

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 біркелкі 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 балқу температурасын анықтау.** Жұмыс барысында студент органикалық заттардың тазалығын анықтау және оларды балқу температурасы бойынша идентификациялаумен танысады.

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

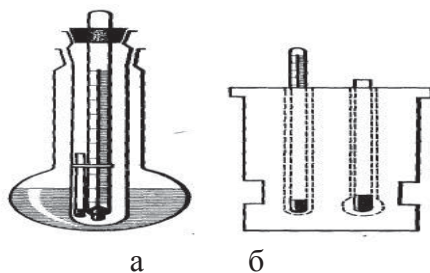
Балқу температурасы органикалық заттардың тазалығын сипаттауда жиі қолданылатын физикалық шама.

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

Зат құрамындағы қоспалар олармен сирек қатты заттар түзеді, көбінесе олар біркелкі таралмайды, нәтижесінде зат бірден балқымайды. Таза және қоспа заттардың балқу температурасы бірдей болмайды. Қоспа заттар әр уақытта таза заттардан бірнеше градус төмен температурада балқиды, ал таза заттар көрсетілген балқу температурасына шамамен 0,5-1°C не жоғары, не төмен температурада балқиды.

Таза заттар. Таза заттардың балқу 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).

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, үлкейтіңкіреп 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°C жуық айырмашылық болады. Алынған нәтижелерді 6-кестеге толтырып жазады.

6-кесте

№	Заттың аты, құрылымдық формуласы	Мол. масса	T _{балқу} , °C анықтам а	t _{тәж.} , °C тәжіриб е	Кристалдың түрі, формасы
1					
2					

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

$$T^{\circ}_{\text{анықт.}} - 100\%$$

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

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

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

Бақылау сұрақтары

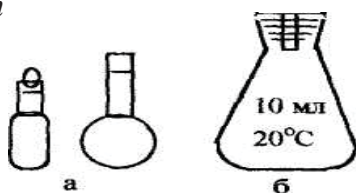
1. Балқу температурасы дегеніміз не?
2. Балқу температурасы қандай приборда анықталады?
3. Қоспа заттардың балқу температурасы қалай анықталады?

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 (су саны) келесі теңдеу бойынша табады:

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

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

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

Ерітінді тығыздығын келесі формула бойынша есептейді:

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

V – 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?

2. Сыну көрсеткішін анықтау

Заттың сыну көрсеткіші рефрактометрия әдісімен анықталады. Рефрактометрия – зерттелетін заттың *сыну көрсеткішін* анықтауға негізделген. Ол қайнау, балқу 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} анықтам а	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 көміртекті – С (IV) оксидіне, Н – суға, N – 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.

I – Саты – алдын ала тексеру.

1. Алынған заттың сыртқы түріне қарап сипаттаңыздар: агрегаттық күйі, бояуы, исі, 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.