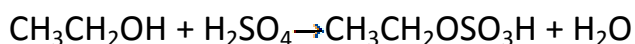


Этиленнің алынуы



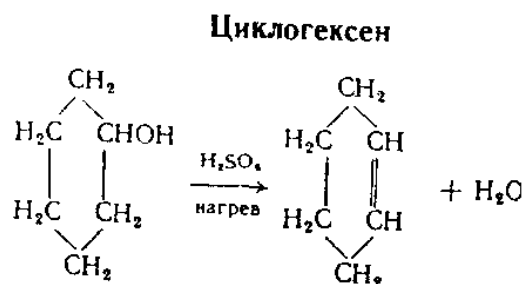
- 1.Этил спирті 58,5 г (73,3 мл)
- 2.Күкірт қышқылы (d=1,84) 150 г (81,5 мл)
- 3.Кварц құмы немесе күкіртті қышқыл алюминий 20 г
- 4.Бром 53,0 г (17 мл)
- 5.Вюрц колбасы 1000 мл
- 6.Тамызғыш құйғы
- 7.Термометр
- 8.Су тоңазытқышы бар, айдауға арналған аспап.

Тамызғыш құйғы және термометрмен аспапталған, бір литрлік Вюрц колбасына жаңа дайындалған 8,5 г (10 мл) этил спирті және 50 г (27,2 мл) концентрленген күкірт қышқылы және де үстінен 20 г ұсақ кварц құмын қосады, немесе дәл сондай мөлшерде сусыздалған күкіртті қышқыл алюминийді қолданады. Тамызғыш құйғыны 50 г (63,3 мл) спирт пен 100 г (54,3 мл) концентрленген күкірт қышқылымен толтырады. Содан соң Вюрц колбасын ақырындап 160°С дейін асбест торында немесе құмды моншада қыздырады (термометр сұйықтыққа батырылып тұруы қажет). Әрі қарай Вюрц колбасын резеңке шланг арқылы склянкілер жүйесіне этиленді шәйу және сіңіру үшін қосады.

Этиленнің жылдам бөліну сәтінде, тамызғыш құйғыдан спирт пен күкірт қышқыл қосындысын қосады. Температура үнемі 160°С болып тұру керек (баяу алау). Бөлініп жатқан этиленнің ағыны бір қалыпты болуы және көпіріп кетпеу үшін реакцияны біркелкі жылдамдықта жүргізеді.

Этиленді спирттен және де қалыптасқан эфирден айыру үшін, оны концентрленген күкірт қышқылы бар склянкіден өткізеді. Ал күкіртті қышқылды жою үшін, газды 4н.күйдіргіш натр ерітіндісімен толтырылған 3 тубусты сақтандырылған склянкі арқылы жібереді. Содан соң газды бромды бар екі склянкіден өткізеді. Ақырында біз бромды этиленді аламыз.

Циклогексенді алу



1. Циклогексанол 50 г (53 мл)
2. Күкірт қышқылы ($d=1,83$) 3,1 г (1,7 мл)
3. Дөңгелек түпті колба 100 мл
4. Тоңазытқыш
5. Фракциялап қайта айдау қондырғысы

Тіке тоңазытқышпен біріккен, 100 мл Вюрц колбасына 50 г циклогексанол мен 1,7 мл күкірт қышқылын құяды. Сосын оны майлы моншада қыздырады (моншанын температурасы 130° - 140° С). Жаңа қалыптасқан циклогексенді 4-5 сағ. айдайды. Дистиллятті ас тұзымен қандырып, циклогексенді бөлгіш құйғы арқылы бөліп, содан соң хлорлы калиймен кептіріп, қайта фракциялап айдайды.

Таза циклогексеннің қайнау температурасы 84° С; Шығымы 30-32 г.

Бөлініп шыққан өніммен, бромды су және перманганат калий ерітіндісімен сапалық реакция жүргізу тиіс.

Бутанды бутан-бутилен қосындыларында анықтау

Бұл тәсіл бутан буынының органикалық еріткіштерінде еруінде қалыптасқан. Анализ барысында газ қосындысын бірдей мөлшерде бюреткіде ауамен араластырады.

Анықтау барысы

Анықтауды Гемпель аспабында жүргізеді. Сіңіргіш пипетканы керосин немесе соляр майымен толтырады. Бутанның сіңіруін бір қалыпты мөлшерге дейін жүргізеді.

Бутанның құрамын **X** қосындысында (көлем.%), осы формуламен анықтайды:

$$x = \frac{100a}{V}$$

a- газ көлемінің кемуі (бутанның керосинмен немесе соляр майымен сіңіргенінен кейін), мл;

V- бутан-бутилен қосындысының көлемі, мл;

Анықтау ұзақтығы 15-20 мин.

Анықтау қателігі 2%.

Ескертпе 1. Еріткіштің істен шыққанын дәл мезгілінде анықтау үшін, жаңа еріткіште параллель анализ жүргізу тиіс. Параллельдік анықтау барысында, баяу сіңіру, көміртектің аз болуы, осының бәрі еріткіштің істен шыққандығын куәландырады. Оны міндетті түрде жаңарту керек.

2. Қолданылатын еріткіштердің сапасын бақылау үшін, әр біреуін алдын ала жасанды қосындыда тексереді.

Изобутиленді изобутилен-ректификат және изобутилен-сырецте анықтау

Бұл тәсіл изобутиленнің 53%-тік күкірт қышқылында н.бутиленге қарағанда жылдам сіңіруінде құралған.

Анықталып жатқан газды алдын ала ауамен 3:1 құрамында араластырады.

Реактивтер және аспаптар

- 1.53%-тік күкірт қышқылы;
- 2.Цилиндрлік газометр (0,3-0,5 л) ас тұзымен қаныққан ерітіндімен толтырылған-1;
- 3.Газ бюреткасы (100 мл) 0,1 мл-лік бөлінгішімен-1;
- 4.Сіңіргіш пипетка (200-250 мл) кранымен(кранына дейін әйнек трубкаларымен толтырылған)-1;
- 5.Батарейлік стакан (1-1,5 л) -1;

Анықтау барысы

Пипеткімен 1 мл сұйық суытылған (тұз бен мұз қосындысы) анықталып жатқан үлгіні алып, газометрде буландырады. Сосын газометрден 5мл газды алып газды бюреткіге жібереді, 3 мин кеіін көлемін өлшейді, содан кеіін бюреткіге 25 мл таза ауа жинайды.

Әлгі бюреткіні белгілі бір бұрышта майысқан,53% күкірт қышқылымен толтырылған әйнек трубка арқылы сіңіргіш пипеткамен қосады (сурет 1). Содан кеіін бюретканын кранын ашып қойып, газдың ортақ көлемін өлшейді.Сол кезде күкірт қышқылды сіңіргіш пипетка, су термостатына батырылуы тиіс (судың температурасы 25°С).

Бюреткідегі газды, пипеткаға аударып, ал 1 сағ кеіін кері қайтарып, қалған газдың көлемін өлшейді. Содан соң газды қайтадан пипеткіге аударады. Қалған газдың көлемін кеіінгі өлшеулерде әрбір 5 мин сайын өлшейді. Изобутиленнің толық сіңіруін біткенін, соңғы үш өлшемдердің тең екенінде білеміз.

Изобутиленнің құрамын X (көлем. %) осы формуламен анықтайды:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 100}{V_0}$$

V_0 - изобутиленнің анықтауға алынған көлемі, *мл*;

V_1 -газдың ортақ көлемі (ауамен бірге), *мл*;

V_2 -изобутиленнің түгелдей сіңіруінен кейін қалған газ, *мл*.

Анықтау ұзақтығы 2-2,5 сағ.

Анықтау қателігі 0,1%.

Изобутиленнің изобутилен-ректификатта және изобутилен-сыреңте жылдам анықтауы

Сіңіргіш пипеткіге 60%-ті күкірт қышқылы құйылады. Газды бюреткіге газометрден 75 мл анықталатын газды аударады. 3 мин кейін оның көлемін өлшейді. Содан соң бюреткіге 25 мл таза ауа қосады. Сосын кранды ашып қойып, ортақ газдың көлемін өлшейді. Кейін бюреткідегі газды 5 минутқа, 60%-тік күкірт қышқылы бар сіңіргіш пипеткіге аударады. Қалған газдың көлемін 5 мин сайын үш теңдей деіін өлшейді.

Термостаттағы судың температурасы 25°С;

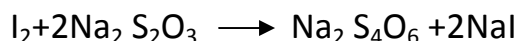
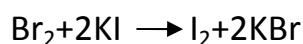
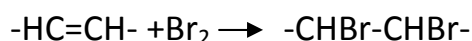
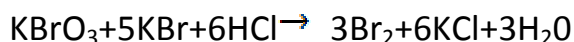
Анықтау ұзақтығы 25-30 мин;

Анықтау қателігі 0,2%;

Қанықпаған қосылыстардың сұйық өнімдерде бромид-броматтық тәсілмен анықтау

Бұл тәсіл тұзды қышқыл мен бромид-бромат ерітіндісінің әсерінен бөлінетін бромға, қанбаған қосындылардың қосылуында құралған.

Қалған бромның артық мөлшерін иодтық эквивалент санына аударады. Ал оны тиосульфат натрий ерітіндісімен титрлеу арқылы анықтайды:



Аспаптар мен реактивтер

1. Мұзды сірке қышқылы немесе төртхлордық көміртек (өнімді анықтау барысында қолданылатын еріткіштер құрамында қанбаған көмірсутектердің мөлшері көп)
2. 0,1н. Немесе 0,2 н. бромид-броматтық ерітінді (0,1н.ерітіндісінде, 1л суда 2,8 г KBrO_3 және 10-11 г KBr бар)
3. 5н. күкірт немесе тұз қышқылы.
4. 0,1 н. тиосульфат натрий ерітіндісі
5. 5% иодты калий ерітіндісі
6. Индикатор (крахмал)
7. Конустық колба (150-250 мл) пробкісімен-1
8. Градуитталған 1 және 5 мл пипеткілер-2

Анықтау барысы

Құрамында қанбаған қосындылары бар өнімді анализдеу барысында, аналитикалық таразда өлшенген 10 мл 5н.қышқылы бар

колбаға әлгі анализдеп жатқан үлгіні 0,5-0,6 мл пипеткімен қосып, колбаны тағы өлшейді.

Құрамында қанбаған көмірсутектері көбірек өнімді анализдеу кезінде, өлшенген 0,2-0,5 г өнімді(навеска) 10 мл концентрленген сірке қышқылы немесе төртхлордық көміртек бар колбаға қосады, содан кеіін 10 мл 5н.тұз немесе күкірт қышқылы қосылады.

Өлшенген өнімді(навеска) алғаннан кеіін колбанын құрамын мұзды суда кішкене салқындатады, содан соң бюреткадан бромид-бромат ерітіндісін сары түс пайда болғанша қосады. Сары түс пайда болғаннан соң колбаны пробкімен мықты жауып 3 минутқа қараңғы жерге қояды. Содан соң үстіне 5 мл иодты калий ерітіндісін құйып, одан бөлінген иодты,крахмалы бар 0,1н.тиосульфат натрий ерітіндісімен түссіз түске деіін титрлейді.

Қанбаған қосындының құрамын **X**(салмақ.%) осы формуламен анықтайды:

$$X = \frac{(aF - bF) 0.008 * M * 100}{g * 79.92n}$$

a- бромид- бромат ерітіндісінің көлемі, мл;

F- бромид-бромат ерітіндісінің факторы;

b- 0,1 н.тиосульфат натрий ерітіндісінің көлемі, мл;

F₁- тиосульфат натрий ерітіндісінің факторы;

0.008- бромның саны(0,1н.тиосульфат натрий ерітіндісіне сәйкес);

M- қанбаған қосындының молекулярлық салмағы;

g- анализдеп жатқан өлшенген өнімнің салмағы, г;

79.92- бромның атомдық салмағы, г;

n- бромның атомдық саны.

Кротил спиртіні осы формуламен анықтайды:

$$x = \frac{(aF - bF_1)0.36}{g}$$

Бромид-бромат ерітіндісінің F факторы мен T титрін былай анықтайды: конустық колбаға бюреткіден 10 мл бромид-бромат ерітіндісін құйып, үстінен (0,1н.бромид-бромат ерітіндісі қолданылғанда) пипеткімен 5 мл иодты калий ерітіндісін қосады.Колбаны пробкімен жабады.3 мин кеіін бөлінген иодты 0,1н.тиосульфат натрий ерітіндісімен титрлейді.Ал титрлеудің соңында 1 мл крахмал ерітіндісін қосады.Реакцияның аяқталуын біз көк түстің жоюлуынан байқаймыз.

Осы формулалар арқылы мәтінін табамыз:

$$F = \frac{a F_1}{10} \quad T = \frac{a F_1 * 79.92}{10 * 10 * 1000}$$

a- 0,1 н.тиосульфат натрий ерітіндісінің көлемі, мл;

F₁- тиосульфат натрий ерітіндісінің факторы;

79,92- бромның атомдық саны.

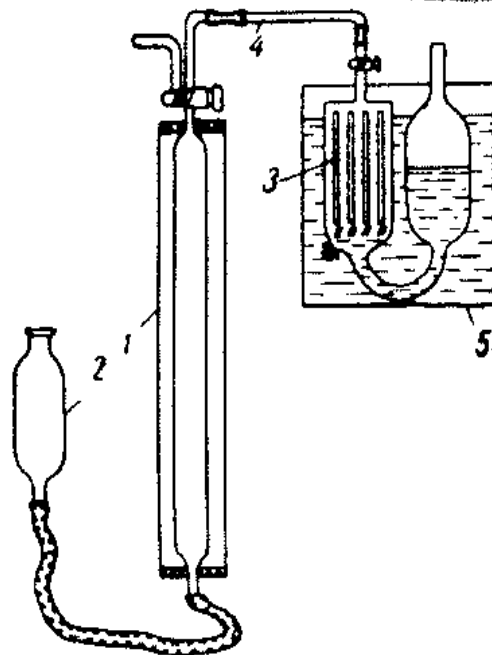


Рис. 50. Прибор для определения изобутилена:

1 — бюретка с муфтой; 2 — уравни-
 тельный сосуд; 3 — поглотительная
 пипетка; 4 — соединительная трубка;
 5 — водяная баня (термостат).