

**1-3 Зертханалық сабақтар.** *Зат тазалығының алдынала зерттеу. Органикалық қосылыстардың тазалығының көрсіткіштерінің анықтау.*

*ТАПСЫРМА.* Ұсынған органикалық заттың тазалығының анықтау:

а) берілген зат бойынша әдеби мәліметтерді табуға қажет

- Балқу температурасын,
- қайнау температураны,
- еріткіш қасиеттерің,
- химиялық реакцияларды,
- сапалық және сандық талдау.

Тәжірибе бойынша осы көрсіткештерді салыстырып қорытынды шығару.

- хроматографиялық әдісін жасап сапасын зерттеу.

**4-5 . Зертханалық сабақтар.** Дәрілік заттарды алдын ала сараптау.

*ТАПСЫРМА* Дәрілік өнімдер және олардың көрсеткіштер бойынша конспект жазып алуға керек. Қосымша өнімдерің бөліп алу.

**6-8 Зертханалық сабақтар** Дәрілік заттарды анықтау тәсілдерің жасау.

*ТАПСЫРМА*

- Дәрілік препараттадың құрамында бар заттарды есептеу.

**9-10 Зертханалық сабақтар.** . Органикалық заттарды анықтауда қолданылатын аналитикалық әдістер

*ТАПСЫРМА.* Аминотоптарды анықтау су жүйелерінде титрлеу.

Бөлек жасыл бромрезолдың және метанолдағы қызыл метилдің 0,1%-к ерітінділерін дайындайды, бірінші ерітіндіні 5 сағат, ал екінші ерітіндіні 1 сағат аралстырады.

*Анықтау реті*

Көлемі 250 мл және тығыны бар Эрленмейер колбасына 50 мл су, 6-8 тамшы аралысқан индикатор құяды да, жасыл түс жоғалғанға дейін хлорлы сутек қышқылын тамыза отырып, реакцияны бейтарап күйге жеткізеді. Сосын колбаға құрамында 3-4 мэкв амин тобы бар анализдейтін қосылыстың сынамасын салады. Сынама толық еріп кеткенше араластырады және 0,1 н. хлорлы сутек қышқылымен жасыл түс жоғалғанша титрлейді. Егер де сынама түсі өзгермесе, шыны және каломельді электрод қолданып, потенциометрлік титрлеу жүргізеді. Кейбір аминдердің эквивалентті нүктедегі рН мәндері б-кестеде көрсетілген.

Аминдердің мөлшерін (%) мына формуламен есептейді:

$$\frac{VNE}{g \cdot 10} \quad \text{Мұндағы } V - \text{титрлеуге кеткен хлорлы сутек қышқылының көлемі, мл;}$$

N – қышқылдың нормалдылығы;

E – аминдердің эквиваленттік массасы;

g- сынама салмағы, г.

*Сірке қышқылы ортасында титрлеу. Фриц әдісі.*

Мұзды сірке қышқылында аминдерді титрлеу қисығында эквивалентті нүкте айқын байқалады, сондықтан да оны индикатормен визуальды титрлеуге болады.

Хлор қышқылы 0,1 н. Шамамен 8,5 70%-к хлор қышқылын 1 л мұзды сірке қышқылында ерітеді, сосын ақырын 15 мл сірке ангидридін қосады және ерітіндіні бір түнге қалдырады.

Хлор қышқылының титрін орнату үшін 0,1 н. натрий ацетатының ерітіндісін қолданады. Сусыз натрий карбонатының (шамамен 0,53 г) сынамасын 100 мл ерітінді алатындай сірке қышқылының көлемінде ерітеді. Хлор қышқылының титрін орнату үшін қышқылды калий фталатын қолдануға болады.

Сірке қышқылының 0,25%-к ерітіндісіндегі метил күлгін немесе нафтолбензеин.

*Анықтау реті.* Әдеттегідей қышқыл-негіздік титрлеу жүргізеді. Еріткіш ретінде 25-50 мл мұздай сірке қышқылын қолданады. Метил күлгіннің күлгін түсі жасылға өзгергенше немесе нафтолбензеиннің сары түсі жасыл түске өзгергенше титрлейді. Бсқа да индикаторлар қолдануға болады. Потенциометрлік титрлеу кезінде шыны және каломельді электроды бар кәдімгі рН-метр қолданады. Басқа да электродтар қолдануға болады.

Бұл әдіс анилинге, пиридинге, N-этиланилинге, N,N-диэтиланилинге,  $\alpha$  – нафтиламинге және хинолинге қолданылып көрінген. Бұл қосылыстар үшін визуалды титрлеудің соңғы нүктесі анық байқалады. Фриц сонымен қатар бруцин мен бензиламинді де титрлеген. Бұл әдіс диссоциациялану константасы  $10^{-10}$  дейінгі әлсіз негіздер үшін өте тиімді. Сірке қышқылында титрлеудің соңғы нүктесі қышқыл емес еріткіштерге қарағанда нақты байқалады, әдістің дәлдігі  $\pm 0,3\%$  дейін жетеді.

Бірақ сірке қышқылында титрленгенде соңғы нүкте айқын байқалғанымен, бұл қышқылды аминдер қосылысын дифференциалды титрлеу үшін қолдынуға жарамайды, себебі олар бірмезгілде бір соңғы нүктеге дейін титрленеді.

**11- Зертханалық сабақ УК – спектроскопия бойынша ароматты қосылыстарды анықтау.** УК – спектроскопия Заттың сипаттаушы жұту жолақтарын анықтау. Оптикалық тығыздықты өлшеу. Оптикалық тығыздықтың концентрацияға тәуелділігі. Орынбасарлардың заттың жұту спектріне ықпалы. Еріткіштердің заттың жұту спектріне ықпалы. Мольдік жұту коэффициентін анықтау.

Спектрофотометр сф-26 қондырғысы.

Жұтылудың электронды спектрлерін зерттеу спектрдің фотоэлектрлі тізбегі бар спектрофотометр қондырғыларында жүргізіледі. Ең көп тараған қондарғы СФ-26. Спектрофотометр келесі элементтерден тұрады:

Үздіксіз сәулелер көзі; дейтерилі шам - шағылысу интервалы 186-350 нм, тесу шамы - 350-1000 нм.

Монохроматор - кварцты призма;

Кюветалар бөлімі, онда үлгілерімен және эталонмен кюветалар болады;

Қабылдап тіркейтін қондырғы фотоэлементке түсетін жарықтық белгіні сипаттайды, ал электр тогы есептейтін құралға беріледі.

Спектрофотометрдің қызметі мынаған негізделген: алдымен монохроматорда белгілі бір толқын ұзындығы  $\lambda$  орнатылады, сосын осы жарыққа 100 % өткізілетін эталон (еріткіш) енгізіледі, одан кейін ерітінді енгізіледі. Үлгі арқылы өткен жарық ағынынан **II** фотоэлементпен тіркелген сигналдың эталон арқылы өткен жарық ағынының сигналына қатынасы потенциометрдің есеп шкаласы **II** %-пен немесе **D1** оптикалық тығыздықпен анықталады. Сосын басқа толқын ұзындығы  $\lambda 1$  орнатылады да, **T2** немесе **D2** өлшемдері анықталады да, солай қайталанады. Осылай барлық толқын ұзындықтары бойынша **T** % (**D**)  $\lambda$ -ға тәуелділік графигі тұрғызылады, бұдан үлгінің электронды спектрін аламыз. Сандық өлшеген кезде оптикалық тығыздықтың **D** өлшеміне көңіл аудару керек, ол 0,8-0,1 аралығында жатуы тиіс. Ол үшін кюветаның қалыңдығы мен концентрациясы **D** осы аралықта жататындай етіп таңдау керек.

**ҮЛГІЛЕРДІ ДАЙЫНДАУ.** УФ спектрін түсіргенде сұйық, газ тәріздес және қатты үлгілер қолданылады. Қатты үлгімен жұмыс жасағанда УК-сәулелерінің шашылуына байланысты қиындықтар туындайды. Көбінесе ерітінділердің спектрін жұтатын қабатының қалыңдығы 0.5 см-ден 10 см аралығындағы кюветада түсіріледі. Осындай кюветамен салыстырғанда қабатының қалыңдығы 1см болатын кварцтан жасалған тік бұрышты кювета қолданған ыңғайлы болып келеді. Ерітінді дайындау үшін үлгі микро таразыда өлшенеді де, көлемі белгілі колбада ерітіледі. УК-спектріне түсіру үшін 10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> моль/л концентрациялы ерітінді қолданылады. Жұмысты бастар алдында кюветаны еріткішпен жақсылап жуып, бос кюветаны сәуле жұтуын тексеру керек. УК-те көптеген еріткіштер қолданылады. Соның ішінде кең тарағандары су, этанол, циклогексан. Барлық органикалық еріткіштер қолданалар алдында тазалануы керек.

*1-жұмыс Жұмыс істеу реті:*

1. Жарық фильтрінің анықтамасында көрсетілген әрбір толқын ұзындығын бірнеше рет (5 реттен кем емес) өлшеп, ауаға сәйкес жарық фильтрінің әрбір өткізген %-нің нәтижесін кестеге енгізу керек.
2. Өткізілген проценттердің орташа мәнін ( $T_{cp}$ ) тауып, анықтамада берілген мәндермен (Табл) салыстыру керек.  $\Delta T = T_{cp} - T_{табл}$
3. мәнін табу керек, оның мәні 1-2% аспауы керек, егер керісінше болса, онда қондырғыны қайтадан дұрыстау керек. Жарық фильтрімен жұмыс істегенде олардың оптикалық бетінің тазалығын сақтау керек, адам саусағының ізі қалмау керек.

*2-жұмыс. Стандартты ерітіндінің көмегімен оптикалық тығыздықтың шкалаларын тексеру.*

*Жұмыс істеу реті:*

1. Калий хроматының стандартты ерітіндісін дайындау (өлшенді колбада 0,04 г тұзды 0,05н КОН ерітіндісінде еріту).
2. толқын ұзындығы 215-500 нм және қалыңдығы 1 см кюветада калий хроматының спектрін түсіру.
3. Ерітіндінің оптикалық тығыздығын берілген анықтамалықтағы мәндермен салыстыру. Қондырғы дұрыс істеген жағдайда қисықтар 1-2 % аралығындағы мәнмен сәйкес келуі керек.

$\lambda$ , нм	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	$\lambda$ , нм	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	$\lambda$ , нм	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	$\lambda$ , нм	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
215	0,4311	260	0,634	305	0,080	380	0,928
220	0,456	265	0,696	310	0,045	390	0,684
225	0,222	270	0,744	315	0,043	400	0,387

**12 Зертханалық сабақ.** *Еріткіштерді анықтау әдістерің жасау УК – спектроскопия бойынша анықтау.* Ерітінді дайындау үшін үлгі микро таразыда өлшенеді де, көлемі белгілі колбада ерітіледі. УК-спектріне түсіру үшін 10-2-10-4 моль/л концентрациялы ерітінді қолданылады. Жұмысты бастар алдында кюветаны еріткішпен жақсылап жуып, бос кюветаны сәуле жұтуын тексеру керек. УК-те көптеген еріткіштер қолданылады. Соның ішінде кең тарағандары су, этанол, циклогексан. Барлық органикалық еріткіштер қолданалар алдында тазалануы керек.

**13-14 Зертханалық сабақтар.** *Синтетикалық жазғыш заттар құрамындағы органикалық қосылыстарды анықтау. ИҚ – спектроскопия бойынша анықтау. Органикалық реактивтерді стандарттау.*

**Үлгілерді дайындау.** Заттар үшін ИҚ-спектрлері әр түрлі агрегаттық күйде жазыла береді. Газдар және төмен температурада қайнайтын сұйықтықтар алдын-ала сақтандырылған кюветада сұйылтқышсыз зерттеледі. Сұйық заттар да сұйылтқышсыз зерттеледі, сол себепті заттың бір тамшысы тұзды пластинаның арасына қойылады да, ұстағышпен сығылады, жұтылатын қабаттың қалыңдығы 0,005-0,1 мм-ге дейін өзгеруі мүмкін. Молекула аралық әрекеттесу болмас үшін заттардың ерітінділері қолданылады. Сұйылтқыш ретінде қажет спектр аумағында түссіз органикалық еріткішті де қолдануға болады.

*Еріткіш таңдағанда қажет негізгі ережелері:*

1. қолданылатын еріткіштер құрғақ болуы керек, себебі су ИК аумағын тез жұтып алады және тұзды кюветаны ерітіп жібереді.
2. еріткіш қажет спектр аумағында қатты жұтылған сызық болмауы керек;
3. заттардың ерігіштігі интенсивті спектр алу үшін жеткілікті болу керек, әдетте қалыңдығы  $l=0,1$  мм болғанда 5% концентрация қолданылады;
4. зат еріткішпен әрекеттесіп кетпес үшін спектрді полярсыз еріткіште түсіру керек. Көп жағдайда еріткіш ретінде ерітіндінің қалыңдығы 0,1-10 мм болатын төрт хлорлы көміртек және күкіртті көміртек қолданылады.

Қатты заттарды ерітінді күйінде және вазелинді майдағы суспензия күйінде және калий бромиді таблеткасымен престелген күйде зерттеледі. Суспензия вазелинді майда бөлшектердің размері 3 мк болғанша үйкелеу арқылы дайындайды. Спектрін түсіру үшін суспензия тұзды пластинаның ортасына жұқа қабатпен жағылады. Таблетканы престоу маркасы «спектральный» калий бромидін ұнтақталған қатты зат үлгісімен мұқият араластыру арқылы дайындалады (әдетте 0,9 мг затқа 200 мг калий бромидін қосады ). Түссіз таблетка алу үшін престоу вакуум астында жүргізіледі.

**15 Зертханалық сабақ.** *Комплексті есеп беру.*

Химиялық, физикахимиялық, УК-, ИҚ -спектроскопия жасалған семестр бойынша жұмыстарды есеп түрінде жазып ауызша тапсыру.