O`ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O`RTA MAXSUS TA`LIM VAZIRLIGI

URGANCH DAVLAT UNIVERSITETI
KIMYO - TEXNOLOGIYA FAKULTETI
«UMUMIY KIMYO» KAFEDRASI
Қ.Собиров

“ORGANIK KIMYO” FANIDAN LABORATORIYA MASHG’ULOTLARI

5522400-kimyo texnologiya yo’nalishi talabalari uchun mo’ljallangan

Urganch - 2010

Organik kimyo laboratoriyasida ishlash qoidalari

1. Laboratoriyada ish boshlashdan oldin xalat kiyish, suv, elektr gaz borligini, mo`rili shkafning ishlash - ishlamasligini ko`zdan kechirish, so`ngra xavfsizlik texnikasi qoidalariga rioya qilish kerak.
2. Har bir talaba, iloji boricha, o`zi uchun ajratilgan joyda ishlashi kerak.
3. O`tkaziladigan tajribaning tavsifi, unda ishlatiladigan asbob va reaktivlar talabaning ish daftarida to`liq yozilgan bo`lishi lozim. Tajriba materialini talaba to`liq o`zlashtirganiga o`qituvchi iqror bo`lganidan keyingina ishni bajarishga ruxsat etadi.
4. Tajriba o`tkazilayotganda ozodalikka va saranjom - sarishtalikka rioya qilish kerak.
5. Ish vaqtida gaz yoki vodoprovod jo`mraklari va shunga o`xshashlar elektr asboblari, tarozilar ishlamay qolsa, tezda laborantga murojaat qilish kerak.
6. Tajriba tugagach gaz gorelkasi, suv jo`mraklarini berkitish, elektr asboblarini o`chirish va tajriba natijalarini laboratoriya daftariga yozish kerak.
7. Talaba ishlatib bo`lgan reaktivlarni joyiga qo`yishi, o`zi sintez qilgan moddani laborantga topshirishi lozim. Ishlatgan idishlarni va asboblarni tozalab, shkaflarga qo`yib ish joyini toza qoldirishi lozim.
8. Laboratoriya darsini qoldirgan talabaning o`qituvchisiz yoki katta laborantsiz tajriba o`tkazishi ruxsat etilmaydi.

Laboratoriyada rioya qilish kerak bo`lgan xavfsizlik texnikasi qoidalari

Laboratoriyada ko`ngilsiz xodisalar sodir bo`lmasligi uchun quyidagi qoidalarga rioya qilish kerak:
1. Laboratoriyada o`t o`chirgich jun material va yashikda qum bo`lishi kerak.
2. Natriy va kaliy metallarini kerosinda, benzolda yoki toluolda saqlash lozim. Ular qisqich bilan olinib, filtr qog’oz ustida skalpel yordamida mayda bo`laklarga bo`linadi. Filtr qog`oz ustida qolgan natriy yoki kaliy metallarining mayda bo`laklarini tashlab yuborish man etiladi. Ularni maxsus idishlarga solish yoki spirtda eritib yuborish kerak.

3. Oson uchuvchan yoki tez yonuvchan organik erituvchilar (benzol, toluol, benzin, etil spirti va x.k) saqlanadigan idish og’zini ochiq holda alanga yoki elektr plitkalari oldida qoldirish man etiladi. Bunday eritmalarni laboratoriyada bir litrdan ko`p saqlash mumkin emas. Tajriba o`tkazilayotganda asbobning germetik ulanganligini kuzatish kerak. Oson uchuvchan va tez yonuvchan organik moddalarni ochiq alanga yordamida qizdirish man etiladi.
4. Tajriba o`tkazilayotgan vaqtda ish joyini tashlab ketish qat'iyan man etiladi.
5. Kislota eritmasi tayyorlanayotganda suvni kislotaga emas, balki kislotani suvga oz - oz miqdorda solib tayyorlash lozim.
6. Organik moddalarni hidlash, mazasini ta'tib ko`rish va ularni og’zi ochiq idishda qoldirish mumkin emas.
7. Tajriba tugatilgach, gaz, suv va elektr asboblarini o`chirish va ish joyini navbatchi laborantga topshirish lozim.

Ko`ngilsiz hodisalar ro`y berganda birinchi yordam ko`rsatish

1. Laboratoriyada aptechka bo`lishi shart, uning qaerda joylashganligi va undan qanday foydalanishni talabalar bilishi lozim.
2. Issiqlik ta'sirida kuygan joyga tezda spirt yoki kaliy permanganat eritmasi bilan ho`llangan paxta qo`yiladi.
3. Ko`zga yoki badanning biror joyiga kislota sachrasa, o`sha erni dastlab yaxshilab suv bilan, so`ngra sodaning 3 % li eritmasi bilan yuviladi.
4. Ishqor sachraganda esa dastlab suv bilan, so`ngra sirka kislotaning 1%li eritmasi bilan yuviladi.
5. Shisha kesgan joy dastlab shisha siniqlaridan tozalanadi, so`ngra yodning 3% li eritmasi surtiladi va sterillangan bint bog’lanadi.
6. Gazlar ta'sirida zaharlanganda tezda novshadil spirt hidlatib ochiq havoga olib chiqiladi.
7. Fenol ta'sirida kuyganda zaharlangan joyni spirt bilan artish kerak.
8. Brom ta'sirida kuygan joyni spirt yoki suyultirilgan ishqor eritmasi bilan yuvib, keyin yana spirt bilan artiladi.
9. Brom hidi bilan zaharlanganda spirt bug’idan chuqur nafas olib, sut ichib ochiq havoga chiqarish kerak.
10. Agar suvda erimaydigan organik modda teriga to`kilib kuydirsa, kuygan joy shu modda eriydigan erituvchi bilan yuviladi.

Kimyoviy idishlar

Shisha idishlarga qo`yiladigan asosiy talab ularning kimyoviy va termik barqarorligidir. Kimyoviy barqarorlik - shishaning ishqor, kislota va boshqa moddalarning eritmalarini parchalash ta'siriga qarshi tura olish xossasidir. Termik barqarorlik - idishning temperaturaning tez o`zgarishiga chidamliligidir.

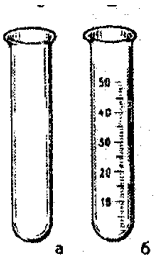
Eng yaxshi shisha pireks hisoblanadi. U kimyoviy va termik barqarorlikka ega, uning kengayish koeffitsiyenti kichik. Pireks shishasida 80% kremniy (IV) oksidi bor. Uning erish temperaturasi +620°S. Bundan yuqori temperaturalarda tajriba olib borish uchun kvars shishasidan yasalgan idishlardan foydalaniladi. Kvars shisha tarkibida 99,95% kremniy (IV) oksid bo`lib +1650°Sda eriydi.

Laboratoriya idishlari asosan TU (termik barqaror), XU - 1 va XU - 2 (kimyoviy barqaror) markali shishalardan tayyorlanadi.

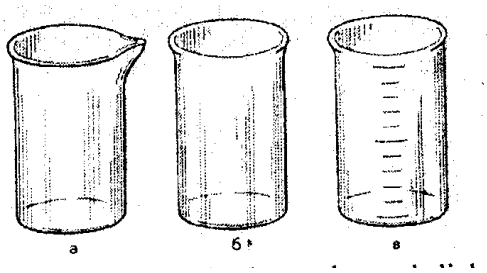
*1 - 9 rasm*larda laboratoriya amaliyotida qo`llaniladigan shisha idishlar keltirilgan.

Oddiy va kalibrovka qilingan probirkalar *(1 - rasm)* oz miqdordagi reaktivlar bilan ishlashda qo`llaniladi. Reaktivning egallagan hajmi probirka hajmining yarmidan ortmasligi kerak

Laboratoriya stakanlari *(2 - rasm)* turli olchamlarda chiqariladi (burunli yoki burunsiz, oddiy yoki o`lchamli belgilari bilan). Stakanlar turli laboratoriya ishlarini bajarishga mo`ljallangan.



1 - rasm.

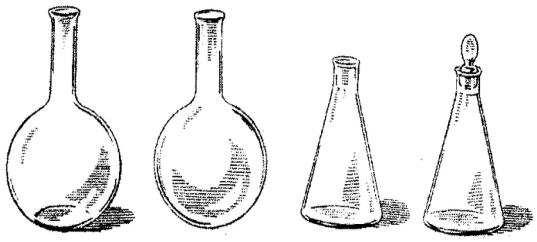


2 - rasm.

Kimyoviy stakanlar: a - burunchali;

Probirkalar: a - oddiy; b - kalibrovka qilingan. b - burunchasiz; v - kalibrovka qilingan.

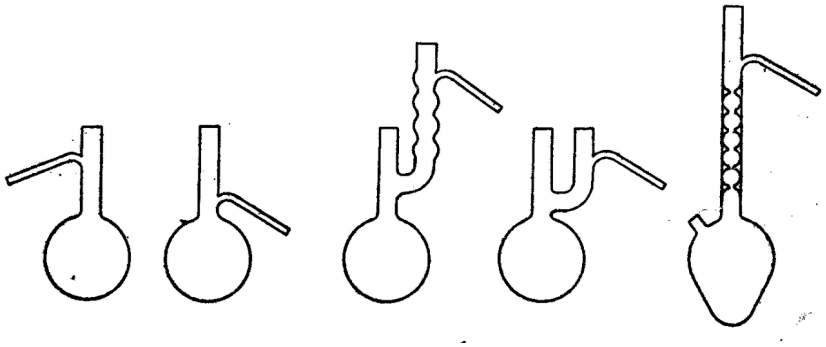
Laboratoriya amaliyotlarida turli o`lcham va shakldagi kolbalar keng qo`llaniladi (tubi yassi, tubi yumaloq va konussimon) *(3 - rasm).*



a b v

3 - rasm. Kolbalar: a - tagi yassi; b - tagi dumaloq; v – konussimon

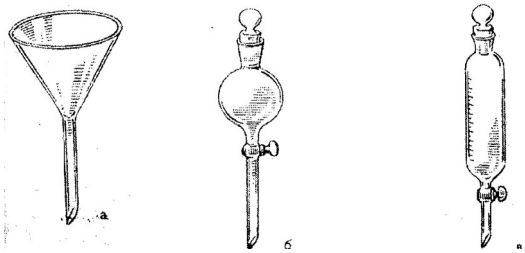
Vyurs kolbasi 60 - 80° burchakda egilgan shisha trubkali tubi yumaloq kolba *(4 - rasm).* Undan gaz olishda, atmosfera bosimida suyuqliklarni haydashda foydalaniladi. Yumaloq tubli kolbalar har hil: keng va tor bo`g`izli, uzun va kalta bo`g`izli, bir, ikki, uch va to`rt bo`g`izli bo`ladi. Nay chiqarilgan, deflegmator o`rnatilgan, nasadka o`rnatilgan, yumaloq tubli kolbalar haydashning turli hollarida ishlatiladi.



a b v

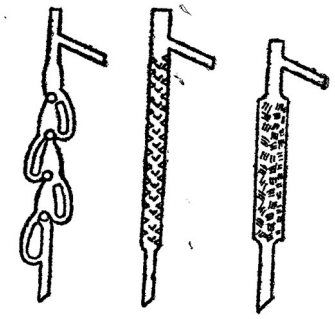
4 - rasm. Haydash kolbalari:a - Vurs kolbalari: b - Klyayzen kolbalari: v - Favorskiy kolbasi.

Voronkalar *(5 - rasm).* Kimyoviy voronkalar suyuqliklarni filtrlashda, bir idishdan ikkinchi idishga quyishda ishlatiladi. Suyuqliklarni reaksion aralashmaga oz - oz miqdorda qo`shish uchun uzun nayi bor har hil shakldagi tomizgich voronkalar ishlatiladi. Ajratgich voronkalar qalin shishadan tayyorlanadi. Ularning suyuqlik quyiladigan naychasi tomizgich voronkaning nayiga nisbatan qisqaroq bo`ladi. Bu voronkalar aralashmaydigan suyuqliklarni bir - biridan ajratishda, moddalarni ekstraksiya qilishda ishlatiladi.



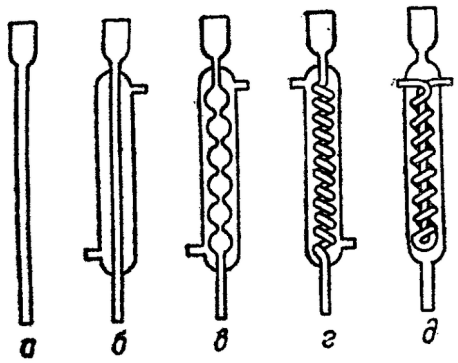
5 - rasm. Voronkalar: a - kimyoviy; b - tomizgich; v - ajratkich

Deflegmatorlar *(6 - rasm)* suyuqliklar aralashmasini haydash, yani ikki suyuqlikni bir - biridan to`la ajratish uchun ishlatiladi. Deflegmator ichidagi nay sirti har hil usullar bilan kengaytiriladi. Sirtni kengaytirish naydagi konussimon egiklar hisobiga amalga oshiriladi. Egiklar shunday joylashganki deflegmatorlar ichida huddi spiral joylashganligi o`hshaydi. Natijada modda bug`larining o`tish yo`li uzayadi. Deflegmatorlar sifatida shisha munchoq yoki shisha halqachalar to`ldirilgan shisha kolonkadan foydalanish mumkin.



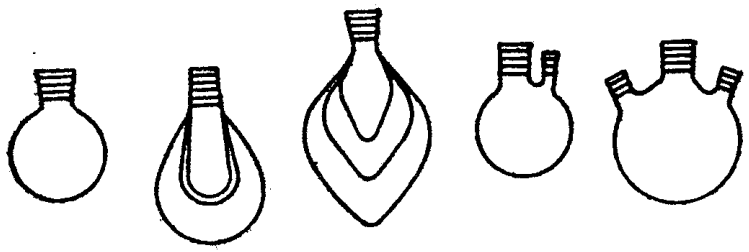
6 - rasm. Deflegmatorlar: a - sharikli: b - archasimon: v - nasadkali.

Organik reaksiyalarning ko`pi qizdirilganda ko`pincha reagentlar qaynatilganda boradi. Shuning uchun aralashmadagi komponentlar bug`lanib chiqib ketmasligi uchun reaksion aralashma solingan idishga qaytarma sovutgich ulanadi. Laborotoriya praktikasida shisha sovutgich ishlatiladi. Bug` kondensasiyalanib, reaksion aralashmaga qaytib tushishi uchun sovutgich idishga qaytarma qilib ulanadi. Oddiy qaytarma sovutgich havo sovutgichi bo`lib, u oddiy uzun shisha naydan yasaladi. Bunday sovutgich qaynash temperaturasi $150^0$ C dan yuqori bo`lgan moddalar bug`ini suyuqlikka aylantirish uchun ishlatiladi *(7 - rasm).*

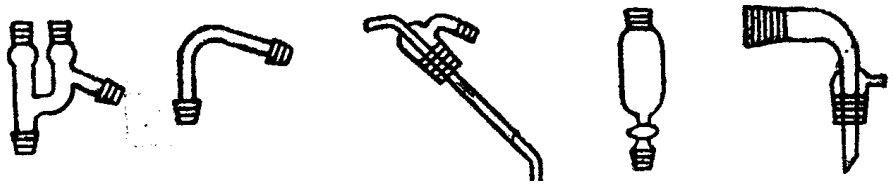


7 - rasm. Sovutgichlar: a - havo sovutgichi: b - Libih sovutgichi: v - sharikli sovutgichi:
g - ichki nayi spiral shakldagi sovutgich: d - Dimrot sovutgichi.

Hozirgi vaqtda laboratoriyada ishlari uchun standart shlifli shisha idishlar ishlatiladi. Shlif asbobni germetik berkitib turadi. Shlifli asboblarda ishlanganda olingan moddalar probkalar bilan ishlaganda olingan moddalarga nisbatan ancha toza bo`ladi. Chunki shliflar temperatura va har hil reagentlar tasiriga chidamli. Shliflar bir necha hil: yassi, konussimon va shar shaklda bo`ladi. Ko`p idishlarning shliflari konussimon shaklda tayyorlanadi *(8, 9 - rasm).*



8 - rasm. Shlifli kolba va sovutgichlar.



9 - rasm. Shlifli nasadkalar, tomizgich voronkalar va shlifli alonj.

ORGANIK MODDALARNI AJRATISH, TOZALASH VA TUZILISHINI ANIQLASHNING AYRIM USULLARI.

Biror modda sintez qilinayotganda reaktsion aralashmada asosiy mahsulotlardan tashqari qo`shimcha moddalar (dastlabki moddalarning reaktsiyaga kirishmay qolgan qismi, reaktsiya uchun ishlatilgan erituvchi, reaktsiyada hosil bo`ladigan oraliq va qo`shimcha mahsulotlar) xam birgalikda bo`ladi. Shuning uchun olinayotgan xar qanday organik moddani tekshirishdan oldin uni aralashmalardan ajratish, yaxshilab tozalash zarur.

Reaktsiya maxsulotlaridan toza organik birikmalarni ajratib olish va tozalashda filtrlash, qayta kristallantirish, sublimatlash, qaynash temperaturasiga qarab haydash, ekstraktsiya va xromatografiya usullaridan foydalaniladi.

MODDALARNING FIZIKAVIY KONSTANTALARINI ANIQLASH

Xar qaysi organik modda o`ziga xos ba'zi fizikaviy xossalarga ega. Ularning suyuqlanish xamda qaynash

temperaturasi, nur sindirish ko`rsatkichi va zichligi oson aniqlanadi. Moddalarning bu xossalari ularning konstantasi bo`lib, toza ekanligini ko`rsatuvchi dalil bo`la oladi. Qayta tozalanganda xam konstantasi o`zgarmaydigan moddalarni toza deb hisoblash mumkin.

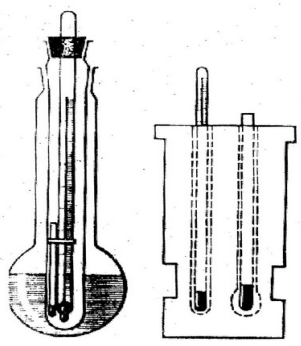
Suyuqlanish temperaturasini aniqlash

Qattiq moddaning suyuqlanish temperaturasi uning xarakterli konstantasidir. Odatda toza modda temperaturaning qisqa intervalida (0,1 - 1^0C) suyuqlanadi. Modda tarkibidagi qo`shilma moddalar ko`pincha uning suyuqlanish temperaturasini ancha pasaytiradi. Suyuqlanish temperaturasi bir xil bo`lgan ikki moddani identifikatsiyalashda ularning bu xossasidan foydalaniladi. Buning uchun ikkala moddadan teng miqdorda olib, yaxshilab aralashtiriladi (aralash namuna) va hosil bo`lgan aralashmaning suyuqlanish temperaturasi aniqlanadi. Agar bunda suyuqlanish temperaturasi o`zgarmagan bo`lsa, bu ikki modda o`xshash degan xulosaga kelinadi. Agar aralash namunaning suyuqlanish temperaturasini aniqlashda suyuqlanish temperaturasining pasayishi kuzatilsa, demak, ikki xil modda ishtirok etgan bo`ladi. Lekin shuni xam xisobga olish kerakki, ximiyaviy tuzilishi bir - biriga o`xshamaydigan izomorf moddalar xam suyuqlanish temperaturasini pasaytirmaydi. Moddalarning suyuqlanish temperaturasi uzunligi 40 - 50 mm va ichki diametri 1mm li shisha kapillyarda aniqlanadi. Kapillyarning bir uchi extiyotlik bilan gorelka alangasining yon tomoniga tutib kavsharlanadi. Kapillyar diametri 10 - 12mm li oson suyuqlanadigan shisha naydan cho`zib tayyorlanadi.

Qayta kristallangan moddadan ozroq olib, soat oynasi ustida shisha tayoqcha bilan maydalanadi. Kapillyarning ochiq tomoni moddaga botiriladi. Moddani kapillyarning tubiga tushirib zich joylashtirish uchun ichida modda bor kapillyar kavsharlangan tomonini pastga qilib uzunligi 50 - 70 sm bo`lgan shisha naydan bir necha marta tashlanadi. Buning uchun shisha nayni tik qilib, shisha plastinka yoki soat oynasi ustiga quyiladi. Shunday qilib, kapillyarga 2 - 3 mg (0,5 sm) modda joylashtiriladi. Suyuqlanish temperaturasini aniqlash uchun qo`sh devorli shisha asbob ishlatiladi. Asbob keng og'izli, uzun bo`yinli tubi yumaloq kolba va keng probirkadan iborat. Bu probirkaga kapillyar bilan termometr o`rnatiladi. Kolbaga sulfat kislota yoki silikon moyi, yoki dibutilftalat yoki glitserin quyiladi. Bunday suyuqliklar quyilgan asboblarni 25 - 50^0C dan yuqori temperaturada qizdirib bo`lmaydi. Kapillyar termometrga rezina xalqa yoki sim bilan mahkamlanadi. Kapillyarning modda

bor qismi termometrning simobli sharigi ustida yoki undan yuqoriroqda bo`lishi kerak. Termometr bir tomoni kesilgan probka bilan probirka ogziga maxkamlanadi. Kolba va probirka ichidagi bo`shliq tashki atmosfera bilan tutashgan bo`lishi kerak, buning uchun kolbada tarmoqcha yoki probkada kesik joy bo`lishi shart.

Ichiga suyuqlik solingan asboblarda suyuqlanish temperaturasini aniqlashda himoya ko`zoynagi yoki maska kiyish kerak. Suyuqlanish temperaturasi 25 - $50^0$C dan yuqori moddalar suyuqliksiz qo`sh qavat devorli yoki maxsus metall bloklarda qizdirilib, suyuqlanish temperaturasi aniqlanadi. Blok ikkita vertikal va gorizontal kanalli mis silindrdan iborat. Keng vertikal kanalga termometr, tor kanalga esa kapillyar quyiladi. Blok tagidan gorelka bilan qizdiriladi. Gorizontal kanal orqali moddaning suyuqlanishi kuzatiladi. Asboblar temperatura minutiga 5 - 10^0C ga, suyuqlanish temperaturasi *(10 - rasm)* yaqinlashganda 1 - 25^0C ga ko`tariladigan qilib qizdiriladi. Qizdirilayotganda suyuk faza xosil bo`lishidan to to`liq erigunicha bo`lgan oraliq temperatura berilgan moddaning suyuqlanish intervali hisoblanadi. Modda qancha toza bo`lsa, suyuqlanish intervali shuncha kichik bo`ladi. Toza moddalarning suyuqlanish intervali 0,5^0C ga teng. Qizdirilganda parchalanish xossasiga ega bo`lgan moddalarning suyuqlanish temperaturasini aniqlash uchun suyuqlanishiga 10 - 15^0C qolganda kapillyar qizdirilgan asbobga tushiriladi. Uchuvchan moddalar ikki tomoni kavsharlangan kapillyarda suyuqlantiriladi. Moddaning suyuqlanish temperaturasini oldindan taxminan aniqlash mumkin. Buning uchun termometrning simobli sharigiga ozgina modda yopib, termometrni gorizontal ushlagan xolda, asbest to`r modda suyuqlanguncha sekin qizdiriladi. Shunday usul bilan moddaning suyuqlanish temperaturasini 2 - 3^0C gacha aniqlik bilan aniqlash mumkin.



10 - rasm. Suyuqlanish haroratini aniqlaydigan asboblar

Qayta kristallantirish

Qayta kristallantirish - qattiq moddalarni tozalashning muhim usulidir. Buning uchun boshqa qo`shimchalar bilan ifloslangan moddani qizdirganda eriydigan erituvchidan to`yingan eritmasi tayyorlanib, eritmani isitganda filtrlab, erimaydigan qo`shimchalardan ajratiladi. Natijada moddaning toza kristallari cho`kmasi hosil bo`ladi, so`ngra u filtrlanadi va quritiladi.

Qayta kristallantirishga erituvchi tanlash

1. Erituvchi erigan moddalar bilan kimyoviy ta'sirlashmasligi kerak.
2. Modda tanlangan erituvchida sovitilganda yomon eriydigan, qizdirganda esa yaxshi eriydigan bo`lishi kerak. Moddaga aralashgan qo`shimchalar esa erituvchida yana xam yaxshi erishi kerak.

Noma'lum moddani qayta kristallantirish uchun, dastlab oz miqdor modda bilan probirkada erituvchi tanlash kerak. Erituvchi tanlashda erituvchiga moddaning sinfi, tuzilishi hamda kimyoviy yaqinligi muximdir, chunki modda shunday erituvchilarda qayta kristallanadi.

Bunda quyidagi sxemadan foydalanish kerak:

Birikmalar sinfi	**Gidrofoblik xossasi**	**Quyidagi erituvchilarda yaxshi eriydi**
Uglevodorodlar		Uglevodorodlarda, efirda, uglevodorodlarni galogenli xosilalarida
Uglevodorodlarni galogenli xosilalari		
Oddiy efirlar		
Aminlar		Murakkab efirlarda
Murakkab efirlar		
Nitrobirikmalar		
Nitrillar		Spirtda, dioksanda, sirka kislotada
Ketonlar		
Aldegidlar		
Fenollar		
Aminlar		

Spirtlar		Spirtda, suvda
Karbon kislotalar		
Sulfokislotalar		
Tuzlar		Suvda

Gidrofillik xossasi

Ba'zi hollarda qayta kristallantirish uchun eritmalar aralashmasi (masalan, suv - spirt, suv - dioksan, xloroform - petroley efiri) ishlatiladi, buning uchun ularning o`zaro nisbati oldindan tanlab olinadi.

Laboratoriya ishi №1

Benzoy kislotani qayta kristallash usuli bilan tozalash

100 ml sig'imli stakan yoki kolbaga 1g benzoy kislota 40 ml suv va 0,05 - 0,1g kukun xoldagi aktivlangan ko`mir solib, suv hammomida qizdiriladi. Aralashma 10 - 15 minut davomida qaynagandan so`ng eritma tezda burma filtr orqali filtrlanadi. Filtrat (muz solingan xolda) suvda sovutilib, idish devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalanganda benzoy kislotaning kristallari ajrala boshlaydi. Hosil bo`lgan kristallarni byunxer voronkasi yordamida ajratib olinadi va filtr qog'ozi olib siqiladi. So`ngra idishga solinib, quritish shkafida quritiladi. Kristallar qurigach, uning suyuqlanish temperaturasi aniqlanadi. t_s=121 - 122^{0}C. Agar benzoy kislotasi juda toza bo`lmasa, suvda yana bir marta qayta kristallanadi.

SUYUQ ARALASHMALARNI AJRATISH VA TOZALASH

Haydash - suyuqliklarni bir - biridan ajratish va tozalashning eng qulay usuli hisoblanadi. Oddiy haydash usulida suyuqlik qaynash temperaturasigacha qizdiriladi, natijada hosil bo`lgan suyuqlik bug'lari sovutgichda qayta suyuklikka aylantiriladi va boshqa idishga yig'ib olinadi. Bu usulda suyuqlik bug'ga aylanadi, u esa sovutgich yordamida yana suyuklikka aylanadi. Buni to`gri oqimli haydash deyiladi. Agar suyuqlik bug'larining sovugan qismi yangi hosil bo`layotgan suyuqlik bug'lari bilan uchrashib, haydash kolbasiga tushib tursa, bu jarayon qarama - qarshi oqimli haydash deyiladi. Bu usul rektifikatsiya kolonkalarida amalga oshiriladi. Haydash usulidan suyuq moddani erituvchidan, xar xil qaynash temperaturasiga ega bo`lgan reaktsiya maxsulotlarini bir - biridan xamda qo`shimchalardan ajratishda foydalaniladi. Haydashni amalga oshirish usuliga qarab 4 turga bo`lish mumkin:

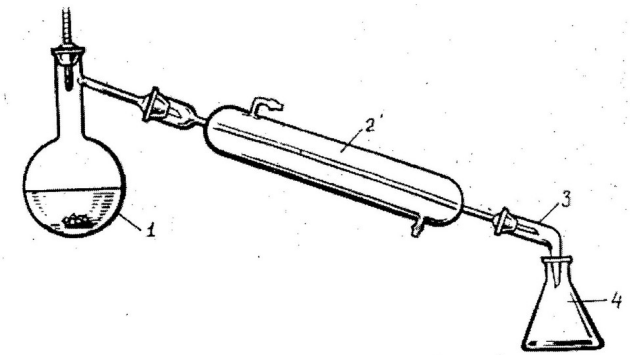
1. Oddiy sharoitda haydash
2. Fraksiyalarga bo`lib haydash

3. Vakuumda haydash
4. Suv bug'i bilan haydash

Oddiy sharoitda haydash

Agar biror suyuklik o`zining qaynash haroratida parchalanmasa atmosfera bosimida oddiy haydashusulidan foydalaniladi. Biror suyuklikni oddiy sharoitda haydashuchun, termometr bilan jixozlangan Vyurs kolbasini shtativga o`rnatib, probka yordamida sovutkichga ulanadi *(11 - rasm).*

Past haroratda qaynaydigan suyuqliklarni haydash uchun Libix sovutkichi ishlatiladi. Bunda kolbaning naychasi sovutkichning ichiga 4 - 5 sm kirib turishi kerak. Qaynash harorati yuqori (130^0C dan yuqori) bo`lgan suyuqliklar xaydalayotganda Libix sovutgichidan foydalanish tavsiya etilmaydi, chunki haroratning keskin o`zgarishi natijasida u darz ketishi mumkin. Bu xolda ichki diametri 12 - 16 mm li shisha naydan iborat xavoli sovutgichdan foydalaniladi. Haydalayotgan suyuqlikning qaynash haroratiga qarab suv xammomida (agar modda 80^0C gacha qaynasa), asbest setkasida - gaz alangasida yoki elektr plitkalarida (80^0C dan yuqori haroratda qaynaydigan moddalar) qizdiriladi. Ba'zan yuqori haroratda qaynaydigan moddalar qum yoki moy hammomi yordamida xam haydaladi. Oddiy haydashusuli bilan qaynash harorati bir necha o`n gradusga farq qiladigan moddalarnigina bir - biridan ajratib olish mumkin.



11 - rasm. Suyuqliklarni oddiy haydash qurilmasi.

1 - haydash kolbasi, 2 - sovutgich, 3 - allonj, 4 - yig’gich kolba

Laboratoriya ishi №2
Etil spirtini oddiy haydash yo`li bilan tozalash

Ifloslangan spirt (suv, atseton, piridin va boshqa qo`shimchalar) oddiy haydash yo`li bilan tozalanadi. Buning uchun Vyurs kolbasi olinib, unga ifloslangan spirtdan 30 ml va 2 - 3 bo`lak qaynatgich solinadi. So`ngra alonj orqali yig'gich kolbaga tutashtiriladi. Suvli sovutgich ishlatilgandan keyin gaz gorelkasi yordamida suv hammomida Vyurs kolbasi qizdiriladi. Toza spirt 78^0C da haydala boshlaydi. Spirt idishga yig'ib olinadi va xajmi o`lchanadi. Dastlabki olingan aralashmaning xajmiga qarab spirtning aralashmadagi (%) miqdori topiladi.

FRAKSIYALARGA BO`LIB HAYDASH

Aralashmani haydab turli haroratda qaynaydigan suyukliklarni ayrim - ayrim idishlarga yig'ib olish usuli fraksiyali haydash usuli deb ataladi.

Qayta fraksiyalab haydash yo`li bilan aralashma tarkibiy qismlarga ajratiladi. Aralashma xolda bo`lgan suyuqliklarni bir necha fraksiyalarga ajratishda xamda fraksiyalarni qaytadan kondensatlashda deflegmator, deflegmatorli kolbalardan va rektifikatsion kolonkalardan foydalaniladi *(6 - rasm).* Deflegmatorda suyuqlik yuqori ko`tarilgan sari, uning keng qismlaridagi suyuqlikning qaynash harorati pasayib boradi. Demak, deflegmatorning xar qaysi keng qismini suyuklik haydalayotgan kolba deb qarash mumkin. Shuning uchun deflegmatorda keng qismlarining soni qanchalik ko`p bo`lsa, sovitgichga boradigan bug' tarkibida qaynash harorati yuqori bo`lgan suyuqlik shunchalik kam bo`ladi.

Fraksiyali haydash

Suyuq aralashmalarni turli temperaturada haydash yo`li bilan alohida idishlarga yig`ish usuli fraksiyalarga bo`lib haydash deyiladi. Suyuqlanish temperaturasi bir – biriga yaqin suyuqliklar aralashmasini ayrim fraksiyalarga bo`lib haydash yo`li bilan tarkibiy qismlarga ajratish mumkin. Buning uchun kimyo laboratoriyasida deflegmatorlardan, sanoatda rektifikatsion kolbadan foydalaniladi.

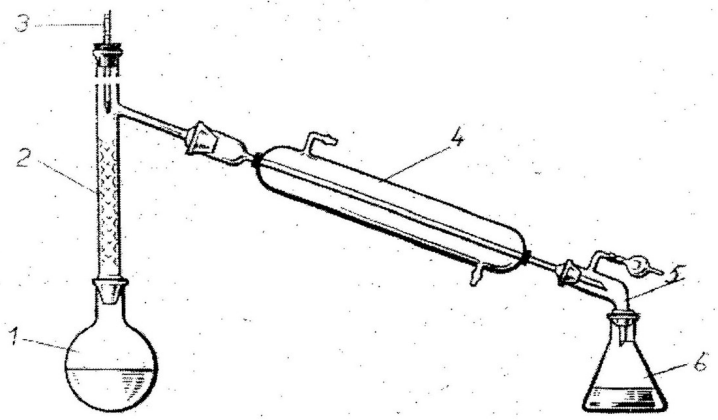
Suyuqliklar aralashmasini fraksiyalarga bo`lib haydashda termometr bilan jihozlangan deflegmator probka vositasida haydash kolbasiga o`rnatilib, uning yuqori qismidan chiqarilgan naycha sovutgichga ulanadi.

So`ngra suyuqlik aralashmasi qaynatiladi, bunda suyuqlik bug`i deflegmator naychasida kondensatlanadi.

Bug` deflegmatorning keng qismiga o`tganda anchagina issiqlikni yo`qotib, bug`ning bir qismi suyuqlikga aylanadi. Lekin bu suyuqlik tezda kolbaga qaytib tushmaydi, chunki naylar o`rtasiga shisha sharcha qo`yilgan bo`lib, shu bug`

bosimi ta’siridan ko`tarilganda bug` nayga o`tadi, lekin suyuqlik o`ta olmaydi. Shuning uchun deflegmatorning keng qismida hamma vaqt ozroq miqdor suyuqlik bo`lib, u qaynab turadi. Lekin naydagi suyuqlikning qaynash temperaturasi kolbadagi suyuqlikning qaynash temperaturasidan past bo`ladi.

Deflegmatorda suyuqlik yuqoriga ko`tarilgan sari, uning keng naychalaridagi suyuqlikning qaynash temperaturasi pasayib boradi. Demak, deflegmatorning harqasi keng naychasini alohida suyuqlik haydalayotgan kolba deb haydash mumkin. Shu sababli deflegmatorning keng naylari qancha ko`p bo`lsa, sovutgichga boradigan bug` tarkibida qaynash temperaturasi yuqori bo`lgan suyuqlik shuncha kam va suyuqliklar aralashmasini tarkibiy qisimlarga ajratish oson bo`ladi *(12 - rasm).*



12 - rasm. Suyuqliklarni fraksiyalarga bo`lib haydash qurilmasi
1 - haydash kolbasi, 2 - deflegmator, 3 - termometr, 4 - sovutgich, 5 - allonj, 6 - yig’gich kolba

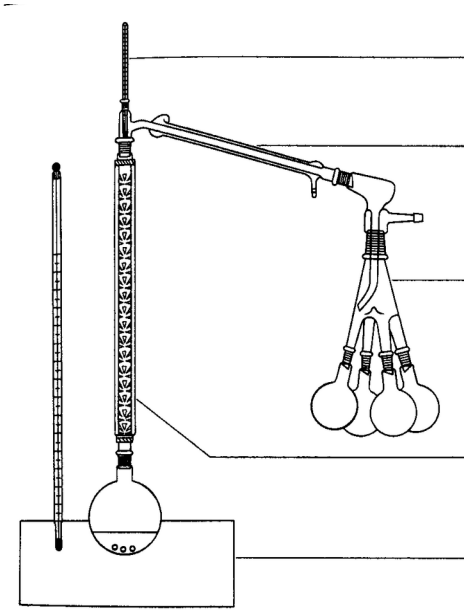
Laboratoriya ishi №3
Benzol va ksilol aralashmalarini fraksiyalab haydash

Kerakli asbob va reaktivlar; 100 ml sig`imli tubli yumaloq kolba 25 ml benzol, 25 ml ksilol shisha kapilyar, termometr.

100 ml sig'imli yumaloq tubli haydash kolbasiga 25 ml benzol (qaynash temperaturasi 80^0C) va 25 ml ksilol (orto, meta, para ksilolning qaynash temperaturasi 134 - 141^0C) quyib, aralashma g'ovak g'ishtning bir necha bo`lakchasi yoki bir uchi kavsharlab bekitilgan shisha kapillyarlar solinadi. Kolbaning og'zi termometr o`rnatilgan probka bilan berkitiladi. Termometr shunday o`rnatilgan bo`lishi kerakki, uning simob to`ldirilgan uchi kolbaning gaz o`tkazgich nay bilan bir xil balandlikda bo`lsin. Haydash kolbasi asbest to`r ustiga qo`yilib, shtativga maxkamlanadi va kolbaning og'zi shtativga o`rnatilgan probka

yordamida Libix sovutgichga biriktiriladi. Haydash kolbasidagi (13 - rasm) aralashma kuchsizroq alangada qizdiriladi. Termometrning simobi avval sekin ko`tariladi, qaynayotgan suyuqlik bug'i termometrga yetgandan keyin esa simob tez ko`tariladi, ya'ni harorat ortadi. Harorat 80^0C yetganda simobning ko`tarilishi to`xtaydi. 1 - yig'gich kolbaga 120^0C da qaynaydigan suyuqlik yig'ib olish kerak. Bu asosan benzoldan iborat. 2 - yig'gich kolbaga 120 - 125^0C gacha qaynovchi suyuqlik yig'iladi. Bu asosan benzol va ksiloldan iborat. 125^0C - 140^0C da 3 - yig'gich kolbaga suyuklik yig'iladi, bu 3 - chi fraksiya ksiloldan iborat.

Birinchi fraksiya (80 - 120^0C da qaynaydi) - benzol 80 - 85%
ksilol 20 - 15%
Ikkinchi fraksiya (120 - 125^0C da qaynaydi) - benzol 50 - 55%
ksilol 50 - 45%
Uchinchi fraksiya (125 - 140^0C da qaynaydi) - benzol 10 - 14%
ksilol 90 - 95%



13 - rasm. Normal bosimda Vigre kolonkasi yordamida fraksion haydash.

SUBLIMATLASH

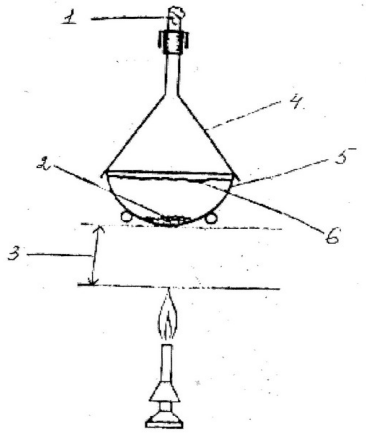
Qattiq organik moddalarni tozalashda sublimatlash usulidan foydalaniladi.

Qattiq moddaning suyuqlanmay turib bug' xolatiga o`tishi va sovitilganda yana qaytadan kristallanishi - sublimatlanish (vozgonka) deyiladi. Bug'ining bosimi odatdagi haroratda ancha yuqori bo`lgan moddalar (xinon, benzoy kislota, naftalin) sublimatlanadi. Qayta kristallantirish yo`li bilan tozalanishi qiyin bo`lgan moddalarni, odatda sublimatlash yo`li bilan tozalanadi. Ko`p xollarda uchuvchan moddalarni, ulardagi uchishi qiyin bo`lgan aralashmalardan tozalash uchun, qiyin va uzoq davom etadigan qayta kristallantirish o`rniga sublimatlantirish usuli qo`llaniladi. Bunda tozalanayotgan moddaning miqdori xam qayta kristallantirish usulidagiga qaraganda ko`proq bo`ladi. Yana shuni aytish kerakki sublimatlash usuli bilan olingan modda juda toza bo`ladi. Qattiq moddalarni sublimatlash asbobi *14 - rasm*da ko`rsatilgan.

Laboratoriya ishi №4
Naftalinni sublimatsiya usuli bilan tozalash

Kerakli asboblar: chinni kosacha, voronka, filtr qog'oz, naftalin va reaktiv.

Chinni kosachaga 1gr texnik naftalin solinib, uning ustiga teshikli filtr qog'oz joylashtiriladi. Filtr qog'ozni uchi paxta bilan berkitilgan voronka bilan yopib qum xammomida sekin qizdiriladi. Qizdirish natijasida naftalin sublimatlanib, voronkaning yuqori sovuq qismida kristallar xolida kondensatlanadi. Sublimatlash protsessi tugagandan so`ng kosacha sovitiladi va voronkaning ichki sirtidagi naftalin kristallari skalpel yordamida kichkina idishga solinadi. So`ngra moddaning suyuqlanish temperaturasi aniqlanadi. Toza naftalinning suyuqlanish temperaturasi 80^0C.



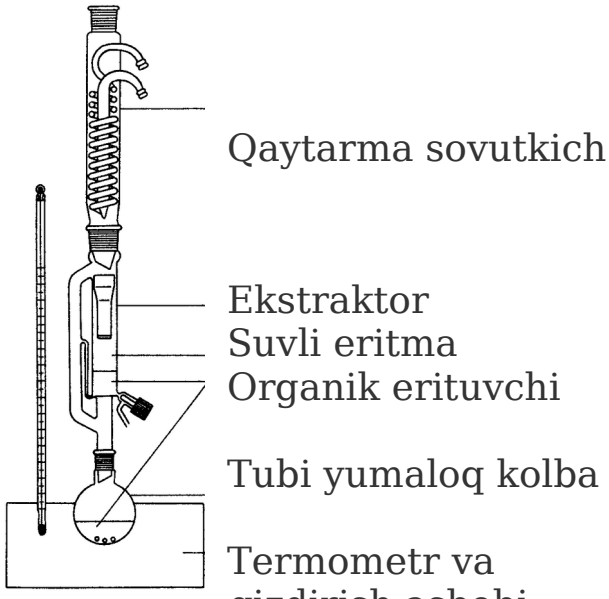
14 - rasm. Qattiq moddalarni sublimatlash qurilmasi

1 - paxta tiqin, sublimatlanadigan modda, 3 - alanganing yuqori qismidan kosaning tubigacha bo`lgan masofa, 4 - konus

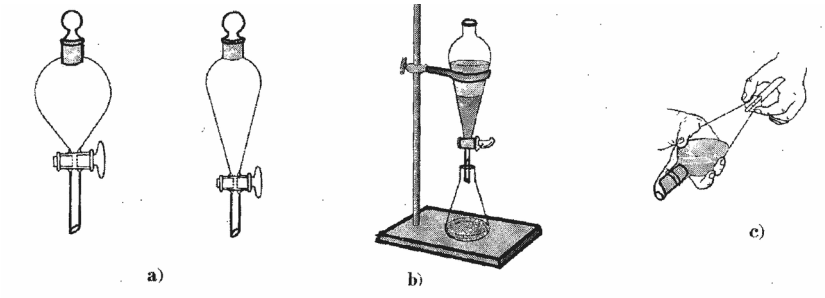
voronka, 5 - chinni kosacha, 6 - filtr qog’oz, uning diametri kosacha diametridan bir necha millimetrga kattadir

EKSTRAKTSIYA

Ekstraktsiya organik moddani eritmadan yoki qattiq modda aralashmalaridan ajratib olish usullaridan biridir. Ekstraktsiya olinayotgan modda va aralashmalarning xar xil erituvchilarda turlicha erishiga asoslangandir. Suvda erigan organik moddalarni suv bilan aralashmaydigan erituvchilar: dietil efir, benzol, petroley efir, xloroform va boshqalardan birida yaxshi erishini e'tiborga olib, suvli eritma aralashmasidan organik moddani ajratib olish mumkin. Bunda ishlatilayotgan erituvchilarning qaynash harorati ancha past bo`lganligi uchun ular osonlikcha haydab olinadi.



15 - rasm . Suvdan og`ir bo`lgan organik erituvchilar bilan to`xtovsiz ekstraksiya



16 - rasm. Anilinni suvli aralashmasini ekstraktsiya qilish

Laboratoriya ishi №5
Anilinni suvli aralashmadan ekstraktsiya usuli yordamida dietil efir bilan tozalash

Reaktivlar: anilin, distillangan suv, dietilefir, $CaCl_2$ yoki Na_2SO_4

Kerakli asboblar: shtativ, ajratgich voronka, yig'gich kolba, suv xammomi. Anilin distillangan suvda eritilib, to`yingan eritma xosil qilinadi. Eritma ajratgich voronkaga quyiladi va uning ustiga dietilefir qo`shiladi. Voronkaning qopqog'i yopib sekin asta chayqatiladi va vaqti - vaqti bilan voronka ichida xosil bo`lgan bosim voronkaning jo`mragi orqali chiqarib yuboriladi. So`ngra voronka shtativga o`rnatilib, bir oz tindiriladi. Pastki suvli qavat esa voronka jo`mragi orqali biror idishga olinadi. Efirli qavat esa voronkaning og'zidan boshqa kolbaga quyiladi. Eritma shu tarzda 3 marta toza efir bilan ekstraktsiya qilinib, efirli eritma suvsiz natriy sulfatda quritiladi va filtrlanib, efirsiz suv hammomida haydaladi. Toza anilinning qaynash temperaturasi $184,5^0C$.

Laboratoriya ishi №6
METANNING LABORATORIYADA OLINISHI

Asbob va idishlar: shtativ,gaz chikarish nayi, o`tkaziladigan probkali probirka, spirt lampa yoki gaz gorelkasi, pahta, 1 ta kristallizator, kislorodli tazometr yoki O_2 olish asbobi, chinni kosacha yoki soat oynasi, pinset, probirkalar va tutkich.

Reaktivlar: Kiyin uchuvchan organik modda CH_3COONa, NaOH

Kuruq probirkaga bir ogirlik kism suvsizlantirilgan CH_3COOK yoki CH_3COONa solinadi. Hamda ikki ogirlik qism natron ohak solib, probirkadan ogzini gaz chiqarish nayi o`rnatilgan probka bilan zich berkiting va probirkani chaykatib aralashmani aralashtiring. Uchta probirka olib biriga suv, ikkinchisiga $KMnO_4$ ning suyultirilgan erit - masidan, uchinchisiga bromli suv kuying. Nayning uchini suvli probirkaga tushiring. Alangani asta sekin kichraytira borib, aralashmani kizdiring. Gaz ajralib chika boshlagach, suvli probirkani ajrating va nay uchidan chikkan gazni gugurt chakib yoking. Alanganing rangsizlanishiga etibor bering. Alangaga chinni plastika (tigel, kosacha) tutib, plastinkada kora ko`l hosil bo`lishini kuzating. Keyin nay uchini dastlab bromli suv bor probirkaga, bir ozdan keyin undan olib, $KMnO_4$ ning eritmasi solingan probirkaga tushirib, eritma rangining o`zgarmaganligiga etibor bering.

O

$$CH_3 - C(=O) - ONa + NaOH \rightarrow CH_4 + Na_2CO_3$$

Metanning yonish reaksiyasi tenglamasini yozing. Reaksiyada hosil bo`ladigan ko`shimcha mahsulotni kuyidagicha isbotlash mumkin. Kuyidagi reaksiya tenglamasini tugating.

$$CH_4 + 2O_2 \rightarrow CO_2 + 2H_2O$$
$$Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$$

Laboratoriya ishi №7

ETILENNING LABORATORIYADA OLINISHI

Asbob va idishlar: probirka tutgich, himiyaviy shtativ, gaz gorelkasi yoki spirt lampa.

Reaktivlar: Etil spirt C_2H_5OH, H_2SO_4 ning konsentrlangan eritmasi,bromli suv, $KMnO_4$, ozrok ishkor kuyilgan 1% li eritma, HNO_3 ning konsentrlangan eritmasi, kerosin.

Etilen hosil kilishda metan olish asbobidan foydalaniladi. Gaz chikarish nayi o`rnatilgan probirkada 2 ml etil spirtli va 6 ml konsentrlangan sulfat kislotani ehtiyotlik bilan aralashtiring va suyuqlik qaynaganda sachramaslik uchun unga ozroq qum soling, probirkani shtativga ogzi tomoni yuqorirok holatda mahkamlang, to`rtta probirka olib, ulardan biriga 2 ml suv, ikkinchisiga 2 ml bromli suv, uchinchisiga 2 ml $KMnO_4$ ning ishkordagi eritmasidan, turtinchisiga $KMnO_4$ (2 tomchi kons. H_2SO_4 ko`shilgan) eritmasidan soling.

Aralashma solingan probirkaga gaz, chikarish nayi o`rnatilgan probirkani mahkamlab unga asta - sekin gaz gorelkasi yoki spirt lampa alangasida kizdiring.Aralashmasi kizdirilganda etilen ajraladi:

$$CH_3 - CH_2 - OH + HOSO_3H \rightarrow CH_3 - CH_2 - OSO_3OH + H_2O$$

$$CH_3 - CH_2 - OSO_3OH \xrightarrow{t} CH_2 = CH_2 + H_2SO_4$$

Reaksiya juda oz miqdorda dietil efir $(C_2H_5)_2O$, sulьfat kislota oksidlovchi bo`lgani uchun $SO_2$ va S (eritmaning korayishi) hosil bo`ladi.

$$2H_2SO_4 + C \rightarrow CO_2 + 2SO_2 + 2H_2O$$

Sulfit angidrid ham etilen kabi brom va kaliy permanganat eritmalari bilan taъsirlanishi mumkin. Reaksiya spirtning digidratlanishi tezlashtiruvchi katalizatorlar (kum,$AlCl_3$) ishtirokida olib borilsa, ko`shimcha prosesslar sodir bo`lmaydi. Reaksiya katalizatorsiz olib borilganda ajralgan gazlar aralashmasini ishkor eritmasi orkali o`tkazish zarur:

$$C_2H_4 + SO_2 + NaOH \rightarrow NaHSO_3 + C_2H_4$$

Reaksiya boshlangach,gaz chikarish nayining uchiga enib turgan gugurt cho`pi tuting, etilenning ravshan alanga berib yonishini kuzatamiz.

Laboratoriya ishi №8
ASETILENNING LABORATORIYADA OLINISHI

C_2H_2 olish uchun ham CH_4 yoki C_2H_4 olish asboblaridan foydalanish mumkin. 1 - ta probirkaga $KMnO_4$ ozrok ishkor ko`shilgan eritmasidan; ikkinchisiga Br_2 li suvdan 2 ml, uchinchisiga esa shuncha suv soling.

Gaz chikarish nayi o`rnatilgan probka bilan jihozlangan katta probirkaga 3 - 4 ta bo`lak CaC_2 soling va unga 2 ml suv kushib, probirkaning ogzini tezda gaz chikarish nayli probkasi bilan zich kilib berkiting. Gaz chikarish nayining ogziga yonayotgan gugurt chupini tuting. Asetilenning etilenga nisbatiga ravshanroq alanga berib yonishini kuzating. Gaz chikarish nayining uchini Br_2 li suv solingan probirkaga tushiring va biroz eritma quying. Eritma rangsizlanadi. Asetilenning hosil bo`lishi:

$$CaC_2 + 2H_2O \rightarrow Ca(OH)_2 + HC \equiv CH$$

CaC_2 solingan probirkaga 1 tomchi fenolftalein eritmasidan tomizib, reaksiyada hakikatdan ham $Ca(OH)_2$ hosil bo`lganini isbotlash mumkin.

Asetilenning yonishi:

$$2C_2H_2 + 5O_2 \rightarrow 4CO_2 + 2H_2O \text{ (to`la yonish)}$$

Etilen molekulasidagiga karaganda C_2H_2 molekulasidagi H_20 atomlari kam bo`lganligi uchun asetilen ravshan alanga berib yonadi.

***Br_2 birikishi*:**

$$HC\equiv CH \xrightarrow{Br_2} \overset{Br\ \ Br}{\underset{|\quad\ |}{CH=CH}} \xrightarrow{Br_2} CHBr_2 - CHBr_2$$

$KMnO_4$ bilan oksidlanishi:

$$HC\equiv CH \xrightarrow{[O]+H_2O} (OH)CH=CH(OH) \xrightarrow{[O]+H_2O} (OH)_2CH - CH(OH)_2 \xrightarrow{[O]} OHC - CHO \xrightarrow{[O]} HOOC - COOH$$

Asetilen yuborilgan suvli probirkada eritmasidan rangsizlanmasligiga sabab asetilenning suvda erimasligidir. Asetilen ajralib chikishi tuhtasa probirkaga suv yoki karbid soling.

Organik sintez bo`yicha ish jurnalini tutish

Talaba laboratoriya ishlarini bajarishda ishning asosiy usullari,reaksiya uchun ishlatiladigan organik birikmalar, sintez qilingan moddalarni ajratib olish, tozalash hamda ularning konstantalarini aniqlash usullari bilan tanishadi. Talaba ishni tushungan holda bajarishi kerak: reaksiya sharoitlarini tanlash nimaga asoslanganligini, asbob tanlashni, o`tkazilgan tajribani to`g'ri va aniq yoza bilishi kerak. Bajarilgan ishni yozish uchun laboratoriya jurnali tutiladi. Hamma yozmalar jurnalning o`ng betida bo`lishi kerak.Jurnalning chap betiga asboblarning rasmi chiziladi. Jadval uchun hisoblashlar qilinadi (behato bir yo`la asliga yozish kerak) va maxsulotning unumi hisoblanadi.Bundan tashqari, o`qituvchi sintez to`grisidagi tanqid va mulohazalarini ham jurnalning chap betiga yozadi.

Etil bromid sintezi misolida ish jurnali yuritishni keltirib o`tamiz.

Etil bromid sintezi

Adabiyot: Organik sintezdan praktikum «O`qituvchi» nashiriyoti. Toshkent 1979.

Ish 1999 yil 20 noyabrda boshlangan.

Asosiy reaksiya.

Oraliq reaksiyalarining tenglamalari:

$$C_2H_5OH + HOSO_3H \rightarrow C_2H_5OSO_3H + H_2O$$

$$H_2SO_4 + KBr \rightarrow KHSO_4 + HBr$$

$$C_2H_5SO_3OH + HBr \rightarrow C_2H_5Br + H_2SO_4$$

Reaksiyaning umumiy tenglamasi (etil bromidning unumini hisoblash uchun):

$$C_2H_5OH + H_2SO_4 + KBr \rightarrow C_2H_5Br + KHSO_4 + H_2O$$

Etil bromid sintezining hisobi

Dastlabki moddalar				**Moddalarning kerakli miqdori**				**Ortiqcha**	
Reaktivning nomi va formulasi	Molekulyar massasi	Spravochnikdan olingan konstan.	Kon - ya	Ko`rsatmada berilgani			Tenglamaga ko`ra mol	mol	%
				mol	gramm				
					100 %	Ber. kon - ya			
C_2H_5OH	46	Qayn.	95,5 %	0,5	24,8	(33	1	0,2	11

		tem. 78,3^0 c d = 0,8		4		мл) 26,07	(0,25)	9	6
H_2SO_4	98	d = 1,84	98 %	0,6	59,5	(33 мл) 60,7	1 (0,25)	0,36	136
KBr	119	-	-	0,25	30,0	-	1 (0,25)	-	-

Qo`shimcha reaksiyalar va ularning tenglamalari:

1) Dietil efirning hosil bo`lishi:

$$C_2H_5OH + H_2SO_4 \rightarrow C_2H_5OSO_3H + H_2O$$

$$C_2H_5OSO_3H + C_2H_5OH \rightarrow\rightarrow C_2H_5OC_2H_5 + H_2SO_4$$

2) Vodorod bromidning sulfat kislota bilan oksidlanishi:

$$2HBr + H_2SO_4 \rightarrow Br_2 + SO_2 + 2H_2O$$

Etil bromid sintez qilish rejasi:

I. Kerakli reaktivlar tayyorlash va asbob yig'ish

1. Asbob yig'ish. (Ish jurnalining chap betiga etil bromid sintez qilish asbobining sxemasi chiziladi. *25 - rasm)*
2. Reaksion kolbaga 33 ml kontsentrlangan sulfat kislota quyiladi va aralashtirib turgan holda tezlik bilan unga 33 ml etil spirt qo`shiladi. Aralashma xona temperaturasigacha sovitiladi.(1 eritma)
3. 1 eritmaga extiyotlik bilan (tashqarisidan suv bilan sovitib turib) 20 ml muzli suv qo`shiladi. (2 - eritma)
4. 30 g kaliy bromid hovonchada maydalanadi.

II. Reaksiyani o`tkazish

1. 2 eritmaga 30 g kaliy bromid qo`shiladi. Reaksion aralashma qum hammomida etil bromid haydalib bo`lgunicha qizdiriladi. Etil bromid yig'gich kolba tubiga moysimon og'ir modda holida yig'iladi.

III. Olingan moddani qo`shimcha moddalardan tozalash

1. Yig'gich kolbadagi ortiqcha suv dekantatsiya yo`li bilan stakanga quyiladi.
2. Etil bromid (pastki qavat) ajratgich voronkada yuqoridagi qavatidan ajratiladi.
3. Etil bromid solingan kolba muzli suvga quyiladi va extiyotlik bilan idish tubida alohida qavat hosil qilib yig'ilguncha tomizgich voronka yordamida kontsentrlangan sulfat kislota qo`shiladi.
4. Etil bromid (yuqoridagi qavat) kichkina quruq ajratgich voronkada sulfat islotadan ajratiladi.

IY. Moddani tozalash

1.Quruq etil bromid haydaladi.37 - 400S intervalidagi fraksiya yig'ib olinadi. Qaynash temperaturasi 38,450 S. Metodikadagi unumi 22 gr. Amaldagi unumi 20 gr deb olsak. Sintez qilingan modda unumi quyidagicha hisoblanadi. Dastlab kam miqdorda olingan KBr bo`yicha etil bromidning nazariy chiqishi hisoblab topiladi:

119 gr KBr dan ———— 109 C_2H_5Br

30 gr ———————— x x=27,48 gr.

Nazariyaga nisbatan unumi:

27,48 gr——— 100 %

20 gr ———— x % x=72,78 %

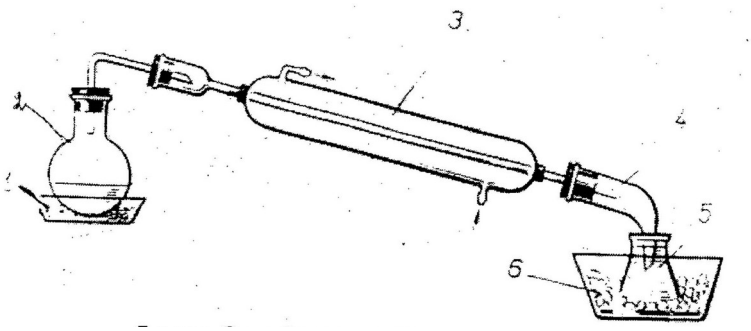
Metodikada berilganiga nisbatan unumi:

22 gr ——— 100 %

20 gr ——— x % x=90,91 %

Hisobot oxirida sintez qilingan moddaning miqdori va konstantalari
jadvalga yozish bo`yicha namuna keltiramiz:

Sintez qilingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning konstantalari		Moddaning miqdori		
	Amalda topilgani $t_{qaynash}$	Adabiyotda berilgani $t_{qaynash}$	gr	Nazariyaga nisbatan %	Ko`rsatmadagiga nisbatan %
Etilbromid C_2H_5Br	$38,1^0$ C	$38,4^0$ C	20	72,78	90,91



17 - rasm. Etilbromid olish qurilmasi

1 - qum hammomi; 2 - tubi yumaloq kolba; 3 - sovutgich; 4 - allonj;
5 - yig'gich kolba; 6 - muzli hammom

Laboratoriya ishi №9

a) Etil bromid sintezi

$$C_2H_5OH + KBr + H_2SO_4 \rightarrow C_2H_5Br + KHSO_4 + H_2O$$

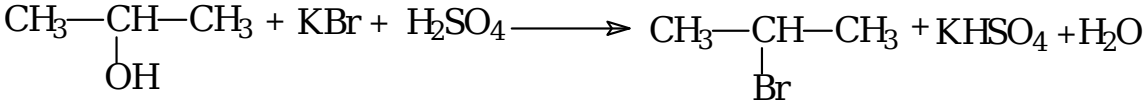
Reaktivlar: 30 ml etil spirt (95 foizli), 25 g kaliy bromid, sulfat kislota (d=1,84)

Sig'imi 250 ml bo`lgan tubi yumaloq kolbaga 30 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi va unga tezlik bilan aralashtirib turib 30 ml etil spirt qo`shiladi. Aralashma xona temperaturasigacha sovutiladi va ehtiyotlik bilan unga 20 ml muzli suv (tashqaridan doimo kolbani sovitib turgan holda), keyin 25 g maydalangan kaliy bromid qo`shiladi. Reaksion aralashmali kolba egik shisha nay yordamida yahshi ishlaydigan, alonj o`rnatilgan sovutgichga ulanadi. Alonjning uchi yig'gich kolbadagi muzli suvning ichiga 1 - 1,5 sm tushiraladi. Yig'gich kolba esa muzli hammomda sovitib turiladi *(17 - rasm).* Reaksion aralashma qum yoki havo hammomidayig'gich kolba tubiga yog'simon modda yig'ila boshlanguncha kuchli alangada qizdiriladi. Agar kolbadagi reaksion aralashma ko`piklashsa, qizdirish qisqa vaqtga sekinlashtiriladi. Haydash jarayonida yig'gich - kolbadagi suv alonjga ko`tarilishi mumkin. U vaqtda alonjning uchi bir oz suyuqlikka tegib turadigan yoki alonjni bir tomonga bursa bo`ladigan qilib yig'gich - kolba bir oz pastga tushiriladi.

Reaksiya tamom bo`lgandan keyin yig'gich - kolbadagi modda ajratgich voronkaga quyiladi va etil bromid (pastki qavat) 100 ml hajmli konussimon kolbaga ajratib olinadi. Kolba muzli suv (yaxshisi tuzli qor) bilan sovutiladi va idish tubida alohida qavat hosil bo`lib ajralguncha etil bromidga ehtiyotlik bilan tomizgich voronka orqali konsentrlangan sulfat kislota tomiziladi. Etil bromid tarkibidagi dietilefir va etanolni yo`qotish va uni quritish uchun unga sulfat kislota qo`shiladi, bu vaqtda etil bromid quriydi. Bu jarayonda issiqlik ajralib chiqadi. Shuning uchun oson uchuvchan etil bromidni yo`qotmaslik maqsadida etil bromidga sovutib turgan holda sulfat kislota qo`shiladi. Aralashma quruq ajratgich voronkada ajratiladi va kichik alanga bilan qizdiriladigan suv hammomida etil bromid haydaladi. Yig'gich - kolba muzli suvda sovitiladi. Etil bromid 35 - 40^{0}C harorat intervalida haydaladi, asosiy massa 38 - 39^{0}C da haydaladi. Tozalanmagan etil bromid tarkibida brom (qo`shimcha modda) qo`shilmasi bo`lgani uchun u sariq rangli bo`ladi. Etil bromidning unumi 20 g.

Toza etil bromide o`ziga xos hidli rangsiz suyuqlik. Spirt, efir, xloroform bilan aralashadi, qaynash harorati past, shuning uchun u qalin devorli, shliflangan probkali sklyankada sarg'ayadi, chunki parchalanib, brom ajratib chiqaradi. Molekulyar massasi 109; qaynash harorati $38,4^0$S; d=1,4555

b) Izopropilbromid sintezi:



Zarur asbob - idishlar: 250 ml li tubi dumaloq kolba, deflegmatorli haydash uchun asbob, ajratish voronkasi, Vyurs kolbasi.

Reaktivlar: izopropil spirt - 15 ml, kaliy bromid - 15g, sulfat kislota (ρ=1,84 g/sm^3) - 19 ml.

Tubi dumaloq kolbaga 15 ml izopropil spirt va 19 ml sulfat kislota solinadi, aralashtirilib sovutilib boriladi. Xona temperaturasigacha sovutilgan aralashmaga 15g kaliy bromid qo`shib, aralashtish davom ettiriladi. Undan keyin kolbani deflegmator orqali Libix sovutgichiga ulanadi va yog'simon tomchilar yig'gich kolbaga o`tishi to`xtaguncha reaktsion aralashma haydaladi. Agar reaktsion aralashma juda kuchli ko`piklansa, qizdirish biroz muddat to`xtatib turiladi. Izopropilbromidni ajratish voronkasida suvdan ajratib olinadi va ehtiyotkorlik bilan unga kichik portsiyalarda $H_2SO_4$ (konts) qo`shiladi. Qo`shishni izopropilbromid ayrim qatlamlarda to`planguncha davom ettiriladi. Izopropil spirt va oraliq mahsulot - diizopropil efirdan shu tarzda tozalangan izopropilbromidni Vyurs kolbasidan haydalib, qaynash temperaturasi 57 - 61^0C bo`lgan fraksiyaga yig'iladi. Amaliy unum 8 - 10 gramm.

Laboratoriya ishi №10
Dibutil efir sintezi



Reaktivlar. 25 ml n - butil spirt, sulfat kislota(d – 1,84), natriy gidroksid, kaltsiy xlorid.

100 ml sig'imli, tubi yumaloq kolbaga 25 ml n - butil spirt quyiladi, yaxshi aralashtirib turib, asta - sekin 2,8 ml konsentrlangan sulfat kislota qo`shiladi va hosil bo`lgan aralashmaga bir tomoni kavsharlangan shisha kapillyar

tashlanadi. Kolbaga ikki shoxli forshtoss o`rnatib, bitta shoxiga tomizgich voronka, ikkinchisiga esa “lovushka” orqali qaytarma sovutkich ulanadi va 140 - 145$^0$C da (hammomga termometr o`rnatish kerak) moy hammomida qizdiriladi. Aralashma bir tekis qaynashi kerak, u qizdirilganda butilen, butilenning polimerlanish maxsulotlari, SO_2 hosil bo`lib, ko`mirlanish ham sodir bo`ladi. Vaqti - vaqti bilan “lovushka” dagi distilyat ajratkich voronkaga quyiladi. Pastki qavat (suv) o`lchagich silindrga quyiladi, ustki qavat esa yana ajratkich voronkaga va tomchilatib qaytadan reaksion kolbaga quyiladi. Oldin ikki komponentdan iborat aralashma, keyin esa uch komponentdan iborat(butyl spirt, suv va dibutil efir) aralashma haydaladi. Ikki komponentli aralashmaning qaynash temperaturasi 93,5^0 C, uch komponentli aralashmaniki esa 91^0 C dir. Ajralib chiqayotgan suvning miqdori tenglama bo`yicha hisoblangandagi miqdorga tahminan to`g’ri kelganda (3,5 – 4 soatdan keyin) aralashmani qizdirish to`xtatiladi. Kolbadagi aralashma sovitilib, ajratkich voronkaga quyiladi va natriy gidroksidning 3n eritmasi bilan yuviladi. Suvning muhiti ishqoriy bo`lguncha yuvish davom ettiriladi (lakmus qog’ozi bilan aniqlanadi). Keyin efir qavati ikki marta suv va osh tuzining to`yingan eritmasi bilan yuviladi. Yuvilgan dibutil efir kalsiy xlorid bilan quritiladi, deflegmatori uncha katta bo`lmagan kolbaga filtrlab o`tkaziladi va haydaladi, 141 - 144^0 C da qaynaydigan fraksiya yig’iladi. Efir oxirigacha haydalmaydi, chunki efirlar havo kislorodi bilan reaksiyaga kirishib, portlovchi gidroperoksidlar hosil qilishi mumkin. Dibutil efirning unumi 10 g.

Dibutil efir – rangsiz suyuqlik, etanol va efir bilan aralashadi, suvda erimaydi. Molekulyar massasi130,23; suyuqlanish temperaturasi – 98^{0}C , qaynash temperaturasi 142,4^{0}C;

Dastlabki moddalar				**Moddalarning kerakli miqdori**				**Ortiqcha**	
Reaktivning nomi va formulasi	Molekulyar massasi	Spravochnikdan olingan konstantalar	Konsentratsiyasi	Ko`rsatmada berilgani			Tenglamaga ko`ra mol	mol	%
				mol	gramm				
					100 %	Berilgan kontsentratsiya			
C_4H_9OH									

n - butil spirt									

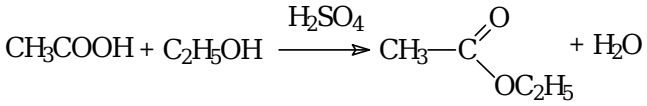
Sintez qilingan moddaning miqdori va konstantalari

Sintez qilingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning konstantalari		Moddaning miqdori		
	Amalda topilgani $\mathbf{T}_{qaynash}$	Adabiyotda berilgani $\mathbf{T}_{qaynash}$	g r	Nazariyaga nisbatan **%**	Ko`rsatmadagiga nisbatan **%**
$C_4H_9 – O – C_4H_9$ Dibutil efir					

Laboratoriya ishi №11

a) Etilatsetat sintezi

Asosiy reaksiya:



Qo`shimcha reaksiya:

$C_2H_5OH + HOSO_3H \rightarrow C_2H_5OSO_3H$

$C_2H_5OSO_3H + C_2H_5OH \rightarrow C_2H_5 - O - C_2H_5 + H_2SO_4$

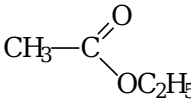
Reaktivlar; 20 ml muz sirka kislota, 22,5 ml etil spirt, sulfat kislota (d – 1,84), natriy karbonat, kalsiy xlorid, 100 ml sig`imli Vyurs kolbasi.

Ishning bajarilishi: Vyurs kolbasiga 2,5 ml etil quyib, ustiga extiyotlik bilan aralashtirib turib 2,5 ml konsentrlangan sulfat kislota qo`shiladi. Shundan keyin kolba oqimi pastga qiya qilib, suvli sovutgich ulanadi. Tomizgich voronkali probilka bilan kolba og`zini berkitib, kolbaga moy hammomida 140 C gacha qizdiriladi. (termometr hammom ichiga tushib turishi kerak.) qizdirilgan suyuqlikga asta – sekin voronka orqali 20 ml etil spirt, 20 ml muz sirka kislota aralashmasi 2 soat davomida qo`shiladi va 140 C da hosil bo`layotgan etilasetat xaydaladi. (yuqori temperaturada qo`shimcha modda dietil efirining hosil bo`lishi ko`payadi ) reaksiya tamom bo`lgandan keyin tarkibida sirka kislota qo`shimchasi bor distilyat natriy karbonatning

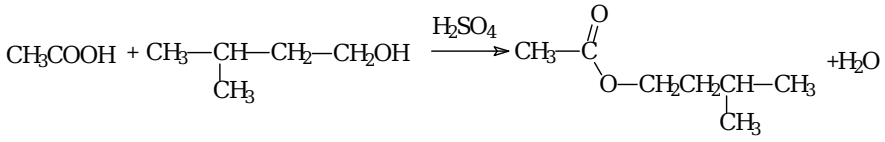
konsentrlangan eritmasi bilan neytrallanadi. Natriy karbonat eritmasi asta – sekin shisha tayoqcha bilan suyiqlikni aralashtirib turib qo`shiladi (CO gazining ajrablib chiqishi natijasida aralashma ko`piradi) aralashmaning efir qisimiga tushirilgan ko`k lakmus qog`oz qizarguncha soda eritmasi qo`shiladi. Sirkaetil efir pastgi suv qavatdan ajratgich voronka yordamida ajratiladi va u kaltsiy xloridning to`yingan eritmasi (8 ml suvda 8 gr kalsiy xlorid eriydi) bilan chayqatib aralashtiriladi. Efirni ajratib kaltsiy xlorid bilan quritiladi va suv hammomida haydaladi. 71 – 75 C da sirka etil efir, etonol va suvdan iborat azeotrop aralashma xaydaladi. 75 – 78 C da toza sirkaetil efir haydaladi. Uning unumi 20 g. sirkaetil efir___ xushbo`y hidli, rangsiz suyuqlik. Efir, etanol, xloraform, benzol bilan aralashadi, suvda kam eriydi. Molekulyar massasi 88,10; suyuqlanish temperaturasi – 83,6 C; qaynash temperaturasi – 77,15 C d 0,901; n 1,372.

Dastlabki moddalar				**Moddalarning kerakli miqdori**				**Ortiqcha**	
Reaktivning nomi va formulasi	Molekulyar massasi	Spravochnikdan olingan konstantalar	Kontsentratsiyasi	Ko`rsatmada berilgani			Tenglamaga ko`ra mol	mol	%
				mol	gramm				
					100 %	Berilgan kontsentratsiya			
CH_3COOH									
C_2H_5OH									

Sintez qilingan moddaning miqdori va konstantalari

Sintez qilingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning konstantalari		Moddaning miqdori		
	Amalda topilgani $\mathbf{T}_{qaynash}$	Adabiyotda berilgani $\mathbf{T}_{qaynash}$	gr	Nazariyaga nisbatan **%**	Ko`rsatmadaga nisbatan **%**
					

b) Sirkaizoamill efir sintezi



Reaktivlar **:** 85 ml muz sirka kislota, 13 ml izoamil spirt,sulfat kislota (d - 1,84), natriy karbonat, kalsiy xlorid 100 ml sig'imli Vyurs kolbasiga 13,5 ml izoamil spirt quyib, ustiga extiyotlik bilan aralashtirib turib 2,5 ml kontsentrlangan sulfat kislota qo`shiladi. Shundan keyin kolbaga oqimi pastga qiya qilib, suvli sovitgich ulanadi.Tomizgich voronkali probka bilan kolba og'zini berkitib, kolba qum hammomida 140^0C gacha qizdiriladi (termometr hammom ichiga tushib turishi kerak). Qizdirilgan suyuqlikka asta - sekin tomizgich voronka orqali 13,5 ml izoamil spirt, 85 ml muz sirka kislota aralashmasi 2 soat davomida qo`shiladi va $140^0$C da hosil bo`layotgan izopentilatsetat haydaladi.(yuqori temperaturada qo`shimcha modda diizoamil efirning hosil bo`lishi ko`payadi).Reaksiya tamom bo`lganidan keyin tarkibida sirka kislota qo`shilmasi bor distilyat natriy karbonatning kontsentrlangan eritmasi bilan neytrallanadi. Natriy karbonat eritmasi asta - sekin shisha tayoqcha bilan suyuqlikni aralashtirib turib qo`shiladi (SO_2 gazining ajralib chiqishi natijasida aralashma ko`piradi). Aralashmaning efir qismiga tushirilgan ko`k lakmus qog'oz qizarguncha soda eritmasi qo`shiladi.Sirka izoamil efir pastki suv qavatidan ajratgich voronka yordamida ajratiladi va u kalsiy xloridning to`yingan eritmasi (8 ml suvda 8 g kalsiy xlorid eriydi) bilan chayqatib aralashtiriladi. Efirni ajratib kalsiy xlorid bilan quritiladi va suv hammomida haydaladi.128 - 132^0C da sirka izoamil efir,spirt va suvdan iborat azeotrop aralashma haydaladi.138 - 142^0C da toza sirka izoamil efir haydaladi.Uning unumi 13,5 g. Sirkaizoamil efir - xushbo`y hidli rangsiz suyuqlik. Efir, etanol, xloroform, benzol bilan aralashadi,suvda kam eriydi. Molekulyar massasi 146; suyuqlanish temperaturasi - $83,6^0$C; qaynash temperaturasi 138 - 142^0C;

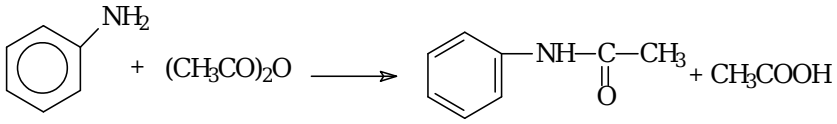
Dastlabki moddalar				**Moddalarning kerakli miqdori**			**Ortiqcha**	
Reaktivning nomi va formulasi	Molekulyar	Spravochnikdan olingan	Kontsentratsiyasi	Ko`rsatmada berilgani		Tenglamaga	mol	%
				mol	gramm			

	massasi	konstantalar			100 %	Berilgan konsentratsiya	ko`ra mol		
CH_3COOH									
$CH_3CH(CH_3)-CH_2-CH_2OH$ Izoamil spirt									

Sintez qilingan moddaning miqdori va konstantalari

Sintez qilingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning konstantalari		Moddaning miqdori		
	Amalda topilgani $T_{qaynash}$	Adabiyotda berilgani $T_{qaynash}$	gr	Nazariyaga nisbatan %	Ko`rsatmadagiga nisbatan %
$CH_3-C(=O)-O-CH_2CH_2CH(CH_3)-CH_3$					

Laboratoriya ishi №12
Atsetanilid sintezi



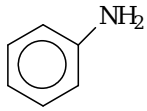
Reaktivlar. 4,5 ml yangi haydalgan anilin, 6 ml sirka angidrid.

100 ml sig'imli konussimon kolbaga 4,5 ml anilin va 20 ml suv quyiladi. Hosil qilingan emulsiyaga 6 ml sirka angidrid qo`shiladi. Kolbaga probkali havo sovutgich kirgiziladi va suv hammomida qizdiriladi (suvning temperaturasi 70 - 80$^0$C), vaqti - vaqti bilan aralashma yaxshilab chayqatib turiladi. Kolbadagi modda eritmaga o`tgach (taxminan 10 daqiqadan keyin), kolba oldin havoda, so`ngra muz va suv aralashmasi solingan hammomda sovutiladi. Hosil bo`lgan cho`kma – atsetanilid Byuxner varonkasida filtrlanadi, filtirda muzli ozroq suv bilan yuviladi

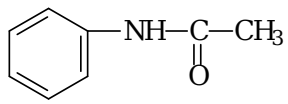
va filtr qog’oz orasiga olib quritiladi. Atsetanilidni suvdan qayta kristallab olish mumkin uning miqdori 5,5 ga teng.

Suyuqlanish temperaturasi aniqlanadi (114^0C).

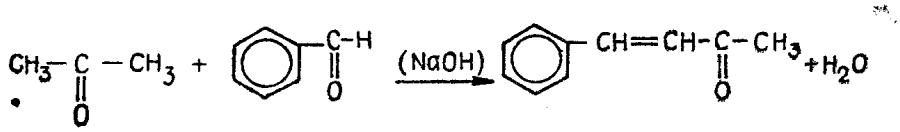
Atsetanilid (N - fenilatsetamid, antifebrin, N – atsetilanilin, sika kilotaning fenilamidi) - rangsiz, hidsiz, kristall modda. Suvda rombik bargchalar ko`rinishida kiristallanadi. Efirda, xloroformda metanolda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi 135,17; suyuqlanish temperaturasi 114^0C; qaynash temperaturasi 305^0C; zichligi 1,0261 gr/sm^3.

Dastlabki moddalar				**Moddalarning kerakli miqdori**				**Ortiqcha**	
Reaktivning nomi va formulasi	Molekulyar massasi	Spravochnikdan olingan konstantalar	Kontsentratsiyasi	Ko`rsatmada berilgani			Tenglamaga ko`ra mol	mol	%
				mol	Gram				
					100 %	Beril. kon – ya			
									
$(CH_3CO)_2O$									

Sintez qilingan moddaning miqdori va konstantalari

Sintez qilingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning konstantalari		Moddaning miqdori		
	Amalda topilgani $T_{qaynash}$	Adabiyotda berilgani $T_{qaynash}$	gr	Nazariyaga nisbatan **%**	Ko`rsatmadagiga nisbatan **%**
					

Laboratoriya ishi №13
Benzalatseton sintezi



Reaktivlar: 20 ml atseton, 19,7 ml benzoldegid, natriy gidroksid, xlorid kislota, benzol.

Benzalatseton teriga kuchli ta’sir qiladi, shuning uchun u bilan ishlashda ehtiyot bo`lish kerak.

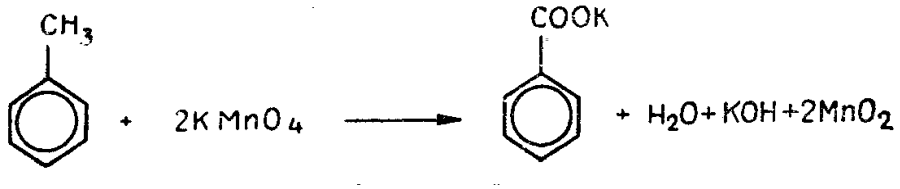
Aralashtirgich bilan jihozlangan 100 ml sig’imli stakanda 20 ml atseton (atsetonning ortiq miqdori dibenzalatsetonning hosil bo`lishiga yo`l qo`ymaslik uchun kerak), 19,7 ml yangi haydalgan benzaldegid va 10 ml suv bilan aralashtiriladi. Reaksion aralashma suv hammomida sovitiladi. So`ngra unga reaksion aralashmaning temperaturasi 25 - 30^{0}C da saqlangan holda asta - sekin 2,5 ml natriy gidroksidning 10% li eritmasi quyiladi. Aralashma ikki soat davomida xona temperaturasida aralashtiriladi. Kondensatlanish reaksiyasi tugashi bilan reaksion massaga (lakmus yordamida sinalganda kislotali muhit hosil bo`lguncha) suyultirilgan xlorid kislota qo`shiladi va ajratgich voronkaga quyiladi. Yuqoridagi – sariq moysimon organik qavat pastki suvli qavatdan ajratiladi. Suvli qavat 16 ml benzol bilan (8 ml dan ikki marta) ekstraksiyalanadi. Olingan benzolli so`rim organik qavatga qo`shiladi. Qo`shilgan organik eritma ajratgich voronkaga quyiladi, 5 ml suv bilan yuviladi va suv hammomida benzol haydab olinadi. Qoldiq vakuumda haydaladi (35 - rasm). Dastlabki haydalgan ko`kish tusli bir necha millilitr distilyat ajratiladi. Haydash mahsulotining qolgan qismi och - sariq rangli bo`ladi. Haydash vaqtida 148 - 160^{0}C da (25 mm sim. ust.) qaynaydigan fraksiya yig’iladi. Maxsulotni qayta haydab, 137 - 142^{0}C da (16 mm sim. ust.) qaynaydigan fraksiya yig’iladi. Benzalatseton uzoq saqlanganda kristallanadi. Benzalatsetonning miqdori 10 g.

Benzalatseton (metilstirilketon) – plastinkasimon, rangsiz kristall modda, spirt, efir, xloroform, benzollarda eriydi. Suyuqlanish temperaturasi 42^{0}C; qaynash temperaturasi 260^{0}C, 126^{0}C (9 mm sim.ust.); d_{15}^{15} 1,0377; n_D^{15} 1,5836; molekulyar massasi 146,19.

S i f a t r e a k s i y a s i. *Qo`sh bog’ni aniqlash.* Probirkada 0,3 - 0,5 g benzalatseton xloroformda eritiladi va bromning xloroformdagi eritmasi qo`shiladi. Bromning rangsizlanishi qo`sh bog’ borligidan darak beradi.

Laboratoriya ishi №14

a) Benzoy kislota sintezi (toluoldan oilish)



Reaktivlar: 1,2 ml toluol, 3,4 gr kaliy permanganat, xlorid kislota.

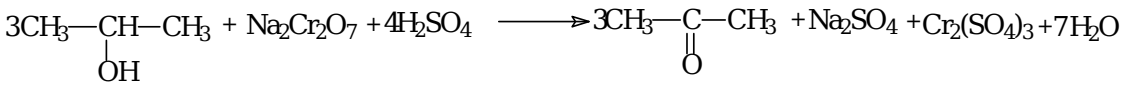
Ikki shoxli froshtoss orqali qaytarma sovutkich bilan jihozlangan, 150 ml sig'imli tubi yumoloq kolbaga 1,2 ml toluol va 75 ml suv quyib, qaynab turgan suv hammomida qizdiriladi. Reaksion aralashmani chayqatib turib, unga bir soat davomida oz - ozdan 3,4 gr kaliy permaganat solinadi. Aralashmani tez - tez chayqatib turib, qizdirish yana 4 soat davom ettiradi, bunda eritma rangsizlanadi. Agar reaksion aralashmaning rangi o`zgarmasa unga bir necha tomchi etil spirt quyib rangsizlantiriladi. Reaksion aralashma sovutiladi, cho`kmaga tushgan marganes (IV) - oksid filtrlanadi va ikki marta 10 - 15 ml qaynoq suv bilan yuviladi. Filtratlarni qo`shib suv hammomida 10 - 15 ml hajmga kelguncha bug'lantiriladi, cho`kmaga tushgan marganets (IV) - oksidni yana filtrlab, ozroq qaynoq suv bilan (taxminan 10 ml) yuviladi. Filtratlarni va yuvilgan suvni qo`shib chinni kosachada 7 – 10 ml qolguncha bug'latiladi. Filtratga suyultrilgan xlorid kislota (1 : 1) tomizilib, benzo`y kislota cho`kmaga tushiriladi. Benzoy kislota filtrlab olinib, oz miqdordagi muzli suv bilan yuviladi va havoda quritiladi. Benzoy kislota miqdori 1 gr atrofida.

Benzoy kislota – plastinkasimon rangsiz kristall modda, sovuq suvda yomon eriydi, qaynoq suvda yaxshi eriydi (1 litr suvda 18^0C da 2,7 gr, 100^0C da 59 gr). Xloroform, atseton, benzol va metil spirtlarda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi 122,12; suyuqlanish temperaturasi 122^0C, qaynash temperaturasi 249^0C; d - 1,2659.

S i f a t r e a k s i y a s i. 1 ml benzoy kislotaning suvdagi eritmasiga tomchilatib 0,3 foizli vodorod peroksid hamda 1 - 3 foizli temir (III) xlorid eritmasidan qo`shiladi. Probirka qaynab turgan suvga tushirilganda qizil - binafsha rang hosil bo`ladi (benzoy kislota oksidlanganda temir (III) xlorid bilan rang beruvchi salitsil kislota hosil bo`ladi).

b) Propanol - 2 dan atseton sintezi

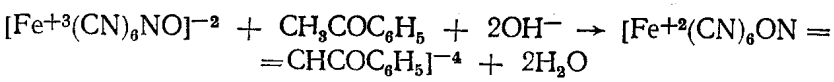
Reaksiya tenglamasi:



Reaktivlar: izopropil spirt 15,6 g, $Na_2Cr_2O_7$ 15 g, H_2SO_4 (kons.) 33,12 ml.

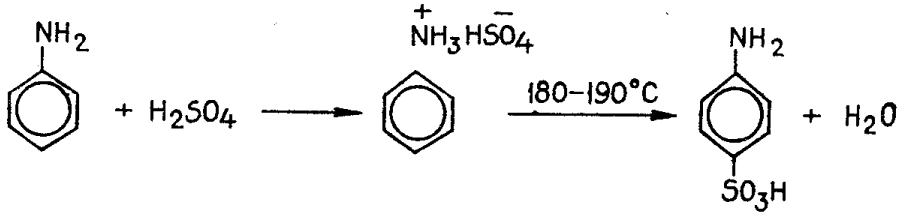
Asbob - uskunalar: ikki og'izli 200 ml li kolba, sovutkich, tomizgich voronka, termometr, Vyurs kolbasi, suv hammomi.

Qaytarma sovutkich va tomizgich voronka bilan ulangan ikki og'izli kolbadan 20 ml izopropil spirt solinadi.Ayrim kolbada 15 gramm $Na_2Cr_2O_7$ eritmasini 60 ml suvda eritib,bu olingan eritma 18 ml.kons.sulfat kislota bilan aralashtirilib,shu tarzda xromli aralashma tayyorlanadi. Olingan xromli aralashmani tomizgich voronka orqali kichik porsiyalarda kolbaga quyiladi.Shu zahotiyoq reaksion moddaning kuchli isishi bilan boruvchi oksidlanish reaksiyasi boshlanib ketadi. Oksidlovchining navbatdagi porsiyasini reaksiya sekinlashgandan keyin qo`shiladi. Xromli aralashmani barchasini shu tarzda kolbaga qo`shib bo`lgandan keyin kolbani suvli hammomda 10 minut davomida qizdiriladi. Undan keyin reaksion aralashma sovutiladi va Vyurs kolbasiga solinadi.Undan keyin esa suvli hammomda ushbu aralashmadan atseton haydaladi va qaynash temperaturasi 55 - 58$^0$C bo`lgan fraksiyasi yig'iladi. Atsetonning chiqishi 10 gramm (nazariy 66,3 %). Atseton rangsiz,tiniq,o`ziga xos hidli eritma.Suv bilan turli nisbatda aralashadi.



Laboratoriya ishi №15

Sulfanil kislota sintezi



Reaktivlar: 9,1 ml aniline, 16,5 ml sulfat kislota (d - 1,84), aktivlantirilgan ko`mir. *Ish mo`rili shkafda bajariladi!*

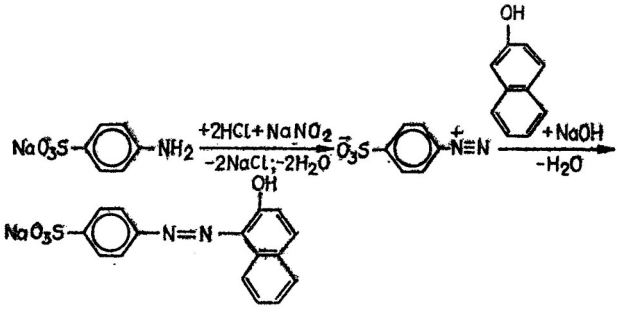
100 ml sig'imli, qaytarma sovutgich ulangan kolbaga 9,1 ml anilin solib, unga aralashtirilib turgan holda asta - sekin 16,5 ml konsentrlangan sulfat kislota qo`shiladi. Aralashma moy hammomida 180 - 190 gradus C da (termametri moyga tushirilgan holda) qizdiriladi. Taxminan 3

- 4 soatdan so`ng namuna olinadi. Reaksion aralashmadan bir necha tomchi namuna olib, probirkadagi sovuq suvga tomiziladi va unga o`yuvchi natriyning suyuq eritmasi qo`shiladi. Agar reaksiyaga kirishmay qolgan anilin suv yuziga ajralib chiqmasa reksiya nihoyasiga yetgan deb hisoblash mumkin. Sovutilgan reksion aralashma stakandagi ozroq sovuq suv ustiga qo`yiladi. Sulfanil kislata kiristallari firtillab olinadi va filtirda sovuq suvda yuviladi. Sulfanil kislota qoynoq suvdan qayta kristallantiriladi, bunda kerak bo`lsa aktivlangan ko`mir qo`shiladi. Hosil bo`lgan sulfanil kislotaning yaltiroq plastika simon kiristallari buyuxner varonkasida filtrlanadi, ozroq sovuq suv bilan yuviladi va filtir qog'ozi orasida quritiladi. Havoda quritilganda kiristallizatsiya suv yo`qoladi. Suv suflanil kislotaning miqdori 10 gr. Sulfanil kislota (N - aminobenzolsuvfokislota) – rangsiz kiristal modda. Molekulyar massasi 173,18 parchalanish temperaturasi 280 - 300° gradus C. Suvli eritmasidan 40 gradus C yuqori temperaturada suvsiz sulfanil kislota, 21 - 40^{0}C da monogidrat, 0 - 21 ^{0}C da esa ikki molekulada suvi bor gidrat sulfanil kislota ajralib chiqadi.

Sifat reaksiyasi. Sulfogruppaning gidralitik parchalanishi. Sulfanil suvdagi qaynoq eritmasiga bromli suv qo`shilganda tribromanilin mayda kristallar holida cho`kmaga tushadi.

Laboratoriya ishi №16

a) *β* – naftoloranj sintezi



Reaktivlar: β - naftol 1 gr (0,007 mol); sulfanil kislota $2H_2O$ 1,5 gr (0,007 mol); natriy nitrit 0,5 gr (0,007 mol); osh tuzi 3,5 gr; 10 % li o`yuvchi natriy eritmasi 13 ml; 2 n xlorid kislota eritmasi 12 ml.

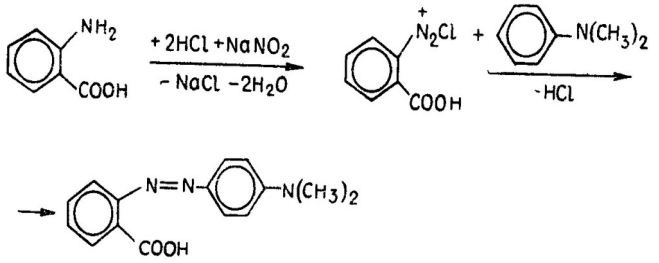
Stakanda 10 ml 10 % li o`yuvchi natriyning eritmasidan 1 gr β - naftol qizdirib eritiladi (eritma № 1).

Boshqa stakanda 1,5 gr sulfanil kislota (yoki 1,24 gr suvsiz quruq kislota) 3 ml 10 % li o`yuvchi natriy eritmasida qizdirib eritiladi. Bu ishq oriy eritmaga 0,5 gr natriy nitritning 6 ml suvdagi eritmasi quyiladi. Eritma sovutilgandan so`ng,

aralashtirib turilgan xolda, muz bilan sovutilgan 12 ml 2 n xlorid kislota eritmasiga asta – sekin quyiladi (eritma № 2). So`ngra eritma № 2 ga muz bilan sovutilgan eritma № 1 ni quyib, 30 minut aralashtirib turiladi va unga 3,5 gr osh tuzining to`yingan eritmasi solinadi.

β - naftoloranj to`q sariq kristall xolidagi cho`kmaga tushadi. U filtrlanib, sovuq suv bilan yuvilib, filtr qog`ozlari orasida quritiladi. Miqdori 2 gr atrofida.

b) Metil qizil sintezi



Reaktivlar: 4 g antranil kislota, 3,2 ml dimetilanilin, 2 g natriy nitrit, xlorid kislota (8% li eritmasi), natriy gidroksid (8% li eritmasi), natriy xlorid.

4 g antranil kislota 12,5 ml 8% li natriy gidroksid eritmasida stakanda eritiladi va unga 2 g natriy nitritning 25 ml suvdagi eritmasi qo`shiladi. Hosil bo`lgan eritma muzli suvda 0^0C gacha sovitiladi, u boshqa stakandagi 12,5 ml 8% li xlorid kislota eritmasiga asta - sekin quyiladi. Diazoeritma 10 - 15 minut aralashtiriladi va 0 - 5^0C gacha sovitilgan 3,2 ml dimetilanilinning 25 ml 4% li xlorid kislotadagi eritmasiga aralashtirib turib quyiladi. Bir soatdan so`ng reaksion aralashmaga ishqoriy muhit hosil bo`lguncha 8% li natriy gidroksid eritmasidan qo`shiladi. Odatda bunda bo`yoqning natriyli tuzi cho`kmaga tusha boshlaydi (agar bu hol kuzatilmasa, unga bir oz natriy xlorid qo`shiladi). 3 - 4 soatdan so`ng cho`kma filtrlanadi va 40^0C da quritiladi. Bo`yoq natriyli tuzining miqdori 4,5 g.

Metil qizil (*n* - dimetilaminoazobenzol - o - karbon kislota) - qizil binafsha rangli kristall modda, yoki qizil - qo`ng'ir poroshok, suvda qiyin eriydi, qaynoq spirtda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi 291,28. Kislota - ishqorli rangli indikator sifatida ishlatiladi. Rangining o`tish chegarasi pH 4,2 dan 6,2 gacha (qizildan sariq ranggacha).

Mundarija

1. Organik kimyo laboratoriyasida ishlash qoidalari.
3
2. Laboratoriyada rioya qilish kerak bo`lgan xavfsizlik texnikasi qoidalari 3
3. Ko`ngilsiz hodisalar ro`y berganda birinchi yordam ko`rsatish 4
4. Kimyoviy idishlar
4
5. Organik moddalarni tozalash usullari.
8
5. Laboratoriya ishi №1.Benzoy kislotani qayta kristallash usuli bilan tozalash 10
6. . Laboratoriya ishi №2.Etil spirtini oddiy haydash yo'li bilan tozalash. 12
6. Laboratoriya ishi №3.Benzol va ksilol aralashmalarini fraksiyalab haydash. 13
7. Laboratoriya ishi №4.Naftalinni sublimatsiya usuli bilan tozalash. 14 8. Laboratoriya ishi №5.Anilinni suvli aralashmadan ekstraksiya usuli yordamida
Dietil efir bilan tozalash.
16
9. Laboratoriya ishi №6. Metanning labaratoriyada olinishi.
16
10. Laboratoriya ishi №7. Etilenning labaratoriyada olinishi
17
11. Laboratoriya ishi №8. .Asitilenning labaratoriyada olinishi.
18
12. Laboratoriya ishi №9. Etil bromid sintezi
21
Laboratoriya ishi №9. Izopropilbromid sintezi.
22
13. Laboratoriya ishi №10.Dibutil efir sintezi.
22
14. Laboratoriya ishi №11. a) Etilatsetat sintezi
24
b) Sirkaizoamill efir sintezi
25
15. Laboratoriya ishi №12. Atsetanilid sintezi.
26
16. Laboratoriya ishi №13. Benzalatseton sintezi.
27

17. Laboratoriya ishi №14 Benzoy kislota sintezi (toluoldan oilish) 28
Laboratoriya ishi №14 Propanol - 2 dan atseton sintezi. 29
18. Laboratoriya ishi №15 Sulfanil kislota sintezi 30
19. Laboratoriya ishi №16 a) β – naftoloranj sintezi 31
b) Metil qizil sintezi 31