылындағы фенилгидразин ерітіндісін қосып, су жылытқышта қыздырады. Бірнеше минуттан кейін пробиркада сарғыш түсті глюкозозонның кристалдары түзіледі.

Қоспаны шайқаса және салқындатса, тұнбаның мөлшері арта түседі. Алынған тұнбадан зат шынысына салып, микроскоппен глюкозозонның кристалдарының формасын көруге болады. Реакция бірнеше сатымен жүреді. 1-сатыда ерімтал гидразон түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Көмірсулардағы көміртек қаңқасының өзгеруі

Реактивтер: резорцин, күкірт және сірке қышқылы, ізбес суының қанық ерітіндісі, қымыздық қышқылы, D-глюконат кальций моногидратының қоспасы, барий ацетатының моногидраты, темір сульфаты, этил спирті, диэтилмеркаптал-манноза, α-метил-С-глюкопиранозид, натрий гидроксиді, глюкоза, фруктоза, арабиноза, тұз

қышқылы, анилинфталат реактиві, Селиванов реактиві, бал, анилин, орцин, темір хлориді, амил спирті.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, пипетка, спирт шамы.

А. Моносахаридтердің сілті әсерінен өзгеруі. Пробиркаға 3-4 мл 10%-дық глюкоза немесе фруктоза және сондай көлемде 30-40%-дық сілті ерітіндісін құйып, сулы жылытқышта қайнағанша қыздыру (*қыздырғанда өте сақ болу керек*) қажет.

Қоспа алдымен сарғыш тартады да, содан кейін қоңыр тартып, күйген қанттың иісі сезіледі. Сілті қатысында моносахаридтерді қыздырғанда, ол түрлі қосылыстарға және смола тәрізді заттарға ыдырайды. Ыдырау нәтижесінде түзілген өнімдерден сүт қышқылын, құмырсқа қышқылын және басқа да заттарды анықтауға болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Ә. Пентозадан фурфурол алу.

Пробиркаға бірнеше түйір арабиноза немесе аздап ағаш ұнтағын салып, оның үстіне концентрлі тұз қышқылын артық мөлшерде құйып, қоспаны аздап қыздырады. Сонан соң қоспаға 1 мл анилин тамызады, ерітінді ашық қызыл түске боялады. Қыздыру кезінде қышқыл әсірінен пентозадан үш молекула су бөлінеді де фурфуролға айналады. Фурфурол анилинмен қосылып қызыл түсті бояу түзеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

Б. Фруктозаға Селиванов реактивінің әсері. Пробиркадағы 1%-дық 2-3 мл фруктоза ерітіндісіне 1 мл концентрлі тұз қышқылын құйып, бірнеше түйір резорцин салады немесе Селиванов реактивінен (0,5 г резорциннің 100 мл (1:1) тұз қышқылындағы ерітіндісі) 1 мл құйып қыздырады. Қоспа қызғылт түске боялады. Фруктозаны тұз қышқылымен немесе күкірт қышқылымен қосып қыздырғанда үш молекула су бөлініп окси-метилфурфурол түзіледі. Ол резорцинмен қосылып қызыл түсті өнім береді.

Егер фруктоза орнына глюкоза алынса, реакция өте баяу жүреді және қызғылт түс өте солғын болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар.

В. Балдың құрамынан фруктозаны анықтау.

Алдыңғы тәжірибені қайталайды (Селиванов реактивімен). Тек фруктоза ерітіндісінің орнына балдың 5%-дық ерітіндісін алады.

Г. α -глюкозосахаринат кальций алу. 100 мл ізбес суының қанық ерітіндісіне α -D-глюкоза қосып, 4-5 күн 19-20° темпера-

турада ұстап, қымыздық қышқылымен нейтралдайды. Алынған қоспаны 10 мл қалғанша суалтып, изосахаринат тұнбасы түзгенше, біраз уақыт қойып кетеді. *Формуласын жазыңыздар.*

Ғ. Руффа әдісі бойынша D-глюкозадан D-арабиноза алу.

19 г D-глюконат кальций моногидратының қоспасына 1 г темір (II) сульфатын 2 г барий ацетатының моногидратын 200 мл су қосып, қайнағанға дейін спирт шамы жалынында қыздырады. Пайда болған тұнбаны сүзіп, 50 мл сумен жуады. Оның температурасы 40°C-ге жеткен кезде 12 мл 30 проценттік сутек асқын оксидін қосу керек. Салқындаған кезде қоспа қоңыр қызыл түске боялады. Алынған ерітіндіні сүзіп, суалтқанда арабиноза кристалдары пайда болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Д. Анилинфталатпен реакция. Пробиркаға 1 мл 1 проценттік глюкоза ерітіндісін құйып 2 тамшы анилинфталат реактивін қосады. Қоспаны араластырып қайнаған сулы жылытқышта қыздырады. 5 минут уақыттан кейін ерітінді ашық-қоңыр түске боялады. Реакцияны 1%-дық арабиноза немесе басқа да пентоздармен қайталайды. Альдопентоздар қою қызыл түс береді (шие түстес). Түсті реакцияның пайда болу себебін түсіндіріңіздер.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Е) Сірке қышқылды анилинмен реакция.

Пробиркаға бірнеше түйір арабиноза (немесе басқа пентоза) салып 2 мл тұз қышқылы (1:1) ерітіндісін құяды. Сүзгі қағаз бөлігіне 1-2 тамшы анилин және 1-2 тамшы сірке қышқылын тамызады да, осы қағазды арабиноза мен тұз қышқылы қоспасы бар пробирка аузына апарды. 1-2 мин уақыттан соң қағазда ашық алқызыл-қызыл дақ пайда болады.

Бұл нені білдіреді? Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Ж) Пентоздарды орцин реактивімен ашу (Биал реакциясы).

Пробиркада 1 мл 0,1%-дық арабинозаның 2 мл орцин реактивімен қосып араластырады. Қоспаны 1-2 минут қайнатады. Нәтижесінде көк-жасыл түс пайда болады. Салқындатқаннан кейін пробиркаға 0,5 мл амил спиртіні қосып пробиркадағы қоспаны әбден араластырады. Боялған зат амил спиртімен экстракцияланады. Қышқылды ортада қыздырғанда пентоз дегидратацияланып фурфуролға өзгереді. Ол ары қарай орцинмен (5-метилрезорцин) темір хлоридінің (III) өте аз мөлшері қатысында конденсирленеді.

Конденсация өнімдері түсті болады. Гексоздар орцинмен қоңыр түс береді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Көмірсуларды жұқа қабатты хроматография ЖҚХ (ТСХ) әдісімен бөлу

Реактивтер: КСК маркалы силикагель, гипс, көмірсулардың 1%-дық ерітінділері (глюкоза, фруктоза, арабиноза, сахароза, мальтоза, лактоза), анилинфталатты реактив, хроматографияға арнайы дайындалған жүйе (этанол: аммиак: су 16:1:3).

Құрал-жабдықтар: Фарфор келі, шыны пластинкалар (13x18) (ЖҚХ), қағазы, шыны капиллярлар, пульверизатор, электроплитка, өлшеуіш цилиндр.

Фарфор келіде 6г силикагель, 0,35 г гипс және 15 мл суды әбден араластырады. Алынған пастаны шыны пластинкаға жағып, бөлме температурасында 6-12 сағат немесе 104-105°C-да 40 минут кептіреді.

Құрғақ пластинкаға төменгі жағынан 3-4 см қашықтықта бастапқы сызығын белгілеп арақашықтықтары 2 см болатындай 1%-дық көмірсу ерітінділерінен капиллярмен тамызады (тамшы диаметрі 3-5 мм).

Әр көмірсу жеке капиллярмен тамызылады!

Барлығы 4 нүкте тамызылады: үшеуі жеке, ал төртіншісі олардың қоспасы. Қоспаға алдыменен бір көмірсудың ерітіндісі (мысалы, глюкоза) тамызылады. Тамшы кепкеннен кейін сол нүктеге екінші көмірсу ерітіндісі (мысалы, сахароза) тамызылады және т.б. Хроматограмманы арнайы жүйеде жабық хроматограмма камерасында 15-20° орналастырып көтерілмелі әдіспен жүргізеді.

Көмірсуларды бөлуді хроматографияға арнайы дайындалған жүйеде (этанол: аммиак: су 16:1:3) жүргізеді. Хроматограмма бойымен ерітінді пластинканың жоғары жағына 1-1,5 см қалғанша көтерілгеннен кейін, пластинканы алып тартпа шкафта кептіреді. Содан кейін пластинканы пульверизатормен анилинфталатты айқындауышпен бүркеді де термостатта 105°C-да 5-10 минут ұстайды. Әрбір нүктеден шыққан көмірсу дақтарының таралу коэффициентін R_f өлшеп қоспамен салыстырып белгісіз құрамы анықталады.

Бақылау сұрақтары

1. Көмірсуларға ортақ реакцияны атаңыздар?

2. Моносахаридтердің тотығуы қалай жүреді?
3. Моносахаридтер қалай тотықсызданады?
4. Моносахаридтердегі жартылай ацетальды гидроксилдің басқа заттармен қалай әрекеттеседі ?
5. Көмірсулар гидроксил топтарындағы оттегінің алмасу реакциясына қатысуы қандай ?
6. Көмірсулардағы көміртеқ қаңқасының өзгеру реакцияларын атаңыздар?
7. Көмірсуларды жұқа қабатты хроматография ЖҚХ әдісімен қалай бөлінеді.

№27 Зертханалық жұмыс

Дисахаридтер

Дисахаридтердің тотығуы.

Реактивтер: сахароза, мальтоза, лактоза ерітінділері, Фелинг сұйығы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Үш пробиркаға 1 мл 1%-дық сахарозаның, мальтозаның және лактозаның ерітінділерінен құйып, әрқайсысына 1 мл фелинг сұйықтығынан тамызып, үшеуін де қайнағанша қыздырады. Сахароза бар пробиркада мыс тотықсызданбайды, ал қалған екеуінде де қызыл түсті мыс (I) оксиді тұнбаға түседі.

Сахароза, мальтоза және лактозаның, құрылымдық формуласын жазып, дисахаридтердің $C_6(OH)_2$ әрекеттесу ерекшелігін түсіндіріңіздер. Мальтоза мен лактозаның тотығу реакциясының теңдеуін жазыңыздар.

Дисахаридтерге Селиванов реактивінің әсері.

Реактивтер: сахароза, мальтоза, лактоза ерітінділері, Фелинг сұйығы, Селиванов реактиві.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, сулы жылытқыш.

Үш пробиркаға Селиванов реактивінен (моносахаридтердегі тәжірибені қара) 1 мл құйып, бірінші пробиркаға 1 мл сахароза, екіншіге лактоза, үшіншісіне- мальтоза ерітінділерінен қосады да сулы жылытқышта қыздырады. Сол кезде бірінші пробиркадағы сахароза Селиванов реактиві әсерінен қызыл түске боялады.

Алынған мәліметтерге сүйене отырып, дисахаридтің қайсысында фруктоза барын анықтап, олардың қасиеттері туралы қорытынды жасайды.

Дисахаридтерге Фелинг реактивінің әсері.

Реактивтер: сахароза, мальтоза, лактоза ерітінділері, Фелинг сұйығы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Үш пробиркаға 1,5-2 мл 1%-дық сахароза, мальтоза және лактоза ерітінділерінен құйып, әр қайсысына сондай мөлшерде Фелинг реактивін құйып араластырып, қоспаны спирт шамының жалынында жоғарғы жағын қайнағанша қыздырады. Ерітіндінің төменгі жағы қыздырылмайды. Барлық пробиркада мыс оксидінің (I) қызыл тұнбасы түзіледі.

Тәжірибе нәтижелерін түсіндіріңіздер. Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Дисахаридтердің гидролизденуі.

Реактивтер: сахароза ерітіндісі, сұйытылған күкірт қышқылы, Фелинг сұйығы, Селинанов реактиві, құрғақ натрий гидрокарбонаты.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, сулы жылытқыш.

Пробиркаға 3-4 мл сахароза ерітіндісін құйып, оған 1 мл сұйылтылған күкірт қышқылын қосып, су жылытқышта 1-2 минут қыздырады. Қоспаны екіге бөліп, бір бөлігін салқындатып, құрғақ натрий гидрокарбонаты мен көмір қышқыл газы шығуы тоқталғанға дейін нейтралдайды. Алынған ерітіндіге 1-2 мл фелинг сұйықтығын қосып, қыздырады. Мыс (I) оксидінің тұнбасы пайда болады. Ол моносахаридтердің (глюкоза, фруктоза) түзілгендігін көрсетеді, себебі сахароза $\text{Cu}(\text{OH})_2$ тотықсыздандырмайды.

Қоспаның екінші бөліміне Селиванов реакциясын жасап, гидролизаттағы фруктозаны дәлелдеуге болады. Реакция нәтижесінде қызыл түс пайда болады. Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Бұларға тән сапалық реакциялардың теңдеуі моносахаридтерде көрсетілген.

Кальций сахаратының түзілуі.

Реактивтер: сахароза ерітіндісі, ізбес суы.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, сүзгі қағаз, воронка, спирт шамы.

Пробиркаға 10 мл 20%-дық сахароза ерітіндісін құйып, оның үстіне 5 мл жаңа даярланған ізбес суын қосып, таяқшамен аралас-

тырғанда ізбес сүті сахарозада ериді. Қоспаны сүзгенде, ерітіндіде кальций сахараты түзіледі. Ол суық суда ерімтал, ал қыздырғанда кристалданып, үш кальций сахараты тұнбаға түседі. Қызылша концентратынан қант алу және оны тазарту сахарозаның ерімтал кальций сахараттарын түзуіне негізделген.

Дисахаридтердің сілті әсерінен өзгеруі.

Реактивтер: сахароза, мальтоза және лактоза ерітінділері, натрий гидроксиді.

Құрал-жабдықтар: пробиркалар, өлшеуіш мензурка, спирт шамы.

Бір пробиркаға 4-5 мл сахароза, екінші пробиркаға лактоза ерітіндісін құйып, оның үстіне сондай мөлшерде 40%-дық натрий гидроксидін қосып, қыздырады. Екінші пробиркада ерітінді қоңыр тартады, яғни лактоза сілті әсерінен ыдырап, бірнеше жаңа заттар түзеді. Сахарозада мұндай өзгеріс байқалмайды. *Себебі не?*

Тәжірибе нәтижесін түсіндіріп, реакция теңдеуін жазыңыздар!

Сүттен лактозаны анықтау.

Реактивтер: сүт, сірке қышқылы, натрий гидроксиді, Фелинг сұйығы.

Құрал-жабдықтар: стакан, шыны таяқша, өлшеуіш мензурка, спирт шамы, сүзгі қағаз, индикатор.

Кішірек химиялық стаканға (25 мл) сумен (1:1) қатынаста сұйытылған 5-7 мл сүт құйып оған бірнеше тамшы сірке қышқылын қосып шыны таяқшамен араластырады. Қышқылды ортада белок ұйып қауыз түріндегі тұнбаға айналады. Тұнбаны сүзіп алып тастайды да фильтратты 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісімен әлсіз сілтілі ортаға дейін бейтараптайды. *Индикатор бойынша.* Сілті ерітіндісін тамшылатып шыны таяқшамен араластыра отырып қосады. Алынған сілтілі ерітіндіден 2 мл алып оған 2 мл фелинг реактивін қосып қоспаны араластырып, жоғарғы жағын қайнағанша қыздырады.

Ерітінді түсі өзгере ме? Тәжірибені түсіндіріп реакция теңдеуін жазыңыздар!

Сахароза гидролизі (инверсиясы).

Реактивтер: 1%-дық сахароза ерітіндісі, 10%-дық күкірт қышқылы ерітіндісі, Фелинг сұйығы, Селиванов реактиві, натрий гидрокарбонаты (күрғақ).

Құрал-жабдықтар: пробирка, өлшеуіш меннзурка, сулы жылытқыш, термометр.

Пробиркаға 5 мл 1%-дық сахароза ерітіндісін құйып оған 1 мл 10%-дық күкірт қышқылы ерітіндісін қосып ерітіндіні 5 минут сулы жылытқышта қайнатады, содан соң салқындатып екіге бөледі. Ертіндінің жартысын натрий гидрокарбонатын араластыра отырып қосып нейтралдайды.

Абайлаңыз! Ерітінді бөлінген CO₂ газынан көпіреді. Содан соң ерітіндіге Фелинг сұйығының тең мөлшерін қосып ерітіндінің жоғарғы жағын қайнағанша қыздырады.

Реакциялық қоспаның түсі өзгере ме?

Екінші пробиркаға 1,5 мл 1%-дық сахароза ерітіндісімен соған тең мөлшердегі Фелинг сұйығын құяды. Сахарозаның Фелинг сұйығымен гидролизге дейінгі және гидролизден кейінгі нәтижелерін салыстырады. Процессті түсіндіріңіздер! Сахароза гидролизатының екінші жартысын Селиванов реакциясымен фруктозаны анықтауға пайдаланады. Селиванов реакциясын гидролизденбеген сахароза ерітіндісімен қатар жүргізеді.

Екі пробиркадағы ерітіндіні түстерін салыстырыңыздар! Тәжірибені түсіндіріңіздер!

Сахарозаның никель және кобальт сульфаттарымен реакциялары.

Реактивтер: 10%-дық сахароза ерітіндісі, 5%-дық кобальт сульфаты, 5%-дық никель сульфаты, 5%-дық натрий гидроксиді ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: пробирка, өлшеуіш меннзурка, сулы жылытқыш, термометр.

Екі пробиркаға 2-5 мл 10%-дық сахароза және 1 мл 5-проценттік натрий гидроксиді ерітінділерін құйяды. Содан кейін бір пробиркадағы қоспаға бірнеше тамшы 5 проценттік кобальт сульфатын, екіншісіне 5%-дық никель сульфатын тамызады. Кобальт сульфаты құйылған пробиркада күлгін, ал никель тұзы бар пробиркада жасыл түс пайда болады.

Дисахаридке аммиак пен метиламиннің әсері. Екі пробиркаға бірдей 1 мл мальтоза құйып, бірінші пробиркаға бірдей 1 мл аммиак, екіншісіне 0,5 мл хлорсутек метиламин ерітіндісін қосып, сулы жылытқышта 80-90°-қа жеткенше қыздырады. Сол кезде бірінші пробиркадағы қоспа қызыл түске боялады, ал екінші

пробирканы аздап салқындатып, оған натрийдің гидроксиді ерітіндісін қосса, біртіндеп қызыл түске айналатын сары түс пайда болады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Бақылау сұрақтары

1. Дисахаридтер қалай тотығады?
2. Дисахаридтерге Фелинг реактивінің әсері?
3. Дисахаридтердің гидролизденуі?
4. Дисахаридтердің сілті әсері?
5. Сүттен лактозаны қалай анықтайды?
6. Сахароза гидролизі (инверсиясы) қалай жүреді?
7. Сахарозаның никель және кобальт сульфаттарымен реакциялары қалай жүреді?

№ 28 Зертханалық жұмыс

Полисахаридтер

Реактивтер: крахмал, йод ерітіндісі, фелинг сұйығы, натрий гидроксиді, мақта, күкірт, тұз және азот қышқылдары, күміс оксидінің аммиақтағы ерітіндісі, сілекей ерітіндісі, крахмал клейстрі (ерітіндісі), мыс (II) гидроксидінің аммиақтағы ерітіндісі, сірке ангидридi, хлороформ, ацетон.

Қажетті құралдар: пробирка, өлшеуіш мензурка, шыны таяқша, спирт шамы, фарфор тостағанша.

Крахмалдың йодпен әрекеттесуі. Крахмал клейстерінен 2-3 мл пробиркаға құйып, оның үстіне бірнеше тамшы йод ерітіндісін тамызса, крахмал көгереді. Қоспаны аздап қыздырса, көк түс жойылады да салқындатқанда қайтадан көк түс пайда болады. Оның себебі йод крахмалмен тұрақты қосылыс түзбейді, тек крахмал йодты адсорбциялайды және йодпен тұрақсыз комплексті қосылыс түзеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Крахмалдың қышқыл әсерінен гидролизденуі.

Крахмал клейстерінен 5-8 мл алып, сумен үш есе сұйылтады да оған 1-2 мл күкірт қышқылын құйып, спирт шамымен қыздырады. 4-5 минуттан кейін қоспадан 1-2 мл бөліп алып, суытады да оған йод ерітіндісін тамызады. Бұл әдісті әрбір минут сайын қайталаса, сынауға алынған қоспаның түсі көк түстен күлгін түске дейін

біртіндеп өзгере береді де, ең соңында йод әсері байқалмайды. Йод түсінің өзгермейтін себебі- крахмал біртіндеп гидролизденіп, реакция соңында глюкозаға айналады.

Крахмалдан глюкозаға айналғанға дейінгі йод әсерінен күлгін түске айналатын аралық зат *амилодекстрин*, ал қызыл түс беретін зат- *эритродекстриндер* деп аталады. Ең соңында декстриндер глюкозаға ыдырайды. Тағы да 4-8 минут қыздырып, пайда болған қоспаны сілтімен нейтралдайды. Нейтралданған ерітіндіден не пайда болғанын білу үшін екі пробиркаға аздап құйып, біреуіне фелинг сұйығын, екіншісіне күміс оксидінің аммиактағы ерітіндісін қосып, сулы жылытқышта қыздырады. Сол кезде біреуінен қызыл түсті мыс (I) оксидінің тұнбасы, екіншісінен күміс айна немесе күмістің, қара тұнбасы түзіледі.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Ферменттер әсерінен гидролизденуі. Пробиркаға 2-3 мл крахмал клейстерін құйып, оған 1-2 мл сілекей ерітіндісін (сілекей ерітіндісін алу үшін ауызды 20-25 мл дистильденген сумен 1 минут шайып, алынған ерітіндіні қатпарлы сүзгі қағазға сүзеді) қосып араластырады да 35-40°-та 3-4 минут сулы жылытқышта ұстайды. Қоспаға фелинг сұйығын қосып қыздырса, мыс (I) оксиді тұнбаға түседі. Жеке сілекей ерітіндісінде фелинг сұйығындағы мыс тотықсызданбайды. Сілекейде циалин (амилаза) ферменті болады. Ол 35-40°С-де крахмалды мальтозаға дейін гидролиздейді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Клетчатканың еруі. Клетчатка мыстың тетраамин гидроксидінде $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$ өте жақсы ериді. Швейцер реактиві деп аталатын бұл қосылыс жаңа даярланған мыс (II) гидроксидін 25%-дық аммиак ерітіндісінде еріту арқылы даярланады.

Пробиркадағы 4-6 мл Швейцер реактивінде таза мақтаны шыны таяқшамен толық ерігенше араластырғанда, қоймалжың ерітінді түзіледі. 1-2 мл қоймалжың ерітіндіге 5 мл су қосып, ішінде 10-15 мл сұйылтылған тұз қышқылы бар стаканға құяды. Ерітінді түссізденіп, ақ түсті клетчатка талшықтары қайта бөлінеді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Клетчатканың қышқыл әсерінен гидролизденуі.

Пробиркадағы 4-5 мл концентрлі күкірт қышқылына сүзгі қағаздың кішкене бөлігін салып, шыны таяқшамен қағаз толық ерігенше араластырады. Алынған ерітіндінің жартысын 10-12 мл суы

бар пробиркаға құяды. Нәтижесінде суда ерімейтін гидролизденбеген клетчатканың жартылай түзілген өнімдері бөлініп шығады. Қалған қоспаны сулы жылытқышта, қоңыр түске айналғанша қыздырып, суытып, оған 4-5 есе артық мөлшерде су қосады. Ерітіндіде ірімтіктелген зат байқалмайды. Қоспаны 10%-дық сілті ерітіндісімен нейтралдап, фелинг реактивін қосып, моносахаридтердің түзілгендігін анықтайды. Клетчатканың гидролиздену реакциясы жүреді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Клетчатканың амилоидқа айналуы.

Фарфор тостағаншаға 10-15 тамшы концентрлі күкірт қышқылын құйып, оған сүзгі қағаздың ұзынша қиығының жартысын 10-15 секунд матырады. Одан кейін қағаздың қышқылға матырылған жағын алғашында сумен бірнеше рет жуып, соңында аммиактың сұйытылған ерітіндісімен жуады. Қағазды кептіріп, қышқылға матырылған жерімен матырылмаған жерін салыстырады. Қышқылға матырылған жағы аздап гидролизденіп, амилоидқа айналады. Амилоидты қағаз жұмсақ және мықтылау, сонымен бірге екеуінің аралығына йод ерітіндісін тамызса, екі жағы екі түрлі түс береді.

Тәжірибе нәтижесін түсіндіріңіздер!

Нитроклетчатканың алынуы.

Стакандағы 5 мл концентрлі азот қышқылына 10 мл концентрлі күкірт қышқылын сақтықпен қосып бөлме температурасында 10-15 минут салқындатады да мақтаны салып сулы жылытқышта 5 минут қыздырады. Мақтаны алып сумен бірнеше қайта жуады. Қағазбен немесе ауада, кептіргіш шкафта кептірсе коллоидты жұқа қабықша болып қалады. Оны пинцетпен ұстап тұрып жақса, нитроклетчаткаға қарағанда баяу жанады. Тәжірибе аяқталғаннан кейін нитроклетчатканы қалдыруға болмайды, жағып немесе ерітіп жібереді.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Ацетилцеллюлозаны алу.

Колбаға 0,5 г таза мақта, 5-6 мл мұзды сірке қышқылын және 5-6 мл сірке ангидридін қосып, оның үстіне катализатор ретінде 0,3-0,5 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Қоспаны сулы жылытқышта мақта ерігенше қыздырады. Қыздырғаннан кейін қоспаны 100 г суық суы бар колбаға құйғанда, ыдыстың түбінде

ацетилцеллюлоза тұнбасы пайда болады. Ерітіндіні сүзеді де, алынған ацетилцеллюлозаны сүзгі қағаз көмегімен суынан айырып, фарфор тостағаншаға салып, сулы жылытқышта немесе кептіргіш шкафта кептіреді. Ацетилцеллюлоза тез уатылып, ұнтаққа айналатын аморфты зат.

Алынған ацетилцеллюлозаны екі пробиркаға бөліп, біреуіне ацетон, екіншісіне хлороформ қосып, бірнеше минут қыздырады. Пайда болған қоспалардан зат шынысына тамызып, ауаға біраз қойып қояды. Содан кейін зат шынысында пайда болған қабыршақты ақырын пинцетпен алып, сүзгі қағазда кептіріп, жалынға ұстау керек. Нитроклетчаткамен салыстырғанда ацетилцеллюлоза өте нашар жанады.

Реакция теңдеуін жазыңыздар!

Бақылау сұрақтары

1. Крахмалдың қышқыл әсерінен гидролизденуі ?
2. Клетчатка қалай ериді?
3. Клетчатканың нитро- және ацетил туындыларын қалай алуға болады?
4. Крахмал мен клетчатканы қалай ажыратуға болады?

II. ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ СИНТЕЗДЕУ

Синтездер жүргізу үшін приборларды құрастыру

Органикалық қосылыстар синтезін жүргізу үшін реакцияны жүргізуге, соңғы өнімді бөлу және тазалауға арналған приборларды құрастыру жауапты операция.

Приборды құрастырмас бұрын ол жұмысқа толық дайындалу қажет:

- синтез әдісімен нақты танысып, меңгеру қажет;
- приборды құрастырудан бастап синтез өнімін тазалауға дейінгі барлық әрекеттерді түсіну;
- абайсызда болатын қауіпті, авариялық жағдайда өз-өзіне жауап беріп, шешім қабылдай алу;
- жұмысқа қажетті құралдар мен реагенттерді дайындап, олардың таза және құрғақтығына көз жеткізу.

Зертханалық синтезге арналған приборлар жеке бөліктерден бастап жиналады. Ең алдымен жұмысқа қажетті алынған приборлардың шлифтерінің сәйкестігін тексеру керек. Егер синтез вакуумде жүргізілетін болса онда шлифтерге вакуум майын жағу керек. Кейде жұмыс барысында түтіктерге резина шланга жалғау қажет болады. Ондай кезде түтікке су немесе глицерин жағу керек.

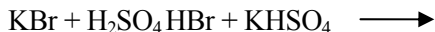
Штативтің биіктігі приборға сай орналастырылуы керек. Шыны ыдысты метал қысқышқа тікелей қысуға болмайды. Міндетті түрде ортасына резина қою керек, әйтпесе шыны сынып кетеді. Егер реакция қыздыру арқылы жүретін болса плитка немесе араластырығышты штативтің табанына орналастырады.

Қаныққан көміртегі атомындағы нуклеофильді орынбасу

Бромды этил синтезі

Студент жұмыс барысында галоидалкилдердің алу жолдарының бір түрін, өзара араласпайтын екі ерітіндіні бір-бірінен бөлшектеу воронкасымен айыру және қайнау температурасымен сынау көрсеткіші арқылы заттарды анықтау әдістерін меңгереді.

Бромды этилді алу үшін төмендегі реакцияларды қолданады:



Болмаса қысқартылған түрде:



Реакциялардың ерекшеліктері:

Бромды этил өте жылдам ұшқыш зат, сондықтан оны айдағанда суық судың астында жинау қажет; ол үшін аллонждың ұшын суға батырып қою қажет.

Реакция қоспасының көпіргіштігін азайту үшін, аз уақытқа қыздыруды тоқтатады.

Күкірт қышқылымен жұмыс істеу үшін ерекше сақтық керек.

Реактивтер: 96%-дық этил спирті 28 мл; күкірт қышқылы ($\rho=1,84 \text{ г/см}^3$) – 28 мл; бромды калий – 25 г.

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл түбі дөңес колба, дефлегматор, термометр, кері салқындатқыш, аллонж, конусты колба, бөлгіш воронка.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл түбі дөңес колбаға 28 мл этил спирті, 20 мл су құйып, колбадағы қоспаны суық сумен суытып, 28 мл күкірт қышқылын құяды.

Бөлме температурасына дейін суытылған қоспаға 15 г ұнтақталған бромды калий салынады. Колба иілгіш шыны түтік арқылы салқындатқышпен жалғанады. Салқындатқыш аллонж арқылы су қосымша реакция диэтилэфир түзілмеу үшін және бромды сутек ұшпау үшін қосылады. Этанол артығымен алынуы қажет.

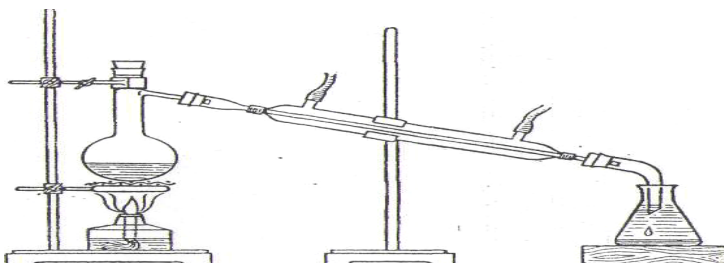
Бромэтан ұшқыш болғандықтан аллонж 1см-дей су және мұз түйіршіктері бар қабылдағышқа сыртынан салқындатқан жөн.

Реакциялық колбаны құмды жылытқышта қыздырады. Бромэтан ауыр май тамшылары ретінде қабылдағышқа жиналады (21-сурет).

Бромэтан бөлініп біткен соң, қабылдағыштағы қоспаны бөлгіш воронкаға құйып, бромэтанды судан бөліп алады (бромэтан төменгі қабат).

Реакцияға түспей қалған этанолды, қосымша зат ретінде түзілген диэтилэфирін және суды бөліп алу үшін қоспаны концен-

трленген күкірт қышқылымен жуады. Қоспаны бөлгіш воронкаға құйып, бромэтанды (жоғарғы қабат) бөліп алады.



21-сурет. Бромэтан алуға арналған қондырғы

Алынған бромэтанды Вюрц колбасында айдау арқылы тазартады. Қабылдағыш салқындатылады.

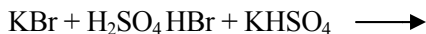
Айдау сулы жылытқышта жүргізіледі. 35-40°C айдалатын фракцияны жинап алады.

Бромэтанның шығымы – 22 г (теориялық шығымның 50%). Қайнау температурасы – 38,4°C, $\rho=1,4555$ г/см³, $n_D^{20}=1,4239$.

Алынған затты қайнау температурасы, сыну көрсеткіші арқылы анықталып проценттік шығымын реакция теңдеуі бойынша табыңыздар.

Бромды бутил синтезі

Бромды этилді алу үшін төмендегі реакцияларды қолданады:



Реактивтер: калий бромиді – 37 г; су – 40 мл; бутанол – 1-23 мл; күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/см³) – 25мл;

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл түбі дөнес колба, дефлегматор, термометр, жай айдау қондырғысы, кері салқындатқыш, аллонж, бөлгіш воронка.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл дөнес түпті колбаға 30 мл су құйып, 28 мл бутанол және 30 г ұнтақталған калий бромидін қосады. Содан кейін ішіне қайнатқыш түйіршіктерін салып 2 сағат

құмды жылытқышта кері салқындатқышпен қыздырады. Екі сағат уақыт өткеннен кейін колбаны алып Либих салқындатқышына жалғайды. Қабылдағыштың ішіне салқын су құйылады, ал аллонждың ұшы сол суға 1-1,5 см батып тұруы қажет. Қабылдағыштағы су мұздай суық болуы қажет, ол үшін қабылдағыштың астына сулы жылытқыш қойып мұз салып қояды немесе қабылдағыштың ішіндегі суға мұз салуға болады.

Реакцияны қабылдағыштың түбіне ауыр майлы қабаттың тамшылауы тоқтағанша жалғастырады. Қабылдағыштағы дистиллятты бөлгіш воронкаға құйып төменгі ауыр 1-бром бутанды құрғақ колбаға бөліп алады. Оны 20 мл натрий гидросульфитінің ерітіндісімен жуады да бөлгіш воронка арқылы 1-бромбутанды құрғақ колбаға бөліп алады. Содан кейін воронканы жақсылап жуып, кептіріп, суытып 1-бромбутанды құяды да, үстіне дәл сондай көлемде концентрлі күкірт қышқылын қосады. Концентрлі күкірт қышқылын аралық өнім дибутил эфирін жуу үшін қосады. Нәтижесінде екі қабат түзіледі: жоғарғысы 1-бромбутан, төменгісі күкіртті қабат. Жоғарғы қабатты бөліп алып, қалған күкірт қышқылынан арылу үшін оны 20 мл 10%-дық натрий гидроксидінің ерітіндісімен жуады, бөлгіш воронка арқылы бөліп алады. Ерітінді ақ түсті тұнба тәрізді болады. Алынған 1-бромбутанға кальций хлоридінің бірнеше түйірін салып кептіреді. Біраз уақыттан кейін сулы жылытқышқа салып ерітеді. Кальций хлориді ерігенде қоспа мөлдір болады. Оны бөлгіш воронка арқылы бөліп алып кептіргеннен кейін Вюрц колбасында айдау арқылы 99-103°C температурадағы фракцияны бөліп алады.

Шығымы – 23 г.

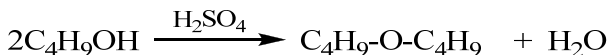
Алынған затты қайнау температурасы, сыну көрсеткіші арқылы анықтап проценттік шығымын реакция теңдеуі бойынша табыңыздар.

Жай эфирлерді алу

Алکیلдеу

Алکیلдеуші агенттер: галогентуындылар, спирттер, алкендер, алкилсульфаттар. Фридель-Крафтс реакциясы.

Дибутил эфирін синтездеу



Реактивтер: Бутанол-1-50 мг немесе 2 мл (0,67 моль); күкірт қышқылы (конц.) – 7 мл, натрий гидроксидінің 3М ерітіндісі (200 мл), кальций хлориді, натрий металы.

Құрал-жабдықтар: түбі дөңес колбалар, екі мойынды форштос, дефлегматор, термометр, Либих салқындатқышы, бөлгіш және тамшылатқыш воронкалар, аллонж, көлемі 100 мл конусты колба, өлшеуіш цилиндр.

1. Көлемі 250 мл түбі дөңес колбаға қайнатқыштар салып, екі мойынды форштоспен жалғайды. Форштостың бір мойнына тамшылатқыш воронка, екінші мойнына дефлегматор орналастырады. Дефлегматор термометрмен жабдықталған, оны салқындатқышпен жалғайды, аллонж арқылы қабылдағышқа жалғайды.

2. 100 мл түбі дөңес колбаға қайнатқыштар салып, дефлегматормен жалғайды. Дефлегматор термометрмен жабдықталған салқындатқышпен жалғанып, аллонж арқылы қабылдағышқа жалғайды.

Жұмыс барысы: Түбі дөңес колбаға 62 мл бутанол-1-ді құйып, араластырып 7 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды. Спирт пен қышқылдың қоспасын асбест үстіне қойып абайлап қыздырады. Бөлінетін будың температурасы 100-101°C-дан аспауы керек. Температуралық режимді сақтамаған жағдайда бутилен және оның полимерленген, күйген және күкірт қышқылының SO₂ дейін тотықсызданған өнімдері пайда болады.

Дистилляттың айдалуы баяу жүреді, бөлінген дистиллятты судан бөліп алып отырады. Алынған дистилляттан тамшылатықыш воронкаға құйып реакциялық колбаға тамшылатып қосады.

Суды өлшеуіш цилиндрге құйып, 3-4 сағаттан кейін 10 мл айдалғаннан кейін қыздыруды тоқтатады.

Колбадағы сұйықты суытады, араластыра және суыта отырып 30 мл 3М натрий гидроксидінің ерітіндісін құяды, бөлгіш воронкаға ауыстырады. Сілтімен шаюды бірнеше рет жүргізеді (бейтарап ортаға дейін). Содан кейін эфир қабатын 30 мл сумен және 30 мл кальций хлориді ерітіндісімен жуады. Эфир қабатын құрғақ ыдысқа бөліп алып, кальций хлоридімен кетіреді.

Кептірілген эфир қабатын сүзіп, 100 мл түбі дөңес колбаға дефлегматорды қолданып айдайды, 135°C-қа дейінгі фракцияны жинайды. Содан кейін колбадағы қалдықты суытып, натрий металының кішкене бөлігін салып (қорғағыш көзілдірік) дибутил

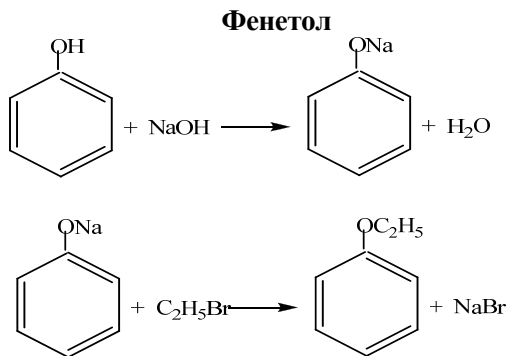
эфирін айдайды да 140-145°C аралығындағы фракцияны жинайды (күрғағанша айдауға болмайды, себебі, қопарылыс болуы мүмкін).

Дибутил эфирінің шығымы – 25 г.

Дибутил эфирі – түссіз сұйықтық.

$M=130,226$, $T_{\text{қай}}=141,97^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{балқу}}=95,37^{\circ}\text{C}$, $\rho=768,8$ кг/м³, $n_D^{20}=1,3992$.

Дибутил эфирі еріткіш ретінде Гриньяр синтезінде қолданылады. Дибутил эфирін ұзақ қолданған жағдайда жарылғыш асқын тотықтар пайда болады, сондықтан қолданар алдында асқын тотықтарға сапалық реакция жүргізеді.



Реакцияның ерекшелігі: Реакцияны спиртті ерітіндіде жүргізеді. Спирт жақсы еріткіш және натрий фенолятын, бромды этилді ерітіп реакцияның жүруін жеңілдетеді.

Реактивтер: Фенол – 9,4 г (0,1 моль); бромды этил – 14 г; күйдіргіш натрий – 4,0 г; этил спирті; диэтил эфирі; хлорлы кальций, 2 н натрий гидроксиді ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл дөңес түпті колба; кері салқындатқыш; екі мойынды форшtos; атмосфералық қысымда айдауға арналған қондырғы.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл екі мойынды форшtos және кері салқындатқышпен жабдықталған дөңес түпті колбада қыздырып және араластыра отырып 30 мл спиртте 4 г күйдіргіш натрийді ерітеді (22-сурет). Ерітіндіні салқындатылғаннан кейін оған фенол мен бромды этилді қосады. Қоспаны сулы жылытқышта спирттік ерітінді сілтілік орта көрсеткенше баяу қайнағанша қыздырады.

Содан кейін колбаны кері салқындатқышқа жалғап спиртті толық айдайды да қалдыққа реакция кезінде түзілген бромды натрий еруі үшін судың аз мөлшерін қосады.

Фенетолды эфирмен бөліп алып, эфирлі ерітіндіні бөлгіш воронкамен бөліп, реакцияға түспеген фенолды бөлу үшін сұйытылған 2 н натрий гидроксидінің ерітіндісімен араластырады да хлорлы кальциймен кептіреді.

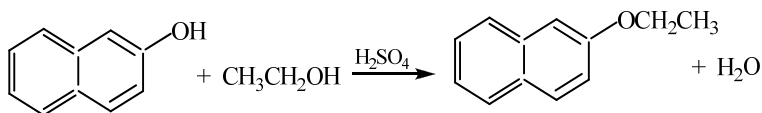
Эфирді айдап, салқындатқышты ауа салқындатқышына ауыстырып, 167-172°C температура аралығында фенетолды айдайды.

Шығымы – ~ 9 г.

Фенетол – өзіне тән иісі бар түссіз сұйық, қайнау температурасы – 169°C, тығыздығы – 0,9702.

β-нафтолдың этил эфирі

Студент жұмыс барысында нуклеофильді орын басу реакциясымен жай эфир алу, оны кристалдандыру және балку температурасын анықтау әдістерімен танысады.



Реакция ерекшеліктері:

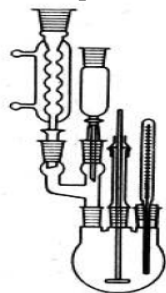
Реакция белгілі бір температурада жүргізілуі керек, температура жоғарылаған сайын қосымша реакция – элиминирлену жүреді.

Реакция нәтижесінде түзілген алкен полимерленіп, смолаға айналады. Күкірт қышқылы тотықсызданып күкірт (IV) оксидіне айналады.

Реактивтер: β-нафтол – 6,2 г; абсолюттенген этанол – 7 мл; күкірт қышқылы (ρ=1,84 г/см) – 1,4 мл; натрий гидроксидінің ерітіндісі; этанол (қайта кристалдандыру үшін).

Құрал-жабдықтар: көлемі 50 мл түбі дөңес колба, кері салқындатқыш, сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Көлемі 50 мл колбаға 6,2г β-нафтол салынады, үстіне 7 мл абсолюттенген этанол құйылады, қоспа араластыры-



22-сурет.
Фенетол алуға арналған қондырғы

лады. Үстіне абайлап 1,4 мл концентрленген күкірт қышқылы құйылады (қоспа қызады).

Колба кері салқындатқышпен бекітіледі және сулы жылытқыш-та араластырып отырып 3,5 сағат қыздырылады. Реакция аяқталғаннан кейін жылы қоспаға 50°C-қа дейін қыздырылған 45 мл 5%-дық натрий гидросидінің ерітіндісіне құяды.

Нәтижесінде реакцияға түспеген β-нафтол ериді. Ерітінді неролин түзілгенше араластырылады. Артық натрий гидроксиді ертіндісі декантация арқылы бөлінеді. Тұнба ыстық 5%-дық натрий гидроксидінің ерітіндісімен жуылады. Тұнба Бюхнер воронкасында сүзіледі. Тұнба өте көп судың мөлшерімен жуылады. (фильтрат сілтілік орта көрсетпегенше).

Алынған өнімді этанолдан кристалдандыру арқылы тазартады. Тазаланған өнім кептіріледі.

Шығымы – 6 г (теориялық шығымның 81%).

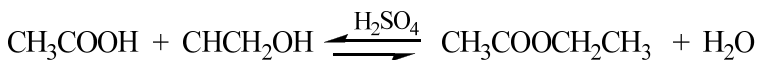
β-Нафтолдың этил эфирі (2-нафтилэтил эфирі, 2-эпоксинаф-талин, жаңа перолин, бромелия) – қатты зат түссіз қабыршақтар түрінде болады. Эфирде, петролейн эфирінде, толуолда, күкіртті сутекте ериді. Суда ерімейді.

Балку температурасы – 37,5°C; қайнау температурасы – 275.....282°C; $\rho_4^{20}=1,0606$.

Күрделі эфирлерді алу

Сірке қышқылының этил эфирін (этилацетатты) алу

Студент жұмыс барысында қышқыл катализатордың қатысуымен жүретін этерификациялау реакциясымен танысып, айдау әдісін және органикалық заттарды қайнау температурасы, сыну көрсеткіші арқылы анықтауды меңгереді.



Сірке этил эфирін алу үшін этил спиртімен сірке қышқылын концентрлі күкірт қышқылының қатысуымен қыздырады.

Реакцияда күкірт қышқылы бірнеше функцияны орындайды: реакция жүрісін жылдамдататын катализатор, су тартқыш.

Этилсірке эфирі реакция жүрісінде қолма-қол айдалғандықтан реакцияның тепе-теңдігі оңға қарай ығыстырылады, реакция соңына дейін жүреді. Бұл процесітегі H^+ рөлі қандай?

Реакция ерекшеліктері:

Реакцияға түсетін заттардың тамшылауымен айдалған эфирдің тамшылауы біркелкі болу керек.

Эфирмен қатар спирт айдалғандықтан реакцияға спиртті артық мөлшерде алу керек, ал эфирдің шығымын сірке қышқылы арқылы табу керек.

Жоғарғы температурада этилэфирі синтезделеді, болмаса күкірт қышқылының әсерінен реакция қоспасы тотығады, сондықтан реакцияның температурасына ерекше көңіл бөлу керек.

Реактивтер: Сірке қышқылы (мұзды) – 20 мл (0,25 моль); этил спирті (23 мл, 0,38 моль); күкірт қышқылы (концентрлі) – 4,6 г, натрий карбонаты, сусыз кальций хлориді және оның қаныққан ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: көлемі 150 мл Вюрц колбасы, екі тамшылатқыш воронка, Либих салқындатқышы, сулы жылытқыш, термометр.

Жұмыс барысы: Көлемі 150 мл Вюрц колбасына 3 мл этил спирті, 2,5 мл концентрленген күкірт қышқылымен араластырыды. Колбаны салқындатқышпен қосып, реакциялық қоспаны 110-120°C қыздырып тамшылатқыш воронкамен аздап 20 мл спиртпен 20 мл сірке қышқылының қоспасын құяды. Реакцияның соңында алынған дистилляттың құрамындағы сірке қышқылын натрий карбонатының қаныққан ерітіндісімен жуып шығарады. Реакцияның соңын лакмус қағазымен анықтайды (жоғарғы эфир қабатында лакмус қызармау керек).

Төменгі сулы қабатты бөліп алып, эфир қабатын 8 мл 50%-дық хлорлы кальцийдің судағы ерітіндісімен жуады. Эфирді Na₂SO₄ пен кептіріп, Вюрц колбасынан 75-79°C бөлінетін фракциясын жинап алады.

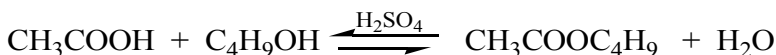
Шығымы – 20 г (теориялық шығымның 65%).

Қайнау температурасы – 77-78°C; n_D²⁰ = 1,3724.

Сірке қышқылының этил эфирі – жағымды иісі бар, түссіз сұйық.

Алынған көрсеткіштерді анықтауыштармен тексеріп, эфирдің проценттік шығымын реакция тендеуі арқылы табу керек.

Сірке қышқылының бутил эфирін (бутилацетатты) алу



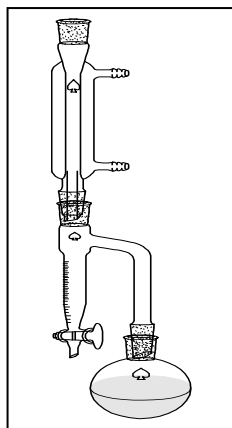
Реактивтер: Сірке қышқылы (мұзды) – 20 мл (0,25 моль);

бутил спирті 31 мл; күкірт қышқылы (конц.) – 2 мл (3,7г), натрий карбонатының 5%-дық ерітіндісі, сусыз кальций хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл түбі дөңес колба, тамшылатқыш воронка, бөлгіш воронка, Либих салқындатқышы, құмды жылытқыш, екі мойынды форштос, термометр, Вюрц колбасы.

Жұмыс барысы: Түбі дөңес колбаға екі мойынды форштос

жалғап, оған тамшылатқыш воронка және суға арналған «жинағыш» арқылы жалғанған кері салқындатқыш қосып 20 мл мұзды сірке қышқылын, 30 мл н-бутил спирті және 2 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды да қоспаны құмды жылытқышта қайнағанша қыздырады (22-сурет). Реакцияда бөлінген су бутил спиртіде азеотропты қоспа түрінде бөлініп «жинағышқа» жиналады. Жинағышқа жиналған сұйықтықты өлшеуіш цилиндрге құйып алады да, жоғарғы бөлігін (бутил спирті) тамшылатқыш воронка арқылы реакциялық колбаға тамшылатып қосады. Су бөлініп болғаннан кейін немесе жинағыштағы су қабаты өзгергенде реакция аяқталады.



22-сурет. Күрделі эфир алуға арналған кондырғы

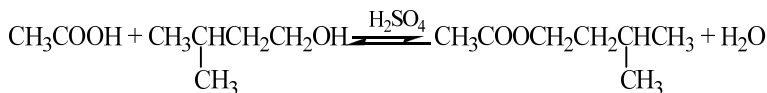
Алынған эфирді бөлгіш воронкада алдымен сумен, содан соң натрий гидрокарбонатының ерітіндісімен бейтарап ортаға келтіріп индикатор қағазымен тексереді және қайталап сумен жуады. Эфирді сулы қабаттан бөліп, оны сусыздандырылған кальций хлоридімен кептіріп, Вюрц колбасында айдап, 124-126°C аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы – 27 г (теориялық шығымның 70%).

Сірке қышқылының бутил эфирі – жағымды эфир иісі бар сұйық, диэтил эфирінде ериді, суда нашар ериді.

Алынған көрсеткіштерді анықтауыштармен тексеріп, эфирдің проценттік шығымын реакция теңдеуі арқылы табу керек.

Сірке қышқылының изоамил эфирін (изоамилацетатты) алу



Реактивтер: Сірке қышқылы (мұзды) – 15,7 г (15 мл); изоамил спирті 23,5 г (29 мл); күкірт қышқылы (конц.) – 1,54 г, натрий карбонатының 5%-дық ерітіндісі, сусыз кальций хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл түбі дөңес колба, тамшылатқыш воронка, белгіш воронка, Либих салқындатқышы, майлы жылытқыш, суға арналған «жинағыш» екі мойынды форштос, термометр, Вюрц колбасы, дефлегматор.

Жұмыс барысы: Түбі дөңес колбаға екі мойынды форштос жалғап, оған тамшылатқыш воронка және суға арналған «жинағыш» арқылы жалғанған кері салқындатқышты қосып 15 мл мұзды сірке қышқылын, 30 мл изоамил спирті және 1 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды да қоспаны сулы немесе майлы жылытқышта қайнағанша қыздырады. Су бөлініп болғаннан кейін немесе жинағыштағы су қабаты өзгергенде реакция аяқталады.

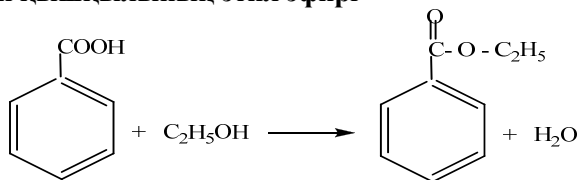
Алынған эфирді белгіш воронкада алдымен сумен, содан соң натрий гидрокарбонатының ерітіндісімен бейтарап ортаға келтіріп индикатор қағазымен тексереді және қайталап сумен жуады. Эфирді сулы қабаттан бөліп, оны сусыздандырылған кальций хлоридімен кептіріп, Вюрц колбасында айдап, 138-142°C аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы – 21 г (теориялық шығымның 61,7%-ы).

Сірке қышқылының изоами эфирі- жеміс-жидектің иісі бар сұйық, этил спирті мен диэтил эфирінде ериді, суда нашар ериді.

Алынған көрсеткіштерді анықтауыштармен тексеріп, эфирдің проценттік шығымын реакция тендеуі арқылы табу керек.

Бензой қышқылының этил эфирі



Реактивтер: Бензой қышқылы – 15 г; күкірт қышқылы (d = 1,84) – 2,8 г; этил спирті (абсолютті) – 39 г (50 мл); диэтил эфирі – 60 мл; натрий карбонаты (5%-дық ерітінді; натрий сульфаты (сусыз).

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл түбі дөңес колба, кері сал-

қындатқыш; тамшылатқыш воронка, бөлгіш воронка, хлоркальций түтігі, сулы жылытқыш, термометр, Вюрц колбасы.

Жұмыс барысы: Дөнес түпті колбаға 15 г бензой қышқылын салып, 50 мл абсолютті этил спиртің, 1,5 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды.

Колбаны хлор кальцийлі түтікке жалғанған салқындатқышпен қосып тығынмен жауып сулы жылытқышта 4 сағат қайнатады.

Өнімді қоспадан тазартады. Реакция аяқталғаннан кейін этил спиртің айдайды да қалдықты 100 мл су құйылған бөлгіш воронкаға ауыстырады. Бензой қышқылының этил эфирің 3 рет 20 мл эфирмен бөліп алады. Эфирлі экстрактыдан бензой қышқылын жою үшін 5%-дық натрий карбонатының ерітіндісімен, артынан сумен жуып, сусыз натрий сульфатымен кептіреді. Эфирді сулы жылытқышта Вюрц колбасында айдайды.

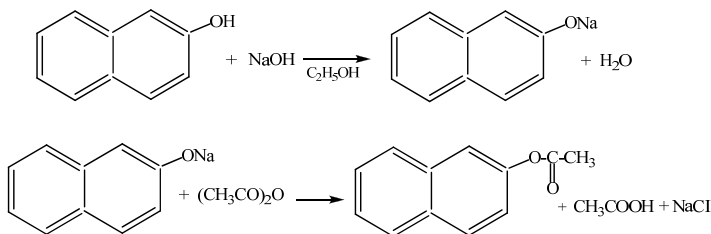
Диэтил эфирің бөлгеннен кейінгі қалдықты құмды жылытқышта 210-212°C аралығындағы фракцияны жинап айдайды.

Шығымы – ~15 г.

Бензой қышқылының этил эфирі (этилбензоат) – түссіз сұйық, этил спиртіңде, диэтил эфиріңде, хлороформда ериді, суда нашар ериді (0,08 г в 100 мл). Қайнау температурасы – 212,6°C; тығыздығы – 1,0470; сыну көрсеткіші – 1,5068.

β-нафтилацетат

Студент жұмыс барысында ангидридтердің нуклеофильді реагент β-нафтолмен реакциясымен танысып, органикалық заттарды тазарту әдісімен заттардың балқу температурасын анықтап меңгереді. В- нафтилацеттаты алу үшін β-нафтолды сірке ангидридімен әрекеттестіреді.



Реакцияның ерекшелігі:

Сірке ангидриді теріні тітіркендіреді.

Реактивтер: β-нафтол – 6 г; сірке ангидриді – 5,3 мл; NaOH – 2,8 г этанол.

Құрал-жабдықтар: 250 мл түбі дөңес колба, Бюхнер воронкасы, сүзгі қағаз.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл түбі дөңес колбаға 2,8 г NaOH салып 25 мл суда ерітеді. Оның үстіне 5 г қайта кристалданған β-нафтол салып, ерігенше араластырады.

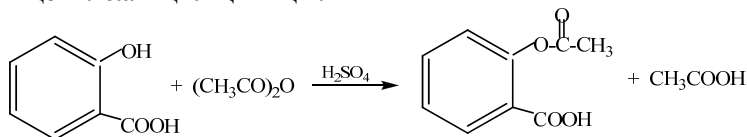
Ерітіндідегі 63 г ұнтақталған мұз және 5,3 мл сірке ангидриді қосылады. Колбаны кері ауа салқындатқышымен бекітіп, 15-20 минут араластырады. β-нафтилацетаттың кристалдары түзіледі. Этанолдан қайта кристалдандырылады.

Шығымы – 6,5 г.

Балқу температурасы – 68,5°C.

β-нафтилацетат – түссіз кристалды зат, этанолдан ине тәрізді кристалл түзіледі. Этанолда, эфирде, хлороформда ериді, суда ерімейді. Реакция тендеуі бойынша β-нафтилацетаттың пайыздық шығымын табу керек.

Ацетилсалицил қышқылы



Реактивтер: салицил қышқылы – 6,5г; сірке ангидриді (жаңадан айдалған) 6 мл; күкірт қышқылы (1,84 г/см³); толуол; бензол; мұзды су.

Құрал-жабдықтар: көлемі 50 мл дөңес түпті колба, стакан, кері салқындатқыш, сулы жылытқыш, шыны таяқша, Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 50 мл дөңес түпті колбаға 6,5 г салицил қышқылын салып, 6 мл жаңадан айдалған сірке ангидриді (абайлап) және 5 тамшы концентрлі күкірт қышқылымен араластырады. Колбаны кері салқындатқышпен жалғап сулы жылытқышқа қояды. Сулы жылытқыштың температурасы 1 сағат уақыт 60°C болуы керек. Содан кейін оны 90-95°C-ға дейін көтереді. Осы температурада колбаны тағы 1 сағат ұстайды. Қыздыру кезінде реакциялық қоспаны араластырып отыру қажет. Реакция аяқталғаннан кейін қоспаны араластыра отырып бөлме температурасына дейін салқындатады да 10 мл мұзды су құйылған стаканға құяды да қайтадан араластырады. Реакция өнімін Бюхнер воронкасында сүзіп

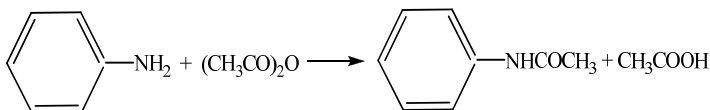
мұзды сумен шаяды. Ацетилсалицил қышқылын бензол немесе хлороформнан қайта кристалдау арқылы тазалайды.

Шығымы – 7,5 г.

Ацетилсалицил қышқылы (аспирин, о-ацетоксibenзой қышқылы) – түссіз кристалды зат; 100 г суда 0,25г, 90%-дық 100 мл этанолда 20 г, 100 мл эфирде 8,57 г ериді. Балқу температурасы – 133-136,5°C; қайнау температурасы – 140°C (ыдырайды).

Ацетанилид

Студент жұмыс барысында ангидридтердің нуклеофильді реагент аминмен реакцияласумен танысып, органикалық затты тазарту әдісімен, заттардың балқу температурасын анықтауды меңгереді. Ацетанилид алу үшін сірке ангидридімен араластырылады.



Реакция ерекшеліктері:

Анилин (улы зат) сірке ангидридімен тартпа шкафтың астында араластырылады.

Реактивтер: Жаңадан айдалған анилин – 4,5 мл; сірке ангидриді – 0,6 мл.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл конусты колба, кері салқындатқыш, Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл арналған конусты колбаға араластыра отырып 4,5 мл анилин және 20 мл дистильденген су құйылады. Одан соң араластырып отырады 6,0 мл сірке ангидриді құйылады. Колба кері ауа салқындатқышпен жалғастырылады, 10-15 минут 80°C сулы жылытқышта қыздырылады. Реакциялық қоспа мөлдір ерітіндіге айналады. Реакция аяқталған соң, колба салқындатылады (бірінші ауада, кейін мұз суында).

Түзілген кристалдар Бюхнер воронкасында сүзіп алынады, сүзгі мұзбен салқындатқан сумен жуылады. Кристалдарды ауада кептіреді.

Шығымы – 5,5 г.

Ацетанилидті тазарту үшін судан қайтадан кристалдандырады.

Балқу температурасы – 114°C;

Қайнау температурасы – 305°C; d_4^{20} – 121.

Реакция тендеуі бойынша ацетанилидтің проценттік шығымын табу керек.

2-окси-1-нафтальдегид

Реактивтер: β-нафтол – 50 г; хлороформ – 66 г; этил спирті – 185 мл; HCl (1,19г/см³) – 100 мл; NaOH – 100 г.

Құрал-жабдықтар: көлемі 1000 мл үш мойынды колба; араластырғыш; тамшылатқыш воронка; шарикті салқындатқыш; бөлгіш воронка; Либих салқындатқышы; Кляйзен колбасы; сулы жылытқыш; Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Араластырғыш, тамшылатқыш воронка және термометрмен жабдықталған үш мойынды колбаға β-нафтол салып, 150 мл этил спиртіні құйып сулы жылытқышқа қояды да β-нафтол еру үшін араластырғышты қосады. Содан кейін араластыра отырып 10 г NaOH 200 мл суда ерітіп қосады.

Реакциялық қоспаны сулы жылытқышта 80°C-та қыздырады және осы температурада тамшылатқыш воронкамен хлороформды тамызып қосады.

Реакция хлороформның бірнеше тамшысы тамызылғаннан кейін басталып кетеді. Оны тұрақсыз қою қоңыр түсті сұйықтың түзілуінен байқауға болады.

Бұл кезде қыздыруды тоқтату керек, ал хлороформды қосуды реакциялық қоспа үнемі қайнап тұратындай қосып отыру қажет. Ол шамамен 45 минутқа созылады. Нәтижесінде сары түсті тұнба түзіледі, араластыруды тағы да 1 сағаттай жалғастырады.

Спирт пен хлороформның артық мөлшерін кері салқындатқышты тұнба кері шашырамас үшін төменгі салқындатқышқа ауыстырып айдайды. Содан кейін колбадағы қалдықты салқындатып, араластыруды жалғастырады да Конго бойынша қышқылдық реакцияға дейін тұз қышқылын (85 мл) тамшылатып қосады. Бөлінген майлы затқа реакция кезінде түзілген натрий хлориді еру үшін сонша мөлшерде су қосады да, бөлгіш воронкаға ауыстырады.

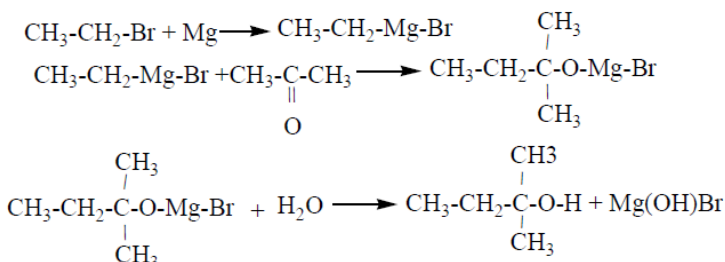
Майды бөлгеннен кейін үш рет ыстық сумен шайып көлемі 150-200 мл Кляйзен колбасына ауыстырады. Алынған затты 175-180°C/2,7 кПа (20 мм сынап бағанасы) аралығында қайнайтын фракцияны жинап айдайды. Айдалған өнім сары түсті болады. Шығымы 42-47 г.

Оны 35 мл спирттен қайта кристалдау арқылы тазалайды. Тазартылған өнім балку температурасы 80-81°C (36-40%) сары түсті инелер.

Магний органикалық қосылыстар негізіндегі синтездер

Магний органикалық қосылыстардың сумен, спиртпен, қышқылдар, ацетиленмен, аминдермен және көмір қышқыл газымен реакциялары.

2-метил-2-бутанол

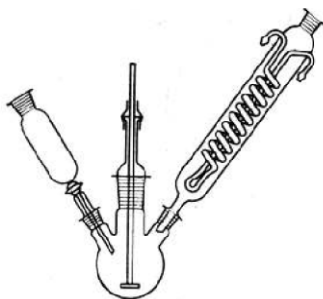


Реактивтер: магний – 2,4г; бромды этил – 10,9 г; ацетон – 5,8г; абсолютті эфир – 35 мл; экстракцияға арналған эфир – 30 мл; NH₄Cl ерітіндісі.

Құрал-жабдықтар: көлемі 150 мл үш мойынды колба; араластырғыш; тамшылатқыш воронка; кері салқындатқыш; бөлгіш воронка; хлор кальцийлі түтік.

Жұмыс барысы: Суретте көрсетілгендей қондырғыны құрасырады (23-сурет). Колбаға йод кристалдарын және үстіне магний жоңқаларын салады. Содан кейін йод буының күлгін түсі пайда болғанша колбаны қыздырады. Колбаны салқынлатып 15 мл абсолютті эфир құяды. Бөлгіш воронкаға 10,9 мл бромды этил және 10 мл абсолютті эфирді құйып, араластырғышты қосып, ерітіндіні магнийге сондай жылдамдықпен эфир бір қалыпты қайнайтындай етіп қосады.

Егер бромды этилдің алғашқы порциясын қосқанда реакция қар-



23-сурет. 2-метил-2-бутанолды алуға арналған қондырғы

қынды жүрсе, колбаны суық су құйылған ыдысқа салып салқын-датуға болады. Бромды этил қосып болғаннан кейін және магний толық ерігеннен соң колбаны сулы жылытқышта 20-25 минут қыздырады. Содан кейін колбаны салқынлатып 5,8 г ацетон және 10 мл абсолютті эфир қосады. Реакция аяқталғаннан кейін қоспаны тағы да 20 минут қыздырады. Соңынан колбаны қайтадан салқын-датып аммоний хлоридінің қаныққан ерітіндісімен ыдыратады. Эфир ерітіндісін бөліп, сулы ерітіндіні екі рет 15 мл эфирмен жуады. Эфирлі сығындыларды біріктіріп сусызданған поташпен кептіреді. Эфирді сулы жылытқышта дефлегматормен айдап, соңынан қалдықты айдап 100-105°C аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы – 2,5-3,5 г.

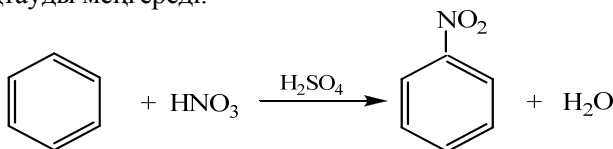
Тура осындай әдіспен 2-метил-2-пентанолды (қайнау температурасы 120-121,5°C), 3-метил-3-пентанолды (қайнау температурасы 122-123°C), 3-метил-3-гексанолды (қайнау температурасы 139°C), 3-метил-3-гептанолды (қайнау температурасы 161°C) алуға болады.

Ароматты қосылыстарды нитрлеу

Нитробензол

Студент жұмыс барысында нитрлеу реакциясымен танысады. Бұл реакция бензол, азот, күкірт қышқылдарының әрекеттесуінен алынады.

Нитробензолдың сыну көрсеткіші, қайнау температурасы арқылы анықтауды меңгереді.



Реакция ерекшеліктері:

1. Жұмыс тартпа шкафта жүргізіледі.
2. Азот, күкірт қышқылдарымен жұмыс істеу үшін ерекше сақтық керек.

Реактивтер: бензол – 10 мл; азот қышқылы (конц.) – 11 мл; натрий гидроксиді; кальций хлориді; күкірт қышқылы – 13 мл.

Құрал-жабдықтар: Көлемі 100 мл колба, сулы жылытқыш, тамшылатқыш воронка.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл колбаға 13 мл күкірт қышқылын (конц.) құямыз. Оны салқын суда салқынлатып әлсін-әлсін шайқап, үстіне 10 мл азот қышқылын (конц.) құяды.

Бөлме температурасына дейін салқындатылған қоспаның үстіне 1 мл-ден 10 мл бензол құяды. Бензолдың әр порциясынан кейін колбаны кері ауа салқындатқышпен жауып да қатты шайқайды. Қоспа гетерогендік жүйені құрайды. Қатты сілкіу мен қоспаның эмульсияға айналуы реакцияның жүруін тездетеді.

Бензолды нитрлеу экзотермиялық реакция шайқаған кезде қоспа қызады. Қоспаның температурасы 50–60°-тан аспауын қадағалау керек. Себебі жоғары температурада жанама өнім м-динитробензол түзіледі. Егер колба қатты қызып кетсе, сумен салқындатады. Бензолдың келесі порциясын, шайқау кезінде қоспа қызуын тоқтатқан кезде құяды. Барлық бензол қосылып болғаннан кейін колбаны 30 минут сулы жылытқышта 60°C қыздырады.

Реакция аяқталғаннан кейін қоспаны бөлме температурасына дейін салқындатады да бөлгіш воронкаға құяды. Төменгі (қышқыл) қабатын төгіп, ал жоғарғы (нитробензол) бөлігін сумен шаяды. Нитробензол мен су қоспасын қатты шайқауға болмайды, өйткені эмульсия түзілуі мүмкін. Егер эмульсия түзілген болса, оған 1 тамшы спирт қосады.

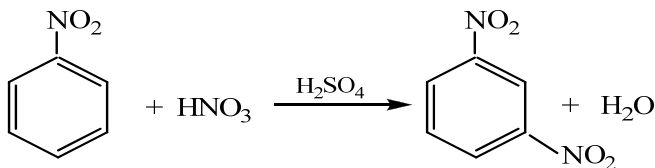
Нитробензолды (төменгі қабат) бөліп және бөлгіш воронкада 5%-дық натрий гидроксидінің ерітіндісімен шаяды, содан соң сумен шайғаннан кейін нитробензолды құрғақ 50 мл колбаға аударып үстіне кальций хлоридін қосады. Колбаны ауа салқындатқышымен жауып сулы жылытқышта қыздырады. Ерітінді түссізденген кезінде, оны Вюрц колбасына құйып ауа салқындатқышы арқылы айдайды. 207 – 211°C қайнаған фракцияны жинайды.

Шығымы – 11 г.

Нитробензол – сары түсті, май тәрізді миндаль иісті зат.

м-Динитробензол

Студент жұмыс барысында нитрлеу реакциясымен танысып, қайта кристалдану әдісін меңгереді.



Реакция ерекшеліктері:

Тартпа шкафта жүргізіледі.

Қышқылдармен жұмыс істеу кезінде сақтық ережелерін білу қажет.

Реактивтер: нитробензол – 4,1 мл; H_2SO_4 (конц.) – 17 мл; $NaNO_3$ – 12,5 мл; этил спирті.

Құрал-жабдықтар: 100 мл дөңес түпті колба, тамшылатқыш воронка, шыны таяқша, пробирка, стакан.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл дөңес түпті колбаға 17 мл H_2SO_4 (конц.) құяды да, содан кейін араластырып отырып 12,5 мл концентрлі азот қышқылын қосады. Алынған қоспаға 4,1 мл нитробензолды тамшылатып қосады да араластырып тығыны бар ауа тоңазытқышқа 1 сағат қыздыруға қояды да үнемі араластырып отырады. Қыздыру уақыты өткеннен кейін реакцияның аяқталғанын тексеру үшін үлгі алады. Ол үшін пробиркаға суық су алып, шыны таяқшамен бірнеше тамшы реакциялық қоспаны тамызады. Нәтижесінде м-динитробензол пробирка түбінде кристалл түзуі керек, су бетінде майлы нитробензол болмауы керек. Егер майлы қабат болса, қыздыруды тағы да 10-15 минут жалғастырады.

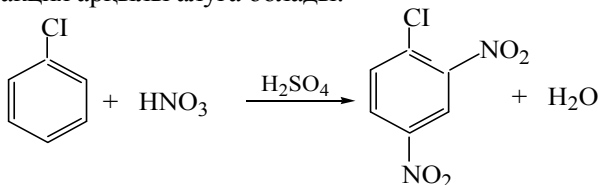
Суыған реакциялық қоспаны араластырып, суық суы бар стаканға құяды, қатты м-динитробензолды сүзіп жуады. Жаңа өнімді 50 мл стаканға салып ыстық суда ерітеді. Осылайша екі рет қайталайды. Суыған м-динитробензолды этил спиртінде қайта кристалдау арқылы тазартады (1г өнімге 7 мл эт, ил спиртін алады).

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

м-инитробензол – түссіз кристалды зат, бензолда эфирде, ацетонда, спиртте, суда нашар ериді.

2,4-Динитрохлорбензол

Студент жұмыс барысында нитрлеу реакциясымен танысып, қайта кристалдану әдісін меңгереді. 2,4-Динитрохлорбензолды келесі реакция арқылы алуға болады:



Реакция ерекшеліктері: Тартпа шкафта жасалады.

Қышқылдармен жұмыс істеу кезінде сақтық ережелерін білу қажет.

Реактивтер: Хлорбензол – 21 г (19 мл); азот қышқылы (1,4г/см³) – 30 мл; күкірт қышқылы (конц.) – 47 мл; мұз.

Құрал-жабдықтар: Механикалық араластырғыш, термометр, сулы жылытқыш, майлы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Механикалық араластырғыш және термометрмен жабдықталған көлемі 200 мл түбі дөңес кең мойынды колбаға 21 г (19 мл) хлорбензол мен 23,5 мл концентрлі күкірт қышқылын қосып, араластыра отырып сулы жылытқышта қыздырады.

Қалған күкірт қышқылын 30 мл азот қышқылымен (күкірт қышқылын азот қышқылына құяды) араластырып алынған қоспаны ақырындап реакциялық колбаға температураны 100°C-қа жеткізбей құяды. Қоспаны қосқаннан кейін араластыра отырып 1 сағат сулы жылытқышта қыздырады, артынан тағы 1 сағат майлы жылытқышта 120°C-та қыздырады. Алынған затты ұсақталған мұзға араластырып құяды. Содан соң түзілген өнімді сүзіп алып сүзгіде бейтарап ортаға дейін жуып, кептіреді.

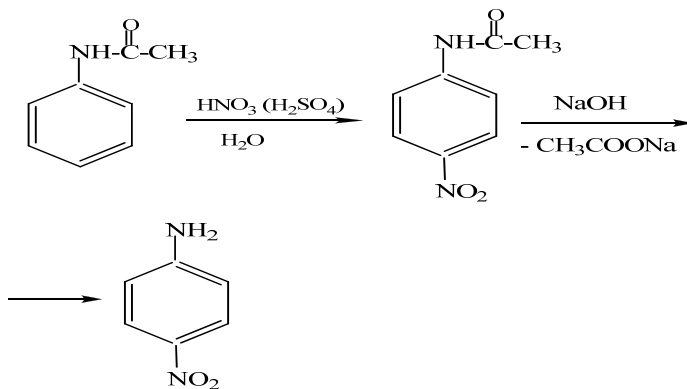
Шығымы – 30 г (теориялық шығымның 83%).

Түссіз, таза 2,4-динитробензолды алу үшін спиртте қайта кристалдайды. Балқу температурасы 52-53°C.

п-Нитроанилин

Студент жұмыс барысында ароматтық қатардағы электрофильді орын басу реакциясының бір түрімен (нитрлеу) танысып, реакция жүрісіне температураның әсерімен және пайда болған изомерлерді бөлу әдістерін меңгереді.

п-Нитроанилинді ацетанилидке нитрлеу қоспасымен әрекеттестіру арқылы алады.



Ацетамин тобы I топтың ориентанты болғандықтан, реакция нәтижесінде ацетанилидті нитрлеп, екі мононитро туындылар алады. Төменгі температурада о-нитроацетанилидтің шығымы әлдеқайда төмен, сондықтан да оның шығымы реакция температурасының жоғарылауына байланысты.

Неліктен о-изомер төменгі температурада аз мөлшерде пайда болады?

Тәжірибені жүргізгенде нитроқоспаны ацетанилидке құйғанда реакция қоспасын суыту қажет.

Реакция ерекшеліктері:

1. Жұмыс тартпа шкафта жасалады.
2. Азот, күкірт қышқылдарымен жұмыс істеу үшін ерекше сақтық керек.

Реактивтер: Ацетанилид – 1 г; сірке қышқылы – 1 мл; күкірт қышқылы (конц.) – 2 мл; азот қышқылы (конц.) – 3,5 мл.

Құрал-жабдықтар: Стакан, шыны таяқша, лакмус қағазы.

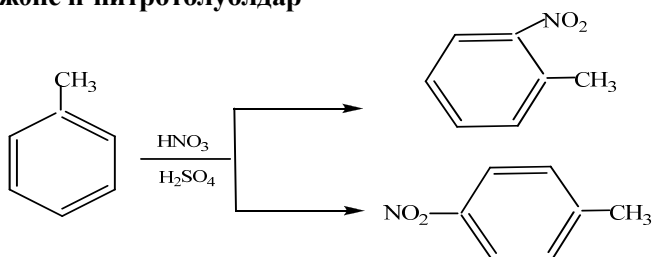
Жұмыс барысы: Стаканға 1 мл сірке қышқылын құйып, 1 г ұнтақталған ацетанилид салынады. Қоспаны шыны таяқшамен араластырып, 2 мл концентрлі күкірт қышқылымен 3,5 мл азот қышқылының қоспасын төменгі температурада құяды. Барлық реактивтерді араластырғаннан кейін, қоспаны бірнеше сағатқа немесе келесі күнге дейін қалдырады. Содан кейін реакция қоспасы мұздай суға құйылады (20 мл мұз болмаса 20 мл мұздай су), п-нитроацетанилид тұнбаға түседі. 10 минуттан кейін тұнбаны сүзіп, сумен жуады. Жуылған тұнбаны 30 мл суы бар стаканға ауыстырып, сілтілік орта көрсеткенше соданың ерітіндісін құяды (лакмуспен тексеру қажет). Қосымша пайда болған о-нитроацетанилид сабынданады, п-нитроацетанилид өзгермей қалады. Суытылған ерітіндіні сүзіп, сумен жуып п-нитроацетанилид алады. Әрі қарай тазарту үшін этил спиртінен (15-20 мл) кристаллизацияланады.

Ауада кептірілген п-нитроацетанилидтің балку температурасы – 200°C.

Шығымы: 1,1 – 1,2 г.

Алынған заттың проценттік шығымын реакция теңдеуі бойынша табу керек.

О- және п-нитротолуолдар



Реактивтер: толуол – 25 г (29 мл); азот қышқылы ($\rho=1,11$) – 24,3 мл, күкірт қышқылы ($\rho=1,84$) – 25 мл, сусызданған кальций хлориді.

Құрал-жабдықтар: Көлемі 250 мл үш мойынды колба, тамшылатқыш воронка, термометр, ауа салқындатқышы, араластырғыш, стакан, мұз.

Жұмыс барысы: Термометр мен тығын, араластырғыш және тамшылатқыш воронка орнатылған үш мойынды колбаға 24,3 мл (34 г) азот қышқылына аз-аздан 25 мл күкірт қышқылын қосып нитрлеуші қоспаны дайындайды. Бұл кездегі температура 60°C -тан аспау керек. Осы температураны ұстап тұрып 25 г (29 мл) толуолды тамшылатып қосады. Төменгі қышқыл қабатты бөліп алады, ал жоғарғы майлы қабатты бірнеше рет сумен жуады да сусыздандан кальций хлоридімен кептіреді. Майды кальций хлоридінен бөліп алады. Содан соң оны стаканда немесе колбада мұзбен суытады. Біраз уақыттан кейін түзілген кристалдарды п-нитротолуолды майдан сүзіп алады.

Шығымы: 23 г (теориялық шығымның 60%-ы).

n-Нитротолуол – ақшыл сары түсті кристалды зат.

Балку 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 жинап алады.

Майлы бөлігінде сол пробиркада айдап $232-236^{\circ}\text{C}$ аралығындағы фракцияны жинап алады. Алынған сары сұйықтық о-толуол.

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

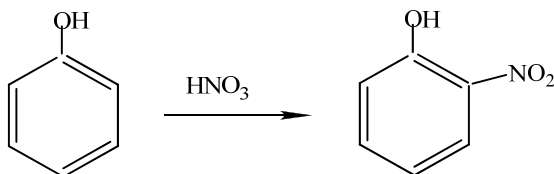
Балку температурасы $9,5^{\circ}\text{C}$ (α -түрі). Қайнау температурасы $219-216,5^{\circ}\text{C}$ (α -түрі), $222-23^{\circ}\text{C}$ (β -түрі).

Нитрофенол

Азот қышқылының концентрациясын дұрыс дайындау керек, себебі концентрлі азот қышқылының әсерінен қоспа тотығып нитрофенолдың шығымы азаяды.

Азот қышқылы реакция температурасы жоғарыласа, азот оксидтері түзіледі, сондықтан да реакция төмен температурада жүргізіледі, азот қышқылын фенолға тамшылатып құю керек.

Жұмысты жүргізу үшін: плитка, буландырғыш, ыдыстағы бу қайнап, бу иілген шыны түтік арқылы колбаға жиналады. Су буымен айдалған о-нитрофенол салқындатқыштан өтіп колбаға жиналады.



Реактивтер: фенол – 3,5 г; азот қышқылы ($\rho=1,11$) – 1,83 мл.

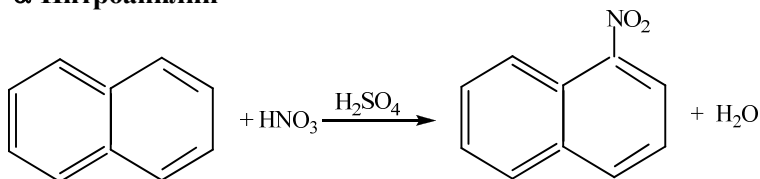
Құрал-жабдықтар: плитка, колба, термометр, сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Фенолды ұзын мойынды колбаға салып, 1 мл су құйып, біркелкі қоспаға айналғанша қыздырады. Басқа ыдыста ($\rho=1,11$) азот қышқылының ерітіндісін дайындайды 12 г HNO_3 (1 л ерітіндіде) 19,2%-дық.

Дайындалған азот қышқылын аз мөлшерде фенолға құяды. Реакция қоспасының температурасы 20°C аспау керек. Реакция қоспасын 5-6 сағатқа суық судың ішінде, болмаса мұздатқышта қалдырады, о-нитрофенолды бөліп шығару үшін, қоспадағы қышқылдың артық мөлшерін төгіп, қалдықты бірнеше реет сумен жуады, колбадан о-нитрофенолды су буымен айдайды. Егерде о-нитрофенол салқындатқыштың ішінде кристалданса, салқындатқышқа су жіберуді тоқтату қажет. Алынған о-нитрофенолды сүзіп, ауада кептіреді. Алынған нитрофенол таза болмаса, оны метанолдан кристаллизациялайды.

О-нитрофенолдың проценттік шығымын реакция теңдеуі бойынша табу керек.

α -Нитроанилин



Реактивтер: нафталин – 5 г; концентрілі азот қышқылы – 3,9 г, күкірт қышқылы (конц.) – 5 мл; этанол.

Құрал-жабдықтар: Көлемі 50 мл фарфор стакан, термометр, механикалық араластырғыш.

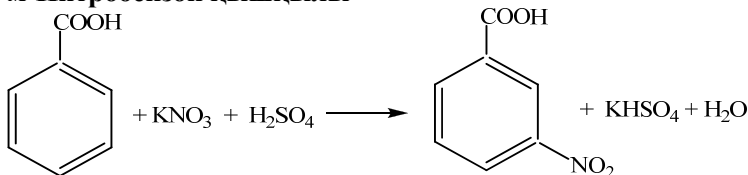
Жұмыс барысы: Араластырғыш және термометрмен жабдықталған фарфор стаканға 5 мл күкірт қышқылын 2,7 мл су және 3,9 г (2,8 мл) концентрілі азот қышқылын құяды. Температурасы 50°C-қа дейін қыздырылған нитрлеуші қоспаға (термометр қоспа ішінде тұрады) жақсылап ұнтақталған 5 г нафталинді қосып араластырады. Қоспаны механикалық араластырғышпен 50°C температурада 1 сағат қыздырады. Содан кейін температураны 60°C-қа дейін көтеріп тағы да 1 сағат араластырып, қыздырады. Реакциялық қоспа салқындағаннан кейін алынған нитронафталин қалдықтары бөлінеді. Балқыған нитронафталинді қатты араластыра отырып суық суға құяды. Қатқан шар тәрізді өнімді сүзіп алып, ауада кептіреді.

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

Таза α -нитронафталин алу үшін этил спиртіңде қайта кристалдайды.

α -нитронафталин – сары кристалды зат, балку температурасы 59-60°C. Этанолда, эфирде, хлорформада, ацетонда ериді.

m-Нитробензой қышқылы



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

Құрал-жабдықтар: Көлемі 50 мл үш мойынды колба, ыстықтай сүзуге арналған воронка, су буымен айдау қондырғысы, термометр, механикалық араластырғыш.

Жұмыс барысы: Арнайы араластырғышы мен термометрі бар үш мойынды колбаға 13 мл күкірт қышқылын құйып 70°C-қа дейін қыздырады. Сулы жылытқышты алып тастап, араластыра отырып 5 г бензой қышқылы мен 10 г калий нитратының қоспасын қосады. Бұл кезде температура 80°C-тан аспау керек. Содан кейін температураны 85-90°C-қа дейін көтеріп, реакциялық қоспада нитробензой қышқылының майлы қабаты түзілгенше сулы жылытқышта қыздырады. Реакциялық қоспа салқындағаннан кейін суық суға құяды, түзілген тұнба м-нитробензой қышқылын сүзеді, алдымен суық сумен, соңынан 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 ерітіндісімен ерітеді. Содан кейін 200 мл су қосады және қоспадағы тұнба тұтас еріп кеткенше қыздырады. Фильтратты салқындатып, түзілген тұнбаны сүзуге арналған воронка арқылы сүзеді.

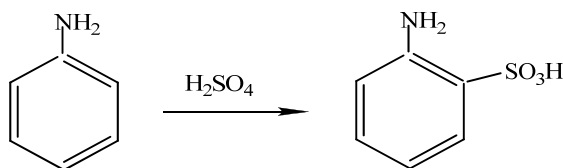
Таза қышқыл алу үшін, барий тұзын 10%-дық күкірт қышқылымен қайнатады. Суыған соң түзілген м-нитробензой қышқылының сүзеді, суық сумен жуып қайта кристалдайды.

Шығымы – 3,8г (теориялық шығымының 56%).

м-нитробензой қышқылы – ақ түсті кристалды ұнтақ зат. Балқу температурасы 140-141°C. Этил спиртінде, эфирде ериді, бензол мен суда нашар ериді (0,31 г 100 мл).

Ароматты қосылыстарды сульфирлеу

Сульфанил қышқылы



Реакция ерекшеліктері:

Анилинмен күкірт қышқылын тартпа шкафтың астында арластыру қажет (анилин улы). Реакция жүрісінде жылу бөлініп шығады, сондықтан реакцияға түсетін заттарды тамшылатып қосады, қоспаны жақсылап араластырады. Ерекше реакция температура-

сына көңіл бөлу қажет, себебі температураның өзгеруіне байланысты әртүрлі анилиннің сульфотуындыларының пайда болуы мүмкін.

Реактивтер: Анилин – 1,8 мл; күкірт қышқылы – 16,5 мл ($\rho = 1,84$ г/см).

Құрал-жабдықтар: фарфор тостағанша, термометр, «Конго» қағазы, сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Фарфор тостағаншада анилин мен күкірт қышқылын құйып араластырады. Алынған күкірт қышқылы анилин тұзын тигельге салып, асбест төселген плитканың үстіне 3-4 сағат қыздырады. Қоспаның температурасы $180-190^{\circ}\text{C}$ -тан жоғары болмау керек. (термометр қоспада болу қажет). Реакцияның соңын анықтау үшін сульфомассаны 10%-дық ерітіндіге салады. Егер де масса түгел ерісе, реакция соңына дейін жүргені. Егер сілті де анилиннің тамшылары қалқып жүрсе, реакция қоспасын әрі қарай қыздырады. Реакцияның соңында сульфо-массаны 40 мл 10%-дық NaOH-та ерітеді.

Қоңыр түсті сульфанил қышқылының натрий тұзын 5 минут ағаш көмірімен қыздырады, түссіз ерітіндіні түзіп, сульфанил қышқылын тұз қышқылымен әсер етіп бөліп алады. Реакцияның аяқталғанын «Конгомен» анықтайды.

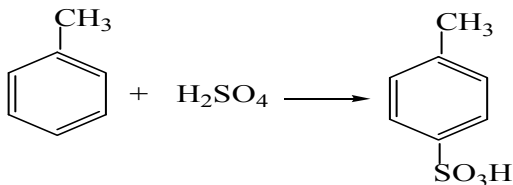
Сульфанил қышқылын сүзіп, ауада кептіреді, судан кристалдандырады.

Шығымы – 2-2,2 г.

Реакция тендеуі бойынша қышқылдың проценттік шығымын табу қажет.

п-Толуол сульфоқышқылы (моногидрат)

Студент жұмыс барысында ароматты көмірсутектердің электрофильді орын басу реакциясымен танысады (сульфирлеу). п-Толуол сульфоқышқылын келесі реакция арқылы алады.



Реакция ерекшеліктері:

Концентрлі қышқылдармен жұмыс істеудегі сақтық шараларды еске алу қажет.

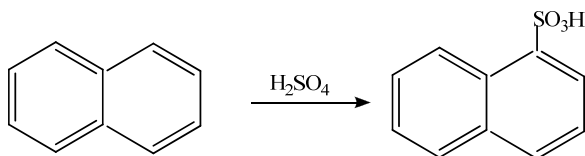
Реактивтер: Толуол – 13 мл; күкірт қышқылы (конц.) – 8 мл; активтелген көмір; NaCl; хлор (конц.)

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл колба, кері салқындатқыш, құмды жылытқыш.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл колбаға 13 мл толуол және 8 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды. Колба кері салқындатқышпен жалғастырылады. Колбаға қайнатқыш салынады. Қоспа құмды жылытқышта 1 сағат қайнатылады. Толуол қабаты көлемі 20 мл-ге дейін буландырылады. Ерітінді мұзбен, қармен салқындалады. Содан соң ерітінді арқылы беріледі. (тартпа шкафта) 1 тамшы спирт қосады.

β-нафталин сульфокышқылы (натрий тұзы)

Студент жұмыс барысында ароматы көмірсутектерінің электрофильді (сульфурлеу) орын басу реакциясымен танысады. β-нафталин сульфокышқылы келесі реакция арқылы алады:



Реакция ерекшеліктері:

1. Концентрлі күкірт қышқылымен жұмыс істеуде сақтық шараларын білу.

2. Температура 160-170°C-тан аспауы керек. Себебі температура жоғарылаған сайын қосымша реакциялар жүреді (тотығу сульфон және полисульфо қышқылдары түзіледі).

Реактивтер: нафталин – 6,4 г; күкірт қышқылы (конц.) – 6 мл; NaCl; NaHCO₃; Na₂CO₃, этанол.

Құрал-жабдықтар: Көлемі 50 мл түбі дөңес колба, термометр, құмды жылытқыш, стакан, Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 50 мл түбі дөңес колбаға 6 мл концентрлі күкірт қышқылы құйылады. Үстіне араластыра отырып ұнтақталған 6,4 г нафталин салынады. Колба жиегі кесілген тығынмен және термометрмен жабылады (пробиркаға термометр кигізілген). Термометр реакциялық қоспаға батырылады, қоспа құмды жылытқышта қыздырылады. 4 сағат 160-170°C-та температураны сақтау

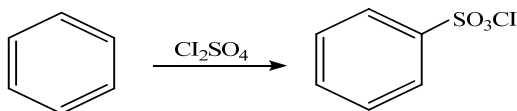
керек, себебі температура өскен сайын қосымша реакциялар жүреді. Реакция аяқталған соң қоспа салқындатылады, қоспа 100 мл салқын суы бар стаканға аударылады. Бұл кезде реакцияға түспеген және ди-β-нафталин сульфон тұнбаға түседі. Тұнба Бюхнер воронкасында сүзіледі. Фильтрат 4 г Na_2CO_3 нейтралданады. Na_2CO_3 аз мөлшерден салынады (араластыра отырып), β-нафталин сульфоқышқылын натрий тұзын алу үшін сульфомасса қаныққан NaCl ерітіндісіне құйылады. NaCl сумен және мұзбен салқындатылады. Қаныққан NaCl ерітіндісін дайындау үшін 19 г NaCl 63 мл ыстық суда ерітіледі. 30 минуттан кейін тұнбаға түскен β-нафталин сульфоқышқылының (Na тұзы) α-нафталин сульфоқышқылымен Бюхнер воронкасында сүзіледі. Фильтрде салқын сумен жуылады. Тұз кептіргіш шкафта 100°C кептіріледі.

Шығымы – 7,5 г. NaCl түзілген тұзды тазалау үшін абсолюттенген этанолдан қайта кристалдандырылады.

В-Нафталин сульфоқышқылының натрий тұзы түссіз, кристалды зат. Ауада балқиды.

Бензолсульfoxлорид

Студент жұмыс барысында ароматты көмірсутектердің электрофильді орын басу реакциясымен танысады. Бензолсульfoxлориді келесі реакция арқылы алынады:



Реакция ерекшеліктері:

1. Жұмыс тартпа шкафта жүргізіледі.
2. Көзілдірік, резеңке қолғапты пайдалану керек.
3. Сульfoxлорид қышқылы сумен қосылса, қопарылыс береді.

Реактивтер: Бензол – 11,5 мл; сульfoxлор қышқылы – 46 г; тетраxлорметан; кальций хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл үш мойынды колба; екі мойынды форштос; араластырғыш; бөлгіш воронка; кері салқындатқыш.

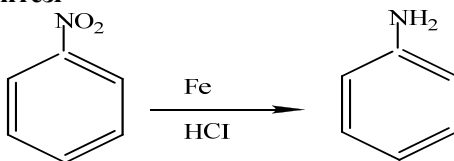
Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл үш мойынды колба екі мойынды форштоспен жалғанған және араластырғышпен, термометрмен, бөлгіш воронкамен және кері сулы салқындатқышпен жалғанған

колбаға 46 г хлорсульфоқышқылын салады. 1 сағат уақыт ішінде араластыра отырып 11,5 мл бензол қосады. Температура 20-25°C аспау үшін, колбаны мұзды суда салқындатады да 250 г мұзы бар стаканға құяды. Бензолсульфохлоридті бөлгіш воронкада тетра-хлорметанмен (екі рет 25 мл) экстракциялайды. Экстрактты сумен шайып, бензолсульфохлоридті вакуумда айдайды. 113-115°C (10 мм бағ.) Қайнайтын фракцияны жинайды.

Шығымы – 16 г.

Бензолсульфохлорид – май тәрізді ерітінді, салқын суда ерімейді, ыстық суда гидролизденеді, этанолда, эфирде ериді.

Анилин синтезі



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

Құрал-жабдықтар: көлемі 500 мл түбі дөңес колба, ауа салқындатқышы, бөлгіш воронка, су буымен айдауға арналған қондырғы, сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Ауа салқындатқышымен жалғанған түбі дөңес колбаға 10 мл нитробензол, 19 г темір ұнтағын салып араластырады. Алынған қоспаға аздап концентрлі тұз қышқылын араластыра отырып қосады. Егер реакция тым қатты жүрсе қоспаны сулы жылытқышта суытады. Тұз қышқылын қосқаннан кейін сулы жылытқышта 0,5 сағат араластырып қыздырады. Реакцияның аяқталғанын нитробензолдың иісінің жойылуынан біледі (өткір миндаль иісі болмайды). Ыстық қоспаны ақырындап натрий гидроксидінің 40%-дық ерітіндісімен сілтілік ортаға дейін нейтралдайды. Осы колбада су буымен айдайтын қондырғымен анилинді айдайды. Айдауды дистиллят түссіз болғанша жүргізеді.

Алынған ерітіндідегі анилинді натрий хлоридімен қанықтырады (100 мл ерітіндіге 20 г тұз қосады). Анилинді бөлгіш воронкамен бөледі, қалғанын диэтил эфирімен экстракциялайды. Эфир шығындыларын анилинге қосады да қатты натрий гидроксидінің түйір-

шіктерімен кептіреді. Содан кейін эфирді айдайды, колбаға аз мөлшерде мырыш ұнтағын салып анилинді ауа салқындатқышымен айдап, өнімді жинап алады.

Қайнау температурасы 182-184°C.

Шығымы: 9 г (теориялық шығымның 99%-ы).

Анилин – өзіне тән иісі бар, түссіз ерітінді, жарықта, ауада қарайып кетеді. Суда шекті ериді, спиртпен, эфирмен бензолмен араласып кетеді.

Балқу температурасы – 6,15°C, қайнау температурасы 184,4°C ($\rho_4^{20}=1,0217$ г/см), $\eta_D^{20}=1,5863$.

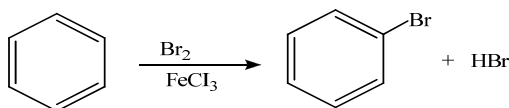
Анилин өте улы зат.

Галогендеу реакциялары

Бромбензол

Студент жұмыс барысында орын басу реакциясының бір түрімен танысады. Катализатордың қатысымен галогендеу, бірнеше изомерлерді бір-бірінен қайнау температурасы және сыну көрсеткіші арқылы органикалық заттарды анықтау әдістерін меңгереді. Бромбензолды катализатордың темір ұнтағының, болмаса ($AlCl_3$; $FeCl_3$) қатысуымен бензолды бромдау арқылы алады. Катализатордың рөлі қандай? Монобромбензолмен қатар аз мөлшерде о- және п-дибромбензолдар алынады.

Неліктен мұндай изомерлер синтезделеді?



Реакция ерекшеліктері:

Жұмыс тартпа шкафта жасалады. Броммен жұмыс істегенде сақтық шараларды ұмытпау керек. Бөлгіш воронканы алдын ала тексеру керек.

Реактивтер: Бензол – 6,6 г (7,5 мл); бром – 10,4 г (13,4 мл); темір ұнтағы – 0,3 г.

Құрал-жабдықтар: дөңес түпті колба; бөлгіш воронка; Вюрц колбасы, термометр, айдауға арналған қондырғы.

Жұмыс барысы: 0,3 темір ұнтағын түбі дөңес колбаға салып, 4 мл бензолды құйып, колбаны пробиркамен қосады. Бөлгіш воронкасынан 3,5 мл 3,4-дибром бензолдың қоспасы құйылады. Реакцияның жүруін бақылау үшін 1 мл қоспаны құйғаннан соң

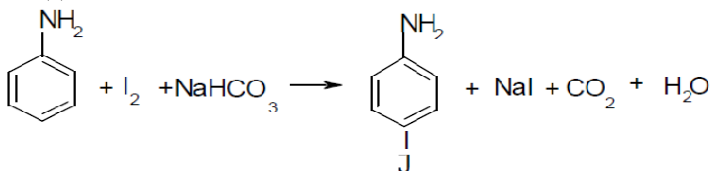
біраз күту қажет. Реакция басталғаннан кейін, реакцияның жылдамдығын бромның тамшысымен анықтайды. Реакцияның температурасы неғұрлым жоғары болса, соғұрлым қосымша қосылыстардың (дибромбензолдардың) пайда болу мүмкіншілігі өседі. Реакция өте жылдам жүретін болса, колбаны суық сумен суыту қажет.

Бром мен бензолдың қоспасын колбаға түгелімен құйғаннан кейін кранды жауып, колбадағы қоспаны жарты сағат ыстық суда қыздырады (бром буының толық бөлінуіне дейін). Колбадағы қоспаны (бөлшектеу) бөлігіш воронкасына құйып, сусыздандырылған кальций хлоридімен кептіріледі. Құрғатылған затты Вюрц колбасына құйып, 154-160°C бөлінетін фракцияны жинап алады.

Шығымы – 4,5 г.

Қосымша о- және п-дибромбензолды айдау арқылы бөліп алуға болады. Алынған бромбензолдың проценттік шығымын тауып, қайнау температурасымен сыну көрсеткішін анықтаңыздар.

п-Йоданилин



Реактивтер: Анилин – 2,2 г; натрий гидрокарбонаты – 3 г; йод – 5 г.

Құрал-жабдықтар: көлемі 50 мл стакан; магниттік араластырғыш; көлемі 50 мл дөнес түпті колба; кері салқындатқыш.

Жұмыс барысы: стаканға анилиннің өлшенген мөлшерін құйып, натрий гидрокарбонатын және 20 мл су қосады.

Қоспаның температурасы 12-15°C-тан аспау керек, қажет болғанда аздаған мұз салады. Содан кейін араластырғышты қосып реакциялық қоспаға фарфор келіде ұнтақталған йодты әрбір 3-5 минут сайын 1-1,2 г жарты сағат уақыт аралығында қосады да тағы да 20-30 минут араластырады. Бұл кезде реакция аяқталып, йодқа тән түсі толық жойылады.

Құрғақ қою кристалдық масса түрінде түзілген п-йоданилинді сүзіп, бөліп алады.

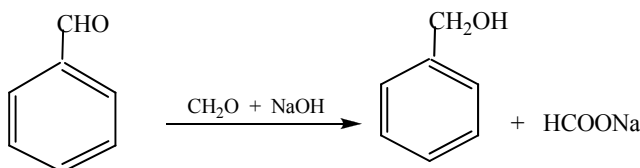
п-Йоданилинді сулы жылытқыштағы колбаны кері салқындатқышпен жалғап 15 мл петролейн эфирін қосып температураны 75-

80°C-тан асырмай қыздыру арқылы тазалайды. Өйткені өнім смолаланып кетуі мүмкін. Қоспаны 15 минут араластырып, ыстық ерітіндіні воронканы сағат шынысымен жауып сүзеді. Колбадағы фильтратты салқындату үшін тұз және мұз салынған ыдысқа қояды.

п-Йоданилин түссіз ине тәрізді зат түрінде түзіледі. Оны сүзіп алып ауада кептіреді. Фильтратты қайтадан реакциялық қоспа тұнбасы қалған колбаға құйып қайтадан қыздырып, ерітіндіні басқа қабылдағышқа сүзеді. Фильтратты салқындатып түзілген п-йоданилинді қайтадан сүзіп кептіреді.

Шығымы – 3,3-3,7 г. Балку температурасы 62-63°C.

Бензил спирті (1-әдіс)



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

Құрал-жабдықтар: көлемі 500 мл екі мойынды колба, бөлгіш воронка, кері салқындатқыш, ауа салқындатқышында айдауға арналған қондырғы.

Жұмыс барысы: Араластырғыш және кері салқындатқышпен жабдықталған көлемі 500 мл екі мойынды колбаға 19 мл бензальдегид, 50 мл су және 40 мл формалин қосады. Араластырып тұрып 40 мл натрий гидроксидінің 40%-дық ерітіндісін құяды. Нәтижесінде реакциялық қоспа температурасы 70°C-қа дейін көтеріледі. Әрі қарай реакциялық қоспаны 10 сағатқа қалдырады. Кейіннен реакциялық қоспа екі қабатқа бөлінеді. Жоғарғы бөлігін (бензил спирті) бөлгіш воронкамен бөліп алады. Әрекеттеспей қалған бензальдегидті натрий гидросульфитінің көмегімен бөледі. Қоспаны сумен шайқайды және біраз уақыт тұрғаннан кейін сулы бөлікті бензил спиртінен бөліп алады. Содан кейін сусыз натрий сульфатымен кептіреді де, айдап фракцияны жинайды.

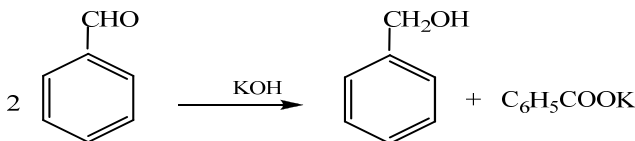
Қайнау температурасы – 204-206°C.

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

Бензил спирті – түссіз сұйық, қайнау температурасы 205,2°C, $\rho_{4}^{19}=1,0427$ мг/мл, $\eta_D^{20}=1,5395$.

Эфирде, ацетонда, спиртте жақсы ериді, суда нашар ериді (17°C-да 100 мл-де 4 г).

Бензил спирті (2 әдіс)



Реактивтер: Бензальдегид – 21,9 г (20 мл); формалин 40 мл, калий гидроксидінің 18 г, эфир – 40 мл, натрий гидросульфитінің 40%-дық ерітіндісі, натрий сульфаты (сусыз) – 4 г, тұз қышқылы.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл конусты колба, бөлгіш воронка, дөнес колба, кері салқындатқыш, сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл түбі тегіс колбаға жаңадан айдалған бензой альдегидін құяды да, салқындаған ерітіндіге 18 г калий гидроксидінің 12 мл судағы ерітіндісін қосады. Қоспаны тұрақты эмульсия түзілгенше араластырып, түнге қалдырады.

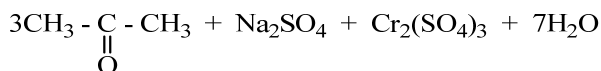
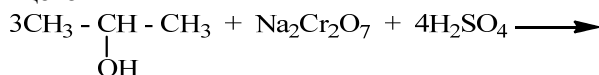
Түзілген кристалдық массаға аз мөлшерде тұнбаны еріту үшін су құяды. Бензил спиртінің екі рет эфирмен (20 мл) бөліп алады, ал сулы сілтілік ерітіндіні, әрекеттеспеген бензой қышқылын бөліп алу үшін қалдырады. Эфир шығындыларын қосқаннан кейін бөлгіш воронкада 5 мл натрий гидросульфитінің 40%-дық ерітіндісін қосып араластырады. Содан кейін эфирлі ерітіндіні күкіртті қышқыл қалдықтарынан бөліп алу үшін натрий карбонатының ерітіндісімен жуады, сусыз натрий сульфатымен кептіреді және эфирді сулы жылытқышта айдайды. Сулы жылытқышты ауа салқындатқышымен ауыстырып бензил спиртіні айдайды.

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

Тотығу реакциялары

Екіншілік спирттердің тотығуы

Ацетон



Реактивтер: Изопропил спирті – 20мл; натрий дихроматы – 22,8 г; күкірт қышқылы (1,84 г/см³).

Құрал-жабдықтар: көлемі 200 мл дөңес түпті колба; кері салқындатқыш; тамшылатқыш воронка; стакан; екі мойынды форштос; Вюрц колбасы; сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Көлемі 200 мл дөңес түпті колбаға кері салқындатқыш және тамшылатқыш воронкамен жалғанған екі мойынды форштосты қояды. Колбаға 20 мл изопропил спиртіні құяды. Стаканда 22,8 г натрий дихроматын 60 мл суда ерітеді де араластыра отырып 20 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Алынған хромды қоспаны тамшылатқыш воронкаға құйып абайлап колбаға (1-2 мл) тамызады. Реакциялық қоспада жылу бөлініп және қатты қызуы арқылы тотығу реакциясы бірден басталады. Хромды қоспаның келесі порциясын біртіндеп колбаны араластыра отырып біраз салқындағаннан кейін қосады. Хромды қоспа толық қосылғаннан соң қоспаны сулы жылытқышта 10 минут қыздырады. Содан кейін колбадағы реакциялық қоспаны салқындатып салқындатқышы бар Вюрц колбасына ауыстырып алдын ала өлшеп алынған колбаға 55-58°C аралығында қайнайтын фракцияны жинап алады.

Шығымы – 10г.

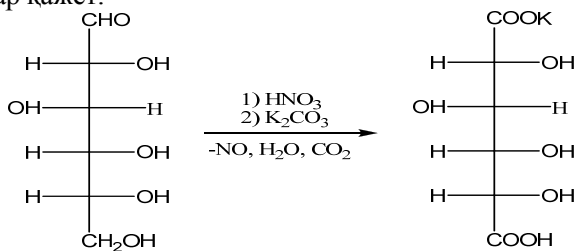
Ацетон – (диметилкетон, 2-пропанон) – түссіз иісті сұйықтық, сумен баврлық қатынаста араласады.

Қайнау температурасы – 56,24°C.

Альдегидтердің тотығуы

Қант қышқылының монокалий тұзы

Студент жұмыс барысында ароматты көмірсутектерінің тотығу реакциясымен танысады. Алынған заттың балқу температурасын анықтайды. Қант қышқылының монокалий тұзын алу үшін, мына реакциялар қажет.



Реакция ерекшеліктері:

Реакция тартпа шкафта жүргізіледі.

Реактивтер: Глюкоза – 27 г; азот қышқылы (25%-дық) ерітінді; K_2CO_3 (ұнтақталған); активтелген көмір.

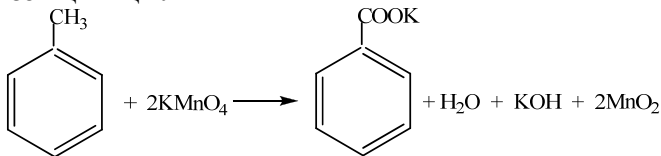
Құрал-жабдықтар: фарфор табақша; сулы жылытқыш; шыны таяқша; Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл фарфор табақшасына 27 г глюкоза 160 мл 25%-дық азот қышқылымен араластырады. Содан соң қайнап тұрған сулы жылытқышта қыздырылады, реакциялық масса судан өте аз мөлшерде (5 мл) ерітіледі. Ерітіндіні қыздырып сілтілік ортаға дейін калий карбонатымен нейтралдайды, өте жақсы еритін қышқылдың орта калий тұзы түзіледі. Салқындатылған ерітіндіге шыны таяқшамен араластырып, тамшылатып, мұз салынған тұз қышқылының ерітіндісін құяды. Ерітіндіден сірке қышқылының иісі шыққанша, қоспа ертеңгі күнге қалдырылады. Түзілген қант қышқылы калий тұзы Бюхнер воронкасында сүзіледі және мұз суымен жуылады. Содан соң қоңыр түсті тұз стаканға салынады және ыстық 20 мл суда ерітіледі. Салқындатылған ерітіндіге бірнеше түйір активті көмір салынады. Қоспа 5 минут қайнатылады. Ыстық қоспа сүзіледі. Фильтрат салқындаған соң түссіз қышқыл қант қышқылының калий тұзы тұнбаға түседі. Кристалл Бюхнер воронкасында сүзіледі, кептіріледі.

Шығымы – шамамен 10 г.

Ароматты қосылыстардың тотығуы

Бензой қышқылы



Реактивтер: Толуол – 1,2 мл; калий перманганаты – 3,4 г (ұнтақ); хлорсутекті қышқыл (ерітінді); су – 75 мл.

Құрал-жабдықтар: көлемі 200 мл дөңес түпті колба; кері салқындатқыш; құмды жылытқыш.

Жұмыс барысы: Кері салқындатқышпен жалғанған көлемі 200 мл дөңес түпті колбаға 1,2 мл толуол, 75 мл су және 3,4 г ұнтақтал-

ған калий перманганатын салады. Реакциялық қоспаны 4 сағат уақыт құмды жылытқышта араластыра отырып қайнатады. (Колбадағы сұйық біркелкі қайнау үшін колбаға бірнеше қайнатқыш салады). Реакцияның аяқталғанын ерітіндінің түссізденуінен байқайды.

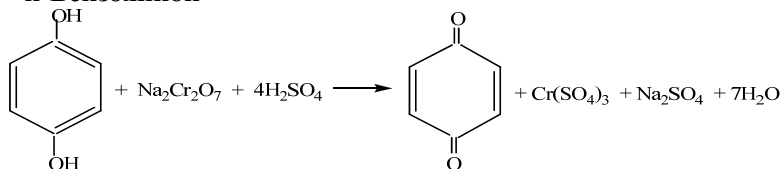
Егер қоспа түсі өзгермесе бірнеше тамшы этил спиртін немесе қымыздық қышқылын қосып түссіздендіреді. Реакциялық қоспаны салқындатып, түзілген марганец оксидінің (ІҮ) тұнбасын Бюхнер воронкасында сүзеді. Сүзгіні екі рет ыстық сумен шаяды (10 мл). Сумен шайылып біріктірілген фильтраттарды салқындатып оған Конго қызыл индикаторы бойынша қышқылды реакцияға дейін хлорлы сутек қышқылының ерітіндісін қосады. Түзілген бензой қышқылын Бюхнер воронкасында сүзеді. Воронкада мұзды судың аздаған мөлшерімен шайып ауада кептіреді.

Шығымы – 1 г.

Тазай бензой қышқылын алу үшін ампулада микро қайта кристалдайды.

Бензой қышқылы – пластинка түріндегі кристалды зат, суық суда нашар, ал ыстық суда жақсы ериді. Хлороформда, ацетонда, бензолда, метанолда жақсы ериді.

п-Бензохинон



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; калий хлориді (сусыз).

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл конусты колба; көлемі 100 мл дөңес түпті колба, бөлгіш воронка, термометр, сулы жылытқыш, сулы салқындатқыш; кері салқындатқыш; Вюрц колбасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 250 мл конусты колбаға 4г гидрохинонды 100 мл суда 50°C -та ерітеді, 2,7 мл концентрлі күкірт қышқылын тамшылатып қосады. Қоспаны суытып, температураны 20°C -тан 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 берсе

тұнба сарғыш жасыл түске боялады. Алынған қоспаны 10°C-қа дейін салқындатып, п-бензохинон тұнбасын сүзіп алады және суық сумен жуады.

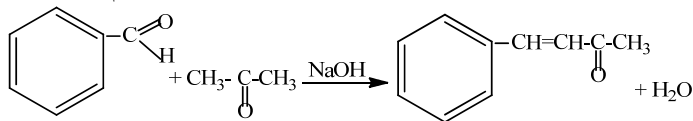
Сулы фильтраттан өнімді бензолмен екі рет (20 мл) бөліп алады. Бензол шығымын кері салқындатқышпен жалғанған дөңес түпті колбаға құйып, оған алдында сүзіп алынған тұнбаны қосады да п-бензохинон толық ерігенше сулы жылытқышта қыздырады. Жылы ерітіндіні (қайнамаған) сусыз кальций хлоридімен араластырып,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

Шығымы – 3,1 г (теориялық шығымның 80%-ы).

Конденсациялау реакциялары

Ароматты альдегидтердің (кетондардың) конденсациясы

Бензальацетон



Реакцияның ерекшелігі: Бензальацетонмен жұмыс істегенде өте сақ болу керек, ол теріні зақымдайды.

Реактивтер: Бензальдегид (жаңадан айдалған) – 10 мл; ацетон – 20 мл; натрий гидроксиді (10%-дық); тұз қышқылы; бензол.

Құрал-жабдықтар: 100 мл стакан; араластырғыш; термометр; бөлгіш воронка; сулы жылытқыш; лакмус қағазы.

Жұмыс барысы: Араластырғыш және термометрмен жабдықталған көлемі 100 мл стаканға 20 мл ацетон (ацетонның артық мөлшері дибензальацетон түзілмеу үшін қажет), 10 мл жаңадан айдалған бензальдегид және 10 мл су құйып араластырады. Реакциялық қоспасы бар стаканды сулы жылытқышқа қойып температураны 25-30°C ұстап араластыра отырып 2,5 мл 10%-дық натрий гидроксиді ерітіндісін біртіндеп қосады. Реакциялық қоспаны бөлме температурасында 2 сағат араластырады. Конденсация реакциясы аяқталғаннан кейін реакциялық массаға лакмус

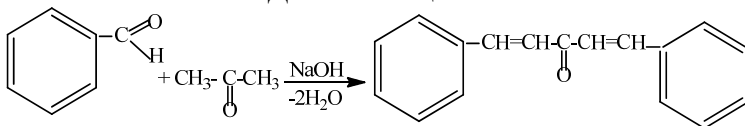
бойынша қышқылдық ортаға дейін сұйытылған тұз қыш-қылын қосып қоспаны бөлгіш воронкаға ауыстырады. Жоғарғы сары түсті майлы органикалық қабатты су қабатынан бөліп алады. Сулы қабатты кішірек бөлгіш воронкаға құйып 8 мл бензолмен экстракциялайды. Бензолды ерітінділерді қоспадан алынған органикалық қабатпен біріктіріп бөлгіш воронкада 5 мл сумен шайып сулы қабатты бөледі. Алдыменен сулы жылытқышта бензолды, содан кейін вакуумде бензальацетонды айдайды. Алдыңғы айдалған жасыл түсті дистилляттың аз мөлшерін айдап бөліп алады. Негізгі қайнау температурасы 148-160°C ашық сары түсті фракцияны жинайды. Бензальацетон біраз тұрса кристалданады.

Шығымы – 10г.

Бензальацетон (метилстиролкетон) – пластинка түріндегі түссіз кристалды зат, Спиртте, эфирде, хлороформ, бензолда ериді.

Балку температурасы – 42°C.

Дибензальацетон



Реактивтер: Бензальдегид (жаңадан айдалған) – 7,5 мл; ацетон – 2,8мл; натрий гидроксиді – 7,5г; этил спирті, этилацетат.

Құрал-жабдықтар: 250 мл стакан; араластырғыш; термометр; бөлгіш воронка; сулы жылытқыш; лакмус қағазы.

Жұмыс барысы: Араластырғыш және термометрмен жабдықталған көлемі 250 мл стаканға бөлме температурасына дейін салқындатылған 75 мл суда ерітілген 7,5 г натрий гидроксидін және 60 мл спирт құйып сулы жылытқышқа қояды. Қоспаны 20-25°C температурада (одан төменгі температурада май түрінде бөлінеді) араластыра отырып 7,5 мл бензальдегид пен 2,8 мл ацетоннан дайындалған қоспаның жартысын қосады да, қалған бөлігін қалдырып қояды. 2-3 минуттан кейін қоспа қабыршақталған тұнба түзіп лайлана бастайды. Бензальдегидтің артық мөлшерінде жабысқақ өнім түзіледі. Қоспаның температурасы 30°C-тан асса өнімнің шығымын төмендететін жанама реакция жүреді. Қоспаны 15 минут араластырғаннан кейін дайындалған қоспаның екінші жартысын құяды. Қоспа құйылған стаканды спирттің аз мөлшері-

мен шайып реакциялық қоспаға құяды. Реакциялық қоспаны тағы 30 минут араластырады. Түзілген ботқа тәрізді дибензальацетон тұнбасын Бюхнер воронкасында сүзеді. Сүзгідегі тұнбаны дистилденген сумен жуып екі сүзгі қағаздардың ортасына салып кептіреді.

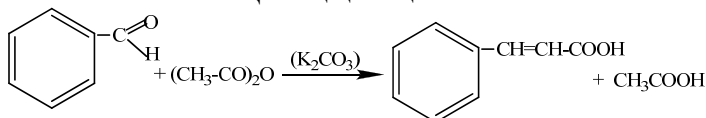
Шығымы – 7 г.

Таза дибензальацетон алу үшін этилацетаттан қайта кристалдайды.

Дибензальацетон – сары түсті кристалдық зат, ацетоннан пластинка түрінде кристалданады. Хлороформда, ацетонда ериді, эфирде, спиртте нашар ериді, суда ерімейді.

Балқу температурасы – 112°C.

Қабық қышқылы



Реактивтер: Бензальдегид (жаңадан айдалған) – 10 мл; сірке ангидридi 15 мл; хлорсутектi қышқыл (1,18 г/см³); калий карбонаты (сусыз); 2 н натрий гидроксидiнiң ерiтiндiсi; активтелген көмiр.

Құрал-жабдықтар: 200 мл дөнес түптi колба, керi салқындатқыш; араластырғыш; термометр; бөлгiш воронка; құмды жылытқыш.

Жұмыс барысы: Керi салқындатқышпен жабдықталған көлемi 200 мл дөнес түптi колбада 10 мл жаңадан айдалған бензальдегид, 15 мл сірке ангидридi және 7 г ұнтақталған калий карбонатын араластырады. Реакциялық қоспаны құмды немесе майлы жылытқышта 180°C-та 2 сағат қыздырады. Қыздыру кезiнде қоспаны араластырып отырады, қоспа қайнайды. Конденсация реакциясы аяқталғаннан кейiн қоспаны жылытқыштың температурасы 100°C-қа төмендегенше салқындатады. Қоспаны көлемi үлкен үш мойынды колбаға ауыстырып 140 мл 2 н натрий гидроксидiнiң ерiтiндiсiн құяды. Су буымен әрекеттеспеген бензальдегидтi айдайды. Айдаудың аяқталғанын дистиллятқа натрий гидросульфитiн қосу арқылы бензальдегид бойынша тексередi. Айдау колбасында қалған қоспаны бөлме температурасына дейiн салқындатады да, активтелген көмiрдiң бiрнеше түйiрiн салып 10-15 минут қайнатады.

Қайнап жатқан ерітіндіні ыстық күйінде сүзуге арналған воронкада жылдам сүзеді (ыстықтай сүзуге арналған воронканы алдын-ала қыздырады).

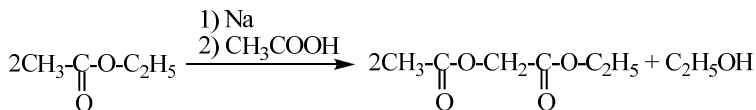
Фильтратты бөлме температурасына дейін салқындатып конго бойынша қышқылдық реакцияға дейін хлорсутекті қышқыл қосады (30 мл). Нәтижесінде қабық қышқылының жылтыр кристалдарының түзілгені байқалады. Түзілген кристалдарды Бюхнер воронкасында сүзіп ауада кептіреді. Таза қабық қышқылын алу үшін оны ыстық судан қайта кристалдайды.

Шығымы – 6 г.

Қабық қышқылы (β -фенилалкил қышқылы) *цис*- және *транс*-формада болады. Көбінесе *транс*-форма тұрақты, түссіз кристалл, эфирде, хлороформда, спиртте ериді.

Күрделі эфирлер конденсациясы

Ацетосірке эфирі



Реакцияның ерекшелігі: сіркеэтилді эфирмен жұмыс жасағанда өте сақ болу керек! Ол өртке қауіпті және ауамен қопарылғыш қоспа түзеді.

Металдық натриймен қауіпсіздік ережесін сақтаңыздар!

Реактивтер: сірке этилді эфир (құрғақ) – 55 мл; металды натрий – 5 г; 50%-дық сірке қышқылы; натрий хлориді ерітіндісі (қаныққан); натрий гидрокарбонаты (қаныққан ерітінді); кальций хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 200 мл дөңес түпті колба; екі мойынды форштос; кері салқындатқыш; майлы жылытқыш; лакмус қағазы.

Жұмыс барысы: Көлемі 200 мл дөңес түпті колбаға екі мойынды форштосты қойып, бүйір мойнын кері салқындатқышпен жалғайды. Екінші мойнын тығынмен жабады. Салқындатқыштың жоғарғы ұшын хлоркальцийлі түтікпен жабады. Форштосты колбаға қояр алдында оған сіркеэтилді эфирді құяды. Екінші мойнындағы тығынды ашып 5 г ұнтақталған метал натрийді салады. Натрийді абайлап біртіндеп өте аз мөлшерде қосу керек, себебі қосымша өнімдер түзілуі мүмкін. Сутегінің аз мөлшері бөліне бастағанда,

біраз уақыттан кейін сұйық қайнай бастайды. Егер конденсация реакциясының жылдамдығы сәл төмендесе, колбаны алдын-ала қыздырылған майлы немесе құмды жылытқышқа сіркеэтил эфирі аздап қайнайтындай температурада реттеп қояды (жылытқыштың температурасы (100-110°C-тан аспауы керек). Егер реакциялық қоспа қатты қайнаса жылытқышты алып тастайды. Қоспа баяу қайнағанда қыздыруды 2-3 сағат натрий толық ерігенше жалғастырады (қалыпты жағдайда натрий 1 сағатта ериді). Егер реакцияға түспеген натрийдің артық мөлшері қалса онда натрий алкогольатқа айналуы үшін қоспаға 2-3 мл этил спиртін қосады. Ылғал сіркеэтилді эфирді пайдаланса, реакция соңында желатин тәрізді масса (натрий гидроксиді) түзіледі. Егер эфир құрғақ болса, мөлдір түсті ерітінді алынады. Алынған ерітіндіні 40-45°C-қа дейін салқындатып араластыра отырып біртіндеп лакмус бойынша қышқылдық ортаға дейін 30 мл 50%-дық сірке қышқылын қосады. Ацетосірке эфирін және реакцияға түспеген сіркеэтилді эфирді тұздандыру үшін, алынған қышқыл ерітіндіге алдын ала дайындалып сүзілген натрий хлоридінің қаныққан ерітіндісінің тең көлемін қосады. Егер бұл кезде тұнба түзілсе, оны араластыра отырып аздап су қосып еріту қажет. Қоспаны бөлгіш воронкаға ауыстырады. Бұл кезде сұйық екі қабатқа бөлінеді. Егер қабатқа бөліну байқалмаса, қоспаны 50 мл сіркеэтилді эфирмен экстракциялайды. Жоғарғы қабатты төменгі су қабатынан бөліп, салқында натрий гидрокарбонаты ерітіндісінің аз мөлшерімен шайып, кальций хлоридімен кептіреді. Содан кейін кептірілген ерітіндіні төмен салқындатқыш және аллонжбен жабдықталған көлемі 100 мл Вюрц колбасына ауыстырады. Колбаны абайлап құмды жылытқышқа қойып алдыменен спирт, сірке қышқылы және су қоспасын айдайды да, температураны біраз көтеріп (95°C) сіркеэтилді эфирді айдайды. Колбада қалған ацетосірке эфирін вакуумде айдайды. Өнімді алу үшін 30 мм.сн.бағ. бойынша 86-90°C немесе 18 мм. сын. бағ. 76-80°C аралығындағы фракцияны жинайды. Айдау колбасында салқындатқан кезде кристалданатын дегидрацетатты қышқыл түзіледі.

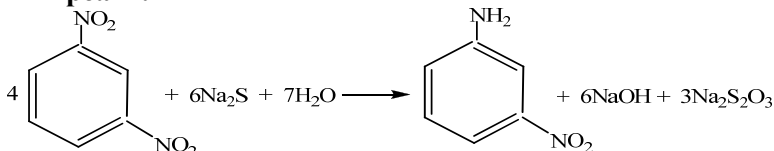
Шығымы – 11 г.

Ацетосірке эфирі – түссіз сергітетін иісі бар сұйық. Суда нашар, спирте, эфирде жақсы ериді. Органикалық еріткіштермен жақсы араласады.

Қайнау температурасы – 181°C.

Ароматты қосылыстарды түрлендіру

м-Нитроанилин



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

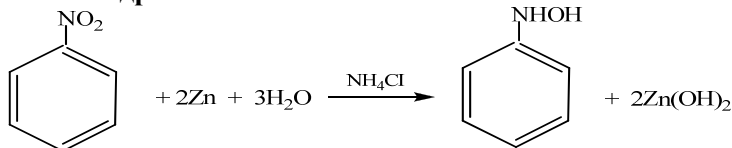
Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл дөнес түпті колба; механикалық араластырғыш; термометр; құмды жылытқыш; Бюхнер воронкасы.

Жұмыс барысы: Термометрі мен механикалық араластырғышы бар дөнес түпті колбаға 25 мл суды құмды жылытқышта 85°C температурада қыздырады. Араластырып отыра 5 г ұнтақталған динитробензолдың түзілуін, қоспаның бір тамшысын мыс сульфатына батырылған сүзгі қағазына тамызып көреді. Мыс сульфатында түзілген кара дақ 20 секундта кетпесе, реакцияның аяқталғанын білдіреді. Реакциялық қоспаны салқындатып, бір тәулікке қалдырады. Түзілген м-нитроанилинді Бюхнер воронкасында сүзіп алады да сумен қайта кристалдайды.

Шығымы – 2,5 г (теориялық шығымның 60%-ы).

м-Нитроанилин (1-амино-3-нитробензол) – қатты зат, этанолда қайта кристалданғанда сары ине тәрізді болады, эфирде, бензолда, суда ериді (6,1 г 100 мл 25°C), балку температурасы – 114°C.

Фенилгидроксиламин синтезі



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

Құрал-жабдықтар: көлемі 500 мл фарфор стакан; араластырғыш шыны таяқша; термометр; сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Араластырғышы мен термометрі бар фарфор стаканның тұратын арнайы қондырғыға 4,5 г аммоний хлоридін, 135 мл су және 7,1 г мл нитробензол құйып, қоспаны 15 минут

араластырады, оған 15,5 г мырыш ұнтағын салады. Егер мырыш ұнтағы активті болса, температура өздігінен 60-65°C-қа дейін көтеріледі. Ал егер керісінше температура көтерілмесе, қоспаны 60-65°C жеткенше сулы жылытқышта қыздырады.

Жылы қоспаны сүзіп, тұнбаны 20 мл ыстық сумен жуады. Содан кейін сүзгіні 50 г натрий хлоридімен қанықтырады және мұзбен салқындатады.

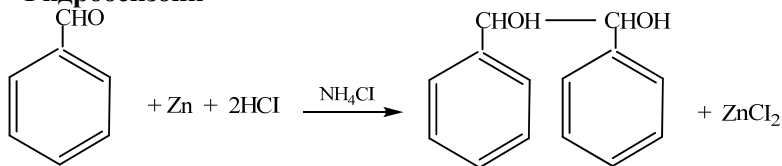
Фенилгидроксиламин – ашық сары түсті ұзын ине тәрізді болып бөлінеді, оны сүзгі қағазда сүзіп 40-50°C-та кептіреді.

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

Шығымы – 4,5 г (теориялық шығымның 59,7%-ы)

Фенилгидроксиламин – түссіз ине тәрізді зат, балку температурасы 82°C, эфирде, спиртте, хлороформда, ыстық бензолда, суда өте жақсы ериді.

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.

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл үш мойынды колба; тамшылатқыш воронка; сулы кері салқындатқыш; сулы жылытқыш, 400 мл стакан; араластырғыш.

Жұмыс барысы: Араластырғышы мен тамшылатқыш воронкасы бар, салқындатқышқа жалғанған көлемі 250 мл үш мойынды колбада 6,2 мл жаңадан айдалған бензой альдегидін 10мл этил спиртінде ерітеді. Ерітіндіге 3 г мырыш ұнтағын салады, араластыра отырып тұз қышқылының спирттегіт ерітіндісін (7,6 мл концентрлі тұз қышқылының 5 мл спирттегі ерітіндісі) тамшылатқыш воронка арқылы тамшылатып қосады. Реакциялық қоспаның температурасы 45-50°C болу керек. Содан соң қоспаны 1 сағатқа қойып қояды да, уақыт өткен соң 100 мл суға құяды. Тұнбаны сүзіп кептіреді және бензолда қайта кристалдайды.

Шығымы – 4 г (теориялық шығымның 61%-ы).

Гидробензоин (1,2-дифенил-1,2этандиол) – түссіз кристалды зат. Балқу температурасы 138-139°C. Суда нашар ериді, бензолда шектеулі, спиртте жылдам ериді.

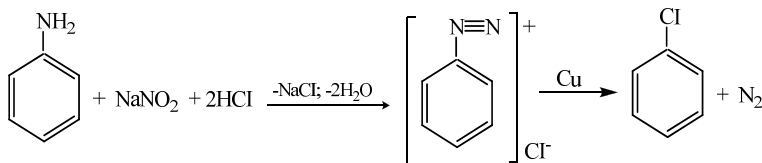
Азот бөліне жүретін реакциялар

Хлорбензол

Студент жұмыс барысында ароматты көмірсутектердің диазо- және азоқосылыстарымен танысады.

Реакция ерекшеліктері:

Концентрлі тұз қышқылымен жұмыс істеуде сақтық шараларын білу, температура 50°C-тан аспау керек.



Реактивтер: Жаңа айдалған анилин – 9,1 мл; NaNO₃ – 7,5; тұз қышқылы (конц.) – 2,5 мл; кальций хлориді; CrCl (I).

Құрал-жабдықтар: көлемі 300 мл стакан; көлемі 500 мл түбі дөңес колба; Вюрц колбасы; тамшылатқыш воронка; термометр.

Жұмыс барысы: Көлемі 300 мл стаканға келесідей ерітінді дайындайды: 12 мл HCl алып, 12 мл суда ерітіп, оның үстіне 4,5 г (4,5 мл) жаңа дайындалған анилинді құяды. Алынған қоспаны мұз салынған суда салқындатады. Тағы бір ыдыс алып, 3,5 г NaNO₂ 5 мл суда ерітіп, салқындатып алынған қоспаның үстіне біртіндеп шайқап отырып воронка арқылы қосады. Реакциялық қоспаның температурасы 5°C-тан аспау керек. Реакцияның аяқталғанын йодкрахмалды қағаз арқылы білуге болады.

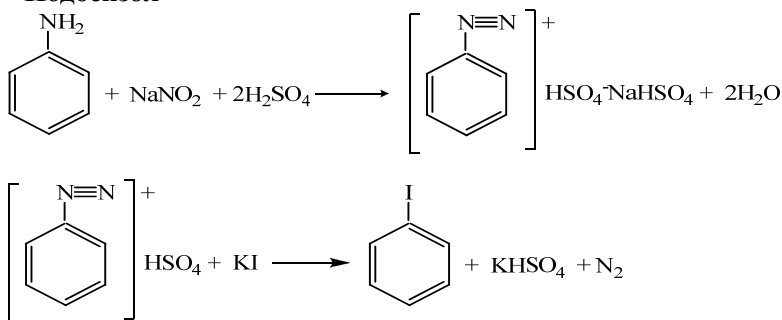
Көлемі 500 мл түбі дөңес колбаға 50 мл CrCl (I) ерітіндісін және концентрлі HCl құяды. Мұзды суда салқындатады. Осы кезде CrCl суспензиясы пайда болады. Алынған ерітіндіні жайлап араластыра отырып диазоний тұзына қосады. Реакциялық қоспаны шайқай отырып, 1 сағат ұстайды. 1 сағат өткеннен кейін колбаға кері салқындатқыш жалғап сулы жылытқышта қыздырады. Осылай алынған хлорбензолды су буымен айдау керек. Дистиллятқа май тамшылары бөлініп біткенше су буымен айдайды. Алынған дистиллятты бөлме температурасында салқындатады да бөлгіш воронкаға алады. Бөлгіш воронкада хлорбензол астыңғы қабатқа түседі. Хлор-

бензолды бөліп алып, NaOH сұйытылған ерітіндісін және су қосады. Алынған хлорбензолды CaCl₂-мен кептіріп Вюрц колбасына аударып 127-131°C хлорбензолды бөліп алады.

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

Хлорбензол – түссіз сұйықтық, спиртте, эфирде, хлороформда, бензолда жақсы ериді. Қайнау температурасы 132°C, $\rho_4^{20}=1,1066$, $\eta_D^{20}=1,5248$.

Йодбензол



Реактивтер: анилин – 9,9 мл; күкірт қышқылы ($\rho=1,84\text{г/см}^3$)- 20,2г; NaNO₂ – 7,7г; калий йодиді – 29 г; натрий гидроксидінің 10%-дық ерітіндісі – 32 мл; кальций хлориді (сусыз); құрғақ мочевина.

Құрал-жабдықтар: фарфор стакан; тамшылатқыш воронка; кері салқындатқыш; су буымен айдауға арналған кондырғы; Вюрц колбасы; көлемі 1 л дөңес түпті колба.

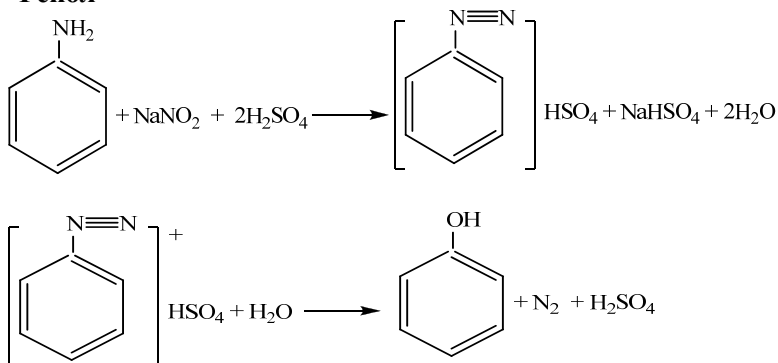
Жұмыс барысы: Тамшылатқыш воронка мен термометрі бар стаканға 9 мл анилинді құйып, оған 11 мл концентрлі күкірт қышқылын 65 мл суда сұйылтып қосады. Қоспаны 0°C-қа дейін салқындатады. Тамшылатқыш воронкамен 45 мл суда еріген 7,7 г натрий нитритін аздап тамшылатып қосады. Осы диазоттау реакциясы кезінде температура +5°C-тан аспау керек. Натрий нитритін қосып болғаннан кейін 1 сағат бойы қоспаны салқындата отырып араластырады. Азотты қышқылдың артық мөлшерін құрғақ мочевина қосу арқылы бөліп алады (газ бөлініп болғанша). Алынған диазокосылыстың ерітіндісіне аздап 29 г калий йодидінің 35 мл суда ерітіндісін қосып, қоспаны сол температурада 1 сағатқа қалдырады. Уақыт өткен соң стакандағы қоспаны дөңес түпті колбаға құйып, кері салқындатқышта азоттың бөлінуі тоқтағанша қыз-

дырады. Қоспаны 32 мл 10%-дық натрий гидроксидімен сілтілік ортаға келтіреді де, су буымен йодбензолды айдайды. Қабылдағыштағы өнімді бөлгіш воронкада бөледі де, кальций хлоридіндекептіреді. Содан кейін Вюрц колбасында айдап, қайнау температурасы 189-190°C фракцияны жинайды.

Шығымы – 21,5 г (теориялық шыымның 98%-ы).

Йодбензол – түссіз сұйықтық, суда ерімейді, керісінше спиртте, эфирде, хлороформда жақсы ериді. Балқу температурасы 31°C, қайнау температурасы 188,5°C, $\rho_4^{15}=1,8383$, $\eta_D^{18}=1,63213$.

Фенол



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

Құрал-жабдықтар: көлемі 500 мл стакан; тамшылатқыш воронка; механикалық араластырғыш, термометр; су буымен айдауға арналған қондырғы; сулы жылытқыш; Вюрц колбасы.

Жұмыс барысы: Көлемі 500 мл стаканға 75 мл су құяды, оған араластырып 15 мл концентрлі күкірт қышқылын қосады. Ерітіндіні суытпай тұрып, оған 14,2 анилин құяды. Алынған қоспаға 100 г мұз қосады, сондай-ақ стаканды сыртынан мұзды сумен 0...+5°C-қа дейін суытады. Осы сәтте анилин гидросульфаты бірте-бірте тұнбаға түседі.

Салқындатылған ерітіндіге тамшылатқыш воронка арқылы 10,5 г натрий нитритінің 45 мл судағы ерітіндісін тамшылатып қосады. Натрий нитритінің белгілі мөлшерін қосқан соң үлгі алып йодкрахмал қағазымен азот қышқылының бар-жоғын 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.

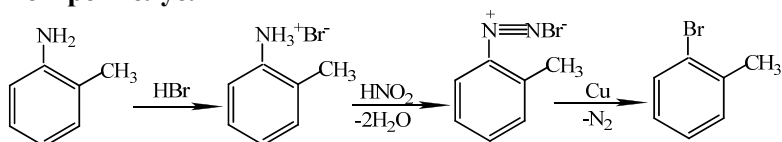
Сулы ерітіндідегі фенолдиазониттің гидросульфаты суда ыдырап, азот пен фенол бөліне жүреді. Ыдырауды тездету үшін стакандағы затты дөңес түпті колбаға құйып, сулы жылытқышта азот бөлінуі аяқталғанша қыздырады.

Фенолды осы колбада су буымен айдайды. Айдауды бром суында тұнба түзілмегенше жүргізеді. Фенолды тұтас айдап болған соң дистиллятты натрий хлоридімен қанықтырады және бірнеше рет диэтил эфирімен фенолды бөліп алады. Эфир экстрактісін кальций хлоридімен кептіреді де, эфирді сулы жылытқышта айдайды. Ал фенолды Вюрц колбасын да асбест торымен ауа салқындатқышын қолданып 179-183°C температурада айдайды.

Шығымы – 9 г (теориялық шығымның 65%-ы).

Фенол – түссіз кристалды зат, ауада күлгін түске айналады. Спиртте, хлороформда, эфирде жақсы ериді. Балку температурасы 40,9°C. Қайнау температурасы 181,2°C, $\rho_{4}^{20}=1,0710$, $n_{D}^{20}=1,5403$.

о-Бромтолуол



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

Құрал-жабдықтар: көлемі 500 мл дөңес түпті колба; кері салқындатқыш; тамшылатқыш воронка; Либих салқындатқышы; термометр; су буымен айдауға арналған қондырғы; сулы жылытқыш.

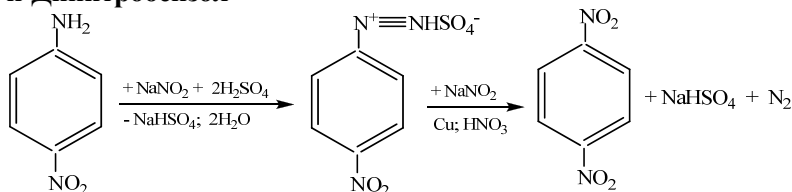
Жұмыс барысы: Дөңес түпті колбаға 23,7 г о-толуидиннің гипобромиді ерітіндісін 10°C-қа дейін салқындатады да оған аздап 15,3 мл натрий нитритінің ерітіндісін қосады. Натрий нитритін қосқан сайын колбаның қақпағын жайып, тұман тәрізді бу кеткеше шайқайды. Диазоттау реакциясын жүргізгенде температураны 10°C-тан асырмау керек. Реакция аяқталған соң 0,7 г жаңадан

әзірленген мыс ұнтағын қосады. Колбаны кері салқындатқышпен қосып сулы жылытқышта абайлап азот бөлінгенше қыздырады. Диазоний тұзының ыдырауын баяу жүргізеді. Қауіпті жағдай болса мұздай сумен салқындату керек. Сулы жылытқышта 30 минут ұстап, процессті аяқтайды. Түзілген о-бромтолуолды осы колбада су буымен айдайды. Қосымша өнім о-крезолды бөліп алу үшін дистилатты 1,3 г натрий гидроксидімен сілтілік ортаға келтіреді. Содан кейін о-бромтолуолды бөлгіш воронкада судан бөледі. Алынған өнімді 3,3 г (1,8 мл) концентрлі күкірт қышқылымен шайқайды да сумен жуады. Содан кейін құрғақ кальций хлоридімен кептіреді де 178-181°C аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы – 17 г (теориялық шығымның 45%-ы).

о-бромтолуол – түссіз сұйықтық, суда ерімейді, бензолда, спиртта, эфирде жақсы ериді. Қайнау температурасы – 181,7°C, $\rho_{4}^{20}=1,4222$, $n_{D}^{20}=1,5605$.

п-Динитробензол



Реактивтер: п-нитроанилин – 3,5г; натрий нитриті – 11,5 г; мыс ұнтағы – 7 г; күкірт қышқылы ($\rho=1,84$ г/см³) – 6 мл; азот қышқылы ($\rho=1,39$ г/см³).

Құрал-жабдықтар: көлемі 300 мл стакан; механикалық араластырғыш, термометр; су буымен айдауға арналған қондырғы; сулы жылытқыш.

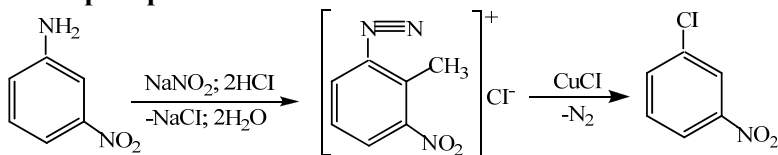
Жұмыс барысы: Стаканда 11,5 г натрий нитритін 30 мл суда ерітеді, 7 г мыс ұнтағын салады да, қоспаны 60°C-та сулы жылытқышта қыздырады. Содан кейін үнемі араластыра отырып аздап күкірт қышқылының сулы ерітіндісінде (6 мл концентрлі күкірт қышқылын 30 мл суда ерітеді) 3,5 г п-нитроанилинді ерітіп құяды. п-Нитроанилин қышқылда тұтас еруі керек. п-Нитроанилинді қосқан сайын реакциялық қоспа көпіршиді, оны 2, 5...3 сағат бойы аздан қосады. Температураны 60-70°C-тан асырмау керек. Қосып болғаннан соң араластыруды жалғастырады, реакциялық қоспаны

бөлме температурасында салқындатады. Азот қышқылымен қышқылдық ортаға келтіреді, су буында айдап 1,5-2 дистилятты жинайды. Дистилят салқындаған соң п-динитробензолдың кристалдары түзіледі, оны Бюхнер сүзгісінде сүзіп алады.

Шығымы – 2-2,5 г (теориялық шығымның 47-59%-ы).

n-динитробензол – кристалды зат, ыстық суда нашар ериді, бензолда ериді, спиртте, эфирде қыздырғанда ериді. Балқу температурасы – 173-174°C.

м-Хлорнитробензол



Реактивтер: м-нитроанилин – 14 г; тұз қышқылы ($\rho=1,84\text{г/см}^3$) – 47,6 г (40 мл); натрий нитриті – 7 г; мыс купорсы – 30 г; натрий хлориді (сусыз) – 10 г; натрий гидросульфиті – 5 г; натрий гидроксиді – 2,5г; бензол – 50 мл.

Құрал-жабдықтар: көлемі 150 мл стакан; көлемі 500 мл дөңес түпті колба; көлемі 300 мл жалпақ түпті колба; кері салқындатқыш; механикалық араластырғыш немесе шыны таяқша; термометр; су буымен айдауға арналған қондырғы; сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Механикалық араластырғыш, тамшылатқыш воронка, термометрі бар стаканға 14 г м-нитроанилинді құйып 25 мл судағы 40 мл тұз қышқылының ерітіндісінде араластырып, қыздыра отырып ерітеді. Алынған қоспаны мұзы бар сулы жылытқышта салқындатаып тамшылатқыш воронка арқылы ақырындап 1°C температурада 18 мл судағы 7 г натрий нитритінің ерітіндісін қосып диазоттайды. Диазоттаумен қатар дөңес түпті колбада концентрлі тұз қышқылында мыс хлоридінің (I) ерітіндісін дайындайды.

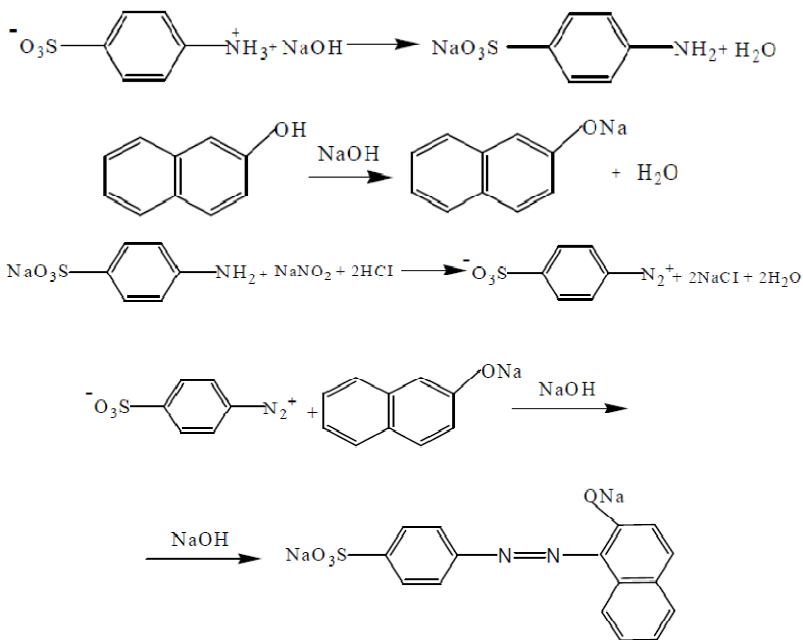
Диазоттау аяқталғаннан кейін (йодкрахмалды қағазбен тексереді) түзілген қалдықты сүзгі қағазында сүзіп алады да фильтратты 25-30°C температурада CuCl ерітіндісімен бірге дөңгес түпті колбаға құяды. Түзілген тұнбаны сулы жылытқышта кері салқындатқышпен азот бөлінуі аяқталғанша қыздырып ыдыратады. Азот ыдырап болған соң қоспанысуытып, ерітіндісін декантациялап бөліп алады. Тұнбаны 50 мл бензолда ерітеді және сілтінің сулы

ерітіндісімен содан соң сумен жуады да бөлгіш воронка арқылы бөледі. Бензолды ерітіндіні құрғақ кальций хлоридімен кептіреді, бензолды айдайды, ал м-хлорбензолды вакуумда айдап 124-125°C температура аралығындағы фракцияны жинайды.

Шығымы – 10 г (теориялық шығымның 62%-ы).

м-хлорнитробензол – ашық сары түсті кристалл, суда ерімейді, спиртте, эфирде, бензолда жақсы ериді. Балку температурасы 44,4°C, қайнау температурасы 235-236°C.

**Азот бөлінбей жүретін
дiazоний тұздарының реакциялары. Азобірігу
β-Нафтолоранж синтезі**



Реактивтер: сульфанил қышқылы – 5 г; натрий нитриті – 2 г; натрий гидроксидінің 2 н ерітіндісі – 62,5 мл; тұз қышқылының 4 н ерітіндісі – 25 мл; натрий хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл стакан; шыны таяқша.

Жұмыс барысы: Стаканда 5 г сульфанил қышқылын 12,5 мл 2 н натрий гидроксидінде ерітеді және 2 г натрий нитритінің 25 мл судағы ерітіндісін 0-5°C температурада қосады.

Әрі қарай салқындата отырып араластыру нәтижесінде алынған

қоспаны 25 мл 4 н тұз қышқылының ерітіндісімен әрекеттестіреді. Содан кейін бөлме температурасында қоспаны п-диазобензолсульфоқышқылын тез нафтолдың (4 г β-нафтолды 50 мл 2 н натрий гидроксидінде ерітеді) сілтілік ерітіндісін құяды.

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

Шығымы – 8 г (теориялық шығымның 75 %-ы).

1-Фенилазонафтол

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

Құрал-жабдықтар: көлемі 250 мл стакан; шыны таяқша.

Жұмыс барысы: Көлемі 200 мл стаканда 0,9 г анилинді (1:1) сұйытылған тұз қышқылында ерітеді. Салқындатылған қоспаны стаканда араластыра отырып 0,7 г натрий нитритінің 2,5 М судағы ерітіндісіне қосады. Қосқан кезде температураның 0,5°C аспауын қадағалау керек. Ол үшін сулы жылытқышқа су құйып мұз салып қояды да, стаканды суға батырып ұстап тұрады. Диазоттау алдында бос азот қышқылының қалдығы бар жоғын тексеру үшін үлгі алып көреді де йодкрахмал қағазымен тексереді. Нитритті тамызғаннан кейін 5 минут өткенде азот қышқылының қалдықтарынан арылу үшін мочевинаны салуға болады.

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

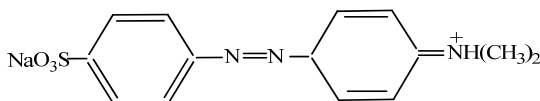
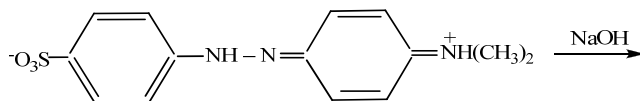
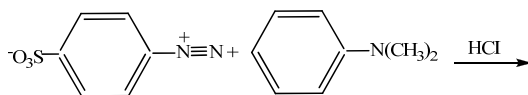
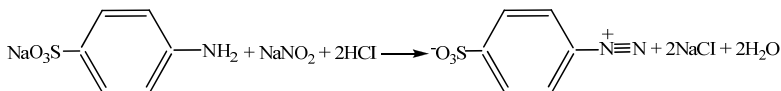
Индикатор қағазының көмегімен ерітінді сілтілік орта болуын қадағалау керек (егер сілтілік ортадан сәл ауытқып бара жатса, тағы да сілті қосады). Түзілген бояғыш затты тұндырады, майда ұнтақталған натрий хлоридін қосады.

Шығымы – 2 г (теориялық шығымның 80%-ы).

Балку температурасы – 130°C затты тазалау үшін этил спиртімен қайта кристалдайды.

Гелиантин (Метилоранж)

Студент жұмыс барысында диазоқосылыстардың азот бөлінбей жүретін азобірігу реакциясымен танысады. Бұл реакция арқылы температураның әсері қандай екенін көреді.



Реакция ерекшеліктері: Азобірігу төмен температурада жүргізіледі.

Реактивтер: Диметиланилин – 0,6 мл; сульфанил қышқылы – 1 г; натрий нитриті – 0,4 г; тұз қышқылы – 1-2М; натрий гидроксиді – 2М.

Құрал-жабдықтар: 50 мл стакан; сүзгі қағаз; воронка.

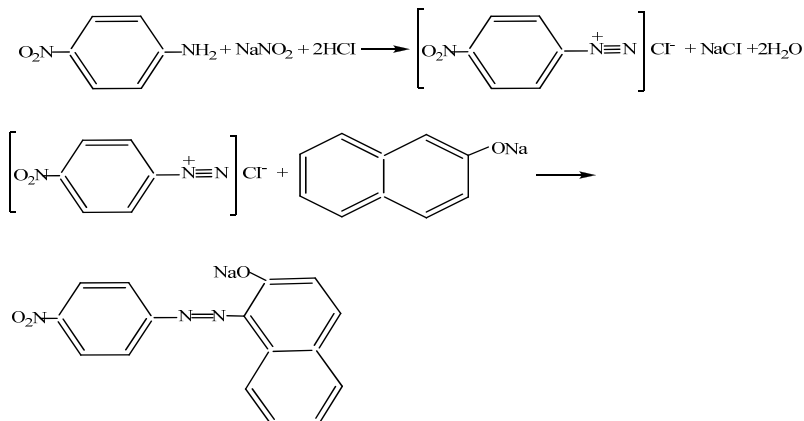
Жұмыс барысы: Көлемі 50 мл стаканға 0,6 мл диметиланилин 10 мл 1М тұз қышқылы ерітіледі. Бірінші, екінші стаканда 1 г сульфанил қышқылы 2,5 мл 2М натрий гидроксидінің ерітіндісінде ерітіледі (II). Бұл ерітіндіге 0,4 г натрий нитриті және 5 мл су құйылады. Ерітінді мұзбен салқындатылады. Салқындатылған ерітінді 2,5 мл 2М тұз қышқылына құйылады да, қоспаны 20 минутқа қалдырады, диазосылыс түзіледі. Диазосылыс тұз қышқылындағы диметиланилинге құйылады. Бұл ерітіндіге сілтілік ортаға дейін 2М натрий гидроксидінің ерітіндісі құйылады. Сары-қоңыр кристалдар түзіледі. Қоспа 2-3 сағатқа қойылады, содан соң сүзіледі, судан қайта кристалдандырылады.

Шығымы – 2 г.

Гелиантин – қышқыл – сілтілік индикатор. Сілтілік ортада гелиантин сары түсті, нейтрал ортада – сары-қызыл, қышқылдық ортада – қызыл түсті.

Қызыл п-нитроанилин

Студент жұмыс барысында диазосылыстардағы азот бөлінбей жүретін реакциясымен танысады. Температураны көтергенде термиялық ыдырау болады.



Реакция ерекшеліктері:

Бұл реакция баяу жүреді (төмен температурада). Тұз қышқылының әсерін білу 0°C -тан аспау керек.

Реактивтер: п – нитроанилин – 1 г; β -нафтол – 1 г; натрий нитриті – 0,6 г; натрий ацетаты – 2 г; HCl – 6 М; NaOH – 8 М. Na (20%-дық).

Құрал-жабдықтар: көлемі 50 мл стакан; сулы жылытқыш; сүзгі; йодкрахмал қағазы.

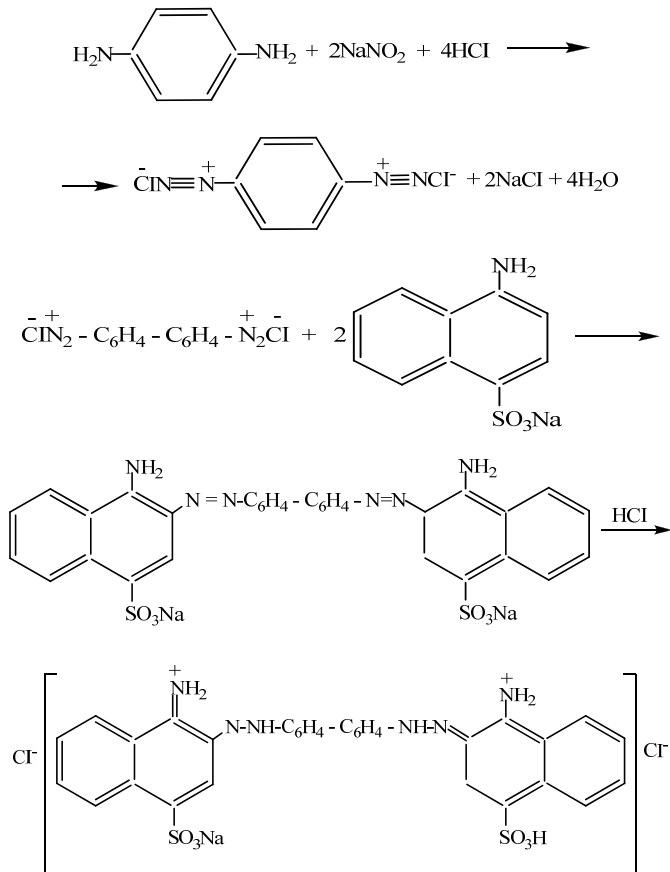
Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл стакан алып 9 мл ыстық суға 1 г п-нитроанилинді ерітеді. Құрамында 1,6 мл 6М HCl ерітіндісі болады. Ерітіндіні суытып 1,4 мл 6 М HCl ерітіндісін және 5-10 мл H_2O құяды. Стаканды мұзы бар ыдысқа салып, 0°C -да диазоттайды. Бұған NaNO_2 0,6 г 4 мл H_2O -да тамшылатып құяды.

Егер тұнба түссе 6М тұз қышқылы ерігенше құяды. Диазоттау реакциясының аяқталғанын йодкрахмалды қағазбен байқаймыз. Реакциялық қоспаға 30 минуттан кейін 2 г натрий ацетатына 7 мл су құяды. Ерітіндіні сүзуге де болады. 100 мл стаканға 1 г β -нафтол 4 мл 8М натрий гидроксидін ерітіп дайындайды. 60 мл ыстық суды құяды. Алынған ерітіндіні суытып, араластыра отырып алдын ала дайындалған феннилдиазоний тұзына қосамыз. Алынған қоспаны 30 минут ұстайды. Түскен тұнбаны сүзіп 20%-дық NaCl ерітіндісімен шаяды (сумен де шаюға болады). Ауада кептіреді.

Шығымы – 2 г.

ҚЫЗЫЛ КОНГО

Студент жұмыс барысында диазосылыстардың ароматты көмірсутек қатарындағы NH₂-тобының әсерін байқайды. Жұмысқа температураның әсері қандай?



Реакция ерекшеліктері:

Концентрлі тұз қышқылын білу керек (70-80°C).

Реактивтер: Бензидин – 0,46 г; натрий нафтионаты – 1,6 г; натрий нитридi – 0,36 г; натрий ацетаты – 2 г; тұз қышқылы (конц.) – 1,2 мл; тұз қышқылы (10%-дық ерітінді); соданың 1М ерітіндісі; натрий хлориді.

Құрал-жабдықтар: көлемі 100 мл стакан; йодкрахмал қағазы; сулы жылытқыш.

Жұмыс барысы: Көлемі 100 мл стаканға құрамында 1,2 мл концентрілі тұз қышқылы бар 0,46 г бензидинді 10 мл суда 70-80°C ерітеміз де, 15 мл су құяды. Алынған түссіз ерітіндіні 2-3°C температураға дейін салқындатады. Егер ерітінді мөлдір болмаса, онда сүзеді, араластыра отырып 0,36 г натрий нитридінің 2 мл судағы ерітіндісін диазоттайды. Реакцияның аяқталғанын йодкрахмал қағазында байқайды. Алынған қоспаны 5 минутқа қояды. Содан кейін араластыра отырып оған алдын ала салқындатылған 1,6 г натрий нафтионаты және 2 г натрий ацетаты кристалдарын 25 мл судағы ерітіндіге құяды. Реакциялық қоспаны біраз уақытқа қояды. Содан кейін 1 моль натрий карбонатының ерітіндісін қосады.

Натрий тұзының бояғыш қызыл ерітіндісін (қосып) сүзіп және фильтраттан натрий хлоридін алып тастайды. Түзілген натрий тұзының бояғышын сорғызып 20%-дық натрий хлоридінің ерітіндісіне шаяды.

Шығымы – 1,7 г.

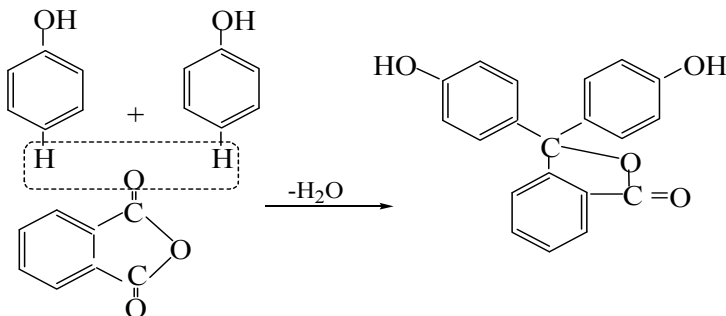
Натрий тұзын 10%-дық тұз қышқылы ерітіндісімен қыздыра отырып, хлорсутекті көк түсті су алуға болады.

Қызыл конго (дифенилбисазоннафтион қышқылының динатрий тұзы)- қызыл-қоңыр түсті ұнтақ.

Ыстық суда тез ериді, суық суда, органикалық еріткіштерде ерімейді. Қышқыл сілтілі индикатор ретінде қолданылады.

Фенолфталеин

Студент жұмыс барысында алифатты (sp^3) көміртек атомы жанындағы ароматты альдегидтердің альдегидтермен және кетон қатысуымен сілтінің судағы ерітіндісіндегі нуклеофильді орын басу реакциясымен танысады. Бұл реакцияда температураға көңіл бөлу керек, себебі температура өзгеруіне байланысты әр түрлі фталь ангидридіннің қоспалары пайда болуы мүмкін.



Реакция ерекшеліктері:

1. Концентрлі H_2SO_4 жұмыс істегенде сақтық шараларын білу.
2. Температура – $125-130^{\circ}C$ -тан аспау керек. Себебі температура жоғарылаған сайын қосымша реакциялар жүреді.

Реактивтер: Фталъ ангидридi – 2,5г; фенол – 5 г; күкірт қышқылы (конц.) – 1мл; NaOH – 5%-дық ерітіндісі; сірке қышқылы; этил спирті; активтелген көмір.

Құрал-жабдықтар: фарфор тигель; термометр; құмды жылытқыш; стакан; фарфор табақша; Бюхнер воронкасы; шыны таяқша.

Жұмыс барысы: Биік фарфорлы тигельдің ішіне 2,5 г фталъ ангидридін, 5 г фенол, 1 мл концентрлі H_2SO_4 араластырып құяды. Температура $125-130^{\circ}C$ -тан аспау керек. $125-130^{\circ}C$ температурада 1,5 сағат құмды жылытқышта қыздырады. Реакция конденсацияланған соң, ыстық ерітіндіні 50 мл ыстық суы бар стаканға құяды. Абайлап фенолдың іші кеткенге дейін ерітіндіні қайнатады (ерітіндіні қайнатқанда шыны таяқшамен араластырып тұрады). Ерітіндіні салқындатқан соң, Бюхнер воронкасында сүзеді. Сүзген кезде тұнбаны фильтрге өткізбеуге тырысу керек. Тұнбаны стаканда 2 рет аздап суық сумен шаяды. Егер сүзгі қағазда тұнба қалып қойса, сол күйінде оны да суық сумен стаканның үстіне ұстап шаяды. Тұнбаны аз мөлшерде жылы 5%-дық NaOH ерітіндісінде ерітеді. Салқындатып, ерімеген қалдықтардан ерітіндіні сүзіп алады. Қанық қызыл фильтраттан сірке қышқылының фенолфталеині түзіледі. Содан соң ерітіндіге 1-2 тамшы HCl тамызамыз да, түнге қалдырады.

Алынған құм тәрізді сары түсті фенолфталеинді Бюхнер воронкасында сүзіп тазалайды. Ол үшін алынған өнімді стаканға аударып, 10 мл спирте ерітеді. Содан соң, ерітіндіні салқындатады, ерітіндіге аз ғана мөлшерде активтелген көмір салып 15 минут қайнатады. Ыстық ерітіндіні сүзеді және тұнбаны ыстық спиртпен фильтрдің үстінде шаяды. Суытылған ерітіндіні араластыра отырып, 8 мл мөлшерде су қосады. Май тамшылары бөлінетін спиртке батырылған фильтр арқылы сүзеді. Фильтратты фарфор табақшаға салып, ыстық сулы жылытқышта қыздырса спирттің біраз мөлшері жоғалып, ұшып кетеді. Ерітіндіні табақшада 30 минутқа қойып қояды. Бөлінген түссіз немесе ашық сары кристалды сорғызып ауада кептіреді.

Фенолфталеин шығымы – 1 г.

Фенолфталеин – түссіз, кристалл зат, суда ерімейді, спирте жақсы ериді. Ыстық эфирде ериді.

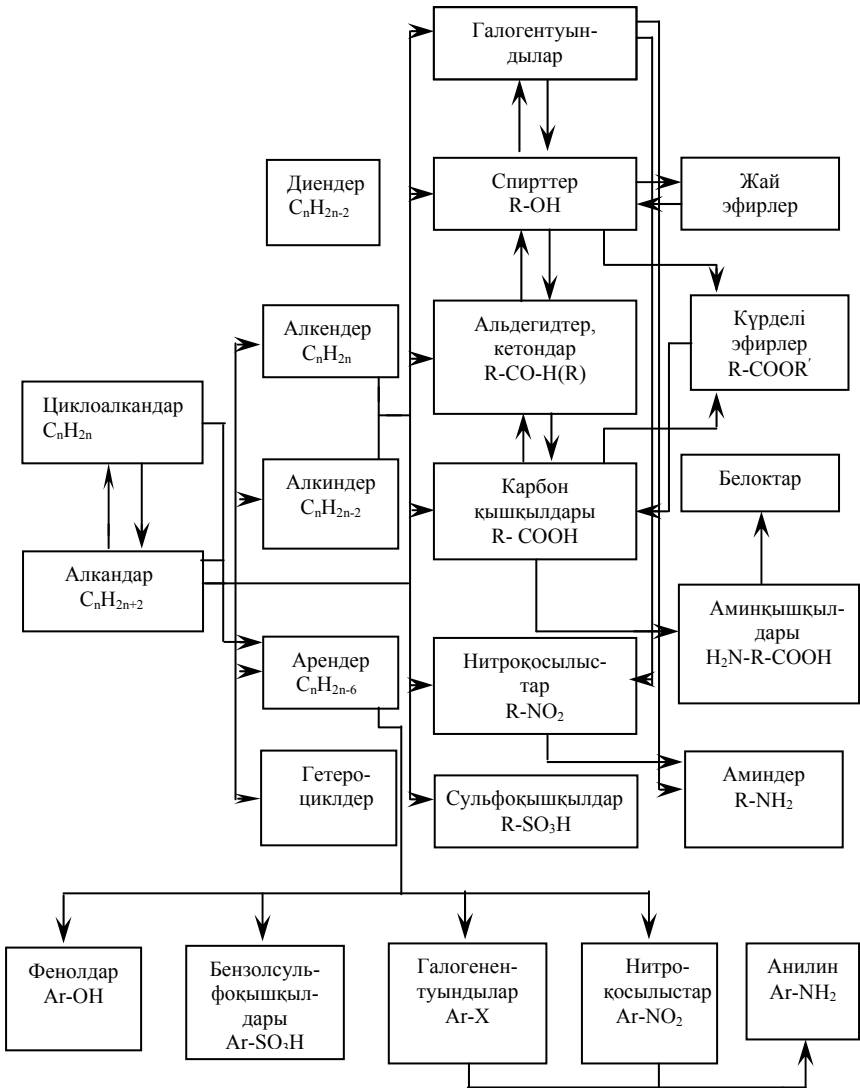
Органикалық қосылыстарға сапалық реакция

Қосылыс	Реагент	Байқалатын белгілер
1	2	3
<i>Алкендер, алкиндер алкадиендер</i>	Br ₂ суы KMnO ₄ ерітіндісі	Бром суы түссізденеді KMnO ₄ ерітіндісі түссізденеді
<i>Алкиндер: HC≡CH н/е R- C≡CH</i>	Ag ₂ O (аммиакты ерітіндісі) CuCl ₂ (аммиакты ерітіндісі)	Ag ₂ S алсіз-жасыл түсті тұнба түзіледі Cu ₂ C ₂ қызыл тұнба түзіледі
<i>Толуол</i>	KMnO ₄ ерітіндісі	KMnO ₄ ерітіндісі түссізденеді (қыздырғанда)
<i>Спирттер: Бір атомды Көп атомды</i>	CuO (қыздырылған мыс сымы) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған)	Мыс жылтыры (Cu) және альдегидтің иісі Ашық-көк глицериннің ерітіндісі немесе мыс гликолят ерітіндісі түзіледі
<i>Фенол</i>	Br ₂ суы FeCl ₃ (ерітіндісі)	Солғын-сары тұнба 2,4,6-үшбром фенол Күлгін түсті ерітінді түзіледі
<i>Альдегидтер</i>	Ag ₂ O (аммианты ерітіндісі) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған)	«Күміс айна» реакциясына түседі (қыздырғанда) CuO ₂ қызыл тұнба түзіледі (қыздырғанда)
<i>Карбон қышқылдары</i>	Индикатор лакмус Na ₂ CO ₃ ерітіндісі	Лакмустың түсі өзгереді ақ-қызыл (қызыл)
<i>Сірке қышқылы</i>	FeCl ₃ (ерітіндісі) Иісі арқылы байқауға болады	Қызыл түсті тұнба түзіледі. Сірке қышқылының өзіне тән иісі бар.
<i>Құмырсқа қышқылы</i>	Ag ₂ O (аммиакты ерітіндісі) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған)	«Күміс айна» реакциясына түседі (қыздырғанда) CuO қызыл тұнбаға түседі (қыздырғанда)
<i>Олеин қышқылы</i>	Br ₂ суы KMnO ₄ (ерітіндісі)	Бром суы түссізденеді KMnO ₄ ерітіндісі түссізденеді
<i>Сабын ерітіндісі</i>	Қышқылдар ерітіндісі	Май қышқылының ақ тұнбасы түзіледі
<i>Көмірсулар Глюкоза</i>	Ag ₂ O (аммиакты) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған)	«Күміс айна» реакциясы (қыздырғанда) Суықта ашық-көк ерітінді және мыс глюконаты (II) түзіледі
<i>фруктоза</i>	Ag ₂ O (аммиакты ерітіндісі) Cu(OH) ₂ (жаңадан жасалған)	Қыздырғанда CuO ₂ қызыл тұнба түзіледі.
<i>сахароза</i>	Ag ₂ O (аммиакты ерітіндісі)	Өзгеріс болмайды.

Органикалық химиядан зертханалық жұмыстар

1	2	3
	Қыздырғанда қышқылдардың қатысуында гидролизге ұшырайды	Қыздырғанда ашық көк ерітіндінің түсі өзгермейді. Өзгеріс болмайды. Глюкоза «Күміс айна» реакциясын түседі (қыздырғанда)
<i>крахмал</i>	I ₂ ерітіндісінде	Көк түс пайда болады.
<i>Анилин</i>	Br ₂ суы	Ақ тұнба 2,4,6 үшброманилин түзіледі
<i>Белок</i>	Cu(OH) ₂ сілтілік ортада HNO ₃ Pb(CH ₃ COO) ₂ ерітіндісі	Күлгін түске боялады Сары түске боялады Қара түсті тұнба түзіледі

Маңызды органикалық қосылыстар арасындағы генетикалық байланыс



МАЗМҰНЫ

Алғы сөз	3
КІРІСПЕ	5
Органикалық химия зертханасында жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік ережелері.....	7
Органикалық химиядан зертханалық жұмысқа арналған ыдыстар.....	14
Органикалық қосылыстарды бөлу, тазалау әдістері.....	21
Органикалық қосылыстардың құрылысын физика-химиялық әдістер арқылы зерттеу.....	29
Органикалық еріткіштер және оларды тазалау	35
Зертханалық жұмыстардың тәжірибелік нәтижелерін жазу	44
№1 зертханалық жұмыс. Кристалдау және қайта кристалдау	46
№2 зертханалық жұмыс. Возгонкалау	49
№3 Зертханалық жұмыс. Айдау.....	51
№4 Зертханалық жұмыс. Органикалық қосылыстардың физикалық қасиеттерін анықтау	59
№5 Зертханалық жұмыс. Органикалық заттардың сапалық және сандық құрамын анықтау	60
№ 6 Зертханалық жұмыс. Қаныққан көмірсутектер	67
№7 зертханалық жұмыс. Алкендер	70
№8 Зертханалық жұмыс. Ацетилен және диенді көмірсутектері.....	72
№ 9 Зертханалық жұмыс. Көмірсутектің галоген туындылары.....	75
№ 10 Зертханалық жұмыс. Бір атомды қаныққан спирттер.....	80
№ 11 лабораториялық жұмыс. Көп атомды спирттер.....	83
№ 12 лабораториялық жұмыс. Жай эфирлер.....	85
№13 Зертханалық жұмыс. Альдегидтер мен кетондар.....	87
№14 Зертханалық жұмыс. Бір негізді қаныққан карбон қышқылдары	91
№15 Зертханалық жұмыс. Жоғары молекулалы қаныққан карбон қышқылдары.....	97
№16 Зертханалық жұмыс. Екі негізді қанықан карбон қышқылдары	99
№17 Зертханалық жұмыс. Күрделі эфирлер. этерификация реакциясы.....	102

№ 18 Зертханалық жұмыс. Майлар	105
№ 19 Зертханалық жұмыс. Оксикарбон қышқылдары	108
№ 20 Зертханалық жұмыс. Алифатты қатардағы нитрокосылыстар	111
№ 21 Зертханалық жұмыс. Алифатты қатардағы аминдер	112
№ 22 Зертханалық жұмыс. Амин қышқылдары	115
№ 23 Зертханалық жұмыс. Белоктар	118
№ 24 Зертханалық жұмыс. Мочевина (карбамид)	122
№ 25 Зертханалық жұмыс. Ароматты көмірсутектер және олардың туындылары	124
№ 26 Зертханалық жұмыс. Көмірсулар. Моносахаридтер	128
№ 27 Зертханалық жұмыс. Дисахаридтер	138
№ 28 Зертханалық жұмыс. Полисахаридтер	142

II. Органикалық қосылыстарды синтездеу

Қаныққан көміртегі атомындағы нуклеофильді орынбасу.

Бромды этил синтезі

Бромды бутил синтезі

Жай эфирлерді алу. Дибутил эфирін синтездеу

Фенетол

β -Нафтолдың этил эфирі

Күрделі эфирлерді алу. Сірке қышқылының этил

эфирін (этилацетатты) алу

Сірке қышқылының бутил эфирін алу

Сірке қышқылының изоамил эфирін алу

Бензой қышқылының этил эфирі

Карбонильді қосылыстар конденсациясы

В-Нафтилацетат

Ацетил салицил қышқылы Ацетанилид

2-Окси-1-нафталдегид

Магний органикалық қосылыстар негізіндегі

синтездер. 2-метилбутанол

Ароматты қосылыстарды нитрлеу. Нитробензол

М-Динитробензол

2,4- Динитрохлорбензол

п – Нитроанилин

О- және п-нитротолуолдар

Нитрофенол

м-Нитробензой қышқылы

Ароматты қосылыстарды сульфирлеу

Сульфанил қышқылы

П-толуол сульфоқышқылы	171
β -Нафталин сульфоқышқылы (натрий тұзы).....	172
Бензолсульфохлорид	173
Анилин синтезі	174
Галогендеу реакциялары. Бромбензол	175
п-Йоданилин.....	176
Бензил спирті	177
Тотығу реакциялары. Ацетон	178
Қант қышқылының монокалий тұзы.....	179
Бензой қышқылы.	180
п-Бензохинон	181
Конденсациялау реакциялары. Бензальацетон	182
Дибензальацетон	183
Қабық қышқылы.	184
Күрделі эфирлер конденсациясы. Ацетосірке эфирі	185
Ароматты қосылыстарды түрлендіру. м-Нитроанилин	187
Фенилгидроксиламин.....	187
Гидробензойн	188
Азот бөліне жүретін реакциялар. Хлорбензол	189
Йодбензол	190
Фенол.....	191
о-Бромтолуол.....	192
п-Динитробензол.....	193
м-Хлорбензол	194
Азот бөлінбей жүретін диазоний тұздарының реакциялары. Азобірігу	195
β -Нафтолоранж синтезі.....	195
1-Фенилазонафтол	196
Гелиантин.....	196
Қызыл п–нитроанилин	197
Қызыл конго	199
Фенолфталеин	200
Органикалық қосылыстарға сапалық реакция	202
Маңызды органикалық қосылыстар арасындағы генетикалық байланыс	205

Оқу басылымы

Әбілов Жарылқасын Әбдухитұлы
Бажықова Күлзада Бегалықызы

**ОРГАНИКАЛЫҚ
ХИМИЯДАН ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЖҰМЫСТАР**

Оқу құралы

Редакторы *Клара Саркенова*
Компьютерде беттеген *Тұраш Сапарова*
Мұқабасын көркемдеген *Ринат Скаков*

ИБ № 7196

Басуға 15.05.2014 жылы қол қойылды. Пішімі 60x84 1/16. Көлемі 13,00 б.т.
Офсетті қағаз. Сандық басылыс. Тапсырыс №732. Таралымы 150 дана. Бағасы келісімді.
Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінің «Қазақ университеті» баспасы.
050040, Алматы қаласы, әл-Фараби даңғылы, 71.
«Қазақ университеті» баспаханасында басылды