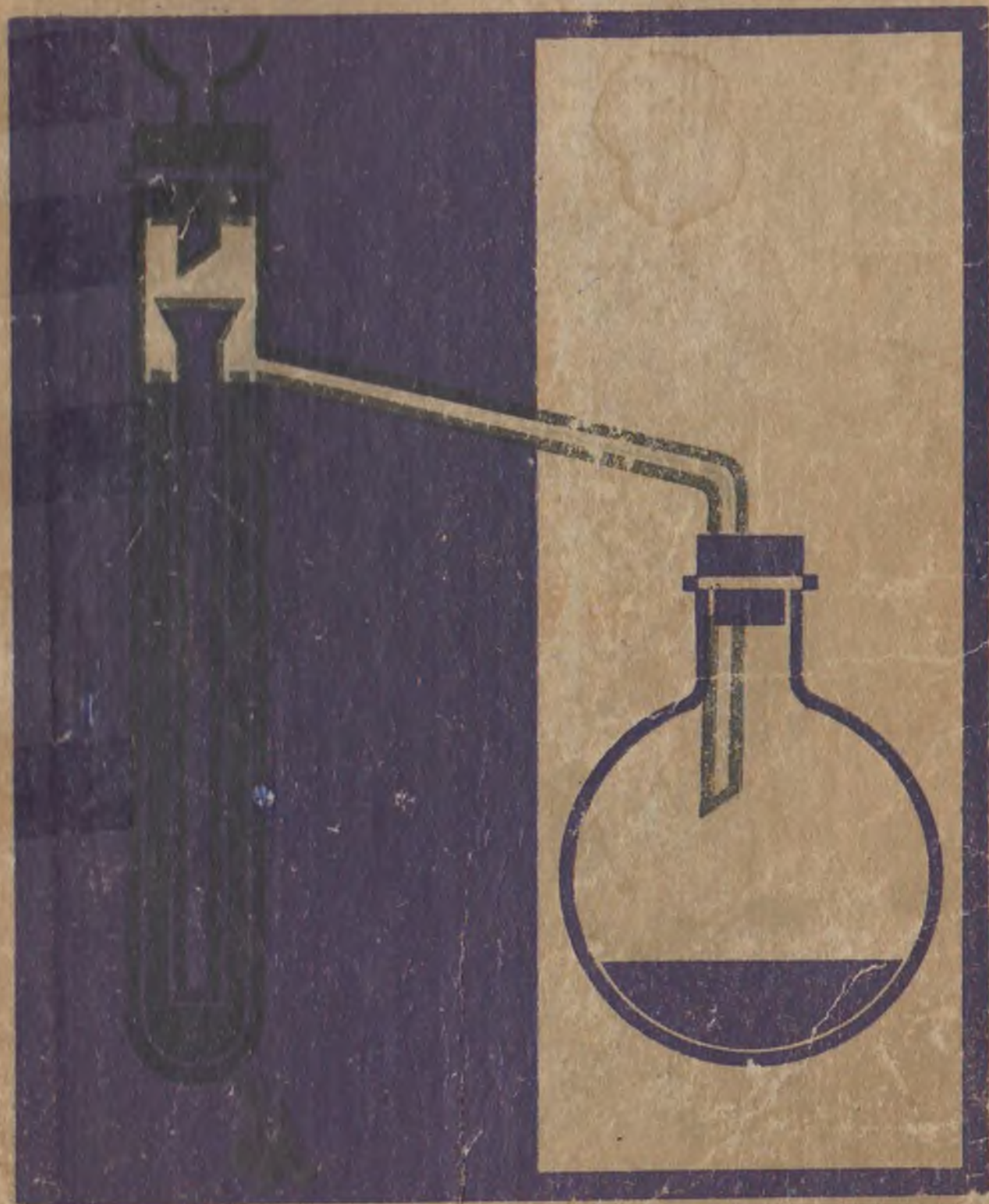


ОРГАНИК СИНТЕЗДАН ПРАКТИКУМ



ОРГАНИК СИНТЕЗДАН ПРАКТИКУМ

*СССР Маориф министрлиги педагогика
институтларининг студентлари учун ўқув
қўлланма сифатида тавсия этган*

«ЎҚИТУВЧИ» НАШРИЕТИ

Тошкент—1979

Органик синтездан практикум студентларнинг органик химиядан олган билымларини мустаҳкамлайди. Қўлланмада хавфсизлик техникасига оид инструкция ва ишнинг методикаси ҳақидаги умумий кўрсатмалардан ташқари органик бирикмаларнинг синтези ҳам берилган. Бундай органик бирикмалар органик реакцияларнинг ҳозирги замон назариясини ҳисобга олган ҳолда темалар бўйича группалаштирилган. Иложи бўлган ҳолларда классификациялаш органик реакцияларнинг механизмига асосланади.

Ҳар қайси синтезнинг охирида олинган модданинг асосий физикавий ва химиявий константалари кўрсатилган қисқача характеристикаси берилади.

Русчадан химия фанлари кандидатлари

С. Ю. Шомохмудова ва Т. Х. Холдорова таржимаси

На узбекском языке

ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОМУ СИНТЕЗУ

Перевод с русского издания
издательство «Просвещение», 1974 г.

**Издательство «Ўқитувчи»
Ташкент — 1979**

Таржимонлар: *С. Ю. Шомохмудова, Х. Т. Холдорова*

Редактор *К. Турдиева*

Бадний редактор *П. А. Бродский*

Техредактор *Э. В. Вильданова, О. Л. Грешикова*

Корректор *М. Маҳмудхўжаева*

ИБ № 1100

Теришга берилди 3. 11. 1978 й. Босишга рухсат этилди 9.04. 1979 й. Формат 60×90¹/₁₆, № 1 тип, қоғози, Кегли 10, шпонсиз, Юқори босма усулида босилди, Шартли б. л. 15,0. Нашр. л. 15,7. Тиражи 5000. Зак № 2161. Баҳоси 60 т.

«Ўқитувчи» нашриёти, Тошкент, Навоий кўчаси, 30. Шартнома № 190-78

Ўзбекистон ССР нашриётлар, полиграфия ва китоб савдоси ишлари Давлат комитети Тошкент «Матбуот» полиграфия ишлаб чиқариш бирлашмасининг полиграфия комбинати. Тошкент, Навоий кўчаси 30. 1979 й.

Полиграфкомбинат Ташкентского производственного полиграфического объединения «Матбуот» Государственного комитета УзССР по делам издательства, полиграфии и книжной торговли. Ташкент, Навои 30.

© «Ўқитувчи» нашриёти, русчадан таржима, 1979

К $\frac{60602-\text{№} 125}{353 (04)-79}$ 140-79 1807000000

СЎЗ БОШИ

Бу ўқув қўлланма органик реакциялар механизмининг замонавий назарияси асосида органик синтезнинг ҳозирги программасига мувофиқ ёзилган. Авторлар олдида педагогика институтлари программасига тўғри келадиган органик синтез учун зарур материалларни танилаб олиш вазифаси турарди. Ушбу қўлланмага лабораторияда олиб бориладиган ўқув тажрибаси учун биринчи марта тавсия этилаётган синтезларнинг ёзилмаси ҳам киритилган.

Китобнинг бошланишида иш методлари ва органик синтезнинг асосий усуллари ҳақида умумий кўрсатмалар, шунингдек, студент ишни бажариши давомида доимо амал қилиши зарур бўлган хавфсизлик техникаси қоидалари берилган. Кейин химиявий реакцияларнинг механизмлари асосида классификацияланган органик бирикмалар синтезларининг тавсифи келтирилган. Синтез усуллари текширилган, уларни амалга ошириш учун мураккаб бўлмаган аппарат ҳамда арзон ва кўп учрайдиган реактивлар ишлатилади. Хавфсизлик техникаси қоидаларига риоя қилишнинг қўшимча кўрсатмалари ҳам келтирилади.

Ҳар қайси темада синтезларнинг умумлаштирилган жадвали берилган. Бу жадвал ўқитувчиларга студентнинг практикум процесси давомида ишнинг турли йўллари билан тўлиқ танишиш ҳамда

ҳар бир студентнинг ишини планлаштириш имконини берадиган синтезларни танлашга ёрдам беради. Ҳар бир синтезга тегишли асбобларнинг расми ҳам келтирилган. Авторлар ҳар бир синтез тавсифининг охирида олинган модданинг физикавий ва химиявий константалари келтирилган қисқача характеристикаси ва шу бирикманинг сифат реакцияларини берадилар.

Иловада справкалар учун жадвал ва реактивларнинг олинш усуллари келтирилган.

ИШЛАШНИНГ УМУМИЙ УСУЛЛАРИ

ЛАБОРАТОРИЯДА ИШЛАШДА РИОЯ ҚИЛИНАДИГАН ХАВФСИЗЛИК ТЕХНИКАСИ ҚОИДАЛАРИ ВА БАХТСИЗ ҲОДИСАЛАР РЎЙ БЕРГАНДА БИРИНЧИ ЁРДАМ КЎРСАТИШ

Органик химия лабораториясида ишлашда эҳтиёт чораларига риоя қилиш зарур, чунки органик моддалар оз ёки кўп даражада заҳарлидир. Бундан ташқари, уларнинг кўпи тез ўт оладиган ва портловчандир. Химия лабораториясида ишлайдиган ҳар бир киши ишлаш вақтида хавфсизлик техникаси қоидаларига риоя қилиши керак.

Қандай тажриба бажарилишидан қатъи назар, албатта бажарилиши керак бўлган бир қанча умумий қоидалар мавжуддир.

1. Лабораторияда ҳеч ким йўқлигида ишлаш ярамайди, чунки бахтсиз ҳодиса рўй берса жабрланувчига ёрдам берадиган ва унинг оқибатларини бартараф қиладиган кимса бўлмайди.

2. Лабораторияда ишлаш вақтида осойишталик, озодалик, тартиб сақлаб, хавфсизлик техникаси қоидаларига риоя қилиш керак, чунки ишлаш вақтидаги тартибсизлик, шошма-шошарлик оқибатида оғир бахтсизликлар рўй бериши мумкин.

3. Раҳбарнинг руҳсати билангина ишга киришиш мумкин. Ишнинг хавфи ва айти керакли қисмини раҳбарнинг назорати остида бажариш керак.

4. Экспериментни бошлашдан олдин ишлатиладиган ва синтез қилинадиган ҳамма моддаларнинг хоссаларини билиб олиш керак. Шунингдек, ишнинг плани, уни бажариш техникаси ва асбобларнинг схемасини ўқитувчи билан фикрлашиб олиш лозим.

5. Лабораторияда ишловчи ҳар бир киши ўт ўчириш учун керакли воситалар: эланган қум солинган яшик (куракчаси билан), асбест ёки қалин жун одеял, тўлдириб қўйилган ўт ўчириш асбоблари, биринчи ёрдам кўрсатиш учун ҳамма нарсалари мавжуд аптечка, газниқоб ёки респираторлар қаерда туришини билиши керак.

6. Лабораторияда чекиш, овқатланиш қатъий ман этилади.

7. Химиявий моддаларнинг мазасини тотиб кўриш мумкин эмас. Ҳар қандай эритмани пипетка ёрдамида оғиз билан сўриб

олиш ман этилади. Модданинг ҳидини аниқлаш учун идишга энгашмасдан, чуқур нафас олмасдан ҳидланади. Бунинг учун эҳтиётлик билан модданинг буги ёки газ идиш оғзидан бурун томонга қўл билан елпилади ва бир оз ҳидланади.

8. Айрим тажрибаларни ўтказишда ҳимоя маска кийиш ёки кўзойнак тақиш керак.

9. Ишлаб турган асбобларни назоратсиз қолдириш ман этилади.

10. Иш тугагач газ, сув ва электр асбобларини ўчириш шарт.

Кислота ва ишқорлар билан ишлаш қоидалари

Минерал (хлорид, нитрат, сульфат, фторид) кислоталар, шунингдек, кучли органик кислоталар (поли- ва моногалоид карбон кислоталар) терига ва шилиқ пардаларга тегса химиявий куйдиради. Агар кўзга кислота сачраса кўз қорачиғи зарарланиб, киши кўр бўлиши мумкин. Уювчи ишқорлар ва уларнинг эритмаси, шунингдек, металл алкогольлари ҳам тери ва шилиқ пардага тегса химиявий куйдиради. Кўзга ишқор сачраса киши кўр бўлади. Шунинг учун кислота ва ишқорлар билан ишлаш қоидаларини эса сақлаш керак.

1. Ишқор ва кислоталар билан қилинадиган ҳамма ишлар ҳимоя кўзойнағи тақиб бажарилади.

2. Кислота ва ишқорларни катта идишлардан кичик идишларга сифон ёки воронка орқали қуйишда резина қўлқоп, фартук ва ҳимоя кўзойнағидан фойдаланиш керак.

3. Кислота ва ишқорларни оғиз билан пипетка ёки сифон орқали сўриб олиш ман этилади.

4. Сульфат кислотани фақат иссиққа чидамли идишларда суюлтириш мумкин, чунки бунда кўп иссиқлик ажралиб чиқади. Бунда кислота сувга қуйилади, лекин аксинча эмас. Бу ишни бажаришда ҳимоя кўзойнағи тақиб олиш керак.

5. Уювчи ишқорларни эритишда ҳам кўзойнак тақиш керак. Бунда ишқорнинг кичикроқ бўлаклари аста-секин сувга солиб эритилади. Ишқор бўлакчаларини фақат қисқич билан олиш мумкин.

6. Вакуум-эксикаторларда сувни тортиб олувчи модда сифатида сульфат кислота ишлатиш мумкин эмас, чунки эксикатор ёрилиб кетса, кислота сачраб куйдиради.

7. Плавик кислота билан ишлашда ниҳоятда эҳтиёт бўлиш керак. Резина қўлқоп, ҳимоя кўзойнағи ёки маска кийиш ва ишни мўрили шкафта бажариш лозим.

Жуда хавfli ва заҳарли моддалар билан ишлаш қоидалари

Жуда хавfli моддалар (натрий ва калий металлари, портловчи моддалар, портловчи аралашмалар) билан олиб борила-

диган ҳамма ишларда, паст босим остида ва юқори босим остида ишлашда, албатта, ҳимоя кўзойнаги тақиб ёки маска кийиш керак. Иш тугагандан кейингина уларни ечиш лозим.

Бром билан ишлаш

1. Бром фақат қалин деворли, силлиқланган шиша қопқоқли шиша идишларда сақланади. Шиша идишлар мўрили шкафда қумли металл яшиқда сақланиши керак.

2. Терига бром тегса қийин тузаладиган яра ҳосил қилади, шилиқ пардаларга таъсир этади. Бромли барча ишлар, албатта, резина қўлқоп, ҳимоя кўзойнаги тақиб ёки маска кийилиб, ярмигача беркитилган мўрили шкафда бажарилади.

3. Бромли шиша идишлар қум ҳаммоми ёки чинни идишларда ташилади.

4. Томчи воронкаси ёрдамида бром қўшиш билан бажариладиган ишларда олдин воронка жўмрагининг герметиклигини эфир ёрдамида текшириб кўриш лозим. Сўнгра жўмракка суртилган мойни артиб, ўрига фосфат кислота суртилади. Жўмрак фавқулудда, воронка корпусидан чиқиб кетмаслиги учун унинг туртиб чиқиб турган учига резина кийгизилади ёки жўмрак боғлаб қўйилади. Томчи воронкасига бирданига 10 мл дан камроқ бром қўйилади.

Натрий метали билан ишлаш

Қалий ва натрий металлари билан ишлашда, ниҳоятда эҳтиёт бўлиш зарур.

1. Уларга сув ва галондли бирикмалар тегизмаслик керак.

2. Натрий метали қалин деворли шиша ёки тузука идишда сувсизлантирилган керосин, юқори температурада қайнайдиган инерт углеводород ёки трансформатор ёғи остида сақланади. Натрий солинган банкалар қум ҳаммоми ёки яшиқда сақланади. Натрий солинган идишнинг оғзи пробка ва чинни косача билан қавариқ томони юқорига қилиб беркитилади.

3. Натрий метали пинцет, скальпель ёки пичоқ билан олинади.

4. Натрий металини фақат пинцет билан ушлаб, қуруқ фильтр қоғози устида кесилади. Натрий металининг усти оксид парда билан қопланган бўлади. Шунинг учун улар кесиб олинади ва ишни бошлашдан олдин натрийли идишга қайтариб солинади.

5. Натрий метали иштирокидаги барча ишлар очиқ водопровод жўмрагидан, сув насосларидан ва бошқа сув манбаларидан узоқда ҳимоя кўзойнаги тақиб олиб борилади.

6. Иш тугагандан кейин натрий қолдиқларини йиғиб, натрийли идишга солиш керак. Натрий қолдиқларини йўқотиш мақсадида у кесилган фильтр қоғоз ва реакция олиб борилган идишга техникавий метил ёки этил спирт қўйилади.

Натрий қолдиғини раковина ва ахлат яшигига ташлаш мутлақо мумкин эмас.

7. Натрий билан реакция ўтказишда сувли совитгич тик қилиб ўрнатилган асбобларни ишлатмаслик керак. Совитгичлар реакция ўтказилаётган идишга форштосс орқали қия ҳолда уланади. Бунда агар колбанинг пробкаси герметик бўлмаса, совитгичнинг ташқи сиртида конденсирланадиган сувни колбага туширмаслик лозим.

8. Натрийли реакция аралашма солинган колбани сув ҳаммомларида қиздириш мумкин эмас. Бундай ҳолда ҳаво ёки қум ҳаммомидан фойдаланилади.

9. Моно- ва полигалонид алкиллар, карбонил бирикмалар, кислоталар, спиртлар ва нитробирикмаларни қуритиш учун натрий металидан фойдаланиш мумкин эмас.

10. Бўш колба ёки бўш склянкада натрий бўлакчаларини қолдирмаслик керак. Чунки натрий очиқ қолганда унинг сирти оқ рангли натрий гидроксид парда ва сода билан қопланади. Бундай ҳолда уни кальций хлорид тузи билан адаштириш ва идишга сув қуйилганда у портлаши мумкин.

11. Цианидлар, диметилсульфат, кичик молекулали кислота-ларнинг хлорангидридлари, фосген, азот (IV)-оксид иштирокда олиб бориладиган ҳамма ишларни мўрили шкафта қўлга қўлқоп кийган ҳолда бажариш керак.

12. Феноллар, галондонитро бирикмалар, тўйинмаган карбонил бирикмалар, тўйинмаган кислоталар, алифатик галонидкислоталар, гидразинлар ва ҳоказолар билан ишлашда, албатта, ҳимоя кўзойнаги тақиб, қўлқоп кийиш керак. Чунки бу моддаларнинг кўпи терини, шилиқ пардаларни қуйдириши мумкин.

Ўтга хавfli ва портловчи моддалар билан ишлаш қоидалари

Лабораторияда ишлатиладиган реактивларнинг кўпи реакция натижасида ҳосил бўладиган оралиқ маҳсулотлар ҳамда реакциянинг буғ, газ, қаттиқ ва суюқ ҳолатдаги маҳсулотлари тез алангаланувчан ва ёнувчан моддалардир. Баъзи моддалар портловчан, баъзилари эса ҳаво билан аралашганда портловчи аралашмалар ҳосил қилади.

1. Эфир, петролей эфир, ацетон, углерод сульфид, бензол ва бошқа осон алангаланадиган моддаларни горелка алангасида, электр плиткаларда, очиқ идишда буғлатиш ва қиздириш мумкин эмас. Осон алангаланадиган суюқликлар сувли совитгич уланган колбада олдиндан иситиб қўйилган сув ҳаммоми билан иситувчи асбоблардан узоқда иситилади.

2. Осон алангаланувчан моддалар (эфир, петролей эфир, ацетон, углерод сульфид, бензол, спирт) сувли совитгичли асбобда ҳайдаш процесси бораётган жойдан узоқда иситиб келтирилган сув ҳаммоми ёрдамида ҳайдалади.

3. Осон алангаланувчан моддалар солинган асбобларни бир-биридан ажратишдан олдин улар яқинидаги горелкаларни ўчириш керак.

4. Осон алангаланувчан моддаларни канализацияга, ахлат солинадиган челақ ва яшиққа тўқмаслик керак. Уларга тасодифан чақилган гугурт чўли ташланса, ёнғин чиқиши мумкин.

5. Осон алангаланувчан моддаларни охиригача ҳайдамаслик керак, чунки кўп моддалар (диэтил эфир, диоксан) портловчи пероксидлар ҳосил қилади. Улар қиздирилганда ва ҳаво таъсирида портлайди. Эфир буғи ҳаводан оғирроқ бўлади ва пастга томон тушади. Шунинг учун совитгич яхши ишламаганда ёки эфир қаттиқ қайнаб кетганда эфир буғлари кўп миқдорда чиқиб атрофга тарқалади. Шу вақтда атрофда очиқ газ алангаси бўлса ёнғин чиқиши ва портлаши мумкин.

6. Натрий металнинг устидаги эфир ва алангаланувчан моддаларни ҳайдаш учун колба сув ҳаммомида эмас, қум ҳаммомида қиздирилади.

7. Органик эритувчи (диоксан, эфир) ларни ишлатишдан олдин улар таркибида пероксидлар бор-йўқлигини текшириб кўриш керак.

8. Водород билан ишлашда шуни эсда тутиш лозим, водород ҳаво билан аралашганда портлайди. Шунинг учун қуйидагиларга амал қилиш керак:

а) водород билан ишлашда асбобнинг герметиклигини текшириб кўриш керак;

б) асбобнинг ичидаги ҳаво водород оқими билан сиқиб чиқарилгандан кейин водороднинг тозалигини текшириб кўриш керак. Пробиркага йиғиб олинган водород тоза бўлса, ёқиб кўрилганда овозсиз ёнади;

в) водороднинг тозалиги аниқ бўлгандан кейингина водород тўлдирилган асбобни қиздириш мумкин;

г) тажриба тугагач, қиздириш тўхтатилади ва асбоб водород оқимида совитилади.

Симоб метали билан ишлаш

1. Симоб солинган ҳамма асбоб ва аппаратлар махсус идишга жойлаштирилиши керак.

2. Симобни очиқ идишларда сақлаш ман этилади.

3. Симобни канализацияга, чиқиндилар ташланадиган челақка ва ҳоказоларга ташлаш мумкин эмас. Чиқинди симобнинг ҳаммасини йиғиб, оғзи пробка билан беркитиладиган қалин деворли махсус идишга¹ солинади.

¹ Тўқилган симоб амалгамаланган мис пластинка ёрдамида йиғиб олинди, қолганларига эса темир хлорид (III) эритмаси қуйиб, икки сутка қолдирилади.

Паст босим остида ишлаш қоидалари

1. Ҳар қандай ишни шиша асбоблар билан вакуум остида бажараётганда маска ёки ҳимоя кўзойнаги тақиш шарт. Вакуумда ҳайдашда вакуум-эксикатордан ҳаво чиқарилаётганда ҳам бунга амал қилиш керак.

2. Вакуумда ҳайдаш тугагандан сўнг асбоб совитилиб, атмосферага улашмагунча ҳимоя кўзойнагини ечмаслик керак. Уни фақат уч-тўрт минутдан сўнг (босим тенглашгач) ечиш мумкин.

Куйганда ва заҳарланганда кўрсатиладиган биринчи ёрдам

1. Иссиқлик таъсирида куйганда дарҳол калий преманганат эритмаси, этил спирт ёки таниннинг спиртдаги эритмасига латта ёки пахтани ботириб, куйган жойга босиш керак.

2. Қислота тўкилиб куйган жойни тезлик билан сув оқимида ювиб, кейин натрий гидрокарбонатнинг 3% ли эритмаси билан артилади.

3. Уювчи ишқорлар тўкилиб куйган жой сув оқимида ювилиб, сўнгра суюлтирилган сирка кислота билан артилади ва яна сув оқимида ювилади.

4. Кўзга кислота ёки ишқор сачраганда кўзни 3—5 минут давомида (қийин бўлса ҳам) кўп сув билан ювиш керак. Кейин, кислотали реагент сачраган бўлса гидрокарбонат эритмаси билан, ишқор сачраган бўлса борат кислота эритмаси билан ювилади. Шундан сўнг, албатта, врачга мурожаат қилиш керак.

5. Фенол таъсирида куйганда зарарланган жойни спирт билан артиш керак.

6. Бром таъсирида куйган жойни дарҳол спирт ёки суюлтирилган ишқор эритмаси билан ювиб, кейин яна спирт билан артилади. Шундан кейин куйган жойга суртиладиган махсус мой дори суртилади. Бром ҳиди билан заҳарланганда спирт бугидан чуқур нафас олиб, сут ичиб, очиқ ҳавога чиқиш керак.

7. Агар сувда эримайдиган органик модда терига тўкилиб куйдирса, куйган жой шу модда эрийдиган эритувчи билан ювилади.

8. Жабрланувчига биринчи ёрдам кўрсатилгандан кейин уни медпунктга олиб борилади.

Ёнғинни ва ёнаётган кийимларни ўчириш

1. Ёнғин чиқиши билан лабораториядаги газ ва электр асбобларни тезда ўчириш керак. Ҳамма ёнувчан моддалар оловдан узоқроқ жойга олинадди. Аланга ўт ўчиргич, қум ёки ўт ўчиришда ёпиладиган одесл ёрдамида ўчирилади.

Алангага сув сепилмайдди, акс ҳолда, кўпинча аланга кенг тарқалиб, ёнғин кучаяди.

2. Бирор одамни эгнидаги кийими ёниб кетса, унинг устига тезда одеял ёки пальто ёпилади. Кийими ёнаётган киши чопмаслиги керак, чунки чопганда аланга авж олади.

Ёнаётган кийимни сув сепиб ёки кийими ёнаётган одамни ерга юмалатиб ўчириш мумкин.

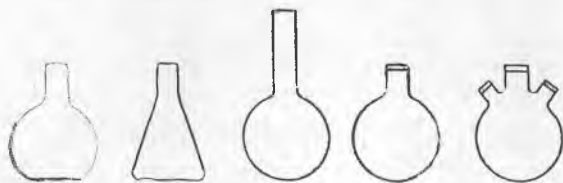
АППАРАТЛАР ВА ЛАБОРАТОРИЯДА ИШЛАШ ТЕХНИКАСИ

Лаборатория идиш ва асбоблари

Одатда, лаборатория ишлари учун шиша идишлар ишлатилади. Шиша бошқа материалларга нисбатан бирмунча афзалликларга эга. Масалан, шишадан ясалган идишлар кўпгина химиявий реагентлар таъсирига (водород фторид, суяқланган ишқорлар ва уларнинг концентранган эритмалари undan мустасно) чидамли бўлади. Шиша буюмлар тиниқ, осон ювиладиган ва термик қайта ишлаш осон бўлади. Асбоб реакция муҳитига, реакция учун олинадиган ва реакция натижасида ҳосил бўладиган моддаларнинг хоссаларига мос қилиб тузилади. Ҳамма ҳолларда ҳам асбоблар штатив қисқичларига маҳкамлаб ўрнатилади. Асбобнинг қисмлари бир-бири билан пўкак ва резина пробка ёки резина найлар, шунингдек, стандарт (нормал) шлифлар орқали уланади. Асбобларни йиғишда шунга эътибор бериш керакки, уланаётган жой қийшиқ ёки ортиқча қаттиқ бўлмаслиги керак.

Реакцион колбаларни ҳажмининг $2/3$ қисмигача тўлдирish керак. Аралашмадан учувчан моддалар чиқиб кетмаслиги учун асбобнинг қисмлари зич уланади. Агар шундай қилинмаса, айрим вақтларда ёнғин чиқиши ёки портлаши мумкин. Асбоб йиғилаётган вақтда шунга аҳамият бериш керакки, у тўла герметик бўлмасин. Асбобнинг сифими ташқи атмосфера билан бирлашган бўлиши керак. Акс ҳолда асбоб қиздирилганда портлаш юз беради. Реакцияга киришувчи моддаларни намдан сақлаш учун асбобнинг атмосфера билан бирлашган жойига махсус кальций хлоридли най уланади.

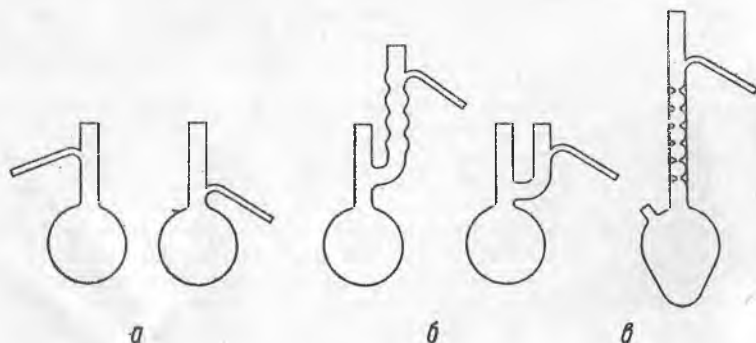
Пробкалар: Шиша асбобларнинг қисмларини бир-бирига бирлаштириш ва идишларни зич қилиб беркитиш учун пўкак ва резина пробкалардан фойдаланилади. Асбобнинг қисмларини бирлаштириш учун пробкаларни яхшилаб танлаш керак. Моддаларнинг буғи таъсирида резина пробкалар бўқиши, эриши ва қаттиқ бўлиб қолиши мумкин (эфир, бензол, бром ва ҳоказолар таъсирида), бундай ҳолларда пўкак пробкалардан фойдаланилади. Пўкак пробкаларни шундай танлаб олиш керакки, пробканинг диаметри идишнинг беркиладиган тешиги диаметридан унча катта бўлмасин. Пробкани бир оз эластик қилиш учун у махсус пробка эзгичда юмшатилади. Кейин пробкани айлантириб туриб идишдаги тегишли тешикка киритилади. Керак бўлса, пробкалар металл пармалар билан тешилади. Бунинг учун



1-расм. Туби ясси ва туби юмалоқ қолбалар.

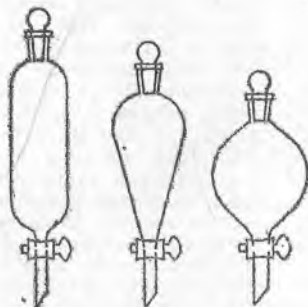
парманинг диаметри тсгишли тешик диаметридан бир оз кичик бўлиши зарур. Пробкани тешишдан олдин унинг кенг томонини пастга қилиб, парма пробка устига тик қўйилади. Кейин пармани бир тскисда бир томонга айлантириб, пробка тешилади. Парма яхшилаб ўткирланган бўлиши керак. Резина пробкани тешиш лозим бўлса, пармага албатта глицерин суртилади. Бу пармалаш процессини осонлаштиради. Пробканинг тешиги идишнинг беркитиладиган оғзи деворига параллел бўлиши керак. Пробканинг тешиги кичкина бўлса, уни юмалоқ эгов билан кенгайтириш мумкин.

Қолбалар. Эксперимент қилиш учун ясси ва туби юмалоқ қолбалар ишлатилади (1-расм). Туби ясси (конуссимон ва юмалоқ) қолбалар ҳайдалаётган моддаларни йиғиб олиш, шунингдек, эритмалар тайёрлаш ва уларни сақлаш учун ишлатилади. Моддаларни вакуум остида ҳайдаш ҳамда юқори температурагача қиздириш ишларида умуман туби ясси қолбаларни ишлатмаслик керак. Юмалоқ тубли қолбалар моддаларни қиздириш учун ишлатилади.

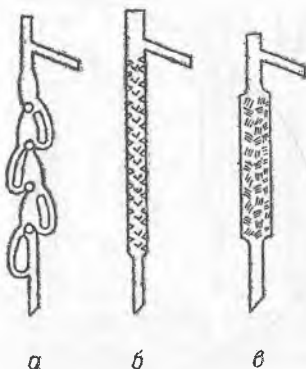


2-расм. Ҳайдаш қолбалари:

а — Вюри қолбалари; б — Кляйзен қолбалари; в — Фаворский қолбаси.



3-расм. Ажратгич ва томизгич воронкалар.



4-расм. Дефлегматорлар:
а — шарикли; б — арчасимон; в — насадкали.

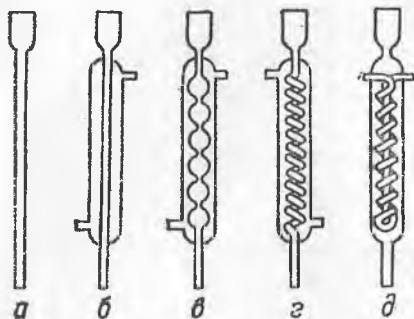
Юмалоқ тубли колбалар ҳар хил: кенг ва тор бўғизли, узун ва қалта бўғизли, бир, икки, уч ва тўрт бўғизли бўлади. Най чиқарилган (Вюрц колбаси), дефлегматор ўрнатилган (Фаворский колбаси), насадка ўрнатилган (Кляйзен колбаси) юмалоқ тубли колбалар ҳайдашнинг турли ҳолларида ишлатилади (2-расм).

Бунзен колбаси (2-расм) вакуум остида сўриб олиш учун ишлатилади.

Томизгич ва ажратгич воронкалар (3-расм). Суюқликларни реакцион аралашмага қуйиш учун узун найи бор ҳар хил шаклдаги томизгич воронкалар ишлатилади.

Ажратгич воронкалар қалин шишадан тайёрланади. Уларнинг суюқлик қуйиладиган найчаси томизгич воронканинг найга нисбатан қисқароқ бўлади. Бу воронкалар аралашмайдиган суюқликларни бир-биридан ажратишда, моддаларни экстракция қилишда ишлатилади.

Дефлегматорлар (4-расм) суюқликлар аралашмасини ҳайдаш, яъни икки суюқликни бир-биридан тўла ажратиш учун ишлатилади. Дефлегматор ичидаги най сирти ҳар хил усуллар билан кенгайтирилади. Сиртни кенгайтириш найдаги конуссимон эгиклар ҳисобига амалга оширилади. Эгиклар шундай жойлашганки, дефлегматорлар ичида худди спираль жойлашганга ўхшайди. Натижада модда буғларининг ўтиш йўли узаяди. Дефлегматор сифатида шиша мунчоқ ёки шиша ҳалқачалар тўлдирилган шиша колонкадан ҳам фойдаланиш мумкин. Дефлегматорларнинг бошқа турлари ҳам мавжуд. Бундай дефлегматорларда ташқи ҳаво таъсирдан ҳайдалаётган суюқлик буғлари-



5-расм. Совитгичлар:

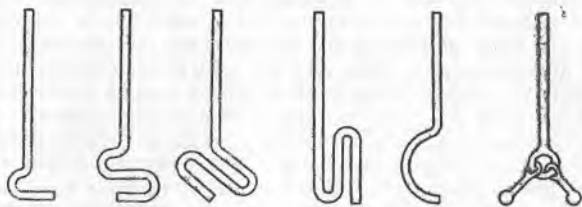
а — ҳаво совитгичи; б — Либих совитгичи; в — шарикли совитгич; г — ички ғайи спираль шаклидаги совитгич; д — Димрот совитгичи.

Совитгичлар. Органик реакцияларнинг кўпи қиздирилганда, кўпинча реагентлар қайнатилганда боради. Шунинг учун аралашмадаги компонентлар буғланиб чиқиб кетмаслиги учун реакция аралашма солинган идишга қайтарма совитгич уланади. Одатда, лаборатория практикасида шиша совитгич ишлатилади. Буғ конденсацияланиб, реакция аралашмага қайтиб тушиши учун совитгич идишга қайтарма қилиб уланади.

Энг оддий қайтарма совитгич ҳаво совитгичи бўлиб, у оддий узун шиша найдан ясалади. Бундай совитгич қайнаш температураси 150°C дан юқори бўлган моддалар буғини суюқликка айлантириш учун ишлатилади. Қайнаш температураси 150°C дан паст бўлган моддаларнинг буғларини суюқликка айлантириш учун сув билан совитиладиган турли шаклдаги қайтарма совитгичлардан фойдаланилади (5-расм). Либих совитгичлари (5-расм, б) ҳамда шарикли совитгичлар (5-расм, в) энг кўп ишлатиладиган совитгичлардир. Шарикли совитгичнинг ичи шар шаклидаги қабариклардан иборат бўлиб, совитиш хусусияти бошқа совитгичларникига нисбатан ортиқ бўлади. Кенг қўлланиладиган совитгич Димрот совитгичи бўлиб, у сув билан совитилади (5-расм, д). Бу совитгич паст температурада қайнайди-ган суюқлик буғларини конденсациялаш учун ишлатилади. Совитгичдаги сув оқими совитгичнинг уланадиган қисмидан юқорига қараб, яъни конденсатга қарши оқиши керак.

Суюқ аралашмаларни бир-бирдан ажратишда, эритувчиларни ҳайдашда, моддаларни ҳайдаш йўли билан тозалашда ҳайдалаётган буғлар совитгичда қисилиб, совиб суюқликка айланади (конденсацияланади) ва совитгичдан чиқаётган суюқлик йиғиб олинади. Моддаларни ҳайдаш учун ҳайдалаётган модда пастга оқиб тушадиган қилиб уланган ҳаво ёки сувли совитгичлар ишлатилади. Агар суюқлик 140°C дан юқори температурада

нинг бир қисми совиб йиғилади. Йиғилган конденсат (флегма) таркибида кам учувчан компонентлар, улар таркибида эса аралашманинг учувчан қисми бўлади. Дефлегматорлардан юқорига кўтариладиган модда буғлари совиб, қайтиб тушаётган суюқлик билан урилади, яна қўшимча равишда юқори температурада қайнайидиган компонент буғларини суюқликка айлантиради (конденсатлайди), осон қайнайидиган суюқликлар яхши буғланади.

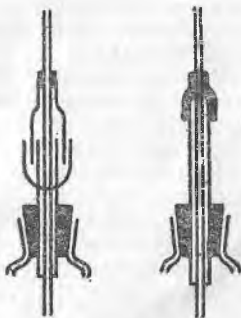


6- расм. Шиша аралаштиргичлар.

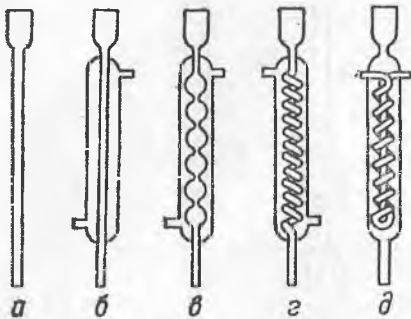
қайнаса, пастга қия қилиб уланган ҳаво совитгичидан фойдаланилади (5- расм, а). Бундай совитгич сифатида Либих совитгичи ичидаги найдан фойдаланиш мумкин. 140°С дан паст температурада қайнайдиган суюқликлар учун эса пастга қия қилиб уланган сувли совитгич ишлатилади. Энг кўп ишлатиладиган совитгич Либих совитгичидир. Айрим ҳолларда суюқликларни ҳайдаш учун ички найи спираль шаклидаги совитгичдан фойдаланилади (5- расм, з). Шарикли ҳамда спиралли совитгичларни пастга қия улаб, суюқликларни ҳайдаб бўлмайди. Чунки бундай ҳолатда совитгич ичида суюқлик йиғилиб, ишни қийинлаштириши мумкин.

Аралаштиргичлар. Реакцион аралашмалар кўпинча шиша аралаштиргичлар билан аралаштирилади. Аралаштиргичлар диаметри 4—10 мм ли шиша таёқчалардан ясалади. Кейинги вақтларда полиэтилен ва тефлондан ясалган аралаштиргичлар ишлатилмоқда. Кенг бўғизли идишлар учун ҳар хил конструкциядаги аралаштиргичлардан фойдаланиш мумкин (6- расм). Парма, япалоқ ёки паррак шаклидаги аралаштиргичлар энг самарали аралаштиргич ҳисобланади. Тор оғизли идишлар учун марказдан қочма куч таъсирида очиладиган, куракча ёки паррак шаклидаги аралаштиргичлар қўлланилади. Идиш деворларига ёпишадиган моддалар билан ишлашда эса ўроқсимон аралаштиргич ишлатилади. Зич қилиб беркитилган асбобларда магнитли аралаштиргич ёрдамида аралаштириш мумкин.

Агар моддалар очиқ идишларда аралаштириладиган бўлса, аралаштиргич тешикли пробкадан ўтказилади ва пробка штативга қисқич билан ўрнатилади. Бунда пробка йўналтирувчи вазифасини бажаради. Аралаштиргич пробка тешигида эркин ҳаракатланиши керак. Агар моддалар берк идишда аралаштирилса, у ҳолда



7- расм. Аралаштиргичлар учун затворлар.



5-расм. Совитгичлар:

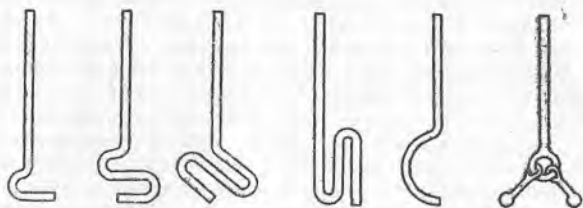
a — ҳаво совитгичи; *б* — Либих совитгичи; *в* — шарикли совитгич; *г* — ички вайи спираль шаклидаги совитгич; *д* — Димрот совитгичи.

Совитгичлар. Органик реакцияларнинг кўпи қиздирилганда, кўпинча реагентлар қайнатилганда боради. Шунинг учун аралашмадаги компонентлар бугланиб чиқиб кетмаслиги учун реакция аралашма солинган идишга қайтарма совитгич уланади. Одатда, лаборатория практикасида шиша совитгич ишлатилади. Буғ конденсацияланиб, реакция аралашмага қайтиб тушиши учун совитгич идишга қайтарма қилиб уланади.

Энг оддий қайтарма совитгич ҳаво совитгичи бўлиб, у оддий узун шиша найдан ясалади. Бундай совитгич қайнаш температураси 150°C дан юқори бўлган моддалар бугини суюқликка айлантириш учун ишлатилади. Қайнаш температураси 150°C дан паст бўлган моддаларнинг бугларини суюқликка айлантириш учун сув билан совитиладиган турли шаклдаги қайтарма совитгичлардан фойдаланилади (5-расм). Либих совитгичлари (5-расм, *б*) ҳамда шарикли совитгичлар (5-расм, *в*) энг кўп ишлатиладиган совитгичлардир. Шарикли совитгичнинг ичи шар шаклидаги қабариқлардан иборат бўлиб, совитиш хусусияти бошқа совитгичларникига нисбатан ортиқ бўлади. Кенг қўлланиладиган совитгич Димрот совитгичи бўлиб, у сув билан совитилади (5-расм, *д*). Бу совитгич паст температурада қайнайдиган суюқлик бугларини конденсациялаш учун ишлатилади. Совитгичдаги сув оқими совитгичнинг уланадиган қисмидан юқорига қараб, яъни конденсатга қарши оқиши керак.

Суюқ аралашмаларни бир-бирдан ажратишда, эритувчиларни ҳайдашда, моддаларни ҳайдаш йўли билан тозалашда ҳайдалаётган буглар совитгичда қисилиб, совиб суюқликка айланади (конденсацияланади) ва совитгичдан чиқаётган суюқлик йиғиб олинади. Моддаларни ҳайдаш учун ҳайдалаётган модда пастга оқиб тушадиган қилиб уланган ҳаво ёки сувли совитгичлар ишлатилади. Агар суюқлик 140°C дан юқори температурада

нинг бир қисми совиб йиғилади. Йиғилган конденсат (флегма) таркибида кам учувчан компонентлар, улар таркибида эса аралашманинг учувчан қисми бўлади. Дефлегматорлардан юқорига кўтариладиган модда буглари совиб, қайтиб тушаётган суюқлик билан урилади, яна қўшимча равишда юқори температурада қайнайдиган компонент бугларини суюқликка айлантиради (конденсатлайди), осон қайнайдиган суюқликлар яхши бугланади.

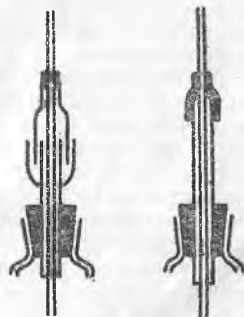


6- расм. Шиша аралаштиргичлар.

қайнаса, пастга қия қилиб уланган ҳаво совитгичидан фойдаланилади (5- расм, а). Бундай совитгич сифатида Либих совитгичи ичидаги найдан фойдаланиш мумкин. 140°С дан паст температурада қайнайдиган суюқликлар учун эса пастга қия қилиб уланган сувли совитгич ишлатилади. Энг кўп ишлатиладиган совитгич Либих совитгичидир. Айрим ҳолларда суюқликларни ҳайдаш учун ички найи спиралли шаклидаги совитгичдан фойдаланилади (5- расм, в). Шарикли ҳамда спиралли совитгичларни пастга қия улаб, суюқликларни ҳайдаб бўлмайди. Чунки бундай ҳолатда совитгич ичида суюқлик йиғилиб, ишни қийинлаштириши мумкин.

Аралаштиргичлар. Реакцион аралашмалар кўпинча шиша аралаштиргичлар билан аралаштирилади. Аралаштиргичлар диаметри 4—10 мм ли шиша таёқчалардан ясаллади. Кейинги вақтларда полиэтилен ва тефлондан ясалган аралаштиргичлар ишлатилмоқда. Кенг бўғизли идишлар учун ҳар хил конструкциядаги аралаштиргичлардан фойдаланиш мумкин (6- расм). Парма, япалоқ ёки паррак шаклидаги аралаштиргичлар энг самарали аралаштиргич ҳисобланади. Тор оғизли идишлар учун марказдан қочма куч таъсирида очиладиган, куракча ёки паррак шаклидаги аралаштиргичлар қўлланилади. Идиш деворларига ёпишадиган моддалар билан ишлашда эса ўроқсимон аралаштиргич ишлатилади. Зич қилиб беркитилган асбобларда магнитли аралаштиргич ёрдамида аралаштириш мумкин.

Агар моддалар очиқ идишларда аралаштириладиган бўлса, аралаштиргич тешикли пробкадан ўтказилади ва пробка штативга қисқич билан ўрнатилади. Бунда пробка йўналтирувчи вазифасини бажаради. Аралаштиргич пробка тешигида эркин ҳаракатланиши керак. Агар моддалар берк идишда аралаштирилса, у ҳолда



7- расм. Аралаштиргичлар учун затворлар.

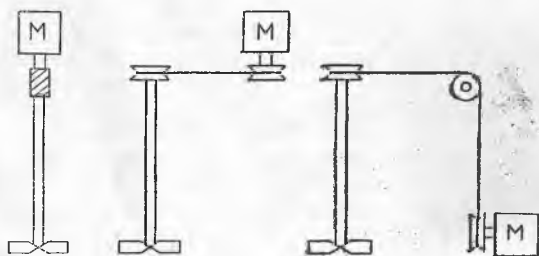
ни аралаштириб, сув ҳаммомида қиздириш билан тайёрланган сурков мойи суртилади. Агар реакция давомида асбобларнинг шлифлари емирилиб ёки бир-бирига ёпишиб кетган бўлса, ёғоч болғача билан секин-секин уриб шлиф очилади. Баъзан шлифни горелканинг дудли алангасида қиздириш зарур бўлади. Бунда шлиф муфтасининг керни қизиби кетмаслиги лозим, сўнгра қиздирилган шлиф тезда ёғоч болғача билан урилади.

Аралаштириш

Қўп реакцияларни олиб бориш учун аралашмани аралаштириш керак бўлади. Аралашмани аралаштириш реакция тезлигини оширишдан ташқари, баъзан реакциянинг боришига шароит яратади. Реакция икки ёки бир неча фазадаги моддалар (масалан, қаттиқ моддаларнинг суюқ моддалар билан аралашмаси, бир-бири билан аралашмайдиган икки суюқлик ёки суюқлик ва газ) ўртасида содир бўладиган бўлса, аралаштириш яхши натижа беради. Икки қаттиқ моддани лаборатория шароитидаги усуллар билан аралаштириб бўлмайди. Баъзан реакцияни тезлатиш учун аралашма чайқатилади. Реакцион аралашма қиздирилмасдан ёки совитилмасдан туриб, аралашмага қаттиқ ёки суюқ моддалар қўшилганда ва реакция процессида газлар ажралиб чиқмайдиган ҳоллардагина аралашмани чайқатиш мумкин.

Гомоген фазада реакция олиб борилса, уни яхши аралаштириш муҳимдир. Чунки реакция аралашмага реакция давомида секин-аста бирор реагент қўшилса, аралаштирилганда шу реагент реакция аралашманинг ҳажми бўйлаб бир текис тарқалиши керак.

Реакция очик идишларда ва жуда тез борадиган бўлса реакция аралашма шиша таёқча ёки аралаштиргич билан аралаштирилади. Қўпинча моддалар турли конструкциядаги шиша аралаштиргичлар ёрдамида механикавий аралаштирилади.



10- расм. Узатгичларнинг типлари:

М — мотор; / — аралаштиргич.

Аралаштиргич электр мотор билан ҳаракатга келтирилади (10-расм). Аралаштиргич моторнинг ўртасидан чиқиб турган ўққа қалин резина шланг ёрдамида уланади. Агар мотор горизонтал ўрнатилган бўлса, унинг ўқига аралаштиргич эластик резина шланг орқали уланади. Моторнинг айлантириш тезлиги унча катта бўлмаслиги керак. Бунинг учун мотор реостат ёки автотрансформаторга (ЛАТР) уланади. Лаборатория техникасида ишлатиладиган кўп моторлар қизиши ва учқун чиқариши натижасида портлаши мумкин. Шунинг учун мотор реакция аралашма устидан узокроққа ўриатилади. Аралаштиргич эса узатгич орқали моторга уланади.

Қиздириш

Кўп органик реакциялар тезлигини ошириш, моддаларни бир-бирдан ажратиш ва тозалаш ҳамда моддаларнинг физикавий константаларини аниқлаш мақсадида қиздирилади. Қиздиришнинг турли усуллари мавжуд. Реакцион аралашма солинган идишлар тўғридан-тўғри газ алангасида ёки электр плитkada қиздирилса моддалар куйиши ёки қисман парчаланиши мумкин.

Қайнаш температураси 100°C дан паст бўлган алангаланувчи суюқликлар фақат сув ҳаммомларида қиздирилади. Эфир ва углерод сульфид сув ҳаммомида иситилаётганда ҳаммомни бирор иситгич асбобда иситиб бўлмайди, улар олдиндан қиздирилган сув ҳаммомида иситилади.

Спирт ва бензол эритмаларини қиздиришда сув ҳаммомини усти берк электр плитkada қиздириш мумкин. Лекин сув ҳаммоми электр плитканинг устини қоплаб туриши керак.

Натрийли суюқликлар сув ҳаммомида қиздирилмайди.

Сув ҳаммомлари асбобга қайтарма уланган, совуқ сув оқими билан совитилаётган совитични терлатиб юбормаслиги ва ҳаммом ичидаги сувнинг тез буғланиб кетмаслиги учун сув ҳаммоми махсус ҳалқа қопқоқлар билан беркитилади. Ҳалқаларнинг диаметри реакция аралашма солинган идишнинг размерига тўғри келиши керак.

Суюқликлар 100° — 250° атрофида қиздириладиган бўлса мой ҳаммомлардан фойдаланилади. Мой ҳаммом учун минерал, парафин ёки силикон мойи солинган металл кюстрил ёки косачалар ишлатилади. Реакция юқори температурада олиб борилганда мой кўпинча туташи мумкин, шунинг учун бундай ҳаммомлар билан қилинадиган ишлар мўрили шкафта бажарилиши керак. Бундан ташқари, ҳаммомдаги мойга сув тушмаслиги керак, акс ҳолда мой кучли кўпикланиб сачраши, бунинг оқибатида ёнғин чиқиши ёки сачраган мой қўл ва териларни куйдириши мумкин. Шунинг учун мой ҳаммомининг устини ҳаммом ҳамда асбобнинг шаклига мослаб қирқилган икки бўлак асбест билан ёпиш мум-

кин. Қайтарма сувли советгичлар терлаб, мой ҳаммомига сув томчилари тушмаслиги учун советгичнинг идишга уланган жойига фильтр қоғозидан қирқилган манжет кийгизиб қўйилади. Иш тугагандан сўнг колба иссиқ мойдан олинади ва унинг сирти фильтр қоғоз билан артилади.

Қўпинча гликол ёки глицеринли ҳаммомлар муваффақият билан ишлатилади. Бундай ҳаммомларга сув тушса, мой кўпиклашмайди ва сачрамайди. Лекин бундай ҳаммомлар жуда тутади. Моддаларни юқори температурагача қиздириш учун суюқлантирилган тузли ҳаммомлардан фойдаланилади. Бундай ҳаммомлар суюқланиш температураси 219°C бўлган тенг миқдордаги натрий нитрат ва калий нитрат аралашмаси билан тўлдирилган бўлади. Моддаларни 100°C дан юқори температура-ларгача қиздириш учун осон суюқланидиган Вуд ва Роза қотишмалари ишлатилади. Вуд қотишмаси таркибида 4 оғ. қ. висмут, 2 оғ. қ. қўрғошин, 1 оғ. қ. қалай ва 1 оғ. қ. кадмий бўлади. Қотишманинг суюқланиш температураси 60,5°C. Роза қотишмаси таркибида 2 оғ. қ. висмут, 2 оғ. қ. қўрғошин ва 1 оғ. қ. қалай бўлиб, суюқланиш температураси 94°C. Қотишмалар идиш деворига ёпишмасин учун идишни қиздиришга қадар дудли алангада қорайтириб олиш керак.

Советиш

Реакцион аралашмаларни ҳайдашда, экстракция қилишда, уларни узоқ вақт давомида қайнатишда ҳамда бошқа процес-ларда ажралиб чиқадиган буг ва газларни советиш керак бўлади. Буниг учун кўпинча қайтарма ёки пастга қия қилиб ула-надиган шиша советгичлар энг кўп қўлланилади (14-бетга қа-ранг).

Кўп органик реакцияларни олиб боришда қаттиқ ва суюқ моддалар аралашмасини советиш керак бўлади. Советувчи моддалар ҳар бир ҳол учун алоҳида танланади. Реакцион идишни сув ҳаммомига тушириб ёки катта воронкага қуйиб, ус-тидан сув оқизиб советиш мумкин. 0°C гача советиш учун муз, 0°C дан паст температурагача советиш учун эса советувчи ара-

1-жадвал

Музли советувчи аралашмалар

Модданинг формуласи	Миқдори (огирлик қисм)		Температура (°C да)
	муз (қор)	модда	
$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	100	20	— 2
KCl	100	30	— 11
NH_4Cl	100	25	— 15
NaCl	100	33	— 21,3
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	70	100	— 54,9
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	81	100	— 40,3

лашмалар ишлатилади. 1-жадвалда баъзи совитувчи аралашмаларнинг таркиби ҳамда бу аралашмалар ишлатилганда ҳосил бўладиган температуралар келтирилган.

Тузли совитувчи аралашмаларни ишлатишда жадвалда кўрсатилган температураларга эришиш учун тузлар яхши майдаланилиб, аралаштирилиши керак.

Қаттиқ карбонат кислота ишлатиб — 60°C дан паст температура ҳосил қилиш мумкин. Лекин бу кислотанинг бир ўзи ишлатилмайди, чунки у иссиқликни ёмон ўтказиши ва совитилаётган идиш билан кислота орасида яхши контакт бўлмайди. Карбонат кислота органик эритувчиларга қўшиб ишлатилади, бунда турли температурага эришиш мумкин.

Қаттиқ карбонат кислота қисқич билан олинади (акс ҳолда у куйдириши мумкин), яхшилаб майдаланади ва аралашма учун танланган ҳаммомдаги эритувчи устига аста-секин сепилади. Бунда жуда кўп миқдорда карбонат ангидрид ажралиб чиқиб аралашма кўпиклашади. Паст температура ҳосил қилиш учун аралашма устига тез-тез кислота солиб туриш керак. Ҳосил қилинган температуранинг узоқроқ сақлаш учун аралашма солинган идиш атрофини асбест ёки пахмоқ билан ўраш керак.

2- ж а д в а л

Совитувчи аралашмалар учун қаттиқ карбонат кислотага қўшиб ишлатиладиган суюқликлар

Суюқлик	Температура (°C)
Эфир	— 90
Ацетон	— 85
Этанол	— 75

Айрим ҳолларда жуда паст температурагача совитиш учун суюқлантирилган газларнинг буғланишидан фойдаланилади. Бунга аммиак (30°C), ҳаво (—180°C) ва азот (—196°C) каби газларнинг буғланиши мисол бўлади. Суюқланган газлар билан ишлашда қўш қаватли Дьюар идишларидан фойдаланилади. Бу идишнинг қўш қават девори орасидаги ҳаво чиқариб юборилган бўлади, шунинг учун бундай идишдан иссиқлик ўтмайди. Дьюар идишларининг деворлари одатда кумушланган бўлади, бу иссиқликни ўтказмайди. Дьюар идиши портлаб кетмаслиги учун у асбест шнур билан ўралади ёки қалин латта, сим тўр, пенопласт ва шунга ўхшашлардан ясалган филофга солиб қўйилади. Дьюар идишини ишлатишда жуда эҳтиёт бўлиш керак, айниқса, идишнинг юқори қисми жуда нозик бўлади.

Оддий босим остида филтрлаш

Қаттиқ фазани суюқ фазадан ажратиш учун бир неча усуллардан фойдаланиш мумкин. Агар қаттиқ фаза аралашмада осон чўкадиган бўлса, чўкма устидаги суюқликни қуйиб олиш (декантация) усули қўлланилади. Лекин бундай ҳолда моддалар бир-биридан тўла ажралмайди, шунинг учун филтрлаш ёки центрифугалаш усулидан фойдаланилади. Агар ҳосил бўладиган чўкма майда дисперс, коллоид хоссаларга эга бўлса, бундай аралашма центрифугаланади. Чўкма йирик ва дағал заррачаларга айлантиради. Бунинг учун аралашма қиздирилади ёки қайнатилади, баъзан эса унга электролитлар қўшилади. Коагуляция содир бўлади. Чўкмаларни филтрлашда филтрнинг тешяклари бекилиб қолиши мумкин. Бундай ҳолларда эритмага баъзи қўшимча материаллар (инфузор тупроқ, асбест, қоғоз бўлакчалари) қўшилади. Лекин бунда қаттиқ фазага бекорчи қўшимчалар қўшилиб қолади ва фақат филтратни ишлатиш мумкин бўлади. Шунинг учун кўпинча суюқликни чўкмадан сўриб олиш билан филтрланади. Филтрлаш учун филтр қоғоз воронкага тўғри келадиган доира шаклида қирқилади. Оддий доира шаклидаги филтр иккига, кейин тўртга букланади. Шундай ҳосил қилинган филтр зич ёпишадиган қилиб қўйилади. Воронкадаги филтр қоғоз воронканинг четига бир оз етмаслиги керак. Филтрлашдан олдин филтр филтрланаётган суюқлик ёки тоза эритувчи билан намланади. Филтрлашда аралашманинг сатҳи филтрнинг четидан бир оз пастроқда бўлиши керак. Филтрлашни тезлатиш мақсадида айрим ҳолларда бурма филтрлардан фойдаланилади (11-расм). Бундай филтрлар ҳам доира шаклидаги филтрни олдин иккига, кейин тўртга буклаб ясалади. Уни яна тўртга буклаб, кейин елпигичга ўхшатиб очилса, унда ўн олтига буклов ҳосил бўлади. Қайноқ эритмаларни филтрлашда филтрли воронка махсус электроплитка билан иситилади ёки «иссиқ филтрлаш воронка»сидан фойдаланилади.



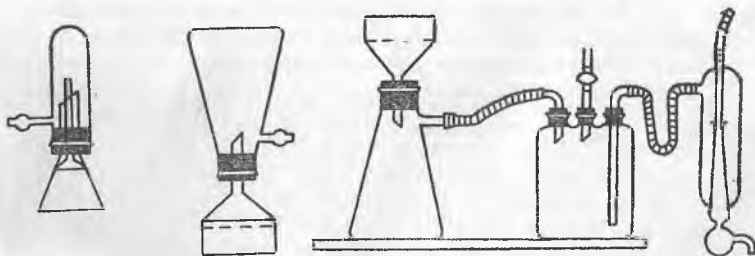
11- расм. Филтрларнинг тайёрланиши.

Паст босим остида филтрлаш

Кўнинча аралашманинг қаттиқ фазасини суяқ фазадан ажратиш учун кичик босим остида филтрлаш — сўриб чиқариш усулидан фойдаланилади. Бунда сўриб чиқариш тезлиги филтрнинг иккала томонидаги босимнинг фарқига тўғри пропорционал бўлади. Сўриб чиқариш учун ишлатиладиган асбоб воронка ва сув насосига уланган қалин деворли махсус колбадан (Бунзен склянкаси) иборат.

Филтрлаш учун таги тешикчалардан иборат чинни воронкалар — Бюхнер воронкаси ёки ғовак шиша филтрли воронкалар ҳамда Бунзен колбасига ўрнатиладиган пробка ёки шлифга кийгизилган шиша «михли» воронкалар ишлатилади. Бюхнер воронкасининг тубига воронканинг диаметридан кичик диаметрли доира шаклидаги филтр қўйилади. Бунда воронка тешикларининг ҳаммаси филтр билан бекилиши керак. Филтр воронка тубига ёпишиб туриши учун (агар мумкин бўлса) филтр бир неча томчи сув ёки мос эритувчи билан намланади. Сўнгра асбоб сув насосига уланиб, филтр воронкага ёпиштирилади.

Агар аралашма қоғоз филтрга таъсир этадиган бўлса, бундай ҳолда ғовак шишали (Шотта воронкасидан) воронкадан фойдаланилади. Бундай воронкадаги шиша ғоваклари ғовакланиш даражасига қараб номерланади: йирик ғовакли — № 1, ўртача ғовакли — № 2 ва № 3, майда ғовакли — № 4. Воронкаларни танлаш филтрланаётган чўкмаларнинг заррачаси ўлчамига боғлиқ. Йирик кристалли моддалар учун кичик номерли воронка олинади.



12- расм. Филтрлаш асбоблари.

1 — Бюхнер воронкаси ўрнатиладиган Бунзен колбаси; 2 — ёпиштирилган пробка ва михли воронка.

13- расм. Паст босим остида филтрлаш.

Оз миқдордаги чўкмаларни сўриб чиқариб филтрлаш учун «шиша мих»¹ ли конуссимон воронкалар ишлатилади. Михнинг устига унинг диаметридан бир оз катта филтр қоғоз қирқиб солинади. Кейин воронка пробка ёрдамида ёнида найчаси (бармоғи) бор пробиркага ўрнатилади. Филтрнинг атрофи қирқиб қўйилади, филтр эритувчи билан намланади ва насос ёрдамида у михга ёпиштирилади. Айрим ҳолларда филтр қоғоз ўрнига асбест, шиша ёки оддий пахта ва бошқа материаллар ҳам ишлатилади.

Кичик босим остида филтрлаш учун эритма йиғиладиган идиш сифатида Бунзен колбаси, ён найчали пробирка (12-расм) ва ҳатто ён найчали колба — Вюрц колбаси ишлатилади. Воронкалар резина пробка орқали колбага ўрнатилади. Филтрлаш учун ишлатиладиган колба қалин деворли вакуум-най каучук орқали сув насосига уланади. Колба билан насос ўртасига сақлагич склянка уланади (13-расм).

Экстракция

Экстракция ёки майдалаб ўтказиш деганда моддани бир фазадан бошқа фазага эритувчилар ёрдамида ўтказиш процесси тушунилади. Бу процесс моддаларнинг бир-бирида аралашмайдиган икки хил суюқликда эрувчанлиги ҳар хиллигига асосланган.

Суюқликлар экстракцияси. Энг кўп қўлланиладиган усул сувли эритма таркибидаги моддани органик эритувчи ёрдамида экстракция қилишдир. Агар модда сувга нисбатан органик эритувчида яхши эриса, бу усул анча яхши фойда беради. Модданинг икки суюқ фаза ўртасида тақсимланиши Нернст қонунига бўйсунди:

$$\frac{c_A}{c_B} = k,$$

бунда c_A — биринчи фазада эриган модданинг концентрацияси,
 c_B — иккинчи фазада эриган модданинг концентрацияси,
 k — модданинг тақсимланиш коэффициенти.

Формуладан кўришиб турибдики, икки суюқ фазада эриган моддалар концентрациясининг ўзаро нисбати мувозанат қарор топганда маълум бир температурада ўзгармас катталиқ бўлади. Концентрацияларнинг бундай ўзаро нисбати қиймати тақсимланиш коэффициенти дейилади. Сувли эритмалардан моддаларни экстракция қилишда диэтил эфир, бензол, хлороформ, дихлорэтан, тетрахлорметан, петролей эфир, этилацетат ва

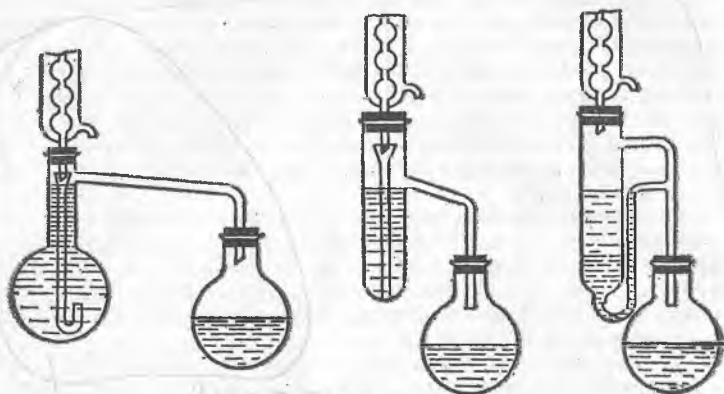
¹ Шиша «Мих»ни ўзингиз шиша таёқчадан ясаб олишингиз мумкин. Шиша таёқча қип-қизил чўғ бўлгунича кавшарлаш горелкаси алангасида қиздирилади, сўнгра тезда таёқчанинг қизиган томонини пастга қилиб тик қўйилади ва пастга қараб босилади. Шиша таёқчанинг қизиган учи худди михнинг тепасига ўхшаб қолади.

бошқалар ишлатилади. Экстракция учун эритувчи танлашда бир қатор омилларни ҳисобга олиш керак: а) эритувчи бошқа фазада кам эриши керак; б) экстракция қилинадиган модда ўзи эриган эритмадаги эритувчига нисбатан экстракция қилинадиган эритувчида яхши эриши керак; в) экстракт таркибидан тоза модданинг осон ажралоши учун эритувчи осон ажралоши, яъни, пложи борича паст температурада қайнаши керак. Эритмани бир неча марта кам миқдор эритувчи билан экстракция қилиш мақсадга мувофиқдир.

Экстракция қилинадиган модда эритма таркибидagi эритувчида (айниқса, сувда) яхши эриган бўлса, тузлаш усулидан фойдаланилади. Бунинг учун эритмага сувда яхши эрийдиган қуруқ муз (натрий хлорид, натрий сульфат, аммоний сульфат, поташ ва бошқалар) солинади. Бунда эритманинг зичлиги ортиб, экстракция осонлашади.

Қўпинча сувли эритмаларни экстракция қилишда барқарор эмульсиялар ҳосил бўлади. Эмульсияни йўқотиш учун эритма аорганик тузлар билан тўйинтирилади, унга бир неча томчи спирт ёки кислота қўйилади ёки аралашма қатламларга ажралсин учун маълум вақт тиндириб қўйилади.

Модда ажратгич воронкада экстракция қилинади. Бунинг учун иш бошлашдан олдин воронканинг жўмрак ва пробкаси мойланади ҳамда асбобнинг герметиклиги текшириб қўрилади. Ажратгич воронкага эритма ва эритувчи қўйилади. Уларнинг умумий миқдори воронка ҳажмининг $\frac{3}{4}$ қисмидан ортиб кетмаслиги лозим. Эритувчининг миқдори эритма ҳажмининг $\frac{1}{5}$ қисмига тенг бўлиши керак. Воронка пробка билан беркитилди ва бир қўлда пробкани, иккинчи қўлда воронка жўмрагини ушлаб турган ҳолда воронкани горизонтал ҳолатда ушлаб туриб, секин чайқатилади. Кейин воронканинг пробкали томонини настга қилиб, жўмрак очилади. Бу билан эфирнинг буғланиши натижасида ҳосил бўлган ортиқча босим ташқи босим билан бараварлаштирилади. Кейин воронка горизонтал ҳолатда яна чайқатилади. Суюқлик устидаги бўшлиқ эритувчи буғи билан тўйинмагунича воронка бундай ҳолатда аста-секин чайқатилиб босимни бараварлаштириш давом эттирилади. Бу ҳолатга эришилганда жўмрак очилганда ўзига хос вишиллаш кузатилмайди. Шундан кейин яна бир неча марта чайқатилади. Чайқатиб бўлингандан кейин воронка ҳалқа ва қисқичлар ёрдамида штативга маҳкамланади. Вақт ўтиши билан аралашма қаватларга бўлингандан сўнг қаватлар ажратилади. Пастки қават жўмрак орқали колбачага қуйиб олинади. Устки қават эса воронканинг оғзидан қуйиб олинади. Модданинг эритувчига ўтиши тугамагунича экстракция давом эттирилади; бунга ишонч ҳосил қилиш учун бир томчи экстрактни соат ойнасига томизиб буғлатилади. Қаватларнинг қайси бири сувли қаватлигини аниқлаш қийин бўлса, ичига сув солинган иккита пробирка олиб, ҳар бир қаватдан олинган томчи пробиркадаги сувга то-



14- расм. Сууюқликлар экстракция қилинадиган асбоблар.

мизилади ва қайси пробиркага томизилган томчи аралашаётгани аниқланади. Бунда қайси пробиркада рангли эритма ҳосил бўлса, эритувчининг ранги ўзгармай қолгунча экстракция давом эттирилади.

Кучли кислотали, ишқорли ёки кўзга таъсир этувчи эритмалар билан ишлашда ҳимоя кўзойнаги тақш керак.

Кислотали эритмаларга натрий карбонат қўшилганда углевод (IV)- оксид ажралиб чиқиб, у воронка ичидаги босимни кучайтириб юборишини эсда тутиш керак. Чайқатилганда пробка ёрилиб кетиши мумкин. Воронканинг жўмрагини секин очиб, босим камайтирилади.

Сууюқликларни экстракторларда ажратиш. Агар модда сувда яхши эрийдиган бўлса, уни экстракция қилиш учун кўп миқдорда эритувчи керак бўлади. Бу эса ишни қийинлаштиради. Бундай ҳолларда махсус асбоблар, яъни узлуксиз ишлайдиган сууюқлик экстракторларидан фойдаланилади. Бундай экстракторлар ёрдамида оз миқдордаги эритувчи билан моддани тўла ажратиш олиш мумкин.

Экстракция учун солиштирма оғирлиги сувнинг солиштирма оғирлигидан кичик бўлган органик эритувчилар (эфир, бензол, петролей эфир), шунингдек, солиштирма оғирлиги сувникидан катта бўлган эритувчилар (хлороформ, метилен хлорид, углевод тетрагидрид) ишлатилади. Эритувчининг экстракция қилинадиган эритмадан енгил ёки оғирлигига қараб турли конструкцияли экстракторлар ишлатилади.

Сууюқликни енгил эритувчилар (эфир, бензол) билан экстракция қилишда сууюқликли эксикаторлардан фойдаланиш

мақсадга мувофиқдир. Энг оддий бундай экстрактор пробка ёрдамида юмалоқ тубли колбага уланган учи эгик узун найли Вюрц колбасидан иборат. Бундай Вюрц колбасининг ичига учи эгик узун найли воронка ўрнатилади. Вюрц колбасининг оғзига қайтарма совитгич уланади. Туби юмалоқ колбага эритувчи ва қайнатгич солинади. Вюрц колбасига эса экстракция қилинадиган эритма қуйилади. Туби юмалоқ колба сув ҳаммоми ёки электроплиткада қиздирилади. Эритувчи буғланиб, совитгичда конденсирланади ва воронкага томади (воронка совитгичнинг оғзига ўрнатилади). Эритувчи майда томчилар ҳолида бутун сувли қаватдан ўтиб, органик моддани ўзида эритиб сувнинг сиртида йиғилади. Эритувчининг миқдори кўпайиб, қайта туби юмалоқ колбага оқиб тушади (14-расм). Бошқа экстракторлар (перфораторлар) ҳам шу принцип асосида ишлайди.



15-расм. Сокслет асбоби.

Сувли эритмани оғир эритувчилар (хлороформ, углерод тетрахлорид) билан экстракция қилишда эритувчи совитгичда конденсациланиб эритмага томади ва эритма орқали ўтиб, моддани экстракциялаб, идишнинг тубига томчилар ҳолида йиғилади.

Қаттиқ моддаларни экстракция қилиш. Агар қаттиқ модда эритувчи билан қайтарма совитгичли колбада қиздирилса ва кейин эритма иссиқ ҳолда филтрланса ёки декантация қилинса керакли модда эритувчига ўтади. Аммо бундай бир марта экстракция қилиш билан моддани тўлиқ ажратиб бўлмайди. Моддани тўлиқ ажратиб олиш учун экстракция бир неча марта такрорланади. Бунинг учун Сокслет аппаратлари деб аталадиган узлуксиз ишлайдиган махсус экстракторлардан фойдаланиш қулай ва самаралидир (15-расм). Қисман эритувчи ва қайнатгич солинган колбага қайтарма совитгичли махсус насадка уланади. Насадканинг ичига филтр қоғозидан ясалиб қаттиқ модда тўлдирилган гильза жойлаштирилади. Гильза ичидаги модда ювilib кетмаслиги учун икки томонидан яхшилаб беркигилади.

Колбадаги эритувчи қайнагунча қиздирилади, эритувчи аста-секин насадкада йиғилиб унинг ёнидаги найчалар ҳам тўлади. Йиғилган суюқлик колбага тушади. Шундай қилиб, модда узлуксиз экстракцияланади.

Асбоб шлифлар ёрдамида ҳам, пробкалар ёрдамида ҳам йиғилиши мумкин.

Кристаллантириш

Моддаларни кристаллга тушириш йўли билан тозалаш моддаларнинг ҳамда айни эритувчидаги қўшилмаларнинг эрувчанлиги ҳар хиллигига асосланган. Айни модданинг эрувчанлиги температура ўзгариши билан ўзгариши керак. Эритувчи қўшилмаларни эритмаслиги лозим, (бундай ҳолда уларни филтрлаш мумкин бўлсин) ёки, аксинча, уларни асосий моддага нисбатан бирмунча яхши эритиши керак; бундай ҳолда улар эритмада қолади. Эритувчи танлаш тозаланмоқчи бўлган модданинг химиявий хоссасига боғлиқ (муҳими эритувчи эрийдиган моддага қараганда индиферент бўлиши керак). Эритувчи танлашда кўпинча эски «ўхшашда эрийди» деган қондага асосланилади. Бу демак, моддалар химиявий тузилиши тозаланилмоқчи бўлган модда молекулаларининг тузилишига ўхшаш бўлган эритувчиларда яхши эрийди. Бир синф бирикмалари бир-бирида яхши эрийди, масалан, юқори молекулали спиртлар кичик молекулали спиртларда эрийди. Ион структурали моддалар диэлектрик доимийлиги катта бўлган қутбли эритувчиларда, сув ва спиртда яхши эрийди. Қутбли бирикмалар қутбли эритувчиларда (сув, спирт, кетон, мураккаб эфир ва кислоталарда) яхши эрийди ва қутбсиз эритувчилар (бензол, углерод тетрагидрид ва бошқалар) да ёмон эрийди. Номажлум моддани кристаллга туширишда бу моддадан оз миқдорда олиб, тўғри келадиган эритувчида эритиб қўрилади.

Эритувчи танлашда шунга эътибор бериш керакки, эритувчининг қайнаш температураси модданинг суюқланish температурасидан 10—15°C паст бўлиши керак, акс ҳолда модда мой ҳолатида ажралиб қолиши мумкин. У вақтда мой ҳолатдаги суюқликни қаттиқ совитиб, шиша таёқча билан идиш деворига ишқаланади ёки тоза модданинг кристалларидан суюқликка озроқ солиб, уни қайта эритиб кристаллга тушириш мумкин. Тозаланган модда кристалларидан бир неча донасини мойга солиб, у ҳам эритилса кристалл ҳосил бўлади. Лекин шуни эслатиб ўтиш керакки, ҳосил бўлган мойни кристаллга туширишда, қўшилмаларни адсорбиланishi натижасида тозаланаётган модда анча бўлади. Агар тозаланаётган модда бир эритувчида яхши эриб, совитилганда кристаллга тушмаса, бошқа эритувчида эса ёмон эриса, моддани бу икки эритувчининг аралашмасидан кристаллга туширишга ҳаракат қилиш керак. Бунинг учун модда биринчи эритувчида қиздириб эритилади, сўнгра лойқа ҳосил бўлгунча иссиқ эритма устига иккинчи эритувчидан қўшилади. Кейин аралашма тингунича қиздирилади ва совитишга қолдирилади. Аралашма совиганидан кейин тоза модда кристаллга тушади, у филтрлаб ажратиб олинади. Эритувчи аралашмаси кўпинча спирт ва бензол, бензол ва петролей эфир, муз сирка кислота ва сув, этилспирт ва эфир, ацетон ва петролей эфир ва бошқалардан тайёрланади.

Кристаллизация вақтида қўшимча моддаларнинг адсорбланиши натижасида баъзан рангли моддалар ҳосил бўлади. Бундай қўшимча моддалар эритмадан турли адсорбентлар ёрдамида кристаллга туширишга қадар йўқотилади. Масалан, қутбли эритувчиларда эриган моддаларни активланган кўмир билан қайнатиб қўшимчадан тозалаш мумкин. Бунда модданинг массасига nisbatan $\frac{1}{20} - \frac{1}{50}$ миқдорда эритмага кўмир қўшилади.

Аралашма маълум вақт, одатда 10—60 мин, яъни рангсизлангунича қайнатилади, сўнгра иссиқлигича филтрланади. Агар эритма тўла рангсизланмаса, яна қайта кўмир қўшилади.

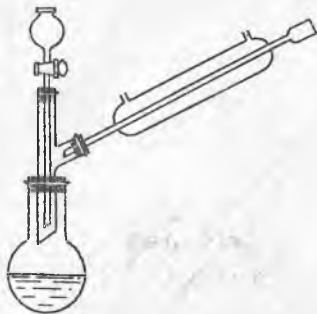
Активланган кўмир кукунини қиздирилган эритмага қўшиб бўлмайди, чунки иссиқ суюқлик қаттиқ қайнаб, тўкилиши мумкин.

Қутбланмаган (полярмас) ва ионланмаган эритувчилардаги (бензол, гексан, углеводород тетрагидрид, хлороформ) эритмаларни сувсиз алюминий оксид ёрдамида қўшилмалардан тозалаш мумкин. Бунинг учун Бюхнер воронкасига алюминий оксид солиб, эритма шу қаватдан ўтказилади. Филтрлаш вақтида модда қисман адсорбланиб, йўқолишини камайтириш учун адсорбент қайноқ тоза эритувчи билан ювилади.

Моддаларни органик эритувчилардан қайта кристаллаш. Туби юмалоқ колбага (16-расм) тозаланадиган модда, қайнатгич ва ботар-ботмас қилиб эритувчи қўйилади. Колбага қайтарма совитгич ва томизгич воронка ўрнатилади. Аралашма қайнатилганда модда тўлиқ эримаса унга томизгич воронка орқали эритувчи қўшиб турилади. Кейин қайноқ эритма «иссиқ филтрлаш» асбобининг воронкасида бурмали филтр орқали филтрланади. Сўнг филтрат ажратиб олинган кристалларни филтр билан бирга яна колбага солиб, тоза эритувчида эритилади ва юқорида баён этилганидек филтрланади. Филтрат совуқ сувда ёки музда совитилади, ҳосил бўлган чўкмани Бюхнер воронкасида филтраб олиб шиша пробка билан босиб сиқилади.

Осон алангаланувчан эритмалардан қайта кристаллашда колбага қайтарма совитгич уланади. Яқин орадаги ёниб турган газ горелкалари, усти очиқ электроплиткаларнинг ҳаммаси ўчирилади. Колба эса қиздирилган сув ҳаммомида ёки усти ёниқ электроплиткада қиздирилади.

Сўнгра модда қуритилади. Моддаларнинг табиати-га қараб уларни қуритиш шароити танланади. Моддаларни ҳавода, филтр қоғози орасида, қуритиш шка-



16-расм. Моддалар қайта кристаллга тушириладиган асбоб.

фида, юқори температурада, оддий ҳамда қуритувчи моддалар солинган вакуум-эксикаторларда, вакуумда—«пистолетда» юқори температурада қуритиш мумкин.

Олинган модданинг тозалиги унинг суюқланиш температура-сига қараб аниқланади. Модданинг суюқланиш температураси берилгандан паст бўлса, у яна қайта кристалланади.

Ярим микроиқдордаги моддаларни қайта кристаллаш. 50—100 мл ҳажмли туби ясси конуссимон колбага пробкасиз, учи калтароқ конуссимон воронка ўрнатилади. Колбага қайта кристалланадиган эритувчидан 3—5 мл қўйилади. Воронкага бурма филтър қўйиб, колба қисқич ёрдамида штативга маҳкамланади ва иссиқ сувли ҳаммом устига қўйилади. Қайтарма совитгич ўрнатилади. Бошқа колбада модда қайнаб турган эритувчида эритилади. Кейин тозаланаётган модданинг бу қайноқ эритмаси оз-оздан филтърга қўйилади. Воронканинг оғзи ва учлари қайнаб турган эритувчининг буғи билан ювилиб туради, натижада кристалланаётган модда чўкиб қолмайди. Агар филтърда чўкма ҳосил бўлса, у қайнаб турган эритувчининг оз миқдори билан ювилади. Сўнгра колба совитилади, ҳосил бўлган чўкма «мих» ли кичик воронкада вакуум остида филтърланади.

Ярим микроиқдордаги моддаларни ампулада қайта кристаллаш. Осон суюқланадиган пробиркадан узунлиги 70—88 мм, диаметри 10—12 мм ли ампула ясалади. Ампула учининг диаметрини 2—3 мм, узунлигини 80—100 мм қилиб, 45—60° ли бурчак остида ёйсимон қилиб эгилади. Ампуланинг чўзилган учига озроқ пахта тиқилади, ампуладан чиқиб қолган ортиқча пахта қайчида қирқиб ташланади. 10 мл ҳажмли пробиркага 0,1 г модда солиб пробирканинг оғзи узунлиги 300—500 мм бўлган ҳаво совитгич ўрнатилган пробка билан беркитилади ва модда усти берк электроплиткада қиздириб турган ҳолда мос эритувчида эритилади. Ампулани қиздириб, уни пахтаси бор учининг 1—2 мм қисмини эҳтиётлик билан пробиркадаги қайта кристалланадиган эритмага туширилади. Ампула совиши натижасида унга пробиркадаги эритмадан 0,5—0,7 мл кўтарилади, ампула эритувчи қайнагунича яна қиздирилади, бунда ампуладан ҳаво ажралиб чиқади. Ампуланинг учи қайта кристалланадиган модданинг қайноқ эритмасига туширилганда ампула совиши билан эритма ампулага ўта бошлайди (17-расм). Эритманинг ампулага ўтишини тезлатиш мақсадида ампула совуқ сув билан совитилади. Кристалланадиган эритмани рангсизлантириш учун унга озгина активлантирилган кўмир кукуни қўшиб қайнатилади, сўнгра у ампулага ўтказилади. Ампуладаги эритма совиб, кристаллар ҳосил бўлгандан кейин ампуланинг учини синдириб, кристаллар «мих» ли воронкада филтърланади.



17-расм. Ампулада қайта кристаллга тушириш.

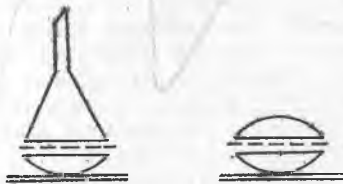
Сублимация

Қаттиқ модданинг қиздирилганда суюқланмасдан туғридан-туғри буғга айланиш, буғларнинг эса суюқланмасдан қаттиқ моддага айланиш процесси сублимация дейилади. Суюқланиш температурасидан паст температурада буғ босимиға эға қаттиқ моддаларғина сублимацияланиш хоссасиға эға бўлади. Қаттиқ модданинг буғ босими ташқи атмосфера босими билан тенглашган температура сублимацияланиш нуқтаси ҳисобланади. Одатда моддалар буғланиш температурасидан паст температураларда сублимацияланади. Атмосфера босимида сублимацияланмайдиган ёки жуда секин сублимацияланадиган моддалар кўпинча кичик босим остида сублимацияланади. Сублимация процесси вақтида у моддалар эҳтиётлик билан қиздирилади, чунки моддалар кўпроқ қиздирилганда парчаланиб кетиши мумкин.

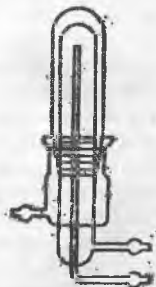
Устиға косача диаметридан кичикроқ воронка ёпилган чинни косада сублимация қилиш мумкин (18- расм).

Воронканинг учи пахта билан беркитилади, воронка штатив қисқичиға маҳкамланади ва совуқ сувда ҳўлланган фильтр қоғоз билан совитилади. Сублимат қайтиб косачаға тушмаслиги учун модда устиға косача диаметридан каттароқ қилиб қирқилган ўртаси тешик фильтр қоғоз ёпилади. Газ алангаси косача тубидан 3—5 см пастда бўлсин. Сублимация жуда секин содир бўлиши керак. 15—20 минутдан кейингиға воронка деворларида модда қатлами ҳосил бўлсин. Акс ҳолда модда кўмирга айланиб қолади. Сублимация процесси тугагандан кейин асбоб хона температурасиға совитилиб, кейин сублимат йиғиб олинади. Агар оз миқдор модда сублимация қилинадиган бўлса, у соат ойнаси устида ўчирилади. Бунинг учун модда устиға тешикли фильтр қоғози ёпилади. Унинг устиға эса иккинчи соат ойнаси тўнтариб қўйилади ва эҳтиётлик билан кучсиз аланғада қиздирилади (18- расм).

Баъзан моддалар вакуумли асбобларда сублимация қилинади. Бундай асбоб турли диаметрли ён найчали иккита пробиркани бир-бириға киритиб тайёрланади. Кичик диаметрли пробирка советгич вазифасини ўтайди, бунда советувчи сатҳ модда сатҳидан анча узоқда бўлиши керак. Агар шлифли асбоблардан фой-



18- расм. Сублимация қилинадиган асбоблар.



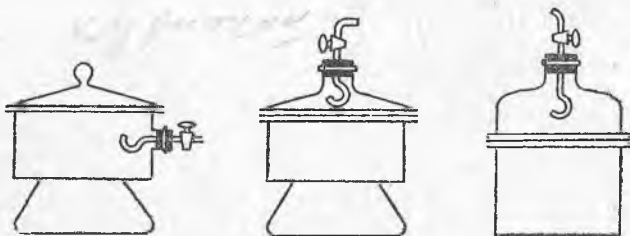
19- расм. Вакуумда сублимациялаш асбоби.

даланилса шлифлар «ейилиши» мумкин. Бунда шуни унутмаслик керакки, шлифни чертиб бўлмайди, чунки сублимат пастга тўкилади. Шунинг учун бундай шлиф горелка алангасида иситилади. Вакуумда сублимациялаш учун асбоб (19-расм) мой ёки қум ҳаммомда қиздирилади. Бунда термометр ҳаммомга қўйилади.

Қуритиш

Қаттиқ моддаларни қуритиш. Синтез натижасида ҳосил қилинган қаттиқ моддалар таркибида ҳамма вақт маълум миқдор эритувчи — сув бўлади. Моддаларни қуритиш усули ҳам айни моддаларнинг ҳамда улардаги эритувчиларнинг хоссасига боғлиқ бўлади. Гигроскопик бўлмаган моддалар таркибидаги осон учувчан қўшилмаларни ҳавода оддий усулда қуритиш мумкин. Термик барқарор моддалар эса қуритиш шкафларида қуритилади. Бунинг учун шкафнинг температураси моддаларнинг суюқланиш температурасидан анча паст бўлиши керак. Моддаларни чинни косачаларда, соат ойналарида ва Петри косачаларида қуритиш мумкин.

Кўпинча қаттиқ моддалар эритувчиларнинг буғини ютадиган моддалар иштирокида қуритилади. Бунда моддалар эксикаторларда ва вакуум-эксикаторларда қуритилади (20-расм).



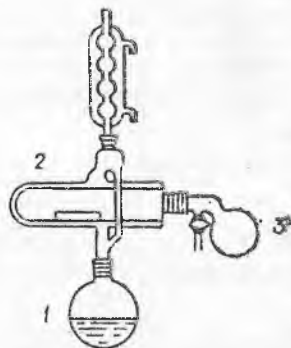
20-расм. Эксикаторларнинг жллари.

Қуритувчи сифатида фосфор (V)-оксид, сувсиз кальций хлорид ишлатилади. Бу моддалар сув буғларидан ташқари, спирт ва кетон буғларини ҳам ютиш хоссасига эга. Сув, спирт ва кислоталарни боғлаш учун калий гидроксид ҳам ишлатилади. Сув, эфир, спирт, асос хусусиятига эга бўлган моддалар — анилин, пиридин ва бошқа аминлар қолдиқларини йўқотиш учун сульфат кислота ишлатилади. Лекин вакуумда ва юқори температурада қуритишда сульфат кислота ишлатиб бўлмайди.

Оз миқдор қўшимча ҳолидаги бензол, гексан ва бошқа углеводородларни йўқотиш учун юпқа қилиб кесилган парафин ёки парафин шимдирилган фильтр қоғоз ишлатилади. Эритувчилар буғини ютириш учун силикагель ҳам ишлатилади. Модда қуритиш учун эксикаторга жойлаштирилади. Қуритиш процессини

тезлатиш учун вакуум-эксикатор ва қуритиш «пистолет»ларидан фойдаланилади (21-расм).

Эксикатордаги ҳавони сўриб олишдан олдин уни сочиқ билан яхшилаб ўраб боғлаш ёки махсус қопқоқ кийгизиш керак, чунки баъзан эксикаторлар ёрилиб кетади. Эксикатор билан сув пуркаш насоси ўртасида сақлагич бўлиши керак.



21-расм. Қуритиш «пистолети».

1 — асбоби иситиш учун ичига эритувчи солинган қолба; 2 — асбобнинг корпуси ва лёдочкали цилиндрсимон идиши; 3 — қуритгичли ва филтрлаш учун жўмракля реторта.

Эксикатордан ҳавони чиқаришда унинг найига вакуум-насос шланги уланади. Насос ишга туширилади ва эҳтиётлик билан эксикатор найининг жўмраги очилади. Ҳаво 10—15 минут чиқарилгандан кейин эксикатор жўмрагини беркитиб, вакуум-насос шланги чиқариб олинади ва эксикатор вакуум остида қолдирилади. Ҳаво беришда жўмракни жуда эҳтиётлик билан очиш керак. Ҳаво оқими қуритилаётган моддани сочиб юбормаслик учун эксикатор ичидаги ҳаво чиқарадиган найчанинг учини юқорига қаратиб қўйиш (20-расм) ва капиляр қилиб чўзиш керак.

Агар модда юқори температурада ва вакуум остида қуритиладиган бўлса, қуритиш «пистолети» ишлатилади. Қуритиш «пистолети» қолбадан иборат бўлиб, қуритилиши керак бўлган ланиқ қайнаш температурасига эга суюқлик ана шу қолбага солинади. Қолба 1 цилиндрсимон идиш 2 га уланади. Қуритиладиган модда солинган идиш цилиндр 3 ичига жойлаштирилади. Идиш 2 га қайтарма совитгич ва реторта 3 уланган. Ретортага қуритгич модда солинади. Қолба 1 даги суюқлик қайнагунча иситилганда унинг буғлари идиш 2 ни ювади ва иситади. Реторта 3 ни вакуум-насосга улаб, асбоб ичида вакуум ҳосил қилинади (21-расм).

Суюқликларни қуритиш. Суюқлик ва эритмалар сувни тортиб олувчи қаттиқ аорганик моддалар ёрдамида қуритилади. Қуритгич моддалар қуйидаги талабларга жавоб бериши керак: 1) қуритилаётган модда ва унинг таркибидаги эритувчи билан ўзаро таъсирлашмаслиги керак; 2) қуритилаётган органик бирикмалар ўзаро оксидланмаслиги, полимерланмаслиги ва бошқа процесслар содир бўлмаслиги керак; 3) тез ва ҳаммасини қуритиши керак; 4) қуритилаётган моддаларда эримаслиги керак.

Қуритувчи моддалар сифатида сувни тортиб олиб, кристаллгидратлар ҳосил қиладиган сувсизлантирилган тузлар ишлатилади (3-жадвал). Суюқликка (унинг массасига нисбатан 1 — 3% миқдорида) сувсизлантирилган ёки суюқлантирилган қуритгич-

Қуритгичлар ва уларнинг ишлатилиши

Қуритгич	Берилган қуритгич билан қуритиладиган моддалар	Берилган қуритгич билан қуритилиши мумкин бўлмаган моддалар
Фосфор (V)-оксид	Нейтрал ва кислотали муҳитдаги газлар, углеводородлар, углеводородларнинг галогенли ҳосилалари, кислоталар эритмалари	Асослар, спиртлар, оддий эфирлар, водород хлорид, водород фторид
Сульфат кислота	Нейтрал ва кислотали газлар	Тўйинмаган углеводородлар, спиртлар, кетонлар, асослар
Калий гидроксид, натрий гидроксид, калий карбонат	Аммиак, аминлар, оддий эфирлар, углеводородлар	Альдегидлар, кетонлар
Натрий метали	Аминлар, кетонлар	Кислота хоссасига эга моддалар
	Углеводородлар, учламчи аминлар, оддий эфирлар	Углеводородларнинг хлорли ҳосилалари (эҳтиёт бўлинг: портлаши мумкин!) Спиртлар, кислоталар
Кальций хлорид	Углеводородлар, оддий эфирлар, нейтрал газлар, углеводородларнинг галогенли ҳосилалари, нитробиркималар	Спиртлар, аммиак, альдегидлар, кетонлар
Магний сульфат, натрий сульфат	Углеводородлар, галоидли ҳосилалар, спиртлар, альдегидлар, кетонлар, кислоталар, мураккаб эфирлар, оддий эфирлар, нитробиркималар	Спиртлар, аммиак, альдегидлар, кетонлар

дан озроқ миқдорда қўшиб, маълум вақт қолдирилади. Склянканинг оғзи пробка ёки кальций хлоридли найча ўрнатилган пробка билан беркитилади. Агар қуритгич модда нам тортиш натижасида майдаланиб кетса, қуритилаётган суюқлик бошқа идишга қўйиб олиниб, устига янги қуритгич солинади. Бу процесс қуритгич модданинг ташқи кўриниши ўзгармай қолгунча бир неча марта такрорланади.

Айрим органик бирикмалар ўзаро, шунингдек, сув билан реакцияга киришиб азеотроп аралашмалар ҳосил қилади. Бундай аралашмалар таркибидаги ҳар бир компонентнинг қайнаш температурасидан анча юқори ёки жуда паст температурада қайнайди. Азеотропия ҳодисаси молекулаларнинг бирлашиш кучи, ассоциациаланиши ва солватланиши натижасида келиб чиқади. Баъзи эритувчилар азеотроп аралашма ҳосил қилишидан фойдаланиб, органик бирикмаларни сувсизлантиришда ишлатилади. Бунинг учун бирикмага сув билан бирикиб, бир хил температурада қайнайдиган аралашма ҳосил қиладиган модда қўшилади. Ҳосил бўлган аралашма қайнагунча қиздирилади, бунда дастлаб доимий таркибли сувли аралашма

ҳайдалади, идишда сувсиз модда қолади. Бензол, толуол, углерод тетрахлорид, бензин, пиридин ва бошқаларни азеотроп ҳайдаш усули билан қуритиш мумкин. Баъзан учламчи азеотроп аралашмалар ҳам ишлатилади. 4-жадвалда сув билан ҳосил бўлган айрим азеотроп аралашмаларнинг қайнаш температураси ва таркиби берилган.

4-жадвал

Сув билан ҳосил бўлган қўш азеотроп аралашмалар

Иккинчи компонент	Иккинчи компонентнинг қай. тем. (°C)	Азеотроп аралашманинг қай. тем. (°C)	Сувнинг миқдори (%)
Хлороформ	61,2	56,1	2,5
Тетрагидрофуран	66,0	63,2	5,4
Углерод тетрахлорид	76,8	66,0	4,1
Бензол	80,1	69,2	8,8
Толуол	110,5	84,1	19,6
Диоксан	101,3	87,8	18,1
Изобутил спирт	108,0	89,9	33,2
Пиридин	115,5	92,6	43

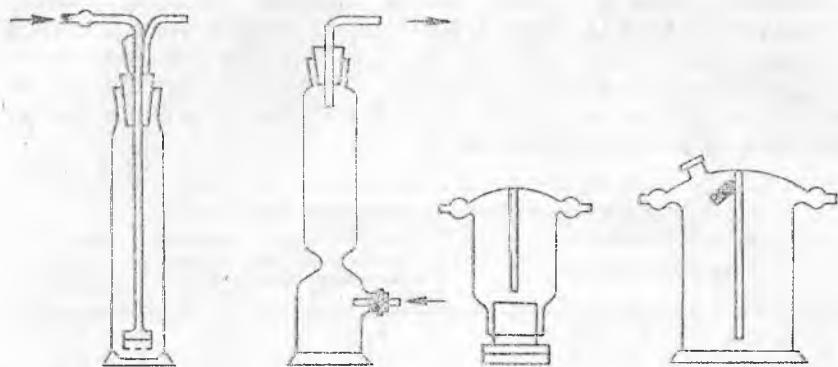
Газларни қуритиш. Бевосита лабораторияда олинадиган, шунингдек, баллонлардан олиб ишлатиладиган газлар одатда қуритилади ва тозаланади (5-жадвал).

5-жадвал

Газлар учун қуритгич ва тозалагичлар

Газ	Газ тозалагич	Газ қуритгичлар
Қислород	—	Концентрланган сульфат кислота, фосфор (V)-оксид
Водород	Қалий перманганат ва калий гидроксидларнинг тўйинган эритмаси	Концентрланган сульфат кислота
Азот	Пирогаллол ёки мис хлориднинг ишқорли эритмаси	Концентрланган сульфат кислота
Углерод (IV)-оксид	Сув	Концентрланган сульфат кислота
Хлор	Қалий перманганатнинг тўйинган эритмаси	Концентрланган сульфат кислота ёки кальций хлорид
Водород хлорид	—	—
Аммиак	—	Кальций оксид ёки натрон оҳак
Олтингурут (IV)-оксид	Сув	Концентрланган сульфат кислота

Шунинг учун бундай газлар мос суюқлик ёки қаттиқ реагентлар қатламидан ўтказилади. Бу мақсад учун ишлатиладиган асбоб сифатида қуритиш колонкалари, ювгич склянкалар,



22- расм. Ювилл ҳамда қуритиш учун ишлатиладиган колонка ва склянкалар.

совитгич («ловушка») тутгичлар ишлатилади (22-расм). Газ ювгич склянканинг тубигача туширилган най орқали ўтказилади. Газ ўтказгич най эса сақлагич склянка орқали асбобга уланади. Агар склянкага ғовак шиша пластинкали най ўрнатилган бўлса, газ жуда тоза ювилади. Қуритувчи модда сифатида кўпинча концентранган сульфат кислота ишлатилади. Юттириш колонкалари қаттиқ қуритгич билан тўлдирилади. Фосфор (V)-оксид каби аморф моддалардан нам газ ўтса, у юмшаб суюқланиб кетади. Шунинг учун улар шиша пахта, асбест ва пемза билан аралаштирилади. Газ пастдан юқорига қаратиб берилади. Паст температурада қайнайдингган газлар таркибидаги сув ва бошқа конденсирланадиган моддаларни совитгич ловушкадан ўтказиб сувсизлантириш ва тозалаш мумкин; бунда совитувчи аралашма сифатида суюқ ҳаво ёки ацетон билан қуруқ муз аралашмаси ишлатилади.

Хроматография

Органик моддаларни аралашмаларидан ажратиш ва тозалаш учун хроматография усули кенг қўлланилади. Бу усул аралашмадаги компонентларни ҳар хил даражада адсорбентга ютилишига асосланган бўлиб, қайтар процесс ҳисобланади. Суюқ, қаттиқ ва газ ҳолатидаги моддалар сорбцияланиши мумкин. Аралашма эритувчи билан аралашганда компонентлар бўлинади: эритувчи ютиладиган фаза, аралашма эса ютилмайдиган фаза бўлади.

Компонентларнинг ажралиш тезлиги қўзғалувчан ва қўзғалмайдиган фазаларнинг ўзаро таъсирга боғлиқ. Уларнинг таъсири турлича бўлгани учун компонентларнинг ажралиши ҳам турлича бўлади. Натижада аралашмадаги компонентлар алоҳида зоналарга ажралади. Сўриладиган фаза суюқлик ва газ

бўлиши мумкин. Аралашмадаги компонентларнинг адсорбентларга югилиши хоссасига қараб, хроматография уч хил бўлади: адсорбцион, ион алмашилиш ва тақсимланиш хроматографияси.

Аралашмадаги эриган моддалар компонентларини адсорбцион хроматография усули билан ажратиш моддаларнинг адсорбентга турли даражада адсорбцияланишига асосланган. Адсорбция қаттиқ адсорбентнинг сиртида содир бўлади. Тақсимлаш хроматографиясида аралашмани компонентларга ажратиш шу компонентларнинг ўзаро аралашмайдиган икки эритувчи орасида тақсимланиш коэффициентлари турлича бўлишига асосланган; бу эритувчиларнинг бири адсорбент билан боғланган бўлади. Ион алмашилиш хроматографиясида таркибида асос хоссага эга ($-\text{NH}_2$; $>\text{NH}$; $-\text{N}=\text{}$) ёки кислота хоссага эга ($-\text{SO}_3\text{H}$; $-\text{COOH}$; $-\text{SH}$) группалар мавжуд бўлган ион алмаштирувчи смолалар сорбент бўлади. Аралашмадаги компонентларни ажратиш шу компонентлар билан ион алмаштирувчи смолалар орасидаги ион алмашилиш реакциясига асосланган.

Қуйида адсорбцион ва тақсимлаш хроматографияси билан тўлиқ танишиб чиқилади.

Адсорбцион хроматография

Адсорбцион хроматография ёрдамида аралашмалардан компонентларни ажратиб ҳар бирини алоҳида идентификациялаш, аралашмани анализ қилиш ва моддаларни қўшимчалардан тозалаш мумкин.

Хроматографиянинг бундай хили ўрганилаётган аралашмадаги компонентларнинг қаттиқ адсорбент сиртига ҳар хил адсорбцияланишига асосланган. Адсорбентлар икки турга бўлинади:

1) қутбсиз ёки гидрофоб адсорбентлар, улар қутбли эритувчиларда, масалан, сувда эриган моддаларни адсорбциялайди. Бундай адсорбентга активланган кўмир мисол бўла олади;

2) қутбли ёки-гидрофил адсорбентлар, улар қутбсиз эритувчиларда эриган моддаларни адсорбциялайди. Бу группа адсорбентларга темир (III)-оксид, магний оксид, магний сульфат, кальций оксид, алюминий оксид, силикагель ва углеводлар кирadi. Ундан ташқари, қутбли адсорбентлар асослилиги ва кислоталилиги билан фарқланади. Қутбли адсорбентлардан энг кўп қўлланиладигани алюминий оксиддир. Алюминий оксид таркибида қанча сув молекуласи ютилганига қараб унинг органик бирикмаларни адсорбциялаш хусусияти ўзгаради. Алюминий оксид таркибидаги сув молекуласига қараб, унинг адсорбциялаш активлиги — шкаласи ўрнатилган. Алюминий оксиднинг энг кичик активлиги активлик шкаласининг энг юқори номерига тўғри келади (6-жадвал).

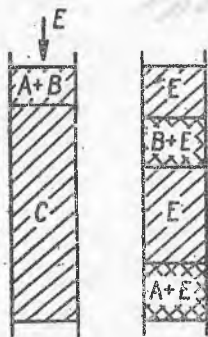
Алюминий оксиднинг активлиги таркибдаги сувнинг миқдорига боғлиқлиги

Алюминий оксид таркибдаги сувнинг миқдори (%)	Алюминий оксиднинг активлик даражаси
0	I
3	II
6	III
10	IV
13	V

Адсорбцияланиш хоссасига органик бирикмаларнинг табиати таъсир этади. Текширилаётган модданинг қутблилиги ортиши билан уларнинг қутбли адсорбентга мойиллиги ортади. Органик моддаларни қутбли адсорбентларда адсорбиланиш хусусиятининг ортиб бориши тартибда бир қаторга жойлаштириш мумкин: углеводородларнинг галоидли ҳосилалари, оддий эфирлар, учламчи аминлар, нитробирикмалар, мураккаб эфирлар, кетонлар, альдегидлар, бирламчи аминлар, кислота амидлари, спиртлар ва карбон кислоталар.

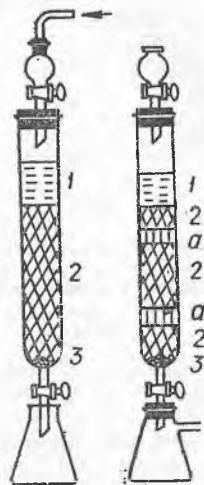
Юқорида кўрсатиб ўтилганидек, аралашма сорбент орқали ўтганида компонентлар ажралади. Ҳаракатчан фаза сифатида турли органик эритувчилар ишлатилади; улар қутбллилигига қараб танланади. Эритувчиларнинг «элюотрон қатор»и мавжуд бўлиб, улар қутбллилигининг ортиб боришига қараб жойлашган: петролей эфир, циклогексан, тетрагорметан, бензол, хлороформ, диэтил эфир, этилацетат, ацетон, этанол, сув, сирка кислота ва пиридин. Бу қаторда эритувчилар қутбли сорбентга адсорбцияланиш хоссасининг ортиб бориши асосида жойлаштирилган. Юқорида айтилганларга кўра айни бир органик мода сорбентга қутбсиз эритувчидан қутбли эритувчига нисбатан кучли адсорцияланади. Ва, аксинча, адсорбцияланган моддани адсорбентга мойиллиги кучли бўлган эритувчи билан ювиб чиқариш мумкин. Адсорбцион хроматографиянинг икки усули кўпроқ ишлатилади: колонкада ва юпқа қатламда олиб бориладиган хроматография.

Колонкадаги хроматография. Адсорбцион хроматография хроматографик колонкаларда — ичига қаттиқ адсорбент (сурилмайдиган фаза) тўлдирилиб, вертикаль ҳолатда жойлаштирилган шиша найларда ўтказилиши мумкин. Хроматография учун олинган суюқлик юқоридан пастга оқади. Эритмадаги компонентларнинг (суюқ ёки қаттиқ моддалар бўлиши мумкин) адсорбентга, эритувчиларга мойиллиги ҳар хил бўлади. Шунинг учун компонентлар адсорбентга ҳар хил адсорбцияланади ва колонкадан турли тезликда оқиб ўтади. Сорбент қаватининг юқори қисмига адсорбцияланиши турлича бўлган А+В



23-расм. Моддаларни сорбентда ажратиш схемаси:

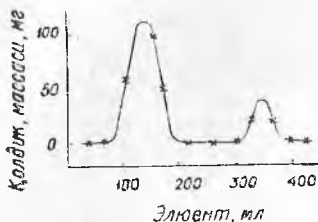
A + B — моддалар аралашмаси;
E — элюент; C — сорбент.



24-расм. Хроматографик колонкалар:

1 — элюент; 2 — сорбент; 3 — шиша пахта; а — моддалар зонаси.

модда аралашмаларнинг эритмаси қўйилади. Сўнг колонкадан E (элюент) эритувчи ўтказилганда колонкада A ва B моддалар силжийди (23-расм). Агар моддалар рангли бўлса, уларнинг ажралиш зонаси яхши кўринади (23, 24-расмлар). Айрим ҳолларда ультрабинафша нурлар таъсирида моддаларнинг колонкада флюоресценцияланишидан ажралишини кузатиш мумкин. Баъзан флюоресценцияланувчи адсорбентлар ишлатилади. Шундай йўллар билан хроматограмма ҳосил бўлади. Одатда, моддани эритувчи (элюент) билан узоқ муддат давомида колонкада ювиб, ажратиб олиш афзал қўрилади. Бунда моддалар аста-секин пастга туша бошлайди ва уларни сорбент қаватидан ювиб тушириш мумкин. Эритувчини ҳайдаб, модда ажратиб олинади. Колонка сифатида (ўлчами 15 x 1 см, 25 x 2 см, 40 x 3 см, 50 x 4 см ли) жўмракли шиша найлар ишлатилади. Адсорбент стунининг диаметри билан узунлигининг нисбати 1:5; 1:10; 1:20 каби бўлади. Колонканинг тубига шиша пахта қўйилади. Адсорбент суспензия кўринишида ишлатиладиган эритувчи билан биргаликда колонкага солинади ёки олдин колонкага эритувчи қўйиб, устига адсорбент солиб чўктирилади. Адсорбент устки қавати ювилиб кетмаслиги учун колонканинг юқори қисмига, яъни адсорбент устига шиша пахта солинади. Эритувчининг ортиқчаси колонканинг жўмраги орқали чиқариб юборилади. Аралашма эритилган элюент томизгич ворон-



25- расм. Моддаларнинг элюентлаш эгри чизиғи (энг юқори нуқталар хроматографик колонкада ажратиб олинган моддалар миқдорини кўрсатади).

ювилаётган бўлса, эритувчи қуйиш давом эттирилади, модданинг колонкада ажралган қаватлари алоҳида-алоҳида юшиб олинади.

Рангсиз моддалар аралашмасини ажратишда барабар ҳажмдаги фракцияларни ажратиб олиб ювишга аҳамият берилди ва сўнгра эритувчи ҳайдалади. Ажратиб олинган модданинг константалари аниқланади. Фракциялардаги моддаларнинг миқдорига қараб, аралашманинг элюентлаш графиги тузилади (25- расм).

Юпқа қатламли хроматография. Кейинги вақтда сорбентнинг юпқа қатламида хроматографиялаш кенг қўлланилмоқда. Жуда оз миқдордаги моддаларни ажратишда юпқа қатламли хроматографиядан фойдаланилади. Бунда аралашма қисқа вақт ичида сорбентнинг юпқа қатламида ажратилади. Юпқа қатламли сорбент тайёрлашнинг икки хил усули бор: ёпишган ёки ёпишмаган қатлам ҳосил қилиш. Ёпишган қатламлар ҳосил қиладиган сорбентлар сифатида магний, алюминий, кальций оксидлари, магний карбонат ва силикагель ишлатилади. Ёпиштирувчи модда сифатида кальций сульфат, гуруч крахмали ва сув ишлатилади. Адсорбентнинг ёпишган қатламини тайёрлашда олдин бир идишга сорбент, ёпиштирувчи модда ва сув солиб қуюқ аралашма ҳосил қилинади. Кейин бу аралашма (9x12 см, 13x7 см) шиша пластинкага солиниб, устидан махсус валик юргизилади ва қалинлиги 0,25—2 мм ли қатлам ҳосил қилинади. Сўнгра пластинка 110—120°C да қуритилади. Ёпишмаган юпқа қатлам ҳосил қилиш учун ҳар хил адсорбентлардан фойдаланилади, лекин асосан алюминий оксид ва силикагель ишлатилади. Ёпишмаган юпқа қатлам тайёрлаш учун ҳам худди юқоридагидек шиша пластинкалардан фойдаланиш мумкин. Пластинкага сорбент солинади ва унинг устидан ортиқча миқдордаги адсорбентни олиб туриб, валик юргизилади. Диаметри 10 мм, узунлиги эса пластинка энидан бир неча марта узун бўлган шиша таёқча валик вазифасини ўтай-

ка орқали колонкага қуйиб турилади. Сўнгра колонкадан элюент ўтказилади, бунда, адсорбент устида доимо элюент бўлиши, яъни адсорбент қуриб қолмаслиги керак (24- расм). Адсорбент стунининг қаршилиги кўп бўлса, эритувчи колонка орқали жуда секин ўтади. Бундай ҳолларда, элюент колонкадан босим орқали ўтказилади ёки сув насос билан сўриб олинади. Агар моддалар рангли бўлса, уларнинг ажраллиши зоналарга тақсимланиши асосида кўзатилади. Агар хроматограмма

ди. Валикнинг икки учига резина найдан қирқиб олинган ҳалқа кийгизилади. Най деворининг қалинлиги шундай бўлиши керакки, у сорбент устида юргизилганда ҳосил бўладиган қатламнинг қалинлиги 1 мм бўлсин.

Резина ҳалқаларни валикка шундай кийгизиш керакки, пластинкани иккала томонидан (адсорбентсиз) бўш жой қолсин.

Валикни металлдан ҳам қилиш мумкин, бунда у пластинкадан юргизилади. Пластинка учун махсус қурилма қилиш мумкин.

Пластинка четидан 1,5—2 см ичкарида, пластинкага кўндаланг қилиб ип тортиб, шу ип ёрдамида чизиқ тортилади. Бу чизиқ старт чизиғи ҳисобланади ва унга капилляр билан эритмадан томчилар томизилади. Ҳар бир нуқтага томизиладиган модда 1 мг дан ортмаслиги керак. Модда сорбентга томизилгандан кейин эритувчи буғлантирилади, пластинкани эса олиб, 1,5—2 см қалинликда эритувчи қуйилган кюветага қия қилиб жойлаштирилади. У кичик бурчак остида қия бўлиши керак. Агар бурчак катта бўлса, адсорбент тўкилиб кетади. Пластинканинг старт қисми элюентга тегиб турмаслиги лозим. Эритувчи пластинканинг деярли теппасигача чиққач, пластинка оливади ва ундан эритувчининг баландлиги қайд этилади. Хроматографиялаш вақтида элюент буғланмаслиги учун пластинка билан кювета беркиладиган идишда бўлиши керак. Баъзан элюент сифатида эритувчилар аралашмаси ишлатилади, шунинг учун хроматографиялаш вақтида эритувчиларнинг нисбатини доимий сақлаш керак. Рангсиз моддаларни хроматографиялашда, процесс тугагач пластинка осон адсорбцияланадиган моддалар муҳитига туширилади. Бунда пластинкадаги тоза сорбент рангли бўлиб қолади, модда (унинг дори) эса рангсизланади. Айрим ҳолларда адсорбент ҳам, модда ҳам рангли бўлиб қолади, лекин улар рангининг интенсивлиги бир-биридан фарқ қилади. Йод ана шундай рангланттирувчи моддадир. Пластинкани йодли идишга туширишдан олдин пластинкадаги эритувчи буғланиб бўлиши керак.

Хроматографиялангандан кейин модда доғининг жойланиши R_f (фронтлар нисбати) билан характерланади.

$$R_f = \frac{\text{Старт нуқтасидан хроматограмма доғининг ўртасигача бўлган масофа}}{\text{Эритувчининг старт нуқтасидан бошлаб ўтган масофа}}$$

R_f нинг қиймати сорбент ва элюентнинг сифатига боғлиқ бўлганлиги учун текшириладиган модданинг R_f ини солиштириш мақсадида ўша пластинкага томизилган намуна модданинг R_f и билан таққосланади. Солиштириш учун намуна модда сифатида бошқа усул билан олинган тоза модда ишлатилади.

Тақсимлаш хроматографияси

Тақсимлаш хроматографияси синалаётган аралашмадаги компонентларнинг бир-бири билан аралашмайдиган икки суёқ фазада тақсимланиш коэффициентининг фарқига асосланади. Бунда фазалардан биттаси қўзғалмайдиган бўлиб, қаттиқ адсорбентларнинг тешиклариди бўлади. Қаттиқ адсорбент сифатида целлюлоза силикагели, крахмал ишлатилади. Қўзғолмайдиган фаза нисбатан анча қутбли эритувчидан иборат бўлиши керак, акс ҳолда қўзғаладиган фаза сорбент тешикларидан қўзғалмайдиган фазани сиқиб чиқаради. Бундай фаза қоғозга адсорбцияланган ёки силикагелга қўшилган сувдир. Хроматография колонкада бажариладиган ва қоғоз хроматографияси бўлади.

Колонкада бажариладиган тақсимлаш хроматографияси. Колонкага қўзғалмайдиган фазадаги сорбент тўлдирилади. Моддалар аралашмаси қўзғаладиган фаза сифатида ишлатилаётган эритувчида эритилиб, колонканинг юқори қисмига куйилади. Сўнгра колонка қўзғаладиган фаза билан ювилади. Бунда моддалар зоналарга ажралади. Уларни алоҳида элюентлаб олиш мумкин. Элюент танлашда шунга эътибор бериш керакки, элюент сорбентдаги сурилмайдиган фазада минимал миқдорда эрийдиган бўлиши лозим. Сорбентнинг массаси унга солинадиган аралашма массасидан 1000—3000 марта ортиқ бўлиши керак.

Қоғоздаги хроматография. Қоғоз хроматографиясида сорбент сифатида махсус целлюлозали филтр қоғоз ишлатилади. Хроматография қоғозининг бир неча сорти бўлиб, улар қалинлиги ва шимиш хоссасига кўра бир-биридан фарқ қилади. Баъзан бундай қоғозлар сирка ангидрид билан ишланади. Бунда целлюлоза ацетилланиб мураккаб эфир группалари ҳосил бўлади. Бу қоғознинг адсорбцион хоссаларини ўзгартиради.

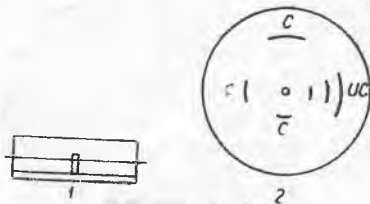
Қоғоз таркибида ҳамма вақт бўладиган сувдан ташқари бошқа қўзғалмайдиган фаза юқори қутбли моддалар ҳам бўлиши мумкин. Сув буғлари билан тўйинган қутбли эритувчилар ёки уларнинг аралашмалари қўзғаладиган фаза вазифасини ўтайди.

Хроматография учун хроматография қоғозининг варағи ёки узун бўлаги ишлатилади. Қоғознинг ўлчами қўзғаладиган фаза ҳамда идишнинг ўлчамига қараб олинади. Қоғознинг четилан 3 см ичкарига қалам билан чизилади. Кейин бу чизиққа орасини 2—2,5 см қилиб, капилляр билан ажратиладиган молла эритмасидан ва солиштириладиган эритмадан томизилади. Томчи ҳосил қилган доғнинг диаметри 1 см дан ортмаслиги керак. Қоғоздаги моддаларнинг концентрациясини ошириш учун уларни қуритиб, яна модда эритмасидан томизилади. Қайта томизиларган молла намунаси миқдори эритманинг концентрациясига боғлиқ. Одатда 1 мл ида 0,5—1 мг модда бўлган концентрацияли эритмалар ишлатилади.

Айрим ҳолларда қоғознинг энига бир неча қатор томчилар томишиш мумкин. Хроматограмма қоғози қуригач, қоғознинг четлари идиш деворларига тегмасдан фақат бир учи эритмага тушиб турадиган хроматограмма колонкага туширилади. Қўзғаладиган фэза ва ундаги компонентлар буғланмаслиги учун идиш яхшилаб беркитилади. Синалаётган эритма томчилари (старт чизиги) идишдаги эритма сатҳидан 2—3 см юқорида бўлиши керак. Эритувчи қоғознинг охирига етгач, хроматограмма олинади ва қуриштилади. Хроматограмма қуририлганидан ва очилтирилганидан кейин R_f компонентлари юққа қатламли хроматографиядаги каби аниқланади. Хроматограммада элюентнинг тарқалиш усулига қараб хроматография кўтарилиб борувчи, паслашувчи ва радиал хроматографияга бўлинади.

Рангсиз моддаларнинг хроматограммасини олишда хроматограммага аралашма компонентлари билан рангли реакция берадиган реагент таъсир эттирилади. Агар моддалар люминесценцияланиш хоссасига эга бўлса, хроматограмма ультрабинафша нурлар билан ёритилади. Қоғоз хроматографияси ва, умуман, тақсимланиш хроматографияси аралашмаларни аналитик усул билан аниқлашда ишлатилади.

Радиал хроматография. Хроматографиялаш диаметри 6—15 см ли доирача шаклидаги қоғозда ўтказилади. Диск марказидан радиуси 1,5—2,0 см ли доирача тизиб, унга синалаётган ва стандарт эритмалардан бир томчидан томизилади. Айлананинг марказида кичикроқ тешик қилиб, ундан филтр қоғозидан ясалган пиллик ўтказилади. Пиллик идишдаги эритувчига тегиб туриши керак. Идиш тенг диаметри иккита



26- расм. Қоғозда радиал хроматографиялаш:

1 — хроматограмма олинган асбоб; 2 — қоғозга тушириб бўлингандан кейинги хроматограмма; $с$ — синалаётган аралашма; $с$ — «намуна».

Петри косачасидан иборат. Қосачаларнинг бирига эритувчи қуйиб, сўнгра хроматограмма қуйилади ва устига иккинчи косача тўнтарилади. Хроматограмма дискиннинг диаметри косачаларнинг диаметридан 1—1,5 см катта бўлиши керак (26- расм).

Эритувчи пиллик оққали қоғозга ўтиб, диск бўйлаб айланиб тарқалади. Эритувчи диск четига етишига 0,5—1,0 см қолганда қоғоз идишдан олинади. Кейин хроматограмма қуриштилади ва аралашма компонентларининг табиатига мос ишлов берилади. Юқорида келтирилган формулага кўра R_f ҳисобланади.

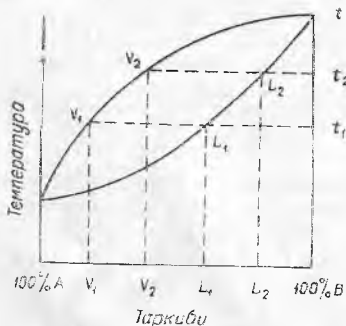
Ҳайдаш

Ҳайдаш кўпинча органик синтезда органик моддаларни тозалаш ва ажратиб олишда қўлланилади. Ҳайдашда моддалар қайнатилиб, буғ ҳолатига келтирилади. Сўнгра буғлар совитгичда суюқликка айланади. Ҳайдаш вақтида паст температурада қайнайдиган моддалар миқдори буғ фазада суюқ фазадагига нисбатан кўп бўлади. Бундай буғлар конденсатланганда паст температурада қайнайдиган фракцияли янги таркибли суюқлик ҳосил бўлади (27-расм).

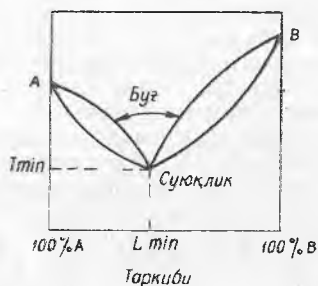
Тоза моддалар ҳайдалаётганда қайнаш температураси доимий бўлади, чунки суюқлик ва унинг буғи таркиби бир хил бўлади.

Суюқ моддаларни ҳам, қаттиқ моддаларни ҳам ҳайдаш мумкин. Ҳайдаш усулининг энг зарур шarti моддаларнинг юқори температурага чидамли бўлишидир. Агар модда вакуумда ҳайдаладиган бўлса, унинг қайнаш температурасини $100\text{--}150^\circ\text{C}$ га пасайтириш мумкин. Қайнаш температураси 200°C дан юқори бўлган моддаларни вакуумда ҳайдаш айниқса самаралидир. Чунки вакуумда қайнаш температураси пасайиб, модда парчаланishга учрамайди, унинг миқдори кўп камаймайди.

Айрим бирикмалар маълум нисбатларда ҳайдалганда суюқ фазанинг таркиби буғ фазанинг таркибидан фарқ қилмайди, яъни бу аралашмалар индивидуал моддалар сингари битта қайнаш температурасига эга. Бундай аралашмаларнинг ҳолат диаграммасида қайнаш температурасининг минимум ёки максимум нуқтаси кузатилади. Бу нуқтада ҳамма аралашма қайнайди ва ҳайдалади, яъни моддалар бир-биридан ажралмайди. Бундай аралашмалар алоҳида қайнамайдиган ёки азеотроплар дейилади (28-расм). Ҳайдашнинг оддий ва фракцияларга бў-



27-расм. Суюқлик-буғ системасининг эгри мувозанат ҳолатлари.



28-расм. Қайнаш температурасининг минимум нуқтасидаги аралашмаларнинг суюқлик-буғ таркиби эгри чизиги.

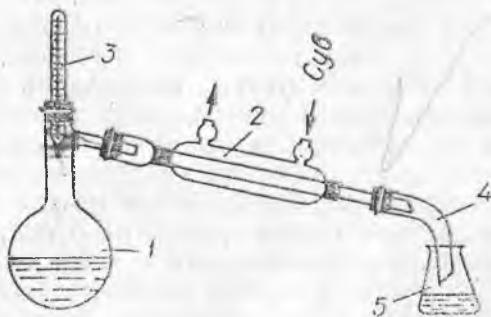
либ ҳайдаш усули мавжуд. Оддий ҳайдашда дистиллат битта идишга йиғилади. Фракцияларга бўлиб ҳайдашда эса моддаларнинг қайнаш температурасига қараб, улар фракцияларга ажратилади ва алоҳида идишларга йиғилади.

Шароитга қараб ҳайдаш уч хил бўлади: 1) атмосфера босимида ҳайдаш; 2) кичик босим остида, яъни вакуумда ҳайдаш; 3) сув буғи билан ҳайдаш.

Атмосфера босимида ҳайдаш. Тоза суюқликларни қайнаш температураси бир-биридан анча фарқ қиладиган суюқликларни ажратиш учун учмайдиган компонентлардан суюқликларни ҳайдашда оддий ҳайдаш ёки атмосфера босими остида ҳайдаш усулидан фойдаланилади. Атмосфера босимининг ўзгариши суюқликларнинг қайнаш температурасига таъсир қилади. Суюқлик буғ босими атмосфера босимига тенглашганда қайнайди, демак, атмосфера босими камайганда суюқликнинг қайнаш температураси пасаяди. Агар бу тахминан ҳисобланса, яъни атмосфера босими 10 мм симоб устунига пасайганда модданинг қайнаш температураси 760 мм симоб устунидигига нисбатан $0,5^{\circ}\text{C}$ га пасаяди.

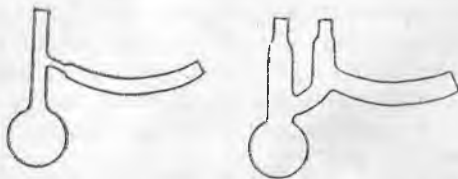
Оддий ҳайдаш асбоби ён найчали туби юмалоқ колба (Вюрц колбаси), термометр, совитгич, алонж ва йиғиш колбасидан иборат. Қайнаётган суюқлик буғи совитгичга ўтиб конденсатланади (29-расм). Шунинг учун колба ён найчасининг ҳолатига қараб, суюқликнинг қайнаш температурасига мос равишда танланади. Агар ҳайдаладиган модданинг қайнаш температураси юқори бўлса, колбанинг ён найчаси пастга томон эгилган бўлиши керак. Агар қайнаш температураси паст бўлса, колбанинг ён найчага тик қан бўлиб, колбанинг бугзидан юқорига кўтарилган бўлиши керак.

Ҳайдаш учун дефлегматорли ҳар қандай туби юмалоқ колбадан фойдаланиш мумкин. Дефлегматор ҳайдаш вақтида суюқликни яхши ажратади. Хона температурасида қотадиган моддалар «қиличсимон» найли колбаларда ҳайдалади (30-расм). Суюқлик миқдори колба ҳажмининг $\frac{2}{3}$ қисмидан ортмаслиги керак.



29- расм. Ҳайдаш асбоби:

1 — Вюрц колбаси; 2 — совитгич; 3 — термометр; 4 — форпигтосс; 5 — йиғиш.



30- расм. «Қиличсимон» колбалар.

Жуда катта ҳажмли колба ишлатилганда уни тўлдирган буғ конденсациялангандан кейин анча суюқлик қолади. Олдин асосий модда таркибидаги эритувчини, кейин эса асосий моддани ҳам ҳайдаш керак бўлган ҳолларда ҳайдаш колбасининг ҳажми эритувчининг миқдорига эмас, балки асосий модданинг миқдорига мувофиқ танланади. Бунда эритувчи ҳайдаш процессида томизгич воронка орқали оз-оздан ҳайдаш колбасига қўйилади.

Термометрни колбага шундай ўрнатиш керакки, унинг симобли шариги буғ чиқадиган найча тешигидан 0,5 см пастда туриши ва буғ билан ювилиб туриши керак.¹

Колбанинг ён найчасига пастга қия қилиб совитгич уланади. Совитгичда модда буғлари конденсацияланади. Бунинг учун Либих совитгичи жуда қулайдир. 120—130°C гача қайнайдиған суюқликларни ҳайдашда сувли совитгичдан фойдаланилади. Қайнаш температураси юқори, яъни 120—160°C орасида қайнайдиған моддаларни ҳайдашда совуқ сув оқими тўхтатилади ёки сув бутунлай совитгичдан тушириб юборилади. 160°C дан юқори температурада қайнайдиған моддаларни ҳайдашда ҳайдалаётган модданинг буғлари ҳаво совитгичида совитилади.

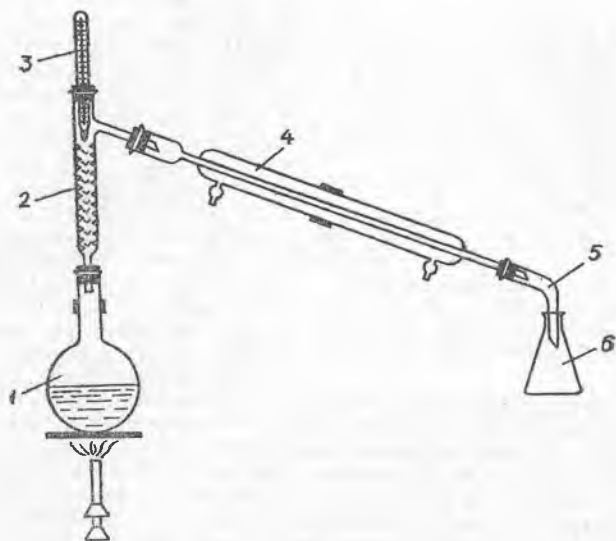
Қайнаш температураси 100°C гача бўлган ёнувчан моддалар сув ҳаммомида қиздирилади. Ҳаммомнинг температурасини бирдек сақлаш учун унга қайноқ сув қўйиб турилади. Сув ҳаммомини тўғридан-тўғри ҳайдаш колбасининг тагида қиздириш мумкин эмас.

Спирт, ацетон, бензолни қиздиришда сув ҳаммоми усти берк электр плиткаларда ёки очик плитка бўлса, плитка устига асбест лист ёпиб иситилади. Қайнаш температураси 100°C дан юқори бўлган ёнувчан моддаларни электр плиткаларда, газ алангаси устида иситиладиган ҳаммомларда, айрим ҳолларда эса тўр қўйилган газ алангасида қиздириш мумкин. Ҳайдашда йиғгич колба сифатида ҳар қандай туби ясси колбадан фойдаланиш мумкин. Ҳайдалаётган модда ҳаво намлигини шимадиган ёки нам таъсир қиладиган бўлса, совитгичнинг охирига ён найчасига кальций хлоридли найча уланган алонж кийгизилади. Алонж пробка ёрдамида йиғгич колбага герметик қилиб уланади.

Моддани ҳайдашдан олдин, асбоб ичидаги босим атмосфера босими билан бир хил бўлиб туришига ишонч ҳосил қилиш керак. Акс ҳолда ҳайдаш вақтида портлаш юз бериши мумкин.

Ҳайдаш колбасига бир неча дона пемза ёки бир томони суюқлантириб кавшарланган шиша найчалардан иборат капилляр қайнатгичлар солинади. Қайнатгичлардан бир текис майда пуфакчалар чиқиб туради ва шундай қилиб, модда бир текис қайнайди. Қайнатгичлардан фақат бир марта фойдаланиш мумкин, чунки эритма совитилганда қайнатгичларнинг тешиклари суюқликка тўлиб қолади ва навбатдаги ишга яроқсиз.

¹ 180°C дан юқори температурада қайнайдиған моддаларни ҳайдашда симоб устунига тузатма киритиш керак. («Қайнаш температурасини аниқлаш»га қаралсин)



31- расм. Фракцияларга бўлиб ҳайдаш асбоби:

1 — ҳайдаш колбаси; 2 — дефлегматор; 3 — термометр; 4 — совитгич; 5 — алонж;
6 — йиғич-колба.

бўлади. Қайнатгичлар фақат совуқ суюқликка солинади. Қайнатгичларни ҳеч вақт қайнаш даражасигача иситилган суюқликка солиб бўлмайди. Қаттиқ қайнаб кетса, колбаларда суюқлик тўкилиб, ёнғин чиқиши мумкин.

Фракцияларга бўлиб ҳайдаш. Қайнаш температураси биридан анча фарқ қиладиган ва ҳайдаш вақтида ўзаро азеотроп моддалар ҳосил қилмайдиган аралашмаларни ажратишда фракцияларга бўлиб ҳайдаш усулидан фойдаланилади.

Аралашма дефлегматор 2 ли ҳайдаш колбаси 1, термометр 3, совитгич 4, алонж 5 ва йиғич колба 6 дан иборат (31-расм) асбобда ҳайдалади. Асбобни йиғиб ва ўрнатиб бўлгандан кейин дефлегматордан термометрни олиб, ўрнига воронка қўйилади (унинг учи дефлегматорнинг най тешигидан пастга тушиб туриши керак) ва аралашма қўйилади. Колбага ҳар гал суюқлик қуйишда шундай қилинади.

Икки моддадан иборат аралашма қайнаш температурасига қараб фракцияларга бўлиб ҳайдалади ва ҳар бир йиғиб олинган фракция яна қайтадан фракцияларга бўлиб ҳайдалади. Биринчи марта ҳайдалганда одатда, уч хил фракция йиғиб олинади. Асбобни шундай қиздириш керакки, ҳайдалаётган дистил-

Жуда катта ҳажмли колба ишлатилганда уни тўлдирган буғ конденсациялангандан кейин анча суюқлик қолади. Олдин асосий модда таркибидаги эритувчини, кейин эса асосий моддани ҳам ҳайдаш керак бўлган ҳолларда ҳайдаш колбасининг ҳажми эритувчининг миқдорига эмас, балки асосий модданинг миқдорига мувофиқ танланади. Бунда эритувчи ҳайдаш процессида томизгич воронка орқали оз-оздан ҳайдаш колбасига қўйилади.

Термометрни колбага шундай ўрнатиш керакки, унинг симобли шариги буғ чиқадиغان найча тешигидан 0,5 см пастда туриши ва буғ билан ювилиб туриши керак.¹

Колбанинг ён найчасига пастга қия қилиб совитгич уланади. Совитгичда модда буғлари конденсацияланади. Бунинг учун Либих совитгичи жуда қулайдир. 120—130°C гача қайнайдиغان суюқликларни ҳайдашда сувли совитгичдан фойдаланилади. Қайнаш температураси юқори, яъни 120—160°C орасида қайнайдиغان моддаларни ҳайдашда совуқ сув оқими тўхтатилади ёки сув бутунлай совитгичдан тушириб юборилади. 160°C дан юқори температурада қайнайдиغان моддаларни ҳайдашда ҳайдалаётган модданинг буғлари ҳаво совитгичида совитилади.

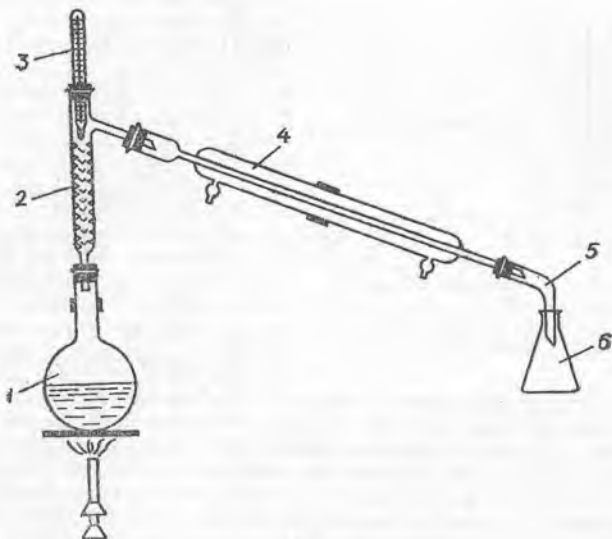
Қайнаш температураси 100°C гача бўлган ёнувчан моддалар сув ҳаммомида қиздирилади. Ҳаммомнинг температурасини бирдек сақлаш учун унга қайноқ сув қўйиб турилади. Сув ҳаммомини тўғридан-тўғри ҳайдаш колбасининг тагида қиздириш мумкин эмас.

Спирт, ацетон, бензолни қиздиришда сув ҳаммоми усти берк электр плиткаларда ёки очиқ плитка бўлса, плитка устига асбест лист ёпиб иситилади. Қайнаш температураси 100°C дан юқори бўлган ёнувчан моддаларни электр плиткаларда, газ алангаси устида иситиладиган ҳаммомларда, айрим ҳолларда эса тўр қўйилган газ алангасида қиздириш мумкин. Ҳайдашда йиғгич колба сифатида ҳар қандай туби ясси колбадан фойдаланиш мумкин. Ҳайдалаётган модда ҳаво намлигини шимадиган ёки нам таъсир қиладиган бўлса, совитгичнинг охирига ён найчасига кальций хлоридли найча уланган алонж кийгизилади. Алонж пробка ёрдамида йиғгич колбага герметик қилиб уланади.

Моддани ҳайдашдан олдин, асбоб ичидаги босим атмосфера босими билан бир хил бўлиб туришига ишонч ҳосил қилиш керак. Акс ҳолда ҳайдаш вақтида порглаш юз бериши мумкин.

Ҳайдаш колбасига бир неча дона пемза ёки бир томони суяқлантириб кавшарланган шиша найчалардан иборат капилляр қайнатгичлар солинади. Қайнатгичлардан бир текис майда пуфакчалар чиқиб туради ва шундай қилиб, модда бир текис қайнайди. Қайнатгичлардан фақат бир марта фойдаланиш мумкин, чунки эритма совитилганда қайнатгичларнинг тешиклари суюқликка тўлиб қолади ва навбатдаги ишга яроқсиз.

¹ 180°C дан юқори температурада қайнайдиغان моддаларни ҳайдашда симоб устунига тузатма киритиш керак. («Қайнаш температурасини аниқлаш»га қаралсин)



31-расм. Фракцияларга бўлиб ҳайдаш асбоби:

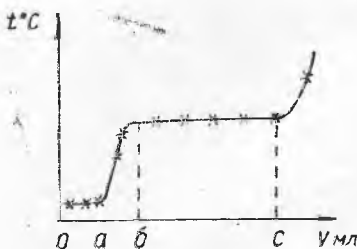
1 — ҳайдаш колбаси; 2 — дефлегматор; 3 — термометр; 4 — совитгич; 5 — алонж;
6 — йиғич-колба.

бўлади. Қайнатгичлар фақат совуқ суюқликка солинади. Қайнатгичларни ҳеч вақт қайнаш даражасигача иситилган суюқликка солиб бўлмайди. Қаттиқ қайнаб кетса, колбаларда суюқлик тукилиб, ёнғин чиқиши мумкин.

Фракцияларга бўлиб ҳайдаш. Қайнаш температураси бири-бирдан анча фарқ қиладиган ва ҳайдаш вақтида ўзаро азеотроп моддалар ҳосил қилмайдиган аралашмаларни ажратишда фракцияларга бўлиб ҳайдаш усулидан фойдаланилади.

Аралашма дефлегматор 2 ли ҳайдаш колбаси 1, термометр 3, совитгич 4, алонж 5 ва йиғич колба 6 дан иборат (31-расм) асбобда ҳайдалади. Асбобни йиғиб ва ўрнатиб бўлгандан кейин дефлегматордан термометрни олиб, ўрнига воронка қўйилади (унинг учи дефлегматорнинг най тешигидан пастга тушиб туриши керак) ва аралашма қўйилади. Колбага ҳар гал суюқлик қўйишда шундай қилинади.

Икки моддадан иборат аралашма қайнаш температурасига қараб фракцияларга бўлиб ҳайдалади ва ҳар бир йиғиб олинган фракция яна қайтадан фракцияларга бўлиб ҳайдалади. Биринчи марта ҳайдалганда одатда, уч хил фракция йиғиб олинади. Асбобни шундай қиздириш керакки, ҳайдалаётган дистил-



32- расм. Аралашмаларни ҳайдаш гра-
фиғи.

ca — I фракция; ab — II фракция; bc — III
фракция.

даги боғланиш графиги тузилади (32- расм). Аралашмани бир-
бирдан яхшироқ ажратиш мақсадда иккинчи марта қайта ҳай-
далади. Ҳайдаш қолбасига биринчи фракцияни солинади ва у
олдинги қайнаш температурасида ҳайдалади. Охириги чиқаётган
модда бугининг температураси дастлабки температурасининг
энг юқори чегарасига етганда ҳайдаш тўхтатилади. Асбоб сови-
тилиб, ҳайдаш қолбасига иккинчи фракция қўшилади ва яна ҳай-
далади, дастлаб биринчи фракция қайнаш интервалидаги дис-
тиллат йиғилади, сўнгра иккинчи фракциянинг қайнаш интерва-
лида иккинчи фракция йиғилади. Шундай қилиб, иккинчи ва
учинчи фракциялар ҳам қайта ҳайдалади. Ҳар бир фракция-
ларни ҳайдаш вақтида, албатта, янги қайнатгич булакчалари со-
лиш керак.

Сув буғи билан ҳайдаш. Органик моддаларни бошқа мод-
даларнинг буғи билан ҳайдаб тозалаш, қайта кристаллаш ва
оддий ҳайдаш усули билан тозалашга қараганда самаралироқ-
дир. Реакция маҳсулотлари таркибида кўп миқдорда смола қў-
шиммалари бўлса, кўпинча буғ билан ҳайдаб тозаланади. Кў-
пинча сувда кам эрийдиган ва сув билан реакцияга киришмай-
диган моддалар сув буғи билан ҳайдалади. Сув ва сув билан
аралашмайдиган моддалар аралашмасини ҳайдаш 100°C тем-
пература атрофида қайнайидиган компонентларни ажратиб олиш
учун ёрдам беради. Таркибидаги моддалардан бири сув буғи
билан учиб кетадиган аралашмалар сув буғи билан ҳайдалади.

Бир-бири билан аралашмайдиган моддалар аралашмасининг буғи
Дальтон қонунига бўйсунмайди; бу қонунга кўра аралашма устидаси
буғ босимининг умумий миқдори аини температуралаги ҳар бир ком-
понентнинг буғ босими йиғиндисига тенг бўлади. Бир-бири билан
аралашмайдиган ва ўзаро реакцияга киришмайдиган икки суюқлик
аралашмаси сув буғининг босими ($P_{\text{H}_2\text{O}}$) билан модда буғ босими-
нинг (P_d) йиғиндиси атмосфера босимига тенглашганда, яъни

дат йиғиш идишга минутига
30—40 томчидан тушиб тур-
син. Температура биринчи тур-
даннинг қайнаш интервалига
етгач, фракция биринчи йиғин-
га йиғилади. Сўнг йиғиш ал-
маштирилади. Қиздиришни уз-
луксиз давом эттириб, иккинчи
фракцияни йиғиб олгач яна
йиғиш алмаштирилади, унга
учинчи фракция йиғилади. Ҳай-
даш қолбасида 3—4 мл суюқ-
лик қолганда қиздириш тўхта-
тилади. Ҳайдаш фракциялари-
ни характерлаш учун дистил-
латлар билан аралашмани
қайнаш температураси ораси-

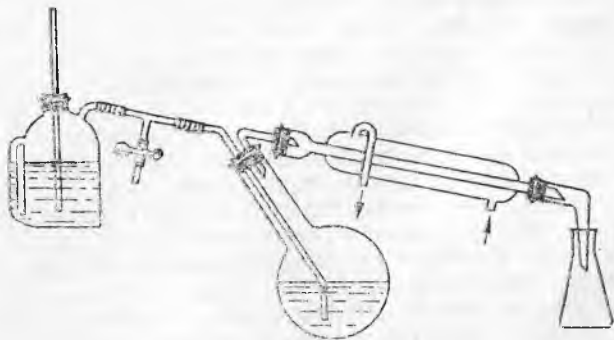
$$p = p_A + p_{H_2O}$$

бўлганда қайнайди. Бинобарин, икки аралашмайдиган сузқуликнинг қайнаш температураси улардаги ҳар қайси компонентнинг қайнаш температурасидан паст бўлади, яъни аралашма 100°C дан пастга қайнай бошлайди. Аралашма буғининг умумий босими ундаги компонентлар миқдорининг ўзаро нисбатига боғлиқ эмас. Аралашманинг қайнаш температурасида, яъни буғ фазасида компонентларнинг массаси уларнинг молекуляр массаси билан парциал босими бир-бирига боғлиқ бўлади:

$$\frac{W_A}{W_{H_2O}} = \frac{p_A \cdot M_A}{p_{H_2O} \cdot 18,02}$$

бунда $\frac{W_A}{W_{H_2O}}$ модда ва сувнинг массаси, p_A , p_{H_2O} аралашманинг қайнаш температурасидаги модда ва сувнинг парциал босимлари, M_A — модданинг молекуляр массаси.

Сув буғи билан ҳайдаш асбоби буғ ҳосил қилувчи идиш, колбага буғ ўтадиган найлар, узун бўғизли ҳайдаш колбаси, буғ ўтказувчи най, совитгич, алонж ва йиғич-колбадан иборат (33-расм). Буғ ҳосил қилувчи сифатида юмалоқ ва ясси тубли катта сифимли колбалар, колба тубигача тегиб турадиган сақлагич металл най, буғ ҳосил қилгичлар ишлатилади. Сақлагич най орқали асбоб совиганда ҳаво кириб туриши керак. Буғ ҳосил қилгич тройник орқали резина най билан ҳайдаш колбасидаги учи $30-45^\circ$ ли бурчак остида эгилган ва колба тубигача туширилган буғ ўтказувчи найга уланади. Колбадан ҳайдалаётган буғлар буғ ўтказувчи най орқали сувли совитгичга ўтиб, унда конденсатланиб сув билан йиғич колбасига оқиб тушади. Сув буғи билан ҳайдаладиган модда о'зроқ сув билан ҳайдаш колбасига солиниб, колбанинг оғзи қўш найли резина пробка билан маҳкам берқитилади. Баъзан пробка колбага боғлаб қўйилади. Асбобнинг ҳамма қисмлари резина пробкалар ёрдами-

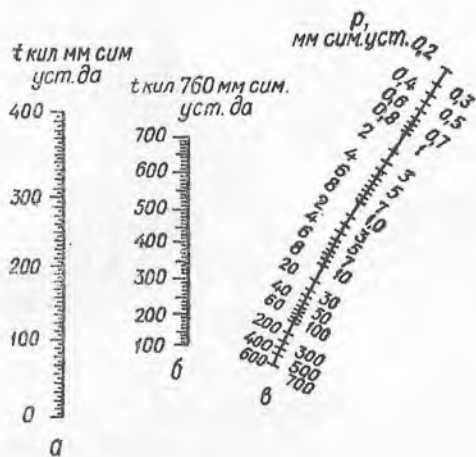


33-расм. Сув буғи билан ҳайдаш асбоби.

да маҳкам уланади ва буғ ҳосил қилгич қиздирилади. Сув қайнаб, буғ бир текисда тройникдан ўта бошлагач, тройникнинг учи темир қисқич билан беркитилади, сув буғлари ҳайдаш колбасига ўта бошлайди. Сув буғлари ҳайдаш колбасида конденсацияланиб қолмаслиги учун у сув ҳаммоми ёки сим тўр устида газ алангасида бир оз иситилади. Агар дистиллатнинг конденсацияланмаган буғлари совитгичдан чиқа бошласа, тройникдаги темир қисқични бир оз очиб, буғнинг миқдорини камайтириш керак. Қаттиқ моддаларни сув буғи билан ҳайдашда кўпинча моддалар совитгичда қотади. Бундай ҳолда совитгичга сув беришни тўхтатиш керак. Шундан кейин совитгичга келаётган буғ қотиб қолган маҳсулотни эритиб, йўл очилади. Совитгичга сувни аста-секин юбориш керак, акс ҳолда совитгич ичидаги най ёрилиб кетиши мумкин. Агар совитгичда қотиб қолган моддани буғ билан эритишнинг иложи бўлмаса, уни узун шиша таёқча билан итаришга тўғри келади. Дистиллатдан олинган намуна совитилганда икки фазага ажралиб қолиши тугамагунча ҳайдаш давом эттирилаверади. Сувнинг ўзи ҳайдала бошлаши билан тройникнинг қисқичи очилади, сўнг буғ ҳосил қилгични қиздириш тўхтатилади. Агар тройникнинг қисқичини очмай туриб қиздириш тўхтатилса, ҳайдаш колбасидаги суюқлик буғ ҳосил қилгичга тортилиб кетади. Қизиб кетган сув буғи қийин учувчан моддаларни ҳайдашда ишлатилади. Жуда қиздирилган сув буғи ҳосил қилиш учун ҳайдаш колбаси билан буғ ҳосил қилгич ўртасига буғ қиздиргич уланади. Оддий буғ қиздиргич сифатида мис зиг-заг ёки металл параллелепипед ишлатилади. Уларнинг зиг-заг каналлари орқали буғ ўтади. Буғ қиздиргичга термометр ўрнатиш учун гильза уланган бўлади. Гильза газ алангасида керакли температурага чам қиздирилади. Бунда ҳайдаш колбаси сув ҳаммомида қиздирилади. Ҳаммомнинг температураси буғ қиздиргичнинг температурасидан 10—15°C юқори бўлиши керак.

Кичик босим остида ҳайдаш. Айрим моддалар ҳайдалганда қисман, баъзан атмосфера босими остида ҳайдалганда тўлиқ парчаланиши мумкин. Агар паст босим остида (вакуумда) ҳайдалса, модданинг қайнаш температураси пасайиб кетади ва модданинг парчаланиш эҳтимоллиги камаёди. Одатда, қайнаш температураси 150°C дан юқори бўлган моддалар вакуумда ҳайдалади. Айрим моддаларнинг қайнаш температураси 150°C дан паст бўлса ҳам қисқа вақт давомида қиздиришга чидамли бўлмайди. Бундай ҳолларда ҳам моддани вакуумда ҳайдаш тавсия этилади. Босимнинг атмосфера босимига нисбатан икки марта камайиши модданинг қайнаш температурасини 15—20°C га пасайтиради. 5—10 мм симоб устуни қолдиқ босимда модданинг қайнаш температураси 100—150°C га пасаяди.

Номограмма (34-расм) ёрдамида ҳар қандай қолдиқ босимда ҳайдалаётган модданинг қайнаш температурасининг графигини тез ва осон аниқлаш мумкин. Агар номограммага тўғри



34- расм. Н омограмма:

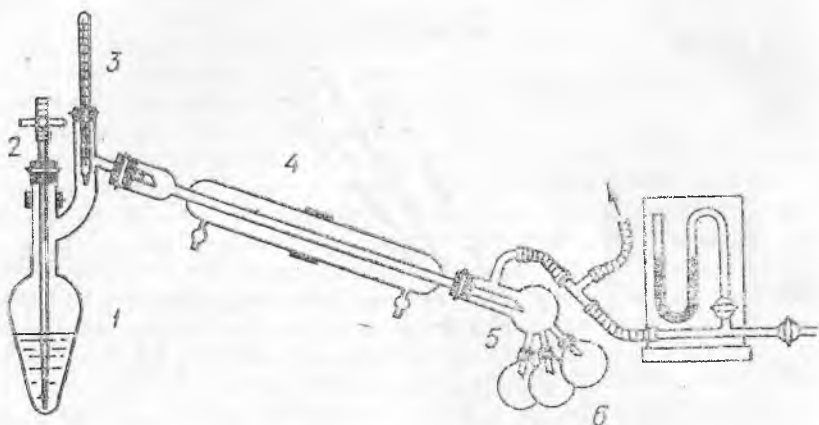
а—вакуумдаги қайнаш температураси; б — атмосфера босими остидаги қайнаш температураси, в — мм сим устдаги қолдиқ босим.

чизиқ ўтказилса, ўнг томонидаги шкаланинг қолдиқ босимга тенг нуқтасини, ўртадаги шкалани модданинг атмосфера босимидаги температурасига мос нуқтасини, чап томондаги шкалани модданинг камайтирилган босимдаги тахминий қайнаш температурасига мос нуқтасини кесиб ўтади. Кўпинча ҳайдаш камайтирилган босим 2—50 мм сим. уст. да олиб борилади. Лабораторияларда кичик босимли вакуум ҳосил қилиш учун сув пуркаш насослари ва ротацион-мой насосларидан фойдаланилади. Сув пуркаш насосида ҳосил қилинадиган босим сув буғининг босимига боғлиқ. Сувнинг температурасига қараб, сув пуркаш насоси босимни 6—15 мм. сим. уст. га камайтиради. Ротацион-мой насослар 0,05—0,1 мм сим. уст. гача камайтиради. Энг кичик камайтирилган босим 0,05 мм сим. уст. дан паст бўлиб, унга сиёмли ёки нормал диффузия насоси орқали эришиш мумкин.

Вакуум остида ҳайдаш асбоби ҳайдаш колбаси 1, совитгич 4, алонж 5, йиггич колбалар 6, термометр 3 ва капилляр 2 лардан иборат (35-расм).

Вакуум остида ҳайдашда фақат туби юмалоқ колбалар ишлатилади, туби яси колбалар ёрилиб, портлаши мумкин.

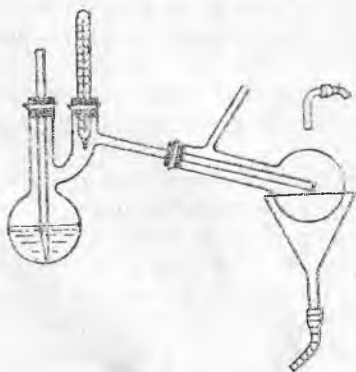
Вакуумда ҳайдаш учун кўпинча икки оғизли ва ён найчали Кляйзеи колбаси ишлатилади. Колбанинг оғзи шиша най ўриятилган пробка билан беркитилади; шиша найнинг учи узун, ингичка қилиб чўзилган бўлиб, колба тубига тегиб туриши керак. Капилляр орқали ўтаётган ҳаво ёки махсус берилаётган инерт газ пуфакчалари эритмани қизитмасдан ва сачратмасдан бир текис қайнатади. Капилляр орқали берилаётган ҳаво тезлиги шиша найга кийгизилган резинадаги қисқич орқали



35- расм. Паст босим остида ҳайдаш асбоби:

1 — ҳайдаш колбаси; 2 — капилляр; 3 — термометр; 4 — совитгич; 5 — «паук»; 6 — йиғич-колбалар.

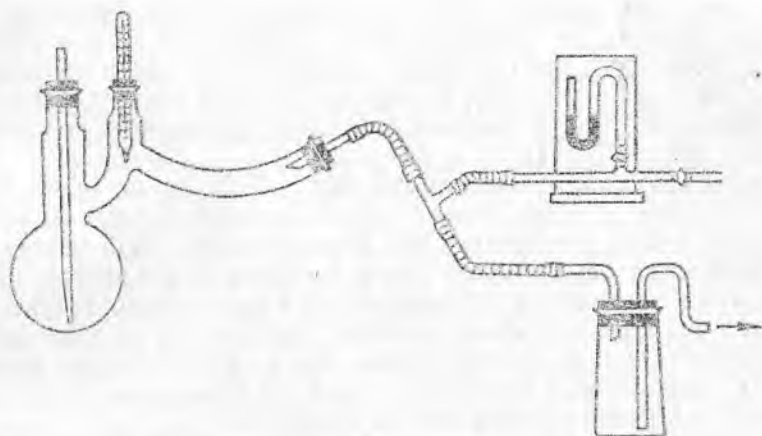
тўғриланади. Колбанинг иккинчи ён чизигига резина пробка орқали термометр ўрнатилади. Термометрнинг симобли шариги, одатда, совитгичга уланган найча тешигидан 0,5 см пастда туриши керак. Моддаларни тўла ажратиш учун колбанинг ён бўғизи баъзан узун арчасимон дефлегматорли қилиб ясалади ёки у насадка билан тўлдирилади. Ҳайдаш учун Фаворский колбасидан ҳам фойдаланиш мумкин. Ҳайдаш колбаси резина пробка орқали сувли совитгичга уланади. Қайнаш температураси 130°C дан юқори бўлган суюқликларни ҳайдашда дистиллатни совитгичсиз, тўғридан-тўғри ҳайдаш колбасига уланган йиғич колбанинг ўзида совитиш мумкин (36- расм). Фақат битта фракцияни ҳайдаш учун бу асбобдан фойдаланилади. Ҳай-



36- расм. Юқори температурада қайнайдиган ва кам миқдордаги моддалар ҳайдаладиган асбоб.

дашда йиғич сифатида туби юмалоқ кичикроқ колбалар ишлатилади; бундай колбалар алонж ёрдамида совитгичга уланган бўлади. Алонжнинг вакуум-насос билан уланиши учун тармоқчаси бўлади. Бироқ бундай ҳолда фақат битта фракцияни танлаб олиш мумкин. Агар кейинги, анча юқори температурада қайнайдиган фракция танланадиган бўлса, ҳайдаш вақтинча тўхтатилади ва йиғич колба алмаштирилади.

Ҳайдаш процессини бўлмаслик учун бир печа ён найчали махсус алонжлар — «паук»лар ишла-



37- расм. Қаттиқ моддаларни вакуумда ҳайдаш асбоби.

тилади. Ён найчаларга туби юмалоқ колба ёки пробирка типидagi бир нечта йиғгичлар уланади. Асбобнинг ҳамма қисмларини бир-бирига улаш учун қалин деворли резина шланглар (шланг резинасининг қалинлиги 4—6 мм) ёки резина пробкалар ишлатилади. Вакуумда ҳайдашда яхши шлифли асбоблардан фойдаланилгани маъқул. Чунки дистиллат резинага текканда ифлосланади. Шиша найчаларга резина най кийгизишдан олдин резина найнинг ичига ёки шиша найнинг сиртига озроқ глицерин суртилади. Резина пробкаларга ҳам озроқ глицерин суртилади ва асбобнинг тешикларига $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{2}$ баландликда киргизилади. Пробкалар ҳам, резина шланглар ҳам, асбоб деворларига зич қилиб кийгизилиши керак, акс ҳолда яхши вакуум ҳосил қилиб бўлмайди.

Ҳаво иштирокида парчаланадиган моддалар инерт газ атмосферасида ҳайдалади. Инерт газ капилляр орқали ўтказилади.

Ҳона температурасида қотадиган моддалар «қиличсимон» колбаларда ҳайдалади. Бироқ бу асбобда фақат битта фракцияни ҳайдаш мумкин. Колбанинг тўғри бўғзига капилляр, ён бўғзига термометр, «қиличсимон» найига эса вакуум найи уланадиган резина пробка кийгизилади (37-расм).

Агар иккита фракцияни йиғиш керак бўлса, тройник орқали иккита йиғгич уланган ҳаво совитгичли асбобдан фойдаланилади. Агар дистиллат совитгичда қотиб қолса, совитгич тўтовчи аланга билан модда суюқланиб оқиб тушгунча қиздирилади.

Ҳайдаш колбаси (сув, мой, қум, ҳаво ва металл) ҳаммомларда иситилади. Колба ҳаммомдаги суюқлик сатҳидан настроққа туширилиши керак. Колбаларни асбест тўр устида ёки тўғридан-тўғри алангада қиздириб бўлмайди, чунки модда

идини деворига ёпишиб куйиши мумкин. Қолдиқ босим остида ҳайдаш усулида босим системага уланган симобли монометр билан ўлчанади. Агар ҳайдаш вакуум-насос ҳосил қиладиган босимдан бир оз каттароқ босим остида олиб бориладиган бўлса, системага узлуксиз ҳаво киритиб турилади. Ҳаво бериш жўмрак орқали бошқариб турилади.

Вакуумда ишланаётганда ҳайдаш асбоби билан насос ўртасига сақлагич склянка ўрнатилади. У сувнинг босими ўзгарганда асбоб билан монометрга сув ўтказилмайди. Мой насоси билан ҳайдашда асбоб билан насос ўртасига активланган кўмир ва натрий гидроксид тўлдирилган сақлагичлар, шунингдек, учувчан моддаларни музлатадиган ловушкалар қўйиш керак. Эритувчилар (эфир, спирт, бензол, сув ва бошқалар) ни мой насосида ҳайдаш ман этилади, чунки бу суюқликларнинг буғи насос ёғини бузиб насосни ишдан чиқаради.

Вакуум-насосда ишлашда, албатта, ҳимоя кўзойнаги ва маска кийиш керак. Системада вакуум бўлганда ҳеч қачон унинг бирор жойини тузатиб бўлмайди.

Вакуумда ҳайдашдан олдин асбобнинг герметиклигини текшириб кўриш керак. Йиғилган асбобга насоснинг шланги уланади, насос ишга туширилади, жўмракни бураб қисқич ёрдамида капилляр орқали кираётган ҳаво йўли беркитилади ва монометрнинг жўмраги очилади. Агар системадаги қолдиқ босим насос берадиган ҳамда иш учун керакли босимдан катта бўлса, асбобнинг герметиклиги қисмлари бўйича текшириб кўрилади.

Вакуум ҳосил қилишдаги тартибга тескари қилиб вакуум тўхтатилади.

Асбобнинг герметиклиги текширилгандан кейин колбага ($1/2$ қисмигача) ҳайдаладиган суюқлик қуйилади. Суюқлик колба ёнидаги тармоққа ён найча тешигидан пастроқ қилиб ўрнатишдан воронка орқали қуйилади. Кейин ён бўғзи термометр ўрнатишдан пробка билан беркитилиб, насос ишга туширилади. Сўнг ҳайдаш асбоби жўмрак орқали атмосферадан ажратилади. Капилляр орқали кираётган ҳаво пуфакчаларининг тезлиги секундига 3—5 донга бўладиган қилиб капилляр найдаги (колбанинг тубигача туширилган) қисқич беркитилади ва монометрнинг жўмраги очилади. Системада доимий вакуум ҳосил бўлганидан кейин колба аста-секин қиздирилади ва монометр жўмраги беркитилади. Модда ҳайдала бошлағач, монометр жўмрагини очиб, камайтирилган босим текшириб кўрилади. Модда секундига 2—3 томчи тезликда ҳайдалиши керак. Тоза модда $1-2^{\circ}\text{C}$ интервалида ҳайдалади. Керакли температурага ҳайдалган модда бир йиғич колбасига йиғиб олинади. Керакли температурага эришилгандан кейин «паук»ни айлантириб, йиғич колбаси алмаштирилади. Янги фракция йиғиб олишда камайтирилган босим монометрда текшириб кўрилади ва қайнаш температураси қайд этилади. Моддаларни қуригунича ҳайдаш мумкин эмас.

Ҳайдаш процесси тугаганидан кейин газ ёки плиткани ўчириб, ҳаммом олиб қўйилади ва асбоб совитилади. Кейин монометрнинг жўмраги берк тургани ҳолда, асбоб ичидаги ҳаво капилляр орқали секин чиқарилади. Шундан сўнг ҳайдаш асбоби билан насосни бирлаштириб турувчи жўмрак эҳтиётлик билан очилади. Асбобдаги босим ташқи босим билан тенглашгандан кейин насос ўчирилади. Монометрнинг жўмрагини очиб, симоб устунидаги симоб бир томонга тўлиқ ўтказиб қўйилади.

Қизиб турган асбобга тезлик билан ҳаво бериш хавфлидир. Чунки ҳаво билан ҳайдалаётган модда буғлари портлаш хоссасига эга бўлган аралашма ҳосил қилиши мумкин.

Агар вакуум-насосни ўчирмай туриб, асбобга ҳаво киритилса, насос мойи сақлагич ва қуригич асбобларга тортилиши мумкин. Сув пуракш насоси билан ишлаганда эса сақлагич асбобларга ва ҳайдаш колбасига сув тортилиб, моддалар бузилиши мумкин.

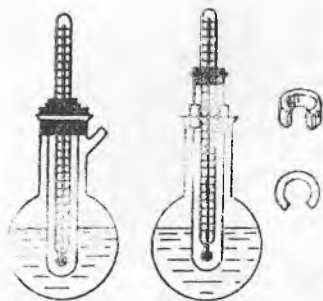
Лаборатория практикасида кўпинча моддаларни босим остида буғлатиш усули кўпроқ қўлланилади. Бу усулда модда нисбатан паст температурада ва тез буғланади. Энг самарали буғлатиш усулидан бири ротор буғлатгич асбоблардан фойдаланишдир. Бу буғлатгичнинг умумий ишлаш принципи қуйидагича: буғлантирилувчи суюқлик қўйилган колба қия ҳолатда ўз ўқи атрофида айланиб туради. Колбага совитгич ва дистиллат йиғиладиган колбалар (ловушкали бўлиши мумкин) уланади, колбага эса вакуум уланган бўлади. Қолбанинг айланшидан унинг ички сиртида ҳамма вақт суюқлик пардаси ҳосил бўлиб туради, колба ташқарисидан сув ҳаммомида қиздирилади. Колба юзаси катта бўлгани учун модда жуда тез буғланади.

МОДДАЛАРНИНГ ФИЗИКАВИЙ КОНСТАНТАЛАРИНИ АНИҚЛАШ

Ҳар қайси органик модда ўзига хос баъзи физикавий хоссаларга эга. Уларнинг суюқланиш ҳамда қайнаш температураси, нур синдириш кўрсаткичи ва зичлиги осон аниқланади. Моддаларнинг бу хоссалари уларнинг константаси бўлиб, тоза эканлигини кўрсатувчи далил бўла олади. Қайта тозаланганда ҳам константаси ўзгармайдиган моддаларни тоза деб ҳисоблаш мумкин.

Суюқланиш температурасини аниқлаш

Қаттиқ модданинг суюқланиш температураси унинг характерли константасидир. Одатда тоза модда температуранинг қисқа интервалида (0,1—1°C) суюқланади. Модда таркибидаги қўшилма моддалар кўпинча унинг суюқланиш температурасини анча пасайтиради. Суюқланиш температураси бир хил бўлган икки моддани идентификациялашда уларнинг бу хоссасидан



38-расм. Сууюқланиш температурасини аниқлаш учун ишлатиладиган асбоблар.

ракки, химиявий тузилиши бир-бирига ўхшамайдиган изоморф моддалар ҳам сууюқланиш температурасини пасайтирмайди.

Моддаларнинг сууюқланиш температураси узунлиги 40—50 мм ва ички диаметри 1 мм ли шиша капиллярда аниқланади. Капиллярнинг бир учи эҳтиётлик билан горелка алангасининг ён томониغا тутиб кавшарланади. Капилляр диаметри 10—12 мм ли осон сууюқланадиган шиша найдан чўзиб тайёрланади.

Қайта кристалланган моддадан озроқ олиб, соат ойнаси устида шиша таёқча билан майдаланади. Капиллярнинг очиқ томони моддага ботирилади. Моддани капиллярнинг тубига тушириб зич жойлаштириш учун ичида модда бор капилляр кавшарланган томонини пастга қилиб узунлиги 50—70 см бўлган шиша найдан бир неча марта ташланади. Бунинг учун шиша найини тик қилиб, шиша пластинка ёки соат ойнаси устига қўйилади. Шундай қилиб, капиллярга 2—3 мг (0,5 см) модда жойлаштирилади.

Сууюқланиш температурасини аниқлаш учун қўш деворли шиша асбоб ишлатилади. Асбоб кенг оғизли, узун бўйинли туби юмалоқ колба ва кенг пробиркадан иборат. Бу пробиркага капилляр билан термометр ўрнатилади (38-расм). Колбага сульфат кислота ёки силикон мойи, ёки дибутилфталат, ёки глицерин қўйилади. Бундай сууюқликлар қўйилган асбобларни 250°C дан юқори температурада қиздириб бўлмайди. Капилляр термометрга резина ҳалқа ёки сим билан маҳкамланади. Капиллярнинг модда бор қисми термометрнинг симобли шариги устида ёки ундан юқорироқда бўлиши керак. Термометр бир томонни кесилган пробка билан пробирка оғзига маҳкамланади. Пробирка пробка билан колба оғзига маҳкамланади. Колба ва пробирка ичидаги бушлиқ ташқи атмосфера билан туташган бўлиши керак, бунинг учун колбада тармоқча ёки пробкада кесик жой бўлиши шарт.

Ичига сууюқлик солинган асбобларда сууюқланиш температурасини аниқлашда ҳимоя кўзойнаги ёки маска кийиш керак.

Суоқланиш температураси 250°C дан юқори моддалар суоқликсиз қўш қават деворли ёки махсус металл блокларда¹ қиздирилиб, суоқланиш температураси аниқланади. Блок иккита вертикал ва горизонтал каналли мис цилиндрдан иборат. Кенг вертикал каналга термометр, тор каналга эса капилляр қўйилади. Блок тагидан горелка билан қиздирилади. Горизонтал канал орқали модданинг суоқланиши кузатилади (39-расм).



39-расм. Суоқланиш температурасини аниқлаш учун ishlatiladigan блок.

Асбоблар температура минутага $5-10^{\circ}\text{C}$ га, суоқланиш температураси яқинлашганда эса $1-2^{\circ}\text{C}$ га кўтариладиган қилиб қиздирилади. Қиздирилаётганда суоқ фаза ҳосил бўлишидан то тўлиқ эригунча бўлган оралиқ температура берилган модданинг суоқланиш интервали ҳисобланади. Модда қанча тоза бўлса, суоқланиш интервали шунча кичик бўлади. Тоза моддаларнинг суоқланиш интервали $0,5^{\circ}\text{C}$ га тенг. Қиздирилганда парчаланиш хоссасига эга бўлган моддаларнинг суоқланиш температурасини аниқлаш учун суоқланишига $10-15^{\circ}\text{C}$ қолганда капилляр қиздирилган асбобга туширилади. Учувчан моддалар икки томони кавшарланган капиллярда суоқлантирилади. Модданинг суоқланиш температурасини олдиндан тахминан аниқлаш мумкин. Бунинг учун термометрнинг симобли шаригга озгина модда сеппиб, термометрни горизонтал ушлаган ҳолда, асбест тўр устида модда суоқлангунча секин қиздирилади. Шундай усул билан модданинг суоқланиш температурасини $2-3^{\circ}\text{C}$ гача аниқлик билан аниқлаш мумкин.

Қайнаш температурасини аниқлаш

Ҳар қандай суоқ модда маълум доимий қайнаш температураси билан характерланади. Суоқликнинг қайнаш температурасини аниқлаш учун у ҳайдаш асбобида ҳайдалади. Индивидуал модда учун қисқа температура интервалида қайнайдиган фракция йиғилади. Қайнаш температурасининг бошланиши билан охири орасидаги фарқ $0,5^{\circ}\text{C}$ дан ортмаслиги керак. Қайнаш температурасини аниқлашда модда жуда секин ва, яхши-си, сув ҳаммомида ҳайдалади. Ундан ташқари, қайнаш температурасининг босимга боғлиқлиги, яъни нормал босимдан ортиқ ёки камлиги қайнаш температурасига таъсир қилади.

Юқори температурада қайнайдиган суоқликларнинг аниқланган қайнаш температурасига қўшимча тузатиш киритиш ке-

¹ Юқори температурада суоқланадиган моддаларнинг суоқланиш температурасини аниқлашда симоб устунига «тузатма» киритиш керак. («Қайнаш температурасини аниқлаш»га қаралсин.)

рак бўлади. Бунга сабаб шуки, айрим вақтларда, ҳайдаш вақтида симоб устунининг ҳаммаси суюқлик бугида бўлмайди, яъни унинг бир қисми ташқи ҳаво билан совиб туради. 100°C гача бу хато сезилмас даражада бўлади, аммо 200°C температурада 3—5°C ва 250°C да 6—10°C гача етади. Хатони тўғрилаш учун унга қуйидаги формула асосида топиладиган «тузатиш» қиймат қўшилади:

$$\Delta t = kn (t_1 - t_2)$$

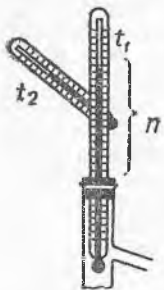
бунда k — шишадаги симобнинг чизиқли кенгайиш коэффициентини (0°C дан 150°C гача, унинг қиймати 0,000158 га тенг), n — суюқлик буги иситмайдиган симоб устунининг узунлиги (ташқари қисми), t_1 — термометр кўрсатаётган температура, t_2 — ташқарига чиқиб турган, яъни суюқлик буги иситмайдиган симоб устунини узунлигининг ўрта қисмидаги температура. t_2 температура термометрнинг шарига чиқиб турган қисмининг ёнига ўрнатилган ёрдамчи термометр билан аниқланади. Ёрдамчи термометр асосий термометрга ёпишиб туриши керак (40-расм).

Қайнаш температураси эбулиометрлар ёрдамида анча тўғри аниқланади. Бироқ бу усул фақат аниқ физика-химиявий текшириш ишларидагина қўлланилади.

Оз миқдордаги моддаларнинг қайнаш температураси Сиволобов усули билан аниқланади. Суюқликни Эмих найчаси (41-расм)да ҳайдаш мумкин; Эмих найчаси узунлиги 50—60 мм, диаметри 8—10 мм ли пробиркадан иборат. Суюқлик олдин шу найчада ҳайдаб олинади.

Найчанинг ички тубига қиздирилган асбест ип солинади ва устига асбестга шимиладиган (0,2—0,3 мл) миқдорда ҳайдаладиган суюқлик қуйилади. Сўнгра найчани 45° ли бурчак остида ушлаб, жуда кичик алангада қиздирилади. Суюқлик буғланиб найчанинг юқориги шар қисмида суюқлик ҳалқаси кўринишида конденсатланади. Шундан кейин қиздириш тўхтатилади ва най горизонтал ҳолатга келтирилади. Шар қисмида йиртилган суюқлик капиллярли пипетка билан сўриб олинади ва Сиволобов усули билан қайнаш температурасини аниқлаш капиллярига ўтказилади.

Айрим микромиқдор моддаларнинг қайнаш температурасини Сиволобов усули билан аниқлаш. Ички диаметри 3—4 мм, узунлиги 40—



40-расм. «Симоб устунини узунлигига тўғрилаш»: n — ташқарига чиқиб турган симоб устунининг узунлиги; t_1 — термометр кўрсатаётган температура; t_2 — ташқарига чиқиб турган симоб устунини узунлигининг ўрта қисмидаги температура

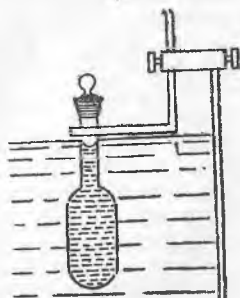


41-расм. Эмих трубкаси

50 мм ли бир томони кавшарланган шиша найчага 0,2—0,3 мл ҳайдалган суюқлик қуйилади. Унга диаметри 0,2—0,5 мм, узунлиги 7—10 см ли бир учи кавшарланган капилляр туширилади. Найча худди суюқлиниш температурасини аниқлашдаги сингари термометрга маҳкамланади. Термометр суюқлиниш температурасини аниқлаш асбобиға ўрнатилади. Секин қиздириш натижасида ички капиллярда пуфакчалар ҳосил бўлиши кузатилади. Пуфакчалар тез, деярли узлуксиз ажралиб чиқа бошласа, суюқлик қайнаган ҳисобланади. Шу вақтдаги температура суюқликнинг қайнаш температураси бўлади. Қайнаш температурасини яна ҳам аниқроқ билиш учун суюқлик совитилгандаги пуфакчаларнинг чиқиши тўхтаган нуқта олинади. Бунинг учун пуфакчаларнинг чиқиши тезлаша бошлаган вақтда қиздириш тўхтатилади, асбоб совитилади ва пуфакчаларнинг чиқиши бирданига тўхтаб қолган температура қайд этилади. Ана шу температура суюқликнинг қайнаш температурасидир. Қайнаш температурасини аниқлашда жуда секин қиздириш лозим. Қайнаш температураси яқинлашганда суюқлик қизиб кетмаслиги керак. Агар ортиқча қизиб кетса, суюқликнинг қайнаш тезлигидан совиш тезлиги кам бўлиб, натижа хато чиқади.

Суюқликларнинг зичлигини аниқлаш

Суюқликларнинг зичлиги сифми 2 мл бўлган пикнометрда аниқланади (42-расм). Пикнометр ацетон, эфир ва спирт билан бир неча марта яхшилаб ювилади. Кейин пикнометрни қуритиш шкафида ёки учига капилляр киритилган резина груша билан ҳаво киритиб қуритилади. Қуруқ пикнометр хона температурасида аналитик таровида тортилади. Сўнгра пикнометрнинг ҳар бир пикнометр учун ўзгармас бўлган «сув сони» аниқланади. Бунинг учун берилган пикнометр ҳажмидаги сувнинг массаси аниқланади ва у 4°С даги сувнинг массасига келтирилади. Дистилланган сув, олдин унда эриган ҳавони йўқотиш мақсадида стаканда 10—15 мин қайнатилади. Кейин сув совитилиб, капиллярли найча ўрнатилган резина груша ёрдамида пикнометрга қуйилади. Суюқликнинг сатҳи пикнометр бўғзидаги белгидан 0,3—0,5 см юқори бўлиши керак. Пикнометр сувли термостат-стаканга қисқич билан маҳкамланади. Пикнометр бўғзидаги суюқликнинг сатҳи стакандаги сув сатҳидан пастда бўлиши керак. Стаканга термометр ўрнатилади ва сувни аралаштириб гуриб, температурани 20°С да сақлаб туриш керак. 20 мин дан кейин пикнометрнинг белгисидан юқоридagi ортиқча суюқлик капилляр ёки ингичка қилиб ўрал-



42- расм. Суюқликларнинг зичлигини аниқлаш.

ган фильтр қоғози ёрдамида тортиб олинади. Сўнгра пикнометрнинг бўғзи ва пробкиси фильтр қоғоз билан яхшилаб артилади. Пикнометрнинг пробкасини ёпиб, сувдан олинади ва атрофи яхшилаб артилади. Шундан кейин у 20—25 мин аналитик тарозигга қўйиб қўйилади, кейин тортилади. Пикнометр ҳажмидаги сувнинг 20°C даги массаси сувнинг 4°C даги массасига келтирилади:

$$\frac{\text{Пикнометр ҳажмидаги сувнинг } 20^{\circ}\text{C даги массаси}}{\text{Пикнометр ҳажмидаги сувнинг } 4^{\circ}\text{C даги массаси}} =$$

$$= \frac{20^{\circ}\text{C даги } 1 \text{ мл сувнинг массаси}}{4^{\circ}\text{C даги } 1 \text{ мл сувнинг массаси}}$$

чиққан сон пикнометрнинг «сув сони» ёки «сув константаси» дейилади. Бу сонни ҳар бир пикнометр учун олдиндан аниқлаб қўйиш мумкин.

Текширилаётган суyoқликнинг зичлигини аниқлаш учун тоза ва қуруқ пикнометр тарозидида тортилади ва унинг массаси «сув константаси»ни аниқлашдаги масса билан солиштирилади. Сўнгра пикнометр текшириладиган суyoқлик билан тўлдирилади ва «сув константаси»ни аниқлашдаги сингари ишлар такрорланади. Пикнометр ҳажмидаги модда массасининг «сув константаси»га нисбати массаси аниқланаётган модданинг зичлигидир.

Синдириш кўрсаткичини аниқлаш

Синдириш кўрсаткичи моддаларнинг муҳим физикавий константаларидан бири ҳисобланиб, суyoқ моддаларни идентификациялаш ва уларнинг тозалигини аниқлаш учун ишлатилиши мумкин. Синдириш кўрсаткичи температурага боғлиқ. Температура ортиши билан синдириш кўрсаткичининг миқдори камайди. Бундан ташқари, у яна модданинг концентрацияси ва нурнинг тўлқин узунлигига ҳам боғлиқ. Одатда, синдириш кўрсаткичи натрийнинг сариқ алангаси спектр чизиги учун берилди. Температура ва тўлқин узунлиги синдириш кўрсаткичининг индексларини кўрсатади, масалан, n_D^{20} .

Моддаларнинг синдириш кўрсаткичи рефрактометрлар ёрдамида аниқланади. Синдириш кўрсаткичини аниқлаш усули икки хил муҳит чегарасидан монохроматик нур ўтганда нурнинг бурилиш принципига асосланади. Нурнинг тўлиқ ички қайтиш бурчаги ўлчанади. Ўлчаш вақтида температурани термостат ёрдамида $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ гача аниқликда доимий сақлаб туриш керак. Суyoқ органик бирикмалар учун синдириш кўрсаткичи 0,3 ва 1,8 орасида бўлади. Одатда, лабораторияларда ишлатиладиган рефрактометрларда синдириш кўрсаткичи вергулдан кейин тўртинчи сонгача аниқланади.

Қўпинча синдириш кўрсаткичининг қиймати молекуляр рефракция MR_D ни аниқлаш учун ҳам фойдаланилади. MR_D модданинг характеристикасидир:

$$MR_D = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M}{d}, \quad \text{бунда}$$

M — модданинг молекуляр массаси, d — унинг зичлиги,
 n — синдириш кўрсаткичи.

Органик эритувчилар ва уларни тозалаш

Диэтил эфир (эфир, сульфозфир). Қайнаш температураси $34,6^\circ\text{C}$, $n_D^{20} = 1,3527$; $d_4^{15} = 0,7192$. Бу эфир органик моддаларни экстракция қилишда ва элементорганик бирикмалар қўлланиладиган синтезларда кўп ишлатилади. Эфир сув билан таркибида 1,26 % сув бўлган ва $34,15^\circ\text{C}$ да қайнайдиган азеотроп аралашма ҳосил қилади. Техникавий эфир таркибида, сувдан ташқари, этил спирт ва ацетальдегид бўлади. Эфир узоқ вақт ёки ёруғ жойда сақланганда пероксид ҳосил қилади. Пероксид борлигини аниқлаш учун тегижамдаги эфир билан калий йодиднинг суолтирилган хлорид кислотата қўшилган 2 % ли эритмаси аралаштирилиб чайқатилади. Агар эфир таркибида пероксид бўлса, аралашманинг эфир қавати қўнғир рангга бўялади, крахмал эритмаси эса кўк ранг ҳосил қилади.

Эфирни ҳайдашдан олдин пероксидни парчалаш керак, чунки колба қиздирилганда улар портлаши мумкин.

Таркибида сув ва бошқа қўшилмалари бўлмаган абсолют эфир олиш учун эфирга пероксидни йўқотиш мақсадида озгина сульфат кислота қўшилган, янги тайёрланган 5 процентли темир купороси эритмасидан қўшиб чайқатилади. 1 л эфир учун тахминан 100 мл эритма қўшилади. Сўнгра эфир таркибидаги ацетальдегидни сирка кислотатага айлантириш мақсадида 0,5 процентли калий перманганат эритмаси билан ювилади. Ундан сўнг эфир ишқорнинг 5 процентли эритмаси ва сув билан ювилади. Сув билан ювилган эфир қиздириб сувсизлантирилган кальций хлорид ёрдамида бир неча кун қуритилади. Кальций хлорид миқдори эфирнинг массасига нисбатан 10 процент бўлиши керак. Эфир қуритилаётган склянканинг оғзини фақат лўкак пробка билан беркитиш мумкин. Шундан кейин эфир бурма жигар ранг қуруқ склянкага воронка қўйиб, букланган филтрдан ўтказилади. Унга юпқа қилиб кесилган натрий (эфир массасига нисбатан 0,5—1 процент миқдорда) метали солинади. Склянканинг оғзи хлор кальцийли най ўрнатилган лўкак пробка билан беркитилади ва бир неча кун қуритилади. Ишлатишдан аввал қуритилган эфир дефлегматорли ҳайдаш асбобида бир неча донга янги кесилган натрий метали яшироқида ҳайдалади. Йиғич-колба найчаси бор алонж орқали совитгичга уланади. Алонж найчасига кальций хлоридли найча уланади. Эфирни янада яхшироқ абсолютлаш учун унга литий алюмогидрид солиб ҳайдаш керак.

Эфирни ҳеч қачон очиқ алангада ёки аланга яқинида ҳайдаб бўлмайди.

Петролей эфир, бензин, лигроин. Петролей эфир, бензин, лигроин турли углеводородлар аралашмасидан иборат бўлиб, қайнаш температуралари ҳар хиллиги билан характерланади. Петролей эфирнинг қайнаш температураси: а) 30—50°C; б) 40—60°C; в) 45—70°C; бензиннинг қайнаш температураси — 70—90°C; лигроиннинг қайнаш температураси 90—110°C.

Бу эритувчилар таркибида тўйинмаган ва ароматик углеводородлар бўлмаслиги керак. Булар таркибида тўйинмаган углеводородлар борлигини бромнинг тетрахлорметандаги 2—3% ли ёки кальций перманганат (2 процентли)нинг сувдаги эритмасининг рангсизланишидан билиш мумкин. Тўйинмаган углеводородлар қўшилмасини аниқлаш учун 0,5 мл петролей эфир, бензин ёки лигроин тетрахлорметанда эритилади ва устига бромнинг тетрахлорметандаги 2 процентли эритмасидан бромнинг ранги 1 минут давомида сақлангунча қўшилади. Калий перманганатли намуна қуйидагича аниқланади: пробиркага калий перманганатнинг 2 процентли суолтирилган эритмасидан 2 мл қўйилади ва унга текшириляётган суюқликдан 1—2 томчи қўшилади. Пробирка 10—20 сек давомида чайқатилади. Агар 1 мин давомида суюқлик рангсизланмаса, эфир таркибида кераксиз қўшимчалар бўлмайди.

Бундай эритувчиларни тўйинмаган углеводородлардан тозалаш учун суюқлик ҳажмига нисбатан 10 процент миқдорида, икки уч марта порциялар билан концентрланган сульфат кислота қўшиб, аралашма 20—30 мин давомида чайқатилади. Чайқатишни, яхшиси механик тебратгичда олиб бориш керак. Аралашмани қалин деворли, шлифланган пробкали склянкага қўйиб, пробкаси боғлаб қўйилади ва сочиқ билан ўраб тебратгичда тебратилади. Кислотанинг ҳар бир порцияси қўшилгандан кейин 10 процентли сульфат кислотадаги калий перманганат эритмаси билан юқорида айтилганидек тажриба ўтказилади. Лигроин ва бензиндаги ароматик углеводородлар сульфат кислота билан чайқатиб йўқотилади. Ароматик бирикмалардан бутунлай қутилиш учун олеум билан чайқатилади. Сўнгра тозаланаётган эритувчи сув, 10 процентли ишқор эритмаси ва сув билан ювилади, кальций хлорид (суюқлик ҳажмига нисбатан 10—15 процент) солинган пукак пробкали склянкада бир неча кун қуритилади. Сўнг ҳайдаш колбасида натрий устидаги эритувчи ҳайдалади. Бунда йиғгич колба уланган алонж найчага кальций хлоридли найча кийгизилади, акс ҳолда эфир ҳаводаги намни ўзига тортиб олади.

Петролей эфир, бензин ва лигроинларни очиқ алангада ҳайдаш мумкин эмас. Углеводородлар ўтга хавфли бўлиб, ҳаво билан портловчи аралашмалар ҳосил қилади.

Этил спирт (этанол). Қайнаш температураси 78,33°C; n_D^{20} 1,3616. Этил спирт турли органик бирикмаларни яхши эритиш хоссасига эга. Сув, эфир, хлороформ, бензол билан исталган нисбатда аралашади.

Оддий спирт — ректификат таркибида 4,4 процент сув бор азеотроп аралашма, қайнаш температураси 78, 18°С. Синтетик этил спиртга сирка альдегид ва ацетон қўшилган бўлади. Бижғитиш йўли билан олинadиган этил спиртлар таркибида юқори молекулали спиртлар (сивуш мойлари) бўлади. Денатуратловчи моддалар сифатида пиридин, метил спирт ва бензин ишла-тилади.

Спиртни сувсизлантириш — абсолютлашнинг бир неча усу-ли мавжуд.

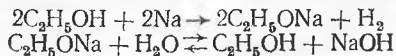
Бензолли азеотроп аралашмани ҳайдаш. 64,85°С да қай-найдиған азеотроп аралашма таркибида 18,5% спирт, 74,1% бензол ва 7,4% сув бўлади.

Қиздирилган кальций оксид ёрдамида сувсизлантириш. 1 л 95,6 процентли спиртга 250 г қиздириб қуритилган кальций оксид қўшилади. Аралашма кальций хлоридли найча кийги-зилган қайтарма совитгич ўрнатилган колбада 6 соат қайна-тилади. Сўнгра спирт пастга қия қилиб совитгич уланган деф-легматорли колбада, кальций хлоридли най орқали ҳаводаги намдан сақланган йиғичга ҳайдаб олинади. Бунда 99,5 про-центли спирт ҳосил бўлади.

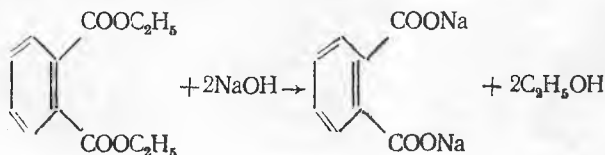
Магний метали ёрдамида сувсизлантириш. Кальций хлорид-ли най уланган қайтарма совитгич ўрнатилган туби юмалоқ колбага 5 г магний қириндиси, 0,5 г йод, 75 мл 99 процентли спирт солинади ва аралашма шиддатли реакция бошлангунча қиздирилади. Шиддатли реакция тугагандан кейин аралашма магний батамом эригунича қиздирилади, шундан сўнг яна 900 мл 99 процентли спирт қўшилади. Аралашма 30 мин қиздири-лади, сўнгра спирт ҳайдалиб, кальций хлоридли най кийгизил-ган йиғичга йиғилади. Ҳайдалган спиртнинг дастлабки 25 мл тўкиб ташланади. Бу усул билан 99,95 процентли спирт ҳосил қилинади.

Бундай спирт жуда гигроскопик бўлади!

Натрий метали ва диэтилфталат (ёки диэтилоксалат) ёрда-мида сувсизлантириш:



Диэтилфталат (диэтилоксалат) билан реакцияга киришаёт-ган ишқорнинг йўқолиши ҳисобига реакция мувозанатини ўн-га силжитиш мумкин:



Хлор кальцийли қайтарма совитгич уланган колбага 1 л 99,5 процентли этанол ва 7 г натрий метали солинади. Натрий эриганидан кейин унга 27,5 г диэтилфталат қўшиб, бир соат қайнатилади. Кейин нам кирмайдиган йиғгич колбага спирт ҳайдаб олинади. Спиртнинг дастлабки ҳайдалган порцияси тўқиб ташланади. Бундай усул билан олинган спирт таркибида 0,01—0,05% сув бўлади. Диэтилфталатнинг ўрнига этилформиат (40 г) ёки диэтилоксалат (25 г) ишлатиш мумкин.

Этил спирт ўтга хавфли ва ҳаво билан портловчи аралашмалар (ҳажм бўйича 2,6—18,9% спирт) ҳосил қилади.

Метил спирт (метанол). Қайнаш температураси 64,7°C, n_D^{20} 1,3286. Сотиладиган метил спирт таркибида 0,6% гача ацетон ва 1% гача сув бўлади.

Сувсиз метил спирт олиш учун у дефлегматорли колбада ҳайдалади ва магний метали ёрдамида сувсизлантирилади (этил спиртга қаралсин). Спирт таркибидаги ацетонни йўқотиш мақсадида 500 мл метанол, 25 мл фурфурол, 60 мл 10 процентли ўювчи натрий эритмаси аралаштирилиб, қайтарма совитгич уланган колбада 6—12 соат қиздирилади. Сўнгра спирт дефлегматор ёки насадка ёрдамида ҳайдалади ва юқорида кўрсатилганидек сувсизлантирилади.

Метил спирт жуда заҳарли ва ўтга хавфли. Метил спирт буғи билан нафас олганда, терига тўкилганда ва, айниқса, оғиз орқали заҳарланиш мумкин. 10—15 г метил спирт ичга кетса киши кучли заҳарланиб, шол бўлиши, кўр бўлиши ва, ҳатто, ўлиши мумкин.

Метил спирт билан ишлаганда ҳамма вақт махсус инструкцияга риоя қилиш керак.

Метанол ўтга хавфли ва ҳаво билан портловчи аралашма (ҳажм бўйича 5,5—36,5% метанол)лар ҳосил қилади.

Бензол. Қайнаш температураси 80,1°C, суюқланиш температураси 5,5°C, $n_D^{20} = 1,5010$. Одатда, бензол таркибида 0,15% гача тиофен бўлади. Бензол сув билан 69,25°C да қайнайдиган ва таркибида 91,16% бензол бўлган азеотроп аралашма ҳосил қилади. Бензол сув ва этил спирт билан учламчи азеотроп аралашма ҳосил қилади (этил спиртга қаранг).

Азеотроп аралашмани ҳайдаш билан бензол сувсизлантирилади. Бензол ҳайдалаётганда йиғгич колбага 10% дистиллат йиғилганда кейингина тоза сувсиз бензол ҳайдала бошлайди.

Бензолга натрий метали солиб қайнатиб, сўнг уни ҳайдаш билан сувсизлантириш мумкин.

Бензол таркибида тиофен борлигини уни изатин билан индифен ҳосил қилиш реакцияси асосида аниқлаш мумкин. 3 мл бензол, 10 мл концентрланган сульфат кислота ва 10 мг изатин қўшиб чайқатилади. Маълум вақтдан кейин зангори-яшил ранг ҳосил бўлиши тиофен борлигини кўрсатади.

Бензолни тиофендан тозалаш учун техникавий бензолга концентрланган сульфат кислота қўшиб (ҳажми бўйича 10%), механик аралаштиргич ёрдамида 20—30 минут то кислота қавати рангсизлангунча аралаштирилади (петролей эфирга қаралсин). Кейин бензол сув, 10 процентли ишқор эритмаси ҳамда яна сув билан ювилади, ош тузи билан қуритилади ва натрий метали устида ҳайдалади.

Бензол — кучли заҳар. Бензол буғи билан нафас олинганда киши қаттиқ заҳарланиши ва, ҳатто, ўлиши мумкин. Терига бензол тўкилса, организмга тез сингади. Бензол ўтга хавфли ва унинг буғи ҳаво билан (ҳажм бўйича 0,8—8,6% бензол) портловчи аралашмалар ҳосил қилади.

Ацетон. Қайнаш температураси 56,2°C; n_D^{20} 1,3591. Техникавий ацетон таркибида сув, метил спирт ва сирка кислота қўшилмалари бўлади. Ацетонни қўшилмалардан тозалашнинг бир неча усули бор. Ацетон озроқ калий перманганат кукунин билан қиздирилади (қайтарма совитгич ўрнатилган). Перманганат кукунин барқарор бинафша ранг ҳосил бўлгунча оз-оздан қўшилади. Сўнгра унга сувсиз поташ қўшилади. Аралашма филтрланади ва филтрат ҳайдалади.

Ацетонга фосфор (V)-оксид солиб, 1—2 соат қолдириб қуриштириб, сўнгра уни фосфор (V)-оксиднинг янги порцияси солинган қолбага қуйиб ҳайдалади. Ацетонни қуриштириш учун баъзан сувсиз кальций хлорид ишлатилади.

Ацетон ўтга хавфли, ҳаво билан (ҳажм бўйича 1,6—15,3% ацетон) портлайдиган аралашмалар ҳосил қилади.

Диоксан. Сувоқланиш температураси 12°C, қайнаш температураси 101,5°C, n_D^{20} 1,4224. Техникавий диоксан таркибида қўшилмалар ҳолида сирка кислота, сув, сирка альдегид этиленацетали (этиленгликоль ацетали) ва пероксидлар бўлади.

Диоксанни тозалаш усули ундаги қўшилмалар даражасига қараб танланади. Диоксан таркибидаги қўшилмаларнинг оз ёки кўплигини аниқлаш учун диоксандан озроқ намуна олиб, натрий метали билан қиздирилади. Агар натрий жуда оз миқдорда реакцияга киришса ва жигар ранг чўкма ҳосил бўлмаса, диоксан натрий метали устидан 1—2 мартагина ҳайдалади. Аксинча, агар натрий диоксан билан реакцияга киришиб, жигар ранг чўкма ҳосил қилса, диоксанни яхшилаб тозалаш керак бўлади. Таркибидаги пероксидлар ва сирка кислотани йўқотиш учун техникавий диоксан қайтарма совитгич уланган қолбада 6 соат давомида кукун ҳолидаги ўювчи калий (1 л диоксанга 65—70 г ўювчи калий) билан қайнатилади. Кейин диоксан ацеталь ва сирка альдегиддан тозаланади. Бунинг учун қайтарма совитгич ва қолбанинг тубигача тегиб турадиган газ ўтказувчи най ўрнатилган туби юмалоқ қолбага 1 л диоксин, 14 мл концентрланган хлорид кислотанинг 100 мл сувдаги эритмаси солинади. Аралашма 12 соат давомида қайнатилади, бунда сирка

альдегидни йўқотиш учун унга най орқали кучсиз азот оқими юбориб турилади. Кейин суюқлик совитилади ва аста-секин эримай қолгунча аралаштириб туриб, қаттиқ калий гидроксид қўшилади. Диоксаннынг ажралиб қолган юқори қатлами ажратгич воронкада ажратиб олинади, шундан кейин уни қаттиқ калий гидроксид устига қўйиб, бир сутка қолдирилади. Сўнгра диоксан қайтарма совитгич ўрнатилган туби юмалоқ колбага қўйиб устига 5—7 г натрий метали солинади ва натрий металнинг сирти ялтироқ тусга киргунча 6—12 соат давомда қиздирилади. Агар қайнатаётганда натрийнинг ҳаммаси реакцияга киришган бўлса, натрийнинг янги порцияси қўшилади. Кейин диоксан дефлегматор, термометр ва пастга қия қилиб ўрнатилган совитгичли колбада натрий устида ҳайдалади. Совитгични сув билан (10°Сдан пастгача) совитишда диоксаннынг совитгич найида кристалланиб қолишига йўл қўймастик керак.

Диоксан ўтга хавфли, шунинг учун у билан ишлаганда эҳтиёт бўлиш керак. У ҳаво билан портловчан аралашма (ҳажм бўйича 1,97—25% диоксан)лар ҳосил қилади. У соғлик учун зарарли моддалар қаторига киради. Диоксан узоқ вақт сақланганда пероксидлар ҳосил бўлади.

Тетрагидрофуран. Қайнаш температураси 65,4°С, $n_D^{20} = 1,4070$. Тетрагидрофуран сув ва бошқа органик эритувчилар билан чексиз даражада аралашади. Унинг сув билан ҳосил қилган азеотроп аралашмаси таркибида 94,6 % тетрагидрофуран бўлиб, 63,2°С да қайнайди. Диэтил эфирга ўхшаш пероксидлар ҳосил қилади. Уни ҳам диоксанга ўхшатиб қуритиш мумкин. Тетрагидрофуранни абсолютлаш учун унга қаттиқ калий гидроксид қўшилади. Гидроксидни шундай қўйиш керакки, ҳосил бўлган сув қатламида 50% калий гидроксид бўлсин. Ажратиб олинган тетрагидрофуранга яна қаттиқ калий гидроксид (массасига кўра $\frac{1}{7}$ миқдорда) қўшилади ва аралашма қайтарма совиткичли колбада 1 соат қайнатилади. Шундан кейин тетрагидрофуран ҳайдалади, дастлабки йиғиб олинган 15 % и ташлаб юборилади ва 20 % қолдиқ қолдирилади. Йиғилган ўрта фракция натрий метали устида қайнатилади, сўнгра ҳайдалади.

Тетрагидрофуран пероксидлар ҳосил қилишга мойил, шунинг учун унинг таркибида пероксидлар бор-йўқлигини текшириб кўриш керак.

Этилацетат (сирка этил эфир). Қайнаш температураси 77,1°С, $n_D^{25} 1,3701$. Техникавий этилацетат таркибида сув, спирт ва сирка кислота қўшилмалари бўлади. Этилацетат тенг миқдордаги 5 процентли натрий гидрокарбонат эритмаси, кейин кальций хлориднинг тўйинган эритмаси билан қўшиб чайқатилиб, тозаланади, сувсиз магний ёки натрий сульфат билан қуритилади ва ҳайдалади. Жуда тоза препарат ҳосил қилиш керак бўлса, этилацетат фосфор (V)-оксид устида ҳайдалади.

Сирка этил эфир ўтга хавfli ва ҳаво билан (2,2--11,4% этилацетат) портловчан аралашмалар ҳосил қилади.

Хлороформ. Қайнаш температураси 61,2°C, n_D^{20} 1,4455. Хлороформ сув (3,5 %) ва этил спирт (4%) билан 55,5°C да қайнайдиган учламчи азеотроп аралашма ҳосил қилади. Унинг таркибида 3,5 % сув, 4 % этил спирт, техникавий хлороформ таркибида 1 % этил-спирт бўлади, у хлороформнинг фотолизиди ҳосил бўлалиган фосгенни боғлаш учун стабилизатор сифатида қўшилади. Хлороформни тозалаш мақсадида концентрланган сульфат кислота (ҳажм бўйича 5 %) нинг бир неча порцияси билан кислотанинг ранги ўзгармай қолгунча чайқатилади. Кейин хлороформ сув билан бир неча марта чайқатилиб ювилади, сувсиз поташ билан қуритилади ва озроқ миқдор фосфор (V)-оксид устида ҳайдалади. Хлороформ ҳаво кислороди иштирокида ёруғликда парчаланиб, фосген ва водород хлорид ҳосил қилади, шунинг учун хлороформни жигар ранг шиша идиша сақлаш керак.

Хлороформни натрий метали билан қуритиш ёки ҳайдаш мумкин эмас, у портлаши мумкин.

Хлороформ буғи наркотик хоссага эга.

Углерод (IV) хлорид. Қайнаш температураси 76,8°C, n_D^{20} 1,4603. Углерод тетрахлорид таркибида 4,5 % сувни бор 66°C да қайнайдиган азеотроп аралашма ҳосил қилади. Унинг сув (4,3 %) ва этил спирт (9,7 %) билан ҳосил қилган учламчи азеотроп аралашмаси 61,8°C да қайнади.

Техникавий тетрахлорметан таркибида 4% углерод сульфид бўлиши мумкин. Углерод тетрахлорметанни тозалаш учун 1 л тетрахлорметанга 60 г ўювчи калийнинг 60 мл сувдаги эритмаси билан 100 мл спирт 50—60°C да 30 мин аралаштирилади. Бу процесс 2—3 марта такрорланади, сўнгра органик моддалар қатлами сув ва оз миқдордаги (5%) концентрланган сульфат кислота билан кислота рангсизлангунча ювилади. Сўнг яна сув билан ювиб, кальций хлоридда қуритилади ва ҳайдалади. Углерод тетрахлоридни яхши қуритиш учун уни бир неча соат фосфор (V)-оксид билан қайнатиш ва ҳайдаш мумкин.

Углерод тетрахлоридни яхши қуритишнинг самарали усули азеотроп аралашмага айлантириб ҳайдашдир. Сув биринчи ҳайдалган дистиллат билан чиқариб юборилади. Кейинги ҳайдалаётган суяқлик тиниқ рангли бўлса, у сувсизланган бўлади.

Тетрахлорметан заҳарли, билиқ пардалари яллилантиради, бошни айлантиради, баданни тириштиради, ҳушдан кетказди. Уни натрий билан қуритиб бўлмайдди, чунки портлаши мумкин.

Пиридин. Қайнаш температураси 115°C, n_D^{20} 1,5100. Пиридин сув, спирт ва эфир билан ҳар қандай нисбатда аралашади. Сув билан 94°C да қайнайдиган ва таркибида 57 % пиридин бор азеотроп аралашма ҳосил қилади.

Қуруқ пиридин ҳосил қилиш учун тоза пиридин калий гид-

роксид бўлаклари билан кальций хлоридли най уланган қайтар-ма совитгичли колбага солиб қайнатилади. Сўнгра пиридин деф-легматорли ёки ўювчи калий солинган колонкали колбада ҳай-далади ва 114—116°С даги фракция ҳаво нами кирмаслиги учун кальций хлоридли найча кийгизилган йиғичга йиғилади. Тех-никавий пиридиндан тоза, қуруқ пиридин олиш учун у қуруқ ўювчи калий билан қайнатилади, ҳайдалади, сўнгра рух хло-риднинг кислота хоссасига эга сув-спиртли эритмаси қўшилади. 424 г рух хлориднинг 365 мл сувдаги эритмаси, 173 мл концентр-ланган сульфат кислота ва 345 мл 95,6 процентли этил спиртдан тайёрланган аралашмага аралаштириб туриб, 500 мл янги ҳай-далган пиридин қўшилади. Ҳосил бўлган $ZnCl_2 \cdot 2C_5H_5N$ чўкма филтрланади ва икки марта абсолют этил спиртда қайта кристаллантирилади. Соф пиридин ажратиб олиш учун туз ишқор эритмаси (100 г моддага 26,7 г натрий гидроксиднинг 40 мл сув-даги эритмаси) таъсирида парчаланади. Ажралиб чиққан пири-дин филтрлаб ажратилади, қаттиқ калий гидроксид ёки барий оксид билан қиздириб қуригилади. Кейин пиридин ҳайдалади.

Пиридин заҳарли. Унинг буғи билан нафас олинса, қўнгили айниши, ошқозон санчиш ва нерв системаси бузилиши мумкин. У ҳаво билан портловчи аралашма (ҳажм бўйича 1,8—12,5% пиридин) ҳосил қилади.

Иш журналлини тутиш

Студент лаборатория ишларини бажаришда ишнинг асосий усуллари, реакция учун ишлатиладиган органик бирикмалар, синтез қилинган моддаларни ажратиб олиш, тозалаш ҳамда уларнинг константаларини аниқлаш усуллари билан танишади. Студент ишни тушунган ҳолда бажариши керак: реакция ша-роитларини танлаш нимага асосланганини, асбоб танлашни, ўтказилган тажрибани тўғри ва аниқ ёза билиши керак.

Бажарилган ишни ёзиш учун лаборатория журнали тутилади. Ҳамма ёзмалар журналнинг ўнг бетида бўлиши керак. Журнал-нинг чап бетига асбобларнинг расми чизилади, 7-жадвал учун ҳисоблашлар қилинади (черновиксиз бир йўла аслига ёзиш ке-рак!) ва маҳсулотнинг унуми ҳисобланади. Бундан ташқари, ўқитувчи синтез тўғрисидаги танқид ва мулоҳазаларини ҳам журналнинг чап бетига ёзади.

Қуйидаги иш журналида синтез қандай кўринишда ёзили-шини кўрсатадиган схема келтирилган.

Иш № . . .

Синтез

(синтез қилинадиган модданинг номи)

Адабиёт

(авторнинг фамилияси, отасиянинг исми ва дарсликнинг номи)

(нашриёти, нашр этилган йили, бети)

ишнинг бошланиши _____
(числоси)

Асосий реакциялар _____
(оралиқ реакцияларнинг тенгламалари коэффициенти билан, маҳсулот

унумини ҳисоблаш учун реакциянинг умумий тенгламаси)

Қўшимча реакциялар _____
(оралиқ реакцияларнинг руйҳати ва уларнинг реакция

тенгламаларини ёзиш)

Ишнинг тамом бўлиши _____
(числоси)

Препарат топширилган _____
(лаборантнинг имзоси)

Иш қабул қилинган _____
(ўқитувчининг имзоси)

Қуйида синтез ҳисоби учун мисол ва иш планини тузиш схемаси берилган.

7-жадвал

Синтез ҳисоби

Дастлабки моддалар				Қерак бўладиган моддалар миқдори				Ортиқчаси	
Реактивларнинг номи ва формуллари	молекуляр масса	справочникдан олинган константалар (май, сувоқ, температуралари, зич.)	концентрация	курсатма бўйича				(моль)	(%)
				(моль)	100 % (г)	берилган концентрация	тенглама бўйича (моль)		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

3-графага справочникда берилган константалар ёзилади. Ҳисоблаш жадвали 6- ва 7- графаларни тўлдиришдан бошланади: рақамлар методикадан олинади. Агар моддалар миқдори миллиграммларда берилган бўлса, граммга (юқорида айтиб ўтилганидек, ҳамма ҳисоблар журналнинг чап бетига ёзилади) айлантирилади. Агар методикада берилганидан бошқа миқдорда модда олинаниган бўлса, ҳисоблашни пропорционал миқдорда камайтириб ёки кўпайтириб, қайтадан ҳисоблаш керак. Кейин 5- ва 8- графалар тўлдирилади. Олинган ёзилмалар асосида қўлланмада кўрсатилганидек моддаларнинг моляр нисбатларини топшиш ва стехиометрик тенгламаларига кўра қайси моддалардан ортиқча миқдорда олиш кераклигини билиш мумкин. 8- графада олинган миқдорга кўра ортиқча модда проценти 10- графага ёзилади. Қуйида мисол тариқасида этил бромид синтез қилиш ҳисоби берилган (9-жадвал).

Синтез плани

Иш плани тўрт қисмга бўлинади: 1) реакция учун керакли реактивлар тайёрлаш ва асбоб йиғиш; 2) реакцияни ўтказиш; 3) ҳосил бўлган моддани реакцияда ҳосил бўлган бошқа бирикмалардан ажратиш олиш; 4) моддани тозалаш.

Ҳар қайси қисмда бажарилиши керак бўлган операциялар батафсил ёзилади. Ишнинг ҳар бир этапида ишлатиланиган моддаларнинг миқдори кўрсатилади. Энг муҳими хавфсизлик техникаси қоидаларига (осон алангаланувчан, куйдирадиган ва ҳоказо моддалар билан ишлаш қоидаларига) кўпроқ эътибор берилади.

Асбоблар планда ёзилмайди, журналнинг чап бетига уларнинг схемаси чизилади. Қолбаларнинг ҳажми, қандай ҳаммомдан фойдаланиш кераклиги, совитгич ва бошқаларнинг хиллари кўрсатилади.

План охирида синтез қилинаётган модданинг кўрсатма бўйича чиқадиган миқдори ва константалари, албатта, кўрсатилиши лозим.

Иш плани ва синтезнинг ҳисобини, албатта, ўқитувчи тасдиқлаши керак.

Ҳисобот

Ҳисобот ишни бажариш вақтида тузилади. Унда планда кўрсатилганларни такрорламаслик лозим. Ҳамма пунктларни бажаришда нима кузатишганини ҳисоботда кўрсатиш керак. Экспериментатор аралашмада содир бўлаётган ҳамма ўзгаришларни (қизиш, совитиш, лойқаланиш, рангнинг ўзгариши ва бошқаларни) кузатиши керак. Моддаларни тозалашда тозаланиладиган модданинг ташқи кўриниши ва константаларининг ўзгариши қайд этилади. Қаттиқ моддаларни қайта кристаллан-

тиришда унинг кристаллга тушгунига қадар ва ундан кейинги оғирлиги, эритувчининг миқдори ва кристаллизация усули, шаронти кўрсатилади. Суюқ моддаларни тозалашда фракциялаш усули, унинг числоси, ҳайдаш температурасининг интервали, фракциялар массаси кўрсатилади.

Айрим операцияларнинг давом этиш вақтини, шунингдек, реакция бирор операцияда тўхтатилиб, кейин давом этирилса, ўша вақтларни ҳам ҳисобга олиб кўрсатиш керак. Агар экспериментатор синтезни бажараётган вақтида бирорта ўзгартиш киритиб, кўрсатмадан бир оз четга чиқса, буларнинг ҳаммасини ҳисоботда кўрсатиши ва бу ўзгартиш натижаларининг ҳулоасини чиқариши керак.

Шунингдек, ҳисоботда реакция механизмларини кўрсатиб, тушунтириб ёзиш керак, масалан, берилган ишда реакция мувозанатини тескари томонга силжитиш учун қандай усул қўлланилгани кўрсатилади. Этерификация реакцияларида реакцияон аралашмага минерал кислота нима учун оз миқдорда катализатор сифатида қўшилади? Нима учун унинг ортиқча миқдори реакция натижасида ҳосил бўладиган маҳсулотни камайтиради? Нима учун реакцияон аралашмани кўрсатмада кўрсатилган температурадан юқори температурада қиздириб бўлмайди?

Ҳисобот охирида синтез қилинган модданинг миқдори ва константалари жадвали тузилади (8-жадвал).

8-жадвал

Реакциядан олинган модданинг миқдори ва константалари

	Модданинг константалари		Модданинг миқдори	
			(г)	%
Реакциядан олинган модданинг номи ва формуласи	амалда топилгани	адабиётда берилгани	назарияда берилганига нисбатан	кўрсатмада берилганига нисбатан

Иш №...

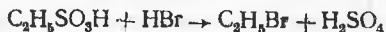
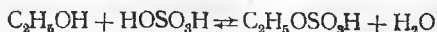
ЭТИЛ БРОМИД СИНТЕЗ ҚИЛИШ

Адабиёт: Г о л о д н и к о в Г. В. Практические работы по органическому синтезу. Ленинград университети нашриёти, 1966, 145-бет, I усул.

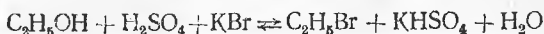
Иш 1973 йил 10 ноябрда бошланган.

Асосий реакция.

Оралиқ реакцияларнинг тенгламалари:

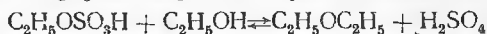
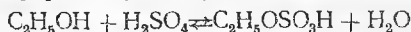


Реакциянинг умумий тенгламаси (этил бромиднинг унумини ҳисоблаш учун):



Қўшимча реакциялар ва уларнинг тенгламалари:

1) Диэтил эфирнинг ҳосил бўлиши:



2) Водород бромиднинг сульфат кислота билан оксидланиши:



9-жадвал

Этил бромид синтезининг ҳисоби

Реактивларнинг номи ва формуласи	Дастлабки моддалар			Моддаларнинг керакли миқдори				Ортиқчаси	
	молекуляр массаси	справочникдан олинган константалар	концентрация	кўрсатмада		берилгани г	тенгламага кўра	(моль)	%
				(моль)	100 %				
Этанол C_2H_5OH	46	Қайнаш тем. 78,3°C D=0,8	95,5%	0,54	24,8	(33 мл) 26,07	1 (0,25)	0,29	116
Сульфат кислота H_2SO_4	98	d=1,84	98%	0,60	59,5	(33 мл) 60,7	1 (0,25)	0,36	136
Калий бромид KBr	119	—	—	0,25	30,0	—	1 (0,25)	—	—

Этил бромид синтез қилиш плани

1. Керакли реактивлар тайёрлаш ва асбоб йиғиш.

1. Асбоб (1-расм)¹ йиғиш. (Иш журнаlining чап бетига этил бромид синтез қилиш асбобининг схемаси чизилади, 77-бетдаги 43-расмга қаралсин.)

2. Реакцион қолбага 33 мл концентранган сульфат кислота қуйилади ва аралаштириб турган ҳолда тезлик билан унга 33 мл этил спирт қўшилади. Аралашма хона температурасигача совитилади (1 эритма).

¹ Ушбу синтез учун керакли расмларнинг номерлари кўрсатилади.

3. 1 эритмага эҳтиётлик билан (ташқарисидан сув билан совитиб туриб) 20 мл музли сув қўшилади (2-эритма).

4. 30 г калий бромид ҳовончада майдаланади.

II. Реакцияни ўтказиш

1. 2 эритмага 30 г калий бромид қўшилади. Реакцион ара-лашма қум ҳаммомида этил бромид ҳайдалиб бўлгунича қиз-дирилади. Этил бромид йиғгич колба тубига мойсимон оғир модда ҳолида йиғилади.

III. Олинган моддани қўшимча моддалардан тозалаш

1. Йиғгич колбадаги ортиқча сув декантация йўли билан стаканга қўйилади.

2. Этил бромид (пастки қават) ажратгич воронкада юқо-ридаги қаватидан ажратилади.

3. Этил бромид солинган колба музли сувга қўйилади ва эҳ-тиётлик билан идиш тубида алоҳида қават ҳосил қилиб йиғил-гунча томизгич воронка ёрдамида концентранган сульфат кис-лота қўшилади.

4. Этил бромид (юқоридаги қават) кичкина қуруқ ажрат-гич воронкада сульфат кислотадан ажратилади.

IV. Моддани тозалаш

1. Қуруқ этил бромид ҳайдалади (2-расм). 37—40°C интер-валидаги фракция йиғиб олинади.

Қайнаш температураси 38,4°C. Унуми 22 г.

Ўқитувчининг имзоси _____

Юқориди кўрсатилган схемага биноан ишнинг бориши ҳа-қида ҳисобот ёзилади ва модданинг унуми ҳисобланади.

ОРГАНИК МОДДАЛАР СИНТЕЗИ

АЛИФАТИК БИРИКМАЛАРДА НУКЛЕОФИЛЬ АЛМАШИНИШ РЕАКЦИЯСИ

Алифатик бирикмаларда нуклеофиль алмашиниш реакциялари
10- жадвалда берилган.

10- ж а д в а л

Синтез номери	Модданинг номи	Максимум узунли, (г)	Синтезланг. давом этиш вақти (соат)	Эксперимент усуллари
------------------	----------------	-------------------------	---	-------------------------

Тўйинган (тетраэдр) углерод атомида нуклеофиль алмашиниш реакциялари

Спиртлардаги гидроксил группаларнинг минерал кислоталардаги (Br, Cl, J, ONO₂) анионларга нуклеофиль алмашиниши

1	Этил бромид	20	5	Осон учувчан моддани ҳайдаш
2	Бутил бромид	15	6	Ҳайдаш
3	Ҳлорниклогексан	12	8	Водород хлорид билан ишлаш, ҳайдаш
4	Аллил хлорид	12	4—5	Осон учувчан моддани ҳайдаш, водород хлорид билан ишлаш
5	Бутил бромид (қизил фос- фор ва бром ишлатиш билан)	13	8	Буғ билан ҳайдаш, ҳайдаш
6	Изоамил бромид	16	8	Буғ билан ҳайдаш, ҳайдаш
7	Этил йодид	17	7	Ҳайдаш
8	Амил йодид	10	11	Буғ билан ҳайдаш, вакуумда ҳайдаш
9	Изопропил йодид (глицериндан)	9	6	Ҳайдаш
10	Целлюлоза динитрат	3	4—5	—

*Спиртлардаги гидроксил группанинг алкоксианионга нуклеофиль алмашиниши
(оддий эфирларнинг олиниши)*

11	Дибутил эфир	10	6—7	Азеотроп ҳайдаш, ҳайдаш
12	Диизоамил эфир	12,5	12	Азеотроп ҳайдаш, сув буғи билан ҳайдаш, ҳайдаш
13	Диоксан	9,5	6—7	Ҳайдаш, натрий метали устида ҳайдаш

Синтез номери	Модданинг номи	Махсулот унуми, (г)	Синтезнинг давом эттиш вақти (соат)	Эксперимент усуллари
14	β- Нафтолнинг этил эфири	12,5	9	Этанолдан қайта кристаллантириш
<i>Галоид алкиллардаги галогенларга нуклеофил алмашиниш</i>				
15	Этилпропил эфир	8	7—8	Аралаштиргич, натрий метали устнда ҳайдаш
16	Этилбутил эфир	6,5	6—7	Натрий метали билан ишлаш, ҳайдаш
17	Фенетол	9	8—9	Натрий метали билан ишлаш, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
18	Фенилсирка кислота	3,5	6	Диэтил эфир билан экстракция қилиш, сувдан қайта кристаллантириш
19	Нитрометан	4,5	5	Ҳайдаш
20	2- Нитропропан	3,5	9	Ҳайдаш

Алифатик тригонал углерод атомида нуклеофил алмашиниш реакциялари

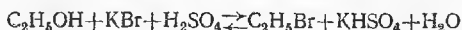
Этерификация реакциялари

21	Сиркаэтил эфир	20	6—7	Ҳайдаш
22	Сиркабутил эфир	13,5	6—7	Сувни азеотроп ҳайдаш
23	Сиркаизоамил эфир: а) изоамил спирт ёрдамида азеотроп аралашмадан сувни ҳайдаш б) бензол ёрдамида азеотроп аралашмадан сувни ҳайдаш	13	7—8	Сувни азеотроп ҳайдаш, Сувни азеотроп ҳайдаш
24	Бензойэтил эфир	13 11	7—8 8—9	Диэтил эфир билан экстракциялаш, ҳайдаш
25	Оксалат кислотанинг этил эфири	12	8	Водород хлорид билан ишлаш, ҳайдаш
26	Чумоли кислотанинг этил эфири	13	6	Ҳайдаш
27	Хлорсирка кислотанинг этил эфири	7,5	6—7	Ҳайдаш
28	Салицил кислотанинг метил эфири	10	12	Ҳайдаш (ёки вакуумда ҳайдаш)
29	Салицил кислотанинг изоамил эфири	8	12	Вакуумда ҳайдаш
30	Қаҳрабо кислотанинг диэтил эфири	11,5	6—7	Сувни азеотроп ҳайдаш, вакуумда ҳайдаш

Спиртлар, феноллар ва аминларни ангидрид ва хлорангидридлар билан ациллаш

31	Диметил эфир: а) малеин кислота б) фумар кислота	6,5 3,5	6—7 2	Вакуумда ҳайдаш
32	β-Пентаацетилглюкоза	9	7	Этил спиртдан қайта кристаллантириш
33	Глицеринтрибензоат	6	5—6	Этил спиртдан қайта кристаллантириш
34	Ацетилсалицил кислота (аспирин)	8	6	Органик эритувчидан қайта кристаллантириш
35	β-Нафтилацетат	6,5	4	Этил спиртдан қайта кристаллантириш
36	Бензонафтол	0,6	3	Этил спиртдан қайта кристаллантириш
37	Салицил кислотанинг фенол эфири (салол)	6	6—7	Метил спиртдан қайта кристаллантириш
38	Бензой кислотанинг фенол эфири	8	5	Сувдан қайта кристаллантириш
39	Ацетанилид	5,5	3	Сувдан қайта кристаллантириш
40	n-Ацетаминофенол	10	3—4	Сувдан қайта кристаллантириш
41	n-Ацетотолуидин	14,7	4	Сувдан қайта кристаллантириш
42	Бензанилид	5,5	7—8	Этил спиртдан қайта кристаллантириш

1. Этил бромид

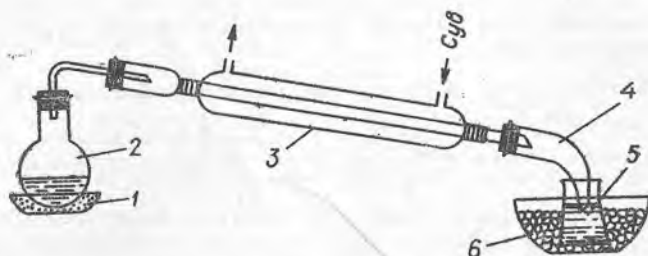


Реактивлар. 30 мл этил спирт (95 процентли), 25 г калий бромид, сульфат кислота (*d*-1,84)

Сигими 250 мл бўлган туби юмалоқ колбага 30 мл концентранган сульфат кислота қўйилади ва унга тезлик билан аралаштириб туриб 30 мл этил спирт қўшилади. Аралашма хона температурасигача совитилади ва эҳтиётлик билан унга 20 мл музли сув (ташқаридан доимо колбани совитиб турган ҳолда), кейин 25 г майдаланган калий бромид қўшилади. Реакцион аралашмали колба эгик шиша най¹ ёрдамида яқши ишлайдиган, алонж ўрнатилган совитгичга уланади. Алонжнинг учи йиғич колбадаги музли сувнинг² ичига 1—1,5 см туширилади. Йиғич-колба эса музли ҳаммомда совитиб турилади (43-расм). Реакцион аралашма қум ёки ҳаво ҳаммомида йиғич колба тубига ёғсимон модда йиғила бошлангунча кучли алангада қиздирилади. Агар колбадаги реакцион аралашма кўпиклашса, қиздириш қисқа вақтга секинлаштирилади. Ҳайдаш процессида йиғич-колбадаги сув алонжга кўтарилиши мумкин. У вақтда алонжнинг учи бир оз суюқликка тегиб турадиган ёки

¹ Кичикроқ дефлегматорни ишлатиш ҳам мумкин.

² 20°C да 100 г сувда 0,914 г этил бромид эрийди, шунинг учун йиғич колбага кўп сув қўйиб бўлмайди.



43- расм. Этил бромид ҳосил қилинадиган асбоб:

1 — қум ҳаммом; 2 — туби думалок қолба; 3 — совитгич; 4 — алонж; 5 — йиғгич-қолба; 6 — музли ҳаммом.

алонжни бир томонга бурса бўладиган қилиб йиғгич-қолба бир оз пастга туширилади.

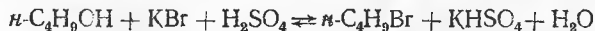
Реакция тамом бўлгандан кейин йиғгич-қолбадаги модда ажратгич воронкага қуйилади ва этил бромид (пастки қават) 100 мл ҳажмли конуссимон қолбага ажратиб олинади. Қолба музли сув (яхшиши тузли қор) билан совитилади ва идиш тубида алоҳида қават ҳосил бўлиб ажралгунча этил бромидга эҳтиётлик билан томизгич воронка орқали концентрланган сульфат кислота томизилади. Этил бромид таркибидаги диэтил эфир ва этанолни йўқотиш ва уни қуритиш учун унга сульфат кислота қўшилади, бу вақтда этил бромид қурийд. Бу операцияда иссиқлик ажралиб чиқади. Шунинг учун осон учувчан этил бромидни йўқотмаслик мақсадида этил бромидга совитиб турган ҳолда сульфат кислота қўшилади. Аралашма қуруқ ажратгич воронкада ажратилади ва кичик алағга билан қиздириладиган сув ҳаммомида этил бромид ҳайдалади. Йиғгич-қолба музли сувда совитилади (29-расм). Этил бромид 35—40°C температура интервалада ҳайдалади, асосий масса 38—39°C да ҳайдалади. Тозаланмаган этил бромид таркибида бром (қўшимча модда) қўшилмаси бўлгани учун у сариқ рангли бўлади. Этил бромиднинг унуми 20 г.

Тоза этил бромид (бромэтан, этил бромид) ўзига хос ҳидли рангсиз суюқлик. Спирт, эфир, хлороформ билан аралашади, қайнаш температураси паст, шунинг учун у қалин леворли, шлифланган пробкали склянкада ёки кавшарланган ампулага сақланади. Ёруғлик а сақланганда сарғаяди, чунки парчаланиб, бром ажратиб чиқаради. Молекуляр массаси 108,97; қайнаш температураси 38,4°C; d_4^{20} 1,4555; n_D^{20} 1,4239.

Галогенни аниқлаш учун сифат реакция. *Бейльштейн намунаси*. Учи ҳалқага ўхшатиб этилган мис сим газ алангасида чўлгангунча қиздирилади. Бунда сим сиртида мис (II)-оксид ҳосил бўлади. Сўнгра симнинг шу учини совитиб туриб, этил бромидга ботирилади ва ёруғлик бермайдиган

алангада ёндирилади. Бунда аланга дастлаб ёруглашади (углерод ёнади), кейин у мис хлориднинг бугланиши натижасида зангори-яшил рангга бўялади. Бу реакция галогенли ҳосилалар учун характерлидир.

2. Бутил бромид (*n*-бутил спирт ва калий бромиддан)



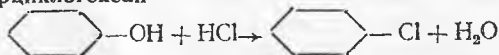
Реактивлар. 14 мл *n*-бутил спирт, 15 г калий бромид, сульфат кислота ($d = 1,84$), натрий гидросульфит, натрий гидрокарбонат, кальций хлорид.

Туби юмалоқ 150 мл ҳажмли колбага 15 мл сув, 14 мл *n*-бутил спирт, 15 г майдаланган калий бромид ва бир неча бўлакча қайнатгич солинади. Колба икки шохли форштосс орқали қайтарма совитгич ва томизгич воронкага уланади (16-расм), колба ташқарисидан музли сув билан совитилади ва оз-оздан 12 мл концентрланган сульфат кислота қўйилади. Ҳар гал колбани чайқатиб туриб, аралашма яхшилаб аралаштирилади. Сўнгра колбани асбест тўр устида кичикроқ алангада қиздириб туриб, реакцион аралашма 2 соат давомида қайнатилади. Қайтарма совитгич пастга қия қилиб уланади (43-расм). Қиздиришни кучайтириб сув, *n*-бутил спирт, дибутил эфир, озроқ бутилен ва бром қўшилмалари бор бутил бромид ҳайдалади. Ҳали ҳайдалмаган маҳсулот ажратгич воронкага қўйилади ва бром қолдигидан тозалаш учун таркибда озроқ натрий гидросульфит бор сув билан ювилади (бутил бромиднинг қайси қатламида эканлиги кўрилади). Кейин бутил бромид қуруқ ажратгич воронкага қўйилади ва тенг ҳажмдаги совуқ концентрланган сульфат кислота билан ювилади (эҳтиёт бўлинг!). Кислота ажратиб олинади; бутил бромид ўша воронкада кетма-кет сув, суюлтирилган натрий бикарбонат эритмаси ва яна сув билан ювилади. Ювилган бутил бромид кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц колбасида ҳайдалади. 98—103°C да қайнайди-ган фракция йиғиб олинади. Бутил бромиднинг унуми 15 г.

n-бутил бромид (I-бромбутан) — рангсиз суюқлик, спирт ва эфир билан аралашади, 30°C да 100 г сувда 0,061 г эрийди. Молекуляр массаси 137,02; суюқланиш температураси — 112,4°C; қайнаш температураси 101,6°C; $d_4^{20} 1,299$; $n_D^{20} = 1,4398$.

С и ф а т р е а к ц и я. *Бейльштейн намунаси*. (77-бетга қаралсин).

3. Хлорциклогексан



Реактивлар. 16 мл циклогексанол, 23,5 мл хлорид кислота ($d = 1,18$), водород хлорид (231-бетга қаралсин), кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда олиб борилади! Водород хлорид шилиқ пардаларни яллиғлантиради.

Сифими 100 мл бўлган туби юмалоқ колбада 16 мл циклогексанол 23,5 мл концентрланган хлорид кислотада эритилади.

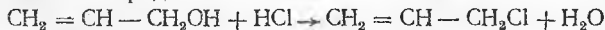
Эритмани муз ҳаммомида совитиб туриб, водород хлорид билан тўйинтирилади (44-расм).

Тўйинтирилгандан кейин колбани ҳаммомдан олиб, қайтарма совитгичга уланади, хона температурасигача исигунча бир оз қўйиб қўйилади ва кейин асбест тўр устида 2 соат давомида қайнатилади. Кейин совитиб, реакцион массани ажратгич воронкага қўйиб, хлорциклогексан ажратилади (юқориги қават), бир неча марта сув билан юйиб, кальций хлорид билан қуритилади. Қуруқ хлорциклогексан Вюрц колбасида ҳайдалади (29-расм). 140—144°C да ҳайдалади-ган фракция йиғиб оли-нади. Қўшимча маҳсу-лот — циклогексан — ҳайдаш процессида ажралади. Унинг қай-наш температураси 80—82°C. Хлорциклогексанининг унуми 12 г. Хлорциклогексан (циклогексил хлорид) — рангсиз суюқлик, этанол, эфир, бензол билан аралашади, сувда эримайди.

Молекуляр массаси 118,6; суюқланиш температураси — 43,9°C; қайнаш температураси 142,5°C; d_4^{20} 1,0161; n_D^{20} = 1,4625.

С и ф а т р е а к ц и я. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

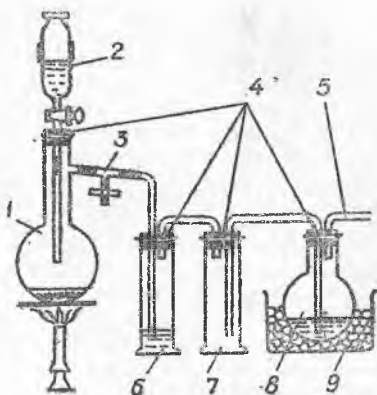
4. Аллил хлорид



Реактивлар. 15,3 мл аллил спирт, 22,6 мл хлорид кислота ($d=1,18$), мис (I)-хлорид (231-бетга қаралсин), 4,5 мл сульфат кислота ($d=1,84$), кальций хлорид.

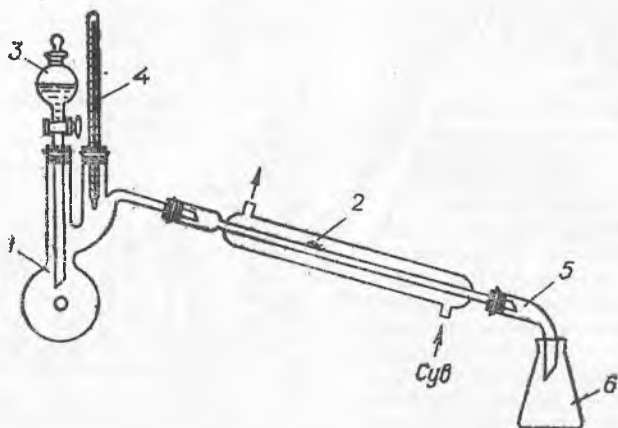
Иш мўрили шкафда олиб борилади.

Томизгич воронка, термометр ва яхши ишлайдиган совитгич ўрнатилган Кляйзен колбасига (45-расм) 15,3 мл аллил спирт, 22,6 мл концентранган хлорид кислота ва 0,5 г мис (I)-хлорид солинади. Томизгич воронкага 4,5 мл концентранган сульфат кислота қўйилади; ундан бир миллиметри дарҳол реакция аралашмага қўшилади, қолган миқдори эса аста-секин ҳайдаш давомида томчилаб қўйилади. Колба сув ҳаммомида қиздирилади ва эҳтиётлик билан вақт-вақтида аралашма чайқатиб турилади. 50°C дан паст температурада қайнайди-ган модда йи-



44-расм. Водород хлорид олиш учун ишла-тиладиган асбоб:

1 — Вюрц колбаси; 2 — эомизгич воронка; 3 — бурами қисқичли тройник; 4 — каучук пробкалар; 5 — мў-рили шкафга чиқариладиган лай; 6 — концентранган сульфат кислота солинган цилиндр; 7 — сақлагич цилиндр; 8 — реакция аралашмаи колба; 9 — музли ҳаммом.



45- расм. Аллил хлорид олинадиган асбоб:

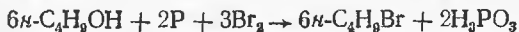
1 — Кляйзен колбасы; 2 — совитгич; 3 — томизгич воронка; 4 — термометр; 5 — алоик; 6 — йиғгич—колба.

ғиб олинади. Аллил хлорид кальций хлорид билан қуритилади ва сув ҳаммомида дефлегматорли колбада ҳайдалади (31-расм). 43—45°C да қайнайдиған фракция йиғиб олинади. Аллил хлориднинг унуми 12 г.

Аллил хлорид (3-хлорпропан) — рангсиз суюқлик, этанолда эрийди, эфир билан аралашади, 20°C да 100 г сувга 0,36 г эрийди. Молекуляр массаси 76,52; суюқланиш температураси — 136,4°C; қайнаш температураси 44,6°C; d_4^{20} 0,938; n_D^{20} 1,4154.

Сифат реакцияси. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

5. Бутил бромид (қизил фосфор ва бром ёрдамида)



Реактивлар. 11,5 мл *n*-бутил спирт, 1,9 г қизил фосфор¹, 5 мл бром, кальций хлорид, натрий карбонат.

Иш мўрили шкафта олиб борилади!

Икки шоҳли форштосс, томизгич воронка ва совитгич ўрнатилган 100 мл ҳажмли туби юмалоқ колбага (яхшиси икки оғизли колба ишлатиш керак) (16-расм) 1,9 г қизил фосфор ва 11,5 мл *n*-бутил спирт солинади. Томизгич воронканинг жўмраги текширилган ва унга фосфат кислота суртилган бўлиши керак. Реакцион колба совуқ сув билан совитилади ва аста-секин бир соат давомида томизгич воронкадан 5 мл бром² томизила-

¹ 231-бетга қаралсин (қизил фосфорни тозалаш).

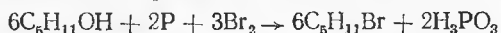
² 7-бетга қаралсин (бром билан ишлаш қондаси).

ди, тез-тез чайқатиб турилади (штативнинг совитгич ўрнатилган қисқичи бўшроқ маҳкамланади). Қолба чайқатилганда томизгич воронкадаги бром сочилиб кетмаслиги учун воронканинг өзги капилляр қилиб чўзилган 5 см узунликдаги най ўрнатилган пробка билан беркитилади. Бром қўшиб бўлгач реакцияон аралашма хона температурасигача қиздирилади, сўнгра чайқатиб туриб, бром буғи йўқолгунча 3 соат давомида сув ҳаммомида қиздирилади (олдин эҳтиётлик билан). Қолбадаги аралашма кучли қайнаши керак. Реакция тугагандан кейин бутил бромид реакцияон колбанинг ўзидан сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Буғ билан ҳайдашда бутил бромидни йўқотмаслик учун узун совитгичдан фойдаланиш керак. Бутил бромид (пастки қават ажраткич воронка ёрдамида сувдан ажратилади, олдин 10 процентли сода эритмаси, кейин сув билан ювилади ва кальций хлорид ёрдамида қуритилади (бунда бутил бромид тиник бўлиб қолиши керак). Қуритилган модда шиша пахта орқали воронкадан Вюрц колбасига қуйиб ҳайдалади, 100—103°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Бутил бромиднинг унуми 13 г га яқин.

n-Бутил бромиднинг характеристикаси 78-бетда берилган.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

6. Изоамил бромид



Реактивлар. 14,2 мл изоамил спирт, 1,1 г қизил фосфор¹, 3,4 мл бром, кальций хлорид, натрий карбонат.

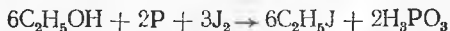
Иш мўрили шкафта олиб борилади!

Изоамил бромидни синтез қилиш бутил бромиднинг синтез қилинишига ўхшайди (5-синтез). Изоамил бромиднинг қайнаш температураси 120,6°C. Унинг унуми 16 г га яқин.

Изоамил бромид (1-бром-3-метилбутан) — рангсиз суюқлик, этанолда ва эфирда эрийди; 16°C да 100 г сувда 0,02 г эрийди. Молекуляр массаси 151,06; суюқланиш температураси — 111,9°C; қайнаш температураси 120,6°C; d^{20}_4 1,22.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

7. Этил йодид



Реактивлар. 10 мл абсолют этил спирт², 10 г йод, 1 г қизил фосфор³, натрий гидросульфит, кальций хлорид, натрий гидроксид.

¹ 231-бетга қаралсин (қизил фосфорни тозалаш).

² 62-бетга қаралсин (абсолют спирт тайёрлаш).

³ 231-бетга қаралсин (қизил фосфорни тозалаш).

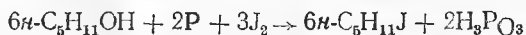
100 мл ҳажмли туби юмалоқ колбага 1 г қизил фосфор, 17 мл абсолют этил спирт солинади, тез-тез чайқатиб ва совуқ сув билан совитиб турган ҳолда 10—15 минут давомида майдаланган йоддан (мўрили шкафда!) 17 г қўшилади. Колбага сувли қайтарма совитгич уланади ва тез-тез чайқатиб туриб, 1 соат хона температурасида қолдирилади. Шундан кейин реакцион аралашма 2 соат давомида чайқатиб туриб сув ҳаммомида қиздирилади. Аралашма совитилади, қайтарма совиткич пастга қия қилиб уланади (43-расм) ва қайнаб турган сув ҳаммомида этил йодид ҳайдалади (йиғгич-колба ташқарисидан совуқ сув билан совитилади). Ҳайдаш охирида, этил йодид секин ҳайдала бошлаганда сув ҳаммоми олиб қўйилади, колба артиб қуритилади ва эҳтиётлик билан асбест тўр устида ёки узлуксиз тутовчи кучсиз алангада қиздириб, қолган этил йодид ҳайдалади. Ҳосил қилинган дистиллат таркибида этил йодиддан ташқари оз миқдорда этил спирт ва уни тўқ жигар рангга бўяб турувчи йод бўлади. Дистиллат ажратгич воронкага қўйилади ва этил спиртни йўқотиш учун сув билан икки марта ювилади, кейин йодни йўқотиш мақсадида бир неча томчи натрий гидросульфит эритмаси қўшилган сув ва охирида йодид кислота қолдигини нейтраллаш учун бир неча томчи натрий гидроксид қўшилган сув билан ювилади. Рангсиз мой (пастки қават) қиздирилган кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц колбасида ҳайдалади, бунда қолба горслканинг тутаб ёнаётган кучсиз алангасида қиздирилади. Агар кальций хлорид этил йодид сиртида сузиб юрган бўлса, суюқлик Вюрц колбасига шиша пахта ёки асбест солинган воронка орқали қўйилади. Этил йодиднинг қайнаш температураси 72°C. Унинг унуми 10 г га яқин.

Этил йодид (йолэтан) — ҳушбўй ҳилли, рангсиз оғир суюқлик, этанолда, эфирда, бензолда, хлороформда эрийди, 100 г сувда 0,4 г эрийди. Молекуляр массаси 155,96; суюқланиш температураси—108,5 ——110,9°C, қайнаш температураси 72,2° С; d_4^{20} 0,9331; n_D^{20} 1,5168.

Этил йодид ёруғда сақланганда қораяди, шунинг учун жигар ранг, зич беркиладиган склянкаларда оз миқдордаги симоб устида сақланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

8. Амил йодид



Реактивлар. 11,1 мл *n*-амил спирт, 1 г қизил фосфор¹, 12,7 г йод, натрий гидроксид, кальций хлорид.

¹ 231-бетга қаралсин (қизил фосфорни тозалаш).

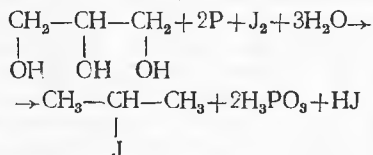
100 мл сигимли туби юмалоқ колбага 11,1 мл *n*-амил спирт ва 1 г қизил фосфор солинади. Колбани аста-секин чайқатиб ва совуқ сувли ҳаммомда совитиб туриб (10—15°C), унга майдаланган йоддан 12,7 г солинади (мўрили шкафта!). Йоднинг ҳаммаси қўшиб бўлингач, колбага қайтарма совитгич уланади ва вақт-вақти билан чайқатиб туриб, сув ҳаммомида (сувни температураси 80°C) 5 соат давомида қиздирилади. Реакция тамом бўлгандан кейин амил йодид сув буғи билан ҳайдалади (33-расм), ажратгич воронкада (пастки қават) сувдан ажратилади ва олдин (рангсизлангунча) 10 процентли натрий гидроксид эритмаси, кейин эса сув билан ювилади. Амил йодид кальций хлорид билан қуритилади ва вакуумда ҳайдалади (35-расм), 62°C да (12 мм сим. уст) қайнайдиган фракция йиғилади. Унинг унуми 10 г.

Амил йодид (1-йодпентан) — рангсиз суюқлик, эфир билан аралашади, этанолда эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 198,05; суюқлашиш температураси — 85,6°C; қайнаш температураси 156°C; d_4^{20} 1,517; n_D^{20} 1,4955.

Амил йодид жигар ранг склянкаларда сақланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

9. Изопропил йодид (глицериндан)



Реактивлар. 8 мл (10 г) глицерин, 15 г йод, 3 г қизил фосфор, натрий карбонат, кальций хлорид, натрий гидросульфит.

Иш мўрили шкафта олиб борилади!

Туби юмалоқ икки оғизли, 100 мл ҳажмли колбада 8 мл (10 г) глицерин 5 мл сувда эритилади ва 15 г майдаланган йод қўшилади. Кейин колбанинг бир оғзига қайтарма совитгич уланади, иккинчиси пробка билан беркитилади. 25 мл сигимли стаканда 3 г қизил фосфор тарозида тортиб олинади ва у озроқ (2—3 мл) сув билан аралаштирилади. Тайёрланган фосфорнинг $1/10$ қисми колбага солинади ва у эҳтиётлик билан асбест тўр устида реакция бошлангунча қиздирилади. Аралашма қайнагач қиздириш тўхтатилади. Реакция иссиқлик ажралиши билан боради, шунинг учун реакцияон аралашма қиздирилмаса ҳам қайнайди. Реакция секинлашиб қолганда фосфорнинг кейинги порцияси қўшилади. Колба пробкасини тез очиб, тезлик билан фосфорни аралашмага солиш керак. Колбани чайқатиб туриб реакцияон аралашма аралаштирилади. Фосфорнинг ҳаммаси қўшиб бўлингач (60—90 минутдан) колбадаги аралашма

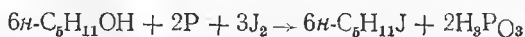
100 мл ҳажмли туби юмалоқ қолбага 1 г қизил фосфор, 17 мл абсолют этил спирт солинади, тез-тез чайқатиб ва совуқ сув билан совитиб турган ҳолда 10—15 минут давомида майдаланган йоддан (мўрили шкафта!) 17 г қўшилади. Қолба сувли қайтарма совитгич уланади ва тез-тез чайқатиб туриб, 1 соат хона температурасида қолдирилади. Шундан кейин реакцион аралашма 2 соат давомида чайқатиб туриб сув ҳаммомида қиздирилади. Аралашма совитилади, қайтарма совиткич пастга қия қилиб уланади (43-расм) ва қайнаб турган сув ҳаммомида этил йодид ҳайдалади (йиғгич-қолба ташқарисидан совуқ сув билан совитилади). Ҳайдаш охирида, этил йодид секин ҳайдала бошлаганда сув ҳаммоми олиб қўйилади, қолба артиб қуритилади ва эҳтиётлик билан асбест тўр устида ёки узлуксиз тутовчи кучсиз алағгада қиздириб, қолган этил йодид ҳайдалади. Ҳосил қилинган дистиллат таркибида этил йодиддан ташқари оз миқдорда этил спирт ва уни тўқ жигар рангга бўяб турувчи йод бўлади. Дистиллат ажратгич воронкага қўйилади ва этил спиртни йўқотиш учун сув билан икки марта ювилади, кейин йодни йўқотиш мақсадида бир неча томчи натрий гидросульфит эритмаси қўшилган сув ва охирида йодид кислота қолдиғини нейтраллаш учун бир неча томчи натрий гидроксид қўшилган сув билан ювилади. Рангсиз мой (пастки қават) қиздирилган кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц қолбасида ҳайдалади, бунда қолба горелканинг тутаб ёнаётган кучсиз алағасида қиздирилади. Агар кальций хлорид этил йодид сиртида сузиб юрган бўлса, суюқлик Вюрц қолбасига шиша пахта ёки асбест солинган воронка орқали қўйилади. Этил йодиднинг қайнаш температураси 72°C. Унинг унуми 10 г га яқин.

Этил йодид (йог'тан) — хушбўй ҳимли, рангсиз оғир суюқлик, этанолда, эфирда, бензолда, хлороформда эрийди, 100 г сувда 0,4 г эрийди. Молекуляр массаси 155,96; суюқланиш температураси—108,5 ±—110,9°C, қайнаш температураси 72,2° С; d_4^{20} 0,9331; n_D^{20} 1,5168.

Этил йодид ёруғда сақланганда қораяди, шунинг учун жигар ранг, зич беркиладиган склянкаларда оз миқдордаги симоб устида сақланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

8. Амил йодид



Реактивлар. 11,1 мл *n*-амил спирт, 1 г қизил фосфор¹, 12,7 г йод, натрий гидроксид, кальций хлорид.

¹ 231-бетга қаралсин (қизил фосфорни тозалаш).

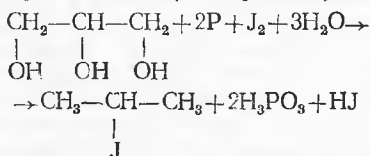
100 мл сифимли туби юмалоқ колбага 11,1 мл *n*-амил спирт ва 1 г қизил фосфор солинади. Колбани аста-секин чайқатиб ва совуқ сувли ҳаммомда совитиб туриб (10—15°C), унга майдаланган йоддан 12,7 г солинади (мўрили шкафда!). Йоднинг ҳаммаси қўшиб бўлингач, колбага қайтарма совитгич уланади ва вақт-вақти билан чайқатиб туриб, сув ҳаммомида (сувни температураси 80°C) 5 соат давомида қиздирилади. Реакция тамом бўлгандан кейин амил йодид сув буғи билан ҳайдалади (33-расм), ажратгич воронкада (пастки қават) сувдан ажратилади ва олдин (рангсизлангунча) 10 процентли натрий гидроксид эритмаси, кейин эса сув билан ювилади. Амил йодид кальций хлорид билан қуритилади ва вакуумда ҳайдалади (35-расм), 62°C да (12 мм с.м. уст) қайнайдиган фракция йиғилади. Унинг унуми 10 г.

Амил йодид (1-йоллентан) — рангсиз суюқлик, эфир билан аралашади, этанолда эрийди, сувда эрмайди. Молекуляр массаси 198,05; суюқланиш температураси — 85,6°C; қайнаш температураси 156°C; d_{4}^{20} 1,517; n_D^{20} 1,4955.

Амил йодид жигар ранг склянкаларда сақланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

9. Изопропил йодид (глицериндан)



Реактивлар. 8 мл (10 г) глицерин, 15 г йод, 3 г қизил фосфор, натрий карбонат, кальций хлорид, натрий гидросульфит.

Иш мўрили шкафда олиб борилади!

Туби юмалоқ икки оғизли, 100 мл ҳажмли колбада 8 мл (10 г) глицерин 5 мл сувда эритилади ва 15 г майдаланган йод қўшилади. Кейин колбанинг бир оғзига қайтарма совитгич уланади, иккинчиси пробка билан беркитилади. 25 мл сифимли станкада 3 г қизил фосфор тарозида тортиб олинади ва у озроқ (2—3 мл) сув билан аралаштирилади. Тайёрланган фосфорнинг $\frac{1}{10}$ қисми колбага солинади ва у эҳтиётлик билан асбест тўр устида реакция бошлангунча қиздирилади. Аралашма қайнагач қиздириш тўхтатилади. Реакция иссиқлик ажралиши билан боради, шунинг учун реакция аралашма қиздирилмаса ҳам қайнайди. Реакция секинлашиб қолганда фосфорнинг кейинги порцияси қўшилади. Колба пробкасини тез очиб, тезлик билан фосфорни аралашмага солиш керак. Колбани чайқатиб туриб реакция аралашма аралаштирилади. Фосфорнинг ҳаммаси қўшиб бўлингач (60—90 минутдан) колбадаги аралашма

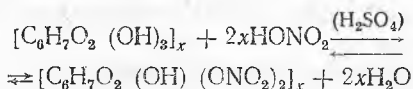
бир соат давомида мойли ҳаммомда қайнатилади. Кейин қайтарма совитгич оқими пастга қия қилиб уланади ва изопропил йодид сув билан биргаликда ҳайдалади (43-расм). Дистиллатни ажратгич воронкага қуйиб, изопропил йодид (пастки қават) ажратилади ва у 10 процентли натрий карбонат эритмаси билан нейтрал муҳитгача ювилади, кейин рангсизлангунча натрий гидросульфитнинг сувдаги эритмаси ва охирида бир неча марта сув билан ювилади. Изопропил йодид кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц колбасида ҳайдалади (29-расм), 89—92°C атрофида қайнайдиған фракция йиғилади. Изопропил йодиднинг унуми 10 г га яқин.

Изопропил йодид (2-йодпропил) — рангсиз суюқлик, этанол ва эфир билан аралашади, 100 г сувда 0,14 г эрийди. Молекуляр массаси 169,99; суюқлиниш температураси — 90,8°C; қайнаш температураси 89,5°C; d^{20}_4 1,7033.

Изопропил йодид жигар ранг склянкаларда сақланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

10. Динитроцеллюлоза



Реактивлар. 2,5 г целлюлоза (фильтр қоғоз ёки гигроскопик пахта), 12,5 г нитрат кислота ($d=1,4$), сульфат кислота ($d=1,84$), этил спирт.

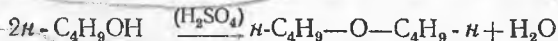
100 мл сифимли стаканга 12,5 мл концентранган нитрат кислота қуйилади ва эҳтиётлик билан, аралаштириб турган ҳолда 17,5 мл концентранган сульфат кислота қўшилади. Фильтр қоғоз яхшилаб эзилади (юмшагунча), кичкина бўлақчаларга бўлинади ва 2,5 г тортиб олиб оз-оздан кислота аралашмасига солинади (тўла ботгунча). Реакцион аралашманинг температураси 35°C дан ошмаслиги керак. Целлюлоза тахминан 1 соат давомида кислота аралашмаси билан ишланади (доимо аралаштириб туриш керак). Реакция ниҳоясига етгач кислота аралашмаси декантация усули билан 250 мл сув солинган стаканга қуйилади, реакция маҳсулотига эса тезда сув қуйилади ва катта (сифими 2 литр) стаканга қуйилади. Унга олдиндан 1,5 л сув қуйиб қуйилади. Динитроцеллюлозани сувдан яхшилаб ювиб, 50—100 мл сифимли стаканга олинади ва 4 марта этил спирт (ҳар порцияси 15—20 мм дан) билан ювилади, кейин Бюхнер воронкасида фильтрлаб, ҳавода қуритилади. Унинг унуми 3 г га яқин.

Динитроцеллюлоза рангсиз аморф масса, кўпгина органик эритувчиларда (ацетонда, мураккаб эфирда, 2:3 нисбатдаги этил спирт ва диэтил эфир аралашмасида) эрийди.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Целлюлоиднинг олиниши*. 2,5 г динитрат целлюлозани чинни ҳовончага солиб, этанол билан

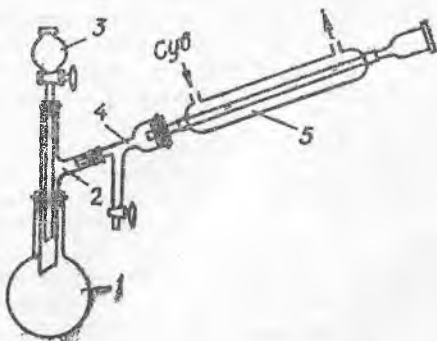
намланади ва устига 1 г камфора қўшилади. Аралашма ҳовончада толасимон кўринишини йўқотиб, бир хил массага айлангунча майдаланади. Ундан плиткалар тайёрлаб, қуритиш шкафида 35—40°C да қуритилади.

11. Дибутил эфир



Реактивлари: 25 мл *n*-бутил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, кальций хлорид.

100 мл сизимли, туби юмалоқ колбага 25 мл *n*-бутил спирт қўйилади, яхши аралаштириб туриб, аста-секин 2,8 мл концентранган сульфат кислота қўйилади ва ҳосил бўлган аралашмага бир томони кавшарланган шиша капилляр ташланади. Колбага икки шохли форштосс ўрнатиб, битта шохига томизгич воронка, иккинчисига эса «ловушка» орқали қайтарма совитгич уланади (46-расм) ва 140—145°C да (ҳаммомга термометр ўрнатиш керак) мой ҳаммомида қиздирилади. Аралашма бир текис қайнаши керак, у қиздирилганда бутилен, бутиленнинг полимерланиш маҳсулотлари, олтингугурт (IV)-оксид ҳосил бўлиб, кўмирланиш ҳам содир бўлади. Вақт-вақти билан «ловушка»даги дистиллат ажратгич воронкага қўйилади. Пастки қават (сув) ўлчагич цилиндрга қўйилади, устки қават эса яна ажратгич воронкага ва томчилатиб қайтадан реакцион колбага қўйилади. Олдин икки компонент (*n*-бутил спирт — сув)дан иборат аралашма, кейин эса уч компонент (*n*-бутил спирт — сув—дибутил эфир)дан иборат аралашма ҳайдалади. Икки компонентли аралашманинг қайнаш температураси 93,5°C, уч компонентли аралашманики эса 91°C дир. Ажралиб чиқаётган сувнинг миқдори тенглама бўйича ҳисоблангандаги миқдорга тахминан тўғри келганда (тахминан 3,5—4 соатдан кейин) аралашмани қиздириш тўхтатилади. Колбадаги аралашма совитилиб, ажратгич воронкага қўйилади ва натрий гидроксиднинг 3 н. эритмаси билан ювилади. Сувнинг муҳити ишқорий бўлгунча ювиш давом эттирилади (лакмас қозни билан аниқланади). Кейин эфир қавати икки марта сув (15 мл дан) ва ош тузининг тў-



46-расм. Сиркабутил эфир олинadиган асбоб:
1 — туби думалоқ колба; 2 — икки шохли форштосс; 3 — томизгич воронка; 4 — сув учун «ловушка»; 5 — совитгич.

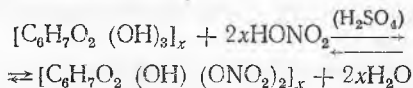
бир соат давомида мойли ҳаммомда қайнатилади. Кейин қайтарма совитгич оқими пастга қия қилиб уланади ва изопропил йодид сув билан биргаликда ҳайдалади (43-расм). Дистиллатни ажратгич воронкага қуйиб, изопропил йодид (пастки қават) ажратилади ва у 10 процентли натрий карбонат эритмаси билан нейтрал муҳитгача ювилади, кейин рангсизлангунча натрий гидросульфитнинг сувдаги эритмаси ва охирида бир неча марта сув билан ювилади. Изопропил йодид кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц колбасида ҳайдалади (29-расм), 89—92°C атропофида қайнайдиган фракция йиғилади. Изопропил йодиднинг унуми 10 г га яқин.

Изопропил йодид (2-йодпропил) — рангсиз суюқлик, этанол ва эфир билан аралашади, 100 г сувда 0,14 г эрийди. Молекуляр массаси 169,99; суюқлиниш температураси — 90,8°C; қайнаш температураси 89,5°C; d^{20}_4 1,7033.

Изопропил йодид жигар ранг склянкаларда сақланади.

Сифат реакцияси. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаралсин).

10. Динитроцеллюлоза



Реактивлар. 2,5 г целлюлоза (фильтр қоғоз ёки гигроскопик пахта), 12,5 г нитрат кислота ($d=1,4$), сульфат кислота ($d=1,84$), этил спирт.

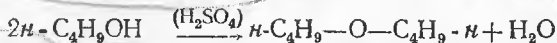
100 мл сифимли стаканга 12,5 мл концентрланган нитрат кислота қуйилади ва эҳтиётлик билан, аралаштириб турган ҳолда 17,5 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади. Фильтр қоғоз яхшилаб эзилади (юмшагунча), кичкина бўлакчаларга бўлинади ва 2,5 г тортиб олиб оз-оздан кислота аралашмасига солинади (тўла ботгунча). Реакцион аралашманинг температураси 35°C дан ошмаслиги керак. Целлюлоза тахминан 1 соат давомида кислота аралашмаси билан ишланади (доимо аралаштириб туриш керак). Реакция ниҳоясига етгач кислота аралашмаси декантация усули билан 250 мл сув солинга стаканга қуйилади, реакция маҳсулотига эса тезда сув қуйилади ва катта (сифими 2 литр) стаканга қуйилади. Унга олдиндан 1,5 л сув қуйиб қўйилади. Динитроцеллюлозани сувдан яхшилаб ювиб, 50—100 мл сифимли стаканга олинади ва 4 марта этил спирт (ҳар порцияси 15—20 мм да) билан ювилади, кейин Бюхнер воронкасида филтрлаб, ҳавода қуритилади. Унинг унуми 3 г га яқин.

Динитроцеллюлоза рангсиз аморф масса, кўпгина органик эритувчиларда (ацетонда, мураккаб эфирда, 2:3 нисбатдаги этил спирт ва диэтил эфир аралашмасида) эрийди.

Сифат реакцияси. *Целлюлоиднинг олиниши*. 2,5 г динитрат целлюлозани чинни ҳовончага солиб, этанол билан

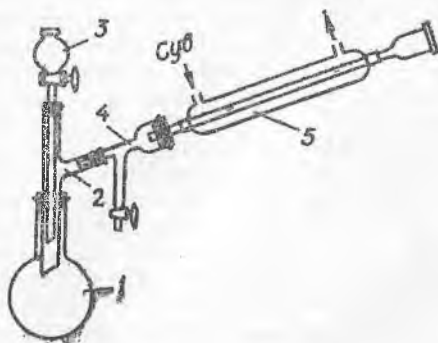
намланади ва устига 1 г камфора қўшилади. Аралашма ҳовончада толасимон кўринишини йўқотиб, бир хил массага айлангунча майдаланади. Ундан плиткалар тайёрлаб, қуритиш шкафида 35—40°C да қурилади.

11. Дибутил эфир



Реактивлар: 25 мл *n*-бутил спирт, сульфат кислота (*d*—1,84), натрий гидроксид, кальций хлорид.

100 мл сифимли, туби юмалоқ колбага 25 мл *n*-бутил спирт қўйилади, яхши аралаштириб туриб, аста-секин 2,8 мл концентранган сульфат кислота қўшилади ва ҳосил бўлган аралашмага бир томони кавшарланган шиша капилляр ташланади. Колбага икки шохли форштосе ўрнатиб, битта шохига томизгич воронка, иккинчисига эса «ловушка» орқали қайтарма совитгич уланади (46-расм) ва 140—145°C да (ҳаммомга термометр ўрнатиш керак) мой ҳаммомида қиздирилади. Аралашма бир текис қайнаши керак, у қиздирилганда бутилен, бутиленинг полимерланиш маҳсулотлари, олтингугурт (IV)-оксид ҳосил бўлиб, кўмирланиш ҳам содир бўлади. Вақт-вақти билан «ловушка»даги дистиллат ажратгич воронкага қўйилади. Пастки қават (сув) ўлчагич цилиндрга қўйилади, устки қават эса яна ажраткич воронкага ва томчилатиб қайтадан реакцион колбага қўйилади. Олдин икки компонент (*n*-бутил спирт — сув)дан иборат аралашма, кейин эса уч компонент (*n*-бутил спирт — сув—дибутил эфир)дан иборат аралашма ҳайдалади. Икки компонентли аралашманинг қайнаш температураси 93,5°C, уч компонентли аралашманики эса 91°C дир. Ажралиб чиқаётган сувнинг миқдори тенглама бўйича ҳисоблангандаги миқдорга тахминан тўғри келганда (тахминан 3,5—4 соатдан кейин) аралашмани қиздириш тўхтатилади. Колбадаги аралашма совитилиб, ажратгич воронкага қўйилади ва натрий гидроксиднинг 3 н. эритмаси билан ювилади. Сувнинг муҳити ишқорий бўлгунча ювиш давом эттирилади (лакмас қозоги билан аниқланади). Кейин эфир қавати икки марта сув (15 мл дан) ва ош тузининг тў-



46- расм. Сиркабутил эфир олинандиган асбоб:

1 — туби думалоқ колба; 2 — икки шохли форштосе; 3 — томизгич воронка; 4 — сув учун «ловушка»; 5 — совитгич.

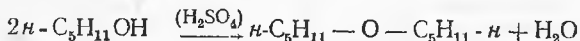
йинган эритмаси (12 мл) билан ювилади. Ювилган дибутил эфир кальций хлорид билан қуритилади, дефлегматори унча катта бўлмаган колбага букланган филтър орқали филтърлаб ўтказилади ва ҳайдалади (31-расм), 141—144°C да қайнайди-ган фракция йнгилади. Эфир охиригача ҳайдалмайди, чунки оддий эфирлар ҳаво кислороди билан реакцияга киришиб, портловчан гидропероксидлар ҳосил қилиши мумкин. Дибутил эфирнинг унуми 10 г.

Бутил эфир (дибутил эфир, 1-бутоксидутан) — рангсиз суюқлик, этанол ва эфир билан аралашади, сувда эримайди. Молекуляр массаси 130,23; суюқланиш температураси — 98°C; қайлаш температураси 142,4°C; d_4^{20} 0,7688; n_D^{20} 1,3992.

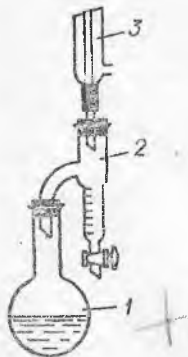
Сифат реакцияси. Оддий алифатик эфирлар сувқ концентрланган сульфат ва хлорид кислоталарда эриши билан (R—O—R) фенолларнинг оддий эфирларидан (Ag—O—R) фарқ қилади. Бу оддий алифатик эфирларнинг кислоталар билан оксоний тузлар ҳосил қилишига боғлиқдир.

Иккита пробирка олиб, бирига 2 мл концентрланган сульфат кислота, иккинчисига 2 мл концентрланган хлорид кислота қўйилади. Пробиркалар музли ёки қорли сувда совитилади. Кейин эҳтиётлик билан чайқатиб туриб, томчилатиб, ҳар бирига 1 мл дан олдиндан совитиб қўйилган эфир қўшилади. Гомоген эритмалар ҳосил бўлиши кузатилади.

12. Изоамил эфир



Реактивлар. 3^мл изоамил спирт (янги ҳайдалган 128—132°C да қайнайди-ган), сульфат кислота ($d=1,84$), калий карбонат, кальций хлорид.



47-расм. Сувни ажраттиш учун насадкали асбоб:

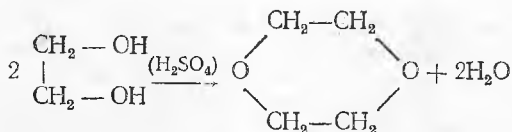
1 — туби думалоқ колба;
2 — сувни ажраттиш учун насадка; 3 — совитгич.

100 мл сифимли туби юмалоқ колбага 31 мл изоамил спирт ва 1 мл концентрланган сульфат кислота қўйилади. Пўкак пробкалар ёрдамида колбага сув ажраткич «насадка» ва қайтарма совитгич уланади (47-расм). Аралашма бир неча соат давомида то 2 мл сув ажралиб чиққунча секин қайнатилади. Реакция охирига етгач колба тахминан 100°C гача совитилади ва сув буғи билан ҳайдалади (33-расм); дистиллатга мойсимон томчилар ўтмай қолгунча ҳайдаш давом эттирилади. Дистиллатдан изоамил эфир (юқориги қават) ажратгич воронка ёрдамида ажратиб олинади ва қиздирилган кальций хлориднинг унча катта бўлмаган бўлакчаларидан солиб қуритилади. Куруқ эфир ён найчаси юқори қилиб ўрнатилган

Вюрц колбасидан ҳаво совитгичи орқали ҳайдалади. Қолба секин қиздирилади. 21°C да озроқ изопентен ҳайдалади, 128°C да реакцияга киришмай қолган изоамил спирт ҳайдалади. Температура 165°C га етганда йиғич-колба алмаштирилади ва 165—172°C да қайнайдиган фракция йиғиб олинади. Изоамил эфирнинг унуми 12,5 г.

Изоамил эфир (динизоамил эфир, 3-метил-1-(γ-метилбутоксидуван) — рангсиз суюқлик, сувда эрмайди, эфир ва этанол билан аралашади. Молекуляр массаси 158,28; қайнаш температураси 172,5—173°C; d_{15}^{15} 0,78073.

13. Диоксан



Реактивлар. 22,5 мл этиленгликоль, сульфат кислота ($d=1,84$), калий карбонат, калий гидроксид, натрий метали.

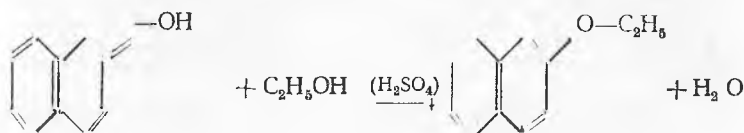
Иш мўрили шкафта ўтказилади!

Дефлегматор (термометр билан) ва оқими пастга қия қилиб Либих совитгичи уланган, 100 мл сифимли туби юмалоқ колбага (31-расм) 22,5 мл қуруқ этиленгликоль ва 2,2 мл концентранган сульфат кислота қуйилади. Қолба асбест тўр устида секин қиздирилади ва диоксан (буғининг температураси 84—88°C) ҳайдалади. Ҳайдаш охирида диоксан буғининг температураси 102°C га кўтарилади, бунда колбадаги аралашма қорайиб, кўпиради, чунки олтингурут оксид ажралиб чиқади. Бу стадияда қиздириш тўхтатилади. Олинган дистиллат калий карбонат билан тўйинтирилади, бунда икки қават ҳосил бўлади (диоксан тузланади). Аралашма ажратгич воронкага қуйилади ва диоксан (юқори қават) ажратилади. Диоксан дастлаб сувсиз калий карбонат, кейин калий гидроксид билан қуритилади. Диоксанга калий гидроксид қўшилса, у қораяди, чунки оз миқдорда диоксан таркибида бўладиган қўшимча модда — сирка альдегид ишқорда смолаланади. Диоксанга калий гидроксид бўлакчаларидан у ўзгармай қолгунча қўшилади. Қуруқ диоксан натрий метали¹ устида ҳайдалади. 100—103° С да қайнайдиган фракция йиғиб олинади. Унум 9,5 г.

Диоксан (*n*-диоксан, 1,4-диоксан; диэтилендиоксид, глиқолнинг этилен эфири) — рангсиз суюқлик, сув, эфир ва этанол билан аралашади. Молекуляр массаси 88,10; суюқланиш температураси 11,7°C; қайнаш температураси 100,8 ÷ 101,5°C; d_4^{20} 1,03375; n_D^{20} 1,4140.

¹ 7-бетга қаранг (натрий метали билан ишлаш қондалари).

14. β-Нафтолнинг этил эфири



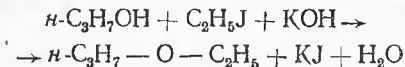
Реактивлар. 12,5 г β-нафтол, 19 мл этил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, этил спирт (қайта кристаллантириш учун).

Сигими 100 мл бўлган туби юмалоқ колбада 12,5 г β-нафтол 19 мл иссиқ этанолда эритилади, олинган эритмага эҳтиётлик билан 2,75 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади. Кейин колбага қайтарма совитгич уланади ва у мойли ҳаммомга жойлаштирилиб 120°C да 6 соат давомида қиздирилади (термометр ҳаммомга туширилган бўлиши керак). Реакция охирига етгач иссиқ эритма 125 мл суви бор стаканга ағдарилади. Модда кристалланади, унинг суюқ қисми декантация усули билан тўкилади. Чўкма натрий гидроксиднинг 45 мл 5 процентли (реакцияга киришмай қолган β-нафтолни йўқотиш учун) иссиқ эритмаси билан яхшилаб ювилади. Кейин иссиқ сув билан (50 мл дан) икки марта ювилади. Модда ювилаётганда шиша таёқча билан аралаштирилади, суюқ қисми декантация усули билан тўкилади. Охирги марта ювилганда чўкма Бюхнер воронкасида босим остида филтрланади ва ҳавода қуритилади. β-Нафтолнинг этил эфири этил спирtdан қайта кристаллантирилиб (16-расм) ёки вакуумда ҳайдаш (12 мм сим. уст. да қайнаш температураси 140°C) йўли билан тозаланади. Унинг унуми 12,5 г.

β-Нафтолнинг этил эфири (2-нафтилэтил эфир; 2-этоксинафталин, бромелия, янги неролин) — рангсиз, пластинкасимон қаттиқ модда, эфирда, петролей эфирда, углерод сульфидда, толуолда эрийди, этанолда ва сувда эримайди. β-Нафтол этил эфирининг жуда суюлтирилган эритмаси ёқимли ҳидга эга. Унинг ҳиди акация ва померанца гулларининг ҳидига ўхшайди. Молекуляр массаси 172,22; суюқланиш температураси $37,5^{\circ}\text{C}$; қайнаш температураси $275-282^{\circ}\text{C}$; d_{25}^{25} 1,0606.

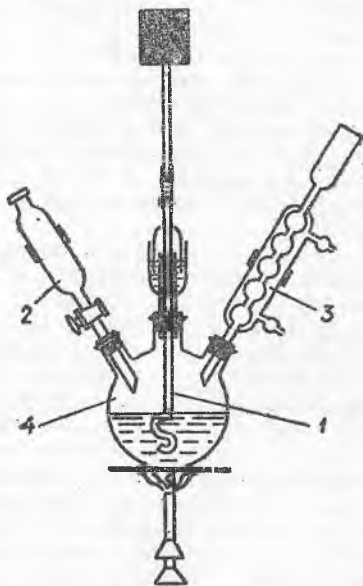
С и ф а т р а к ц и я с и. β-Нафтолнинг этил эфири эритмасидан бир неча томчисин 48 процентли бромид кислота билан қўшиб қиздирилади. Бунда эфир парчаланиб β-нафтол ва этил бромид ҳосил бўлади. Этил бромид учиб кетади, β-нафтол эса темир (III)-хлорид эритмаси билан реакциясидан аниқланади. Эритмага темир (III)-хлориднинг 2 процентли эритмасидан 2—3 томчи қўшилади, яшил ранг ҳосил бўлади (фенолларнинг рангли реакцияси, айниқса, хлороформда сезиларли бўлади).

15. Этилпропил эфир



Реактивлар. 21 мл *n*-пропил спирт, 18,1 мл этил йодид, 15 г калий гидроксид, натрий метали.

Сигими 100—150 мл бўлган уч оғизли, туби юмалоқ колбага 21 мл *n*-пропил спирт ва 15 г майдаланган калий гидроксид¹ солинади. Кейин колбага механик аралаштиргич, қайтарма сувли совитгич ва томизгич воронка ўрнатилади (48-расм) ва эҳтиётлик билан қиздирилади (ҳимоя кўзойнаги тақиш керак). Калий гидроксид эригандан кейин эритма хона температурасигача совитилади ва 1 соат давомида унга аста-секин томизгич воронкадан кучли аралаштириш билан 18,1 мл этил йодид қўшилади (температура 30—40°C дан ошмаслиги керак, ундан юқори температурада қўшимча реакция — этилен ҳосил бўлиши билан этил йодиднинг дегидрогалогенланиши кучаяди). Этил йодиднинг ҳаммасини қўшиб бўлгандан кейин, колба сув ҳаммомида 30—40°C гача (ҳаммомга термометр ўрнатиш керак) қиздириб турилиб яна 1 соат аралаштирилади. Реакция процессида колбада калий йодид чўкмаси ҳосил бўлади. Кейин қайтарма совиткич оқими пастга қия қилиб уланади ва колба асбест тўр устида қиздирилиб этилпропилэфир ҳамда реакцияга киришмай қолган *n*-пропил спирт ҳайдалади. Колбада



48- расм. Механик аралаштириб туриб реакциялар ўтказиладиган асбоб:

1 — аралаштиргич; 2 — томизгич воронка; 3 — совитгич; 4 — туби думалоқ уч оғизли колба.

калий йодид қолади. Этилпропил эфирни *n*-пропил спиртдан ажратиш учун олинган дистиллат натрий метали² бўлақчалари иштирокида қайтарма совитгич уланган, туби юмалоқ колбада қайнатилади (эҳтиёт бўлинг! Сув ҳаммоми ишлатилмасин!). Бу операция ялтироқ натрий металининг сирти ўзгармай қолгунча

¹ 6-бетга қаралсин (калий гидроксид билан ишлаш қондаси).

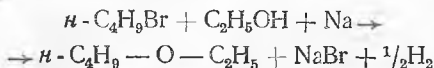
² 7-бетга қаралсин (натрий метали билан ишлаш қондаси).

такрорланади. Этилпропил эфир натрий метали устида икки марта ҳайдалади. 62—65°Сда қайнайдиған фракция йиғиб олинади. Унинг унуми 8 г.

Этилпропил эфир (пропилэтил эфир, 1-этоксипропан)— рангсиз суюқлик, эфир ва этанол билан аралашади, сувда эримайди. Молекуляр массаси 88,15; суюқланиш температураси — 79°С; қайнаш температураси 61—64°С; d^{20}_4 0,7386.

Сифат реакцияси. (86-бетга қаралсин, «Дибутил эфир»).

16. Бутилэтил эфир



Реактивлар. 60 мл абсолют¹ этил спирт, 8,3 мл *n*-бутил бромид, 3 г натрий метали, кальций хлорид.

Сигими 150—200 мл бўлган туби юмалоқ колбага икки шохли форштосс ўрнатилади. Форштоснинг вертикал оғзи пробка билан беркитилади, ёнидаги оғзига эса кальций хлоридли най кийгизилган қайтарма совитгич уланади (29-бетдаги 16-расмга қаралсин).

Тарозида натрий металидан² 3 г тортиб олиб, керосин қуйилган стаканчага солинади. Натрийнинг сирти ялтироқ бўлиши керак. Реакцион колбага 60 мл абсолют этил спирт қуйилади ва аста-секин форштоснинг вертикал оғзидан майда қилиб кесилган фильтр қоғози билан тозаланган 3 г натрий бўлакчалари солинади. Натрийнинг ҳаммаси эриб бўлгандан кейин форштоснинг вертикал оғзига томизгич воронка ўрнатилади (16-расм) ва у орқали секин-аста 8,3 мл *n*-бутил бромид қуйилади. *n*-Бутил бромиднинг ҳаммаси томизиб бўлингандан кейин реакцион аралашма сув ҳаммомида 1 соат давомида қиздирилади. Реакцион аралашма совитилиб, устига 50 мл га яқин сув қуйилади. Натижада ҳосил бўлган натрий бромид эриб, суюқлик қатламларга ажралади. Аралашмани ажратгич воронкага қуйиб, юқоридаги қават ажратиб олинади ва 20 мл сув билан ювилади, кальций хлорид билан қурилади. Кейин *n*-бутил эфир кичкина Вюрц колбасидан 90—92°С интервалда ҳайдалади. *n*-Бутил этил эфирнинг унуми 6,5 г.

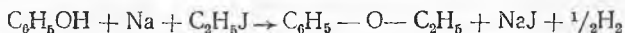
n-бутилэтил эфир (1-этоксипропан)— рангсиз суюқлик, эфир ва этанол билан аралашади, сувда эримайди. Молекуляр массаси 102,18; суюқланиш температураси — 124°С; қайнаш температураси 91,4°С; d^{20}_4 0,7592.

Сифат реакцияси. (86-бетга қаралсин, «Дибутил эфир»).

¹ 62-бетга қаралсин (абсолют этил спиртни тайёрлаш).

² 7-бетга қаралсин (натрий метали билан ишлаш қоидаси).

17. Фенетол



Реактивлар. 9,4 г фенол, 15,4 мл этил йодид, 2,3 г натрий метали, абсолют этил спирт, натрий гидроксид, кальций хлорид, диэтил эфир.

Фенол билан ишлаганда қўлқоп ва ҳимоя кўзойнаги кийиш керак. Туби юмалоқ 100 мл сифимли колбага 30 мл абсолют этил спирт қуйиб, унга икки шохли форштосс ўрнатилади. Форштоснинг вертикал оғзи пробка билан беркитилади, ён оғзига хлор кальцийли най кийгизилган совитгич уланади (16-расм). 2,3 г ялтироқ сиртли¹ натрий метали керосинли стаканчага солинади. Кейин натрий майда бўлакчаларга кесилади. Натрий бўлакчаларини фильтр қоғози билан яхшилаб артиб, форштоснинг вертикал оғзидан аста-секин колбага солинади. Натрий метали спирт билан реакцияга киришиб бўлганидан кейин, реакция аралашмани совитиб, унга 9,4 г фенолнинг абсолют этил спиртдаги эритмаси ва 15,4 мл этил йодид қуйилади. Реакция аралашма сув ҳаммомида (сувнинг температураси тахминан 70°C) эритманинг лакмусга ишқорий реакция бериши тўхтагунча қиздирилади. Кейин колба совитгич оқими пастга қия қилиб ўрнатиш билан совитгичга уланади (43-расм) ва этил спирт ҳайдалади. Колбада қолган қолдиққа сув қўшилади (натрий йодиднинг эриши учун). Аралашма ажратгич воронкага қуйилади ва фенетол диэтил эфир билан уч марта (15 мл дан) экстракция қилинади. Ҳамма ажратиб олинган эфир экстрактларни қўшиб, 10 процентли натрий гидроксид (фенолни йўқотиш учун) билан ювилади ва кальций хлоридда қуритилади. Олдин эфир, кейин шу колбадан фенетол ҳайдалади (29-расм). 167—172°C атрофида қайнайдиган фракция йиғилади. Фенетолнинг унуми 9 г.

Фенетол (фенилэтил эфир, этоксибензол) — рангсиз, ўзига хос ёқимли ҳидли суюқлик. Эфирда, этанолда яхши эрийди, сувда эрмайди. Молекуляр массаси 122,17; суюқланиш температураси—30,2°C; қайнаш температураси 172°C; d_4^{20} 0,9666; n_D^{20} 1,5076.

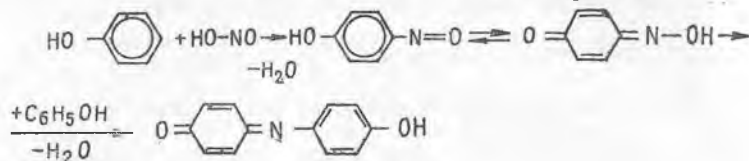
С и ф а т р е а к ц и я л а р и («β-нафтолнинг этил эфири» 88-бетга қаралсин). Бромид кислота билан қайнатилгандан кейин суюқлик икки қисмга бўлинади. Фенол эритманинг бир қисмидан темир (III)-хлорид тузи билан, иккинчи қисмидан эса нитрат кислота билан аниқланади.

1. Фенетол темир хлорид билан сиёҳ (аметист) ранг ҳосил қилади.

2. Алмашинмаган пара ҳолатдаги феноллар нитрит кислота билан нитрозофеноллар ҳосил қилади. Нитрозофеноллар концентранган сульфат кислота иштирокида ортиқча фенол билан

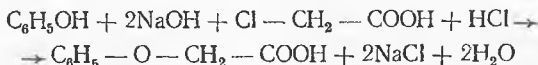
¹ 7-бетга қаралсин (натрий метали билан ишлаш қоидаси).

конденсатланади. Конденсация натижасида ҳосил бўлган моддалар оч яшил ёки кўк рангли бўлиб, ишқорда эрийди:



0,5 мл концентранган сульфат кислотага таркибида фенол бор моддадан бир неча томчи қўшилади (юқорироққа қаранг), кейин 10 процентли натрий нитрит эритмасидан бир томчи томизилади. Аралашма чайқатилганда бинафша зангори ранг ҳосил бўлади. Суюқлик эҳтиётлик билан 5 мл сувга қуйилади, пуштиқизил рангли эритма ҳосил бўлади. Шу эритмадан 1 мл олиб, унга натрий гидроксиднинг 1 н ли эритмасидан қўшилса пушти ранг яшил рангга ўзгаради. Сўнгра зангори ранг ҳосил бўлади.

18. Феноксирка кислота



Реактивлар. 3 г фенол¹, 4,8 г натрий гидроксид, 9,1 г хлорсирка кислота (7,5 мл сувдаги 50 процентли эритмаси), хлорид кислота, диэтил эфир, натрий карбонат.

Фенол билан ишлаганда ҳимоя кўзойнаги ва қўлқоп кийиш керак!

100 мл сифимли туби юмалоқ колбада 4,8 г натрий гидроксид 10 мл сувда эритилади ва ҳосил бўлган эритмага 3 г фенол² қўшилади. Фенол эригандан кейин аралашма совитилади ва унга хлорсирка кислотанинг сувдаги 50 процентли эритмасидан 7,5 мл қуйилади. Кейин колбага сувли қайтарма совитгич уланади ва қайнаётган сув ҳаммомида 1 соат қиздирилади. Агар чўкма ҳосил бўлса, иссиқ реакцион аралашмага озроқ сув қўшилади. Колба хона температурасигача совитилади, шундан кейин реакцион аралашмага кислотали муҳит ҳосил бўлгунча секин-аста 10 процентли хлорид кислота қўшилади. Кислотали муҳит ҳосил бўлган-бўлмаганлиги қизил конго қоғози билан аниқланади. Эритма ажратгич воронкага қуйилади ва феноксирка кислота диэтил эфир билан (10 мл дан) икки марта экстракция қилинади. Иккала экстракт 100—150 мл сифимли конуссимон колбага қуйилади ва унга аралаштириб турган ҳолда

¹ 8-бетдаги 12-п. га қаралсин (фенол билан ишлаш қондаси).

² Фенолни суюқлантириб тортиш мумкин (суюқ, темп. 41°C).

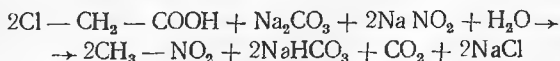
аста-секин 40 мл 10 процентли натрий карбонат эритмаси қўшилади (карбонат ангидрид ажралиши натижасида аралашма кўпиради). Нейтраллашдан кейин аралашманинг феноксисирка кислотанинг натрийли тузи бор пастки қавати ажратгич воронка ёрдамида ажратиб олинади (юқориги эфир қавати ташлаб юборилади). Соф феноксисирка кислотани унинг натрийли туздан ажратиб олиш учун унинг сувли эритмасига хлорид кислотанинг 2 н. эритмасидан кислотали муҳит ҳосил бўлгунча оз-оздан иорциялаб қўшилади. Муҳит конго қоғози билан аниқланади. Олинган нордон эритма музли сувда совитилади, чўкмага тушган феноксисирка кислота Бюхнер воронкасида филтрланади ва филтрнинг ўзида оз миқдордаги музли сув билан ювилиб, сўнг ҳавода қуритилади. Сууюқланиш температураси аниқланади (98°C). Агар олинган модда етарлича тоза бўлмаса, сувда эритилиб кристаллантирилади. Феноксисирка кислотанинг унуми 3,5 г.

Феноксисирка кислота (гликол кислотанинг оддий фенол эфири)—рангсиз, игнасимон ёки пластинкачалар кўринишида сувдан кристалланади. Этанолда, эфирда, бензолда ва сирка кислотада эрийди; 10°C да 100 г сувда 1,2 г эрийди. Молекуляр массаси 152,15; сууюқланиш температураси 99°C, қайнаш температураси 285°C (шу температурада парчланади).

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 1. Пробиркага натрий гидрокарбонатнинг 5 процентли эритмасидан 3 мл қуйиб, устига бир неча дона феноксисирка кислота кристаллари солинади. Карбонат ангидрид ажралиб чиқади. Бу карбоксил группа борлигини кўрсатади (натрий гидрокарбонат билан карбон кислоталардан ташқари сульфокислоталар, ди- ва тринитрофеноллар ҳам яхши реакция беради).

2. Пробиркадаги 10 процентли натрий карбонатда тахминан 0,1 г феноксисирка кислота эритилади. Ҳосил қилинган феноксисирка кислотанинг натрийли тузи эритмасига кумуш нитрат, қўрғошин нитрат ёки барий хлорид тузларининг сувдаги эритмасидан бир неча миллилитр қўшилса, шу тузларга мос келадиган феноксисирка кислотанинг кумушли, қўрғошинли ёки барийли тузлари чўкмага тушади.

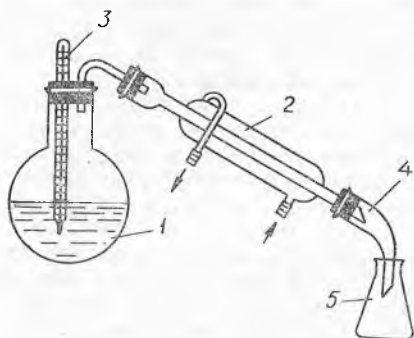
19. Нитрометан



Реактивлар. 18,9 г монохлорсирка кислота, 10,6 г натрий карбонат (сувсиз), 14 г натрий нитрит, натрий хлорид, кальций хлорид.

Монохлорсирка кислота билан ишлаганда эҳтиёт бўлиш керак! У терини куйдиради. Нитрометан—заҳарли модда.

200 мл сифимли туби юмалоқ колбага (калта бўйинли, кенг оғизли) иккита тешиги бор пробка танланади. Пробка тешиги-



49- расм. Нитрометан олинадиган асбоб:

1 — зуби юмалоқ колба; 2 — совитгич; 3 — термометр; 4 — алонж; 5 — йигич-колба.

сувсиз натрий карбонат қўшилади. Реакция муҳити кучсиз ишқорий бўлиши керак. Муҳит фенолфталеин билан аниқланади. Кейин унинг устига 14 г натрий нитритнинг 40 мл сувдаги эритмаси қуйилади ва асбоб йиғиб, колба асбестли тўр устида аста-секин қиздирилади. Карбонат ангидрид гази ажралиб чиқа бошлагач ($80\text{--}85^\circ\text{C}$ да) қиздириш тўхтатилади. 85°C да нитросирка кислотанинг натрийли тузи (оралиқ маҳсулот) тез парчаланаяди, уни ортқча қиздиришнинг ҳожати йўқ. Ҳосил қилинган нитрометан мойсимон томчилар ҳолида сув билан ҳайдалади. Ҳайдаш шароитига қараб, идишдаги модда қўнғирлашади ва температура ўз-ўзидан 100°C га кўтарилади. Реакция деярли охиригача етгандан кейин яна 10 минут қиздирилади, бунда температура 110°C гача кўтарилади. Кейин реакция аралашмани ажратгич воронкага қуйиб, пастки қават — нитрометан ажратиб олинади. Сув (юқори) қавати ош тузи билан тўйинтирилади (тахминан 30 мл эритмага 10 г ош тузи ҳисобида) ва уни яна ҳайдаш асбобига қуйиб, ажралган нитрометани ҳайдалади. Нитрометаннинг ҳаммасини қўшиб кальций хлорид билан курилади ва ҳайдалади. $98\text{--}102^\circ\text{C}$ да қайнайдиған фракция йиғилади. Унуми 4,5 г.

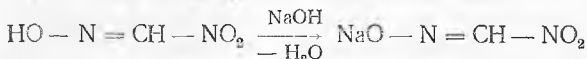
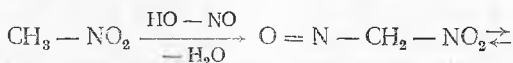
Нитрометан — ўзига хос ҳидли, рангсиз суюқлик, спиртда ва эфирда эрийди, 100 г сувда 9—10 г нитрометан эрийди. Молекуляр массаси 61,041; суюқланиш температураси — 29°C ; қайнаш температураси 101°C ; d_4^{20} 1,130; n_D^{20} 1,38188.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 1. *Нитрогруппани қайтариш.* Бир неча томчи нитрометан натрий гидроксиднинг 30% ли 1—2 мл эритмасида эритилади, унга бир бўлак рух солинади ва аралашма (мўрили шкафта) қайнатилади.

Метиламин ўзига хос ҳидга эга. Пробирканинг оғзига нам қизил лакмус қоғози тугулса, у кўкаради.

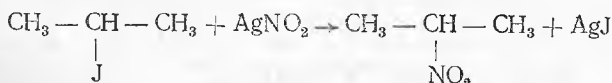
2. *Нитробирикмаларнинг аци-форма тузларининг ҳосил бўлиши.* 0,5 мл нитрометан 1 мл 1 н. ли ишқор эритмасида эритилади: эритма сариқ рангга бўялади. Сўнгра унга темир (III)-хлориднинг 2% ли эритмасидан бир неча томчи қўшилади, темир (III)-гидроксид чўкмаси ҳосил бўлади. Пробирка совитилгандан сўнг эҳтиётлик билан тўқ қизил ранг ҳосил бўлгунча суюлтирилган хлорид кислотга эритмаси томчилаб қўшилади. Ҳосил бўлган рангли тузлар темир (III)-хлорид тузининг суюлтирилган эритмаси билан бирламчи ва иккиламчи нитробирикмалар ҳосил қилади.

3. *Нитрол кислота ишқорли тузларининг ҳосил бўлиши.* Бирламчи нитробирикмалар нитрит кислота билан нитрол кислота ҳосил қилади. Бу кислоталарнинг ишқорли тузлари сабзақизил рангли бўлади:



Бир неча томчи нитрометан натрий гидроксиднинг 1 н ли 1,5 мл эритмаси билан аралаштирилади. Ҳосил қилинган тиниқ эритма сувда совитилади ва унга 1 мл 10 процентли натрий нитрит, кейин 5 процентли сульфат кислота эритмасидан (томчилаб) сабза-қизил ранг ҳосил бўлгунча ҳамда бу ранг йўқолиб кетгунча қўшилади. Унга яна ишқор қўшилса, яна ўша хилдаги ранг пайдо бўлади.

20. 2-Нитропропан



Реактивлар. 12,7 мл изопропил йодид, 19 г кумуш нитрит¹.

Сигими 150 мл бўлган туби юмалоқ колбага икки шохли форштосс ўрнатилади. Форштоссга томизгич воронка ва қайтарма совиткич ўрнатилади (16-расм). 19 г кумуш нитрит ва 60 г майда, яхши қуритилган қумдан² тайёрланган аралашма колбага солинади. Аралашмага аста-секин томизгич воронкадан 12,7 мл изопропил йодид қўшилади. Изопропил йодидни шундай қўшиш керакки, эритма доимо бирдек секин қайнаб турсин. Реакция бораётганда ўз-ўзидан қизийди, ташқаридан совитишнинг ҳожати йўқ. Изопропил йодиднинг ҳаммаси қўшиб бўлингандан кейин реакция аралашмани тўхтовсиз аралаштириб туриб, сув ҳаммомида 30 минут қиздирилади. Кейин колбани ҳавода совитиб туриб, унга эгик най ёрдамида оқими

¹ 232-бетга қаралсин (кумуш нитрит тайёрлаш).

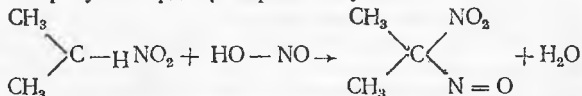
² Оддий қум майдаланади, яхшилаб қайноқ сув билан ювиб қуритилади.

пастга қия қилиб совитгич уланади (43-расм) ва сув ҳаммомида қўшимча модда — изопропил нитрит ҳайдалади. Изопропил нитритнинг қайнаш температураси 45°C; унуми 3 г га яқин. Асосий реакция маҳсулоти — 2-нитропропан — тувовчи алашга да қиздириб (олдин колбани қуруқ ҳолга келгунча артиш керак) ҳайдалади. Ҳосил қилинган тўқ жигар ранг дистиллатини кичкина узун бўғизли Вюрц колбасига қуйиб (дефлегматорли колба бўлса яна ҳам яхши) 2-нитропропан қайта ҳайдалади. Унинг қайнаш температураси 115—123°C. 2-нитропропаннинг унуми 3,5 г атрофида.

2- нитропропан (иккиламчи нитропропан) — рангсиз суюқлик, эфирда, этанолда эрийди, 100 г сувда 1,7 г модда эрийди. Молекуляр массаси 89,10; суюқланиш температураси — 93°C; қайнаш температураси 120°C; d_{20}^{20} 0,992.

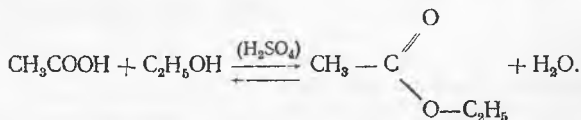
С и ф а т р а к ц и я л а р и. 1 ва 2 (94 ва 95- бетдаги 1 ва 2 тажрибаларга қаранг. «Нитрометан»).

3. Иккиламчи нитробиркималар нитрит кислота билан псевдонитроллар ҳосил қилади. Бу биркималар суюқланганда ва органик эритувчиларда ҳаво рангли бўлади:



0,5 мл 2- нитропропанга 3 мл 2,5 процентли калий гидроксиднинг спиртдаги эритмасидан ва 0,5 г натрий нитрит қўшиб, кейин уларнинг бўлган ҳаво ранг ҳосил бўлгунча 20 процентли сульфат кислота қўшилади.

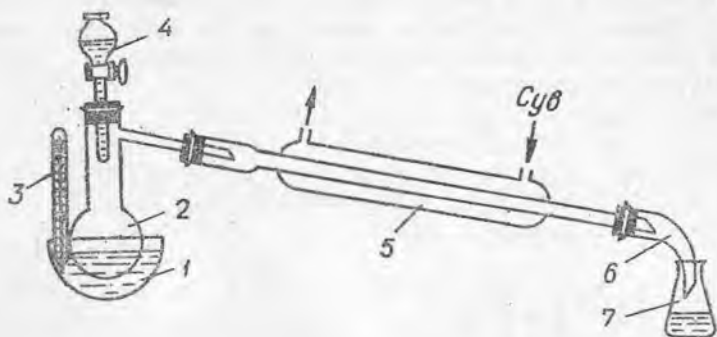
21. Сиркәтил эфир



Реактивлар. 20 мл муз сирка кислота, 22,5 мл этил спирт, сульфат кислота ($d = 1,84$), натрий карбонат, кальций хлорид.

100 мл сифимли Вюрц колбасига 2,5 мл этил спирт қуйиб, устига эҳтиётлик билан аралаштириб туриб 2,5 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади. Шундан кейин колбага оқими пастга қия қилиб, сувли совитгич уланади. Томизгич воронкали пробка билан колба оғзини беркитиб, колба мой ҳаммомида 140°C гача қиздирилади (термометр ҳаммом ичига тушиб туриши керак)¹ (50-расм). Қиздирилган суюқликка аста-секин

¹ Мой ҳаммоми ўрнига қумли ҳаммом ишлатиш мумкин. У ҳолда термометр реакция аралашма ичига туширилади. Аралашманинг температураси 110—120°C дан ошмаслиги керак.



50- расм. Сиркаэтил эфир олинадиган асбоб:

1 — мой ҳаммом (металлдан ишланган); 2 — Вюрц колбаси; 3 — термометр;
4 — томизгич воронка; 5 — совиtgич; 6 — алонж; 7 — йиғгич-колба.

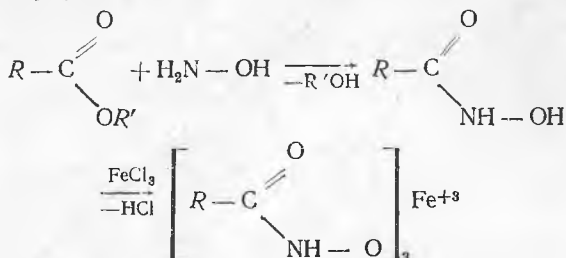
томизгич воронка орқали 20 мл этил спирт, 20 мл муз сирка кислота аралашмаси 2 соат давомида қўшилади ва 140°C да ҳосил бўлаётган этилацетат ҳайдалади (юқори температурада қўшимча модда диэтил эфирнинг ҳосил бўлиши кўпаяди). Реакция тамом бўлганидан кейин таркибида сирка кислота қўшилмаси бор дистиллат натрий карбонатнинг концентрланган эритмаси билан нейтралланади. Натрий карбонат эритмаси аста-секин пиша таёқча билан суюқликни аралаштириб туриб қўшилади (CO_2 газининг ажралиб чиқиши натижасида аралашма кўпиради). Аралашманинг эфир қисмига туширилган кўк лакмус қоғоз қизаргунча сода эритмаси қўшилади. Сиркаэтил эфир пастки сув қаватидан ажратгич воронка ёрдамида ажратилади ва у кальций хлориднинг¹ тўйинган эритмаси (8 мл сувда 8 г кальций хлорид эрийди) билан чайқатиб аралаштирилади. Эфирни ажратиб кальций хлорид билан қуритилади ва сув ҳаммомида ҳайдалади. $71\text{—}75^{\circ}\text{C}$ да сиркаэтил эфир, этанол ва сувдан иборат азеотроп аралашма ҳайдалади. $75\text{—}78^{\circ}\text{C}$ да тоза сиркаэтил эфир ҳайдалади. Унинг унуми 20 г.

Сиркаэтил эфир (этилацетат) — хушбўй ҳидли рангсиз суюқлик. Эфир, этанол, хлороформ, бензол билан аралашади, сувда кам эрийди. Молекуляр массаси 88,10; суюқланиш температураси — $83,6^{\circ}\text{C}$; қайнаш температураси $77,15^{\circ}\text{C}$; d_4^{20} 0,901; n_D^{20} 1,3724.

Этилацетат этанол ва сув билан қуйидаги азеотроп аралашмалар ҳосил қилади: а) 91,8% этилацетат ва 8,2% сув, $70,4^{\circ}\text{C}$ да қайнайди; б) 83,2% этилацетат, 9% этанол ва 7,8% сув, $70,3^{\circ}\text{C}$ да қайнайди; в) 69,2% этилацетат ва 30,8% этанол $71,8^{\circ}\text{C}$ да қайнайди.

¹ Аралашмадаги этил спирт қўшилмаларини йўқотиш мақсадида кальций хлорид тузи қўшилади. У бирламчи спиртлар билан кристалл бирикмалар ҳосил қилади. Айни ҳолда сиркаэтил эфирда эрмайдиган, аммо сувда эрийдиган $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ бирикма ҳосил бўлади.

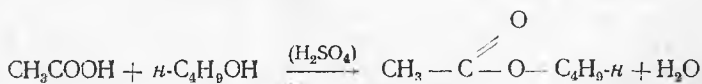
Сифат реакцияси. *Гидроксамли намуна.* Мураккаб эфирлар гидроксилламин билан реакцияга киришиб, темир (III)-хлорид таъсирида рангли бирикмалар берадиган гидроксам кислоталар ҳосил қилади:



Хлорангидридлар, ангидридлар ва бошқалар ҳам гидроксамли намуна ҳосил қилади.

Пробиркага 2—3 томчи мураккаб эфир қуйиб устига гидроксилламин хлориднинг метил спиртдаги тўйинган эритмасидан 2 томчи қўшилади ва 1 минутча қуйиб қўйилади. Сўнгра калий гидроксиднинг спиртдаги тўйинган эритмасидан бир томчи қўшиб, қайнагунича эҳтиётлик билан қиздирилади. Аралашма совитилгандан кейин 3—5 томчи 1 н хлорид кислота эритмасидан қўшиб, муҳит кислотали бўлгунча унга 1 томчи 3 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан қўшилади. Пушти, қизил ёки бинафша ранг ҳосил бўлади.

22. Сирка-бутил эфир



Реактивлар. 10 мл муз сирка кислота, 15,4 мл *n*-бутил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий карбонат, кальций хлорид (ёки сувсиз натрий сульфат).

Туби юмалоқ 50—100 мл сифимли колбага 10 мл муз сирка кислота, 15,4 мл *n*-бутил спирт ва 1 мл концентранган сульфат кислота қуйилади. Колбага икки оғизли форштосс ўрнатилади, унга томизгич воронка ва «ловушка» (сув учун) орқали сувли совитгич уланади (46-расм). Колба қум ҳаммомида қиздирилади. Реакцион аралашма қайнаши керак. Аста-секин «ловушка»да икки қатламдан иборат суюқлик¹ йиғилади. Пастки қатлам (сувли) ўлчовли цилиндрга қуйилади, юқориги қатлам (бутил спирт ва бутилацетат аралашмаси) пипетка билан

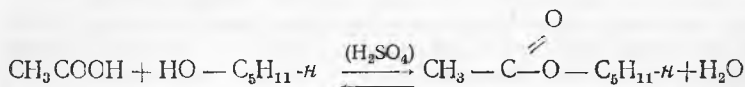
¹ Агар «ловушка»га суюқлик секин йиғилса, колбанинг бўйни ва форштосснинг пастки қисми асбест билан ўралади.

яна реакцион колбага қайтариб солинади. Ажралиб чиққан сувнинг миқдори тенглама бўйича ҳисобланган сув миқдорига (тахминан 3,5—4 соатдан кейин) етганда реакция ниҳоясига етган бўлади. Реакцион аралашма совигандан кейин уни ажратгич воронкага қуйиб, сув ҳамда натрий карбонатнинг 10 процентли эритмаси (лакмус бўйича нейтрал муҳитгача) ва яна сув билан ювилади. Сиркабутил эфир кальций хлорид ёки қиздирилган натрий сульфат билан қуритилади ва дефлегматорли колбада ҳайдалади. 123—128°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Сиркабутил эфирнинг унуми 13,5 г.

Сиркабутил эфир (бутилацетат)— рангсиз суюқлик, этанол ва эфир билан аралашади, 25°C да 100 г сувда 0,5 г бутилацетат эрийди. Молекуляр массаси 116,16; суюқланиш температураси — 76,8°C; қайнаш температураси 124—126°C; d^{20}_4 0,882.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Гидроксамли намуна* (98-бетга қаралсин, «Сиркаэтил эфир»).

23. Сирка-изоамил эфир



1. **Изоамил спиртли азеотроп ҳайдаш орқали сувни йўқотиш билан олиниш усули**

Реактивлар. 85 мл муз сирка кислота, 13 мл изоамил спирт, сульфат кислота (d —1,84), натрий карбонат, кальций хлорид (ёки сувсиз натрий сульфат).

Ишлаш усули «Сиркабутил эфир» синтез қилиш усулига ўхшашдир. Асосий фракция 138—142°C да ҳайдалади. Сирка-изоамил эфирнинг унуми 13,5 г.

2. **Бензолли азеотроп ҳайдаш ёрдамида сувни йўқотиш билан олиниш усули**

Реактивлар. 10 мл сирка кислота (80 процентли), 13 мл изоамил спирт, сульфат кислота (d —1,84), бензол, натрий карбонат, кальций хлорид (ёки сувсиз натрий сульфат).

Туби юмалоқ 50—100 мл сигимли колбага 13 мл изоамил спирт, 10 мл 80 процентли сирка кислота, 12,5 мл бензол ва 2—3 томчи концентрланган сульфат кислота қуйилади. Колбага сув йиғадиган «ловушка» орқали совитгич (46-расм) уланади. Реакцион аралашма кучли қайнаши учун қум ҳаммомида қиздирилади. Ҳайдалаётган буғлар совитгичда конденсатланиб, «ловушка»га йиғилиб, қатламларга бўлинади. Пастки сув қатлами вақт-вақти билан ўлчов цилиндрга йиғилади. Юқориги қат-

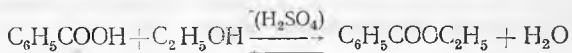
лам бензол, изоамилацетат, сирка кислота ва изоамил спирт аралашмасидан иборат бўлиб, йиғилиб, колбага қайтиб тушаверади. «Ловушка»даги сувнинг миқдори ўзгармай қолганда ёки тенглама бўйича ҳисоб қилингандаги миқдор ҳосил бўлганда (3—4 соат), реакция ниҳоясига етган деб ҳисобланади. Реакция тугагач, колбадаги аралашма ва «ловушка»даги суюқлик Вюрц колбасига қуйилади. Вюрц колбасига термометр ўрнатиб, оқими пастга қия қилиб совитгич уланади. Колба қумли ҳаммомда қиздирилади, 80—81°C да бензол ғайдалади. Колба совигандан кейин ундаги қолдиқ ажратгич воронкага қуйилади. Икки марта сув билан (25—30 мл дан) нейтрал муҳит ҳосил бўлгунча (муҳит лакмус ёрдамида текширилади) 10 процентли натрий карбонат эритмаси ва яна сув билан ювилади. Изоамилацетат (юқори қатлам) сув қисмидан ажратилади, конуссимон колбага қуйилиб, сувсиз натрий сульфат ёки кальций хлорид билан қуритилади. Агар аралашманинг сув қисми эфир қисмидан ёмон ажралса, унда аралашмага 2,5 г натрий хлорид қўшиб аралаштирилади. Туз қўшилганда мураккаб эфирнинг сувда эрувчанлиги камаяди. Сирка изоамилацетат Вюрц колбасидан ёки дефлегматорли туби юмалоқ колбадан ғайдалади (31-расм), бунда 138—142°C атрофида қайнайдиган фракция ажратиб олинади. Унинг унуми 13 г.

Шу усул билан сиркабутил эфир ҳам синтез қилиш мумкин.

Сирка изоамил эфир (изоамилацетат) — рангсиз, ёқимли ҳидли (нок эссенцияси) суюқлик. Эфир ва этанол билан аралашади, 25°C да 100 г сувга 0,16 г изоамилацетат эрийди. Молекуляр массаси 130,19; суюқлашув температураси — 78,5°C; қайнаш температураси 138—140°C; d_4^{25} 0,8699; n_D^{20} 1,4053.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Гидроксамли намуна* (98-бетга қаралсин, «Сиркаэтил эфир»).

24. Бензойэтил эфир



Реактивлар. 10 г бензой кислота, 33 мл абсолют¹ этил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий карбонат, кальций хлорид.

Туби юмалоқ 100 мл сизимли колбага 10 г бензой кислота, 33 мл абсолют этил спирт ва 1 мл концентранган сульфат кислота солинади. Аралашма яхшилаб аралаштирилади. Колбага хлор кальцийли найча кийгизилган қайтарма совитгич уланади. Колба қайнаб турган сув ҳаммомида 4 соат давомида доимо аралаштириб турган ҳолда қиздирилади. Кейин совитгич пастга қия қилиб уланади ва реакцияга киришмай қолган этил

¹ 62-бетга қаралсин (абсолют этил спирт тайёрлаш).

спирт ҳайдалади. Қолдиқ совитилиб, унга 80 мл совуқ сув қуйилади ва қаттиқ натрий карбонат билан нейтралланади. Натрий карбонат кучсиз ишқорий муҳит (лакмус бўйича) ҳосил бўлгунча оз-оздан қўшилади. Аралашмага натрий карбонат қўшилганда реакцияга киришмай қолган бензой кислота тузга айланади, яъни бензой кислотанинг натрийли тузи ҳосил бўлади. Бу туз аралашма диэтил эфир билан экстракция қилинганда эфирга ўтмайди. Икки фазали аралашма ажраткич воронкага қуйилади ва бензойэтил эфир 3—4 марта диэтил эфир билан (15 мл дан) экстракция қилинади. Эфир сўримларини қўшиб, кальций хлорид билан қуритилади. Кейин эритма Вюрц колбасига қуйилади, диэтил эфир сув ҳаммомида ҳайдалади. Колбани қуригунча артиб совиткични ҳаво совиткичига алмаштириб, бензойэтил эфир ҳайдалади. 210—214°C да қайнайдиган фракция йиғиб олинади. Бензойэтил эфирнинг унуми 11 г.

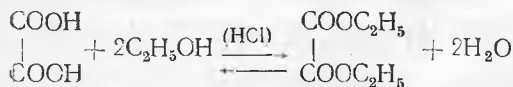
Бензойэтил эфирни вакуумда ҳайдаш тавсия этилади.

Юқоридагига ўхшаш усул билан долчин кислотанинг этил эфирини ҳам олиш мумкин (қайнаш температураси 271°C).

Бензойэтил эфир (этил бензоат, этилбензоилкарбоксилат) — мева ҳидини эслатувчи рангсиз суюқлик, диэтил эфир билан аралашади. Этанол ва хлороформда эрийди, сувда деярли эримайди (100 г сувда 0,08 г эрийди). Молекуляр массаси 150,18; суюқлашиш температураси — 34,6°C; қайнаш температураси 212,6°C; d_4^{20} 1,047; n_D^{20} 1,3200.

Сифат реакцияси. *Бензойэтил эфирнинг гидролизланиши.* Кичкина, туби юмалоқ колбага 1 мл бензойэтил эфир ва 20 мл 10 процентли калий гидроксид эритмаси ҳамда қайнаткич солиб, аралашмани аста-секин эфирнинг мойсимон қатлами йўқолгунча (30 мин) қиздирилади. Кейин эритмага суюлтирилган хлорид кислота қўшиб, кислотали муҳитга келтирилади. Колба музли сув билан совитилганда бензой кислота кристаллга тушади.

25. Оксалат кислотанинг диэтил эфири



Реактивлар. 15 г сувсиз¹ оксалат кислота, 23 мл абсолют² этил спирт, водород хлорид³ (газ), сульфат кислота ($d=1,84$), натрий карбонат, кальций хлорид, натрий хлорид.

Иш мўрили шкафта ўтказилади! Оксалат кислота терига ва нафас йўллариинг шилиқ пардаларига таъсир қилади. Водород хлорид шилиқ пардаларга таъсир этади.

¹ 232-бетга қаралсин (сувсиз оксалат кислотанинг олиниши).

² 62-бетга қаралсин (абсолют этил спиртниг олиниши).

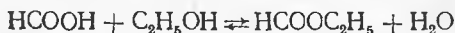
³ 231-бетга қаралсин (водород хлориднинг олиниши).

Туби юмалоқ 100 мл сифимли колбага кукун ҳолидаги сув-сиз оксалат кислотадан 15 г солиб, устига 23 мл абсолют этил спирт қуйилади. Колбага икки шохли форштосс ёрдамида сув-ли қайтарма совитгич (16-расм) ва колба тубигача тушадиган тўғри бурчак остида эгилган шиша най уланади. Совитгичга кальций хлоридли най ҳам уланади. Эгик най орқали реакцион аралашмага газ ҳолидаги водород хлорид юборилади (44-расм). Бу вақтда аралашма кучли исийди. 10 минутдан кейин колба HCl газни юбориш давомида музли сув ҳаммомига қўйилади. Водород хлорид эритмада ютилмай, кальций хлоридли най орқали чиқиб кета бошлагунча водород хлорид юбориш давом эттирилади. Бунда оксалат кислотанинг ҳаммаси эриши керак. Реакция ниҳоясига етгандан кейин колбадаги суюқлик аралаштириб туриб, 50 г майдаланган натрий карбонат ва 150 г майдаланган муз солинган стаканга қуйилади. Оксалат кислотанинг ажралиб чиққан диэтил эфири¹ ажратиб олинади. Бунинг учун аралашмани ажратгич воронкага қуйиб, озгина сув билан ювиб, эфир қисмини ажратиб олиб, кальций хлорид билан қуритилади ва Вюрц колбасида ҳайдалади. 184—188°C да қайнайдиған фракция йиғиб олинади. Оксалат кислота диэтил эфирининг унуми 12 г.

Оксалат кислотанинг диэтил эфири (этилоксалат)— бир оз ёқим-ли ҳидли, рангсиз суюқлик. Диэтил эфир, этанол билан аралашади, сувда кам эрийди. Молекуляр массаси 146,15; суюқланиш температураси — 40,6°C; қайнаш температураси 185,4°C; d_{20}^{20} 1,0785; n_D^{20} 1,4101.

С и ф а т р е а к ц и я с и (гидролиз). 1 мл оксалат кислота диэтил эфири 10 процентли натрий карбонат эритмаси билан тўлиқ эриб кетгунча қайнатилади. Ҳосил бўлган гидролизатга сирка кислота таъсир эттирилади ва устига 5 процентли кальций хлорид эритмасидан қўшилади. Кальций оксалат чўкмаси ҳосил бўлади.

26. Чумоли кислотанинг этил эфири



Реактивлар. 9 мл чумоли кислота (96 процентли), 14 мл этил спирт, натрий карбонат, кальций хлорид.

Иш вақтида эҳтиёт бўлиш керак! Чумоли кислота терига таъсир қилади.

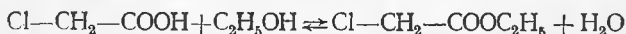
¹ Этилоксалат ажратиб олишни қийинлаштирадиган эмульсия ҳосил бўлса аралашма 2—3 марта диэтил эфир билан (20 мл) экстракция қилинади. Йиғилган экстрактлар сувда ювилади ва кальций хлорид билан қуритилади. Диэтил эфир сув ҳаммомида ҳайдалгач, кейин диэтилоксалат ҳайдалади. Диэтилоксалат осон гидролизланади, шунинг учун уни эртанги кунгача сувда қолдириб бўлмайди.

Туби юмалоқ 50 мл сифимли колбага 9 мл 96 процентли чумоли кислота, 14 мл этил спирт ва 2,5 г сувсиз кальций хлорид солиб аралаштирилади. Колбага дефлегматор ва оқими пастга қия қилиб совитгич уланади (31-расм) ва сув ҳаммомида қиздирилади. Чумоли кислотанинг этил эфири ҳосил бўлиши билан ҳайдалади. У музли сув билан совитиладиган йиғич колбага йиғилади. Реакция ниҳоясига етгач колбадаги модда ажратгич воронкага қуйилади, этилформиат ажратиб олинади. У олдин сув, кейин 10 процентли натрий карбонат эритмаси ва яна сув билан ювилади. Этилформиат кальций хлорид билан қуритилади ва узун дефлегматорли колбага қуйилиб, сув ҳаммомида ҳайдалади, 53—56°C да қайнайдиған фракция йиғилади. Эфирнинг унуми 13 г.

Чумоли кислотанинг этил эфири (этилформиат, этилметаноат)— рангсиз суюқлик, этанолда ва диэтил эфирда эрийди, 25°C да 100 г сувда 11,8 г эрийди. Молекуляр массаси 74,08; суюқланиш температураси — 80,5°C; қайнаш температураси 54,3°C; d_4^{20} 0,9169; n_D^{20} 1,3600.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Гидроксамли намуна* (98-бетга қаралсин, «Сиркаэтил эфир»).

27. Хлорсирка кислотанинг этил эфири



Реактивлар. 10 г хлорсирка кислота, 7,7 мл абсолют¹ этил эфир, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидрокарбонат, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

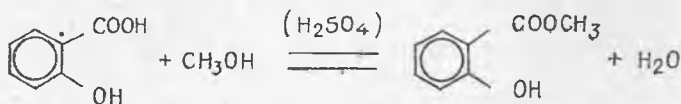
Хлорсирка кислота куйдиради. Унинг этил эфири шилиқ пардаларга таъсир қилади.

Туби юмалоқ 50 мл сифимли колбага 10 г хлорсирка кислота, 7,7 мл абсолют этил спирт ва 0,7 мл концентранган сульфат кислота солиб аралаштирилади. Колбага хлоркальцийли най кийгизилган совитгич ўрнатилади, аралашма 3 соат давомида сув ҳаммомида қиздирилади. Аралашма совитилиб, унга 50 мл совуқ сув қуйилади. Кейин ажратгич воронкага қуйилиб, пастки қават (хлорсирка кислотанинг этил эфири) ажратилади ва 5 мл натрий гидрокарбонатнинг тўйинган эритмаси билан ювилади. Эфирни кальций хлорид билан қуритиб, кичкина дефлегматорли колбадан (31-расм) ҳайдалади. 142—145°C да қайнайдиған фракция йиғилади. Эфирнинг унуми 7,5 г.

Хлорсирка кислотанинг этил эфири (этилхлорацетат) — рангсиз, ўткир ҳидли суюқлик, шилиқ пардаларга таъсир қилади. Эфир ва этанол билан аралашади, сувда эримайди. Молекуляр массаси 122,55; суюқланиш температураси — 26,0°C; қайнаш температураси 144,2°C; d_4^{20} 1,159; n_D^{20} 1,4230.

¹ 62-бетга қаралсин (абсолют этил спиртни тайёрлаш).

28. Салицил кислотанинг метил эфири



Реактивлар. 11,5 г салицил кислота, 34 мл сувсиз метил спирт¹, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий карбонат, сувсиз магний сульфат.

Ишлаш вақтида эҳтиёт бўлиш керак!

Метил спирт — осон учувчан, заҳарли модда.

Туби юмалоқ 100 мл сизимли қолбага 11,5 г салицил кислота, 34 мл сувсиз метил спирт солинади ва қаттиқ чайқатиб туриб, аста-секин 3,4 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади. Қолбага қайтарма совитгич уланади ва сув ҳаммомида 6 соат давомида секин қиздирилади. Кейин совитгич оқимини пастга қия қилиб ўзгартиб, реакцияга киришмаган ортиқча спирт ҳайдалади. Аралашма совиганидан кейин ажратгич воронкага қўйилади ва 100 мл сув билан чайқатилади. Юқориги қатламни (мойсимон) ажратиб олиб, олдин 10 мл сув, сўнг натрий карбонатнинг концентрланган эритмаси билан ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча ювилади. Муҳит лакмус қоғози билан аниқланади. (*Эҳтиёт бўлинг!* Карбонат ангидрид ажралиб чиқади), сўнг яна сув билан ювилади. Агар салицил кислотанинг метил эфирини ювиш вақтида эмульсия ҳосил бўлса, унга тахминан 5 мл тетрахлорметан қўшилади. Кучли чайқатилгандан сўнг эмульсия қатламларга бўлинади: салицил кислотанинг метил эфири тетрахлорметан билан пастки қатламида бўлади. Бу эфирни ажратиб олиб, сувсиз магний сульфат билан (тахминан 1,7 г) 5 соат давомида қуритилади. Кейин қуруқ эфир калта бўйинли кичкина Вюрц қолбасида филтрланиб, ҳайдалади. 224—225°C да қайнайдиған фракция йиғиб олинади. Ҳайдашни яхшиси вакуумда бажариш керак. Бундай ҳолда 115—117°C да (20 мл сим. уст.) қайнайдиған фракция йиғилади. Унуми 10 г.

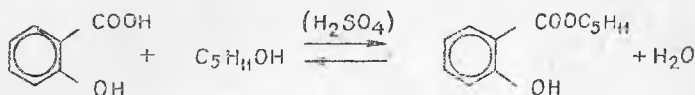
Салицил кислотанинг метил эфири (метил салицилат, гаультер мойи) — рангсиз суюқлик, плюш (гаультер) мойининг ҳиди келади. Этанол ва диэтил эфир билан аралашади, муз сирка кислотада, углерод сульфидда эрийди, 30°C да 100 г сувда 0,074 г модда эрийди. Молекуляр массаси 152,15; суюқланиш температураси — 8,6°C; қайнаш температураси 223°C (12 мм сим. уст. 101°C); d^{20}_4 1,1840.

Сифат реакцияси. 1 томчи метил салицилат спиртда эритилади. Ҳосил бўлган эритма озроқ сув билан суюлтирилади.

¹ 64-бетга қаралсин (метил спирт билан ишлаш қондасн).

ди ва унга 2—3 томчи 2 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан қўшилади. Қизил-бинафша ранг ҳосил бўлади (фенолнинг гидроксил группасига реакция).

29. Салицил кислотанинг изоамил эфири



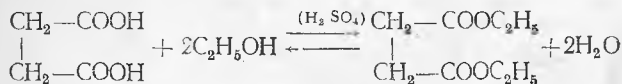
Реактивлар. 11,5 г салицил кислота, 90 мл изоамил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий карбонат, сувсиз натрий сульфат.

Салицил кислотанинг изоамил эфири салицил кислотанинг метил эфирини олиш усули билан олинади. Фарқи шундаки, биринчидан, реакцияга киришмай қолган ортиқча изоамил спирт аралашмани сув ҳаммомида эмас, асбест тўр устида қиздириш билан ҳайдалади. Иккинчидан, салицил кислотанинг қуритилган изоамил эфири вакуумда ҳайдалади. 151—152°C да (15 мм см. уст.) қайнайдиған фракция йиғилади. Эфирнинг миқдори 8 г.

Салицил кислотанинг изоамил эфири (изоамилсалицилат, изоамил- α -оксibenзоат)—сарғиш рангли суюқлик, беда ёки баъзи орхидия туридаги ўсимликларнинг ҳидига ўхшаш ҳидга эга. Диэтил эфир билан аралашади, хлороформда эрийди, 100 г этанолда 33 г эфир эрийди. Сувда деярли эримайди (22°C да 100 г сувда 0,004 г эфир эрийди). Молекуляр массаси 208,26; қайнаш температураси 273°C; 15 мм см. уст. да 151—152°C; 12 мм см. уст. да 128—130°C; d_{25}^{25} 1,042.

С и ф а т р е а к ц и я с и. (104-бетдаги «Салицил кислотанинг метил эфири»га қаралсин).

30. Каҳрабо кислотанинг диэтил эфири



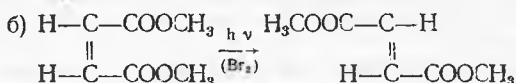
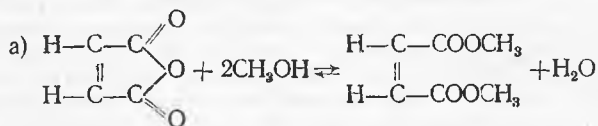
Реактивлар. 9 г каҳрабо кислота, 28 мл этил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$), толуол, сувсиз натрий карбонат.

100 мл сигимли Вюрц колбасига 9 г каҳрабо кислота, 28 мл этил спирт, 12 мл толуол ва 1—2 томчи концентрланган сульфат кислота солинади. Колбага термометр ва сувли совитгич (29-расм) ўрнатилади ва колба мой ёки глицеринли ҳаммомда аралашма кучсиз қайнагунча қиздирилади. 74—80°C температурада этил спирт, толуол ва сувдан иборат азеотроп аралашма

ҳайдалади. Дистиллат 12,5 г сувсиз натрий карбонат билан қуритилади ва яна Вюрц колбасига қуйиб, ҳайдалаётган буғнинг температураси 80°C га етгунча қайта ҳайдалади. Қолдиқни вакуумда ҳайдаб, қахрабо кислотанинг диэтил эфири йиғиб олинади (35-расм). 105°C да (15 мм сим. уст.) қайнайдиған фракция йиғилади. Эфирнинг миқдори 11,5 г.

Қахрабо кислотанинг диэтил эфири (этилсукцинат) — рангсиз суюқлик, этанол ва диэтил эфир билан аралашади, сувда эримайди. Молекуляр массаси 174,20; суюқланиш температураси — 21°C; қайнаш температураси 217,7°C; 15 мм сим. уст. да 105°C; 6 мм сим. уст. да 85—86°C; d_4^{20} 1,0402; n_D^{20} 1,4200.

31. Малейн ва фумар кислоталарнинг диметил эфири



Реактивлар. 15 г малейн ангидрид, 50 мл метил спирт¹, сульфат кислота ($d=1,84$), сувсиз натрий карбонат, бром, тетрахлорметан.

Ишлаш вақтида эҳтиёт бўлиш керак! Метил спирт осон учувчан ва заҳарлидир.

1. Малейн кислотанинг диметил эфири

Туби юмалоқ 100 мл сифимли колбага 7,5 г малейн ангидрид, 50 мл метил спирт, 2—3 томчи концентранган сульфат кислота ва бир неча қайнатгич солинади. Колбага сувли қайтарма, совитгич уланади ва мойли ҳаммомда 1 соат секин қайнатади. Реакция давомида малейн кислотанинг диметил эфири (*цис*-изомер) фумар кислотанинг диметил эфирига (*транс*-изомер) изомерланмаслиги учун колба асбест билан беркитилиб, ёруғдан ҳимоя қилинади. Реакция ниҳоясига етгач аралашма хона температурасигача совитилади ва сувсиз натрий карбонат билан нейтраланади (*Эҳтиёт бўлинг!* Карбонат ангидрид ажралиб чиқади). Нейтраллашдан кейин реакцияга киришмай қолган метил спирт сув ҳаммомида ҳайдалади. Қолдиқни вакуумда ҳайдаб, 89°C да (12 мм сим. уст.) қайнайдиған малейн кислотанинг диметил эфири йиғиб олинади. Эфирнинг миқдори 6,5 г.

¹ 64-бет (метил спирт билан ишлаш қондаси)га қаралсин.

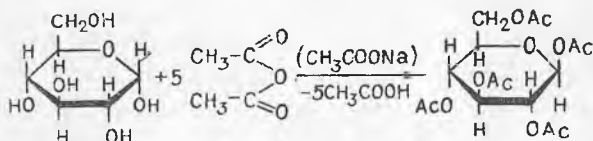
Маленин кислотанинг диметил эфири — рангсиз суюқлик, диэтил эфирда эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 144,13; суюқланиш температураси —19°C; қайнаш температураси 205°C; 102°C (17 мм сим. уст. да); d_4^{20} 1,160; n_D^{20} 1,4415.

2. Фумар кислотанинг диметил эфири

Туби юмалоқ кичкина қолбага маленин кислотанинг диметил эфиридан 5 г ва 5 процентли бромнинг тетрахлорметандаги эритмасидан 5 томчи қуйилади. Қолбага қайтарма совитгич уланади ва стакандаги қайнаб турган сувда 15 минут қиздирилади. Реакцион аралашма шу вақтда 250 вт электр лампочка билан ёритилади. Кейин қолба музли сув ҳаммомида совитилади, фумар кислота диметил эфирининг кристаллари чўкмага тушади. Чўкма вакуумда филтрланади ва сувда ювилади, шиша пробка билан босиб филтрда сиқилади. Кейин ҳавода қуритилади. Эфирнинг миқдори 3,5 г га яқин.

Фумар кислотанинг диметил эфири (диметил фумарат) — рангсиз кристалл модда, хлороформда эрийди, этанол ва диэтил эфирда қийин эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 144,13; суюқланиш температураси 192°C.

32. β- пентаацетилглюкоза



Реактивлар. 5 г сувсиз глюкоза, 23 мл сирка ангидрид, сувсиз натрий ацетат¹, этил спирт.

Кукун қилиб майдаланган 5 г глюкоза 2,5 г сувсиз натрий ацетат билан яхшилаб аралаштирилади. Аралашма 100 мл ситимли туби юмалоқ қолбага солинади ва устига 23 мл сирка ангидрид қуйилади. Қолбага хлор кальцийли қайтарма совитгич уланади. Қолбадаги аралашмани аралаштириб турган ҳолда қайнаётган сув ҳаммомида 2,5 соат қиздирилади. Реакция ниҳоясига етгач, аралашмани жилдирашиб стакандаги 200 мл сув ва муз аралашмаси устига (аралаштириб туриб) қуйилади. Ҳосил бўлган оқ масса шиша таёқча ёрдамида аралаштирилади ва 1,5 соат қолдирилади. Бу вақтда реакцияга киришмай қолган сирка ангидрид гидролизланади. Сўнгра β-пентаацетилглюкоза (оқ кристалл масса) филтрланади, филтрда шиша пробка билан яхшилаб сиқилади ва этил спиртда қайта кристаллан-

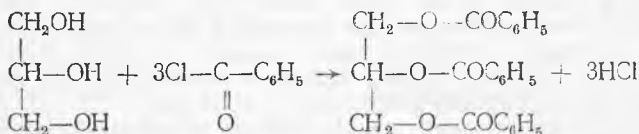
¹ 232-бетдаги сувсиз натрий ацетатни тайёрлашга қаралсин.

тирилади (16-расм). Қайта кристаллантириш учун тахмилан 40—50 мл этанол сарфланади. β-пентаацетилглюкозанинг миқдори 9 г.

Унинг суюқланиш температураси аниқланади (131°C).

Пентаацетат β-D-глюкоза (пентаацетил-β-D-глюкопираноза) — рангсиз кристалл модда. Эрувчанлиги 18°C да 100 г сувда 0,09 г; 19°C да 100 г этанолда 0,82 г; 15°C да 100 г диэтил эфирда 2,1 г. Молекуляр массаси 390, 35; суюқланиш температураси 131°C.

33. Глицеринтрибензоат



Реактивлар. 1,8 г глицерин, 7 мл бензоил хлорид, пиридин, сульфат кислота (*d*—1,84), этил спирт.

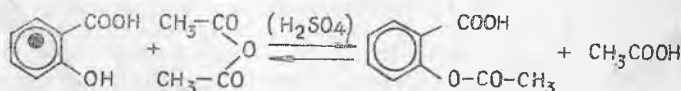
Иш мўрили шкафда олиб борилади! Пиридин заҳарли, бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади.

50 мл сизимли конуссимон колбада 1,8 г глицерин 9 мл пиридинда эритилади. Эритма музли сувда совитилади, сўнгра устига оз-оздан, аралаштириб туриб бензоил хлорид¹ қўшилади. Эритма қизил рангга киради, ундан кўп миқдорда пиридин хлорид чўкади. Аралашма бир неча соатга қолдирилади, кейин унга 10 процентли сульфат кислотанинг совитилган эритмаси қўшилади, бунда пиридин хлорид эрийди, глицеринтрибензоат эса чўкмага тушади. У филтрланади, совуқ сув билан ювилади, ҳавода қуритилади ва этил спиртда қайта кристаллантирилади (16-расм). Глицеринтрибензоатнинг миқдори 6 г.

Суюқланиш температураси (76,5°C) аниқланади.

Глицеринтрибензоат (трибензонн) — кристалл модда, спиртдан игнасимон кристалланади. Эфирда, қайноқ этанолда эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 404,42; суюқланиш температураси 76,5°C; қайнаш температурасида парчланади; *d*₄¹² 1, 228.

34. Ацетилсалицил кислота (аспирин)



¹ 8-бетдаги 11-п га қаранг (кислоталарнинг хлорангидридлари билан ишлаш қондаси).

Реактивлар. 6,3 г салицил кислота, 9 мл сирка ангидрид, сульфат кислота ($d=1,84$), толуол.

50 мл сифимли туби юмалоқ колбага 6,3 г салицил кислота, 9 мл сирка ангидрид (*эҳтиёт бўлинг!* сирка ангидрид терига таъсир қилади) солинади. Аралашма яхшилаб аралаштирилади. Сўнгра колбага қайтарма совитгич уланади ва сув ҳаммомида 60°C да 1 соат аралаштириб турган ҳолда қиздирилади. Сўнг температура $90\text{—}95^{\circ}\text{C}$ гача оширилади ва 20 минут температура шундай тутилади. Суyoқлик совиганидан кейин аралаштириб туриб 20—30 мл совуқ сув қуйилган стаканга ағдарилади. Ҳосил бўлган ацетилсалицил кислота чўкмаси Бюхнер воронкасида филтрланади. Чўкма филтрда озроқ совуқ толуол билан ювилади ва филтр қоғоз орасига олиб, сиқиб ҳавода қурилади. Унинг миқдори 8 г.

Ацетилсалицил кислотани қуйидаги эритувчиларда қайта кристаллантириш мумкин: суюлтирилган сирка кислота (1:1), қуруқ бензол, бензин (қайнаш температураси $40\text{—}60^{\circ}\text{C}$), хлороформ ёки этил спирт. Ацетилсалицил кислотани эритувчида кўп қиздириб ёки юқори температурада қайнайдиган эритувчиларда эритиб бўлмайди, чунки узоқ қиздирилганда у парчаланadi.

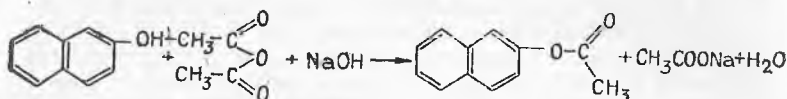
Этил спиртдан қайта кристаллантириш қуйидагича олиб борилади. Модда оз миқдордаги қайноқ этил спиртда (16-расм) эритилади. Ҳосил қилинган эритма 2,5 марта (ҳажм бўйича) кўп миқдордаги илиқ сувга қуйилади. Агар бунда чўкма ҳосил бўлса, аралашма чўкма эригунича қиздирилади, сўнгра ҳосил бўлган тиниқ эритма секин совитилади. Ацетилсалицил кислота игнасимон чиройли кристаллар ҳолида чўқади. Улар филтрланиб, ҳавода қурилади.

Ацетилсалицил кислота (аспирин, о-ацетоксибензой кислота) бир оз нордон таъмли рангсиз модда, игнасимон ёки пластинка кўринишида кристалланади. Эрувчанлиги: 100 г сувда 0,25 г; 100 г 90 процентли этанолда 20 г; 100 г диэтил эфирда 3,57 г; бензолда қийин эрийди. Молекуляр массаси 180,16; суюқланиш температураси $133\div 136,5^{\circ}\text{C}$; қайнаш температураси 140°C (парчаланаш билан).

Сифат реакцияси. *Ацетилсалицил кислотанинг гидролизланиши.* Тахминан 0,5 г ацетилсалицил кислота пробиркада 5—6 мл сувда қиздириб эритилади. Ҳосил бўлган эритма икки қисмга бўлинади. Эритманинг бир қисмига 2 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан бир неча томчи қўшилади, ҳеч қандай ранг ҳосил бўлмайди. Иккинчи қисмига натрий гидроксид эритмасидан озгина қўшиб, суюқлик 1—2 минут қиздирилади. Аралашма совитилиб, унга хлорид кислотага эритмасидан қўшилади ва икки қисмга ажратилади. Эритманинг бир қисмига темир (III)-хлорид эритмасидан бир неча томчи қўшилса, бинафша ранг ҳосил бўлади (салицил кислотадаги фенолнинг гидроксил

группасига сифат реакцияси). Эритманинг иккинчи қисмига томчилаб бромли сув қўшилади. Бромли сув рангсизланиб, дибромсалицил кислота чўкмага тушади.

35. β -нафтилацетат



Реактивлар. 5 г қайта кристаллангилган β -нафтол (сув, суюлтирилган этил спирт ёки тетрагорметанда суюлтирилган), 5,3 мл сирка ангидрид, 2,5 г натрий гидроксид, этил спирт.

250 мл сифимли, туби юмалоқ колбада 5 г β -нафтол 25 мл 10 процентли натрий гидроксидда эритилади. Эритмага 63 г майдаланган муз ва 5,3 мл сирка ангидрид қўшилади (*Эҳтиёт бўлинг!* Сирка ангидрид терига таъсир қилади). Колба ҳаво совитгич ўрнатилган пробка билан беркитилади ва 15—20 минут давомида кучли чайқатилади. Натижада β -нафтилацетатнинг рангсиз кристаллари ҳосил бўлади. Чўкма филтрланади ва филтрда сув билан ювилади, сўнг ҳавода қуритилади. Ҳосил бўлган маҳсулотни тозалаш учун у суюлтирилган этил спирт ёки бензиндан (қайнаш температураси 60—80°C) қайта кристаллантирилади.

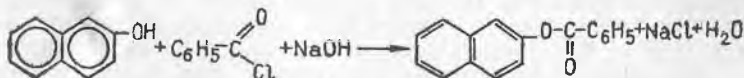
β -Нафтилацетатнинг миқдори 6,5 г.

Суюқланиш температураси аниқланади (68,5°C).

β -Нафтилацетат (ацетат 2-нафтол) рангсиз кристалл модда. Этанолда игнасимон кўринишда кристалланади. Эфирда, хлороформда эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 186,21; суюқланиш температураси 68,5°C.

Сифат реакцияси. β -нафтилацетатнинг гидролизланиши. 0,2—0,3 г β -нафтилацетат пробиркага солинади, устига 3 мл сув, озгина ишқор эритмаси қуйилади ва аралашма 1—2 минут қайнатилади. Кейин эритмани совитиб, кислотали муҳит ҳосил бўлгунча хлорид кислота эритмасидан қўшилади. Унинг устига озроқ хлороформ ва бир неча томчи темир (III)-хлорид эритмаси қўшилади. Яшил ранг ҳосил бўлади (β -нафтолга реакция).

36. Бензонафтол



Реактивлар. 0,36 г β -нафтол, 0,4 мл бензоил хлорид, 0,5 г натрий гидроксид, этил спирт.

Иш мўрили шкафда олиб борилади! Бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади.

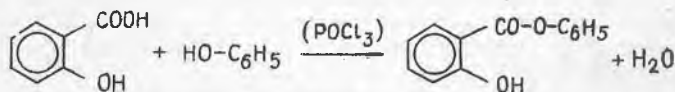
0,36 г β-нафтол пробиркада 10 процентли натрий гидроксиднинг 5 мл эритмасида эритилади ва кейин қаттиқ чайқатиб туриб 0,4 мл бензоил хлорид қўшилади. Аралашмани чайқатиб туриб, эҳтиётлик билан газ алангасида бензоил хлорид эригунча қиздирилади (*Қайнаб кетмасин!*). Сўнгра реакцион аралашма сув билан совитилади. Бунда бензонафтол чўкмага тушади. Чўкма филтрланади, олдин 5 процентли натрий гидроксид эритмаси, кейин сув билан ювиб ҳавода ёки эксикаторда қуригилади. Бензонафтолни тозалаш учун у этил спиртда қайта кристаллантирилади (16-расм). Унинг миқдори 0,6 г.

Сууюқланиш температураси аниқланади (107—108°C).

Бензонафтол (2-нафтол бензоат) — кристалл модда, иссиқ этанолда осон эрийди, эфирда қийин эрийди, сувда эрмайди. Молекуляр массаси 248,28; сууюқланиш температураси 107—108°C

Сифат реакцияси (110-бегдаги «β-нафтилацетат»га қаранг).

37. Салицил кислотанинг фенил эфири



Реактивлар. 5,7 г салицил кислота, 4 г фенол, фосфор (V)-хлороксид, натрий гидроксид, метил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади! Фенол билан ишлашда қўлқоп ва ҳимоя кўзойнаги кийиш керак!

Туби ясси икки оғизли 50 мл сиғимли колбага қайтарма совитгич ва томизгич воронка ўрпатилади. Совитгич ва воронка кальций хлоридли пай билан беркитилади ва колба мой ҳаммомига қўйилади. Колбага 4 г янги ҳайдалган фенол, 5,7 г салицил кислота солиб 135°C да сууюқлантирилади (ҳаммомга термометр қўйилган). Кейин аралашмага аста-секин томизгич воронкадан 1,3 мл фосфор (V)-хлороксид томизилади. Сўнгра томизгич воронка ўрнига термометр қўйилади (у реакцион аралашмага тушиб туриши керак) ва колбадаги аралашма 120°C да водород чиқмай қолгунча (тахминан 1,5 соат) қиздирилади. Реакция таъмом бўлгандан кейин ҳаммом олиб қўйилади ва реакцион масса 60°C гача совитилади. Реакцион масса икки қатламдан иборат: пастки қатламда (қизил бинафша ранг) фосфат кислота ва смолага ўхшаш қўшилмалар, юқори қатламда — тиниқ, сарғиш реакция маҳсулоти бўлади. Юқориги қатлам секин 35 мл суви бор чинни косачага қўйиб олинади. Шунда маҳсулот пуш-

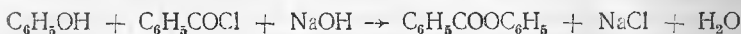
ти рангли масса ҳолатида қотади. Олинган суюқлангани тозалаш учун у 5 мл 3 процентли натрий гидроксид эритмаси билан аралаштириб туриб майдаланади. Сўнгра 5 мл шу эритмадан қўшилади, яхшилаб аралаштирилади ва Бюхнер воронкасида фильтрланади. Чўкма филтёрда сув билан ювилади, сўнгра чўкма чинни косачага олинади ва 30 мл сув билан аралаштирилади, яна фильтрланади. Филтёр қоғози орасига олиб ҳавода қурилади.

Салицил кислотанинг фенил эфири (салол) метил спиртдан қайта кристаллантириб тозаланади. Бунинг учун ҳавода яхши қуритилган маҳсулот метил спиртда қайнатиб эритилади (16-расм). Спиртнинг миқдори салолнинг ярмича бўлиши керак (салолни эритиш учун қайтарма совитгичли конуссимон қолба ишлатилади). Салолнинг ҳаммаси эриб бўлгач, қолба совитилади ва ичидаги модданинг ҳаммаси қотгунича чайқатилади. Ажралиб чиққан кристаллларни филтёрлаб, чўкма филтёрда озроқ метил спирт билан ювилади ва ҳавода қурилади. Унинг миқдори 6 г га яқин.

Суюқланиш температураси аниқланади (43°C). Салицил кислотанинг фенил эфири (салол, фенилсалицилат) бир оз ҳидли рангсиз, кристалл модда. Спиртда ромбик таблетка кўрнишида кристалланади. Эфирда, бензолда, хлороформда яхши эрийди. 25°C да 100 г этанолда 21,5 г, 25°C да 100 г сувда 0,015 г фенилсалицилат эрийди. Молекуляр массаси 214,23; суюқланиш температураси 43°C; қайнаш температураси 173°C (12 мм сим. уст. да); d^{50}_4 1,1553.

Си фат реакцияси (фенолнинг гидроксил группасига реакция). Салолнинг бир неча кристаллчаси этил спиртда эритилади ва унга бир неча томчи 2 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан қўшилади. Бинафша ранг ҳосил бўлади.

38. Бензой кислотанинг фенил эфири



Реактивлар. 4,7 г фенол, 8,5 мл бензоил хлорид, 8 г натрий гидроксид, этил спирт.

Иш мўрили шкафда олиб борилади!

Бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади. Фенол билан ишлаганда қўлқоп кийиш ва ҳимоя кўзойнаги таққиш керак.

150 мл сизимли конуссимон қолбада 8 г натрий гидроксиднинг 72 мл сувдаги эритмаси тайёрланади ва устига 4,7 г фенол солиб эритилади. Сўнгра реакция аралашмага 8,5 мл бензоил хлорид қўшилади. Қолбага қайтарма совитгич ўрнатиб, бензоил хлориднинг ҳиди йўқолгунча кучли чайқатилади (тахминан 20 минут). Ҳосил бўлган фенилбензоат чўкмаси Бюхнер воронкасида фильтрланади, сув билан яхшилаб ювиб, ҳавода қурилади.

Фенилбензоат қайта кристаллга тушириш йўли билан этил спиртдан тозаланади (16-расм). Бунинг учун ҳали ишланмаган хом маҳсулот қайтарма совитгичли туби юмалоқ колбага солинади ва қиздириб туриб 19 мл этил спиртда эритилади. Қайноқ эритма филтрланади, бунинг учун иссиқ ҳолда филтрланадиган воронкалар ишлатилади. Эритма совитилганидан кейин бензой кислота фенил эфирининг ҳосил бўлган кристаллари Бюхнер воронкасида сўриб олинади ва ҳавода қуритилади. Унинг миқдори 8 г га яқин.

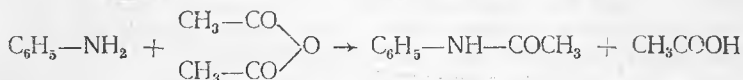
Суюқланиш температураси аниқланади (70°C).

Бензой кислотанинг фенил эфири (фенилбензоат) — рангсиз кристалл модда. Эфирда ва этанолда эрийди, сувда қийин эрийди. Молекуляр массаси 198,22; суюқланиш температураси 70°C; қайнаш температураси 314°C; d^{20}_4 1,235.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 1. Гидролизланиши ва темир (III)-хлорид билан реакцияси (110--бетдаги «β-Нафтилацетат»). Темир (III)-хлорид билан реакция ўтказиш учун гидролизатнинг ярми ишлатилади.

2. Гидролизатнинг иккинчи ярмида фенолни аниқлаш учун нитрат кислота билан реакция қилинади (91-бетдаги 2-пункт, «Фенетол»га қаранг).

39. Ацетанилид



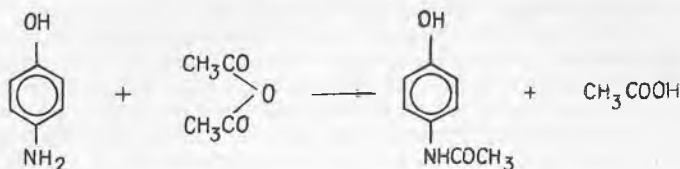
Реактивлар. 4,5 мл янги ҳайдалган анилин, 6,0 мл сирка ангидрид.

100 мл сизимли конуссимон колбага 4,5 мл анилин ва 20 мл сув қуйилади. Ҳосил қилинган эмульсияга 6 мл сирка ангидрид қўшилади. Колбага пробкали ҳаво совитгич киргизилади ва сув ҳаммомида қиздирилади (сувнинг температураси 70—80°C), вақт-вақти билан аралашма яхшилаб чайқатиб турилади. Колбадаги модда эритмага ўтгач (тахминан 10 минутдан кейин), колба олдин ҳавода, сўнгра муз ва сув аралашмаси солинган ҳаммомда совитилади. Ҳосил бўлган чўкма — ацетанилид Бюхнер воронкасида филтрланади, филтрда музли озроқ сув билан ювилади ва филтр қоғоз орасига олиб қуритилади. Ацетанилидни сувдан қайта кристаллаб олиш мумкин. Унинг миқдори 5,5 г га яқин.

Суюқланиш температураси аниқланади (114°C).

Ацетанилид (N-фенилацетамид, антифебрин, N-ацетиланилин, сирка кислотанинг фениламони) — рангсиз, ҳидсиз, кристалл модда. Сувда ромбик баргчалар кўринишида кристалланади; эфирда, хлороформда, метаноолларда эрийди. Молекуляр массаси 135, 17; суюқланиш температураси 114°C; қайнаш температураси 305°C; d^{20}_4 1,0261.

40. *p*-Ацетинофенол



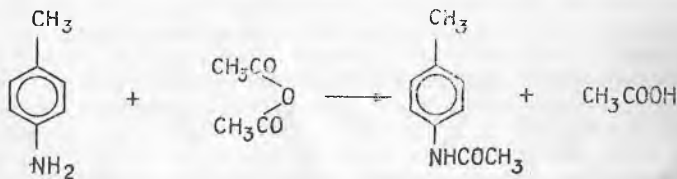
Реактивлар. 7,75 г *p*-аминофенол, 9 мл сирка ангидрид.

150 мл сифимли конуссимон колбага 7,75 г *p*-аминофенол ва 23 мл сув қўйилади. Ҳосил бўлган аралашмага 9 мл сирка ангидрид қўшилади. Колбага ҳаво совитгич уланиб, аралашмани вақт-вақти билан аралаштириб туриб сув ҳаммомида қиздирилади. 10 минутдан кейин *p*-аминофенолнинг ҳаммаси эритмага ўтади. Колба совитилади, чўкмага тушган *p*-ацетинофенол филтрланади ва филтрда озроқ совуқ сув билан ювилади. *p*-ацетинофенол сувдан қайта кристаллантирилади (тахминан 58 мл сувда). Уни филтр қорози орасига олиб қуритилади. Унинг миқдори 10 г га яқин.

Суюқланиш температураси аниқланади (168°C).

p-Ацетинофенол (*p*-ацетиламинофенол, *p*-оксиацетанилид) — рангсиз кристалл модда, этанолда осон эрийди, эфирда ва сувда қийин эрийди. Молекуляр массаси 151,17; суюқланиш температураси 168°C; $d^{21}_4 = 1,293$.

41. *p*-Ацетотолуидид



Реактивлар. 10,7 г *p*-толуидин, 10,2 мл сирка ангидрид, сувсиз бензол¹.

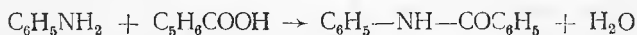
100 мл сифимли, туби юмалоқ колбага икки шохли форштосс ўрнатилади. Форштоссга қайтарма совитгич ва томизгич воронка уланади (16-расм), 10,7 г *p*-толуидин 20 мл сувсиз бензолда эритилади. Сунгра ҳосил бўлган эритмага секин-аста 15 минут давомида томчилатиб 10,2 мл сирка ангидрид

¹ 64-бетдаги сувсиз бензолни тайёрлашга қаранг.

қуйилади. Бунда реакцион аралашма қайнагудек бўлиб қизийди. Реакция олиб борилаётганда эритма бир текис қайнаши керак. Сирка ангидриднинг ҳаммаси қўшиб бўлингандан кейин реакцион аралашма совитилади. Чўкмага тушган игнасмон кристаллар Бюхнер воронкасида филтрланади ва бензол билан (одатда 2—3 марта) сирка кислотанинг ҳиди йўқолгунча ювилади ва филтр қоғоз орасига олиб ҳавода қуритилади. *n*-ацетотолуидиднинг миқдори 14,7 г. Суюқланиш температураси аниқланади (146—147°C).

n-Ацетотолуидид (*N*-ацетил-*n*-толуидин) — қаттиқ модда, рангсиз игнасмон кристаллар ҳолида кристалланади, иссиқ этанолда яхши эрийди, эфирда, иссиқ сирка кислотада эрийди, 100 г сувда 0,09 г модда эрийди. Молекуляр массаси 149,20; суюқланиш температураси 146—147°C; қайнаш температураси 307°C; d^{15}_4 1,212.

42. Бензанилид



Реактивлар. 6,7 г бензой кислота, 7 мл янги ҳайдалган анилин, хлорид кислота ($d = 1,18$), натрий гидроксид, активланган кўмир, этил спирт.

Эгик шиша най ёрламида совитгич оқими пастга қилиб уланган ва мойли ҳаммомга туширилган 50 мл сизимли туби юмалоқ колбага (43-расм) 5 мл анилин ва 6,7 г бензой кислота солинади. Аралашма анилин ва сув ҳайдалмай қолгунча 180—190°C да (термометр ҳаммом ичиде туриши керак) қиздирилади. Сўнгра температура 225°C га чиқарилади ва фракция тамом бўлгунча шу температура сақланади. Шундан кейин мой ҳаммомни олиб, колба бир оз совитилади ва реакцион аралашмага яна 2 мл анилин қуйилади. Аралашмани юқорида кўрсатилганидек (185 ва 225°Cда) яна қиздириб, сўнг иссиқ аралашма чинни косачага қуйилади. Совиш натижасида реакция маҳсулоти қаттиқ массага айланади. Бу қаттиқ массани ҳовончада майдалаб, 100 мл сизимли стаканга солинади ва реакцияга киришмай қолган анилинни йўқотиш мақсадида унга 50 мл 1*n*. хлорид кислота эритмасидан қўшилади. Декантациядан кейин бу процесс такрорланади. Кейин юқоридагига ўхшаш маҳсулот 3—4 марта сув билан, 2 марта 1*n*. натрий гидроксид эритмаси билан (бензой кислота қолдигини йўқотиш учун) ва яна бир неча марта сув билан ювилади. Ювилган бензанилид Бюхнер воронкасида филтрланади ва олдин ҳавода, кейин эса қуритиш шкафида 100°C да қуритилади. Унинг миқдори 6,5 г.

Этил спиртга активланган кўмир солиб, унга бензанилид қўшиб, қиздириб эритилади. Бир оз қайнатиб филтрланади. Филтратдан тоза бензанилид кристаллари олинади. Унинг миқдори 5,5 г.

Суюқланиш температураси аниқланади (161—163°C).

Бензанилид (*N*-фенилбензамид, *N*-бензоиланилин) — рангсиз кристалл модда, эфирда ва бензолда эрийди. 30°C да 100 г. этанолда 3,16 г бензанилид эрийди, сувда қийин эрийди. Молекуляр массаси 197,24; суюқланиш температураси 161—163°C; қайнаш температураси 117—119°C (10 мм сим. уст. да).

11-жадвал

Синтез №	Синтез қилинган модданинг номи	Ҳосил қилинган модда миқдори (г)	Синтез учун кетган вақт (соат)	Эксперимент усуллари
<i>Органик бирикмаларга тўғридан-тўғри аминогруппа қириши</i>				
43	Этилендиамин	5	12—14	Ҳайдаш
44	Диэтиланлин	10	9	Ҳайдаш
45	Аминосирка кислота (гликокол)			
	а) аммоний карбонат ишлатиш билан	5,5	11—12	Ҳайдаш
	б) аммиакнинг сувдаги эритмасини ишлатиш билан	4,5	11—12	Сокслет аппаратида спүрт билан экстракция қилиш, ҳайдаш
46	Бензиламин (бензил хлорид ва фталидиддан)	8,5	8—10	Сув буғи билан ҳайдаш, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
47	Бензамид			Сувдан қайта кристаллантириш
	а) аммоний карбонат ишлатиш билан	0,8	5	Сувдан қайта кристаллантириш
	б) аммиакнинг сувдаги эритмаси иштирокида	0,8	5	Сувдан қайта кристаллантириш
48	Гиппур кислота	3	5	Сувдан қайта кристаллантириш
49	Ацетамид (этилацетат ва аммиак эритмасидан)	9,5	5—6	Ҳайдаш, аммиакнинг тўйинган эритмаси билан тўйинтириш
50	Ацетамид (сирка кислота ва аммоний карбонатдан)	11	5—6	Ҳайдаш
51	Триметиламмоний хлорид	9,5	12	Ҳайдаш
52	Фурфурилдиэтиламин	10	11—12	Механик аралаштиргич, сув билан ҳайдаш, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш

Молекуласида азот тутувчи алмашинувчиларнинг амино гурппага айланиши

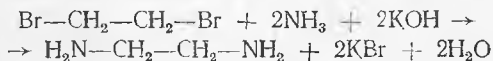
53	Метиламин	9	8—9	Сув буғи билан ҳайдаш, этанол билан экстракция қилиш
54	Бензиламин (амид ва фенил сирка кислотадан)	14—15	10—11	Механик аралаштиргич, диэтил эфир билан экстракция қилиш, вакуумда ҳайдаш
55	Антранил кислота	5	10—11	Сувдан қайта кристаллантириш
56	ε-капролактам	3	10	Тетрахлорметан билан экстракция қилиш, ҳайдаш, тетрахлорметандан қайта кристаллантириш

Сифат реакцияси. Бензанипид *n*-бензохинон эритмаси билан қизил рангли эритма ҳосил қилади. Қалий хроматнинг сульфат кислотали эритмаси билан эса бинафша рангли эритма ҳосил қилади.

АМИНЛАШ РЕАКЦИЯЛАРИ

Аминлаш реакциялари 116-бетдаги 11-жадвалда берилган.

43. Этилендиамин



Реактивлар. 12,9 мл 1,2-дибромэтан, 230 мл 25 процентли аммиак, мис сульфат, калий гидроксид, хлорид кислота (*d*—1,18), этил спирт, натрий гидроксид, натрон оҳак.

Сигими 500 мл ли қалин деворли склянкага 12,9 мл дибромэтан, 230 мл 25 процентли аммиак эритмаси ва 3 г мис сульфат (катализатор) солинади. Склянканинг оғзи зич қилиб резина пробка билан беркитилади, пробка қолбага сим билан боғлаб қўйилади. Сўнгра склянка сочиқ билан ўралади, сув ҳаммомига қуйиб 75—80°C гача қиздирилади ва дибромэтаннинг ҳаммаси эригунича шу температурада сақланади. Агар аралашма ҳар 5 минутда қаттиқ аралаштириб турилса, реакция тахминан 2 соатдан кейин тугайди. Аралашмани чайқатаётганда ҳимоя кўзойнаги тақийш керак. Реакцион аралашма совиганидан кейингина қолба ўралган сочиқни олиб, склянкани очиш мумкин. Аралашма чинни косага ағдарилади ва қуруқ масса қолгунича сув ҳаммомида буғлатилади. Қуруқ масса 85 мл сувда эритилади, унга 25 г. калий гидроксиднинг 85 мл сувдаги эритмаси қуйилади ва аралашма аммиак ҳиди йўқолгунча яна сув ҳаммомида буғлатилади. Буғлатилаётган аралашмадан 60 мл қолганда 100 мл сигимли туби юмалоқ қолбага қуйилади ва қолбани асбест тўр устида қиздириб турган ҳолда этилендиамин (қуруқ бўлгунча) ҳайдалади. Қолба совигач унга 25 мл сув қуйилади ва яна қуруқ бўлгунча ҳайдалади. Ҳосил бўлган дистиллатга кучсиз кислотали муҳит ҳосил бўлгунча суюлтирилган (1:1) хлорид кислота қуйилади (кислотали муҳит ҳосил бўлган-бўлмаганлиги лакмус ёрдамида текширилади). Аралашма филтрланади, сўнг чинни косачада сув ҳаммомида кристаллга туша бошлагунча буғлатилади. Совиш натижасида этилендиамин хлориднинг игнасимон кристаллари ҳосил бўлади. Бу кристалларни филтрлаб, озроқ этил спирт билан ювилади, филтрат эса кристалл ҳосил бўлгунча яна буғлатилади. Кейин совитиб филтрланади, чўкма филтрда этил спирт билан ювилади ва олинган кристаллар олдинги порцияга қўшилади, филтрат яна қиёмга ўхшаш маҳсулот ҳосил бўлгунча

буғлатилади ва унга баробар ҳажм этил спирт қўйилади, со-
витилади. Ҳосил бўлган кристаллар филтрланади, яна спирт
билан ювилади ва ҳавода қуритилади. Этилендиаминнинг миқ-
дори 10 г.

Этилендиаминни эркин ҳолда ажратиб олиш учун унинг 10
г тузи 10 г калий гидроксид билан аралаштирилади. Ҳосил бўл-
ган масса 10—12 г натрон оҳак билан бирга қўшиб эзиб ретор-
тага солинади. Ретортани оловда қиздириб этилендиамин ҳай-
далади, калий гидроксид билан қуритилади. Ҳайдалган модда
яна кичироқ Вюрц колбасига солиб ҳайдалади. Қайнаш темпе-
ратураси 117°C. Унинг миқдори 5 г.

Этилендиамин (1,2-этандин) — рангсиз суюқлик, сувда
ва этанолда эрийди. 100 г эфирда 0,236 г этилендиамин эрийди.
Молекуляр массаси 60,09; суюқланиш температураси 8,5°C;
қайнаш температураси 117°C; d^{20}_4 0,8994.

Сифат реакцияси. 1. *Этилендиамин пикратининг
олиниши.* 0,5 г этилендиамин хлорид 2 мл сувда эритилиб, ун-
га 10 мл пикрин кислотанинг сувдаги тўйинган эритмаси қўши-
лади ва бир неча дона натрий ацетат кристалларидан қўшилади.
Ҳосил бўлган эритма музда совитилади, қийин эрувчан чўкма
филтрланади, сув билан яхшилаб ювилади ва этил спиртда
қайта кристаллантирилади. Этилендиамин пикратининг суюқ-
ланиш температураси 233—235°C (суюқланганда парчланади).

2. *Хингидрон билан реакцияси.* Бирламчи аминлар хингид-
рон билан тўқ қизил, иккиламчи аминлар қизил, учламчи амин-
лар эса тўқ сариқ ранг ҳосил қилади.

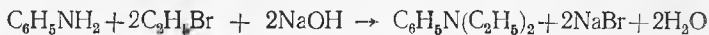
Этилендиамин тузи кристалларидан бир нечаси 0,5 мл 50
процентли спиртда эритилади ва унга хингидроннинг 2,5 про-
центли 1 мл метил спиртдаги эритмасидан қўшилади. 1—2 ми-
нутдан кейин аралашмани 2 мл 50 процентли спирт билан суюл-
тириб, устига 0,1 н ишқор эритмасидан 1—2 томчи қўшилади.
Тўқ қизил ранг ҳосил бўлади.

3. *Нитрат кислота билан реакцияси.* Бирламчи алифатик
аминларга нитрит кислота таъсир эттирилганда азот ажралиб
чиқиб, тегишли спиртлар ҳосил бўлади.

0,2 г этилендиамин хлорид 1 мл сувда эритилади, унга 10
процентли натрий нитрит эритмасидан 2 мл ва концентранган
сврка кислотадан озгина қўшилади. Азот пуфакчалари ажра-
либ чиқади.

4. *Изонитрил реакция.* Бу реакция бирламчи аминлар учун
хосдир. Пробиркага 0,5 г этилендиамин хлорид солиб, унга
2—3 томчи хлороформ ва калий гидроксиднинг спиртдаги 15
процентли эритмасидан 1 мл қўйилади. Аралашма (*мўрили
шкафда!*) қиздирилганда изонитрил ҳосил бўлади, уни ёқим-
сиз ҳидидан билиш мумкин (*Эҳтиёт бўлиб ҳидлаш керак!*). Ре-
акция ниҳоясига етгач, изонитрил 3—4 мл концентранган хло-
рид кислота ёки суюлтирилган сульфат кислота қўшиш билан
парчланади.

44. Диэтиланилин



Реактивлар. 9,8 мл янги ҳайдалган анилин, 21 мл этил бромид, 13,3 г натрий гидроксид.

Туби юмалоқ 50—100 мл сифимли қайтарма совитгич уланган колбага 9,8 мл анилин ва 10,5 мл этил бромид солиб, аралашма қотгунича (тахминан 2 соат) асбест тўр устида қиздирилади, яъни таркибида этилфениламмоний бромид бор совитилган реакция массага аралаштириб туриб оз-оздан 6,65 г натрий гидроксиднинг 20 мл сувдаги эритмаси қўшилади (колба қаттиқ қизиб кетмаслиги учун ташқарисидан совитилади). Ҳосил бўлган этиланилин ажратгич воронкада ажратиб олиниб, яна реакция колбага қайтариб қўйилади ва устига 10,5 мл этил бромид қўшиб, қаттиқ масса ҳосил бўлгунча қиздирилади. Диэтилфениламмоний бромид совиганидан кейин сувда эритилади, эритма стаканга қўйилади ва реакцияга киришмай қолган этилбромидни буғлатиш мақсадида бир неча минут давомида қайнатилади (мўрили шкафда!). Сўнгра эритма совитилади ва унга оз-оздан аралаштириб турган ҳолда 6,65 г натрий гидроксиднинг 20 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Ажралиб чиққан диэтиланилин ажратгич воронка ёрдамида ажратиблиб, қиздирилган калий гидроксид билан қуритилади, кичик филтёр орқали 25 мл сифимли Вюрц колбасига филтёрланади ва ҳайдалади. 214—216°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Диэтиланилиннинг миқдори 10 г.

Диэтиланилин (*N*-фенилдиэтиламин) — сарғиш мойсимон суюқлик, этанолда ва эфирда осон эрийди, сувда қийин эрийди. Молекуляр массаси 149,24; суюқланиш температураси —34,4°C ва —38,8°C; қайнаш температураси 215,5°C; d^{20}_4 0,9351.

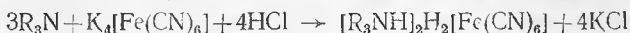
Сифат реакциялари. 1. *Нитрат кислота билан реакцияси.*

Ег ароматик учламчи аминлар нитрит кислота билан *S*-нитрозобиркмалар ҳосил қилади.

Пробкали пробиркага 1 томчи диэтиланилин солинади ва унга 2 томчи концентрланган хлорид кислота қўшиб чайқатилади. Пробирка ичидаги аралашма совуқ сувда совитилади. Сўнгра унга 30 процентли натрий нитрит эритмасидан 2 томчи қўшилади. Ҳар томчи қўшилганда пробирка пробка билан беркитилиб, кучли чайқатилади ва совуқ сувда совитилади. Аралашма сариқ-қўнғир тусга киради (*n*-нитрозодиэтиланилин тузи ҳосил бўлади). Эркин *n*-нитрозодиэтиланилин ажратиблиб олиш учун пробиркага томчилаб 5 процентли натрий карбонат эритмасидан зангори ранг ҳосил бўлгунча солинади, сўнгра 2 мл эфир қўшилади ва аралашма чайқатилади. Эфир қатлами оч яшил рангга бўялади.

2. Хингидрон билан реакция. (118-бетдаги «Этилендиамин» га қаранг). Учламчи аминлар хингидрон билан тўқ сариқ ранг ҳосил қилади.

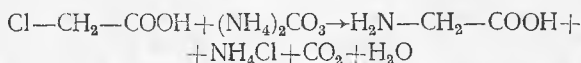
3. Калий ферроцианид билан кислота иштирокида реакция. Учламчи аминлар учун комплекс ионлар билан, айниқса, кислота иштирокида калий ферроцианид билан реакцияга киришиш характерлидир:



Икки томчи диэтиланилинга 2 мл сув қўйилади, аралашма чайқатилади ва унга 1—2 мл концентрланган «сариқ қон тузи» эритмаси ва озроқ хлорид кислота қўйилади, ариламмоний ферроцианиднинг кислотали чўкмаси ҳосил бўлади.

45. Аминосирка кислота (гликокол)

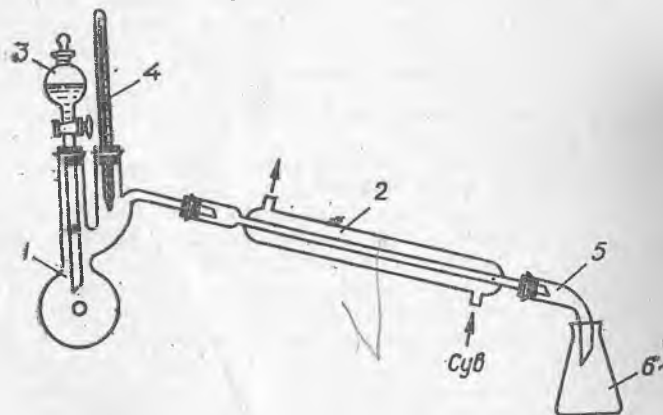
1. Аммоний карбонат қўллаш билан олиниши



Реактивлар. 55 г аммоний карбонат, 12,5 г монохлорсирка кислота, аммиак (25 процентли эритмаси), метил спирт, активланган кўмир.

Иш мўрили шкафда ўтказилади!

250 мл сифимли Кляйзен колбасига қайтарма совитгич, томизгич воронка ва термометр ўрнатилади. Термометр колба тубигача тушиб туриши керак (51-расм). Шу колбага 25 процентли аммиак эритмасидан 25 мл, 12 мл сув ва 55 г аммоний карбонат солинади. Эритма эҳтиётлик билан сув ҳаммомида

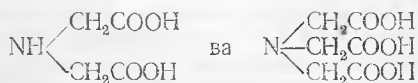


51-расм. Аминосирка кислота (гликокол) олинадиган асбоб:

1 — Кляйзен колбаси; 2 — термометр; 3 — томизгич воронка; 4 — совитгич; 5 — алонж; 6 — йиғгич-колба.

58° С гача қиздирилади. Қолбани чайқатиб туриб, 15 минут давомида томизгич воронкадан 12,5 г монохлорсирка кислотанинг 10 мл сувдаги эритмасидан томчилатиб қўшилади (реакцион аралашманинг температураси 60°С дан ошмаслиги керак). Сўнгра аралашма 60° С да 4 соат давомида қиздирилади, шундан кейин температура 80° С гача аста-секин кўтарилади ва аммиак ҳамда карбонат кислота ичиди суви бор йиғингча ҳайдалади. Аммиак ҳиди тамом бўлгач, қолба қуригунича артилади ва температура 112° С га етгунча газ алангасида қиздирилади. Олинган концентрланган эритмага хона температурасидаги 10 мл сув қўйилади. Аралашма 70°С гача совиганидан кейин, унга 0,75 г активланган кўмир қўшилади. Иссиқ эритма 150 мл сизимли конуссимон қолбага филтрланади, иссиқ филтратга 88 мл метил спирт¹ қўшилади. Эритма кристалланиш учун 24 соат холодильникда сақланади. Ҳосил бўлган игнасимон аминокисирка кислота Бюхнер воронкасида филтрланади ва қуришти шкафида 50° С да қурилади. Миқдори 6 г.

Аминосирка кислотани тозалаш учун кислотадан озроқ олиб 12 мл қайноқ сувда эритлади, унга 25 мл метил спирт қўшиб кристалланишга қолдирилади. Эритма совиганидан кейин ҳосил бўлган кристаллар филтрланади. 5,5 г аминокисирка кислота ҳосил бўлади. Филтратга яна 25 мл метил спирт қўшилса икки ва уч асосли кислоталар ҳосил бўлади:



Аминосирка кислота (глицин, гликокол) — ширин таъмли, рангсиз кристалл модда. Эфирда эрмайди, 25° С да 100 г этанолда 0,043 г эрийди. 25° С да 100 г сувда 25,3 г, 75° С да 57,5 г модда эрийди. Молекуляр массаси 75,07; суюқланиш температураси 232—236° С (суюқланганда парчланади).

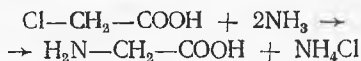
Сифат реакциялари. 1. *Хелат бирикмаларнинг ҳосил бўлиши.* 5 процентли гликокол эритмасига 2 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан бир неча томчи қўшилади, тўқ қорамтир-қизил ранг ҳосил бўлади. Гликокол эритмасига 2 процентли мис сульфат эритмасидан бир неча томчи қўшилганда тўқ зангори ранг ҳосил бўлади.

2. *Нингидрин билан реакция.* Гликоколнинг сувдаги 1 процентли 2 мл эритмасидан пробиркага қуйиб, устига бир неча томчи 1 процентли нингидрин (ацетондаги 95 процентли эритмаси) қўшилади. Эритма аста-секин бинафша кўк рангга бўялади. Эритма 70°С гача сув ҳаммомида қиздирилганда ранг ҳосил бўлиши тезлашади.

¹ 64-бетга (метил спирт билан ишлаш қондаси)га қаралсин.

3. *Нитрит кислота билан реакция.* (117-бет. «Этилендиамин» га қаранг). Аминокислоталар бирламчи аминларга ўхшаб нитрит кислота билан реакцияга киришганда азот ажралиб чиқиб оксикислоталар ҳосил бўлади.

2. Аммиакнинг сувдаги эритмаси ёрдамида олиниши



Реактивлар. 14,3 г монохлорсирка кислота, 500 мл аммиак (сувдаги эритмаси $d=0,90$), метил спирт.

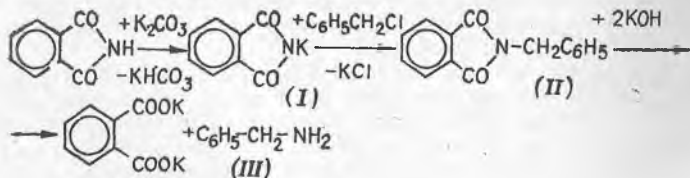
Иш мўрили шкафта ўтказилади!

14,3 г монохлорсирка кислота 750 мл сифимли конуссимон қолбада 500 мл аммиакнинг сувдаги эритмасида эритилади ва 40 соат қолдирилади. Сўнгра эритма Вюрц қолбасига қуйилади ва суюқликнинг асосий массаси ҳайдалади. Ажралиб чиқаётган аммиак йиғгич-қолбага қуйилган 10—15 процентли хлорид кислотага ютиларилади (алонжнинг учи кислота эритмасининг юқори қисмида бўлиши керак). Қолбада қолган эритма чинни косачага қуйилади ва қуригунича сув ҳаммомида буглатилади. Қуруқ масса аминосирка кислота билан аммоний хлорид аралашмасидан иборат. Гликоколни аммоний хлориддан ажратиш учун уларнинг метил¹ спиртдаги эрувчанлиги ҳар хиллигидан фойдаланилади. Гликокол билан аммоний хлориднинг қуруқ аралашмаси Сокслет аппаратида метил спирт билан 6 соат давомида экстракция қилинади. (15-расм). Бунда аммоний хлорид эритмага ўтади, гликокол эса асбобнинг гильзасида қолади. Гликоколни гильзадан олиб, ҳавода қуритилади. Унинг миқдори 4,5 г, суюқланиш температураси 232—236°C (суюқланганда парчаланadi).

Агар олинган маҳсулот кумуш нитрат билан чуқма ҳосил қилса, уни сувда қайта кристаллантириш мумкин.

Сифат реакцияси ва характеристикаси юқорида берилган (1-усул).

46. Бензиламин



¹ 64-бетга (метил спирт билан ишлаш қоидаси)га қаралсин.

Реактивлар. 20 г фталимид, 10 г сувсиз калий карбонат, 18,2 мл бензил хлорид, калий гидроксид, диэтил эфир, натрий хлорид.

Иш мўрили шкафда бажарилади! Бензил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади.

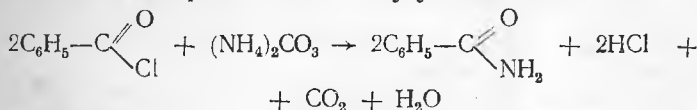
200 мл сифимли туби юмалоқ узун бўйинли колбага майдаланган 20 г фталимид ва 10 г сувсизлангирилган калий карбонат ҳамда 18,2 мл бензил хлорид солинади. Колбага қайтарма совитгич уланади ва 3 соат мой ҳаммомда 180° С температурада (термометр ҳаммомдаги мойга тегиб туриши керак) қиздирилади. Реакция ниҳоясига етгач реакцияга киришмай қолган бензил хлорид сув буғи билан ҳайдалади. Колба совитилади ва ундаги аралашмага эҳтиётлик билан 27 г калий гидроксид қўшилади ва колбанинг $\frac{3}{4}$ сифимигача сув қуйилади. Сўнг колбадаги суюқлик қуруқ масса ҳосил бўлгунча ҳайдалади. Колбани совитиб, унга сув қуйиб, яна қуруқ масса ҳосил бўлгунча ҳайдалади. Дистиллатларни йиғиб, ош тузи билан тўйинтирилади ва аралашмадаги бензиламин ажратиб олинади (4 марта 15 мл дан). Эфир экстрактларни қўшиб 12 соат давомида қуритилади, сўнгра эфир Вюрц колбасида сув ҳаммомида ҳайдалади. Экстрактни ҳайдаш давомида томизгич воронка орқали колбага унинг янги порциясидан қуйиб турилади. Эфир ҳайдаб бўлингандан кейин, томизгич воронка ўрнига термометр, сувли совитгич ўрнига ҳаво совитгичи ўрнатиб, қолдиқ асбест тўр устида қиздириб ҳайдалади, 182—186° С да қайнайдиган фракция йиғилади. Бензиламиннинг миқдори 8,5 г.

Бензиламин (α -аминотолуол) — рангсиз суюқлик, эфир ва этанол билан аралашади, сувда эрийди. Молекуляр массаси 107,16; қайнаш температураси 185°С; зичлиги d^{19}_4 0,9826.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. («Этилендиамин»га қаранг.)

47. Бензамид

1. Аммоний карбонат ишлатиш усули билан олиниши



Реактивлар. 1,1 мл бензоил хлорид, 2,5 г аммоний карбонат.

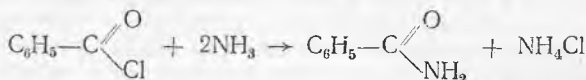
Иш мўрили шкафда ўтказилади! Бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади.

Чинни косачага 2,5 г яхшилаб майдаланган аммоний карбонат солинади ва унга аста-секин шиша таёқча ёрдамида аралаштириб туриб, 1,1 мл бензоил хлорид қўшилади. Ҳосил қилинган аралашма қуруқ масса ҳосил бўлгунча (30 минутдан

кам бўлмаслиги керак) сув ҳаммомида қиздирилади. Сўнгра унга озроқ сув қуйилади ва бензоил хлорид ҳиди тамом бўлгунча қайнаб турган сув ҳаммомида қиздирилади. Аралашма совитилганда ҳосил бўлган бензамид кристаллари филтёрлаб олинади, шиша пробка ёрдамида филтёрда сиқилади ва сувда қайтадан кристаллантириб олинади. Бензамиднинг миқдори 0,8 г.

Бензамид (бензолкарбонамид) — рангсиз кристалл модда, диэтил эфирда ва қайноқ бензолда эрийди, этанолда кам, сувда қийин эрийди. Молекуляр массаси 121,15; суюқланиш температураси 125—126°C; 130°C; қайнаш температураси 290°C; d_4^{20} 1,341.

2. Аммиакнинг 25 процентли эритмаси ёрдамида олинishi

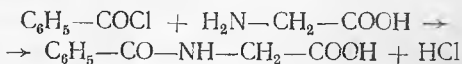


Реактивлар. 1,2 мл бензоил хлорид, 10 мл аммиак (25 процентли).

Иш мўрили шкафта ўтказилади! Қичкина конуссимон колбага 10 мл 25 процентли аммиак эритмасидан қуйилади ва тузли музда совитилади. Сўнгра томчилатиб, аралаштириб туриб 1,2 мл бензоил хлорид қуйилади ва бир неча соатга қолдирилади. Чўкмага тушган бензамид кристаллари филтёрланади, шиша пробка ёрдамида сиқилади ва сувда қайтадан кристаллантирилади. Миқдори 0,8 г га яқин.

Характеристикаси юқорида берилган (1- усул).

48. Гиппур кислота



Реактивлар. 1,87 г гликокол, 3,2 мл бензоил хлорид, натрий гидроксид, хлорид кислота ($d=1,18$), диэтил эфир.

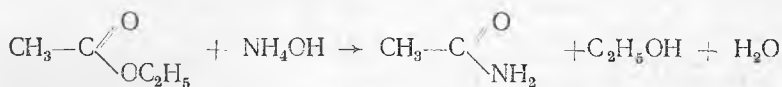
Иш мўрили шкафта бажарилади! Бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир қилади.

50 мл сифимли конуссимон колбада 1,87 г гликоколнинг сувдаги тўйинган эритмаси тайёрланади, сўнгра унга жуда оз миқдор сувда эритилган 2,6 г натрий гидроксид қўшилади. Ҳосил қилинган эритмага кучли чайқатиб турган ҳолда 3,2 мл бензоил хлорид қўшилади. Реакция вақтида муҳит ишқорий бўлиши керак (фенолфталеин билан синалади). Бензоил хлориднинг ҳиди кетгандан кейин реакция аралашмага кислотали муҳит ҳосил бўлгунча концентрланган хлорид кислота қўшилади. Кислотали муҳит қизил конго индикатори ёрдамида аниқланади. Икки соатдан сўнг чўкмага тушган гиппур кислота

кристалларини Бюхнер воронкасида филтёрлаб олиб, ҳавода қуритилади ва бензой кислота аралашмаларини йўқотиш учун эфир билан ювилади. Кристалларни эфир билан ювишдан аввал вакуум-насос йўли беркитилади, кристаллар шиша таёқча ёрдамида яхшилаб аралаштирилади ва сўнгра филтёрлаб олинади. Гиппур кислотани тозалаш учун қайноқ сувда қайтадан кристаллантирилади. Гиппур кислотанинг миқдори 3 г.

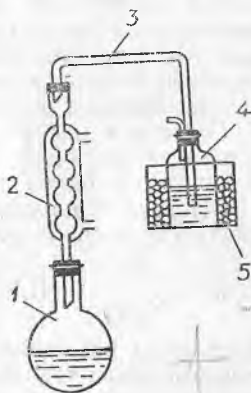
Гиппур кислота (N-бензоилглицин, бензамидсирка кислота) — рангсиз кристалл модда, этанолда ва хлороформда эрийди, эфирда қуйин эрийди, 100 г сувда 0,33 г гиппур кислота эрийди. Молекуляр массаси 179,18; сууюқланиш температураси 187°C; зичлиги d^{20}_4 1,371.

49. Ацетамид (этилацетат ва аммиакнинг сувдаги эритмасидан олиш)



Реактивлар. 19,5 мл этилацетат (сирка кислота этил эфири), 200 мл аммиак (25 процентли).

Иш мўрили шкафда бажарилади! Шлифланган пробкали қалин деворли 450 мл сифмли склянкада 19,5 мл сирка кислотанинг этил эфири ва 35 мл аммиакнинг 25 процентли сувдаги эритмаси аралаштирилади. Склянканинг оғзи пахта билан беркитилади ва тузли музда совитилади. Совитилган реакцион аралашма 300 мл сифмли қайтарма совитгич уланган туби юмалоқ колбада (52-расм) 165 мл 25 процентли аммиак эритмасини қиздириб ҳосил қилинган газ ҳолидаги аммиак билан тўйинтирилади. Сууюқлик гомоген ҳолатга ўтгач, тўйинтириш тўхтатилади, склянканинг оғзи пробка билан беркитилади ва совуқ жойда икки кун қолдирилади. Сўнгра склянкадаги аралашма 100 мл сифмли Вюрц колбасига қуйилади ва олдин 130°C гача сув совитгичи орқали, сўнг калта ҳаво совитгичи орқали ҳайдалади. Буғларнинг температураси 190°C га етганда совитгич тезда олинади, Вюрц колбасининг ён найчасига сув билан совитиб туриладиган конуссимон колба уланади. Ацетамиднинг асосий массаси 210—216°C да ҳайдалади. Йиғич-



52-расм. Концентралиган аммиак олинадиган асбоб:

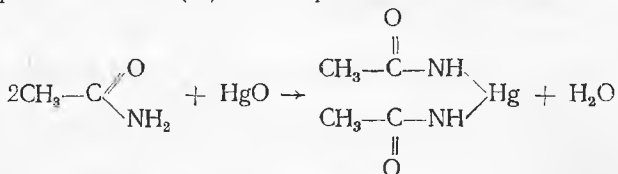
1 — туби юмалоқ колба; 2 — қайтарма совитгич; 3 — шиша най; 4 — реакцион аралашмалли склянка; 5 — музли ҳаммом.

колбада қотиб қолган ацетамид қиздирилиб суюқлантирилади ва олдиндан эксикаторда қуритилган, тарозида тортилган чинни косачага қўйилади ва қуритиш учун сульфат кислота солинган эксикаторга қўйилади. Ацетамиднинг миқдори 9,5 г га яқин.

Янада тоза ацетамид ҳосил қилиш учун ацетамид яна ҳайдалади (қайнаш температураси 221—222° С) ёки эфирда қайтадан кристаллантирилади.

Ацетамид (сирка кислотанинг амиди, амид, этанамид) — рангсиз кристалл модда, хлороформда игнасимон кристаллар ҳосил қилади, глицеринда, қайноқ этанолда осон, эфирда қийин эрийди, 60° С да 100 г сувда 178 г ацетамид эрийди. Молекуляр массаси 59,07; суюқланиш температураси 222° С.

С и ф а т р е а к ц и я л а р. 1. 0,5 г ацетамид сувда эритилади, унга озроқ симоб (II)-оксид қўшилади ва аралашма қиздирилади. Симоб (II)-оксид эрийди:

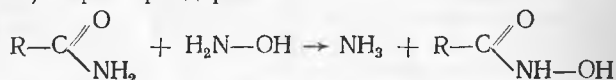


2. *Ацетамиднинг гидролизланиши.* Пробиркада тахминан 0,5 г ацетамид 3—4 мл натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси билан қиздирилади. Реакция натижасида аммиак ажралиб чиқади, уни ҳидидан ёки пробирка оғзига яқинлаштирилган қизил лакмус қоғознинг кўкаришидан билиш мумкин.

Сирка кислотанинг борлигини аниқлаш учун таркибида натрий ацетат бўлган гидролизатга сульфат кислота таъсир эттирилиб, қизил конго билан кислотали муҳит ҳосил қилинади. Суюқлик чайқатилади ва қайпагунча қиздирилади. Пробирка оғзига намланган кўк лакмус қоғоз тутилганда у қизаради.

3. *Гидроксам намуна* (96-бет, «Этилацетат»га қаранг).

Алифатик қатордаги амидлар учун гидроксиламин тузларининг эритмаси билан қиздирилганда NH_2 аминогруппанинг $\text{NH}-\text{OH}$ гурпулага алмашиниши (гидроксам кислоталар ҳосил бўлиши) характерлидир:



Гидроксам кислоталар уч валентли темир ионлари билан интенсив бўялган тузлар ҳосил қилади.

Озроқ ацетамид сувда эритилиб, унга 1 мл гидроксиламин хлориднинг тўйинган эритмасидан қўшилади, эҳтиётлик билан 2—3 минут қайнатилади. Совитилган эритмага темир (III)-хлориднинг 3 процентли эритмасидан бир неча томчи томизилади. Ааралашма тўқ қизил рангга бўялади.

50. Ацетамид (сирка кислота ва аммоний карбонат ёрдамида олиш)



Реактивлар. 28,5 мл муз сирка кислота, 15 г аммоний карбонат.

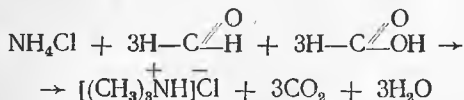
Иш мўрили шкафда ўтказилади!

100 мл сифимли туби юмалоқ колбага 28,5 мл муз сирка кислота солиб, унга аста-секин чайқатиб турган ҳолда 15 г кукун ҳолидаги аммоний карбонат қўшилади (*эҳтиётлик билан!*). Бунда карбонат ангидрид ажралиб чиқиши натижасида аралашма кўпиради. Сўнгра колбага бир нечта қайнатгич солинади, колбанинг оғзи термометр ва ҳаволи калта совитгич туташтирилган дефлегматорли пробка билан беркитилади. Аралашма асбест тўр устида 30—40 минут давомида секин, кучсиз қайнагунича қиздирилади (*суюқлик ҳайдалмаслиги керак!*). Кейин колбани шундай қиздириш керакки, сув билан сирка кислотанинг ҳайдалиш тезлиги 10 минутда 5 мл атрофида суюқлик ҳосил бўладиган даражада бўлсин (йиғич колба ўрнида ўлчов цилиндрдан фойдаланилади). Бугнинг температураси 160°C га кўтарилгандан сўнг ҳаволи совитгични олиб, дефлегматорнинг найчаси совуқ сувли идишда турган қуруқ йиғичга уланади. Температура 210°C га етганда йиғич (олдиндан тортиб қўйилган 25—50 мл сифимли конуссимон колбага) алмаштирилади ва тоза ацетамид ҳайдалади. 210—220°C да қайнайдиған фракция йиғилади. Йиғичда ацетамид қотиб қолади. Унинг миқдори 11 г.

Тоза препарат олиш учун ацетамид диэтил эфирдан ёки 10 мл бензол билан 3 мл этилацетат аралашмасидан қайта кристаллантирилади.

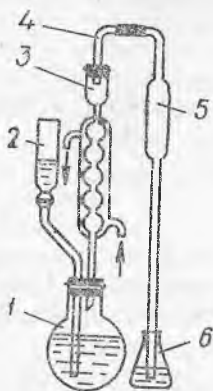
Унинг характеристикаси ва сифат реакцияларини юқоридан кўринг (49- иш).

51. Триметиламмоний хлорид



Реактивлар. 27 мл формалин (40 процентли), 29,5 мл чумоли кислота (80 процентли), 5,35 г аммоний хлорид, натрий гидроксид, хлорид кислота (*d*—1,18).

200 мл сифимли туби юмалоқ колбага 27 мл 40 процентли формалин ва 29,5 мл 80 процентли чумоли кислота солинади, сўнгра 5,35 г қуруқ аммоний хлорид қўшилади. Аммоний хло-



53- расм. Триметиламмоний хлорид олинадиган асбоб:

1 — туби думалоқ колба; 2 — томизгич воронка; 3 — қайтарма совитгич; 4 — шиша най; 5 — пипетка; 6 — хлорид кислотали колба.

ридининг эриши натижасида эритма совийди. Қолба қайтарма (яхшиси шарсимон) совитгичга уланади ва реакция бошлангунига қадар асбест тўр устида эҳтиётлик билан қиздирилади. Карбонат ангидрид пуфакчалари ҳосил бўлиши билан қиздириш секинлаштирилади. Кучли қиздирилганда реакция шиддатли боргани учун реакция аралашма колбадан отилиб чиқиши мумкин. Зарур ҳолларда колбани совитиб, реакция тезлиги камайтирилади. Реакция тезлиги тўғри мослаштирилганда (карбонат ангидриднинг тезлик билан ажралиб чиқиши ҳисобига) реакция тинч боради. Реакция ниҳоясига етиши олди-дан аралашма 4,5 соат давомида секин қайнатилади. Сўнгра суюқлик совитилади. Қайтарма совитгич ўрнига оқими пастга йўналтирилган совитгич қўйилади ва реакцияга киришмай қолган чумоли кислота ҳайдалади (20—30 мл дистиллат

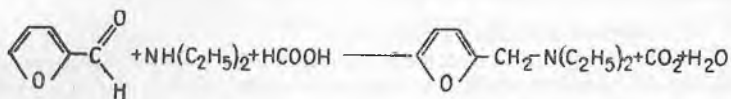
йиғилади). Керак бўлган ҳолларда колбага сув қўшилади (суюқликнинг умумий ҳажми 25—30 мл дан кам бўлмаслиги керак).

Чумоли кислота ҳайдалиб бўлгандан сўнг қолган эритма 200 мл сирғимли, катта оғизли, туби юмалоқ колбага қўйилади. Колбага найчаси колбанинг тубигача борадиган томизгич воронка ва пипетка билан туташтирилган қайтарма совитгич уланади (53- расм). Йиғич-колбага 38 мл 10 процентли хлорид кислота эритмаси, томизгич воронкага эса 6 мл натрий гидроксиднинг 15 процентли эритмасидан қўйилади. Колбадаги суюқлик қайнагунича қиздирилади, сўнгра яна томизгич воронка орқали оз-оздан натрий гидроксид эритмаси томизилади. Сув буғи қайтарма совитгичда тўла суюқликка айланади, газ ҳолидаги триметиламин эса йиғич-колбадаги хлорид кислотага ютилади. Пипетка учига яқинлаштирилган қизил нам лакмус қоғоз кўкармай қолгунча аминни ҳайдаш давом эттирилади. Ҳосил қилинган триметиламин хлориднинг ортиқча миқдор хлорид кислотадаги эритмаси қуруқ ҳолга келгунча сув ҳаммомида буғлатилади. Сўнгра маҳсулот қуритиш шкафида 115°C да 10—15 минут қуритилади. Қуритиш шкафи узоқ вақт туриш натижасида триметиламин хлорид тузи қисман буғланиб кетади. Триметиламин хлорид гигроскопик модда бўлгани учун уни тўла қуритиш қийин. Шунинг учун триметиламин хлорид герметик беркиладиган склянкаларда сақланади. Бу усул билан олинган триметиламмоний хлориднинг тозалиги 99 процентдан юқори. Унинг миқдори 9,5 г (назарий ҳисоблаганда). Триметиламмоний хлорид (триметиламин хлорид, триметиламин хлоридрат) — рангсиз, ҳавода суюқланадиган кристалл модда, сувда яхши эрийди,

хлороформда қийин эрийди, эфирда эримаиди. Молекуляр мас-саси 95,57; суюқланиш температураси 275—278°C (суюқланган-да парчаланеди); 200°C да сублиматланади.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и (119-бетдаги 2- ва 3-пунктларга қаранг «Диэтиланилин»).

52. Фурфурилдиэтиламин

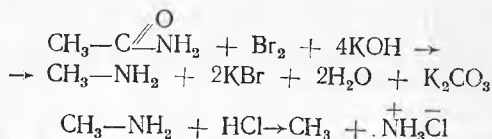


Реактивлар. 52 мл диэтиламин, 8,3 мл фурфурол (янги ҳайдалган), 22 мл чумоли кислота (85 процентли), натрий гидроксид, диэтил эфир.

Механик аралаштиргич, томизгич воронка ва қайтарма совитгич билан жиҳозланган 200 мл сифимли туби юмалоқ колбага (48-расм) 22 мл 85 процентли чумоли кислота солинади. Томизгич воронкадан аста-секин 2,5—3 соат давомида 52 мл диэтиламин қўшилади. Диэтиламин қўшилганда реакция жуда шиддатли боради, шунинг учун реакция аралашмали колба совитилади. Сўнгра қайтарма совитгич оқимини пастга қаратиб уланади, томизгич воронка эса термометр билан алмаштирилиб, 135°C гача ҳайдаладиган суюқлик ҳайдалади. Реакцион аралашма хона температурасигача совитилганидан кейин унга 8,3 мл фурфурол қўйилади. Колбага яна қайтарма совитгич уланади ва мой ҳаммомида 150°C да 5 соат давомида қиздирилади. Сўнгра аралашма хона температурасигача совитилиб, унга 100 мл сув қўшилади ва 1 л сифимли, туби юмалоқ колбага ағдарилади. Сув билан совитиб турилган ҳолда реакция аралашмага оз-оздан 25 г ўювчи натрий қўшилади ва аралашма сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). 250 мл суюқлик ҳайдаб бўлингандан сўнгра ҳайдаш тўхтатилади ва дистиллат тўлиқ қаватларга ажралгунча унга 25—30 г натрий гидроксид солиб эритилади. Устки қават ажратгич воронка ёрдамида ажратиб олинади, пастки (сувли) қават эса эфир билан (15 мл дан) 3 марта экстракция қилинади. Реакциянинг асосий маҳсулоти экстрактлар билан қўшилиб, натрий гидроксид ёрдамида қуритилади, эфир ҳайдалади ва сўнгра асосий маҳсулот, 165—173°C да қайнайидиган фракция йиғиб олинади. Маҳсулотни иккинчи марта ҳайдаб жуда тоза, 169—172°C да қайнайидиган фурфурилдиэтиламин йиғиб олинади. Унинг миқдори 10 г.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и (119-бет, 2- ва 3-пунктлар, «Диэтиланилин»га қаранг).

53. Метиламин



Реактивлар. 15 г ацетамид, 15 мл бром, 65 г калий гидроксид, хлорид кислота (*d*—1,18), абсолют этил спирт¹.

Иш мўрили шкафта ўтказилади!

250 мл сифимли конуссимон колбада 15 г ацетамид билан 13 мл бром² аралаштирилади. Колбани совуқ сув билан совитиб турган ҳолда, унга аста-секин 20 г калий гидроксиднинг 175 мл сувдаги эритмасидан (аралашма қизил қўнғир рангдан оч сариқ рангга киргунча) қўйилади. Ҳосил қилинган бромацетамид эритмаси томизгич воронкадан ярим литрли колбадаги 70—75°С гача қиздирилган 40 г калий гидроксиднинг 75 мл сувдаги эритмасига бир неча минут давомида томизилади. Сўнгра эритма тўла рангсизлангунча (тахминан 15—30 мин давомида) сув ҳаммомида 70—75°С температурада қиздирилади. Температурага қараб туриш керак: агар у 75°С дан ошиб кетса, колба сув билан совитилади.

Ҳосил бўлган метиламин сув буғи билан ҳайдалади (33-расм) ва йиғич-колбадаги музли сувда совитилган 50 мл хлорид кислотада юттирилади. Метиламиннинг ҳаммаси ютилиши учун алонжнинг учи йиғичдаги 25 мл концентранган хлорид кислота билан 25 мл сувни аралаштириб тайёрланган эритма ичига 1 см ботириб қўйилади. Совитгичдан ҳайдалиб келаётган конденсат лакмус қоғоз тутиб кўрилганда ишқорий реакция бермаса, ҳайдаш тўхтатилади. Пробиркадаги аралашма чинни косачага қўйилади ва қургунича сув ҳаммомида буғлатилади. Метиламин хлорид жуда гигроскопик, ҳавода суяқланади, шунинг учун у вакуум эксикаторда ёки қуритгич шкафта 100°С да бир оз вақт қуритилади.

Метиламин хлоридни аммоний хлорид қўшилмасидан тозалаш учун жуда қуруқ модда кукун ҳолига келгунча майдаланади ва кальций хлорид найчаси бор қайтарма совитгич уланган, туби юмалоқ колбага солинади, унга абсолют этил спирт қўйиб, сув ҳаммомида қайнатилади. Қайноқ эритма филтрланади ва таркибда метиламмоний хлорид бор филтрат қуюқ ҳолга келгунча сув ҳаммомида буғлатилади. Совитиш натижасида ҳосил бўлган метиламин хлорид кристаллари Бюхнер воронкасида филтрланиб, озроқ миқдор абсолют спирт билан ювилади ва

¹ 62-бетга қаралсин (абсолют этил спиртни тайёрлаш).

² 7-бетга қаралсин (бром билан ишлаш қоидалари).

вакуум-эксикаторда қуритилади. Метиламин хлориднинг миқдори 8—9 г.

Метиламин хлорид (метиламин хлоргидрати) — япроқчалар кўринишидаги рангсиз, кристалл модда, сувда яхши эрийди, 78°C да 100 мл этанолда 23 г метиламин хлорид эрийди, эфирда эримайди. Молекуляр массаси 67,52; суюқланиш температураси 226°C; қайнаш температураси 15 мм сим. уст. да 230°C.

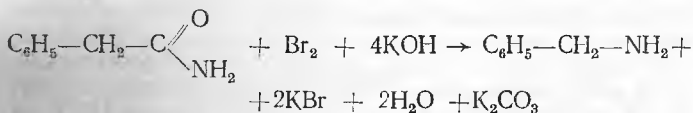
Метиламин (аминометан) — ўткир ҳидли газ ҳолидаги рангсиз модда, ёнувчан, сувда, спиртта, бензолда яхши эрийди, эфир билан аралашади. Молекуляр массаси 31,06; суюқланиш температураси —92,5°C; қайнаш температураси —6,5 дан —7,5°C га; d_{4}^{11} 0,699.

Сифат реакциялари. 1. *Эркин метиламин ажратиб олиш.* Пробиркага тахминан 0,5 г метиламин хлорид солиб, унга 5—6 мл 50 процентли натрий гидроксид эритмасидан қуйилади ва аралашма (*эҳтиётлик билан!*) қиздирилади. Ажралиб чиқаётган метиламинни ҳидидан ва пробирка оғзига тutilган қизил лакмус қоғозининг кўкаришидан билиш мумкин.

2. *Метиламмоний пикратнинг олиниши* (118-бетдаги, 1-пункт «Этилендиамин»га қаранг). Метиламмоний пикрат чўкмасини фильтрлаб, 2 мл музли сувда ювилади, оз миқдордаги сувда қайтадан кристаллантирилиб фильтрланади ва қуритилади. Метиламмоний пикратнинг суюқланиш температураси аниқланади (207°C). Бу реакция аминларни идентификациялашда ҳам қўлланилади.

3. 118-бет, 2—4-пунктлар «Этилендиамин»га қаранг.

54. Бензиламин (фенилсирка кислота амидидан олиш)



Реактивлар. 27 г фенилсирка кислота амиди, 12,5 мл бром, 78 г калий гидроксид, натрий гидроксид, натрий хлорид, диэтил эфир.

Иш мўрили шакафда бажарилади!

Механик аралаштиргич, термометр ва томизгич воронка ўрнатилган 600 мл сифимли уч оғизли туби юмалоқ колбага 78 г калий гидроксиднинг 360 мл сувдаги эритмаси қуйилади. Колба туз билан муз аралашмасида 0°C гача совитилади ва аралаштириб туриб 12,5 мл бром¹ эритмаси қуйилади. Бром қўшаётганда реакция аралашманинг температураси 0°C дан ошмаслиги керак. Сўнгра эритмага 15 минут давомида оз-оздан 27 г ях-

¹ 7-бет (бром билан ишлаш қондалари)га қаранг.

шилаб майдаланган фенилсирка кислота амиди қўшилади. Реакцион аралашма амид батамом эригунча аралаштирилади (тахминан 1 соат), сўнгра совитувчи аралашмали ҳаммом ўрнига сув ҳаммоми қўйиб, колба 60—75°C гача қиздирилади. Бунда аралашманинг ранги оч яшилдан тўқ жигар ранггача ўзгаради ва суюқликнинг устки юзасида бензиламин томчилари пайдо бўлади. Аралашма 15°C гача совитилади ва ажратгич воронка ёрдамида бензиламин қавати ажратиб олинади. Сувли қават натрий хлорид билан тўйинтирилади (тахминан 50 г туз керак бўлади) ва уч марта диэтил эфир (20 мл ли порция) билан экстракция қилинади. Йиғилган экстрактларни олдинги ажратиб олинган бензиламинга қўшиб, 4 г калий гидроксид билан чайқатилиб қуритилади ва калий гидроксид солинган эксикаторда бир кеча қолдирилади. Экстрактдаги эфир сув ҳаммомида, бензиламин эса вакуумда ҳайдаб олинади. Қайнаш температураси 72—78°C (10 мм сим. уст. да), 86—90°C (25 мм сим. уст. да) ёки 93—98°C (40 мм сим. уст. да) бўлган фракция йиғилади. Бензиламин миқдори 14—15 г.

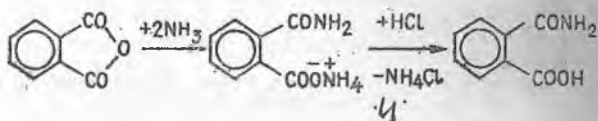
Бензиламин ҳаводаги углерод (IV)- оксидни осон бириктириб олади, шунинг учун уни герметик беркиладиган идишларда сақлаш керак. Ҳосил бўладиган бензиламмоний карбонат кристаллари сувда жуда яхши эрийди.

Бензиламиннинг характеристикаси (123- бетга қаралсин, 46- иш).

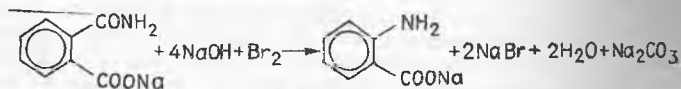
С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 117- бетдаги «Этилендиамин»га қаранг.

55. Антранил кислота

1. Фталамин кислотанинг олиниши



2. Антранил кислотанинг олиниши



Реактивлар. 10 г фтал ангидрид, 40 мл аммиак (10 процентли сувли эритмаси, $d=0,96$), хлорид кислота ($d=1,18$), 2,6 мл бром, натрий гидроксид, натрий сульфат, сирка кислота.

1. Фталамин кислотанинг олиниши

100 мл сифимли конуссимон колбага 10 г кукун ҳолидаги фтал ангидрид ва 40 мл 10 процентли ($d = 0,96$) аммиак эритмаси солинади. Аралашма қаттиқ чайқатилади, 2—3 минутдан сўнг фтал ангидриднинг деярли ҳаммаси эрийди ва фталамин кислотанинг аммонийли тузи ҳосил бўлади (аммонийнинг кучли концентрланган эритмаси қўлланилганда фталамид ҳосил бўлиши мумкин). Қизиган аралашма тезда совитилиб, филтрланади ва 32 мл суюлтирилган (1 : 1) хлорид кислота (16 мл концентрланган хлорид кислота 16 мл сув билан аралаштирилган) эритмасидан қўшиб, эркин ҳолдаги фталамин кислота ажратиб олинади. Колбани жўмракдан оқиб турган сувга тутиб, чайқатиш йўли билан совитилади, ҳосил бўлган фталамин кислотанинг кристалларини Бюхнер воронкасида филтрлаб, оз миқдордаги сув билан филтрда ювилади. Фталамин кислота филтр қоғози орасида ҳавода ёки сульфат кислотали вакуум-эксикаторда қуритилади. Фталамин кислота миқдори 10 г, унинг суюқланиш температураси аниқланади (148—149°C).

Фталамин кислотанинг суюқланиш температурасини тез аниқлаш керак, акс ҳолда, амина- ва карбоксил группалари орасида ички молекуляр конденсацияланиш реакциясининг маҳсулоти ҳосил бўлиши мумкин. Ортоаминокислоталар бундай конденсацияланиш реакциясига мойилдир.

2. Антранил кислотанинг олиниши

150—200 мл сифимли конуссимон колбага натрий гидроксиднинг 10 процентли эритмасидан 70 мл қуйилади ва унга яхшилаб аралаштириб ва совитиб турган ҳолда томчилатиб 2,6 мл бром¹ қўшилади (*мўрили шкафта!*). Натрий гипобромит ҳосил бўлиш реакциясини тугатиш учун эритма 15—20 минут тутиб турилади.

250 мл сифимли конуссимон колбада 8,3 г фталамин кислота 50 мл 10 процентли натрий гидроксид эритмасида эритилади ва устига сув билан совитилган ҳолда, аралаштириб туриб, оздан 10 мл натрий гипобромит эритмаси қўшилади. Ҳосил бўлган аралашма 30 минут қолдирилади. Сўнгра натрий гипобромитнинг ортықча миқдорини боғлаш учун аралашмага озроқ концентрланган натрий сульфат эритмасидан қўшилади. Агар натрий гипобромит боғланмаса, навбатда, реакция аралашмага хлорид кислота эритмаси қўшилганда эркин гипобромит кислота ҳосил бўлади, у калий бромид кислотали муҳитда оксидлантирилганда эркин бром ажратиб чиқаради. Бундай шароитда аминобирикмалар бир вақтда ҳам оксидланиши ҳамда бромланиши мумкин. Бунинг олдини олиш учун реакция аралашмага минерал кислота қўшишдан аввал, унга осон оксидланувчи модда, масалан, натрий сульфат қўшилади.

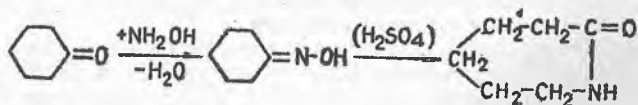
¹ 7-бет (бром билан ишлаш қондалари)га қаранг.

Реакцион аралашмага эҳтиётлик билан, оз-оздан 18 мл су-
юлтирилган (1 : 1, $d=1,112$) хлорид кислота қўшилади (*мўрили
шкафда!*). Бунда карбонат ангидрид ва сульфит ангидрид аж-
ралиб чиқиши натижасида суюқлик қаттиқ кўпиради. Эритма
чинни косачага қўйилади ва сув ҳаммомида буғлатилиб, 50 мл
ҳажмга келтирилади. Сўнгра филтрланади ва антранил кисло-
та 20 мл сирка кислотанинг 30 процентли эритмаси билан чўк-
тирилади (антранил кислота хлорид кислота билан туз ҳосил
қилади). Эритма музли ҳаммомда совитилади, чўкмага тушган
антранил кислота филтрланади ва сувда қайтадан кристаллан-
тирилади. Антранил кислотанинг миқдори 5 г.

Суюқланиш температураси аниқланади (145°C).

Антранил кислота (*орто*-аминобензой кислота)— рангсиз
кристалл модда, совуқ сувда кам эрийди (145°C да 100 мл сув-
да 0,35 г эрийди), иссиқ сувда, этил спиртда, эфирда, сирка
кислотада, бензолда, углерод сульфидда яхши эрийди. Антранил
кислота эритмалари кўк флуоресценцияланишга ва ширин таъм-
га эга. Молекуляр массаси 137,15; суюқланиш температураси
145°C; қайнаш температурасида сублимацияланади.

56 §- Капролактam



Реактивлар. 7 г гидроксилaмин хлорид, 7,5 мл циклогексанон, натрий
ацетат кристаллари, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, углерод
тетрахлорид, петролей эфир (қайнаш температураси 50—75°C).

1. Циклогексанон оксимининг олиниши

100 мл сифимли конуссимон колбага 7 г гидроксилaмин хло-
рид ва 10 г натрий ацетат кристалларининг 30 мл сувдаги эрит-
маси солинади. Ҳосил бўлган эритмани чайқатиб туриб, 5 минут
давомида 7,5 мл циклогексанон (1,5 мл ли порциялар) қўшила-
ди. Колбадаги аралашма чайқатилганда иссиқлик ажралиб чи-
қади. Агар колба жуда қизиб кетса, у сув ҳаммомига ботириб
бир оз совитилади. Ўз-ўзидан қизиш тугагандан сўнг, колба пў-
как пробка билан зич қилиб беркитилиб, 3 минут чайқатилади.
Аралашма совуқ сувда совитилгандан сўнг чўкмага тушган цик-
логексанон оксими Бюнхер воронкасида филтрланади. Сўнгра
у озроқ миқдор совуқ сув билан филтрда юзилади, шиша проб-
ка билан яхшилаб сиқилади ва филтр қоғоз орасига олиб, ҳа-
вода қуритилади. Циклогексанон оксимининг миқдори 5 г. Су-
юқланиш температураси 87—89°C.

2. Циклогексанон оксимидан ϵ -капролактам олиш

5 г циклогексанон оксими 250 мл сифимли конуссимон колбага солинади ва унга музли сувда совитилган 8 мл концентранган сульфат кислотанинг 2,5 мл сувдаги эритмаси (кислота сувга қўйилади) қўшилади. Қолбани чайқатиш билан реакция аралашма яхшилаб аралаштирилади, сўнгра колба эҳтиётлик билан асбест тўр устида кучсиз алангада пуфакчалар ҳосил бўлгунча қиздирилади (тахминан 120°C гача), сўнгра горелка ўчирилади. Реакция кейинчалик ўз-ўзидан бориб, аралашманинг температураси 140—150°C гача кўтарилади. Қолбадаги аралашма бир оз совиганидан сўнг, унга 40 мл сув қўйилади ва реакция аралашма муз ҳаммомда 0°C гача совитилади, шундан кейин унга ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча 16 г натрий гидроксиднинг 35 мл совуқ сувдаги эритмаси томизилади (муҳит лакмус қоғоз ёрдамида текширилади). Ишқор эритмасини қуйишда реакция аралашманинг температураси 0°C га яқин бўлиши керак. Ишқорий муҳитда маълум миқдорда ёғсимон суюқ ҳолдаги ϵ -капролактама ҳосил бўлади. Агар натрий сульфат кристаллари чўкмага тушса ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) улар озроқ миқдор сув қўшиб эритилади. ϵ -капролактама углерод тетрахлорид билан ажратиб олинади. Бунинг учун реакция аралашма ажраткич воронкага қўйилади ва ҳар сафар 15 мл дан углерод тетрахлорид қўйиб, 5 марта экстракция қилинади. Экстрактлар йиғилиб, углерод тетрахлорид сув ҳаммомида ҳайдаб олинади (43-расм). Ҳайдаш колбасидаги қолдиқ ϵ -капролактама аралашмаси совитилганда кристалланади. Уни тозалаш учун қолдиқ қайтарма совиткичли колбада 5—7 мл углерод (IV)-хлоридда эритилади ва сув ҳаммомида қиздирилади. Қайноқ эритма қоғоз филтр орқали филтрланади. Қолбадаги қолдиқ 3 мл қайноқ эритувчи билан чайқатилиб, у ҳам ўша филтрдан ўтказилади. Сўнгра ҳосил бўлган эритма қайнагунча сув ҳаммомида қиздирилади ва эритмага лойқалангунча эҳтиётлик билан петролей эфир қўйилади (*петролей эфир билан ишлашда газ горелкалари ёки электр плиткалар ўчирилган бўлиши керак!*). Агар эритмага унинг аввалги ҳажмига нисбатан 4 марта ортиқ петролей эфир қўшилганда ҳам лойқа ҳосил бўлмаса, у ҳолда эритма сув ҳаммомида ҳажми камайгунча буғлатилади ва яна аралаштириб турган ҳолда йўқолмайдиган бир оз лойқа ҳосил бўлгунча петролей эфир қўйилади. Эритма ҳавода хона температурасигача совитилади, сўнгра музли ҳаммомга жойлаштирилади. Чўкмага тушган ϵ -капролактама кристаллари филтрланади ва филтрда оз миқдордаги петролей эфир билан ювилади, ҳавода қуритилади. ϵ -капролактама миқдори 3 г.

Суюқланиш температураси аниқланади (66—68°C).

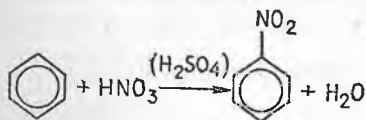
ϵ -капролактама — суюқланиш температураси 66—88°C бўлган рангсиз кристалл модда.

Синтез	Модданинг номи	Модданинг миқдори	Синтез давом этадиган вақт (соат)	Эксперимент усуллари
<i>Нитролаш</i>				
57	Нитробензол	11	6	Ҳайдаш, концентрланган кислоталар билан ишлаш
58	<i>m</i> -Динитробензол	12,5	8	Концентрланган кислоталар билан ишлаш, спиртдан қайтадан кристаллантириш
59	<i>o</i> - ва <i>n</i> - Нитрофенол	9,4	12	Сув буғи билан ҳайдаш, спиртдан ва суюлтирилган хлорид кислотадан қайта кристаллантириш
60	<i>n</i> - Нитроацетанид ва <i>n</i> - нитроанилин	16 10— —12,5	7	Концентрланган кислоталар билан ишлаш, спиртдан қайта кристаллантириш
61	Пикрин кислота	13	8	Буғ билан ҳайдаш, сувдан
62	<i>m</i> - Нитробензой кислота	4,5	8	қайта кристаллантириш
<i>Сульфолаш</i>				
63	<i>n</i> - Толуолсульфокислота	8	10	Мой ҳаммом, сувда қайтадан кристаллантириш
64	Сульфанил кислота	10	6	Мой ҳаммом Аралаштиргич, углерод тетрахлорид билан экстракция қилиш, вакуумда ҳайдаш
65	Нафтион кислота	10	6	
66	Бензосульфохлорид	16	8	
67	<i>o</i> - ва <i>n</i> - Толуол	8	12	Аралаштиргич, вакуумда ҳайдаш, эфирдан қайта кристаллантириш
	сульфохлоридлар	9		
<i>Галогенлаш (ядрога)</i>				
68	Бромбензол	14	6	Бром билан ишлаш, сув буғи билан ҳайдаш, ҳайдаш
69	<i>n</i> -Бромтолуол	13	6	Диоксандибромид иштирокида бромлаш, эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
70	<i>n</i> -Броманизол	10,5	8	Диоксандибромид ёрдамида бромлаш, эфир билан экстракция қилиш, вакуумда ҳайдаш
71	<i>n</i> -Бромацетанид	3,2	6	Бром билан ишлаш, спиртдан қайта кристаллантириш
72	<i>n</i> -Броманилин	10	6	Муз сирка кислотада бромлаш, буғ билан ҳайдаш
73	<i>n</i> -Бром- <i>N-N</i> -диметиланилин	15	6	Диоксанда бромлаш, аралаштиргич, вакуумда ҳайдаш, спиртда қайта кристаллантириш

Синтез	Модданинг номи	Мод- давинг миқ- дори	Синтез дэвом этади- ган вақт (соат)	Эксперимент усуллари
<i>Фридель—Крафтс усули билан алкиллаш</i>				
74	Изопропилбензол	8	8	Ҳайдаш
75	Дифенилметан	5	8	Аралаштиргич, вакуумда ҳайдаш
76	Трифенилхлорметан	8	12	Аралаштиргич, бензол би- лан Экстракция қилиш, бензол билан бензида қайта крис- талантириш
<i>Фридель—Крафтс усули билан ациллаш</i>				
77	Ацетофенон	8	8	Аралаштиргич, эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
78	Бензофенон	6,5	8	Буғ билан ҳайдаш, эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
79	n-Ацетиланизол	12	6	Аралаштиргич, вакуумда ҳайдаш

НИТРОЛАШ

57. Нитробензол



Реактивлар. 9 мл бензол, 10 мл нитрат кислота ($d=1,41$), 12,5 мл сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, кальций хлорид.

Иш мўрили шифада бажарилади!

Концентрланган кислоталар билан ишлаш қоидаси 6-бетдан қаралсин.

Ҳаво совитгич (40—50 см узунликдаги) уланган 100 мл сифимли туби юмалоқ колбага 12,5 мл концентрланган сульфат кислота солинади ва аста-секин колбани чайқатиб туриб унга 10 мл концентрланган нитрат кислота қўшилади. Хона температурасигача совитилган аралашмага чайқатиб турган ҳолда озодан 9 мл бензол қўйилади (бунда колбадаги суюқлик эмульсияга айланади). Нитролаш давомида реакция аралашманинг температураси 50°C дан қўтарилмаслиги ва 25°C дан пасаймаслиги керак. Бунинг учун реакция аралашмага бензол қўшиш

тезлигини бошқариб ва колба сув ҳаммомида совитиб турилади. Кўрсатилган миқдордаги бензол қуйиб бўлингандан сўнг сув ҳаммомининг температураси 60°C га кўтарилиб (термометр ҳаммомга туширилади) аралашма 45 минут давомида қиздирилади. Сўнгра реакцион аралашма совуқ сувда совитилиб, ажратгич воронкага қуйилади ва кислотали пастки нитробензол қаватидан ажратиб олинади. Нитробензол сув, натрий гидроксиднинг суюлтирилган эритмаси ва яна сув билан ювилади. Ювилган нитробензол 50 мл сифимли конуссимон колбага қуйилади, қиздирилган кальций хлорид солиб, кичикроқ ҳаво совитгич ўрнатилган пробка билан беркитилади ва суюқлик тиниқ ҳолга келгунча сув ҳаммомида қиздирилади. Агар колба тубида кальций хлорид эритмасининг сувли қавати ҳосил бўлса, нитробензол эҳтиётлик билан бошқа қуруқ колбага қуйилиб, қайтадан унга қиздирилган кальций хлорид қўшилади ва юқорида кўрсатилган усул бўйича қуриштирилади. Қуритилган нитробензол Вюрц колбасига қуйилиб, ҳаво совитгич орқали ҳайдалади ва 207—211°C да ҳайдаладиган фракция йиғилади. Нитробензол миқдори 11 г. Нитробензолни қуригунча ҳайдаш хавфли, чунки у динитробензол билан аралашган бўлса портлаши мумкин.

Нитробензол — аччиқ бодом ҳидли, оч сариқ рангли мойсимон суюқлик, спиртта, бензолда, эфирда эрийди, сувда деярли эримайди. Молекуляр массаси 123,11; қайнаш температураси 210,9°C; d_4^{18} 1,205; n_D^{20} 1,5525.

Нитробензол марказий нерв системасини заҳарлайди, модда алмашинувини бузади, бунинг натижасида жигар касалланади. Нитробензол буғи билан узоқ вақт нафас олинса бош оғрийди, терига тегса куйдиради. Терининг нитробензол теккан жойини спирт билан артиб, сўнгра совун билан ювиш керак.

58. м- Динитробензол



Реактивлар. 8,3 мл нитробензол, 25 мл сульфат кислота ($d=1,84$), 12,5 г натрий нитрат, натрий карбонат, этил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

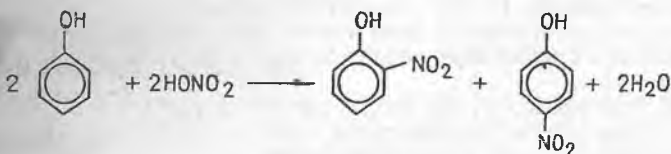
м- Динитробензол жуда заҳарли. Нитробензол буғлари билан нафас олмаслик чораларини қўриш лозим. Агар бу модда қўлга тўкилса, дарҳол қўлни ювиб, спирт билан артиш керак.

100 мл сифимли, туби юмалоқ колбада 83 мл нитробензол билан 25 мл концентрланган сульфат кислота аралаштирилади, сўнгра суюқликка термометр тушириб, 80—90°C гача қиздирилади. Кейин температура 130°C дан юқори кўтарилмаслигини

кузатиб турган ҳолда 12,5 г майдаланган натрий нитрат оз-оздан қўшилади. Натрий нитрат эрийди, сульфат кислота лойқаланади ва бир оз азот оксид ажралиб чиқиши кузатилади. Ҳосил бўлган *m*-динитробензол мойсимон қават ҳолида ажралиб чиқади. Реакцион аралашманинг ҳаммаси батамом эритмага ўтгунча яна 30 минут қиздирилади. Шундан кейин колбадаги аралашма 70°C гача совитилади ва кучли аралаштириб турган ҳолда стакандаги 200 г майдаланган туз устига қуйилади. *m*-динитробензол сариқ аморф масса ҳолида чўкади. Совитилган кислотали эритма декантация усули билан чўкмадан ажратилади, сўнгги маҳсулотга 50 мл сув қўшилади ва қайнагунча қиздирилади. Бунда *m*-динитробензол суюқланади. Сўнгга эритманинг сув қисми декантация усули билан бошқа идишга қуйилади. Сувга ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча натрий карбонат қўшиб, стакандаги қолдиқ яна юқоридаги усул билан ишланади. Эритмани совитиб, сув фильтр орқали ўтказилади, стакан тубида қолган *m*-динитробензол (қаттиқ кулча шаклида) яна икки марта тоза (ҳар гал 50 мл дан) сувда эритилади ва совиган эритма ўша фильтр орқали филтрланади. Филтрда тутилиб қолган оз миқдордаги кристаллар совуқ сув билан ювилади, фильтр қоғози орасига олиб сиқилади ва стакандан олинган *m*-динитробензолнинг асосий массасига қўшиб, ҳавода қурилади. Нам маҳсулотнинг миқдори 12—12,5 г. Тоза динитробензол олиш учун у этил спиртда қайтадан кристаллантирилади.

m-динитробензол — кристалл модда, сувда деярли эримайди, спиртта, бензолда, толуолда яхши эрийди. Молекуляр массаси 168,10; суюқланиш температураси 89,8°C; қайнаш температураси 297°C.

59. *o*- ва *p*- Нитрофенол



Реактивлар. 28,2 г фенол, 185 мл нитрат кислота (*d*—1,11), натрий гидроксид, хлорид кислота, активланган кўмир, этил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Фенол билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак. Фенол билан ишлаш қоидаларини 8-бет, 12-пунктдан қаранг.

100 мл сифимли конуссимон колбада 28,2 г фенол, 5 мл сув солиб фенол суюқлангунча колба секин қиздирилади. Суюқланган фенолни чайқатиб туриб, сув билан совитилаётган 500 мл сифимли туби юмалоқ колбадаги 185 мл суюлтирилган нитрат кислотага (*d* — 1,11) оз-оздан қуйилади. Фенол қўшилаётганда

реакцион аралашманинг температураси 20°C дан ошиб кетмаслигига қараб туриш керак. Фенолнинг ҳаммаси колбага солиндан кейин, қорамтир реакцион аралашма музли сувда 2—3 соат қолдирилади, ва вақт-вақти билан чайқатиб турилади. Сўнг аралашманинг кислотали қисми аста-секин тўкилади, мойсимон қисми эса бир неча марта сув билан ювилади (декантация усули) ва сув буғи билан ҳайдалади (33- расм).

o- Нитрофенол сариқ тусли, тез кристалланувчан мой ҳолида йиғичда йиғилади. Агар o- нитрофенол совитгичда кристаллана бошласа, унга бериладиган сув оқими вақтинча тўхтатилади. o- нитрофенол суюқланиб, йиғич-колбага ўтади. Ҳайдаш ниҳоясига етгач, o- нитрофенол Бюхнер воронкаси ёрдамида сўриб олинади ва ҳавода қуритилади (o- нитрофенол учувчан бўлгани учун уни қуритиш шкафида қуритиб бўлмайди), o- Нитрофенол миқдори 9 г. Агар ҳосил қилинган o- нитрофенол етарли даражада тоза бўлмаса, у суюлтирилган спиртдан қайта кристаллантирилади.

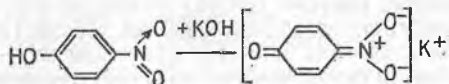
o- Нитрофенол ҳайдалиб бўлгандан кейин қолган *n*- нитрофенол сувдан ажратилади, стакандаги 170 мл натрий гидроксиднинг 10 процентли эритмасига қўйилади, унга озроқ миқдор активланган кўмир қўшиб қайнатилади ва филтрланади. Филтрат эритма томчиси совитилганда қотиб қолмагунча сув ҳаммомида буғлатилади. Сўнгра унга 30 процентли натрий гидроксид эритмасидан 15 мл қўшилади ва музли сувда совитилади. Ажралиб чиққан *n*- нитрофенолнинг натрийли тузи филтрланади, воронкада бир неча марта 10 процентли натрий гидроксид эритмасининг оз миқдордаги порциялари билан ювилади ва шиша пробка билан сиқилади. Ҳосил бўлган тузли стаканга солиб 10 процентли хлорид кислота эритмаси билан қиздирилиб парчаланadi. Ажралиб чиққан мойсимон *n*- нитрофенол совитилганда қотади. Сувли қават тўкилади ва *n*- нитрофенол суюлтирилган хлорид кислотанинг (1—2 процентли) қайноқ эритмасидан кристаллантирилади. Эритма совиганда *n*- нитрофенол узун рангсиз игнасимон кристаллар ҳолида ажралади. *n*- Нитрофенол миқдори 4—5 г.

o- Нитрофенол ўткир ҳидли сариқ кристалл модда, совуқ сувда кам эрийди, қайноқ сувда, спиртда, эфирда яхши эрийди. Молекуляр массаси 139,11; суюқланиш температураси 45°C; қайнаш температураси 217°C; d^{20}_4 1,2712. o- Нитрофенол тузлари тилла ранг бўлади.

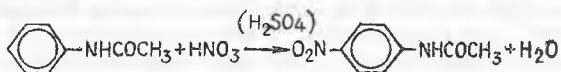
n- Нитрофенол — ҳидсиз, рангсиз кристалл модда, қайноқ сувда, спиртда ва эфирда яхши эрийди. Суюқланиш температураси 114°C; қайнаш температураси 279°C (қайнаганда парчаланadi; d^{20}_4 1,480. *n*- Нитрофенол тузлари сариқ рангли бўлади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Рангли нитрофеноллар ҳосил қилиши. Пробиркаларга o- ва *n*- нитрофеноллар кристалларидан бир неча солиб, спиртда эритилади ва 1—2 томчи суюлтирил-

гап калий гидроксид эритмасидан тўқ сариқ ёки сариқ ранг пайдо бўлгунча қўшилади. *o*- Нитрофенол учун рангни сариқдан тўқ сариқ ва *n*- нитрофенол учун рангсиздан сариқ рангга ўзгариши ҳосил бўлган тузларнинг ионланиши натижасида содир бўлади:



60. *n*- Нитроацетанилид ва *n*-нитроанилин



Реактивлар. 13,5 ацетанилид, сульфат кислота ($d=1,84$), нитрат кислота ($d=1,41$), натрий гидроксид, хлорид кислота, натрий карбонат.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

***n*- Нитроацетанилид синтези.** Стакандаги 30 мл концентранган сульфат кислотага майдаланган қуруқ ацетанилид солиб, тиниқ эритма ҳосил бўлгунча аралаштирилади; бунда ацетанилид гидролизланмаслиги учун температура 25°C дан ошмаслиги керак. Ҳосил бўлган эритма туз қўшилган музда совитилади ва аралаштириб туриб унга 8 мл нитрат кислота билан 5 мл концентранган сульфат кислотанинг нитроловчи аралашмасидан оз-оздан қуйилади. Нитролаш вақтида температура 2—3°C дан ошмаслиги керак, акс ҳолда маълум миқдорда *o*- нитроацетанилид ҳосил бўлиши мумкин.

Нитроловчи аралашманинг ҳаммасини қуйиб бўлгандан кейин яна 30 минут аралаштирилади. Сўнгра реакцион аралашма совуқ жойда бир кеча қолдирилади. Иккинчи кун аралашма 35 мл сув билан 35 г майдаланган муз аралашмасига қуйилганда шу соатдаёқ *n*- нитроацетанилид чўқади. 30 минутдан кейин чўкmani филтрлаб совуқ сув билан ювилади, ичида 50 мл сув бор стаканга солиб, ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча (лакмус бўйича) натрий карбонат солинади ва қайнагунча қиздирилади.

Бунда *o*- нитроацетанилид гидролизланади, *n*- нитроацетанилид ўзгармайди. Эритма 50°C гача совитилади, чўкмага тушган *n*- нитроацетанилид филтрланади, совуқ сув билан филтрда ювилади ва ҳавода қуригилади. Нам ҳолдаги *n*- нитроацетанилид миқдори 16 кг.

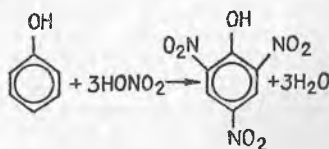
Маҳсулотни тозалаш учун спиртда қайта кристаллантирилади (29-бетга қаранг).

n-Нитроацетанилид — рангсиз кристалл модда, қайноқ сувда, спиртда, эфирда эрийди. Молекуляр массаси 180,16; суюқланиш температураси 207°C.

n-Нитроанилин синтези. 100 мл сизимли туби юмалоқ колбага 16 г *n*-нитроацетанилид солиб, 20 мл сув ва 12 мл 35 процентли натрий гидроксид эритмаси қўшилади ва *n*-нитроацетанилиднинг ҳаммаси гидролизланиб бўлгунча аралашма қайнатилади. Колбага қайтарма совитгич уланади. Эритманинг томчиси суюлтирилган хлорид кислота эритмасига томизилганда қолдиқсиз эриб кетгунча қиздириш давом эттирилади. Одатда гидролизланиш реакцияси 2—3 соатда тугайди. Реакцион аралашманинг муҳити ҳар доим ишқорли бўлиши керак. Реакцион аралашма 40°C гача совитилади, *n*-нитроанилин чўкмаси Бюхнер вороқасида филтрланади, совуқ сув билан ювилади ва ҳавода қуритилади. Миқдори 10—12 г; суюқланиш температураси 148°C.

n-Нитроанилин — сариқ кристалл модда, сувда ёмон, спиртда, эфирда, бензолда яхши эрийди. Молекуляр массаси 138,13; суюқланиш температураси 148°C; d^{14}_4 1,437. Осон сублиматланади.

61. Пикрин кислота



Реактивлар. 5,9 г фенол, 20 мл сульфат кислота ($d=1,84$), 12,5 мл нитрат кислота ($d=1,5$), этил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

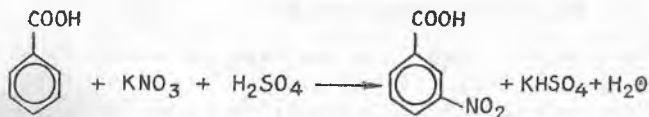
200 мл сизимли конуссимон колбада 5,9 г фенол билан 11 мл концентрланган сульфат кислота аралаштирилиб, қайнаб турган сув ҳаммомида 1 соат давомида қиздирилади. Бунда 2,4-фенолдисульфокислота ҳосил бўлади. Бу эритма туз қўшилган музда 0°C гача совитилади, унга чайқатиб туриб 12,5 мл концентрланган нитрат кислота ва 9 мл концентрланган сульфат кислотадан иборат аралашмадан оз-оздан қўшилади. Реакцион аралашма хона температурасида бир кеча қолдирилади, сўнгра сув ҳаммомида 30°C да 1 соат қиздирилади. Реакцияни охирига етказиш учун аралашма 2 соат қайнаб турган сув ҳаммомида қиздирилади. Сўнгра унга эҳтиётлик билан 65 мл сув қўшиб, музли сув ҳаммомида совитилади. Ҳосил бўлган кристаллар филтрла-

нади, совуқ сув билан филтёрда яхшилаб ювилади ва суюлтирилган спиртда (1 ҳажм спирт ва 2 ҳажм сув) қайта кристаллантирилади. Пикрин кислота миқдори 13 г.

Пикрин кислота (2, 4, 6-тринитрофенол) — оч сариқ рангли кристалл модда, совуқ сувда ёмон, қайноқ сувда, спиртда, эфирда яхши эрийди. Молекуляр массаси 229,11; суюқланиш температураси 121,8°C; 300°C дан юқори температурада портлайди. Айниқса, металл пикратлари осон портлаши мумкин d^{20}_4 1,763.

Сифат реакцияси. Пикрин кислотанинг кўп ядроли ароматик углеводородлар билан рангли молекуляр бирикмалар ҳосил қилиши. 0,3 г нафталин 10 мл қайноқ спиртда эритилади ва унга 0,6 г пикрин кислотанинг 10 мл спиртдаги эритмаси қўшилади. Бунда 150°C да суюқланидиган нафталин пикрати сариқ игнасимон кристалллар ҳолида чўкмага тушади.

62. *m*- Нитробензой кислота



Реактивлар. 6 г бензой кислота, 15,6 мл сульфат кислота ($d=1,84$), 12 г калий нитрат, хлорид кислота, барий гидроксид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

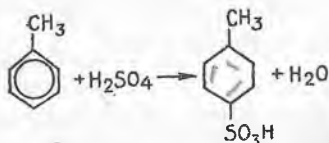
200 мл сифимли стаканга 15,6 мл концентранган сульфат кислота қўйиб, у сув ҳаммомида 70°C гача қиздирилади (термометр стаканга туширилган бўлиши керак). Сўнгра ҳаммом четга суриб қўйилади ва стаканни чайқатиб туриб, унга 6 г бензой кислота ва 12 г калий нитрат аралашмасидан оз-оздан солинади, бунда температура 80°C дан юқорига кўтарилмасин. Сўнгра чайқатиб туриб, реакцион аралашма 90°C гача қиздирилади ва аралашманинг юзасида *m*-нитробензой кислотанинг мойсимон қавати ҳосил бўлгунча шу температура сақлаб турилади. Аралашма совиганда бу қават қотади. Мойсимон қават остидаги калий гидросульфат билан сульфат кислота аралашмасидан иборат қават ҳам қотади. Юқоридаги қаттиқ қават шпатель ёрдамида пастки қаватдан ажратиб олинади. Бундай йўл билан олинган нам ҳолдаги *m*-нитробензой кислота бир неча марта совуқ сув билан ювилади (декантация усули), буғ билан ҳайдаш колбасига солинади ва реакцияга киришмай қолган бензой кислота буғ билан ҳайдалади (33-расм). Тоза сув ҳайдала бошлагач ҳайдаш тўхтатилади ва ҳайдаш колбасида қолган қайноқ қолдиққа (лакмус қоғоз бўйича) кучсиз ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча 21 г барий гидроксиднинг қайноқ эритмаси

қуйилади¹. Кейин 300 мл сув қўшиб, чўкма батамом эригунча аралашма иситилади ва қайноқ фильтрлаш воронкасида фильтрланади. Эритма совиганида игнасимон кристаллар ҳолида *m*-нитробензой кислотанинг барийли тузи ҳосил бўлади, улар Бюхнер воронкасида фильтрланади. Эркин ҳолдаги *m*-нитробензой кислота ҳосил қилиш учун унинг барийли тузи хлорид кислотанинг 10 процентли эритмасида қиздирилади (реакция муҳити кислотали бўлиши керак) ва совитилади. Чўкмага тушган *m*-нитробензой кислота фильтрланади, совуқ сув билан ювилади ва қайноқ сувда қайтадан кристаллантирилади. Кислота миқдори 4,5 г.

m-нитробензой кислота — рангсиз кристалл модда, совуқ сувда кам эрийди, қайноқ сувда эрийди (суyoқланади), спиртда, эфирда эрийди. Молекуляр массаси 166,13; суyoқланиш температураси 141°C.

СУЛЬФОЛАШ

63. *p*-Толуолсульфо кислота



Реактивлар. 45 мл толуол, 8 мл сульфат кислота (*d*—1,84), хлорид кислота (*d*—1,19), натрий гидроксид бўлакчалари, кумуш нитрат (1 процентли эритма).

200 мл сифимли туби юмалоқ колба «ловушка» (47- расм) орқали қайтарма совитгичга улашиб, унга 45 мл толуол ва 8 мл концентрланган сульфат кислота қуйилади. Ловушканинг пастки қисмига толуол тўлдирилган. Колбага қайнатгич солинади ва реакцион аралашма мой ҳаммомида 5—6 соат давомида 160°C да қиздирилади. Реакция натижасида ажралиб чиқаётган сув толуол билан бирга буғлантирилади. Уларнинг буғи қайтарма совитгичда конденсатланиб ловушкага қайтиб тушади. 5 соат қайнатилгандан кейин ловушкада 3,5 мл сув йиғилади, шундан сўнг реакция ниҳоясига етди деб ҳисоблаш мумкин. Қайнатиб бўлингандан кейин реакцион аралашма совитилади ва унга 2,5 мл сув қўшилади. Бунда реакция маҳсулоти кристаллга туша бошлайди. Колбадаги толуол қуйиб олиниб, кристалланган модда ғовак шиша фильтрли (Шотта) воронкада фильтрланади ва шиша пробка ёрдамида яхшилаб сиқилади. Бунда қўшимча маҳсулот бўлган *o*-толуол сульфокислота филтратга ўтади.

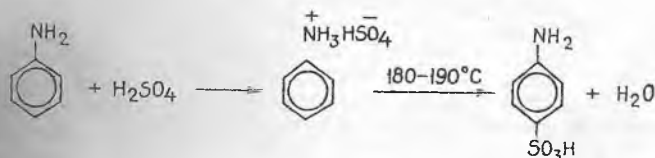
¹ Агар барий гидроксиднинг қайноқ эритмаси лойқа бўлса, уни реакцион аралашмага қўшишдан аввал фильтрлаш керак.

Гидрид ҳолидаги *p*-толуолсульфокислота оз миқдордаги (15—20 мл) сувда эритилади ва унга уч ҳажм ортиқча концентрланган хлорид кислота қўшилади. Эритма музли сувда совитилади, ҳосил бўлган кристаллар Шотта воронкасида филтрланади ва оз миқдордаги совуқ концентрланган хлорид кислота билан ювилади. Бундай тозалаш икки марта такрорланади. Шундан сўнг *p*-толуолсульфокислотанинг моногидрати таркибидаги хлорид кислота йўқолгунча (кумуш нитрат билан синалади) эксикаторда натрий гидроксид бўлакчалари устида қуритилади. *p*-толуолсульфокислота миқдори 8 г.

p-Толуолсульфокислота бир молекула сув билан кристалл-гидрид ҳосил қилади (*p*- $\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$). Кристаллар рангсиз призма шаклида бўлиб, уларнинг суюқланиш температураси 104—105°C; 150°C да гидролизга учрайди. Сувда ва спиртда осон эрийди.

Сифат реакцияси. *p*-Толуолсульфокислотани идентификациялаш учун уни *p*-толуидин билан бириктириб, тузи олинади. Пробиркага 1 г *p*-толуолсульфокислота ва оз миқдорда қайноқ сув солиб эритилади. Эритмага 0,5 г *p*-толуидин қўшиб, аралашма кристаллар эригунча қиздирилади, керак бўлса, яна озроқ сув қўшилади. Сўнгра пробирка музли сувда совитилади, бунда моддани кристаллантириш учун пробирка деворига суюқланмайдиган шиша таёқча ишқалантирилади. *p*-толуидин тузининг ажралиб чиққан кристаллари кичикроқ воронкада филтрланади ва қайноқ сувда қайтадан кристаллантирилади. Суюқланиш температураси 196—197°C.

64. Сульфанил кислота



Реактивлар. 9,1 мл анилин, 16,5 мл сульфат кислота (*d*—1,84), активлантирилган кўмир.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

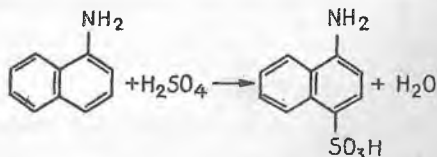
100 мл сифимли, қайтарма совитгич уланган колбага 9,1 мл анилин солиб, унга аралаштириб турган ҳолда аста-секин 16,5 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади. Аралашма мой ҳаммонида 180—190°C да (термометр мойга туширилган ҳолда) қиздирилади. Тахминан 3—4 соатдан сўнг намуна олинади. Реакцион аралашмадан бир неча томчи намуна олиб, пробиркадаги совуқ сувга томизилади ва унга ўувчи натрийнинг суюқ эритмаси қўшилади. Агар реакцияга киришмай қолган анилин

сув юзига ажралиб чиқмаса, реакция ниҳоясига етган деб ҳисоблаш мумкин. Совитилган реакцион аралашма стакандаги озроқ совуқ сув устига қўйилади. Сульфанил кислота кристаллари филтърлаб олинади ва филтърда совуқ сув билан ювилади. Сульфанил кислота қайноқ сувдан қайта кристаллантирилади, бунда керак бўлса активланган кўмир қўшилади. Ҳосил бўлган сульфанил кислотанинг ялтироқ пластинкасимон кристаллари Бюхнер воронкасида филтърланади, озроқ совуқ сув билан ювилади ва филтър қоғози орасида қуритилади. Ҳавода қуритилганда кристаллизация сув йўқолади. Сульфанил кислотанинг миқдори 10 г.

Сульфанил кислота (*n*-аминобензолсульфо кислота) — рангсиз кристалл модда. Молекуляр массаси 173, 18; парчаланиш температураси 280—300°C. Сувли эритмасидан 40°C дан юқори температурада сувсиз сульфанил кислота, 21—40°C да моногидрат, 0—21°C да эса икки молекула суви бор дигидрат сульфанил кислота ажралиб чиқади.

Сифат реакцияси. Сульфогруппанинг гидролитик парчаланиши. Сульфанил кислотанинг сувдаги қайноқ эритмасига бромли сув қўшилганда триброманилин майда кристаллар ҳолида чўкмага тушади.

65. Нафтион кислота (натрийли тузи)



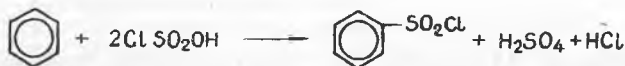
Реактивлар. 7,2 г нафтиламин, 20 мл сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид (10 процентли) эритмаси, ош тузи.

100 мл сифимли туби юмалоқ қолбага 20 мл концентранган сульфат кислота ва 7,2 г α -нафтиламин солинади. Қолба сув ҳаммомида 120°C да 3—4 соат давомида қиздирилади. Реакциянинг ниҳоясига етганлиги намуна ёрдамида аниқланади: пробиркага реакцион аралашмадан оз миқдорда солиб, унга суюлтирилган ўювчи натрий эритмасидан қўшилади (ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча) ва пробиркадаги аралашма билан бирга чайқатилади. Эфирли сўримдан соат ойначасига томизиб буғлатилганда ойначада α -нафтиламин доғи қолмаслиги керак. Реакцион аралашма совуқ сувга қўйилганда ёмон эрийдиган нафтион кислота ажралади. Чўкма филтърланади, сульфат кислотани йўқотиш мақсадида совуқ сув билан ювилади ва нейтрал муҳит ҳо-

сил қилгунча ўювчи натрий эритмасидан қўшилади. Натрийли туз эритмасини ош тузи билан тўйинтириб, маълум вақтга қолдирилади. Нафтион кислотанинг натрийли тузи оқ кристаллар кўринишида ажралади. Олинган маҳсулот филтрланади ва аввал ғовак пластинкада, сўнгра қуритиш шкафида 100°C да қуритилади, нафтиламиндан эса эфир ёрдамида тозаланади. Нафтион кислота миқдори 10 г.

Нафтион кислота (натрийли тузи) $C_{10}H_8O_3NSNa \cdot 4H_2O$ — рангсиз кристалл модда. Молекуляр массаси 317,23; суёқланиш температураси 130°C (кристаллизация сувсиз), сувда, спиртда қийин эрийди, эфирда эримайди, ишқорларнинг сувдаги эритмасида эрийди.

66. Бензолсульфоҳлорид

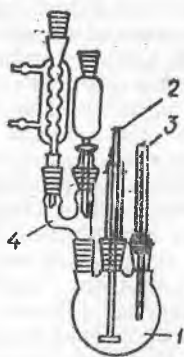


Реактивлар. 11,5 мл бензол, 46 г хлорсульфон кислота, углерод тетраҳлорид, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда, мўри ишлаганда бажарилади!

Ишни бошлашдан олдин, албатта, ҳимоя кўзойнаги ва резина қўлқоп кийиш керак. Хлорсульфон кислота сув билан реакцияга киришганда портлашини эсга олиш керак.

100 мл сифимли, икки шохли форштосс орқали аралаштиригч, томизгич воронка, термометр ва газ чиқарувчи найли қайтарма совитгич ўрнатилган, уч оғизли туби юмалоқ колбага (54-расм) 46 г хлорсульфон кислота солинади. Бир соат давомида аралаштириб туриб унга аста-секин 11,5 мл бензол қуйилади. Реакцион аралашманинг температураси 20—25°C дан ошмаслиги учун колба вақт-вақти билан музли сувда совитилади. Бензолнинг ҳаммаси қуйиб бўлингач, реакцион аралашма шу температурада яна 1 соат аралаштирилади. Сўнгра колбадаги аралашма 250 г музи бор стаканга ағдарилади. Бензолсульфоҳлорид углерод тетраҳлорид билан экстракция қилинади (25 мл дан 2 марта). Экстракт сув билан ювилади ва сувли қават ажратилгандан сўнг эритувчи ҳайдалади. Бензолсульфоҳлорид вакуумда ҳайдалади (35-расм), бунда



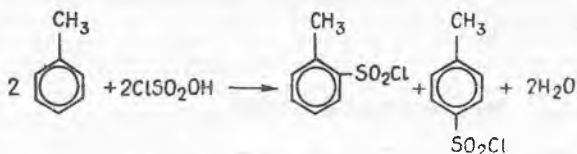
54-расм. Бензолсульфоҳлорид синтез қилинади-ган асбоб:

1 — туби юмалоқ уч бўғизли колба; 2 — аралаштиригч; 3 — термометр; 4 — қайтарма совитгич ва томизгич воронка икки шохли форштосс.

113—115°C да (10 мл сим. уст.) қайнайдыган фракция йиғилади. Бензол сульфохлорид миқдори 16 г.

Бензолсульфохлорид — мойсимон суюқлик, музли сувда со-
вигилганда қотади, совуқ сувда эримайди, иссиқ сувда парчала-
нади, спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 176,63;
суюқланиш температураси 14°C; қайнаш температураси 113—
115°C (10 мм сим. уст.) ёки 251,5°C (760 мм сим. уст.).

67. *o*- ва *p*- Толуолсульфохлоридлар



Реактивлар. 13,3 мл толуол, 48,5 г хлорсульфон кислота, тетрахлорметан, диэтил эфир, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафта, мўри ишлаб турганда бажарилади!

Хлорсульфон кислота билан ишлаш қондаларини 6-бетдан кўринг.

Аралаштиргич, томизгич воронка ва қайтарма совитгич улан-
ган уч оғизли 200 мл сиғимли туби юмалоқ қолбага (48-расм)
48,5 г хлорсульфон кислота солинади. Қолба доимо аралаштириб
турилган ҳолда, ташқи томонидан туз билан муз аралашмасида
совитилади ва аста-секин 13,3 мл толуол томизилади. Толуол-
нинг ҳаммаси қуйиб бўлингандан сўнг реакцион аралашма сови-
тилган ҳолда яна 6—8 соат аралаштирилади. Кейин аралашма-
ни эҳтиётлик билан, шиша таёқча ёрдамида аралаштириб туриб,
125—150 г майда музи бор чинни косачага ағдарилади. Кри-
сталланган *n*-толуолсульфохлорид шиша фильтрли воронкада
мойдан ажратилади. Мойни сувдан ажратиб бир кун холодильник-
да қолдирилади. Бунда яна бир қанча *n*-толуолсульфохло-
рид ҳосил бўлади. Фильтратда қолган мойсимон маҳсулот 20—
30 мл углерод тетрахлоридда эритилиб, кальций хлорид билан
қуритилади. Эритувчи ҳайдалиб бўлгач, қолган суюқлик
вакуумда (10 мм сим. уст.) 126°C да ҳайдаб олинади. *o*-толуол-
сульфохлорид миқдори 8 г.

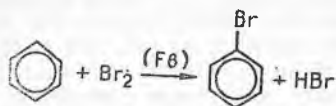
Илгариги олинган *n*-толуолсульфохлорид эфирда қайтадан
кристаллантирилади, бунда 9 г *p*-толуолсульфохлорид ҳосил
бўлади.

n-Толуолсульфохлорид — ёқимсиз ҳидли қаттиқ модда, сувда
эримайди, спиртда, эфирда, бензолда эрийди. Молекуляр мас-
саси 190,64; суюқланиш температураси 69°C; қайнаш темпера-
тураси 145°C (15 мм сим. уст.).

o-Толуолсульфохлорид — сувда эрмайдиган қаттиқ модда. Сууюқланиш температураси 67,5°C; қайнаш температураси 126°C (10 мм сим. уст.).

ГАЛОГЕНЛАШ

68. Бромбензол

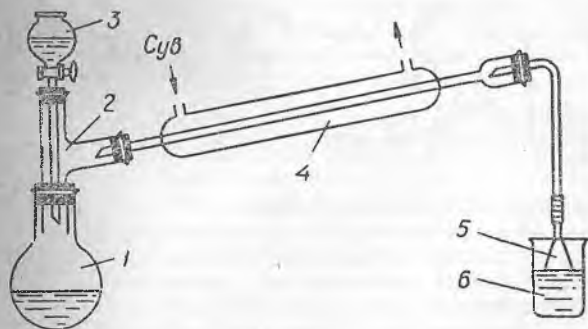


Реактивлар. 29,4 мл бензол, 9,3 мл бром, 0,5 г темир қириндиси, натрий гидроксид (10 процентли эритмаси), кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Бром билан ишлаш қондаларини 7-бетдан қаранг.

200 мл сиғимли икки оғизли, форштосс ўрнатилган, туби юмалоқ қолбага томизгич воронка ва қайтарма совитгич уланади. Совитгичнинг юқори қисмига эгик. найча уланади. Найчанинг иккинчи учи реакция натижасида ҳосил бўладиган водород бромидни ютиш учун сувли қолбага тушириб қўйилади, лекин унинг учи сувни тортиб кетмаслиги учун сувга тегмаслиги керак (55-расм). Қолбага 0,5 г темир қириндиси ва 19,4 мл бензол солинади ва унга чайқатиб туриб томизгич воронкадан 9,3 мл бром томизилади. Одатда реакция бирданига бошланмайди, шунинг учун бром оз-оздан томчилатиб қўйилади ва реакциянинг бошланиши кутилади. Водород бромид ажралиб чиқа бошлагандан сўнг қолган бромни реакция секин борадиган қилиб томчилатиш керак. Бром тез қўшилганда ва температура бирданига кўта-



55-расм. Бромбензол синтез қилинадиган асбоб:

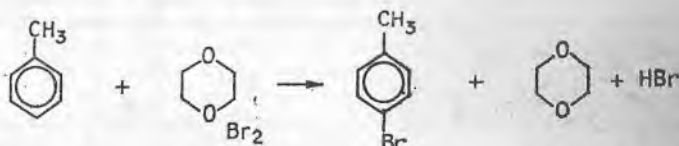
1 — туби юмалоқ қолба; 2 — икки шохли форштосс; 3 — томизгич воронка; 4 — совитгич; 5 — воронка; 6 — сувли стакан.

рилганда қўшимча реакция бориб *n*-дибромбензол ҳосил бўлади. Реакция шиддатли борганда колбани вақтинча совуқ сув билан совитиш керак бўлади. Агар реакция узоқ вақтгача бошланмаса колба тагига, бирпас иссиқ сувли ҳаммом қўйилади. Бромнинг ҳаммаси қўйилиб бўлгач реакцион аралашмали колба сув ҳаммомида 30 минут давомида температура 25°C дан 60—70°C га қўтарилгунча, яъни бром реакцияга киришиб унинг қўнғир тусли буғи йўқолгунча аста-секин қиздирилади. Қолбадаги маҳсулот (декантация усули бўйича) сув, натрий гидроксиднинг суюлтирилган эритмаси ва яна сув билан ювилади. Аралашма 500 мл сифимли туби юмалоқ колбага солинади ва сув буғи билан ҳайдалади (33-расм): совитгичда *n*-дибромбензол кристаллари ҳосил бўлгунча ҳайдаш давом эттирилади. Дистиллат ажратгич воронкага қўйилади, бромбензол сув қаватидан ажратилади ва 1 соат давомида кальций хлорид билан қуригилади, сўнг ҳаво совитгич ёрдамида ҳайдалади (29-расм). Ҳайдаш давомида 140—170°C да ҳайдаладиган фракция йиғиб олинади ва у яна қайта ҳайдалади. Бромбензолнинг асосий қисми 152—158°C да ҳайдалади. Бромбензолнинг миқдори 12,5—14 г.

Бромбензол—бензол ҳидига ўхшаш ҳидли тиниқ оғир суyoқлик. Сувда ёмон эриydi, спиртда, эфирда, хлороформда, бензолда яхши эриydi. Молекуляр массаси 157,02; қайнаш температураси 156,2°C; суyoқланиш температураси 30,6°C; d_4^{20} 1,495; n_D^{20} 1,5602.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейлштейн намунаси* (77-бет).

69. *n*-Бромтолуол



Реактивлар. 11,5 мл толуол, 25 г диоксандибромид (гайёрланишини 151-бетга қаранг), натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси, диэтил эфир, кальций хлорид.

Иш тўрили шкафта бажарилади!

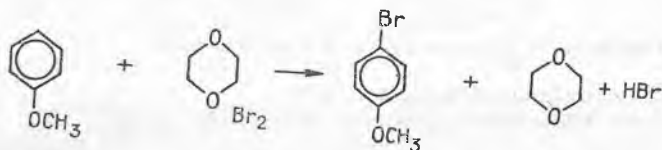
Сифими 50 мл ли узун бўйинли, туби юмалоқ колбага 11,5 мл толуол ва 25 г янги тайёрланган диоксандибромид солинади. Аралашма 40 минут давомида сув ҳаммомида 30—40°C гача (термометр ҳаммомга туширилган) қиздирилади (бунда водород бромид ажралиб чиқади). Сўнгра уни аралаштириб туриб 100 мл 2 н. натрий гидроксид эритмасига ағдарилади. Ажралиб чиққан оғир мойсимон суyoқликни ажратгич воронкага қўйиб, эфир билан экстракция қилинади (50 мл дан икки порция). Экстракт-

ларни қўшиб сув билан ювилади ва кальций хлорид устида қуритилади. Эфир сув ҳаммомида ҳайдалади (29-расм) ва сўнгра сув совитгич ўрнига ҳаво совитгич ишлатиб 182—184°C да қайнайдингган *n*-бромтолуол фракцияси йиғилади. *n*-бромтолуол миқдори 13 г. Маҳсулот узоқ вақт сақланганда кристалланади.

n-Бромтолуол — кристалл модда, сувда эримайди, спиртда, эфирда эрийди. Молекуляр массаси 171,04; қайнаш температураси 185°C; суюқланиш температураси 28,5°C; d^{20}_4 1,390.

Сифат реакцияси. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаранг).

70. *n*-Броманизол



Реактивлар. 10,9 мл анизол, 6,1 мл бром, 9,7 мл диоксан, диэтил эфир, натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

1. Диоксандибромиднинг олиниши. Сигими 50 мл ли стаканга 9,7 мл ҳайдалган диоксан қуйиб, унга чайқатиб турган ҳолда томизгич воронкадан тезда 6,1 мл бром қўшилади. Ҳосил бўлган қорамтир эритмани чайқатиб туриб, 100 мл музли сувга ағдарилади. Тўқ сариқ рангли кристалл чўкма ҳосил бўлади, уни Бюхнер воронкасида филътраб, шиша пробка билан сиқилади ва говак пластинкада қуритилади. 25 г га яқин диоксандибромид ҳосил бўлади; суюқланиш температураси 60°C. Диоксандибромид учувчан бўлгани учун, у шлифланган пробка билан беркитилган склянкада ёки кавшарланган ампулаларда сақланади.

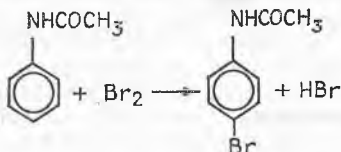
2. *n*-Броманизолнинг олиниши. Узун бўйинли сигими 50 мл ли туби юмалоқ колбага 10,9 мл анизол солинади ва сув билан совитиб (15—20°C гача) ва чайқатиб турган ҳолда ҳосил қилинган диоксандибромид қўшилади; бунда водород бромид ажралиб чиқади. Реакцион аралашма хона температурасида 30 минут давомида вақт-вақти билан чайқатиб турилади ва 100 мл сувга ағдарилади. Сўнгра броманизол эфир билан экстракция қилинади (50 мл дан икки марта). Эфирли экстрактларни қўшиб, натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси. сув билан ювилади ва кальций хлоридда қуритилади. Эфир сув ҳаммомида (29-расм), қолдиқ эса вакуумда 99—100°C да (18 мм сим. уст.) ҳайдалади. *n*-броманизол миқдори 10,5 г.

n-Броманизол—суюқлик, сувда эримайди, спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 187,04; қайнаш температураси 99—100°C

(18 мм сим. уст.) ёки 215°C (760 мм сим. уст); суюқланиш темпе-
ратураси 12—13°C; d_4^{20} 1,494; n_D^{20} 1,5379.

Сифат реакцияси. Бейльштейн намунаси (77-бет).

71. *n*-Бромацетанилид

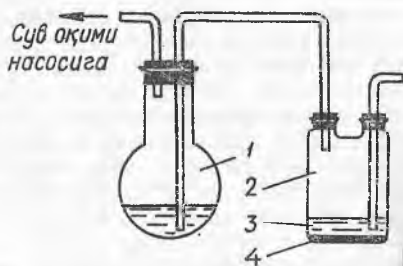


Реактивлар. 2,5 г ацетанилид, 1,3 мл бром, этил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Бром билан ишлаш қоидаларини 7-бетдан қаранг.

Сигими 500 мл ли туби юмалоқ колбага 250—300 мл сув ва 2,5 г яхшилаб майдаланган ацетанилид солинади. Колбанинг оғзи икки тешигига тўғри бурчакли шиша найчалар ўрнатилган пробка билан беркитилади. Биринчи найча пробкадан бир оз



56-расм. *n*-Бромацетанилид олинадиган асбоб:

1 — колба; 2 — Вульф склянқаси; 3 — сув қавати;
4 — бром қавати.

колба ичига киритилган бўлиб, унинг иккинчи учи сув насосига уланади. Колбанинг тубигача киритилган иккинчи найча учи резина найча орқали (56-расм) 1,3 мл бром ва бромни қоплай оладиган миқдорда сув қуйилган Вульф склянқасига уланади. Асбоб йиғилгач, насос ишга туширилади ва ацетанилиднинг қаттиқ аралаштириш учун имкони борича катта тезликда най орқали ҳаво оқими берилди. Бунда бром

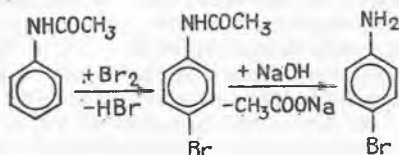
буғларини насосга ўтказмаслик керак. *n*-бромацетанилиднинг пластинқасимон кристаллари аста-секин паға-паға чўкмага айланади.

Бромлаш процесси тугагач, колбадаги аралашма чайқатилганда ҳам бир неча минут давомида йўқолмайдиган тўқ-сарик тусга киради. Чўкма филтрланади, филтрда сув билан ювилади ва қайноқ спиртда қайтадан кристаллантирилади (29-бетга қаранг). *n*-Бромацетанилид миқдори 3,2 г.

n-Бромацетанилид призма шаклдаги оқ игнасимон кристаллар ҳосил қилади. *n*-Бромацетанилиднинг суюқланиш температураси 167—168°C, совуқ спиртда қийин эрийди ва сувда деярли эримайди, эфирда, бензолда, хлороформда эрийди. Молекуляр массаси 214, 07.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бельштейн намунаси* (77-бет),

72. *n*-Броманилин



Реактивлар. 13,5 г ацетанилид, 5,5 мл бром, хлорид кислота ($d=1,19$), муз сирка кислота, натрий гидроксид (20 процентли эритмаси), натрий гидросульфит.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

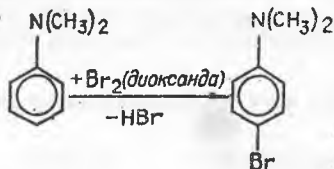
Бром билан ишлаш қоидаларини 7-бетдан қаранг.

Сизими 200 мл ли колбага 50 мл муз сирка кислота билан 13,5 г ацетанилид солинади ва эригунча бир оз қиздирилади. Сўнгра температурани 40°C дан оширмасдан, аралаштириб турган ҳолда секин 5,5 мл бромнинг 20 мл муз сирка кислотадаги эритмаси қўшилади. 8—10 минутдан сўнг реакция ниҳоясига етади ва реакция аралашма озроқ музли 300 мл сувга қуйилади. Сўнгра унга эритма ва чўкма рангсизлангунча натрий гидросульфит эритмаси қўшилади. *n*-Бромацетанилиднинг оқ чўкмаси Бюхнер воронкасида филтрланади ва гидролизланади. Бунинг учун *n*-бромацетанилид 500 мл сизимли туби юмалоқ колбага солинади, унга 150 мл сув, 50 мл концентрланган хлорид кислота қўшилади ва қайтарма совитгич билан 30 минут давомида қиздирилади. Совигандан сўнг ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча натрий гидроксиднинг 20 процентли эритмаси қўшилади ва ҳосил бўлган *n*-броманилин сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). *n*-Броманилин форштоссда қотиб қолиши мумкин, шу сабабли вақт-вақти билан совитгичдаги сув оқими тўхтатиб турилади. Йиғич колбада йиғилган *n*-броманилин филтрланади ва ҳавода филтр қоғоз орасида қуритилади. *n*-Броманилин миқдори 10 г.

n-Броманилин — қаттиқ модда, сувда эримайди, спиртда ва эфирда осон эрийди. Молекуляр массаси 172, 04; суюқланиш температураси 64—65°C.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаранг).

73. *n*-Бром- *N,N*-диметиланилин



Реактивлар. 13 мл диметиланилин, 190 мл диоксан, 5 мл бром, калий гидроксид (40 процентли эритмаси), этил спирт.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Сигим 500 мл ли уч оғизли колба аралаштиргич, томизгич воронка ва термометр билан жиҳозланади (48-расм). Колба герметик равишда беркилиб қолмаслиги учун аралаштиргич затворсиз кенг тепикли пробка орқали реакция колбага туширилади.

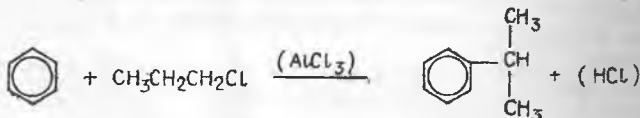
Колбага 13 мл диметиланилиннинг 30 мл диоксандаги эритмаси ва 5,6 г калий гидроксиднинг 20 мл сувдаги эритмаси қуйилади. Қаттиқ аралаштириб туриб (аралаштиргичнинг учи колбанинг тубига яқин туширилган бўлиши керак) ва музди сувда совитиб, томизгич воронкадан 5 мл бромнинг 160 мл диоксандаги эритмаси қушилади, бунда реакция аралашманинг температураси 5°C дан кўтарилмаслиги керак. Одатда бром қушиш 2 соат давом этади. Органик моддалар қавати ажратилади ва натрий гидроксиднинг 40 процентли 15 мл эритмасида ювилади. Сўнгра диоксан вакуумда ҳайдаб олинади, қолдиқ эса спиртда қайта кристаллантирилади. Суюқланиш температураси 52—54°C бўлган 15 г *n*-бром-*N,N*-диметиланилин олинади.

n-Бром-*N,N*-диметиланилин — қаттиқ модда, сувда эримайди, спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 200,08; суюқланиш температураси 264°C (760 мм сим. уст.).

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қараг).

АРОМАТИК БИРИКМАЛАРНИ ФРИДЕЛЬ-КРАФТС РЕАКЦИЯСИ БЎЙИЧА АЛКИЛЛАШ

74. Изопропилбензол



Реактивлар. 114 мл. сувсиз бензол, тиофендан тозаланган бензол (65-бетга қараг), 11 мл. пропи́л хлорид, 2 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, натрий гидроксид (10 процентли эритмаси), хлорид кислота (10 процентли эритмаси), магний сульфат ёки кальций хлорид.

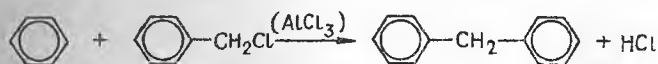
Иш мўрили шкафда бажарилади!

Терига алюминий хлорид тегишидан эҳтиёт бўлинг.

Реакция сизими 300 мл ли туби юмалоқ икки шохли форштосс ёрдамида томизгич воронка, водород хлоридни тутиб олувчи асбоб (ловушка) ва қайтарма совитгич уланган колбада олиб борилади (55-расм). Совитгич ва томизгич воронка кальций хлоридли найлар билан беркитилади. Сув ҳаммомига туширилган колбага 80 мл бензол ва 2 г яхшилаб майдаланган алюминий хлорид солинади. Унга аста-секин 11 мл пропилен хлориднинг 34 мл бензолдаги эритмаси томчилатиб қўшилади. Шу вақтда реакцион аралашманинг температураси 80°C атрофида бўлиши керак. Пропилен хлориднинг ҳаммасини қўшиб бўлгач, водород хлорид ажралиб чиқиши тўхтагунча қиздириш давом эттирилади. Реакция нихоясига етганлиги қуйидагилардан аниқланади: а) кўк лакмус қоғознинг қизармаслигидан; б) аммиакли пробирка найча учига яқинлаштирилганда тутун чиқмаслигидан. Сўнгра реакцион аралашма стакандаги музли сувга қуйилади ва алюминий гидроксид хлорид кислота билан эритилади. Кейин аралашмани ажратгич воронкага қуйиб устки изопропил бензол қавати ажратилади, натрий гидроксиднинг суюлтирилган эритмаси билан ва нейтрал муҳит ҳосил бўлгунча сув билан ювиб магний сульфат ёки кальций хлорид ёрдамида қурилади. Бензол ҳайдалади, ундан сўнг 151—153°C да қайнайдиган изопропил бензол фракцияси йиғилади. Изопропил бензол миқдори 11 г.

Изопропилбензол (кумол)—рангсиз суюқлик, сувда эримайди, спирт, эфир, ацетон, хлороформ ва бензоллар билан аралашади. Молекуляр массаси 120,19; қайнаш температураси 152,4°C; суюқланиш температураси—96,03°C; d_4^{20} 0,8618 n_D^{20} 1,4913. Осон алавланади (38°C да ёнади) ва портловчи буғ-ҳаво аралашмасини ҳосил қилади.

75. Дифенилметан



Реактивлар. 25 мл сувсиз бензол (64-бетга қаралсин). 6 мл бензил хлорид, 2,5 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, натрий гидроксид (5 процентли эритмаси), хлорид кислота (d —1,19).

Иш мўрили шкафда олиб борилади!

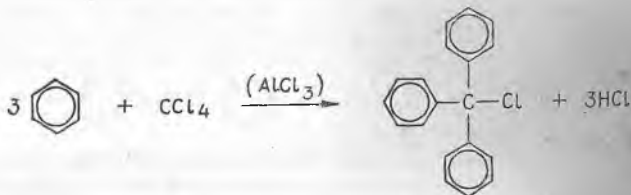
Бензил хлорид кўздан ёш оқизади, нафас йўлларига таъсир қилади. Алюминий хлорид билан ишлаш қондаларини юқоридан қаранг.

Икки шохли форштосс ёрдамида томизгич воронка, қайтарма совитгич уланган ва водород хлоридни ютиш асбоби билан жиҳозланган 200 мл ли сиримли туби юмалоқ колбага 25 мл бензол ва 2,5 г сувсиз алюминий кукуни солинади (55-расм). Қол-

ба музли сув ҳаммомида совитилади. Сўнгра чайқатиб туриб томизгич воронкадан оз-оздан 6 мл бензил хлорид томизилади. Бир неча минутдан кейин реакция бошланади, бунда тезлик билан водород хлорид ажралиб чиқади. Бензил хлориднинг ҳаммаси қўшиб бўлингандан кейин ва водород хлориднинг ажралиши тугагандан сўнг. колбани музли сувда совитиб туриб яна 10 мин чайқатилади. Бу вақт ичида мойсимон қизил суоққлик ажралиб чиқиши керак (алюминий хлоридли комплекс бирикма). Совитувчи ҳаммом олинади ва колба 30 минут хона температурасида қолдирилади. Шундан сўнг колбага 20 г майдаланган муз солинади ва реакция аралашмага кислотали муҳит ҳосил бўлгунча хлорид кислота қўшилади (муҳит лакмус билан синалади). Колбадаги аралашмани ажратгич воронкага қуйиб, таркибида эриган дифенилметан бор устки бензол қавати ажратилади ва у натрий гидроксиднинг суюлтирилган эритмаси, сўнгра сув билан нейтрал реакциягача ювилади. Дифенилметаннинг бензолдаги эритмаси кальций хлорид билан қуритилади; кичикроқ Вюрц колбасига филтьрлаб олинади ва бензол ҳайдалади (29-расм). Сўнгра колба совитилади, совитгич олиниб, Вюрц колбасининг ён найчаси совуқ сувли идишга туширилган йиғич колбага уланади ва дифенилметаннинг 255—265°C да қайнайдиган фракцияси йиғилади. Дифенилметан миқдори 5 г.

Дифенилметан—рангсиз кристалл модда, ундан апельсин пўстлогининг ҳиди келади, сувда эримайди, спиртта, эфирда, хлороформда, бензолда яхши эрийди. Молекуляр массаси 168,23; қайнаш температураси 262°C (760 мм сим. уст) ёки 145°C (22 мм сим. уст.); суоққланиш температураси 27°C; d_4^{20} 1,0060; n_D^{20} 1,5788.

76. Трифенилхлорметан

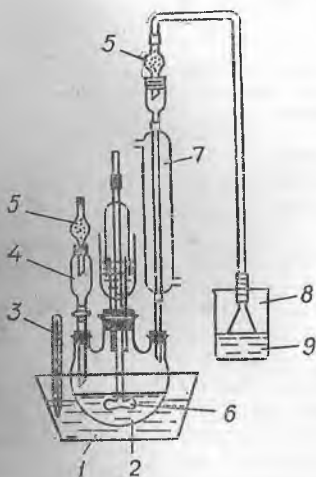


Реактивлар. 28,5 мл сувсизлантирилган, тиофендан тозаланган бензол (65-бетга қаралсин), 7,5 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, 6,3 мл абсолют углерод тетрахлорид (67-бетга қаралсин), хлорид кислота ($d=1,19$), диэтил эфир.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

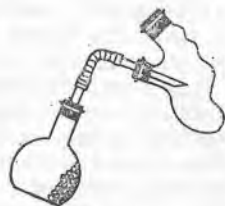
Аралаштиргич ва водород хлоридни тутувчи асбоб уланган, қайтарма совитгич билан жиҳозланган 300 мл ли уч оғизли колбада синтез олиб борилади (57-расм). Томизгич воронка ўрнига асбоб билан эгиловчан шланг орқали боғланган туби ясси

колбача қўлланилади (58-расм). Асбоб яхшилаб қуритилган бўлиши керак. Қолбага 6,3 мл углерод тетрахлорид ва 28,5 мл бензол қўйилади. Сўнгра шиддатли аралаштириб туриб, ясси тубли колбачадан оз-оздан 7,5 г алюминий хлорид қўшилади. Реакция ўз-ўзидан бошланиб, реакция аралашма қорамтир рангга бўялади, кўп миқдорда водород хлорид ажралиб чиқади. Реакция шиддатли бормаслиги учун колба музли сувда совитилади. Алюминий хлориднинг ҳаммаси аралашмага қўшиб бўлингач ва реакция асосан ниҳоясига етгандан кейин колба қайнаб турган сув ҳаммомида яна 30 минут қиздирилади. Кейин реакция аралашма музли сув ҳаммомида совитилади ва ҳар доим чайқатилиб туриб, 25 г муз билан 25 мл концентрланган хлорид кислота бор ажратгич воронкага қўйилади. Хлорид кислота трифенилметан гидролизланмаслиги учун қўшилади. Суюқлик икки қаватга бўлингандан сўнг юқориги бензол қавати ажратилади. Қолган қават яна бир марта бензол билан экстракцияланади ва олдинги бензол эритмасига қўшиб, кальций хлорид билан қуритилади. Бензол сув ҳаммомида (мумкин қадар тўлалигича) ҳайдаб олинади (29-расм), қолдиқ тенг ҳажмдаги эфир билан аралаштирилади ва бир неча соат давомида музда қолдирилади. Ҳосил бўлган кристалл модда филтрланади, ях-



57-расм. Ацетофенон олинадиган асбоб:

1 — сув ҳаммом; 2 — туби юмалоқ уч бўғизли қолба; 3 — термометр; 4 — томизгич воронка; 5 — хлор-кальцийли найлар; 6 — аралаштиргич; 7 — совитгич; 8 — воронка; 9 — стакан.



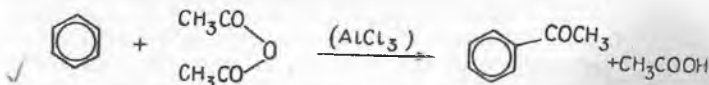
58-расм. Қукув ҳолидаги моддаларни киритиш учун месслама.

шилаб сиқилади ва бир неча марта совитилган эфир билан ювилади. Филтратни вакуумда ҳайдаб, тоза бўлмаган иккинчи порция кристалларини олиш мумкин, уларни ҳам эфир билан ювиб филтрланади. Трифенилхлорметан миқдори 8 г. Тозалаш учун (сарик рангли) жуда оз миқдордаги маҳсулот бензолда эритилади, устига 4 баровар кўп ҳажмда бензин қуйилади ва идиш музли сувда совитилиб, шиша таёқчани идиш деворига ишқалаш йўли билан кристалларнинг ҳосил бўлиши тезлаштирилади. Филтрлаб олинган трифенилхлорметан совуқ петролей эфирда ювилади. Ниҳоятда тоза маҳсулотни камайтирилган вакуумда ҳайдаб ҳосил қилиш мумкин (35-расм).

Трифенилхлорметан — кристалл модда, спиртда, бензолда, углерод сульфидда осон эрийди, сувда парчаланadi. Молекуляр массаси 278,77; суюқланиш температураси 110—112°C; қайнаш температураси 230°C (5 мм сим. уст.).

АРОМАТИК БИРИКМАЛАРНИ ФРИДЕЛЬ-КРАФТС РЕАКЦИЯСИ БЎЙИЧА АЦИЛЛАШ

77. Ацетофенон



Реактивлар. 40 мл сувсизлантирилган бензол (65-бетга қаралсин), 10 мл сирка ангидрид, 32 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, хлорид кислота (10 процентли эритмаси), натрий гидроксид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Ацетофенон буғи ухлатадиган хоссага эга.

Аралаштиргич, томизгич воронка ва водород хлоридни ютадиган асбоб уланган қайтарма совитгич билан жиҳозланган 300 мл ли, уч оғизли туби юмалоқ колбада синтез олиб борилади (57-расм). Совитгич ва томизгич воронка кальций хлоридли найчалар билан беркитилади. Колбага 40 мл бензол ва 32 г кукун ҳолидаги алюминий хлорид солинади. Аралаштиргич ишга туширилади ва колбани совуқ сувда совитиб туриб, унга томизгич воронкадан томчилатиб 30 минут давомида 10 мл сирка ангидрид қуйилади. Реакцияни охиригача стказиш учун колба 45 минут сув ҳаммомида 80—85°C да қиздирилади. Совитилган реакцион аралашма стакандаги 80 г музли сувга ағдарилади. Агар алюминий асос тузининг чўкмага тушиш эҳтимоли бўлса, аралашмага чўкма эриб кетгунча хлорид кислота қўшилади. Аралашма ажратгич воронкага қуйилиб, 20 мл эфир билан аралаштирилади ва эфир-бензол қавати ажратилади; сувли қават эса яна 15 мл эфир билан чайқатилади. Йиғилган эфирли экстракт ажратгич воронкага қуйилиб, суюлтирилган натрий гид-

роксид эритмаси ва сув билан ювилади, кальций хлорид билан қуритилади.

Эритувчиларни (эфир ва бензол) сув ҳаммомида ҳайдаб бўлгач (29-расм) сув совитгичи ўрнига ҳаво совитгичи ўрнатилади ва 199—203°C да қайнайдиган ацетофенон франкцияси йиғилади.

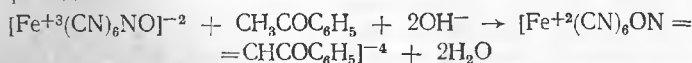
Ацетофеноннинг миқдори 8 г.

Ацетофенон (метилфенилкетон) — рангсиз, баъзан сарғиш рангли мойсимон суюқлик ёки йирик, осон суюқланадиган, черемуха ҳидли кристалл модда. Сувда кам эрийди, спиртда, эфирда, хлороформда, бензолда яхши эрийди. Молекуляр массаси 120,14; суюқланиш температураси 20,5°C; қайнаш температураси 202,3°C (760 мм сим. уст.) ёки 88°C (12 мм сим. уст.). d_4^{20} 1,0281; n_D^{20} 1,5342.

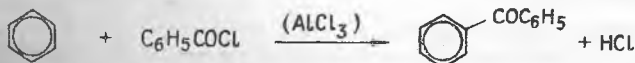
С и ф а т р е а к ц и я с и. 2 мл натрий нитропруссиднинг 0,5 процентли эритмасига 2 томчи ацетофенон қўшилади ва унга 1—2 томчи натрий гидроксиднинг 10 процентли эритмасидан қўшилса, қизил ранг ҳосил бўлади.

Сирка кислота қўшилганда у кўк рангга бўялади.

Бу реакциянинг химизми натрий нитропруссид метилкетон билан ўзаро таъсирлашиб, комплекс анион таркибига кирувчи изонитрозометилкетон ҳосил қилишдан иборат. Шу билан бир вақтда уч валентли темир иони икки валентли темир ионига қайтарилади:



78. Бензофенон



Реактивлар. 27,5 мл сувсизлантирилган бензол (65-бетга қаранг), 5,8 мл бензоил хлорид, 7,5 г сувсизлантирилган алюминий хлорид, хлорид кислота ($d=1,19$), натрий гидроксид (5 процентли эритмаси), диэтил эфир, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда олиб борилади!

Бензоил хлорид шилиқ пардаларга таъсир этади.

Бензоил хлорид икки шоҳли форштосс ёрдамида томизгич воронка ва водород хлоридни ютиш учун ловушка уланган, қайтарма совитгич ўрнатирилган, сифими 300 мл ли туби юмалоқ колбада синтез қилинади (55-расм). Совитгич ва томизгич воронка кальций хлоридли найчалар билан беркитилади.

Сув ҳаммомига ўрнатирилган колбага 7,5 г алюминий хлорид ва 27,5 мл бензол солинади. Сўнгра колбадаги аралашмани чайқатиб турган ҳолда томизгич воронкадан аста-секин реакция шиддатли бормайдиган қилиб 5,8 мл бензоил хлорид қуйилади. Шундан сўнг колба сув ҳаммомида 50°C да (термометр ҳаммом-

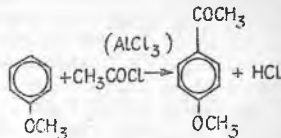
га урнатилади) водород хлорид ажралиб чиқши тамоман туга-
гунча қиздирилади (одатда 2—3 соат). Бунда эритма туқ-жигар
ранг тусга киради. Аралашма совитилгандан сўнг бензофенон
билан алюминий хлорид ҳосил қилган комплекс бирикмени пар-
чалаш учун колбага эҳтиётлик билан аралаштириб туриб 73 мл
муз бўлакчалари бўлган сув ва алюминийнинг асосли тузини
эритиш учун оз миқдорда (2—2,5 мл) концентрланган хлорид
кислота қуйилади. Сўнгра бензол сув буғи билан 20 минут да-
вомида ҳайдалади (33-расм). Қолдиқ ҳайдаш колбасидан аж-
ратгич воронкага солиниб, эфир билан экстракцияланади. Эфир-
ли сўрми 12 мл натрий гидроксиднинг 5 процентли эритмаси
билан ювилади, кальций хлорид билан қуриштилади ва ундаги
эфир сув ҳаммомида ҳайдалади (29-расм). Қолдиқ эса кич-
кина сифимли ён найчаси пастроқда жойлашган Вюрц колба-
сидан совиткичсиз ҳайдалади, бунда 170—175°C (15 мм сим. уст.)
да қайнайдиган фракция йиғилади.

Бензофенон (дифенилкетон) — ўзига хос ҳидли, оқ ялтироқ
кристалл модда, сувда эримади, хлороформда эрийди. Моле-
куляр массаси 182,21.

Бензофеноннинг лабиль ва стабиль формалари маълум. Стабиль
формасининг қайнаш температураси 305°C; суюқланиш температу-
раси 48°C; d_{50}^{50} 1,0976; n_D^{15} 1,5975. Лабиль формасининг қайнаш
температураси 305°C; суюқланиш температураси 26°C; d 1,108;
 n_D^{15} 1,6060. Одатда ҳайдаш вақтида лабиль формаси олинади, у
ҳайдаш вақтида суюқлик бўлиб, унга кристалланишини тезлата-
диган кристалл қўшилса, жуда секин рангсиз кристалларга айла-
нади. Шнша таёқче билан идиш деворига ишқаланса ёки стабиль
формалаги кристаллдан киритилса, суюқлик тезда стабиль форма-
да кристалланади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Карбонил группанинг спиртли груп-
пага қайтарилиши. Бензофеноннинг бир неча кристаллари
спиртда аралаштирилиб, суспензияга айлантирилади ва аралаш-
ма қайнагунича қиздирилади. Сўнгра совитилади, унга эҳтиёт-
лик билан 0,05 г металл ҳолидаги натрий қўшиб бир оз қиздири-
лади. Бензофенондан ҳосил бўлган бензогидрол эритмани туқ
қўк рангга бўяйди.

79. *n*-Ацетиланизол (*n*-метоксиацетофен)



Реактивлар. 10,1 мл анизол, 14 г сувсиялантирилган алюминий хлорид,
60 мл углерод тетрахлорид, 8,2 мл ацетил хлорид, хлорид кислотанинг 2 н.
эритмаси, натрий карбонат.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Ацетил хлорид билан ишлаш қоидалари (8- бетдаги 11- пункт-га қаранг).

13- ж а д в а л

Синтез №	Модданинг номи	Модда миқдори, (г)	Синтез вақти, (1 соат)	Эксперимент усуллари
<i>Азот ажралиб чиқishi билан борадиган реакциялар</i>				
80	Фенол	6	7	Сув буғи билан ҳайдаш, эфир билан экстракция қилиш
81	<i>n</i> -Крезол	5	7	Юқорида кўрсатилган усуллардан фойдаланиш
82	<i>m</i> -Нитрофенол	1	6	Оз миқдордаги моддаларни қайта кристаллантириш
83	Йодбензол	16	8	Сув буғи билан ҳайдаш, ҳайдаш
84	<i>n</i> -Йодтолуол	9	8	Сув буғи билан ҳайдаш, эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
85	<i>o</i> -Нитройодбензол	10	6	Сўриб олиш
86	<i>сим.м.</i> -Трибромбензол	0,5	4—5	Бармоқли совитгич билан ишлаш, спиртдан қайта кристаллантириш
87	<i>m</i> -Нитрохлорбензол	10	6	Вакуум билан ҳайдаш
88	Хлорбензол	6	6	Сув буғи билан ҳайдаш, ҳайдаш
89	<i>o</i> -ва <i>n</i> -Хлортолуол	6	8	Аралаштиргич, сув буғи билан ҳайдаш
90	<i>o</i> -Хлорбензой кислота	10	6	Аралаштиргич
91	<i>n</i> -Бромтолуол	8,5	8	Аралаштиргич, сув буғи билан ҳайдаш, ҳайдаш
92	<i>n</i> -Динитробензол	2,5	6	Аралаштиргич, сув буғи билан ҳайдаш
<i>Азот ажралиб чиқмайдиган реакциялар (азобуёқларнинг синтези)</i>				
93	β-Нафтолоранж	4	4	Сўриб олиш, туз билан чўктириш
94	<i>n</i> -Нитроанилин қизили	1	4	Юқорида кўрсатилган усуллардан фойдаланиш
95	Барқарор қизил бўёқ	1	12	Аралаштиргич
96	Фенилазосалицил кислота	12	4	Аралаштиргич
97	Гелиантин	4,5	4	Сўриб олиш, сувдан қайта кристаллантириш
98	Қизил конго	1,7	8	Тузлаб чўктириш
99	Метил қизили	4,5	7	Тузлаб чўктириш
100	Диазоаминобензол	6,5	4	Петролей эфирдан қайта кристаллантириш
101	<i>n</i> -Аминоазобензол	2	4	Сувдан қайта кристаллантириш

Аралаштиргич, томизгич воронка ва водород хлоридни ютиб қолувчи ютигич уланган, қайтарма совитгич билан жиҳозланган уч оғизли, туби юмалоқ колбага 14 г алюминий хлориднинг 60 мл қуруқ углерод тетрахлориддаги эритмаси қуйилади. Яхшилаб аралаштириб, муз ва сув солинган ҳаммомда совитиб туриб, унга 8,2 мл ацетил хлорид томчилаб қўшилади. Сўнгра колба тузли сув солинган ҳаммомда (температураси 0—5°C) совитилади, ўша томизгич воронкадан аста-секин 101,1 мл анизол қўшилади. Музли сув ҳаммоми олиб қўйилади. Реакцион аралашма хона температурасида водород хлориднинг ажралиши тамом бўлгунча аралаштирилади ва аста-секин стакандаги 100 г муз ҳамда 150 мл хлорид кислотанинг 2 н. эритмасига қуйилади. Органик моддаларнинг оғир қавати ажратгич воронкада ажратиб олинади. У хлорид кислотанинг 2 н. эритмаси, кейин суюлтирилган сода ва сув билан ювилади. Кальций хлорид билан қуритилади ва углерод тетрахлорид билан ҳайдалади (29-расм). Қолдиқни вакуумда ҳайдаб (35-расм), 174, 175°C да (50 мм сим. уст.) қайнайдиган фракция йиғиб олинади. Унинг миқдори 12 г атрофида.

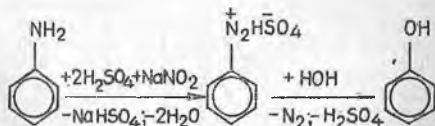
n-Ацетиланизол — қаттиқ модда, сувда ёмон эрийди, спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 150, 18; суюқланиш температураси 37—38°C; қайнаш температураси 174—175°C (50 мм сим. уст.) ёки 258°C (760 мм сим. уст.). d^{41}_4 1,082.

Шу усул билан толуолдан *n* ацетилтолуол (метил-*n*-толилкетон) олинади: унинг миқдори 85%; қайнаш температураси 93°C (6 мм сим. уст.), 112°C (11 мм сим. уст.); суюқланиш температураси 27°C, n^{20}_D 1,5345; этилбензолдан *n*-ацетилэтил бензол олинади, унинг миқдори 75%; қайнаш температураси 103°C (6 мм сим. уст); n^{20}_D 1,5300.

ДИАЗОТИРЛАШ

Диазотирлаш реакциялари 161-бетдаги 13-жадвалда келтирилган.

Азот ажралиб чиқиши билан борадиган диазобирикмаларнинг реакциялари
80. Фенол



Реактивлар. 9,1 мл янги ҳайдалган анилин, 10 мл сульфат кислота ($d=1,84$), 7 г натрий нитрит, натрий хлорид, кальций хлорид, диэтил эфир.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Фенол захарли, терини куйдиради. Фенол билан ишлаш қондалари 8-бет 12 п. да келтирилган.

300 мл сизимли стаканга 50 мл сув қуйиб, унга аста-секин 10 мл концентранган сульфат кислота қуйилади. Иссиқ эритмани аралаштириб туриб, устига 9,1 мл янги ҳайдаб олинган анилин аста-секин қуйилади, у бутунлай эриб кетиши керак. Ҳосил қилинган эритма хона температурасигача совитилади ва унга 75 г майдаланган муз оз-оздан қўшилади, бунда температура 0°C атрофида бўлади. Муз қўшиш вақтида аралашмани яхши аралаштириб туриш керак, шундагина ҳосил бўлган анилин сульфат майда кристаллар ҳолида чўкмага тушади. Фақат шундай ҳолдаги чўкма диазотирлаш реакциясида эрийди. Совитилган аралашмага томизгич воронка орқали 0—5°C гача совитилган 7 г натрий нитритнинг 30 мл сувдаги эритмаси чайқатиб туриб, аста-секин томизилади. Диазотирлаш реакцияси вақтида стакан музли сув ҳаммомида туриши ва реакцион аралашманинг температураси 5°C дан ошмаслиги керак. Натрий нитрит эритмасининг кўп қисми қуйиб бўлингандан сўнг эркин нитрит кислотанинг бор-йўқлиги йод-крахмалли қоғоз билан текширилади. Агар эритманинг охириги қисми қуйиб бўлингандан сўнг 5 минут ўтгач йод-крахмалли қоғозга томизилган бир томчи эритма кўкариб кетса, реакция тамом бўлган бўлади. Йод-крахмалли қоғозда ўзгариш бўлмаса, натрий нитрит эритмасидан яна бир оз қўшилади. Шу билан бирга реакция муҳити кислотали бўлишини текшириб туриш керак (конго қоғозига намуна олинади). Керак бўлса, аралашмага бир неча томчи концентранган сульфат кислота қўшилади. Анилин сульфатнинг тамомила эритмага ўтиши ҳам реакциянинг ниҳоясига етганлигидан дарак беради.

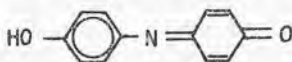
Диазоний тузининг ҳосил қилинган рангсиз эритмаси сув буғи билан ҳайдаш колбасига солинади ва хона температурасида 15—20 минут қолдирилади. Фенилдиазоний сульфат аста-секин парчаланиб, эркин азот ва фенол ҳосил бўлади. Модданинг парчаланишини тезлатиш учун колба сув ҳаммомида 40—50°C да азот чиқмай қолгунча 15—20 минут давомида қиздирилади. Шундан кейин дистиллатдан олинган намуна бромли сув билан трибромфенолнинг кучсиз лойқасиши ҳосил қилмагунча ҳосил бўлган фенол сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Дистиллат натрий хлорид билан тўйинтирилади (7—8 г), ажратгич воронкага қуйилади ва фенол эфир билан экстракция қилинади (2 марта 30 мл дан). Фенолнинг эфирдаги эритмаси кальций хлорид билан қуритилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдалади (29-расм). Фенол ҳаво совитгичи билан жиҳозланган асбобда газ алаңгасида ҳайдалади ва 179—183°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Фенол совигандан сўнг кристалл ҳолида қотади. Унинг миқдори 6 г.

Фенол—оқ кристалл модда, спиртда, эфирда, бензолда осон эрийди. Молекуляр массаси 94,11; суюқланиш температураси

40,9°C; қайнаш температураси 182,2°C; d_4^{15} 1,0545; n_D^{45} 1,5402. Фенол суюқланиш температураси 17°C бўлган $C_6H_5OH \cdot \frac{1}{2} H_2O$ кристаллгидрат ҳосил қилади.

Сифат реакциялари. 1. 2—3 мл фенолнинг сувдаги 1 процентли эритмасига бир неча томчи темир (III)-хлориднинг 1 процентли эритмасидан қўшилади. Темир фенолятнинг кучли диссоциланган $[Fe(OC_6H_5)_6]^{3-}$ комплексининг ҳосил бўлиши натижасида эритма бинафша тусга киради.

2. Фенолнинг сувдаги суюлтирилган эритмасига бир неча томчи аммиак ва хлорли оҳакнинг суюқ эритмаси қўшилади. Сўнг-ра аралашма 1 минут қиздирилади. Бўёвчи модда — индофенол-

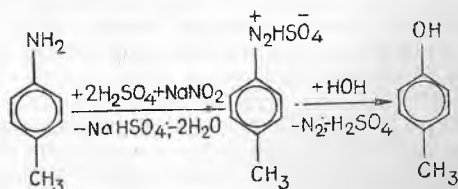


нинг ҳосил бўлиши ҳисобига кўк ранг ҳосил бўлади.

Аралашмага хлорид кислота қўшилса, кўк рангнинг ўрнига очиқ-қизил ранг пайдо бўлади.

3. Фенолнинг сувдаги эритмасига суюлтирилган хлорид кислота ва томчилатиб бромли сув қўшилганда оқ тусли трибромфенол чўкмага тушади.

81. *n*-Крезол



Реактивлар. 10,8 г *n*-толуидин, 1 мл сульфат кислота ($d=1,84$), 7,5 г натрий нитрит, ош тузи, кальций хлорид, диэтил эфир.

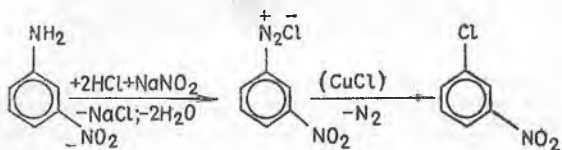
Иш мўрили шкафда бажарилади!

300 мл сизимли стаканда 10 мл концентрланган сульфат кислота билан 75 мл сув аралаштирилади, чайқатиб турган ҳолда эритмага аста-секин 10,8 г *n*-толуидин қўшилади ва у бутунлай эритиб юборилади. Реакцион аралашмага 120 г муз солиб совитилади ва 7,5 г натрий нитритнинг 30 мл сувдаги эритмаси билан диазотирланади (163-бет). Ҳосил бўлган *n*-крезолнинг 195—200°C да қайнайдиған фракцияси йнгиб олинади. *n*-крезолнинг миқдори 5 г.

n-Крезол — қаттиқ модда, сувда эрийди, спиртда, эфирда яхши эрийди. Молекуляр массаси 108,10; суюқланиш температура-си 36°C; қайнаш температураси 202°C; d_4^{20} 1,035.

n-Крезолдаги фенолнинг гидроксил группасига темир (III)-хлорид билан сифат реакцияси 164-беда берилган.

82. *m*- Нитрофенол



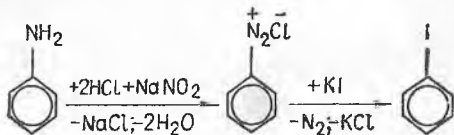
Реактивлар. 2 г *m*-нитроанилин, 1 г натрий нитрит, сульфат кислота ($d=1,84$), активланган кўмир.

Иш мурили шкафда бажарилади!

100 мл сизимли стаканга 4 мл концентрланган сульфат кислота, 5 мл сув ва 2 г *m*-нитроанилин солинади. Ҳосил бўлган аралашмани шиша таёқча ёрдамида майдалаб гомоген фазага айлантирилади, музли сув ҳаммомида 5°C гача совитиб, устига 10 г муз солинади ва 5°C гача совитилган аралашмага 1 г натрий нитритнинг 3 мл сувдаги 5°C гача совутилган эритмаси томчилатиб қўшилади. Реакцион аралашманинг температураси 5°C дан ошмаслиги керак. Ҳосил бўлган диазоний тузининг эритмаси хона температурасида 10 минут қолдирилади. Сўнгра у 150 мл сизимли туби яеси конуссимон колбадаги қайноқ ҳолга келтирилган сульфат кислота эритмасига (10 мл сульфат кислота ва 8 мл сув) оз-оздан қўйилади. Реакцион аралашма 5 минут қиздирилади ва шундан сўнг қиздириш тўхтатилади. Қайноқ эритмага озроқ активланган кўмир қўшиб қиздириш яна 3 минут давом эттирилади. Қайноқ эритма шиша фильтр орқали филтрланади. Шиша фильтрга кўмир қўшилмаслиги учун унга доира шаклида қирқилган фильтр қоғоз солинади. Филтрат музли сув ҳаммомига жойлаштирилиб, шиша таёқча билан ишқалаш орқали *m*-нитрофенол кристаллантирилади. *m*-Нитрофенол филтрланиб, 25 процентли сульфат кислота эритмасида (6 мл сувга 1 мл концентрланган сульфат кислота) эритилади. Активланган кўмир кукунидан қўшиб қайнатилади ва филтрланади. Филтрат музли сувда совитилса, *m*-нитрофенол сариқ кристаллар ҳосил қилади. Чўкма филтрланади ва ҳавода қуритилади. *m*-Нитрофенолнинг миқдори 1 г.

m-Нитрофенол — сариқ кристалл модда, сувда эрийди, спиртда, эфирда, бензолда осон эрийди. Молекуляр массаси 139,12; суққланиш температураси $96-97^{\circ}\text{C}$; қайнаш температураси 194°C (70 мм сим. уст.); d_4^{20} 1,485.

83. Йодбензол



Реактивлар. 9,1 мл янги ҳайдалган анилин, 25 мл хлорид кислота ($d=1,19$), 8 г натрий нитрит, 20 г калий йодид, натрий гидроксид, кальций хлорид, мочевина.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

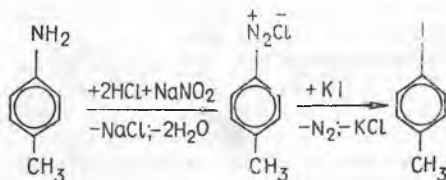
30 мл сифимли стаканда 25 мл концентрланган хлорид кислота 25 мл сув билан аралаштирилади ва ҳосил бўлган эритмага 9,1 мл анилин қўшилади. Аралашмани музли сув ҳаммомига қўйиб, 5—10°C гача совитилади ва аралаштириб турган ҳолда оз-оздан 8 г натрий нитритнинг 20 мл сувдаги эритмаси томизилади. Диазотирлаш реакциясининг ниҳоясига етганлиги йодкрахмалли қоғоз билан эркин нитрит кислотага тажриба қилиб аниқланади (163-бетдаги фенол олиш усулида батафсил кўрсатилган). Натрий нитрит эритмаси қўйилиб бўлгач аралашма яна 1 соат давомида совитиб туриб аралаштирилади. Олинган диазоний тузи эритмасини 500 мл сифимли туби юмалоқ колбага солиб, ундаги ортиқча нитрит кислота қуруқ мочевина ёрдамида йўқотилади (газларнинг ажралиши тўхтагунча мочевина қўшилади). 20 г калий йодиднинг 25 мл сувдаги эритмаси совитилиб қўшилади ва аралашма 1 соат қолдирилади. Сўнгра реакция аралашмага кучли ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча натрий гидроксиднинг концентрланган эритмасидан қўшилади ва йодбензол сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Совитгичдан мойсимон томчилар силжиб чиқиши тўхтамагунча ҳайдаш давом эттирилади. Йиғгичдаги дистиллят ажратгич воронкага қўйилади ва пастки қават — йодбензол конуссимон кичик колбага солинади. Олинган маҳсулот оч-сарик рангда бўлиши керак, агар у қўнғир рангли бўлса (эркин йод борлигини билдиради), оз миқдор натрий сульфит ёки натрий гидросульфит билан чайқатилиб, пастки қават қайтадан ажратиб олинади. Йодбензол кальций хлорид билан қуриштирилади ва кичикроқ Вюрц колбачасидан ҳайдалиб, 185—190°C да қайнайдиған фракция йиғилади. Йодбензолнинг миқдори 16 г.

Йодбензол ўзига хос ҳидли суюқлик, сувда эримайди, спиртда ва эфирда яхши эрийди. Молекуляр массаси 204,01; қайнаш температураси 188,45°C; суюқланиш температураси — 31,35°C; d_4^{15} 1,8382; n_D^{18} 1,6213.

Сифат реакцияси. Бейльштейн намунаси (77-бет).

сифат реакцияси

84. *n*-Йодтолуол



Реактивлар. 4,72 г *p*-толуидин, 12,5 мл хлорид кислота ($d=1,19$), 3,2 г натрий нитрит, 10 г калий йодид, натрий гидроксид, мочевина, кальций хлорид, диэтил эфир.

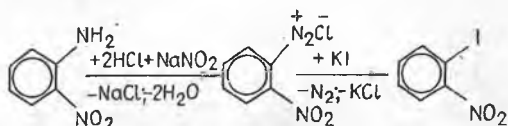
Иш мўрили шкафта бажарилади!

100—150 мл сифимли стаканда 12,5 мл концентрланган хлорид кислота, 25 мл сув ва 4,72 г *p*-толуидин аралаштирилади. Эритма музли сувда 2—3°C гача совитилади, кейин стаканга бир неча бўлак муз солиб, шиша таёқча ёрдамида аралаштирилади ва эҳтиётлик билан 3,2 г натрий нитритнинг 20 мл сувдаги эритмаси қўйилади, бунда реакция аралашманинг температураси 5°C дан ошмаслиги керак. Ҳосил қилинган диазоний тузи эритмаси 15 минут қолдирилади. Сўнгра нитрит кислотанинг ортиқчаси мочевина билан йўқотилади (газлар ажралиб чиқиши тўхтагунча) ва стаканга 10 г калий йодиднинг 15 мл сувдаги эритмаси совитиб қўйилади. Реакцион аралашма 500 мл сифимли, туби юмалоқ колбага қўйилиб, қайтарма совитгич билан 15 минут қиздирилади, сўнгра концентрланган натрий гидроксид эритмасидан қўшиб (15 мл га яқин) кучли ишқорий муҳит ҳосил қилинади ва *p*-йодтолуол сув буғи билан ҳайдаб олинади (33-расм). Дистиллат 2—3 марта эфир билан экстракция қилинади, эфирли эритма кальций хлорид билан қуригилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдалади (29-расм). *p*-Йодтолуолни ҳаво совитгичи ўрнатилган асбобда ҳайдаб, 207—210°C да қайнайдиған фракцияси йиғиб олинади. *p*-Йодтолуолнинг миқдори 9 г. Бу маҳсулот узоқ туриш натижасида кристалланиб қолади.

p-Йодтолуол (*p*-толил йодид) — кристалл модда, сувда эримайди, спиртда, эфирда, углевод сульфидда осон эрийди. Молекуляр массаси 218,04; суюқланиш температураси 36—37°C; қайнаш температураси 211,5°C.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бет).

85. *o*- Нитройдбензол



Реактивлар. 6,5 г *o*- нитроанилин, хлорид кислота ($d=1,19$), 4 г натрий нитрит, 9,3 г калий йодид, мочевиња.

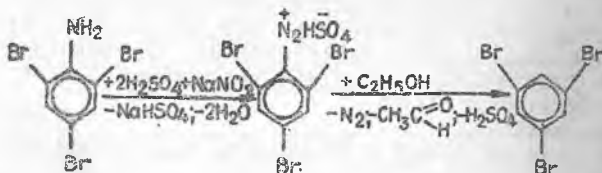
Иш мўрили шкафда бажарилади!

100 мл сизимли стаканда 100 мл сув, 10 мл концентрланган хлорид кислота ва 6,5 г *o*- нитроанилини аралаштириб туриб, модда эригунча қиздириш керак. Аралаштиришни тўхтатмай эритма хона температурасигача совитилади. Бунда майда кристаллсимон қўнғир рангли чўкма ҳосил бўлади. Реакцион аралашмага 15 г муз солиб, музли сув ҳаммомда 0°C гача совитилади. Аралаштириб турган ҳолда аста-секин 4 г натрий нитритнинг 7—10 мл сувдаги эритмаси қўшилади, бунда реакция аралашманинг температураси 5°C дан ортмаслиги керак. 30 минутдан сўнг олинган диазоний тузи эритмасига газлар ажралиб чиқиши тўхтагунча мочевиња қўшилади. Сўнгра эритма филтрланади ва филтратга аралаштириб туриб 9,3 г калий йодиднинг 12,5 мл сувдаги эритмаси совитиб қўшилади. Бунда реакция шиддатли бориб эркин азот ажралиб чиқади ва тўқ-қўнғир чўкма ҳосил бўлади. Реакция тугагач чўкма филтрланади, филтлда калий йодиднинг тўйинган қайноқ эритмаси (бунда чўкма сарғиш тусга киради) сув билан ювилади ва ҳавода қурилади. *o*- Нитройдбензолнинг миқдори 10 г.

o- Нитройдбензол қаттиқ модда, сувда эримайди, қайноқ спиртда эрийди, эфирда осон эрийди. Молекуляр массаси 249,02; суюқланиш температураси 54°C ; қайнаш температураси 289°C (729 мм сим. уст.); d^{20}_4 1,883

Сифат реакцияси. *Бейльштейн намунаси* (77-бет).

86. *смм*- Трибромбензол



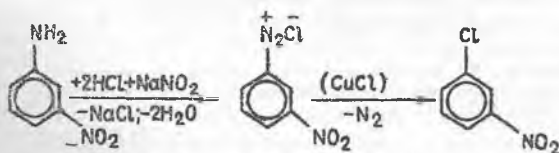
Реактивлар. 2 г триброманилин, сульфат кислота ($d=1,84$), 0,8 г натрий нитрит, сувсиз бензол (65-бетга қаранг), абсолют этил спирт (62-бетга қаранг), барий хлорид.

50 мл сифимли туби юмалоқ колбада 2 г қуруқ триброманилин 15 мл абсолют спирт билан 5 мл сувсиз бензол аралашмасида эритилади. Устига 1 мл концентранган сульфат кислота қуйиб, реакция аралашма совитгич билан сув ҳаммомида чўкма эригунча қиздирилади. Сўнгра колбага 0,8 г натрий нитрит аста-секин қўшилади. Бунда реакция шиддатли боради. Колба сув ҳаммомида эҳтиётлик билан 30 минут давомида қиздирилади. Аралашма совиганида трибромбензол ва натрий сульфат чўкмага тушади. Чўкма филтрланади ва филтрда сув билан SO_4^{2-} иони қолмагунча ювилади (барий хлорид билан текшириб кўрилади). Ювилган чўкма шиша пробка билан сиқилади, ҳавода қуритилади ва активлантирилган кўмир қўшилган спиртда қайтадан кристаллантирилади. Трибромбензолнинг миқдори 0,5 г.

симм-Трибромбензол — қаттиқ модда, сувда эримайди, қайноқ спиртда, эфирда эрийди. Молекуляр массаси 314,83; суюқланиш температураси 122°C ; қайнаш температураси 271°C .

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бет).

87. *m*- Нитрохлорбензол



Реактивлар. 13,8 г *m*-нитроанилин, хлорид кислота (*d*-1,19), 7,5 г натрий нитрит, мис (I)-хлорид бевосита тажриба олдида тайёрланади (231-бетга қараңг), натрий гидроксид (10 процентли эритмаси), бензол, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

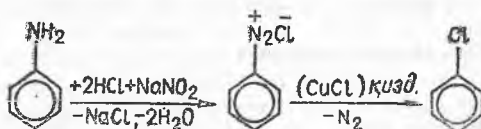
13,8 г *m*-нитроанилин 40 мл концентранган хлорид кислота ва 25 мл сув аралашмасида 300 мл сифимли стаканда қиздириб туриб эритилади. Эритма музли сув ҳаммомида яхшилаб совитилади ва температурани 1°C атрофида сақлаб туриб, аралашмани чайқатиб, унга аста-секин олдиндан совитилган 7,5 г натрий нитритнинг 20 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Диазотирлаш реакциясининг тугани йод-крахмалли қоғоз билан текширилади (батафсилроқ 162-бетдаги фенол синтезидан қараңг). Ҳосил бўлган чўкма филтрланади. Филтрат аралаштириб турилган ҳолда 500 мл сифимли колбага солинган мис (I)-хлориднинг совитилган суспензиясига қуйилади. Реакцион аралашма вақт-вақти билан 1 соат давомида аралаштириб турилади. Сўнгра колбага қайтарма совитгич улаб, сув ҳаммомида $40-50^\circ\text{C}$ да азот ажралмай қолгунча қиздирилади. Колба совигандан кейин суюқлик чўкмадан (декантация усули бўйича) ажратилади ва

50 мл бензол билан ишланади. Бензол эритмаси ажратгич воронкада сув, натрий гидроксиднинг суолтирилган эритмаси ва яна сув билан ювилади, сўнгра кальций хлорид билан қуритилади. Бензол ҳайдалиб бўлгач, қолган қолдиқ вакуумда ҳайдалиб (35-расм), 124—125°C да (18 мм сим. уст.) қайнайдиган фракция йигилади. *m*-Нитрохлорбензолнинг миқдори 10 г.

m-Нитрохлорбензол — оч-сариқ рангли қаттиқ модда, сувда эрмайди, спиртда, эфирда, хлороформда, бензол, сирка кислоталарда эрийди. Молекуляр массаси 157,51; суюқланиш температураси 44,4°C; қайнаш температураси 124—125°C (18 мм сим. уст.); d^{50}_4 1,343.

Сифат реакцияси. *Бейльштейн намунаси* (77-бетга қаранг).

88. Хлорбензол



Реактивлар. 9,1 мл янги ҳайдалган анилин, хлорид кислота ($d=1,19$), 7,5 г натрий нитрит, мис (I)-хлорид бевосита тажрибадан олдин тайёрланади (231-бетга қаранг), натрий гидроксид (5 процентли эритмаси), кальций хлорид.

Иш мўрили шкафада бажарилади!

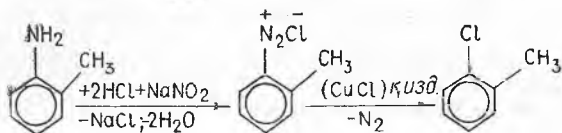
300 мл сифимли стаканда 9,1 мл анилин 25 мл концентрланган хлорид кислотанинг 25 мл сувдаги эритмасида эритилади. Реакцион аралашма музли сув ҳаммомида совитилади. Унга чайқатиб турган ҳолда аста-секин 7,5 г натрий нитритнинг 15 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Натрий нитритни шундай тезликда қўшиш керакки, реакцион аралашманинг температураси 5°C дан кўтарилмасин. Диазотирлаш реакциясининг тугаганлиги йодкрахмал қозғ ёрдамида текширилади (батафсил 162-бетдаги фенол синтезига қаранг). Ҳосил қилинган диазоний тузи эритмаси 500 мл сифимли туби ясси колбага соливиб совитилган мис (I)-хлорид суспензиясига қуйилади.

Реакцион аралашма вақт-вақти билан бир соат аралаштириб турган ҳолда қолдирилади. Сўнгра колбага қайтарма совитгич уланади ва азот ажралиб чиқиши тугагунча сув ҳаммомида 40—50°C гача қиздирилади. Хлорбензол сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Дистиллат ажратгич воронкага қуйилиб, сувли қаватдан ажратилади, натрий гидроксиднинг суолтирилган эритмаси, сўнгра сув билан ювилади. Кальций хлорид билан қуритилади ва кичик ҳажмли Вюрц колбасида ҳайдалади. 127—131°C да қайнайдиган фракция йигилади. Хлорбензолнинг миқдори 6 г.

Хлорбензол-сууюқлик, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда, хлороформда ва бензолда эрийди. Молекуляр массаси 112,56; қайнаш температураси 132,1°С; сууюқланиш температураси —45,2°С; d_4^{20} 1,107; n_D^{20} 1,5248.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Бейльштейн намунаси* (77-бет).

89. *o*- ва *n*- Хлортолуол



Реактивлар. 10,7 г *o*-толуидин, хлорид кислота (28 процентли эритмаси) (d —1,14), сульфат кислота (d —1,84), 7 г натрий нитрит, мис (I)-хлорид бевосита тажрибадан олдин тайёрланади, кальций хлорид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

***o*-Хлортолуолнинг олиниши.** Мис (I) хлорид 231-бетдаги иловада кўрсатилган миқдорда олинади. Чўкма декантация йўли билан ювилади ва 50 мл 28 процентли хлорид кислотада эритилади.

Механикавий аралаштиргич билан жиҳозланган 300 мл сифмли стаканда 10,7 мл *n*-толуидин 45 мл 28 процентли хлорид кислотада эритилади. Аралашмага 25 г майдаланган муз қўшиб, 0°С гача совитилади (бунда *o*-толуодиннинг хлоргидрати майда чўкма ҳолида чўкади). Сўнгра механикавий аралаштиргич ёрдамида совитилган суспензияга 7 г натрий нитритнинг 20 мл сувдаги эритмаси аста-секин қўшилади. Диазотирлаш реакцияси оз-оздан муз ташлаб турилган ҳолда 0—5°С температурада 15 минут давомида олиб борилади. Диазотирлаш реакциясининг тугаганлиги йод-крахмалли қоғоз ёрдамида текшириб турилади (батафсил 162-бетдаги фенол синтезига қаранг). Ҳосил қилинган diazonий тузи эритмасини аралаштиргич билан аралаштириб туриб, совитилган мис (I)-хлорид эритмасига қўйилади. Реакцион аралашма хона температурасида 2—3 соат аралаштирилади. Сўнгра аралашма 500 мл сифмли, тубли юмалоқ қолбага қўйилиб, азот ажралмай қолгунча сув ҳаммонида 60°С гача қиздирилади. Ҳосил бўлган *o*-хлортолуол сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Дистиллат ажратгич воронкага қўйилади, сувдан ажратилади, концентрланган сульфат кислота билан (кресол ва азобирикмаларни йўқотиш мақсадида) ювилади. Сўнгра сув билан ювилади, кальций хлорид билан қуригилади, ҳайдалади, 158—159°С да қайнайдиған фракция йиғилади. *o*-Хлортолуолнинг миқдори 6 г.

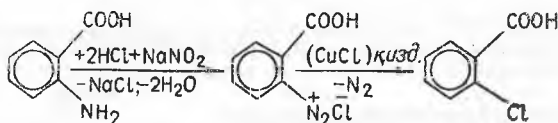
n-Хлортолуолнинг олиниши. *n*-Хлортолуол худди юқоридаги усул билан *n*-толуидиндан олинади. Унинг миқдори назарий миқдорига нисбатан 50 процентни ташкил қилади.

o-Хлортолуол суюқлик, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда, бензолда, хлороформда эрийди. Молекуляр массаси 126,59; қайнаш температураси 159°C; d_4^{20} 1,0817; n_D^{20} 1,5238.

n-Хлортолуол — суюқлик, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда, бензолда, хлороформда эрийди. Қайнаш температураси 162°C; d_4^{20} 1,070.

Сифат реакцияси. Бейльштейн намунаси (77-бет).

90. *o*-Хлорбензой кислота



Реактивлар. 13,7 г антранил кислота, хлорид кислота ($d=1,19$), 8 г натрий нитрит, натрий карбонат, мис (I)-хлорид (тайёрланишини 231-бетдан кўринг).

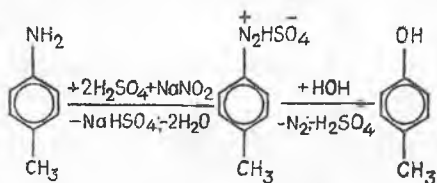
Иш мўрили шкафда бажарилади!

300 мл сифимли, механикавий аралаштиргич билан жиҳозланган стаканда 13,7 г антранил кислота, 40 мл сув, 28 мл концентранган хлорид кислота ва 20 г муз аралаштирилади. Сўнг тўхтатмай аралаштириб ва ташқи томондан тузли муз билан совитиб турган ҳолда 8 г натрий нитритнинг 40 мл сувдаги эритмаси аста-секин қўшилади. Ҳосил бўлган диазоний тузининг рангсиз эритмаси оз-оздан совитилган мис (I) хлориднинг эритмаси устига қуйилади. Азот ажралиб чиқади ва *o*-хлорбензой кислота ҳосил бўлади. Азот ажралиб чиқиши тўхтагач, чўкма филтрланади ва филтрда совуқ сув билан ювилади. Олинган маҳсулотни тозалаш учун у суюлтирилган сода эритмасида эритилади ва 10 процентли хлорид кислота (кислотали муҳит ҳосия бўлгунча) қўшилса, майда кристалл ҳолида *o*-хлорбензой кислота чўкмага тушади, *o*-хлорбензой кислотанинг миқдори 10 г.

o-Хлорбензой кислота — оқ кристалл модда, қайноқ сувда эрийди. Спиртда, эфирда осон эрийди. Молекуляр массаси 156,57; суюқланиш температураси 141—142°C; сублиматланади.

Сифат реакцияси. Бейльштейн намунаси (77-бет).

91. *n*-Бромтолуол



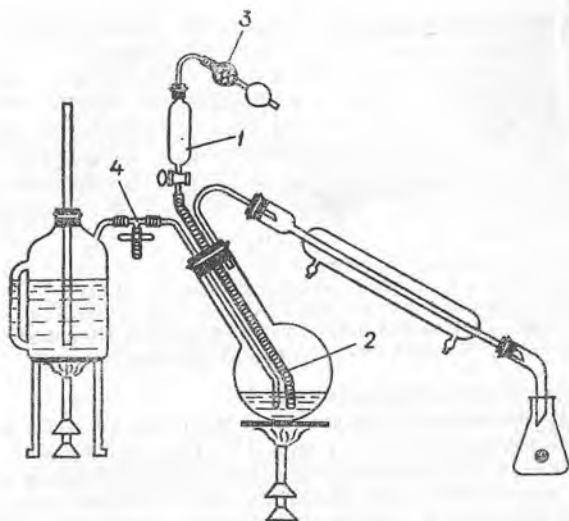
Реактивлар. 10,8 г *n*-толуидин, сульфат кислота ($d = 1,84$), 6,5 г мис сульфат $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 2 г мис (олиш усулдани 231-бетдан қаранг), 25,5 г натрий бромид ($\text{NaBr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 7,5 г натрий нитрит, натрий гидроксид (10 процентли эритмаси), кальций хлорид, қуруқ мочевина, натрий сульфит.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Мис (I)-бромидни тайёрлаш. 500 мл сифимли, туби юмалоқ колбага 6,5 г мис сульфат, 2 г мис, 15,5 г натрий бромид, 1,7 мл концентранган сульфат кислота, 100 мл сув солинадни ва қайтарма совитгич билан жиҳозланган колба асбест тўр устида аралашма қайнагунча қиздирилади. Эритма оч сариқ тусга киргунча қиздириш давом эттирилади. Қайтарилиш реакциясини тезлатиш мақсадида аралашмага 2–2,5 г натрий сульфитнинг сувдаги эритмаси қуйилади.

Диазоний тузи эритмасини тайёрлаш. 300 мл сифимли стакани музли сув билан совитиб туриб, унда 10,7 г *n*-толуидин 10,5 мл концентранган сульфат кислота билан 100 мл сув аралашмасида эритилади. Эритмани 20°C дан паст температурагача совитиб, унга чайқатиб туриб, оз-оздан 7,5 г натрий нитритнинг 15 мл сувдаги эритмаси совитиб томизилади. Диазотирлаш реакциясининг ниҳоясига етганлиги йод-крахмалли қоғоз билан текширилади (тўлароқ 162-бетдаги фенол синтезига қаранг). Диазоний тузи эритмаси 1 соат совуқда қолдирилади, сўнгра нитрит кислотанинг ортиб қолган миқдори газ ажралиб чиқиши тугагунча қуруқ мочевина қўшиш орқали йўқотилади.

***n*-Бромтолуолнинг олиниши.** Мис бромид солинган колба томизгич воронка, оқими пастга қия қилиб ўрнатилган совитгич ва колбани тубигача етадиган буғ ўтказувчи най билан жиҳозланади (59-расм). Сўнгра мис (I)-бромид эритмаси қайнагунча қиздирилади ва томизгич воронкадан оз-оздан диазоний тузининг эритмаси қўшилади (ҳайдаш вақтида диазобирикманинг асосий қисми музли сув билан совитиб турилган стаканда бўлиши керак). Шу билан бирга аралашмага сув буғи юборилади. *n*-Бромтолуол билан қўшимча маҳсулот сифатида ҳосил бўлган *n*-крезол аралашмаси рангли мойсимон суюқлик ҳолида сув буғи билан ҳайдалади. Дистиллатга натрий гидроксиднинг суолтирилган эритмасини қўшиб, ишқорий муҳитга келтирилади. *n*-Бромтолуол сувли эритмадан ажратилади, кальций хлорид би-



59- расм. *p*- Бромтолуол олинадиган асбоб:

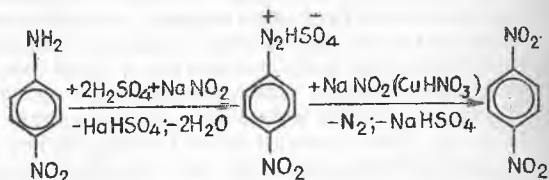
1 — диазэритма учун тэмизгич воронка; 2 — термоизоляция учун каучук найга киритилган шиша най; 3 — резина «груша»; 4 — буғанинг юборилишни бошқариш учун шиша тройник.

лан қуриилади ва қисқа ҳаво совитгичи билан жиҳозланган асбобда ҳайдалиб, 183—185°C атрофида қайнайдиган фракция йиғилади.

p- Бромтолуолнинг миқдори 8,5 г. Рангсиз модда олиш учун *p*- бромтолуол ҳайдалишидан аввал концентрланган сульфат кислота билан ювилиши керак. *p*- Бромтолуол қаттиқ модда, сувда эримайди, спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 171,04; суюқланиш температураси 28,5°C; қайнаш температураси 184—185°C; d^{20}_4 1,390.

Сифат реакцияси. Бейльштейн намунаси (77- бет).

92. *p*- Динитробензол



Реактивлар. 3,5 г *p*-нитроанилин, 11,5 г натрий нитрит, 7 г мис (олин-
шини 231-бетдан қаранг), сульфат кислота ($d=1,84$), нитрат кислота (63 про-
центли эритмаси).

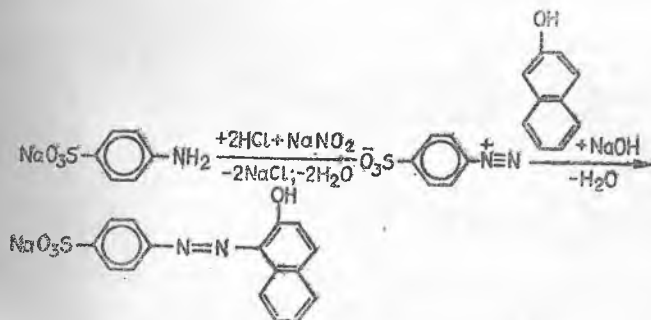
Иш мўрили шкафта бажарилади!

300 мл сифимли стаканда 11,5 г натрий нитрит 30 мл сувда эритилади. Унга 7 г кукуи ҳолидаги мис қўшиб, аралаштириб турилган ҳолда сув ҳаммомида 60°C да қиздирилади. Сўнгра оздан аралаштиргич ёрдамида аралаштириб туриб, 3,5 г *p*-нитроанилиннинг суюлтирилган сульфат кислотадаги эритмаси (30 мл сув ва 6 мл концентрланган сульфат кислота) қўшилади. *p*-Нитроанилин кислотада тўлиқ эриши керак. *p*-Нитроанилин эритмасининг ҳар бир порцияси қўшилганда реакция аралашма кўпиклашади. Шунинг учун *p*-нитроанилин эритмаси 2,5—3 соат давомида қўшилади ва реакциянинг температураси $60\text{—}70^{\circ}\text{C}$ да сақланади. Сўнгра аралаштиришни давом эттириб, аралашма хона температурасигача совитилади, газлар ажрала бошлагунча нитрат кислота билан оксидланади ва сув буғи билан ҳайдаб 1,5—2 л дистиллат йиғилади. Дистиллат совитилганда *p*-динитробензолнинг кристаллари чўкмага тушади, улар Бюхнер воронкасида фильтраб олинади. *p*-Динитробензолнинг миқдори 2—2,5 г.

p-Динитробензол — кристалл модда, иссиқ сувда қийин эрийди, бензолда, иситилган спиртда ва эфирда эрийди. Молекуляр массаси 168,11; қайнаш температураси $173\text{—}174^{\circ}\text{C}$; d^{18}_4 1,625.

ДИАЗОБИРИКМАЛАРНИНГ АЗОТ АЖРАЛМАСДАН БОРАДИГАН РЕАКЦИЯЛАРИ (АЗОБУЁҚЛАР ОЛИШ)

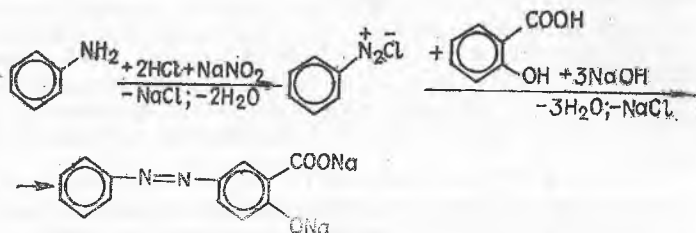
93. β -Нафтолоранж



Реактивлар. 2,5 г сульфанил кислота, 1 г натрий нитрит, 1,8 г β -нафтол, натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси, хлорид кислотанинг 2 н. эритмаси, ош тузи.

қўшиб, эригунча қиздирилади ва филтрланади. Секин совитилганда филтратдан бўёқ кристалланади. У филтрланади ва 30—40°С да қурилади. Барқарор қизил бўёқнинг миқдори 1 г.

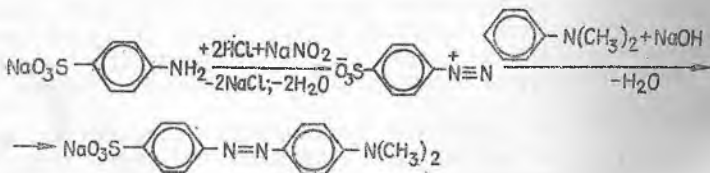
96. Фенилазосалицил кислота (4-окси-3-карбоксивазобензол)



Реактивлар. 9,1 г анилин, хлорид кислота ($d=1,19$), 7 г натрий нитрит, 13,8 г салицил кислота, натрий гидроксид (36 процентли эритмаси), натрий карбонат.

Аралаштиргич билан жиҳозланган 200 мл сифимли стаканда 9,1 мл анилин 22,5 мл концентранган хлорид кислота билан 22,5 мл сув аралашмасида эритилади. Эритма музли сув ҳаммомида 0°С гача совитилади. Унга аралаштириб турган ҳолда аста-секин совитилган 7 г натрий нитритнинг 20 мл сувдаги эритмаси қўйилади. Диазотирлаш реакциясининг тугаши йодкрахмалли қоғоз билан аниқланади (162-бет). Диазотирлаш реакцияси ниҳоясига етгандан 10 мин кейин хлорид кислотанинг ортқча миқдорини йўқотиш мақсадида унга аста-секин 2 г натрий карбонат қўшилади. Шундан сўнг эритма конго бўйича кучсиз кислотали муҳитни кўрсатиши керак. 13,8 г салицил кислотани ўювчи натрийнинг 36 процентли эритмасидан 16,5 мл ва унга 1 г натрий карбонат қўшилган 35 мл сувдаги аралашмасини 0°С гача совитиб, аралаштириб турган ҳолда қўшилади. 2 соатдан сўнг ҳосил бўлган чўкма Бюхнер воронкасида филтрланади. Унинг миқдори 12—13 г.

97. Гелиантин



Реактивлар. 2,5 г сульфанил кислота, 1,5 мл янги тайёрланган диметиланилин, натрий гидроксиднинг 2 н. эритмаси, хлорид кислотанинг 2 н. эритмаси.

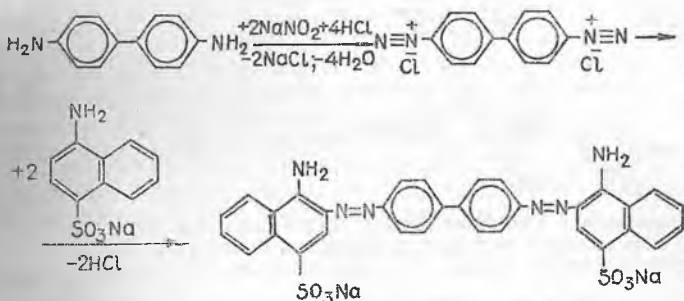
Сульфанил кислотанинг диазотирлаш реакцияси ҳам β-нафтолоранж олиш усули билан олиб борилади (175-бет).

Кичкина стаканда 1,5 мл диметиланилин 6,5 мл хлорид кислотанинг 2 н. эритмасида эритилади (диметиланилин бутунлай эриб кетиши керак — эритма устидаги мойсимон қаватнинг йўқолиши шундан дарак беради). Ҳосил бўлган эритма музли сувда совитилади ва аралаштириб турилган ҳолда унга 200 мл сиғимли стакандаги *p*-диазобензолсульфокислота қўйилади. 5—10 минутдан сўнг қизил рангли бўёқнинг кислота таъсирига чидамли тури — қуюқ паста ҳосил бўлади. Бўёқнинг натрийли тузини ҳосил қилиш учун пастага ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча натрий гидроксиднинг 2 н. эритмасидан қўшиб, яхшилаб аралаштирилади ва қайнагунча қиздирилади. Бунда бўёқнинг асосий қисми эритмага ўтади. Аралашма музли сувда совитилади. Маълум вақт ўтгач бўёқнинг тўқ сариқ жигар ранг япроқчалар шаклидаги натрийли тузи ҳосил бўлади. 1,5—2 соатдан сўнг чўкма филтрланади ва 30—40°С да қуритилади. Гелиантиннинг миқдори 4,5 г. Маҳсулотни оз миқдордаги сувдан қайта кристаллантириш мумкин.

Гелиантин (метилоранж, 4-диаметиламиноазобензол-4-сульфокислотанинг натрийли тузи) — тўқ-сарик (жигар рангда ҳам бўлиши мумкин) рангли кристалл модда, қайноқ сувда осон эрийди, спиртда эримайди. Молекуляр массаси 327,34.

Гелиантин кенг қўлланиладиган кислота-ишқорий рангли индикаторлардан биридир. Гелиантин ишқорий муҳитда сариқ рангли, нейтрал муҳитда тўқ-сарик ва кислотали муҳитда қизил рангли бўлади. Рангнинг ўтиш интервали $pH=3,0$ дан 4,4 гача (қизилдан тўқ-сарикқача).

98. Қизил конго



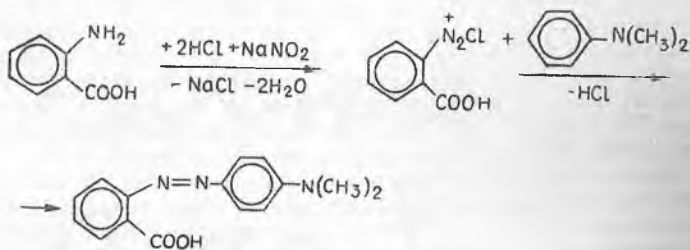
Реактивлар. 0,46 г бензидин, 1,6 г натрий нафтионат, 0,36 г натрий нитрит, хлорид кислота ($d=1,19$), натрий ацетат, натрий хлорид (20 процентли эритмаси), 2 н. натрий карбонат эритмаси.

0,46 г бензидин кичикроқ стаканда 10 мл сув билан суялтирилган 1,2 мл концентрланган хлорид кислотада қиздириб (70—

80°C гача) эритилади. Аралашмага яна 15 мл сув қўшиб, тиниқ эритма 2—3°C гача совитилади. (Агар эритма тиниқ бўлмаса, у тезда филтрланади, шундан кейин яна совитилади.) Сўнгра эритма аралаштириб турган ҳолда (1 минут давомида) 0,36 г натрий нитритнинг 2 мл сувдаги эритмасида диазотирланади. Диазотирлаш реакциясининг ниҳоясига етганлиги йод-крахмалли қоғоз билан аниқланади (162-бет). Ҳосил қилинган диазоэритма 5 мин тургандан сўнг, унга чайқатиб турган ҳолда аста-секин олдиндан совитилган 1,6 г натрий ацетат ва 2 г натрий ацетатнинг 25 мл сувдаги эритмаси қўйилади. Бундан олинган намуна 10 процентли хлорид кислота билан қиздирилганда азот пуфакчалари ажралиб чиқмаса, бўёқнинг кўк-қора чўкмаси 2 н. натрий карбонат эритмаси билан қўшиб қиздирилади. Бўёқнинг натрийли тузи қизил эритмаси филтрланади ва филтратга озроқ натрий хлорид қўйилади. Ҳосил бўлган чўкма филтрланади ва филтлда 20 процентли натрий хлорид эритмаси билан ювилади. Бўёқнинг натрийли тузи миқдори 1,7 г. Бўёқнинг натрийли тузини 10 процентли хлорид кислота эритмаси билан қиздириб кўк рангли кислотани чўктириш мумкин.

Қизил конго (дифенилбисазонафтион кислотанинг динатрий тузи) — қизғиш-жигар ранг тусли порошок, органик эритувчиларда эримайди, совуқ сувда қийин эрийди, қайноқ сувда қизил рангли эритма ҳосил қилиб осон эрийди. Молекуляр массаси 696,67. Кислота-ишқор индикатор сифатида ишлатилади. Рангининг ўтиш чегараси рН 3,0 дан 5,2 гача (кўк-бинафшадан қизилгача).

99. Метил қизил



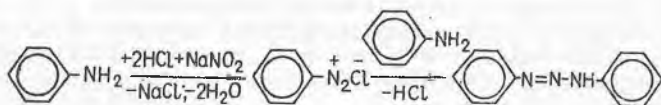
Реактивлар. 4 г антранил кислота, 3,2 мл диметиланилин, 2 г натрий нитрит, хлорид кислота (8 процентли эритмаси), натрий гидроксид (8 процентли эритмаси), натрий хлорид.

4 г антранил кислота 12,5 мл 8 процентли натрий гидроксид эритмасида стаканда эритилади ва унга 2 г натрий нитритнинг 25 мл сувдаги эритмаси қўйилади. Ҳосил бўлган эритма музли сувда 0°C гача совитилади, у бошқа стакандаги 12,5 мл 8 процентли хлорид кислота эритмасига аста-секин қўйилади. Диазоэритма 10—15 минут аралаштирилади ва 0—5°C гача совитил-

ган 3,2 мл диметиланилиннинг 25 мл 4 процентли хлорид кислотадаги эритмасига аралаштириб туриб қўйилади. Бир соатдан сўнг реакцион аралашмага ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча 8 процентли натрий гидроксид эритмасидан қўшилади. Одатда бунда бўёқнинг натрийли тузи чўкмага туша бошлайди (агар бу ҳол кузатилмаса, унга бир оз натрий хлорид қўшилади). 3—4 соатдан сўнг чўкма филтрланади ва 40°C да қуритилади. Бўёқ натрийли тузининг миқдори 4,5 г.

Метил қизил (*n*-диметиламиноазобензол-*o*-карбон кислота) — қизил бинафша рангли кристалл модда ёки қизил-қўнғир порошок, сувда қийин эрийди, қайноқ спиртда яхши эрийди. Молекуляр массаси 291,28. Кислота-ишқорли рангли индикатор сифатида ишлатилади. Рангининг ўтиш чегараси рН 4,2 дан 6,2 гача (қизилдан сариқ ранггача).

100. Диазоаминобензол

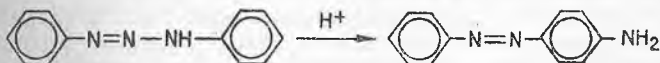


Реактивлар. 4,6 мл анилин, 1,75 г натрий нитрит, хлорид кислота (*d*—1,19), 12,5 г натрий ацетат, этил спирт.

200 мл сифимли стаканда 4,6 мл анилин 5 мл концентранган хлорид кислота ва 25 мл сувда эритилади. Музли сув билан совитиб турилган эритмага 25 г муз қўшилади ва чайқатиб турган ҳолда аста-секин 1,75 г натрий нитритнинг озроқ сувдаги эритмаси қўйилади. Реакцион аралашманинг температураси 5°C дан ошмаслиги керак. Диазотирлаш реакциясининг тугалланиши йод-крахмалли қоғоз билан текширилади (162-бет). Реакцион аралашма 15 мин (совитиб турилган ҳолда) қолдирилади ва сўнгра 12,5 г натрий ацетатнинг 50 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Ҳосил бўлган диазоаминобензол чўкмаси филтрланади, сув билан ювилади, сиқилади ва петролей эфирдан қайта кристаллантирилади. Диазоаминобензолнинг миқдори 6,5 г.

Диазоаминобензол — тўқ сариқ рангли кристалл модда, сувда эрмайди, қайноқ спиртда, эфирда, бензолда эрийди. Молекуляр массаси 197,24; суюқланиш температураси 98°C.

101. *n*-Аминоазобензол



Реактивлар. 2 г диазоаминобензол, 4,9 мл янги тайёрланган анилин, 1 г анилини хлорид (олинниси 231-бетда келтирилган), хлорид кислота (*d*—1,19), аммиак (25 процентли эритмаси), этил спирт, диэтил эфир.

78
72
188

102
35
197

n-Аминоазобензолнинг хлорид тузининг олиниши. Кичикроқ колбада 4,9 мл янги тайёрланган анилин билан 1 г кукун ҳолидаги қуруқ анилин хлорид тузи аралаштирилади. Сўнгра 2 г қуруқ диазоаминобензол қўшилади ва аралашма 30 минут тўхтовсиз аралаштириб турилган ҳолда (30°C да, термометр ҳаммомга туширилган) қиздирилади. Реакция тугагандан сўнгра анилин 24 мл 10 процентли хлорид кислотада эритилиб (18 мл сувдаги 6 мл концентрланган хлорид кислота) ажратиб олинади. Чўкмада қолган *n*-аминоазобензолнинг хлорид тузи филтрланади ва озроқ хлорид кислота қўшилган 100 марта ортиқ миқдордаги сувдан қайта кристаллантирилади. *n*-аминоазобензол хлорид тузининг миқдори 2 г.

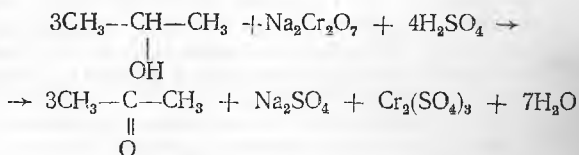
Эркин *n*-аминоазобензолнинг олиниши. 1 г *n*-аминоазобензолнинг хлорид тузи қиздирилиб, 10 мл этил спиртда эритилади ва эритмага тўқ-сарик тусга киргунча оз-оздан концентрланган аммиак эритмаси томизилади. Совитилганда *n*-аминоазобензолнинг тўқ-сарик рангли кристаллари чўкмага тушади.

n-Аминоазобензол — тўқ-сарик рангли кристалл модда, сувда эримайди, эфир, бензол, хлороформ ва қайноқ спиртда эрийдди. Молекуляр массаси 197,24; суюқланиш температураси 127°C.

ОКСИДЛАНИШ ВА ҚАЙТАРИЛИШ РЕАКЦИЯЛАРИ

Оксидланиш ва айтарилиш реакциялари 183-бетлардаги 14-жадвалда берилган.

102. Ацетон



Реактивлар. 20 мл изопропил спирт, 22 г натрий бихромат, сульфат кислота ($d=1,84$).

Икки шохли форштос орқали қайтарма совиткич ва томизгич воронка билан жиҳозланган 200 мл сифимли туби юмалоқ колбага (16-расм) 20 мл изопропил спирт қуйилади. Сўнгра кичикроқ стаканда 22 г натрий бихромат 60 мл сувда эритилади ва аста-секин 18 мл концентрланган сульфат кислота қуйилади. Ҳосил бўлган хромли аралашма томизгич воронкага солинади ва эҳтиётлик билан колбага оз-оздан (1—2 мл дан) қуйилади. Биринчи қисми қуйилгандаёқ шиддатли реакция бошланади ва колбадаги аралашма қайнай бошлайди. Кейинги қисмини қуйишдан аввал шиддатли бораётган реакциянинг бир оз секинла-

шишини кутиш керак. Хромли аралашманинг ҳамма қисми қўшиб бўлингандан сўнг колба қайнаб турган сув ҳаммомида 10 минут қиздирилади. Сўнг реакция аралашма совитилади, қайтарма совиткич оқими пастга қия қилиб ўрнатилган совитигча алмаштирилади ва сув ҳаммомида (29-расм) ацетон ҳайдалади. Олдиндан тарозида тортиб қўйилган колбачага 55–58°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Ацетоннинг миқдори 10 г га яқин.

Ацетон (диметилкетон, 2-пропанон) ўзига хос ҳидли, рангсиз, тиниқ суюқлик, сув билан ҳар қандай нисбатда аралашади. Молекуляр массаси 58,08; қайнаш температураси 56,24°C; d_4^{20} 0,7908; n_D^{20} 1,3590; суюқланиш температураси 95,35°C.

Сифат реакциялари. 1. *Карбонил группани аниқлаш.* Пробиркага 1 мл 2,4-динитрофенилгидразиннинг¹ хлорид кислотали тузи эритмаси қўйилади ва 1–2 томчи ацетон қўшилади. Ацетон 2,4-динитрофенилгидразоннинг сариқ чўкмаси ҳосил бўлади.

2. *Йодоформли намуна.* Пробиркадаги 2 мл сувга 2 томчи ацетон қўшиб чайқатилади, 1 мл йод эритмаси қўшилади ва кейин ранг йўқолгунича бир неча томчи ишқор эритмаси томизилади. Дарҳол ўзига хос ҳидли йодоформнинг сариқ чўкмаси ҳосил бўлади. Реакция жуда ҳам сезгир бўлиб, сувдаги ацетоннинг 0,04% ини ҳам аниқлашга имкон беради.

14-жадвал

Синтез номери	Модданинг номи	Маҳсулот миқдори (г)	Синтезининг давом этиш вақти (соат)	Эксперимент усуллари
---------------	----------------	----------------------	-------------------------------------	----------------------

Оксидланиш реакциялари

Иккиламчи спиртларнинг кетонларга оксидланиши

102	Ацетон	17	4	Ҳайдаш
103	Циклогексанон	10	18	Аралаштиргич, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
104	Бензофенон	9	6	Аралаштиргич, бензол билан экстракция қилиш, ҳайдаш
105	Дибензюил	4,2	6	Этанолдан қайта кристаллантириш

Альдегидларнинг оксидланиши

106	Қанд кислота (нордон каллийли тузи)	2	12	Сувдан қайта кристаллантириш
107	Пирозлия кислота	8	8	Аралаштиргич, бром билан ишлаш

¹ 2, 4-динитрофенилгидразин тайёрлашни 232-бетдан қаранг.

Синтез номери	Модданинг номи	Маҳсу- лот миқдо- ри (г)	Синтез- нинг давом этиш вақти (соат)	Эксперимент усуллари
------------------	----------------	-----------------------------------	---	----------------------

Ароматик ядроларнинг хинонга оксидланиши

108	<i>n</i> -Бензохинон (гидрохинон-дан)	9,5	4	Сув буғи билан ҳайдаш, ди-этил эфир билан экстракция қилиш Муз сирка кислотадан қай-та кристаллантириш
109	Толухинон	10	18	
110	Антрахинон	1	5	

Ароматик бирикмаларнинг ён занжирларини карбоксил гурппагача оксидланиши

111	Бензой кислота (толуол-дан)	1	12	Аралаштиргич, этанолдан қай-та кристаллантириш Бром билан ишлаш
112	<i>n</i> -Нитробензой кислота	9	8	
113	<i>n</i> -Толуил кислота	5	4	

Деструктив оксидланиши

114	Адипин кислота (циклогек-санолнинг нитрат кислота билан оксидланиши)	7	2	Сувдан қайта кристаллан-тириш
115	Азелаин кислота (рицинол кислотанинг оксидланиши)	4	7	Сувдан қайта кристаллан-тириш

Қайтарилш реакциялари

Карбонил гурппали бирикмаларнинг спиртларгача қайтарилши

116	2-Бутанол	6	4	Натрий метали билан иш-лаш, диэтил эфир билан экс-тракция қилиш, ҳайдаш Аралаштиргич, этанолдан қайта кристаллантириш Аралаштиргич, бензолдан қайта кристаллантириш
117	Бензгидрол	9	8	
118	Гидробензоин	4	6	

Ароматик альдегидларнинг оксидланиш-қайтарилш [диспропорционланиш—Кан-ниццаро реакцияси

119	Бензальдегиддан бензил спирт ва бензой кислота	4 ва 5	12	Диэтил эфир билан экс-тракция қилиш, ҳайдаш, сув-дан қайта кристаллантириш Карбонат ангидрид билан ишлаш, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш Аралаштиргич, ҳайдаш
120	Фурфурил спирт ва пирсо-лиз кислота	8 дан	8	
121	Бензил спирт	7,5	14	

Синтез номери. №, №	Модданинг номи	Маҳсулот миқдори (г)	Синтезнинг давом этиш вақти. (соат)	Эксперимент усуллари
---------------------	----------------	----------------------	-------------------------------------	----------------------

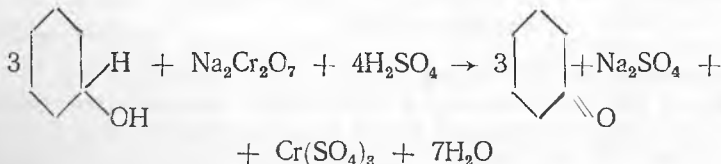
Ароматик нитробирикмалардаги нитрогруппанинг қайтарилиши

122	Азоксibenзол	5	6	Натрий метали билан ишлаш, сув буғи билан ҳайдаш, метанолдан қайта кристаллантириш
123	Анилин (нитробензолнинг қайтарилиши: а) темир билан, б) қалай билан	9 ва 12	10	Сув буғи билан экстракция қилиш, ҳайдаш
124	о-Аминофенол	9	6	Карбонат ангидрид билан ишлаш
125	м-Нитроанилин	5	10	Сувда қайта кристаллантириш
126	α-Нафтиламин	8	4	

Диазоний тузларининг қайтарилиши

127	Фенилгидразин (диазоний тузининг қалай (II) хлорид тузи ёрдамида қайтарилиши)	9	6	Диэтил эфир билан экстракция қилиш, вакуумда ҳайдаш
-----	---	---	---	---

103. Циклогексанон



Реактивлар. 12,5 г циклогексанол, 11,5 г натрий бихромат, 10,3 мл сульфат кислота (*d*—1,84), диэтил эфир, сувсизлантирилган калий карбонат, натрий сульфат.

Ишларда эҳтиёт бўлиш керак. Циклогексанол ўтга хавфли.

Аралаштиргич, томизгич воронка ва қайтарма совиткич билан жиҳозланган 500 мл сизимли туби юмалоқ уч оғизли колбага (48-расм) 12,5 г циклогексанол ва 15 мл диэтил эфир солинади. Колбадаги аралашма 10—12°C гача (термометр вақт-вақти билан томизгич воронка ўрнига ўрнатилиб, реакция аралашмага туширилади) совитилади. Шу билан бир вақтда 11,5 г натрий бихромат, 10,3 мл концентрланган сульфат кислота ва 125 мл сувдан иборат оксидловчи аралашма тайёрланади. Аралашма 4°C гача совитилади ва аста-секин томизгич воронка орқали аралаштириб турилган циклогексанол эритмасига қуйилади. Бунда реакция аралашманинг температураси 5°C дан ошмаслиги керак. Реакцион колба бир кеча қолдирилади. Сўнг-

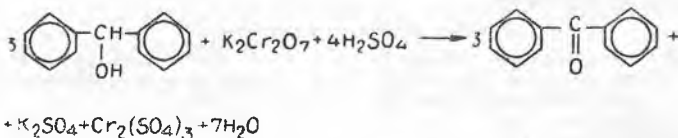
ра аралашма 3 соат хона температурасида аралаштирилади ва ажраткич воронкага қуйилади. Пастки (сувли) қават ажратилади ва 2—3 марта 25 мл дан эфир билан экстракция қилинади. Ҳамма эфирли эритмалар йиғилиб, сувсизлантирилган калий карбонат билан чайқатилади, филтрланади ва натрий сульфат билан қуритилади. Эфир ҳайдалиб бўлгач (29-расм) циклогексанон ҳайдалади. Циклогексаноннинг миқдори 10 г.

Циклогексанон — рангсиз суюқлик, сувда кам эрийди (100 мл сувга 10°C да 1,5 г), этанолда, эфирда эрийди. Молекуляр массаси 98,14; қайнаш температураси 155°C; 47°C (15 мм сим. уст.)

d_4^{20} 0,9478; n_D^{20} 1,4507; суюқланиш температураси — 45°C.

Сифат реакцияси 183-бетдаги «Ацетон» темасидаги 1-сифат реакциясига қаранг.

104. Бензофенон



Реактивлар. 10 г бензогидрол, 12 г калий бихромат, сульфат кислота ($d=1,84$), бензол, сувсиз калий карбонат.

Аралаштиргич, қайтарма совиткич ва термометр билан жиҳозланган 200 мл сигимли, уч оғизли туби юмалоқ колбага (48-расм) 12 г калий бихромат билан 6 мл концентрланган сульфат кислотанинг 60 мл сувдаги эритмасидан тайёрланган хромли аралашма қуйилади ва сув ҳаммомида 60°C гача қиздирилади. Колбанинг оғзидан термометрни олиб, аралаштириб турган ҳолда оз-оздан 10 г бензгидрол қўшилади. Сўнгра реакцион аралашма 1 соат давомида 50—60°C да аралаштирилади. Ажраткич воронкада совитилган аралашмадаги бензофенон 60 мл бензол билан экстракция қилинади. Бензол эритмаси сувсизлантирилган калий карбонат билан қуритилади, филтрланади ва сув ҳаммоми ёрдамида бензол секин ҳайдаб олинади. Колбада қолган бензофенон узун найчални Вюрц колбасидан совиткичсиз олдидан тортилган чинни косачага ҳайдалади.

Тоза ҳолдаги бензофенон олиш учун у лигроиндан (лигроиннинг қайнаш температураси 60—90°C) қайта кристаллантирилади. Бунинг учун колбачадаги бензофенонга лигроин қўшилади (1 г га 1,5 мл) ва қайнаб турган сув ҳаммомида қиздирилади. Сўнгра эритма лойқалангунча ва мой ажралгунча музли сувда совитилади. Кристалланиш бошлангандан сўнг эритма аралаштирилади ва яна қайта совитиш учун ҳаммомга туширилади. Аж-

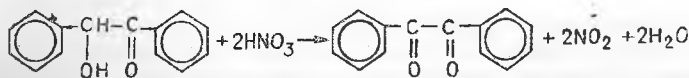
ралиб чиққан кристаллар филтрланади ва 30—40 мл муз билан совитилган лигроин ёрдамида сариқ рангли аралашмалардан ювилади. Эритма кристаллантирувчи кристаллни солмасдан секин совитилганда бензофеноннинг йирик кристаллари ҳосил бўлади. Бензофеноннинг суюқланиш температураси 48°C. Унинг миқдори 9 г.

Бензофенон (дифенилкетон) — оппоқ ялтироқ призма шаклидаги кристалл модда, ўзига хос ҳидга эга, сувда эримайди, хлороформда эрийди; қайнаш температураси 305°C; суюқланиш температураси 48°C; d_{40}^{20} 1,0976; n_D^{15} 1,5975; молекуляр массаси 182,8.

Одатда ҳайдашда бензофеноннинг лабиль формаси ҳосил бўлади. Ҳайдаш вақтида у суюқликдир. Идиш деворига ишқаланганда ёки стабил формадаги кристаллдан солинганда суюқлик тезда қотади.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Бензофеноннинг бир неча кристаллчалари спирт билан аралаштирилиб, суспензия ҳосил қилинади ва аралашма қайнагунча иситилади. Сўнгра совиган аралашмага эҳтиётлик билан тахминан 0,05 г металл ҳолидаги натрий солинади ва бир оз қиздирилади. Бензофенондан ҳосил бўлган бензогидрол эритмани тўқ-қўқ рангга бўйяди.

105. Дибензоил (бензил)



Реактивлар. 4,5 г бензоин, нитрат кислота ($d=1,40^1$), сирка кислота, этил спирт.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Қайтарма совиткич уланган 100 мл сифимли, туби юмалоқ колбада 20 мл сирка кислота 10 мл концентрланган нитрат кислота билан аралаштирилади. Аралашмага 4,5 г бензоин қўшиб, 2 соат сув ҳаммомида қайнатилади. Бензоиннинг оксидланиш процессида азот оксидлари ажралиб чиқади. Оксидланиш реакцияси тамом бўлгандан сўнг реакцион аралашма хона температурасигача совитилади, уни чайқатиб туриб, ичида 75 мл суви бор стаканга қўйилади ва охири музли ҳаммомга жойлаштирилади. Ҳосил бўлган оч-сариқ рангли дибензоил кристаллари филтрланади ва спиртдан қайта кристаллантирилади. Дибензоилнинг миқдори 4,2 г.

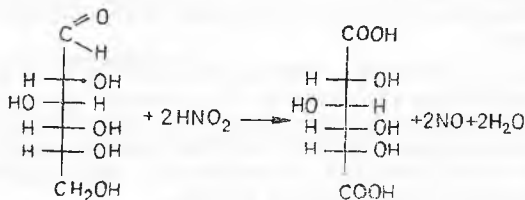
Дибензоил (бензил) — оч сариқ рангли кристалл модда, этил спиртдан ромбик игна шаклида кристалланади, қайнаш темпе-

¹ Зичлиги 1,4 бўлган кислота концентрланган нитрат кислота ($d=1,32$) ни туговчи кислота билан аралаштириб тайёрланади. Компонентларнинг миқдори «крест» қондаси билан аниқланади.

ратураси 348°C; 188°C (12 мм сим. уст.), суюқланиш температураси 95°C; спиртда, углерод сульфидда эрийди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 210,24.

Сифат реакцияси. Бензилнинг бир неча дончаси пробиркада 3 томчи концентрланган сульфат кислота билан эритилади ёки суспензия ҳосил қилинади ва икки томчи 0,3 процентли тиофеннинг бензолдаги эритмаси қўшилади. Конденсатланиш реакцияси натижасида дарҳол ёки тахминан 15 минутдан кейин бинафша ранг ҳосил бўлади (индофенин учун намуна).

106. Шакар кислота



Реактивлар. 5,4 г глюкоза, нитрат кислота ($d-1,15$), калий карбонат, сирка кислота, активланган кўмир.

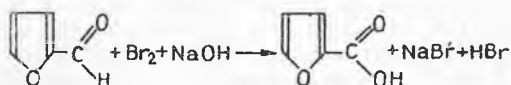
Иш мўрили шкафта бажарилади!

Чинни косачада 5,4 г глюкоза нитрат кислотанинг 25 процентли 32 мл эритмаси билан аралаштирилади ва шиша таёқча ёрдамида тўхтовсиз аралаштирилган ҳолда кучсиз қайнаётган сув ҳаммомида қиздирилади. Суюқликни қиздириш у буғланиб, қиём ҳосил бўлиб, уни сариқ рангга бўёвчи азот оксидлари ажралиб чиқиши тўхтамагунча давом эттирилади. Ҳосил бўлган реакцион массага 8 мл сув қуйилади ва сув ҳаммомида қиздириб, лакмус билан синалганда ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча кукун ҳолидаги калий карбонат билан аста-секин нейтралланади. Бундай усул билан сувда яхши эрийдиган қанд кислотанинг ўрта калийли тузи ҳосил қилинади. Совитилган эритмага шиша таёқча билан аралаштириб туриб эритмадан сирка кислотанинг ҳиди келгунча томчилатиб сирка кислота қўшилади. Аралашма бир кеча қолдирилади. Шакар кислотанинг калийли нордон тузи Бюхнер воронкасида филтрланади ва бир неча томчи музли сув билан ювилади. Сўнгра бу туз иложи борича оз миқдордаги қайноқ сувда эритилади, совитилган эритмага активланган кўмир солиб, бир неча минут қиздирилади. Қайноқ аралашма филтрланади, филтрат совитилганда рангсиз кристалл ҳолидаги шакар кислотанинг калийли нордон тузи ҳосил бўла бошлайди. У филтрланади ва ҳавода филтър қоғози қатламлари орасида қурилади. Шакар кислота тузининг миқдори 2 г га яқин.

Шакар кислота — спиртда рангсиз игнасимон кристаллар ҳо-сил қилади, сувда, спиртда эрийди, эфирда эримайди. Сууюқла-ниш температураси 125—126°C (парчаланади). Молекуляр мас-саси 210,15.

С и ф а т р е а к ц и я с и. *Қислота хоссаларини аниқлаш.* Ҳо-сил қилинган маҳсулотнинг бир неча бўлакчасини пробиркага солиб, оз миқдордаги ош тузи билан аралаштирилади. Пробир-ка 150°C гача қиздирилган глицерин ҳаммомига туширилади ва пробирканинг оғзи намланган айлана шаклидаги лакмус қоғоз билан беркитилади. Ҳаммомнинг температураси 160°C гача кў-тарилади. Тахминан 2—3 минутдан сўнг лакмус қоғозининг ран-ги ўзгаради (ажралиб чиқаётган водород хлорид ҳисобига).

107. Пирослиз кислота



Реактивлар. 8,4 мл фурфурол, 5,6 мл бром, 15 г натрий гидроксид, хло-рид кислота (*d*—1,84).

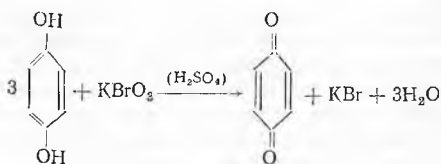
Иш мўрили шкафда бажарилади!

200 мл сифимли уч оғизли туби юмалоқ колба аралаштиргич, томизгич воронка ва термометр¹ билан жиҳозланади. Қолбада 15 г қаттиқ натрий гидроксид 50 мл сувда эритилади. Эритма тузли музда 0°C гача совитилади ва аралаштириб туриб, унга 5,6 мл бром томизилади. Реакцион аралашманинг температура-си 5°C дан ошмаслиги керак. Ҳосил бўлган гипобромит эритма-сига аралаштириб туриб температурани 5°C дан оширмасдан томизгич воронка орқали 1 соат ичида 8,4 мл фурфурол томизи-лади. Температураси ўзгартирилмай реакцион масса яна 2 соат аралаштирилади. Сўнг реакцион масса 0°C гача совитилади ва концентрланган хлорид кислота ёрдамида, конго бўйича кисло-тали муҳит ҳосил бўлгунча, эҳтиётлик билан оксидлантрилади. Ҳосил бўлган чўкма филтрланади, хлорид кислота қўшилган совуқ сув билан ювилади ва олдин ҳавода, сўнгра эксикаторда қуритилади. Пирослиз кислота миқдори 8 г.

Пирослиз кислота (2-фуранкарбон кислота) — рангсиз иг-налар ёки пластинкалар шаклида кристалланади, сувда ёмон эрийди (0°C да 2,7 процент, 100°C да 25 процент), спиртда, эфир-да эрийди. Сууюқланиш температураси 133°C; 100°C да субли-матланади; қайнаш температураси 230°C; 141°C (20 мм сим. уст.). Молекуляр массаси 112,09.

¹ Термометр пробкасиз қўйилган.

108. *n*- Бензохинон (гидрохинондан олиш)



Реактивлар. 10 г гидрохинон, 5,5 г калий бромат, сульфат кислота.

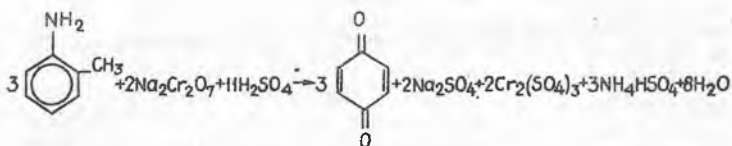
Ишлаш вақтида эҳтиёт чорасини кўриш керак. *n*- Бензохинон заҳарли модда! Шилиқ пардаларга таъсир этади.

200 мл сифимли туби юмалоқ колбага 100 мл сув, 5,5 г калий бромат ва 5 мл 5 процентли сульфат кислота эритмаси (катализатор сифатида) солинади. Аралаштириб туриб 10 г гидрохинон қўшилади. Реакцион аралашмага термометр туширилади ва сув ҳаммомида 50°C гача қиздирилади. Бунда қаттиқ моддалар эрийди ва оралиқ модда сифатида деярли қора кристалл ҳолидаги хингидрон ҳосил бўлиши билан реакция бошланади. 10—15 мин дан сўнг оксидланиш реакцияси тугайди. Реакцион массанинг қора ранги ҳосил бўлган *n*- бензохиноннинг оч-сарик рангига айланади. Агар аралашманинг ранги тўла ўзгармаса, унга яна 0,5 г калий бромат қўшиш керак бўлади. Реакцион аралашма 0°C гача совитилади, чўкмага тушган *n*- бензохинон филтрланади, озроқ музли сув билан филтрда ювилади ва ҳавода филтр қоғоз орасида қуритилади. *n*- Бензохинон миқдори 9,5 г.

n- Бензохинон (*n*- хинон) ўзига хос ҳидли, сарик тилла ранг кристалл модда, совуқ сувда кам эрийди, иссиқ сувда, спиртда, эфирда, бензолда яхши эрийди. Суюқланиш температураси 115,7°C. Молекуляр массаси 108,09; d_4^{20} 1,318. Хинон шлифланган пробкали, қорамтир шишадан ясалган банкаларда сақланади. Хинон сублиматланади; ҳавода учувчан.

Сифат реакциялари. 1. Иккита пробиркага 3 мл дан лигроин қуйилади. Сўнгра биттасида озгина *n*- бензохинон эритилади, иккинчисида эса шунча миқдорда фенол эритилади. Иккала эритма аралаштирилади ва совитилади, фенохиноннинг қизил игна кристаллари чўкмага тушади.

2. Хиноннинг спиртдаги эритмасидан 2 мл олиб, унга 1 мл калий йодид эритмаси, сўнгра 2 мл суюлтирилган сульфат кислота қўшилади. Хинон кучли оксидловчи бўлиб, шу ондаёқ эритмадан эркин йод ажратади.



Реактивлар. 20 г *o*-толуидин, 55 г натрий бихромат, сульфат кислота (*d*—1,84), диэтил эфир, кальций хлорид.

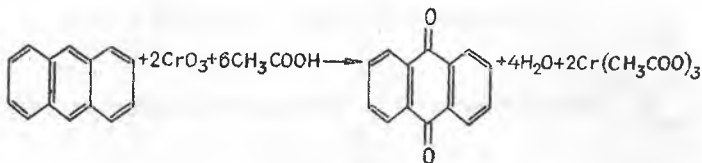
Иш мўрили шкафда бажарилади!

1 л сифимли стаканга 20 г *o*-толуидин, 580 мл сув ва 44 мл концентралланган сульфат кислота солинади. Стакан музли ҳаммомга қўйилади. Аралаштириб турган ҳолда, 20 г майдаланган натрий бихромат оз-оздан бир соат давомида қўшилади. Бунда реакция аралашманинг температураси 5°C дан ошиб кетмаслиги керак (аралашмани ички томондан муз билан совитиш мумкин.) Яна 1 соат аралаштирилади ва бир кеча қолдирилади. Сўнгра аралаштириб туриб 35 г яхши майдаланган натрий бихромат оз-оздан 1,5 соат давомида қўшилади. Аралашмада вақт-вақти билан аралаштириб турилган ҳолда 2 соат қолдирилади. Сўнгра реакция аралашмани ажраткич воронкага қўйиб, 50 мл порцияли эфир билан 3 марта экстракция қилинади. Сувли ҳамда эфирли қаватлар қорамтир рангли бўлиб, уларнинг чегараларини ажратиш бир оз қийинроқ бўлади. Шу сабабли ҳар қайси экстракция қўидагича олиб борилади: сувли ва эфирли қаватларни ажратишдан олдин суюқликнинг устки қаватидан тахминан 50 мл бошқа идишга олинади. Қолган аралашма кичикроқ ажраткич воронкага қўйилади, бунда ажраладиган қаватларнинг чегараси анча яққолроқ билинади ва ажратиш охирига етказилади. Йиғилган эфирли экстрактлар (150 мл) қиздирилган кальций хлорид билан қуритилади. Қуритилган эритмадан эфир ҳайдаб олинади ва дарҳол толухинон сув буғи билан тезда ҳайдалади (33-расм). Сув буғи билан ҳайдаш асбобини олдиндан тайёрлаб қўйиш керак. Агар ҳайдаш вақтида толухиноннинг озроқ қисми совиткич найида қолса, у йиғиштириб олиниб, йиғич-колбачадаги толухинонга қўшилади. Сўнгра толухинон филтер қозонида сиқилади ва эксикаторда кальций хлорид устида қуритилади. Толухинон миқдори 10 г га яқин.

n-Толухинон (2-метилхинон, 2-метил-бензохинон) — сариқ баргсимон ёки игнасимон кристалл ҳолидаги модда, қайноқ сувда, спиртта, эфирда яхши эрийди. Молекуляр массаси 122,13; сублиматланади; суюқланиш температураси 65—67°C.

Сифат реакцияси. («*n*-Бензохинон», 190-бет, № 2 га қаралсин.)

110. Антрахинон



Реактивлар. 1,25 г антрацен, 5 г хром (VI) оксид, 75 мл муз сирка кислота, натрий гидроксид.

Қайтарма совитгич ва томизгич воронка билан жиҳозланган икки оғизли 300 мл сигимли туби юмалоқ колбага (16-расм) 1,25 г майдаланган антрацен ва 55 мл сирка кислота солинади. Ҳосил бўлган аралашма антраценнинг ҳаммаси эригунича қиздирилади. Сўнгра қайнаб турган аралашмага бир соат давомида 7,5 г хромат ангидриднинг 5 мл сув ва 20 мл муз сирка кислотадаги эритмаси томизгич воронка орқали қуйилади. Реакцион аралашманинг яшил рангга бўялиши оксидланиш реакциясининг ниҳоясига етганлигини билдиради. Реакцион аралашма совитилгандан сўнг 140 мл сув билан суюлтирилади ва бир кеча қолдирилади. Чўкмага тушган антрахинон кристаллари Бюхнер воронкасида филтрланади, филтрда сув билан ювилади, сўнгра сирка кислотани нейтраллаш мақсадида суюлтирилган сода эритмаси ва яна сув билан ювилади. Ҳосил қилинган нам антрахинон ҳавода қуритилади ва муз сирка кислотада қайта кристаллантирилади. Антрахинон миқдори 1 г атрофида.

Антрахинон (9,10-дигидро-9,10-дикетоантрацен) — оч сариқ рангли, ромбсимон кристалл модда, сувда эримайди, спиртда ва эфирда қийин эрийди, концентрланган сульфат кислота, анилин, нитробензол ва қайноқ толуолларда яхши эрийди. Молекуляр массаси 208,2; қайнаш температураси 379—381°C; суюқланиш температураси 286°C.

Сифат реакцияси. Антрахиноннинг қайтарилиши. Пробиркага антрахинон кристалларидан бир неча бўлакча солинади ва 2—3 мл суюлтирилган натрий гидроксид эритмаси қўшилади. Аралашма қайнагунча қиздирилади. Сўнгра рух кукунидан озроқ солиб, яна 1—2 минут қиздирилади ва совитилади. Қайтарилиш реакцияси ниҳоясига етгач, (водород пуфакчаларининг ажралиши тугайди) антрагидрохиноннинг оч-қизил ранги ҳосил бўлади. Эритма чайқатилганда рангсизланади.

111. Бензой кислота (толуолдан олиш)



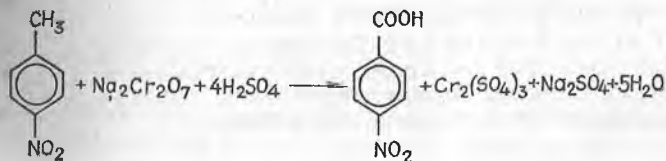
Реактивлар. 1,2 мл толуол, 3,4 г калий перманганат, хлорид кислота.

Икки шохли фроштосс орқали қайтарма совиткич билан жиҳозланган, 150 мл сифимли туби юмалоқ колбага 1,2 мл толуол ва 75 мл сув қўйиб, қайнаб турган сув ҳаммомида қиздирилади. Реакцион аралашмани чайқатиб туриб, унга бир соат давомида оз-оздан 3,4 г калий пермаганат солинади. Аралашмани тез-тез чайқатиб туриб, қиздириш яна тўрт соат давом эттирилади, бунда эритма рангсизланади. Агар реакцион аралашманинг ранги ўзгармаса унга бир неча томчи этил спирт қўйиб рангсизлантирилади. Реакцион аралашма совитилади, чўкмага тушган марганец (IV) - оксид филтрланади ва икки марта 10—15 мл қайноқ сув билан ювилади. Филтратларни қўшиб сув ҳаммомида 10—15 мл ҳажмга келгунча буғлантирилади, чўкмага тушган марганец (IV) - оксидни яна филтраб, озроқ қайноқ сув билан (тахминан 10 мл) ювилади. Филтратларни ва ювилган сувни қўшиб чинпи косачада 7—10 мл қолгунча буғлатилади. Филтратга суюлтирилган хлорид кислота (1 : 1) томизилиб, бензой кислота қўқмага туширилади. Бензой кислота филтраб олиниб, оз миқдордаги музли сув билан ювилади ва ҳавода қуритилади. Бензой кислота миқдори 1 г атрофида.

Бензой кислота — пластинкасимон рангсиз кристалл модда, совуқ сувда ёмон эрийди, қайноқ сувда яхши эрийди (1 л сувда 18°C да 2,7 г, 100°C да 59 г). Хлороформ, ацетон, бензол ва метил спиртларда яхши эрийди. Молекуляр массаси 122,12; суюқланиш температураси 122°C, қайнаш температураси 249°C; d_4^{15} 1,2659.

Сифат реакцияси. 1 мл бензой кислотанинг сувдаги эритмасига томчилатиб 0,3 процентли водород пероксид ҳамда 1—3 процентли темир (III) хлорид эритмасидан қўшилади. Пробирка қайнаб турган сувга туширилганда қизил-бинафша ранг ҳосил бўлади (бензой кислота оксидланганда темир (III) хлорид билан ранг берувчи салицил кислота ҳосил бўлади).

112. *n*- Нитробензой кислота



Реактивлар. 11,4 г нитротолуол, 27,8 г натрий бихромат, 46 мл сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, этил спирт.

*Ишлаш вақтида эҳтиёт чораларига риоя қилиш керак. *n*-Нитротолуол — захарли модда!*

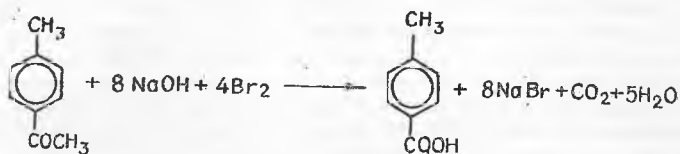
Аралаштиргич, қайтарма совитгич ва томизгич воронка билан жиҳозланган уч оғизли, 200 мл сифмли, туби юмалоқ колбага (48-расм) 70 мл сув, 27,8 г натрий бихромат ва 11,4 г *p*-нитротолуол солинади. Реакция шиддатли бормаслиги учун аралаштириб турган ҳолда 46 мл концентрланган сульфат кислота томизгич воронкадан 20 минут давомида қўйилади, Кислотанинг ҳаммасини қўшиб бўлгач ва реакцион аралашманинг ўз-ўзидан қизиши тугагандан сўнг, колба 1 соат давомида асбест тўр устида секин қиздирилади. Сўнгра аралашма совитилади, чўкмага тушган *p*-нитробензой кислота кристаллари Бюхнер воронкасида филтрланади ва 50 мл сув билан ювилади. Бошқа қўшилмаларни (хром тузларини) йўқотиш учун нам *p*-нитробензой кислотани колбага солиб, устига 50 мл 5 процентли сульфат кислота қўшилади ва тез-тез чайқатиб туриб, сув ҳаммомида қиздирилади. Совитилганидан сўнг *p*-нитробензой кислота кристаллари Бюхнер воронкасида филтрланади ва 100 мл 5 процентли натрий гидроксид эритмасида эритилади. Бунда қўшилмалар (хром (III)-гидроксид, реакцияга киришмай қолган *p*-нитротолуол) чўкмага тушади, улар Бюхнер воронкасида филтрлаб олинади. *p*-Нитробензой кислотанинг натрийли тузидан иборат филтрат 5 процентли сульфат кислота эритмаси билан қизил конго бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча ишланади. Чўкмага тушган *p*-нитробензой кислотанинг сариқ кристаллари филтрлаб олинади, филтрга сув билан ювилади ва ҳавода қуритилади. *p*-Нитробензой кислотанинг миқдори 9 г.

Агар ҳосил қилинган *p*-нитробензой кислота етарли даражада тоза бўлмаса ва кўрсатилган температурада суюқланмаса, уни этил спиртда ёки муз сирка кислотада қайтадан кристаллга тушириш керак. *p*-Нитробензой кислотани спиртда қайтадан кристаллантириш учун у 65 мл спиртда эритилади ва қайнаб турган эритмага лойқа пайдо бўлгунча 30 мл сув қўйилади. Совитилганда тоза *p*-нитробензой кислотанинг сариқ кристаллари чўкмага тушади.

p-Нитробензой кислота — сариқ рангли кристалл модда, сувда ёмон эрийди, бензол, ацетон ва қайноқ сувда яхши эрийди, лигроинда эримайди. Суюқланиш температураси 240°C; сублиматланади. Молекуляр массаси 167,13.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Пробиркага *p*-нитробензой кислота бўлакчасидан бир нечта солиб натрий гидроксиднинг сувли эритмасида эритилади. Адинитробиркиманинг натрийли тузи ҳосил бўлиши ҳисобига сариқ ранг пайдо бўлади.

113. *n*-Толуил кислота



Реактивлар. 5,5 г *n*-ацетилтолуол, 50 г натрий гидроксид, 20 мл бром, концентранган хлорид кислота (*d*—1,18).

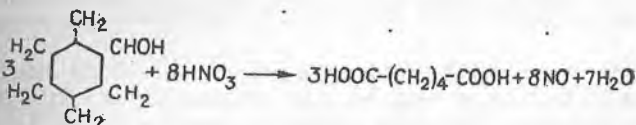
Иш мўрили шкафда бажарилади!

Бром билан ишлашда эҳтиёт чораларини кўриш керак.

Туби юмалоқ 500 мл сизимли узун бўйинли колбага 5,5 г *n*-ацетилтолуол¹ ва натрий гипобромит эритмасидан солинади. Натрий гипобромит эритмасини тайёрлаш учун 100 г музни майдалаб, унга 50 г қаттиқ натрий гидроксид, 140 мл сув ва 20 мл бром қўшиб аралаштирилади. Реакцион колба қисқа ҳаво совитгичига уланади ва 50°C гача қиздирилган сув ҳаммомига туширилади. Колбадаги реакция реакция масса кўрсатилган температурада яна 30 мин тўхтовсиз аралаштириб турилган ҳолда қиздирилади. Сўнгра колбадаги масса стаканга ағдарилади ва конго бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча концентранган хлорид кислота қўшилади. Чўкмага тушган *n*-толуил кислота филтрланади, филтрда озроқ совуқ сув билан ювилади ва ҳавода қуритилади. *n*-Толуил кислотанинг миқдори 5 г атрофида.

n-Толуил кислота (*n*-метилбензой кислота) — рангсиз модда, сувда игнасимон шаклда кристалланади, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда яхши эрийди, суюқланиш температураси 179°C; 275°C да сублиматланади. Молекуляр массаси 136,15.

114. Адипин кислота (циклогексанолни нитрат кислота билан оксидлантириш)



Реактивлар. 10 г циклогексанол, 43 мл нитрат кислота (*d*—1,4)².

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Қайтарма совитгич ва томизгич воронка билан жиҳозланган 200 мл сизимли, икки оғизли, туби юмалоқ колба олинади. Нитрат кислота буғлари ва азот оксидлари резина пробиркаларни

¹ *n*-Ацетилтолуолнинг олиниш усулини 162-бетдан қаранг.

² Нитрат кислотанинг тайёрланишини 187-бетдан қаранг.

кучли емиради, шунинг учун асбоб йиғилганда резина пробкалар ўрнига асбестланган пробкалар ишлатилади ёки шлифли асбоб йиғилади. Қолбага 43 мл концентранган нитрат кислота солиб, қайнагунича қиздирилади ва қайноқ нитрат кислотага томизгич воронкадан бир неча томчи циклогексанол қуйилади. Шу ондаёқ кўп миқдорда азот оксидлари ажралиб чиқиб, шиддатли оксидланиш реакцияси бошланади. Қолган циклогексанол эҳтиётлик билан оз-оздан қўшилади (1 мин да 8—10 томчи тезликда). Циклогексанолнинг ҳаммаси қўшиб бўлинганидан кейин реакция аралашма 10—15 мин азот оксидларининг чиқиши тамом бўлгунча қиздирилади ва стаканга ағдарилади. Чўкмага тушган адипин кислота филтрлаб олинади, филтрда 5 мл совуқ сув билан ювилади ва сувда қайтадан кристаллантирилади. Адипин кислотанинг миқдори 7 г атрофида.

Адипин кислота (1,4-бутандикарбон кислота, гександион кислота) — рангсиз кристалл порошок, сувда, эфирда ёмон эрийди, спиртда яхши эрийди. Суюқланиш температураси 151—153°C; қайнаш температураси 337,5°C; 216°C (15 мм сим. уст.). Молекуляр массаси 146,15.

115. Азелаин кислота

Кастор мойини совунлантириб рицинол кислота олинади. Ҳосил бўлган рицинол кислота дарҳол оксидлантирилади, акс ҳолда у полимерланиш реакциясига учрайди ва азелаин кислота миқдори камаяди.

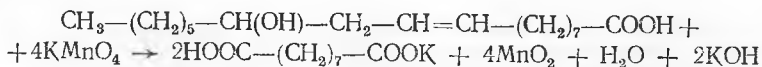
1. Кастор мойини совунлантириш (рицинол кислотанинг олиниши).

Кастор мойи $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_6-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$
рицинол кислота

Реактивлар. 20 г кастор мойи, 4 г калий гидроксид, этил спирт, сульфат кислота ($d=1,84$).

Туби юмалоқ 100 мл сифмли колбада 4 г калий гидроксид 40 мл 95 процентли этил спиртда эритилади, унга 20 г кастор мойи қўшилади. Аралашма қайтарма совитгич билан 2 соат давомида қайнатилади. Совунлаш реакцияси тугагандан кейин эритма стакандаги 120 мл сувга қуйилади ва кислотали муҳит ҳосил бўлгунча 4 мл концентранган сульфат кислотанинг 12,5 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Ҳосил бўлган рицинол кислота ажратгич воронкага қуйилади, 2 марта илиқ сув билан ювилади, бир оз тиндирилади ва ажратиб олинади. Рицинол кислотанинг миқдори 19 г атрофида.

2. Рицинол кислотанинг оксидланиши (азелаин кислотанинг олиниши).



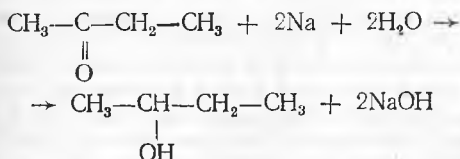
Реактивлар. 15 г рицинол кислота, 37,5 г калий перманганат, калий гидроксид, сульфат кислота ($d=1,84$).

1 литр сифимли туби юмалоқ колбада майдаланган 37,5 г калий перманганат кукуни 35° гача иситилган 480 мл сувда эритилади. Сўнгра колбани қаттиқ силкитиб туриб, унга рицинол кислотанинг (15 г) 200 мл сувдаги 4 г калий гидроксид қўшилган эритмаси қўйилади. Оксидланиш реакцияси вақтида аралашманинг температураси $70-75^\circ\text{C}$ гача кўтарилади. Реакцион аралашмани вақт-вақти билан қаттиқ силкитиб турган ҳолда 30 минут ушлаб турилади. Реакциянинг ниҳоясига етганлиги қуйидаги намуна ёрдамида аниқланади: реакцион аралашма сув билан (1:1) суюлтирилганда калий перманганатнинг ранги ҳосил бўлмайди. Шундан кейин реакцион аралашмага 25 мл концентраланган сульфат кислотанинг 75 мл сувдаги эритмаси қўйилади. 15 мин сув ҳаммомида қиздирилади ва қайноқ филтрлаш воронкаси орқали филтрлаб, чўкмага тушган марганец (IV) оксиддан тозаланади. Кейин марганец (IV) оксид филтр билан биргаликда стаканга солинади ва чўкмадан азелаин кислотани ажратиб олиш учун 120 мл сув билан қайнатилади. Филтратларнинг ҳаммасини қўшиб тахминан 250 мл ҳаммгача буғлантирилади ва музли ҳаммомда совитилади. Чўкмага тушган азелаин кислота кристаллари филтрланади, бир неча марта музли сув билан ювилади ва қурилади.

Тоза ҳолдаги азелаин кислота олиш учун уни қайнаб турган сувда эритиб (1 г кислотага 15 мл сув олиш керак), эритма филтрланади ва совитилади. Чўкмага тушган кристаллар филтрланади, филтрда музли сув билан ювилади ва қурилади. Азелаин кислотанинг миқдори 4 г.

Азелаин кислота (1,7-гептандикарбон кислота)—рангсиз, игнасимон ёки баргсимон кристалл модда, сувда, эфирда ёмон эрийди. Қайнаш температураси 360°C (шу температурада парчаланади); суюқланиш температураси $106,5^\circ\text{C}$. Молекуляр массаси 188,23.

116. 2- Бутанол



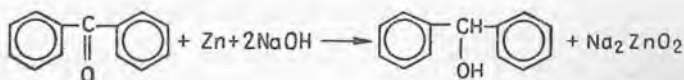
Реактивлар. 8,5 г метилэтилкетон, 8 г натрий метали, диэтил эфир, магний сульфат.

Натрий метали билан ишлашда эҳтиёт чораларини кўриш керак, метилэтилкетон ўтга хавфли.

Икки шохли форштосс ёрдамида қайтарма совитгич билан жиҳозланган туби юмалоқ, 100 мл сифимли колбага 8,5 г метилэтилкетон, 15 мл эфир ва 18 мл сув қуйилади. Реакцион колбани музли сув билан совитиб ва тўхтовсиз силкитиб турган ҳолда унга 8 г юққа қирқилган натрий металл¹ бўлакчалари қўшилади. 4 г натрий метали қўшилгандан сўнг колбага яна 8 мл сув қуйилади. Реакция ниҳоясига етгач, аралашма ажраткич воронкага қуйилади. Юқориги қават ажратилиб, пастки (сувли) қават эфир билан экстракцияланади. Эфирли экстрактларни йиғиб олиб, бир марта сув билан ювилади, магний сульфат билан қуритилади ва ҳайдалади (29-расм). 95—101°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Ҳайдаш тугагач, колбада оз миқдорда метилэтилкетоннинг пинакони қолади. Иккинчи марта ҳайдалганда 2-бутанолнинг 98—100°C да қайнайдиган фракцияси йиғилади. 2-Бутанолнинг миқдори 6 г.

2-Бутанол (иккиламчи-бутил спирт, метилэтилкарбинол) — суюқлик, сувда ёмон эрийди, этанолда, эфирда яхши эрийди, d_4^{20} 0,8060. Суюқланиш температураси — 114,7°C; қайнаш температураси 99,5—100°C. Молекуляр массаси 74,12.

117. Бензгидрол



Реактивлар. 9,2 г бензофенон, 10 г рух кукуни, 10 г натрий гидроксид, хлорид кислота ($d=1,18$), этил спирт.

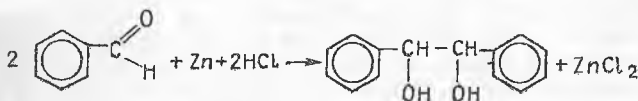
Форштосс ёрдамида аралаштиргич ва қайтарма совиткич билан жиҳозланган 500 мл сифимли, туби юмалоқ колбага (16-расм) 10 г майдаланган натрий гидроксид, 9,2 г бензофенон, 100 мл 95 процентли этил спирт ва 10 г рух кукуни солинади. Реакцион аралашма 2—3 соат давомида аралаштирилади. Бунда аралашма қизийди. Совитилган реакцион масса филтрланади, чўкма филтрада 10 мл қайноқ спирт билан ювилади. Йиғилган филтрат музли сувга қуйилади ва (тахминан 21 мл) конго бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча концентрланган хлорид кислота қўшилади. Бензгидрол кристалл масса ҳолида чўкмага тушади, уни филтрлаб олиб ҳавода қуритилади ва спиртта қайта кристаллантирилади. Бензгидролнинг миқдори 9 г.

Бензгидрол (дифенилкарбинол) — ипакка ўхшаш игнасимон кристалл модда, сувда ёмон эрийди, спирт, эфир, сирка кислота,

¹ 7-бетга қаранг.

хлороформларда эрийди. Суюқланиш температураси 68°C; қайнаш температураси 298,5°C; 180°C (20 мм сим. уст.). Молекуляр массаси 184,23.

118. Гидробензоин

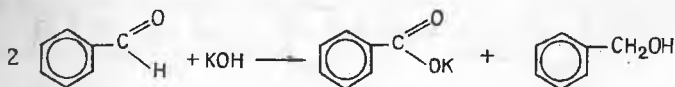


Реактивлар. 6,2 мл бензальдегид, 3 г рух кукуни, хлорид кислота (*d*—1,18), этил спирт.

Аралаштиргич, қайтарма совиткич ва томизгич воронка билан жиҳозланган 200 мл сифимли, туби юмалоқ колбага (48-расм) 6,2 мл янги тайёрланган бензой альдегиднинг 7,5 мл 95 процентли этил спиртдаги эритмаси қуйилади. Колбадаги эритмага 3 г рух кукуни қўшилади ва қаттиқ аралаштириб туриб, томизгич воронкадан хлорид кислотанинг спиртдаги эритмасидан (5 мл 95 процентли этил спирт ва 8,5 мл концентранган хлорид кислота) оз-оздан, аста-секин қуйилади. Хлорид кислотанинг спиртдаги эритмасини қуйиш тезлигини шундай мослаштириш керакки, реакция аралашманинг температураси 45—50°C да сақланадиган бўлсин (термометр вақт-вақти билан томизгич воронка ўрнига реакция аралашмага туширилади). Қайтарилиш реакцияси 1 соатда тугайди. Реакция масса сувга қуйилади, чуқмага тушган гидробензоин филтрланади, ҳавода қуритилади ва бензолда қайта кристаллантирилади. Гидробензоиннинг миқдори 4 г.

Гидробензоин — рангсиз кристалл модда, этил спиртта ёки бензолда пластинка шаклида кристалланади, спиртта яхши эрийди, сувда ёмон эрийди. Қайнаш температураси 300°C дан юқори; суёқланиш температураси 138—139°C. Молекуляр массаси 214,27.

119. Бензальдегиддан бензил спирт ва бензой кислота олиш



Реактивлар. 10 мл бензой альдегид, 9 г калий гидроксид, диэтил эфир, натрий бисульфит, натрий карбонат, сувсизлантирилган натрий сульфат, хлорид кислота.

250 мл сифимли колбада 10 мл янги тайёрланган бензой альдегид билан 9 г калий гидроксиднинг 6 мл сувдаги совитилган эритмаси аралаштирилади ва барқарор эмульсия ҳосил бўлгунча кучли силкитилади. Қолбанинг оғзини пробка билан беркитиб, бир кеча қолдирилади. Ҳосил бўлган кристаллсимон массага озроқ сув қўшилади (сувни оз миқдорда, яъни эфир билан экстракция қилиш мумкин бўлган даражада қўшиш керак, сувнинг ортиқча миқдори бензил спиртни эритиб эритмага ўтказди). Ҳосил бўлган эритмадан бензил спирт 10 мл миқдордаги эфир билан 2—3 марта экстракцияланади. Сув-ишқорли қават ажратилади ва бензой кислота олиш учун қолдирилади.

Реакцияга киришмай қолган бензальдегидни ажратиш учун йиғилган экстрактлар ажраткич воронкада 40 процентли натрий бисульфит эритмаси билан (3 мл дан икки марта) чайқатилади. Сўнгра эфирли қават натрий карбонатнинг сувдаги эритмаси билан ювилади (у натрий бисульфит эритмасида бўлиш эҳтимоли бўлган сульфит кислотани нейтраллайди) ва сувсизлантирилган натрий сульфат билан қурилади. Қуритилган эритмадан эфир сув ҳаммомида ҳайдаб олинади. Сўнгра сувли совитгич ўрнига ҳаво совитгич улаб, колбани асбест тўр устида қиздириб бензил спирт ҳайдаб олинади. 206°C да қайнайдиган фракция йиғилади. Бензил спиртнинг миқдори 4 г.

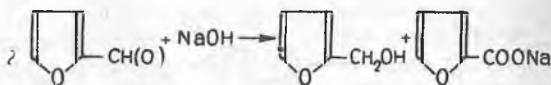
Қолган сув-ишқорли эритмага хлорид кислота қўшилади. Чўкмага тушган бензой кислота филтрлаб олинади ва қайнаб турган сувда қайта кристаллантирилади. Бензой кислотанинг миқдори 5 г. Суюқланиш температураси 122°C.

Бензил спирт (фенилкарбинол) — кучсиз ёқимли ҳидга эга рангсиз суюқлик, сувда ёмон эрийди, спирт, хлороформ, эфирларда яхши эрийди. Суюқланиш температураси — 15,3°C; d_4^{20} 1,0455; n_D^{20} 1,5395; қайнаш температураси 205,2°C. Молекуляр массаси 108,14.

Сифат реакцияси. Бензил спиртнинг оксидланиши. 2 мл суюлтирилган нитрат кислотага бир томчи бензил спирт қўшилади ва пробирка қайнаб турган сувга туширилади. Сарик рангли эмульсия ҳосил бўлиши кузатилади, бензальдегиднинг ўткир ҳиди пайдо бўлади.

Бензой кислота — 193- бетга, «Толуолдан бензой кислота олиш» ишига қаралсин.

120. Фурфурол спирт ва пирозлиз кислота



Реактивлар. 16,7 мл фурфурол, 8 г натрий гидроксид, диэтил эфир, хлорид кислота, қиздирилган калий карбонат, сувсизлантирилган натрий сульфат.

250 мл сизимли, туби юмалоқ колбага 16,7 мл янги ҳайдалган фурфурол қуйилади. Сўнгра колбани совуқ сувда совитиб ва аралаштириб турган ҳолда, 8 г ўювчи натрийнинг 16 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Шу ондаёқ шиддатли реакция бошланади, эритма қизийди ва қораяди. Оксидланиш реакциясининг ниҳоясига етганлиги қуйидаги намуна билан аниқланади: анилин сирка кислота тузи билан ҳўлланган филтър қоғозига бир томчи эритма томизилганда қизил ранг пайдо бўлмаслиги керак (фурфуролга реакция). Фурфурол спирт ажратиби олиш учун реакция аралашмага 10 мл сув қўшилади ва Кипп аппаратидан карбонат ангидрид юбориб тўйинтирилади. Сўнгра эритма ажраткич воронкага қуйилади ва 2—3 марта эфир билан экстракцияланади. Сувли қават ажратилади ва пирослиз кислота олиш учун қолдирилади. Экстрактларни йиғиб қиздирилган калий карбонат билан қуритилади. Шундан сўнг эфир сув ҳаммомида ҳайдаб олинади ва сув совиткичи ҳаво совиткичига алмаштирилиб, фурфурил спирт ҳайдаб олинади. Фурфурил спирт миқдори 8 г атрофида.

Фурфурил спирт (2-оксиметилфуран) — рангсиз ёки сарғиш суюқлик, ҳар қандай нисбатда сув билан аралашади, сувли эритмаларни турганда парчаланади, спиртда, эфирда яхши эрийди. Қайнаш температураси 171°C ; 75°C (15 мм сим. уст.); d_4^{20} 1,1296; n_D^{20} 1,4852. Молекуляр массаси 98,1.

Пирослиз кислота олиш учун эфир билан экстракция қилингандан сўнг қолган сувли қаватга қизил конго индикатори билан синалганда кислотали муҳит ҳосил бўлгунча аста-секин 25 процентли хлорид кислота қўшилади. Бунда хлорид кислотани оҳисталик билан қуйиш керак, чунки карбонат ангидрид ажралиб чиқиб, реакция масса кўпиради. Сўнгра пирослиз кислота кислотали муҳитда икки марта эфир билан экстракция қилинади, сувсизлантирилади, натрий сульфат билан қуритилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдаб олинади. Ҳайдаш колбасида қолган пирослиз кислота стаканга қуйилади ва озроқ қайноқ сувда эритилади. Шундан кейин эритма бир неча минут активлантирилган кўмир билан қайнатилади, «қайноқ филтрлаш» учун мослаштирилган воронкада филтрланади ва сув ҳаммомида буғлатилади. Совигандан сўнг чўкмага тушган пирослиз кислота филтрланади ва ҳавода филтър қоғоз орасида қуритилади. Унинг миқдори 8 г атрофида.

Пирослиз кислота (2-фуранкарбон кислота, α -фуран кислота) рангсиз модда, сувда баргсимон кристаллар ҳосил қилади, спиртда, эфирда, сувда (0°C да 2% гача, 100°C да 25% гача) эрийди, 230°C да сублиматланади. Қайнаш температураси 141 — 144°C (20 мм сим. уст.); суюқланиш температураси 133°C . Молекуляр массаси 112,09.

121. Бензил спирт

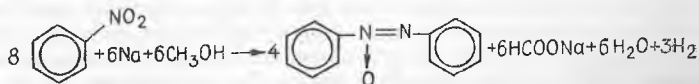


Реактивлар. 11,9 мл бензой альдегид, натрий гидроксид, формалин, натрий бисульфит, сувсизлантирилган натрий сульфат.

Аралаштиргич, қайтарма совитгич ва томизгич воронка билан жиҳозланган 200 мл сифимли туби юмалоқ колбага (48-расм) 11,9 мл янги ҳайдалган бензой альдегид, 30 мл сув ва 30 мл 35—40 процентли формалин эритмаси қуйилади. Тўхтовсиз аралаштириб турган ҳолда реакцион аралашмага 30 мл натрий гидроксиднинг 40 процентли эритмаси томизгич воронка орқали қўшилади. Бунда аралашманинг температураси 70°C гача кўтарилади. Сўнгра реакцион аралашма 10 соат қолдирилади. Суюқлик икки қаватга бўлинади: устки қават — бензил спирт ажратгич воронка ёрдамида ажратиб олинади, натрий бисульфит эритмаси, сув билан ювилади ва сувсизлантирилган натрий сульфат билан қуригилади. Қуритилган эритма Вюрц колбасига қуйилади ва колбани асбест тўри устида қиздириб туриб, бензил спирт ҳайдалади. Бензил спиртнинг миқдори 7,5 г. Қайнаш температураси 206°C.

Бензил спирт — «Бензил спиртни бензальдегиддан олиш усулига», қаранг.

122. Азоксибензол



Реактивлар. 6,2 мл нитробензол, 5 г натрий метали, 50 мл метил спирт.

Икки оғизли форштосс орқали қайтарма совиткич билан жиҳозланган 200 мл сифимли туби юмалоқ колбага 50 мл метил спирт қуйилади ва форштосснинг тик найи орқали аста-секин спирт бир текис қайнайдиған қилиб¹ 5 г натрий металининг кичик бўлакчалари солинади. Колбани ташқи томонидан сув билан совитиш мумкин эмас. Натрийнинг ҳаммаси реакцияга киришиб бўлганидан сўнг колбага 6,2 мл янги ҳайдалган нитробензол қуйилади. Колбани вақт-вақти билан чайқатиб туриб, аралашма 3 соат сув ҳаммомида қиздирилади. Сўнгра реакцион аралашмадан реакцияга киришмай қолган нитробензол ва спирт сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Колбада қолган

¹ 7-бетга қаранг.

маҳсулот муз билан совитиладиган стаканга қуйилади. Чўкмага тушган азоксибензол кристалларини филтрлаб олиб, филтрада сув билан ювилади ва ҳавода қуритилади. Олинган азоксибензол (15 мл) метил спиртда қайтадан кристаллантирилади. Азоксибензол миқдори 5—6 г.

Азоксибензол — оч сариқ рангли кристалл модда, сувда эримайди, спиртда, эфирда эрийди, ҳайдалганда парчаланadi. d_4^{20} 1,246. Молекуляр массаси 198,22; сууюқланиш температураси 36°C.

123. Анилин

1. Нитробензолни темир билан қайтариб анилин олиши



Реактивлар. 10,3 мл нитробензол, 20 г темир (майда қириндиси), 90 мл хлорид кислота ($d=1,18$), калий гидроксид, диэтил эфир.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Сигими 500 мл ли туби юмалоқ колбага 10,3 мл нитробензол ва 20 г темир қириндиси солинади. Сўнгра оз-оздан, тахминан 1—2 мл дан, концентрланган хлорид кислота қўшилади. Ҳар гал кислота қўшилганидан сўнг колба 25—30 мм узунликдаги най ёки ҳаво совитгич ўрнатилган резина пробка билан бекитилади ва колбадаги маҳсулот яхшилаб аралаштирилади. 20 мл хлорид кислота қўшилгандан кейин унинг қолган қисми (70 мл) 8—10 мл ли порцияларга бўлиб қўшилади. Агар қайтарилиш реакцияси шиддатли борса, колба сув билан совитилади. Хлорид кислотанинг ҳаммаси қўшиб бўлишгач колба вақт-вақти билан чайқатиб турилган ҳолда қайнаётган сув ҳаммомида 30 мин давомида қиздирилади. Нитробензол ҳиди чиқмай қолиши реакция тамом бўлганидан дарак беради. Сўнгра аралашмага ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча эҳтиётлик билан 30 г натрий гидроксиднинг 40 мл сувдаги эритмаси қўшилади. Бунда сув буғи билан ҳайдаш асбоби тайёрлаб қўйилганидан кейин, аралашмага ишқор эритмаси қуйилади, акс ҳолда, анилиннинг бир қисми буғланиб кетиши мумкин. Анилин қайноқ реакцион аралашмадан сув буғи билан ҳайдаб олинади (33-расм). Йиғич-колбада йиғилган сувли эмульсия аста-секин қаватларга ажралади. Совитгичдан рангсиз дистиллат ажрала бошлангандан сўнг яна 80 мл га яқин сууюқлик ҳайдалади. Анилин сувда сезиларли даражада эрийди, шу сабабли уни мумкин қадар тўла ажратиб

олиш учун ҳайдаб олинган маҳсулот ош тузи билан тўйинтирилади. Бунинг учун ҳар 100 мл дистиллатга 20 г яхши майдаланган натрий хлорид қўшилади. Аралаштириб турилган ҳолда ош тузи эритилади ва анилин кетма-кет 40, 20 ва 20 мл эфир билан экстракциялаб ажратиб олинади. Экстрактларни қўшиб калий гидроксиднинг бир неча қаттиқ бўлакчалари билан қуритилади ва асбобдан узоқроқда, 65—70°C гача иситилган сув ҳаммомида эфир ҳайдалади. Эфир ҳайдалиб бўлингандан кейин, ўша колбадан ҳаво совиткичи орқали анилин ҳайдалади. Анилин миқдори 9 г атрофида.

Анилин (аминобензол) — ўзига хос ҳидли рангсиз ёки оч сариқ рангли суюқлик, ёруғлик таъсирида ва ҳавода қораяди, сувда ёмон эрийди (20°C да 3% ва 100°C да 6%), спирт, эфир, бензол билан аралашади. Молекуляр массаси 93,14; суюқлангиш температураси —6,15°C; қайнаш температураси 184,4°C; d_4^{20} 1,0217; n_D^{20} 1,5863. Анилин кучли заҳар.

Сифат реакциялари. Анилиннинг оксидланиши.

1. Пробиркада 4 томчи анилин 10 мл сувда эритилади, бир неча томчи хлорид кислота қўшилади ва калий бихроматнинг кристалларидан бир неча донаси 2 мл суюлтирилган сульфат кислотада эритилади. Аралашма эҳтиётлик билан қиздирилганда тўқ яшил ранг ва қора чўкма ҳосил бўлади («қора анилин»).

2. Пробиркага икки томчи анилин, 20 мл сув ва 2—3 томчи хлорли оҳак эритмасидан қўшилади. Ўзига хос бинафша ранг ҳосил бўлади.

2. Нитробензолни қалай билан қайтариб анилин олиш



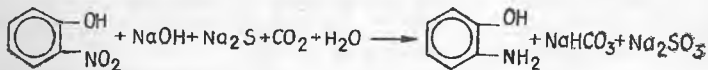
Реактивлар. 10,3 мл нитробензол 36 г гранулаланган қалай, хлорид кислота ($d=1,18$), натрий гидроксид, натрий хлорид, калий гидроксид, диэтил эфир.

Сифими 500 мл ли туби юмалоқ колбага 36 г қалай, 10,3 мл нитробензол ва 10 мл концентрланган хлорид кислота солинади, колбанинг оғзи қайтарма ҳаво совитгич ўрнатилган пробка билан беркитилади. Реакцион аралашма яхшилаб аралаштирилади. Қайтарилиш реакцияси бошланиши билан иссиқлик ажралиб чиқади ва колба қаттиқ қизийди. Агар реакция ҳаддан ортиқ шиддатли борса, колбани бир оз вақт совуқ сувга тушириш керак бўлади. Реакция тезлигини бошқариб турган ҳолда колбани чайқатиб туриб, аста-секин 10 мл ли порциядан 70 мл концентрланган хлорид кислота қуйилади. Кислотанинг охириги порцияси аралашманинг қизини тўхтаганда, реакцион массани куч-

ли аралаштириб туриб қўшилади. Сўнгра колба бир соат да-
вомида вақт-вақти билан чайқатиб турилган ҳолда, қайнаб тур-
ган сув ҳаммомида қиздирилади. Ҳали қайноқ эритмага 30 мл
сув қуйилади ва кучли ишқорий муҳит ҳосил бўлгунча, оз-оздан
45 г натрий гидроксиднинг 60 мл сувдаги эритмаси қўшилади.
Аралашмани ҳайдашдан олдин, унга ишқор эритмасидан эҳтиёт-
лик билан қўшилади. Колба иссиқлигида анилин сув буғи билан
ҳайдалади (33-расм). Анилинни сув буғи билан ҳайдашга қа-
дар, йиғгич-колбани 50, 100, 150, 200 мл ва ҳоказо қисмларга
ажратиб, қалам билан белги қўйилади. Бу кейинги тажриба —
аралашмани туз билан тўйинтириб, анилинни ажратиш учун
керак. Йиғгич-колбага тиниқ дистиллат тушабошлагач ҳайдаш
тўхтатилади. Анилинни тула ажратиб олиш учун ҳайдалиб олин-
ган суюқлик ош тузи билан тўйинтирилади, чунки концентрлан-
ган эритмаларда анилин бутунлай эримайди. Бунда ҳар 100 мл
ҳайдалиб олинган суюқликка 25 г майдаланган ош тузи қўшиш
керак. Суюқликни аралаштириб туриб ош тузи эритилади, кейин
эритмаин ажратгич воронкага қуйиб, анилин уч марта 50, 30 ва
30 мл ҳажмдаги эфир билан экстракцияланади. Йиғилган эфир-
ли сўримлар калий гидроксиднинг бир нечта бўлакчаси билан
қурилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдалади. Анилин шу кол-
банинг ўзидан ҳаво совиткичи ёрдамида ҳайдаб олинади. Ани-
лин миқдори 12 г атрофида. Қайнаш температураси 184,4°C.

Анилин — «Анилин» биринчи олиш усулига қаранг.

124. *o*-Аминофенол



Синтезни бир кунда тугатиш зарур.

Реактивлар. 15 г *o*-нитрофенол, 4,3 г натрий гидроксид, 75 г кристалл
ҳолидаги натрий сульфид, натрий гидросульфат, этил спирт.

75 г кристалл ҳолдаги натрий сульфид чинни косачада очиқ
алангада суюқлантирилади. Шу билан бир вақтда натрий *o*-ни-
трофенолят тайёрланади. Бунинг учун чуқур чинни ҳовончада
4,3 г натрий гидроксид эритилади ва унга 15 г *o*-нитрофенол ва
7,5 мл сув солинади. Аралашма қизил рангли қуоқ паста ҳосил
бўлгунча ишқалаб аралаштирилади¹. Суюқланган натрий суль-
фид массасига 110—115°C да (ундан ортмаслиги керак) оз-оз-
дан аралаштириб туриб, аста-секин шпатель билан натрий *o*-
нитрофенолят қўшилади. Сўнгра реакция аралашмани аралаш-
тириб туриб 45 мин 125—130°C да қиздирилади. Реакция тамом
бўлганлиги қуйидагича аниқланади: бир томчи қотишма сувда

¹ Натрий *o*-нитрофенолят олишда кўзойнак тақиш керак.

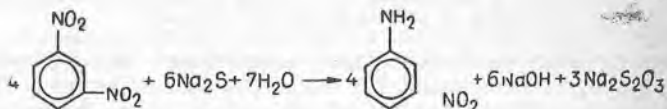
бутунлай эриб кетиши керак. Реакция тугаши билан қиздириш тўхтатилади ва қотишма 230 мл сувга қуйилади. Ҳосил бўлган аралашма бурма фильтр орқали филтрланади ва иссиқ филтр-ратга эркин ишқорни нейтраллаш ва *o*-аминофенолни ажратиб олиш учун карбонат ангидрид юборилади.

Карбонат ангидридни мўрили шкаф остида юбориш керак, чунки бунда водород сульфид ажралиб чиқади. Суюқлик намуна-насига озроқ суюлтирилган натрий бисульфит эритмаси қўшилганда кўпирмагунча карбонат ангидрид юбориш давом эттирилади. Натрий бисульфитли намуна яна реакцион массага қуйилади. Эритма хона температурасигача совитилгандан сўнг *o*-нитрофенол филтрланади, 2 мл 40 процентли натрий бисульфит эритмаси қўшилган 15—20 мл музли сув билан ювилади. Сўнгра яна (10 мл) сув ва (10 мл) этил спирт билан ювилади. *o*-аминофенол кристаллари воронкада сиқилади ва 100—110°C да қурилади. *o*-аминофенол миқдори 9 г атрофида.

o-Аминофенол (*o*-оксанилин) — рангсиз кристалл модда, ташқи кўриниши игнага ўхшайди, сувда, спиртда, эфирда, бензолда кам эрийди. Суюқланиш температураси 174°C, сублиматланади. Узоқ туриб қолганда жигар ранггача бўялади. Молекуляр массаси 109.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Пробиркадаги бир томчи *o*-аминофенолнинг эфирли ёки спиртли эритмасига бир томчи 0,02 процентли глиоксалнинг сувли эритмаси қўшилади. Пробирка қайнаб турган сув ҳаммомида 2 мин давомида қиздирилади ва совитилади. Конденсация реакцияси натижасида рангсиз Шифф асоси ҳосил бўлади. Сўнгра пробиркага бир чимдим янги қиздирилган оҳак солинганда, шу ондаёқ Шифф асосининг ички кальцийли тузининг қизил ранги пайдо бўлади.

125. *m*- Нитроанилин



Реактивлар. 10 г *m*-динитробензол, 25 г кристалл ҳолидаги натрий сульфид.

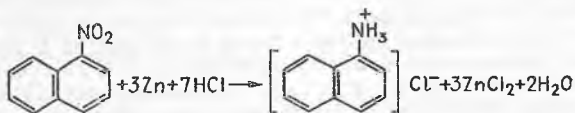
Ишни мўрили шкафда ўтказиш керак!

200—250 мл ли туби юмалоқ колбага 50 мл сув қуйиб 85°C гача иситилади. Сўнгра қайноқ сувга 10 г яхшилаб майдаланган *m*-динитробензол солинади. Колбадаги аралашма *m*-динитробензолнинг майин коллоид эритмаси ҳосил бўлгунча яхшилаб аралаштирилади ва 25 г натрий сульфиднинг 20 мл сувдаги эритмаси аста-секин қуйилади. Қайтарилиш реакциясининг ниҳоя-

сига етганлиги қуйидаги намуна билан аниқланади: фильтр қозонни реакция эритманинг томчисига билан намлаб, устига мис сульфат эритмасидан томизилади. Агар ҳосил бўлган мис сульфиднинг қора доғи 20 секунд давомида йўқолмаса, реакция ниҳоясига етган дейиш мумкин. Реакцион масса хона температурасигача совитилади ва бир кеча қолдирилади. Чўкмага тушган *m*-нитроанилинни фильтрлаб олинади ва сувда қайта кристаллантирилади. *m*-нитроанилин миқдори 5 г атрофида.

m-Нитроанилин (1-амино, 3-нитробензол) — қаттиқ модда, этанолдан сариқ игнасимон кўринишда кристалланади, эфирда эрийди, бензолда ёмон эрийди. Қайнаш температураси (қайнаганда парчаланади) 305°C; суюқланиш температураси 111,8°C; молекуляр массаси 138; d_4^{20} 1,430.

126. α -Нафтиламин



Реактивлар. 10, 5г — нитронафталин, 15 г грануллашган рух, хлорид кислота ($d = 1,18$), этил спирт.

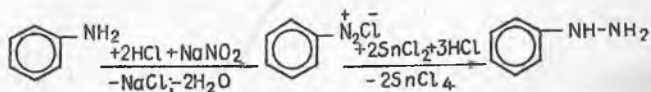
Сифими 200 мл ли колбада 10,5 г α -нитронафталин 50 мл спиртта эритилади. Унга 45 мл концентрланган сульфат кислота қўшилади ва аралашма бир оз қиздирилади. Ҳосил бўлган эритмага аста-секин рух қўшилади. Реакция вақтида аралашма ўз-ўзидан қизийди. Реакция тугаганидан сўнг эритма қайноқлигича Бюхнер воронкасида фильтрланади. Совитилганда филтратдан α -нафтиламин хлорид тузининг кристаллари чўкмага тушади. Улар филтрланади, филтлда озроқ спирт билан ювилади ва ҳавода қуритилади. α -нафтиламин тузининг миқдори 8 г атрофида. α -нафталин (1-нафтиламин) — ёқимсиз ҳидли, рангсиз кристалл модда, спиртта ва эфирда игнасимон кристаллар ҳосил қилади, ҳавода оксидланиб қораяди, сувда кам эрийди, спиртта, эфирда яхши эрийди. Қайнаш температураси 301°C; суюқланиш температураси 50°C; d_{25}^{25} 1,1229; буғ билан учувчан. Молекуляр массаси 143,2.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 1. Пробиркада хлорид кислота қўшилган α -нафтиламиннинг сувдаги эритмаси билан темир (III)-хлорид қиздирилганда кўк-яшил паға-паға чўкма (комплекс туз) ҳосил бўлади.

2. *Азобирикиш*. Пробиркада сульфанил кислота кристалларидан бир неча бўлақчаси иложи борича оз ҳажмдаги 2,5 процентли сода эритмасида эритилади. Сўнгра унга натрий нитрит кристалларидан бир неча дона солинади ва аралашмага муз сирка кислота қўшилади. Диазоний тузининг ажралиши кузатилади. Ҳосил бўлган муаллақ эритмага α -нафтиламин хлорид-

нинг сирка кислотадаги эритмасидан (1 : 1) бир неча томчи томизилади ва яхшилаб аралаштирилади. Бир неча минутдан сўнг сувда эрувчан, нушти рангли азобуёқнинг ҳосил бўлиши кузатилади.

127. Фенилгидразин (диазоний тузининг қалай (I)-хлорид билан қайтарилиши).



Реактивлар. 9 мл анилин, 7,3 г натрий нитрит, 56 г қалай (II)-хлорид, хлорид кислота ($d=1,18$), натрий гидроксид, диэтил эфир, калий карбонат.

Фенилгидразин заҳарли. Иш вақтида эҳтиёт бўлинг!

250 мл сифимли стаканга 90 мл концентранган хлорид кислота қуйилади ва аралаштириб туриб 9 мл анилин қўшилади. Стакан тузли муз аралашмасига қуйилади ва 0°C да кучли аралаштириб туриб, устига 0°C гача совитилган натрий нитрит эритмасидан (40 мл сувда 7,3 г) аста-секин қўшилади. Диазотирлаш реакциясининг ниҳоясига етганлиги йод-крахмалли қοғоз билан текширилади (162-бет). Ҳосил қилинган диазоний тузи эритмасига аралаштириб туриб 0°C гача совитилган 56 г қалай (II)-хлориднинг 47 мл концентранган хлорид кислотадаги эритмаси қўшилади. Диазобирикманинг қайтарилиш реакцияси жараёнда фенилгидразин хлорид кристаллари ҳосил бўлади. Реакцион масса совуқда бир неча соат қолдирилади. Чўкмага тушган кристаллар филтрланади ва филтрда шиша пробка билан сиқилади. Кристалл ҳолидаги чўкма кичкина қолбага солинади ва 25 процентли натрий гидроксиднинг мўл миқдордаги эритмаси билан нейтралланади. Мойсимон қават кўринишида ажралган эркин фенилгидразин эфир билан экстракцияланади. Эфирли эритма қиздирилган калий карбонат ёки натрий гидроксид бўлакчалари билан қуритилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдаб олинади. Қолбада қолган фенилгидразин вакуумда ҳайдалади (35-расм). Фенилгидразин миқдори 9 г атрофида.

Фенилгидразин — оч-сарик суюқлик, муз билан совитилганда кристалл ҳолида қолади. Суюқланиш температураси $19,6^\circ\text{C}$; қайнаш температураси $137\text{—}138^\circ\text{C}$ (18 мм сим. уст.). Фенилгидразин заҳарли, уни зич ёпилган шиша идишда сақлаш керак. Молекуляр массаси 108.

Сифат реакцияси. *Озозоннинг олиниши.* Кичикроқ қолбада 0,3 г глюкоза 20 мл сувда эритилади. Ҳосил бўлган эритмага 1 мл муз сирка кислота ва 1 мл фенилгидразин қўшилади. Аралашма қайнаб турган сув ҳаммомида иситилади. 10—15 минутдан сўнг озозон кристаллари ҳосил бўлиши кузатилади, яна бир соат иситилади. Сўнгра эритма совитилади, кристаллар филтрланади, сув билан ювилади ва 70 процентли

спиртда қайта кристаллантирилади. Озозоннинг сууқланиш температураси 210°C.

Карбония бирикмаларнинг конденсатланиш реакциялари

15-жадвал

Синтез №	Модданинг номи	Маҳсулот миқдори (г)	Синтез давом этган вақт (С)	Эксперимент усуллари
----------	----------------	----------------------	-----------------------------	----------------------

Ишқорларнинг сувдаги эритмаси шишироқда ароматик альдегидларнинг алифатик альдегидлар ёки кетонлар билан конденсатланиш реакциялари—Қляйзен-Шмидт конденсатланиши

128	Бензальацетон	10	8	Аралаштиргич, бензол билан экстракциялаш, вакуумда ҳайдаш
129	Дибензальацетон	7	4	Аралаштиргич
130	Бензальацетофенон (халкон)	9	14	Аралаштиргич, этанолдан қайта кристаллантириш
131	1, 3, 5-Трифенил бензол	12	6	Ҳайдаш, муз сирка кислотадан қайта кристаллантириш

Ароматик альдегидларнинг асослар шишироқда карбон кислота ангидридлари билан конденсатланиши. Перкин реакцияси

132	Долчин кислота (Перкин реакцияси)	10	12	Сув буғи билан ҳайдаш, сувдан қайта кристаллантириш
133	Долчин кислота (2-вариант)	6	8	Сув буғи билан ҳайдаш, сувдан қайта кристаллантириш
134	2-фуранакрил кислота		14	Сув буғи билан ҳайдаш, сувдан қайта кристаллантириш
135	Кумарин	10	8	Толуол билан экстракция қилиш, сув буғи билан ҳайдаш, этил спиртдан қайта кристаллантириш

Мураккаб эфирларнинг конденсатланиш реакциялари

136	Ацетосирка эфир	12	10	Натрий метали билан ишлаш, сув буғи билан ҳайдаш, вакуумда ҳайдаш
137	Оксалатсирка эфири	7	18	Натрий метали билан ишлаш, вакуумда ҳайдаш
138	Бензоилацетон	8	6	Натрий метали билан ишлаш

Ароматик альдегидлар ва ароматик кислота ангидридларининг ароматик аминлар ва феноллар билан конденсатланиши

Ароматик альдегидларнинг бирламчи ароматик аминлар билан конденсатланиши

139	Бензальанилин	15	6	Аралаштиргич, этил спиртдан қайта кристаллантириш
-----	---------------	----	---	---

Ароматик альдегидларнинг учламчи ароматик аминлар билан конденсатланиши

14	Малахит яшили	0,8	16	Сув буғи билан ҳайдаш
----	---------------	-----	----	-----------------------

Синтез №	Модданинг номи	Маҳсулот миқдори (г)	Синтез давом этган вақт (С)	Эксперимент усуллари
----------	----------------	----------------------	-----------------------------	----------------------

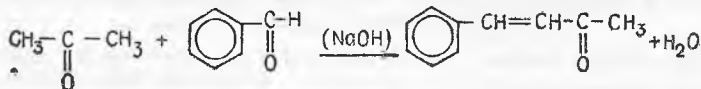
Ароматик кислота ангидридларининг феноллар билан конденсатланиши

141	Фенолфталеин	1	12
142	Флуоресцеин	3,2	6
143	Эозин	2	4

Тўйинмаган алифатик альдегидларнинг ароматик аминлар билан конденсатланиши

144	Хинолин (Скрауп усули)	10	12	Сув буғи билан ҳайдаш, диэтил эфир билан экстракция қилиш, ҳайдаш
145	8-Оксихинолин (оксин)	8	10	Аралаштиргич, сув буғи билан ҳайдаш

128. Бензальацетон



Реактивлар. 20 мл ацетон, 19,7 мл бензальдегид, натрий гидроксид, хлорид кислота, бензол.

Бензальацетон терига кучли таъсир қилади, шунинг учун у билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак.

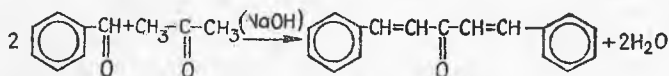
Аралаштиргич билан жиҳозланган 100 мл сифимли стаканда 20 мл ацетон (ацетоннинг ортиқ миқдори дибензальацетоннинг ҳосил бўлишига йўл қўймаслик учун керак), 19,7 мл янги ҳайдалган бензальдегид ва 10 мл сув билан аралаштирилади. Реакцион аралашма сув ҳаммомида совитилади. Сўнгра унга реакция аралашманинг температураси 25—30°С да сақланган ҳолда аста-секин 2,5 мл натрий гидроксиднинг 10 процентли эритмаси қуйилади. Аралашма икки соат давомида хона температурасида аралаштирилади. Конденсатланиш реакцияси тугаши билан реакция массага (лакмус ёрдамида синалганда кислотали муҳит ҳосил бўлгунча) суюлтирилган хлорид кислота қўшилади ва ажраткич воронкага қуйилади. Юқоридаги — сариқ мойсимон органик қават пастки сувли қаватдан ажратилади. Сувли қават 16 мл бензол билан (8 мл дан икки марта) экстракцияланади. Олинган бензолли сўрим органик қаватга қўшилади. Қўшилган органик эритма ажраткич воронкага қуйилади, 5 мл сув билан ювилади ва сув ҳаммомида бензол ҳайдаб оли-

нади. Қолдиқ вакуумда ҳайдалади (35-расм). Дастлабки ҳайдалган кўкиш тусли бир неча миллилитр дистиллат ажратилади. Ҳайдаш маҳсулотининг қолган қисми оч-сарик рангли бўлади. Ҳайдаш вақтида 148—160°C да (25 мм сим. уст.) қайнайдиган фракция йиғилади. Маҳсулотни қайта ҳайдаб, 137—142°C да (16 мм сим. уст.) қайнайдиган фракция йиғилади. Бензальацетон узоқ сақланганда кристалланади. Бензальацетоннинг миқдори 10 г.

Бензальацетон (метилстирилкетон)—пластинкасимон, рангсиз кристалл модда, спирт, эфир, хлороформ, бензолларда эрийди. Суяқланиш температураси 42°C; қайнаш температураси 260°C, 126°C (9 мм сим. уст.); d_{15}^{15} 1,0377; n_D^{15} 1,5836; молекуляр массаси 146,19.

Сифат реакцияси. Қўш боғни аниқлаш. Пробиркада 0,3—0,5 г бензальацетон хлороформда эритилади ва бромнинг хлороформдаги эритмаси қўшилади. Бромнинг рангсизланиши қўш боғ борлигидан дарак беради.

129. Дибензальацетон



Реактивлар. 7,5 мл бензальдегид, 2,8 мл ацетон, натрий гидроксид, этил спирт.

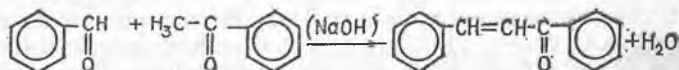
Аралаштиригич билан жиҳозланган 250 мл сифимли стаканга хона температурасигача совитилган 7,5 г натрий гидроксиднинг 75 мл сув ва 60 мл спиртдаги эритмаси қуйилади. Яхшилаб аралаштириб туриб ва эритманинг температурасини 20—25°C да сақлаган ҳолда унга 7,5 мл бензальдегид ва 2,8 мл ацетондан тайёрланган аралашманинг ярми қўшилади. Иккинчи ярми сақланади. 2—3 минутдан сўнг эритма лойқаланади ва тезликда паға-паға чўкма чўкма бўлади. Реакцион масса 15 мин аралаштирилади, сўнгра унга аралашманинг қолган иккинчи ярми қўшилади. Аралашма сақланган идишга озроқ спирт қуйиб, чайқатиб реакцион массага қўшилади ва яна 30 мин аралаштирилади. Сўнгра ҳосил бўлган дибензальацетоннинг аталасимон чўкмаси Бюхнер воронкасида фильтрланади. Фильтрдаги чўкма дистилланган сув билан ювилади ва фильтр қоғози орасида қуритилади. Дибензальацетоннинг миқдори 7 г.

Дибензальацетон — сарик рангли кристалл модда, ацетондан пластинкасимон шаклда кристалланади, ҳайдалганда парчаланаяди, хлороформда, ацетонда эрийди, эфирда, спиртта кам эрий-

ди, сувда эримайди. Молекуляр массаси 234,3. Суюқланиш температураси 112°C.

Дибензальацетондаги қўш боғни аниқлашни «Бензальацетон» ишидан кўринг.

130. Бензальацетофенон (халқон)



Реактивлар. 4,8 мл ацетофенон¹, 5 мл бензальдегид, натрий гидроксид, этил спирт (95 процентли).

Аралаштиргич ва термометр билан жиҳозланган 200 мл сифмли стакага 2,18 г натрий гидроксиднинг 19,6 мл сув ва 12,25 мл 95 процентли этил спирт аралашмасидаги эритмаси қўйилади. Ишқорий эритмага 4,8 мл янги ҳайдалган ацетофенон қўшилади. Реакцион қолба музли ҳаммомга қўйилади ва 5°C температурада бирданга 5 мл бензальдегид қўйилади. Конденсатланиш реакцияси экзотермик реакциядир. Бу реакция (музли ҳаммомни олиб ташлаб) фақат 26°C температурада ва аралашмани яхшилаб аралаштириб турган ҳолда олиб борилади. Агар температура 26°C дан паст бўлса ва секин аралаштирилса, халқон мой ҳолида ажралиб чиқиб, йирик бўлакчалар ҳосил қилади. Агар реакциянинг температураси 30°C дан ортиб кетса қўшимча реакциялар бориши ҳисобига халқоннинг тозалиги пасаяди ва кам ҳосил бўлади. 2—3 соатдан сўнг аралашма қуюқлашади. Аралашма совуқ жойда бир кеча қолдирилади. Чўкмага тушган халқон туз Бюхнер воронкасида филтрланиб, муз билан туз аралашмасида совитиб қўйилган пробиркага солинади, 0°C гача совитилган 3 мл этил спирт билан филтрда ювилади ва массаси ўзгармай қолгунча ҳавода қуритилади. Халқоннинг миқдори 9 г.

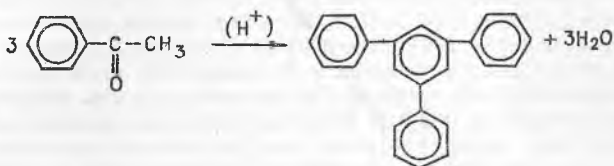
Тоза халқон олиш учун у 95 процентли спиртдан қайта кристаллантирилади (1 г халқонга 4 г спирт олинади); 7 г халқон олинади.

Бензальацетофенон (фенилстирилкетон, халқон)— оч сариқ рангли пластинкачалар шаклидаги кристалл модда, эфирда, углерод сульфидда, бензолда эрийди, спиртда ўртача эрийди. Суюқланиш температураси 58°C. Қайнаш температураси 348°C; 219°C (18 мм сим. уст.). Молекуляр массаси 208,26.

Сифат реакцияси. Халқондаги қўш боғни аниқлаш реакциясини «Бензальацетон» ишидан кўринг.

¹ Синтез учун 232-бетдаги «Ацетофенон» ишидан олинган ацетофенонни ишлатиш мумкин.

131. 1, 3, 5-Трифенилбензол



Реактивлар. 28 мл ацетофенон, анилин, анилин хлорид¹, муз сирка кислота, хлорид кислота ($d=1,18$), диэтил эфир.

Қайтарма совитгич ва колба тубига тушиб турадиган термометр билан жиҳозланган 100 мл сифимли туби юмалоқ колбага (16-расм) 28 мл ацетофенон, 29 мл анилин ва 2 г анилинхлорид солинади. Аралашма мой ҳаммомида $165\text{--}170^\circ\text{C}$ температурада 1 соат давомнда қиздирилади. Сўнгра қайтарма совитгич пастга қия совитгич билан алмаштирилади ва реакцион колбани мой ҳаммомида қиздириб турган ҳолда аралашма температурасини $185\text{--}190^\circ\text{C}$ да сақлаб анилиннинг асосий массаси (тахминан 27 мл) ҳайдалади. Хона температурасигача совитилган колбага 30 мл муз сирка кислота қўшилади. Пастга қия совитгич қайтарма совитгичга алмаштирилади ва реакцион аралашма асбест тўр устида 30 минут давомнда қайнатади. Қайноқ эритма (*мурили шкафда!*) стаканга қуйилади ва хона температурасигача совитилади. Сўнгра у музли сув ҳаммомига қуйилади. Чўкмага тушган 1, 3, 5-трифенилбензол филтрланади ва муз сирка кислотадан қайта кристаллантирилади. 1, 3, 5-трифенилбензолнинг миқдори 12 г атрофида.

1, 3, 5-Трифенилбензол — қаттиқ модда, эфирда рангсиз игнасимон шаклда кристалланади, бензолда эрийди, спиртда, эфирда ёмон эрийди. Суюқланиш температураси 170°C ; d_4^{20} 1,206. Молекуляр массаси 306,4.

132. Долчин кислота (Перкин реакцияси)

Реактивлар. 15,2 мл бензальдегид, 22,4 мл сирка ангидрид, сувсизлантирилган натрий ацетат², натрий карбонат, хлорид кислота.

Қайтарма совиткич уланган 150—200 мл сифимли туби юмалоқ колбага 15,2 мл янги ҳайдалган бензальдсгид, 8,2 г сувсизлантирилган натрий ацетат ва 22,4 мл сирка ангидрид аралаш-

¹ Анилин хлориднинг олиншсини 232-бетдан қаранг.

² Сувсиз натрий ацетатнинг олинши 232-бетдан қаранг.

маси солинади. Аралашма асбест тўр устида 8 соат давомида секин қайнатилади. Тажриба тўхтатилган вақтда реакцион аралашмага ҳаводан нам кирмаслиги учун совиткичнинг учи кальций хлоридли найча билан беркитилади. Конденсатланиш реакцияси ниҳоясига етгач, қайноқ аралашма 750 мл ҳажмли туби юмалоқ колбага ағдарилади, 250 мл иссиқ сув қўшилади ҳамда ортқича миқдорда олинган бензой альдегид ва реакция вақтида ҳосил бўлган сирка альдегид сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Колбада қолган реакцион аралашма қуруқ натрий карбонат билан нейтралланади ва мойсимон қўшилмалардан тозалаш мақсадида қайноқ ҳолида бурма фильтр орқали филтрланади. Долчин кислотани чўктириш учун қайноқ филтратга қизил конго бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча хлорид кислота қўшилади ва совитилади. Чўкмага тушган долчин кислота филтрлаб олинади ва қуритилади. Қислотани тозалаш учун у қайноқ сувдан қайта кристаллантирилади. Долчин кислотанинг миқдори 10 г атрофида.

Долчин кислота (β -фенилакрил кислота) *цис*- ва *транс*-шаклларда мавжуд. Одатдаги *транс*-шакли рангсиз кристалл модда, эфирда, хлороформда, спиртда (20°C да 4 қисм спиртда бир қисм кислота) эрийди, сувда кам эрийди (17°C да 3500 қисм сувда 1 қисм кислота). Қайнаш температураси 300°C ; суюқланиш температураси 133°C ; d_4^{25} 1,2475. Молекуляр массаси 148,16.

С и ф а т р е а к ц и я л а р и. 1. Қўшбоғни аниқлаш. 0,5 г долчин кислота хлороформда эритилади ва унга бромнинг хлороформдаги эритмаси қўшилади. Бром рангининг йўқолиши қўшбоғ борлигидан дарак беради.

2. Пробиркада 0,5 г долчин кислота бир томчи 0,5 н. калий перманганатнинг нейтрал эритмаси билан аралаштирилади. Пробирканинг оғзи бензидининг эфирли эритмасида ҳўлланган фильтр қоғози билан бекитилади. Реакцион аралашма қайнаб турган сув ҳаммомида иситилса, фильтр қоғозида сариқ доғ пайдо бўлади (Шифф асоси).

3. Пробиркада 0,3—0,5 г долчин кислота суюлтирилган сода эритмасида эритилади ва унга озроқ калий перманганат эритмаси қўшилади. Марганец (IV) оксид ҳосил бўлиши туфайли эритманинг қизил ранги қўнғир рангга айланади.

133. Долчин кислота олишнинг иккинчи усули

Реактивлар. 10 мл бензальдегид, 15 мл сирка ангидрид, хлорид кислота ($d=1,18$), қиздирилган калий карбонат, натрий гидроксид.

Қайтарма совиткич уланган 200 мл сифимли туби юмалоқ колбага 10 мл янги ҳайдалган бензальдегид, 15 мл сирка анги-

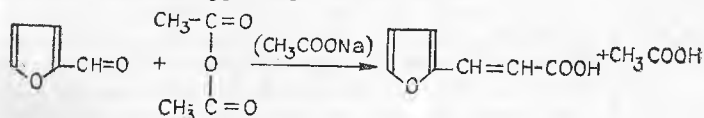
¹ Суvsиз натрий ацетатнинг олинишини 232-бетдан қаранг.

дрид ва 7 г қиздириб яхши майдаланган калий карбонат соли-нади. Қолба 180°C гача қизиб турган мой ёки қум ҳаммомига қўйилади ва вақт-вақти билан чайқатиб туриб, температурани ўзгартирмай 2 соат қолдирилади. Сўнгра реакцион аралашма 100°C гача (ҳаммомнинг температураси) совитилади ва устига 140 мл натрий гидроксиднинг 2 н. эритмасидан 140 мл қўшил-ганидан сўнг реакцияга киришмай қолган бензальдегид сув буғи билан ҳайдалади (33- расм). Ҳайдаш қолбасида қолган қолдиқ-қа активланган кўмир қўшилади ва 10—15 минут қайнатилади. Қайнаб турган эритма тезда қайноқ филтрлаш воронкасида филтрланади. (Қайноқ филтрлаш воронкаси олдиндан қизди-рилади). Хона температурасигача совитилган филтратга конго бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча тахминан 30 мл хло-рид кислота қўшилади. Ялтироқ баргсимон кристаллар шаклида чўкмага тушган долчин кислота филтрлаб олинади ва ҳавода қуритилади.

Агарда долчин кислота етарли даражада тоза бўлмаса, у қайноқ сувда қайта кристаллантирилади. Долчин кислотанинг миқдори 6 г атрофида.

Долчин кислотанинг хоссалари ва сифат реакцияси 214- бет-даги «Долчин кислота» («Перкин реакцияси»)дан қаралсин.

134. 2-Фуранакрил кислота



Реактивлар. 21 мл фурфурол, 48 мл сирка ангидрид, сувсизлантилган натрий ацетат¹, хлорид кислота ($d=1,18$), сувсизлантилган калий карбо-нат.

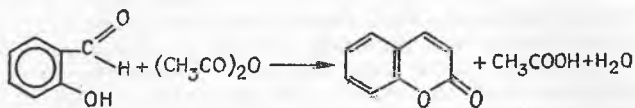
2-Фуранакрил кислотанинг олиниши долчин кислотанинг олиниши (Перкин реакцияси)даги баён бўйича олиб борилади, лекин бунда битта ўзгариш киритилади, реакцион масса 150°C да 10 соат давомда қиздирилади. 2-Фуранакрил кислота ажра-тиб олиш долчин кислота ажратиб олишга ўхшайди.

2-Фуранакрил кислота (β-2-фурилакрил кислота, 2-фураль-сирка кислота) — рангсиз қаттиқ модда, ташқи кўринишидан иг-нага ўхшайди, спиртда, эфирда, сирка кислотада, бензолда эрий-ди. Иссиқ сувда кам эрийди, совуқ сувда, углерод сульфидда, лигроинда эримайди. Суюқланиш температураси 141°C; қайнаш температураси 226°C. Молекуляр массаси 138.

Сифат реакцияси. 2-Фуранакрил кислотадаги қўш богни аниқлаш (213-бетга қаралсин).

¹ Сувсиз натрий ацетатнинг олинишни 213-бетдан қаранг.

135. Кумарин



Реактивлар. 12,5 г салицил альдегид, 30 мл сирка ангидрид, қиздирилган калий карбонат, толуол, этил спирт.

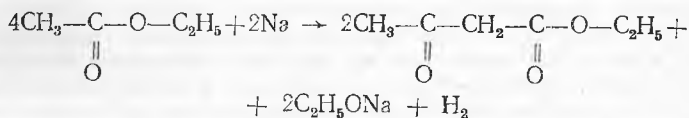
Қайтарма совитгич, термометр ва томизгич воронка билан жиҳозланган 300 мл сифмили, уч оғизли туби юмалоқ колбага 12 г қиздирилган калий карбонат ва 12,5 г салицил альдегид солинади. Сўнгра тезда 30 мл сирка ангидрид қуйилади. Конденсатланиш реакциясининг шиддатли бориш стадияси тугаганидан сўнг қайтарма совитгич оқими пастга қия ҳолда ўрнатилган совитгичга алмаштирилади. Реакцион аралашма мой ҳаммомида 180—200°C гача қиздирилади (термометр реакцион аралашмада) ва шу температурада бир соат давомида ишлаб турилади. Бунда сирка ангидриднинг ортиқча қисми, сирка кислота ва фенилацетат (салицил альдегид таркибида қўшимча модда сифатида бўладиган фенолнинг ацилланиш реакцияси натижасида фенилацетат ҳосил бўлади) ҳайдалади. Колбадаги маҳсулот 130—140°C гача совитилади ва сўнг беш баробар кўп ҳажмдаги совуқ сувга қуйилади. Чўкмага тушган кумарин ажратгич воронкада 50 мл толуол билан экстракцияланади. Эфирли қават 2—3 марта сув билан ювилади ва сўнгра толуол ҳайдалиб бўлгандан сўнг фенилацетатли қолдиқ сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Ҳайдаш колбасида қолган қолдиқ филтрланади, филтр қоғози орасида қурилади ва спиртдан (10 мл спиртга 10 г кумарин) кристаллантирилади. Унинг миқдори 10 г.

Кумарин (*o*-кумарин лактон) — ташқи кўринишидан ромбик кристалл модда, спиртда, иссиқ сув, эфирларда эрийди. Суюқланиш температураси 70°C; қайнаш температураси 291°C, 148° (7 мм сим. уст.) d_4^{20} 0,935, молекуляр массаси 146,15.

Сифат реакциялари. 1. Чинни тигелга бир томчидан кумариннинг эфирли эритмаси, гидроксилламин гидрохлориднинг спиртли тўйинган эритмаси ва калий гидроксиднинг спиртдаги 0,5 н. эритмасидан солинади. Аралашма газ пуфакчалари ажралиб чиқа бошлагунча аланга устида қиздирилади. Бунда кумарин гидроксам кислотанинг калийли тузига айланади. Аралашмага совиганидан кейин 0,5 н. хлорид кислота эритмасидан бир томчи томизилади ва унга яна бир томчи 1 процентли темир (III)-хлорид эритмасидан қўшилади. Оксидлаш натижасида ҳосил бўлган эркин гидроксам кислота темир (III)-хлорид билан бинафша-қизил рангли эрувчан ички комплекс туз ҳосил қилади.

2. Кумариннинг эфирли эритмасидан бир томчиси кичикроқ пробиркага томизилади, пробирканинг оғзи натрий гидроксид эритмаси билан намланган доира шаклида қирқилган фильтр қоғоз ёрдамида беркитилади. Пробирка қайноқ сувга ботирилади. Бир неча минутдан сўнг фильтр қоғоз кварц лампа тагига қўйилади. Тезда сариқ-яшил флуоресценция ҳосил бўлади.

136. Ацетосирка эфир



Реактивлар. 55,5 мл қуритилган сирка этил эфир¹, 5 г натрий метали, сирка кислота, натрий хлорид, натрий гидрокарбонат.

Сирка этил эфир билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак. У ўтга хавfli ва ҳаво билан портловчи аралашмалар ҳосил қилади. Натрий метали билан ишлашда ҳам эҳтиёт бўлинг.

200 мл сизимли туби юмалоқ колбага икки оғизли форштосс ўрнатилади, форштоссга юқори учи кальций хлоридли найча билан беркитилган қайтарма совитгич уланади. Форштосснинг иккинчи учи пробка билан беркитилади. Колбага қуруқ сиркаэтил эфир солинади. Форштосснинг иккинчи оғзидан пробкани очиб туриб, 5 г яхшилаб майдаланган натрий метали² солинади. Аста-секин оз миқдордаги водород ажралиб чиқиши кузатилади. Маълум вақтдан сўнг суюқлик бир текисда қайнайди. Конденсатланиш реакциясининг тезлиги бир оз секинлашгандан сўнг колба олдиндан қиздирилган мой ёки қум ҳаммомига қўйилади, бунда температура сиркаэтил эфир секин қайнайдиган қилиб бошқариб турилади (ҳаммомнинг температураси 100—110°C дан ошмасин). Натрийнинг ҳаммаси батамом эригунича аралашма 3 соат давомида қиздирилади. Агар натрий бўлакчалари қолса натрийни алкоголятга айлангириш учун колбага 2—3 мл этил спирт қўшиш керак. Агар сиркаэтил эфир таркибида нам кўп бўлса, реакция натижасида гелсимон масса (уювчи натрий) ҳосил бўлади. Агар эфир қуруқ бўлса, тиниқ эритма ҳосил бўлади.

¹ Сирка этил эфир қуруқ бўлиши ва таркибидаги спиртнинг миқдори 2% дан ошмаслиги керак. Одатда унинг таркибида спирт кўп бўлади, бунинг оқибатида реакция шиддатли боради ва ҳосил бўлаётган модда камайиб кетади. Сотиб олинган эфирни кальций хлориднинг тўйинган эритмаси билан ювиш ва қиздирилган калий карбонат билан қуритиш керак.

² Натрий оксидланиб қолмаслиги учун унинг пўстлоғи артилади ва қалин шиша косачада (кристаллизаторда) абсолют дистил эфир, керосин ёки толуол остида мўрили шкафта, оловдан нарида қирқилади.

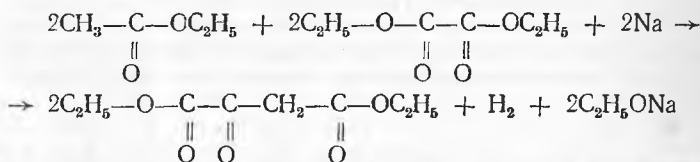
Олинган эритма 40—45°C гача совитилади ва унга, лакмус бўйича кислотали муҳит ҳосил бўлгунча 30 мл 50 процентли сирка кислота қўшилади. Ҳосил бўлган кислотали эритмага натрий хлориднинг олдиндан тайёрланган ва фильтрланган тўйинган эритмасидан тенг ҳажмда қўшилади. Агар бунда чўкма ҳосил бўлса, унга озроқ сув қўшиб ва эритмани аралаштириб туриб чўкмани эритиш керак. Аралашма ажраткич воронкага қуйилади, бунда суюқлик қаватларга ажралади. Агар суюқлик қаватларга ажралмаса аралашма 50 мл сирка этил эфир билан экстракция қилинади. Устки қават ажратибли олинади, натрий бикарбонатнинг совуқда тўйинтирилган озроқ эритмаси билан ювилади. Сўнгра колбани асбест тўр устида эҳтиётлик билан қиздириб туриб, дастлаб спирт, кейин сирка кислота билан сув аралашмаси ҳайдалади. Сўнгра температура бир оз кўтарилади (95°C гача) ва сирказтил эфир ҳайдаб олинади. Қолган ацетосирка эфир вакуумда ҳайдалади. Ацетосирка эфирнинг миқдори 12 г.

Қайнаш температураси 79°C (18 мм сим. уст.); 74°C (14 мм сим. уст.).

Ацетосирка эфир — хушбўй ҳидли рангсиз суюқлик, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда яхши эрийди, органик эритувчилар билан аралашади. Қайнаш температураси 181°C (парчаланади); суюқланиш температураси — 45°C; d_4^{20} 1,023; n_D^{20} 1,4197.

Сифат реакцияси. *Енол формани аниқлаш.* Бир неча томчи ацетосирка эфир сувда эритилади ва унга 1—2 томчи темир (III)-хлорид эритмасидан қўшилади, қизил бинафша ранг ҳосил бўлади. Агар рангли эритмага бромли сув қўшилса, ранг йўқолади, чунки бром эфирнинг енол формаси билан таъсирлашади. Лекин бир қанча вақт ўтгач яна ранг пайдо бўлади. Бу ўзгариш мувозанат ҳосил бўлгунга қадар кетон формадан аста-секин эркин форма ҳосил бўлиши билан тушунтирилади.

137. Оксалаат сирка эфир



Реактивлар. 7,5 г диэтилоксалаат, 6 мл сувсизлантирилган этил ацетат¹, 12 г натрий метали, абсолют этил эфир², сульфат кислота, натрий карбонат, кальций хлорид.

¹ Сувсиз этил ацетатнинг тайёрланишини 217-бетдан қаранг.

² Абсолют диэтил эфирнинг тайёрланишини 61-бетдан қаранг.

Сирка этил эфир билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак. У ўтга хавфли ва ҳаво билан портловчи аралашмалар ҳосил қилади. Натрий¹ метали билан ишлашда ҳам эҳтиёт бўлиш керак.

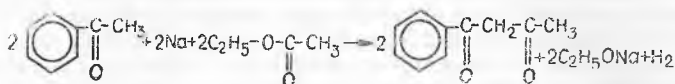
Икки шохли форштосс орқали томизгич воронка ва кальций хлоридли найча уланган қайтарма совиткич билан жиҳозланган 100—150 мл сифимли туби юмалоқ колбага 40 мл абсолют эфир қўйилади ва майда қилиб қирқилган натрий бўлакчаларидан эҳтиётлик билан 12 грамм солинади (*ҳимоя кўзойнагини кийиш керак!*). Сўнгра колбага 7,5 г диэтилоксалат қўшилади ва томизгич воронка орқали сувсизлантирилган 6 мл этилацетат аста-секин томчилаб қўйилади. Конденсатланиш реакцияси ўз-ўзидан бошланади. Сирка этил эфирнинг ҳаммаси қўшиб бўлингач реакция аралашма сув ҳаммомида (30°С ли) натрийнинг ҳаммаси реакцияга киришгунча, тахминан 1—1,5 соат давомида қиздирилади. Сўнгра реакция аралашма бир кеча қолдирилади. Сариқ масса ҳолида ажралиб чиққан натрий оксалат сирка эфири филтрланади ва филтрда озроқ миқдордаги қуруқ эфир билан ювилади. Шундан кейин чўкмани стаканга солиб, озроқ сув билан аралаштирилади, унга бир неча бўлак муз ташлаб кислотали муҳит ҳосил бўлгунча 10 процентли сульфат кислота эритмасидан қўшилади. Эритмани ажраткич воронкага қўйиб тўрт марта тегишли 15, 10, 10 ва 10 мл диэтил эфир билан экстракция қилинади. Сўнгра экстрактларни қўшиб 10 процентли калий карбонатнинг 3 мл эритмаси, сўнгра икки марта сув (15 мл дан) билан ювилади ва кальций хлорид билан қуритилади. Қуритилган эритма бурма филтр қоғоз орқали Клейзен колбасига филтрланади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдалади. Оксалат сирка эфир вакуумда ҳайдалади. Оксалат сирка эфирнинг миқдори 7 г атрофида.

Оксалат сирка эфир (кетон каҳрабо кислотанинг диэтил эфири) — рангсиз суюқлик, сувда ёмон эрийди, спиртда, эфирда яхши эрийди. Қайнаш температураси 132°С (24 мм сим. уст.). Молекуляр массаси 188,18; n_{D}^{20} 1,132; $n_{D}^{16,6}$ 1,4561.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Оксалат сирка эфирнинг енол формаси мавжудлигини «Ацетосирка эфир» ишидан қаранг.

¹ 6-бетга қаранг.

138. Бензоилацетон



Реактивлар. 20 мл қуритилган сирка этил эфир¹, 9,7 мл ацетофенон, 2 г натрий метали, абсолют диэтил эфир², сирка кислота.

Сирка этил эфир билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак. У ўтга хавfli ва ҳаво билан портловчи аралашмалар ҳосил қилади. Натрий метали билан ишлашда ҳам эҳтиёт бўлиш керак³.

250 мл сизимли туби юмалоқ қолбага кальций хлоридли найча билан беркитилган қайтарма совитгич уланади. Қолбага 9,7 мл ацетофенон ҳамда 20 мл қуруқ сирка этил эфирнинг абсолют эфирдаги эритмасидан 60 мл қуйилади ва аста-секин 2 г юпка қилиб кесилган натрий метали ташланади (ҳимоя кўзойнаги тақилсин!). Бир оздан сўнг конденсация реакцияси бошланади ва аралашма қайнайди. Аралашма қайнаб бўлгач қолба сув ҳаммомида 45 мин давомида қиздирилади. Шундан сўнг реакцион масса совитилади. Чўкмага тушган натрий бензоилацетон Бюхнер воронкасида филтрланади, қуруқ этил ацетат билан филтрда ювилади ва филтр қоғозлари орасида эзиб қуритилади. Сўнг натрий бензоилацетон 100 мл сувда эритилади, филтрланади ва филтратни муз билан совитиб туриб, сирка кислота қўшиш йўли билан кислотали муҳитда бензоил ацетон чўкмага туширилади. Чўкмага тушган кристалларни филтрлаб, сув билан ювилади ва эксикаторда қуритилади. Бензоил ацетоннинг миқдори 8 г атрофида.

Бензоилацетон (1-фенил-1,3-бутандиол) — ўткир ҳидли кристалл модда, спиртда, эфирда, концентрланган ишқорларда яхши эрийди, учувчан. Суюқланиш температураси 261—262°C; 134—136°C (16 мм сим. уст.) d_{20}^{20} 1,044. Молекуляр массаси 162,2.

С и ф а т р е а к ц и я с и. Бензоил ацетоннинг енол формасини аниқлашни «Ацетосирка эфир» ишидан қаранг.

139. Бензальанилин



Реактивлар. 10 мл бензальдегид, 9 мл анилин, этил спирт.

¹ Қуруқ сирка этил эфирнинг тайёрланишини 217-бетдан қаранг.

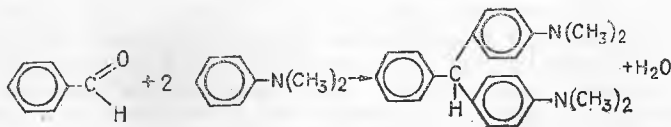
² Абсолют диэтил эфирнинг тайёрланишини 62-бетдан қаранг.

³ 6-бетга қаранг.

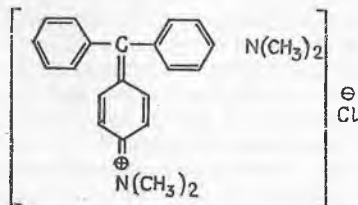
Аралаштиргич билан жиҳозланган 100 мл сифимли туби юма-лоқ колбага 10 мл янги ҳайдалган бензальдегид қуйилади. Сўнгра яхшилаб аралаштириб туриб 9 мл янги ҳайдалган анилин қўшилади. Шу ондаёқ иссиқлик ажралиб чиқиши билан реакция бошланади. Конденсатлаш реакцияси ниҳоясига етгач (реакцион аралашманинг исиши тўхтагач), масса 15 мин қолдирилади. Сўнгра яхшилаб аралаштириб туриб у 25 мл 95 процентли спирт эритмаси бор стаканга қуйилади. Эритма олдин 10 минут хона температурасида сақланади, сўнгра 30 мин музли сувда совитилади. Ҳосил бўлган кристалл ҳолидаги масса филтрлаб олинади ва ҳавода қуритилади. Бензальанилиннинг миқдори 15 г.

Бензальанилин — кристалл модда, углерод сульфидда сариқ игнасимон кристаллар ҳолида чўкмага тушади, спиртта ва эфирда эрийди, сувда эримайди. Суюқланиш температураси 52°C. Қайнаш температураси 300°C. Молекуляр массаси 181,24.

140. Малахит яшили



Лейкоасос тузи оксидланганда малахит яшили ҳосил бўлади.



Реактивлар. 5 г диметиланилин, 1 мл бензальдегид, қўрғошин (IV)-оксид, рух хлорид, этил спирт, хлорид кислота (*d*-1,18), муз сирка кислота, натрий сульфат, натрий хлорид.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Лейкоасоснинг олиниши. Биринчи усул. Икки шохли форштосс орқали аралаштиргич ва қайтарма совитгич билан жиҳозланган 50 мл сифимли, туби юмалоқ колбага (16-расм) 5 г янги ҳайдалган диметиланилин ва 1 мл бензальдегид солинади. Аралашмага сульфат кислота эритмаси қўшилади (2 мл концентранланган сульфат кислота ва 2 мл сув). Реакцион масса аралаштирилган мой ҳаммоида 150°C да 2 соат давомида қайнатилади. Конденсатланиш реакцияси ниҳоясига етгач натрий гидроксид эритмасидан қуйиб, ишқорий муҳит ҳосил қилинади ва реакцияга киришмай қолган диметиланилин сув буғи билан ҳайдалади. Ҳайдаш колбасидаги қолдиқ совитилади, ҳосил

бўлган чўкма сувдан ажратилади, сув билан бир неча марта ювиб чўкма ажратилади. Сўнгра чўкма стаканга солинади ва сув ҳаммомида иситиб туриб лейкоасос спиртда эритилади. Эритма филтрланиб, совуқ жойда бир кеча қолдирилади. Чўкмага тушган лейкоасоснинг рангсиз кристаллари филтрланади, филтрда спирт билан ювилади ва эксикаторда (ёки ҳавода филтр қоғозининг орасида) қуритилади. Агар лейкоасос кристалланмай, мойсимон кўринишда ҳосил бўлса, оз миқдорда яна спирт қўшиб иситиш ва қайта кристалл ҳосил қилиш учун қолдириш керак. Лейкоасоснинг миқдори 4 г атрофида.

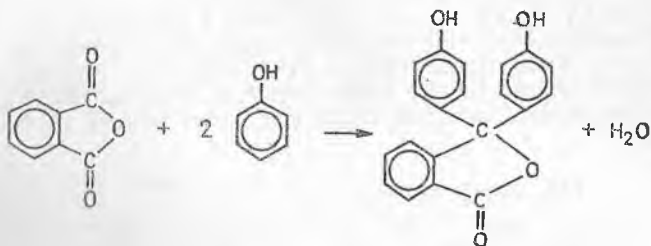
Иккинчи усул. Кичикроқ чинни косачага 5 г атрофида янги ҳайдалган диметиланилин, 1 мл бензальдегид, 4 г сувсизлантирилган рух хлорид¹ солиб, аралаштириб турган ҳолда сув ҳаммомида қиздирилади. 4 соат қиздирилгандан сўнг олинган қовушоқ масса 20 мл сув билан аралаштирилиб, колбага қўйилади ва реакцияга киришмай қолган диметиланилин сув буғи билан ҳайдалади. Кейинги ишлар биринчи усулда кўрсатилган методика бўйича олиб борилади.

Лейкоасоснинг оксидланиши. Бўёқнинг олиниши. Олинган лейкоасосдан 1 грами туби ясси колбада 90 мл сув, 1 мл концентранган хлорид кислота ва 0,5 мл муз сирка кислота аралашмасида эритилади. Аралашма 0°C гача совитилади (якши совиши учун унга бир неча бўлак муз ташланади) ва унга аста-секин аралаштириб туриб, 0,75 г қўрғошин (IV)- оксиднинг 5 мл сувдаги суюқ аталасимон аралашмаси солинади. Реакцион аралашма 5 мин яхшилаб аралаштирилади. Сўнгра 1 г натрий сульфатнинг 5 мл сувдаги эритмаси қўшилади ва тиндирилгандан сўнг чўкмага тушган қўрғошин сульфат филтрлаб олинади. Ҳосил қилинган филтратга 1 г рух хлориднинг мумкин қадар кам миқдордаги сувли эритмаси қўшилади. Сўнгра бўяш хоссасига эга бўлган рух хлориднинг иккиламчи тузи тўла ажралиб чиққунча натрий хлориднинг тўйинган эритмасидан қўшилади. Бўёқнинг тўлиқ чўкканлиги филтр қоғози билан тажриба қилиб аниқланади. Бунинг учун эритмадан бир томчи олиб филтр қоғозига томизилади, бунда рангли доғ ўртасида деярли рангсиз айлана ҳосил бўлиши керак. Ҳосил қилинган бўёқ кичкина Бюхнер воронкасида филтрланади ва озроқ ош тузининг тўйинган эритмаси билан ювилади, филтр қоғози орасига олиб, сиқиб қуритилади. Малахит яшилининг миқдори 0,6—0,8 г атрофида.

Малахит яшили (лейкоасос)—тетраметил-*n*-диаминотрифенил метан—яшил флуоресценцияланувчи сариқ мойсимон модда, сувда эримайди, кислоталарда, этанолда, эфирда эрийди. Суюқланиш температураси 93—94°C. Молекуляр массаси 330,47.

¹ Сувсиз рух хлориднинг олиниши 232-бетдан қаранг.

141. Фенолфталеин



Реактивлар. 2,5 г фтал ангидрид, 5 г фенол, сульфат кислота ($d=1,84$), натрий гидроксид, сирка кислота, хлорид кислота, этил спирт, активланган кўмир.

Иш мўрили шкафта бажарилади!

Балаид чинни тигелга 2,5 г фтал ангидрид, 5 г фенол ва 1 мл концентрланган сульфат кислота солинади ва аралашма мой ҳаммомида ёки қум ҳаммомида $125-130^{\circ}\text{C}$ да (температура 130°C даи ошмаслиги керак) уч соат давомида қиздирилади. Суyoқлик вақт-вақтида унга туширилган термометр билан аралаштириб турилади. Конденсатланиш реакцияи ниҳоясига етгандан сўнг иссиқ аралашма 50 мл сувли стаканга қуйилади ва фенолнинг хиди йўқолгунча қайнатилади (стакан тагида чўкма ҳосил бўлгани учун қайнаётган модда отилиб сачраши мумкин). Сачраш натижасида модда миқдорининг камайишига йўл қўймаслик учун уни доим аралаштириб туриш керак. Эритма совитилади, шундан кейин, иложи борича, чўкмени филтьрга туширмасликка ҳаракат қилиб, Бюхнер воронкасида филтьрланади. Стакандаги ва қисман филтьрдаги чўкма 2 марта озроқ совуқ сув билан ювилади (декантация усули), 5 процентли натрий гидроксиднинг иссиқ эритмасида эритилади ва филтьрланади. Туқ қизил филтьратга сирка кислота қўшилади ва бир кеча қолдирилади. Ҳосил бўлган фенолфталеин чўкмаси филтьрлаб қурилади. Фенолфталеиннинг миқдори 2 г атрофида.

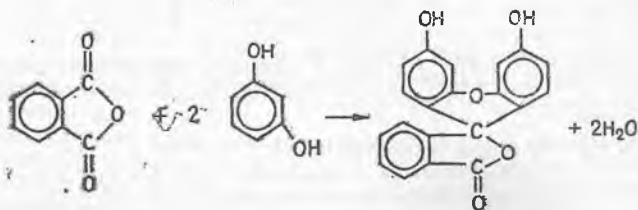
Тоза фенолфталеин олиш учун ҳосил қилинган хом маҳсулот қиздириб турган ҳолда тахминан 10 мл спиртда эритилади, активланган кўмир билан бирга қайнатилади, қайноқ эритма филтьрланади ва чўкма иссиқ спирт билан ювилади. Эритма совиганида саккиз барабар кўп сувда аралаштириб туриб суyoлтирилади, филтьрланади, филтьрат спиртнинг кўпроқ қисмини йўқотиш учун сув ҳаммомида чинни косачада қиздирилади ва 30 мин давомида қолдирилади. Ҳосил бўлган кристаллар филтьрланади ва ҳавода қурилади. Фенолфталеиннинг миқдори 1 г га яқин.

Фенолфталеин — рангсиз кристалл модда, сувда эримайди, этил спиртда суст эрийди, қайноқ эфирда эрийди. Молекуляр

массаси 318,33. Сууюқланиш температураси 261°C; сублиматланади.

Сифат реакцияси. Пробиркага 3 мл сув ва икки томчи фенолфталеиннинг 1 процентли спиртдаги эритмаси солинади, бир оз лойқа ҳосил бўлади. Бунга бир томчи суюлтирилган ишқор эритмаси қўшилса лойқа йўқолади, сууюқлик пушти ранга бўялади. Ишқорнинг ортиқча миқдориди эритма рангсизланади.

142. Флуоресцеин



Реактивлар. 1,5 г фтал ангидрид, 2,2 г резорцин, хлорид кислота (d—1,18), рух хлорид.

Иш мўрили шкафда бажарилади!

Чинни ҳовончага 1,5 г фтал ангидрид ва 2,2 г резорцин солиб, яхшилаб майдаланади. Аралашма металл ёки чинни тигельга солинади ва қум ҳаммомида 180°C гача қиздирилади (термометр ҳаммомга ўрнатилади). Аралашма сууюқлангандан сўнг унга шиша таёқча билан аралаштириб турган ҳолда 10 мин давомида 1 г сувсизлантирилган ва кукун ҳолига келтирилган рух хлорид¹ солинади. Сўнгра ҳаммомнинг температураси 210°C гача кўтарилади ва шу температурада аралашма 2 соат қиздирилади. Бунда аралашма қовушоқ бўлиб қолади. Бир оз совитилган қотишмани личоқ билан майдалаб стаканга солинади. Тигель туби ва деворига ёпишиб қолган қотишманинг қолдиқлари қайноқ суюлтирилган хлорид кислота ёрдамида (20 мл сув ва 2 мл концентрилган хлорид кислота аралашмаси) бир неча марта ювиб стаканга солинади. Сўнгра стакандаги қотишма 10 мин қайнатилади, бунда чўкмани шиша таёқча билан тўхтовсиз аралаштириб туриш керак. Реакцияга киришмай қолган бошланғич моддалар ва рухнинг асос тузи эриб кетади. Чўкмада қолган флуоресцеин филтрланади, филтратда кислота йўқолгунча ювилади ва ҳавода қуритилади. Флуоресцеиннинг миқдори 3,2 г.

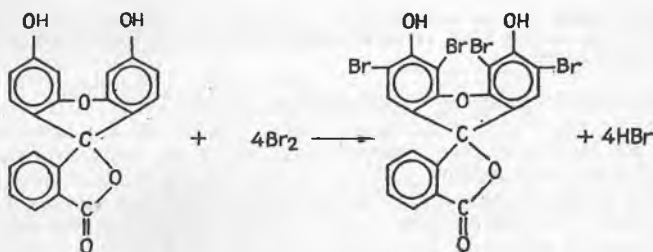
Флуоресцеин одатда сариқ аморф модда. Қиздирилганда кристалл ҳолатга ўтади. Кавшарланган найда унинг сууюқланиш

¹ Сувсиз рух хлориднинг олиниши 232-бетдан қараи.

температураси 314–316°C; қайноқ сирка кислотада, метил спиртда, чумоли кислотада эрийди. Сувда, спиртда, эфирда қийин эрийди. Петролей эфирда эрмайди. Молекуляр массаси 332,31.

Сифат реакцияси. Флуоресцеиннинг бир неча бўлакчаси 100 мл сифимли колбачада оз миқдордаги аммиак эритмасида эритилади, сўнгра колбача тўлгунча сув билан суюлтирилади. Чиройли сариқ яшил флуоресценция кузатилади.

143. Эозин



Реактивлар. 1,65 г флуоресцеин, 1,2 мл бром, этил спирт.

Иш мўрили шкафда бажарилади! Бром билан ишлашда эҳтиёт бўлиш керак!

50 мл сифимли кичикроқ колбачага 1,65 г флуоресцеин билан 5 мл спирт солинади ва чайқатиб туриб, томизгич воронкадан 1,2 мл бром томчилатиб, тахминан 20 минут давомида қуйилади. Тахминан 0,6 мл бром қўшилгандан сўнг флуоресцеин эриб, спиртда эрувчан дибромфлуоресцеин ҳосил бўлади. Бромнинг ҳаммасини қўшиб бўлгач, эритмадан аста-секин тетрабромфлуоресцеин — эозин чўка бошлайди. Колбадаги маҳсулот икки соат қолдирилади. Сўнгра чўкма филтрланади ва филтрда уч марта озроқ спирт билан ювилади ва қуритилади. Чўкма чинни косачада сув ҳаммомида қуритилганда таркибида кристаллизацияцион спирт бўлган эозин ҳосил бўлади. Қуритиш шкафида (110°C да) қуритилганда спирт учиб кетади. Қуритилган эозин тарозида тортилади. Унинг миқдори 2 г атрофида.

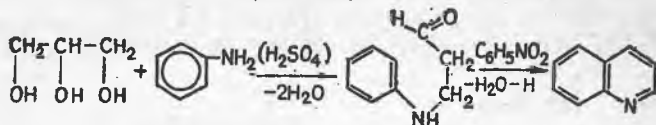
Эозин (2,4,5,7-тетрабромфлуоресцеин) — қизил игнасимон кристалл модда. Спиртда, сирка кислотада эрийди, сувда эрмайди. Қиздирилганда парчаланаяди ва одатдаги шароитда аниқ суюқланиш температурасини кўрсатмайди. Молекуляр массаси 647,92.

Сифат реакцияси. Пробиркада эозиннинг бир неча донаси 2–3 мл спиртда бир оз қиздириб эритилади. Сўнгра

¹ 232-бетга қаранг.

эритмага томчилатиб суюлтирилган ишқор эритмаси қўшилади. Эозиннинг осон эрийдиган моносодий тузи ҳосил бўлиши ҳисобига эритма оч қизил рангга бўялади.

144. Хиолин (Скрауп усули)



Реактивлар. 10,6 мл анилин, 42,5 г глицерин¹ ва сульфат кислота ($d=1,84$), темир сульфат (II)², 11 мл нитробензол, натрий гидроксид, натрий нитрит, диэтил эфир.

Қайтарма совитгич билан жиҳозланган 0,5—1,0 л сифимли, туби юмалоқ колбага 5 г темир (II)-сульфат, 42,5 г глицерин, 10,6 мл янги ҳайдалган нитробензол ва 11 мл концентрланган сульфат кислота солинади. Аралашма яхшилаб аралаштирилади ва тўр устида қайнагунча қиздирилади. Реакцион аралашмада пуфакчалар ҳосил бўлиши, яъни қайнай бошлаши билан қиздириш дарҳол тўхтатилади. Сўнгра реакция ўз иссиқлиги ҳисобига боради. Аралашманинг қайнаши тўхтагач, яна қиздирилади ва 2,5 соат қайнатилади. Сўнгра аралашма тахминан 100°C гача совитилади ва ундан реакцияга киришмай қолган нитробензол сув буғи билан ҳайдалади. Дистиллатга тушаётган мойсимон томчилар тугагунча ҳайдаш давом эттирилади. Ҳайдаш тўхтатилиб, колба совитилади ва унга 57 мл натрий гидроксиднинг 40 процентли эритмаси қўйилади. Яна сув буғи билан хиолиннинг ҳаммаси ҳамда реакцияга киришмай қолган анилин ҳайдаб олинади. Олинган дистиллатга 14 мл концентрланган сульфат кислота қўйилади; 5°C гача совитилади ва эркин нитрит кислота ҳосил бўлгунча натрий нитритнинг 10 процентли эритмаси қўйилади (олинган бир томчи эритма йод-крахмалли қоғозни кўкартиради³). Бунда анилин диазотирланади, хиолин учламчасос бўлгани учун ўзгармай қолади. Сўнгра диазобиркмани фенол ва азотгача парчалаш учун реакцияни аралашма сув ҳаммомида қиздирилади. Қиздириш азот ажралиб чиқиши тамом бўлгунча давом эттирилади. Ҳосил бўлган эритма натрий гидроксиднинг концентрланган эритмаси билан ишқорли муҳитга келтирилгандан сўнгра, эркин ҳолда ажралиб чиққан хиолин сув буғи билан ҳайдалади. Дистиллат эфир билан экстракция қилиниб, эфирли эритма қаттиқ натрий гидроксид бўлакчалари билан қуритилади. Қуритилган эфир эритмаси ҳайдаш колбасига

¹ Глицерин мўрили шкафада чинни косачада 180°C гача қиздирилиб сувсизлантчирилади.

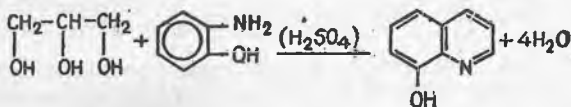
² Темир (II) сульфат $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ таркибли туздир.

³ Йод-крахмалли қоғознинг олиннишини 232-бетдан қаранг.

қуйилади ва эфир сув ҳаммомида ҳайдаб олинади. Сўнгра сув совитгичи ўрнига ҳаво совиткичи ишлатилади ва колба газ алангасида эҳтиётлик билан қиздирилиб хинолин олинади. Хинолиннинг миқдори 10 г атрофида. Хинолинни вакуумда ҳайдаб олиш ҳам мумкин.

Хинолин — ўзига хос ҳидли мойсимон рангсиз суюқлик, сувда кам, органик эритувчиларда яхши эрийди. d_4^{20} — 1,095; n_D^{20} — 1,6280. Қайнаш температураси 237,7°C; 105 — 110°C (10 мм сим. уст.). Суюқланиш температураси — 15°C. Молекуляр массаси 129,17.

145. 8- Оксихинолин (оксин)



Реактивлар. 7,5 г *o*-аминофенол, 21 г глицерин, сульфат кислота (d —1,84), натрий гидроксид, натрий карбонат, 5 г *o*-нитрофенол.

Икки шохли фроштосс орқали аралаштиргич ва қайтарма совитгич билан жиҳозланган 250 мл сифимли туби юмалоқ колбага 21 г глицерин, 5 г *o*-нитрофенол (нитрофенол оксидловчи сифатида олинади), 15 мл концентрланган сульфат кислота ва 7,5 г *o*-аминофенол солинади. Реакцион аралашма аралаштирилиб турган ҳолда эҳтиётлик билан мой ҳаммомида 135°C гача қиздирилади. Аралашма кучли қайнаганидан сўнг ҳаммом олинади. Реакция секинлашиб қолганидан тахминан 15 миндан сўнг, аралаштириб туриб колба яна мой ҳаммомида (ҳаммомнинг температураси 135°C) уч соат қиздирилади. Реакцион аралашма бир оз совитилгач, реакцияга киришмай қолган *o*-нитрофенол сув буғи билан ҳайдалади (33-расм). Колбадаги қолдиқ, олдин универсал индикатор қоғози бўйича кучсиз кислотали муҳит ҳосил бўлгунча тахминан 12,5 г натрий гидроксид билан, кейин эса нейтрал муҳит ҳосил бўлгунча сода (5 г атрофида) билан нейтралланади. Натрий гидроксидни ортиқча миқдорда ишлатиш тавсия этилмайди, чунки 8-оксихинолин у билан бирга сув буғи билан ҳайдаладиган туз ҳосил қилади. Нейтралланган аралашмадан 8-оксихинолин сув буғи билан ҳайдалади. 8-оксихинолин кристаллари совитгич деворларида кўпинча қотиб қолиши мумкин. Шу сабабли вақт-вақти билан совитгичдан буғ оқими юбориш тавсия этилади. Ҳайдалган суюқликдан 8-оксихинолин филтёрлаб олинади ва ҳавода филтёр қоғози орасида қуритилади. 8-оксихинолиннинг миқдори 8 г.

8-оксихинолин (оксин) — қаттиқ модда, суюлтирилган спиртда призма шаклидаги кристаллар ҳосил қилади. Спирт, ацетон, бензол, кислота ва ишқорларда эрийди. Совуқ сувда, эфирда

эрмайди. Суyoқланиш температураси 75°C ; қайнаш температураси 266°C (752 мм сим. уст.); сублиматланади. Молекуляр мас-саси 145,17.

Сифат реакциялари. 1. 0,2 г га яқин магний оксид соат ойнасига солиниб, унга 8-оксихинолиннинг сув-спиртли эритмасидан бир томчи қўшилади ва кварц лампаси билан ёритилади. Оч сариқ ёки оқиш ҳаво рангли флуоресценция кузатилади.

2. *Комплекс тузнинг ҳосил бўлиши.* 8-оксихинолиннинг сувли эритмаси темир (III)-хлориднинг 2—3 процентли эритмаси билан яшил ранг ҳосил қилади.

ОРГАНИК МОДДАЛАРНИ ХРОМАТОГРАФИК АЖРАТИШ

146. Азобензол ва о-нитроанилин аралашмасини алюминий оксидли колонкада хроматографик ажратиш

8—10 мм диаметрли ва 25—30 мл сизимли шиша колонка (колонканинг ўрнига шиша жўмракли каучук най ва винтли қисқич билан жиҳозланган маълум ҳажмдаги бюретка олиш мумкин) яхшилаб ювилади, қуритилади ва штативга маҳкамланади. Колонканинг пастки қисмига шиша пахтадан тампон қўйилади, колонканинг пастига 25—50 мл сизимли, конуссимон йиғич-колбача қўйилади (24-расм). Колонка 15 г алюминий оксид («хроматография учун» маркали) ва 40 мл эритувчи тетрахлорметандан иборат суспензия билан тўлдирилади. Тўлдириш пайтида адсорбентнинг бир текис тўкишига эътибор бериш зарур. Колонкадаги адсорбентнинг юқори қисми етарли даражада текис ва зич жойлаштирилган бўлиши керак, акс ҳолда, ажралувчи моддаларнинг чегараси анча хиралашиб қолади. Эритувчининг колонка орқали оқиш тезлиги 1 минда 15—20 томчига тўғри келиши керак. Агар тезлик камайса уни юқори қисмига сиқилган ҳаво бериш билан кўпайтириш мумкин (38-расм). Колонкадаги эритувчининг сатҳи тампоннинг юқори қисмига келганда тажрибани тўхтатмасдан туриб, тезлик билан ажралувчи 0,1—0,2 г азобензол ва о-нитроанилин (1:1) аралашмасининг 15 мл тетрахлорметандаги эритмаси билан колонка тўлдирилади. Бу аралашма олдиндан тайёрланади.

Аралашмани колонкага аста-секин, йиғич-колбага минутига 15—20 томчи тушадиган қилиб қўшиш керак. Ажралувчи аралашма адсорбент қаватидан ўтказилганда колонкада иккита бўялган зона пайдо бўлади: устки қават — тўқ сариқ (о-нитроанилин) ва пастки қават — оч сариқ (азобензол). Аралашманинг сатҳи тампоннинг устки қисмига етганда уни колонкадан оқиш батамом тўхтатилади. Шундан сўнг органик моддаларни адсорбентдан ювиб чиқариш операцияси бажарилади. Бунинг учун олдин колонкадан тетрахлорметан (умумий ҳажми 30—

35 мл) 5 мл ли қисмларга бўлиб ўтказилади. Колонкадаги бўйланган қаватнинг ҳаракатини яхшилаб кузатган ҳолда йиғичга азобензолнинг тетрахлорметандаги оч сариқ рангли эритмаси йиғилади. Колонкадан рангсиз суюқлик ажрала бошлагандан сўнг, йиғич алмаштирилади ва эритманинг сатҳи тампоннинг юқори қисмига етгунча суюқлик туширилади. Сўнгра *o*-нитроанилинни юшиб чиқариш учун колонкага диэтил эфир 5 мл ли порцияларга бўлиб-бўлиб қўйилади (умумий ҳажми 40 мл). Иккала элюатни (азобензол ва *o*-нитроанилиннинг диэтил эфирдаги эритмаларини) аралаштирмай, иккита кичикроқ Вюрц колбачаларига қўйиб, сув ҳаммомида кучсиз иситиш йўли билан, ёки хона температурасида вакуумда ҳар бирининг ҳажми 2–3 мл дан қолгунча ҳайдалади. Ундан сўнг тозалаб олинган моддаларнинг массаси ва уларнинг суюқланиш температураси аниқланади. Азобензолнинг суюқланиш температураси 68°C. *o*-нитроанилиннинг суюқланиш температураси 71°C.

147. 2, 4-Динитрофенилгидразонларни юпқа ёпиштирилмаган алюминий оксид қаватида хроматографик ажратиш

2,4-динитрофенилгидразонларнинг (ДНФГ) хроматографик ажратиш масалаларини бажаришда қўйидагилар тайёрланади: бензальдегид, 2,4-динитрофенилгидразонлар, бутирон, ацетон, ацетофенон, циклогексаноннинг хлороформдаги эритмалари (ҳар 0,2—0,3 г 2,4-динитрофенилгидразонни 50 мл хлороформда¹) тайёрланади.

16-жадвал

Активлиги III даражали бўлган алюминий оксид қўлланилганда 2, 4-динитрофенилгидразонларни циклогексанхлороформ-нитробензол (12:3:1) аралашмасидаги миқдори

Қарбонил бирикмалар	<i>R_f</i>	Суюқланиш температураси, °C.
Бензальдегид	0,20	237
Циклогексанон	0,36	162
Ацетон	0,40	126
Ацетофенон	0,42	249
Бутирон	0,56	75

Тайёрланган эритмалар модданинг номи ёзилган этикеткали яхши шлифланган пробкали идишларга солинади. Кейинчалик бу эритмалар ўқитувчидан олинган контрол топшириқларнинг таркибини аниқлашда намуна ролини ўйнайди.

¹ 2,4-динитрофенилгидразонлар эритмасини лаборант олдиндан тайёрлаб қўяди.

Контрол масалалар сифатида карбонил бирикмаларнинг 2,4-динитрофенилгидразонларини бинар аралашмалари олинади: бензальдегид ва бутирон, бензальдегид ва ацетон, бензальдегид ва ацетофенон, бензальдегид ва циклогексанон; циклогексанон ва бутирон; уларнинг концентрациялари «намуна»ларининг концентрацияларига тенг қилиб тайёрланади.

Шиша пластинкага активлиги II—III даражали бўлган алюминий оксид солиб, юпқа қатлам ҳосил қилинади (36-расм) ва старт чизигига капилляр ёрдамида бир томчидан ДНФГнинг хлороформдаги стандарт эритмаси («намуна»лар) томизилади. Икки жойга ўқитувчидан олинган ДНФГ аралашмасининг эритмасидан томизилади. Ҳар бир эритманинг томчисини олиш учун алоҳида капиллярлардан фойдаланиш керак. Шиша пластинкага томизилган доғларнинг жойи, иложи борича, кичик бўлиши керак. Томизилган ДНФГ нинг миқдори 0,5—1,0 мкг (10^{-6} г) дан ошмаслиги лозим.

Кюветага ҳажм бўйича 12 : 3 : 1 нисбатда олинган циклогексанон, хлороформ, нитробензол каби эритувчиларнинг учламчи аралашмаси қўйилади. Бу аралашманинг кюветадаги баландлиги 1,5 см дан ортмаслиги керак. Тайёрланган ойна эҳтиётлик билан (уни кювета деворларига урилиб кетишидан эҳтиёт қилган ҳолда) қия қилиб кюветадаги эритувчилар аралашмасига туширилади. Кювета шлифланган қопқоқ билан беркиладиган эксикаторга жойлаштирилади.

Эритувчи ойнанинг деярли юқори қисмигача етгандан сўнг уни эксикатордан олиб, ундаги доғларнинг ёйилган чегараси ва эритувчининг старт майдонидан қанча масофага узоқлашгани ўлчанади. Доғларнинг хроматограммада қанча тарқалгани игна билан чизиб белгиланади. Агар улар ёмон кўринса, пластинка 10—15 минут ҳавода қурилади. Олинган маълумотлардан стандарт ДНФГ учун ва контрол аралашманинг ҳар бир компоненти учун R_f нинг қиймати аниқланади.

$$R_f = \frac{\text{доғнинг тарқалиш майдони узунлиги}}{\text{эритувчининг тарқалиш фронти узунлиги}}$$

Активлиги III даражали алюминий оксид қўлланилгандаги ДНФГ нинг тахминий қиймати ва унинг сууюқланиш температураси 16-жадвалда келтирилган,

Жадвалда келтирилган R_f нинг қиймати алюминий оксиднинг активлиги, эритувчининг сифатига қараб жуда ўзгарувчан бўлади. Шунинг учун олинган маълумотлар аралашманинг таркиби ҳақидаги жуда ноаниқ хулосаларга олиб келиши мумкин. Циклогексанон, ацетон ва ацетофенон ДНФГ нинг R_f қийматлари бир-бирига яқин бўлганлиги учун шу моддалардан иборат бирор аралашмаларни контрол масала сифатида бериш тавсия этилмайди.

ИЛОВА

1. Водород хлориднинг олинishi

200 мл сигимли Вюрц колбасига 50 г натрий хлорид ва 10 мл концентрланган хлорид кислота солинади. Вюрц колбасига уланган томизгич воронкага 110 мл концентрланган сульфат кислота қўйилади ва у томчиланиб реакцион колбага қўйилади. Агар водород хлорид секин ажралиб чиқса, колба асбест тўр устида қиздирилади. Вюрц колбасига иккита ювгич (тозаловчи) склянка уланади. Биринчиси концентрланган сульфат кислота билан тўлдирилади (водород хлоридни қуритиш учун), иккинчиси, яъни реакцион колбага бевосита бириккан склянка бўш қолдирилади, бу реакцион аралашма сульфат кислотага сурилиб кетишининг олдини олади.

2. Қизил фосфорни тозалаш

Қизил фосфор сув билан ювилади ва эксикаторда сульфат кислота устида қурилади.

3. Миснинг олинishi

10 г мис сульфатнинг кристаллогидратини 2—3 томчи концентрланган сульфат кислота қўшилган 35 мл қайноқ сувда эритилади. Эритма хона температурасигача совитилгандан сўнг унга аралаштириб туриб, эритма бутунлай рангсизлангунча 4 г атрофида оз-оздан рух кукуни қўйилади. Чўкмага тушган мис сув билан декантация қилиниб, ювилади. Сўнгра рухнинг ортиқчасини йўқотиш мақсадида чўкмага 5 процентли сульфат кислота қўйилади ва водород ажралиши тугагунча аралаштириб турилади. Қизил рангли кукунсимон аралашма филтрланади, сув билан ювилади ва яхши беркилади-ган колбада сув остида сақланади. Ишлатишдан олдин у спирт ва диэтил эфир билан кетма-кет ювиб қурилади.

4. Мис (I)-хлориднинг олинishi

Зандмейер усули билан ароматик хлоридлар, бромидлар олиш реакциялари учун мис катализаторларини тайёрлаш. Туби юмалоқ колбада 1 мол мис (II)-сульфат (кристаллизацион сув ҳисобга олинади) 800 мл сувда қиздириб туриб эритилади. Эритмага 1,5 мол ош тузи (хлоридлар олиш учун) ёки натрий бромид (бромидлар олиш учун) қўйилади. Аралашмага секин аралаштириб туриб, эҳтиётлик билан 0,5 мол натрий сульфатнинг 200 мл сувдаги эритмаси қўйилади. Аралашма совитилади, чўкма сув билан декантация қилиб ювилади ва 400 мл концентрланган хлорид (ёки бромид) кислотада эритилади. Ҳосил қилинган эритма яхшилаб беркитилган идишда сақланади, чунки ҳаво кислород мис (I)-тузига тез таъсир қилади.

5. Кумуш нитритнинг тайёрланиши

250 мл копуссимон колбада 11,4 г натрий нитрит 40 мл сувда эритилади ва шиша таёқча билан аралаштириб туриб, унга оз-оздан 25,5 г кумуш нитратнинг 75 мл сувдаги эритмаси қўйилади. Реакцион аралашма 1 соат қоронги жойда қолдирилади. Кейин ҳосил бўлган сариқ чўкма Бюхнер воронкасида филтрланади. Чўкма филтрдан стаканга олинади. 40 мл сув билан аралаштириб суспензияга айланттирилади ва қайта филтрланади (3 марта ювилади). Сўнгга чўкmani филтр орасига олиб сиқиб, массаси ўзгармайдиган бўлгунча вакуум-эксикаторда калий гидроксид устида қуритилади. 19 г кумуш нитрит ҳосил бўлади.

6. Сувсиз оксалат кислотанинг олиниши

Кристалл ҳолидаги оксалат кислота эзиб кукунга айланттирилади. Юпқа қават қилиб чинни косачага солинади ва қуритиш шкафида 95°C да бир неча соат қуритилади.

7. Сувсиз рух хлориднинг олиниши

4 г рух хлорид (сотиладиган маҳсулот) чинни косачада очиқ алангада қиздирилади. Бир оз қиздирилгандан сўнг косача совитилади. Қотиб қолган рух хлоридни косачадан олиб, тезда майдаланади ва керакли миқдори тарозида тортиб олинади.

8. Сувсиз натрий ацетатнинг олиниши

Кристалл ҳолидаги натрий ацетат никель косачага солинади (озроқ бўлса чинни косачада суюқлантириш мумкин) ва асбест тўр устида қиздирилади. Аввал суюқланади. Кристаллизация сувининг асосий қисми буғланиб бўлгандан сўнг туз қотиб қолади. Қиздиришни кучайтириб туз қайта суюқ ҳолга келтирилади. Суюқланган тузни ўта қиздирмаслик керак, акс ҳолда, у ацетонгача парчланади ва кўмирга айланади. Суюлтирилган масса четлари букилган металл пластинкага қўйилади, совитилади ва иссиқ ҳолда чинни ҳовончага солиб майдаланади. Сувсизланттирилган натрий ацетат пробка билан зич беркиладиган идишда сақланади. Кўп вақт сақланганда туз яна намликни ютади, шунинг учун реакция учун фақат сувсизланттирилган янги туз ишлатилади.

9. Анилин хлориднинг олиниши

200 мл сиғимли стаканга 10 мл анилин қўйилади, шиша таёқча билан аралаштириб туриб, аста-секин 25 мл концентранган хлорид кислота қўйилади. Аралашма куюқ пастага айлангунча музли ҳаммомда совитилади. Сўнгга аралашмага 15 мл диэтил эфир қўйиб аралаштирилади ва исроф қилмасдан филтрланади, филтрда 15 мл эфир билан ювилади ва ҳавода қуритилади.

10. 2,4-Динитрофенилгидразин хлорид эритмасининг олиниши

2 г 2,4-динитрофенилгидразин 500 мл хлорид кислотанинг 4 н. эритмасида сув ҳаммомида қиздириб эритилади. Эритманинг ҳажми 1 л гача суюлтирилиб совитилади ва филтрланади.

11. Йод-крахмалли қоғознинг тайёрланиши

0,5 г крахмал 100 мл сув билан аралаштирилиб, клейстер ҳолига келтирилади ва 1 г калий йодид қўйилади. Ҳосил бўлган эритма эни 4—5 см ли лента қилиб қирқилган филтр қоғозига шимдирилади. Қуритилгандан сўнг улар яна эни 8 мм, узунлиги 4—5 см ли лентачаларга қирқилади ва пробка билан зич ёпиладиган идишда сақланади.

Кучли кислота эритмаларининг зичлиги

d_{4}^{15} даги зичлиги	Массаси бўйича процентлари			d_{4}^{15} даги зичлиги	Массаси бўйича процентлари			d_{4}^{15} даги зичлиги	Массаси бўйича процентлари		
	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄		HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄		HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄
1,00	0,16	0,10	0,09	1,30		47,49	39,19	1,60			68,51
1,01	2,14	1,90	1,57	1,31		49,07	40,35	1,61			69,43
1,02	4,13	3,70	3,03	1,32		50,71	41,50	1,62			70,32
1,03	6,15	5,50	4,49	1,33		52,37	42,66	1,63			71,16
1,04	9,16	7,26	5,96	1,34		54,07	43,74	1,64			71,99
1,05	10,17	9,99	7,37	1,35		55,79	44,82	1,65			72,82
1,06	12,18	10,68	8,77	1,36		57,57	45,88	1,66			73,64
1,07	14,17	12,33	10,19	1,37		59,39	46,94	1,67			74,51
1,08	16,15	13,95	11,60	1,38		61,27	48,03	1,68			75,42
1,09	18,11	15,53	12,99	1,39		63,23	49,06	1,69			76,30
1,10	20,01	17,11	14,35	1,40		65,30	50,11	1,70			77,17
1,11	21,92	18,67	15,71	1,41		67,50	51,15	1,71			78,04
1,12	23,82	20,23	17,01	1,42		69,80	52,15	1,72			78,92
1,13	25,75	21,77	18,31	1,43		72,17	53,11	1,73			79,80
1,14	27,66	23,31	19,61	1,44		74,68	54,07	1,74			80,68
1,15	29,57	24,84	20,91	1,45		77,28	55,03	1,75			81,56
1,16	31,52	26,36	22,19	1,46		79,98	55,97	1,76			82,44
1,17	33,46	27,80	23,47	1,47		82,90	56,90	1,77			83,51

d ₄ ¹⁵ даги зичлиги	Массаси бўйича процентлари			d ₄ ¹⁵ даги зичлиги
	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	
1,18	35,39	29,38	24,76	1,48
1,19	37,23	30,88	26,04	1,49
1,20	39,11	32,36	27,32	1,50
1,21		33,82	28,58	1,51
1,22		35,28	29,84	1,52
1,23		36,78	31,11	1,53
1,24		38,29	32,28	1,54
1,25		39,82	33,43	1,55
1,26		41,34	34,57	1,56
1,27		42,87	35,71	1,57
1,28		44,41	36,87	1,58
1,29		45,95	38,03	1,59

Массаси бўйича процентлари			15 даги d ₄ ¹⁵ зиқлиги	Массаси бўйича процентлари		
HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄		HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄
	86,05	57,83	1,78			84,50
	89,60	58,74	1,79			85,70
	94,09	59,70	1,80			86,92
	98,10	60,65	1,81			88,30
	99,67	61,59	1,82			90,05
		62,53	1,83			92,10
		63,43	1,84			95,60
		64,26	1,841			96,38
		65,08	1,841			97,70
		65,90	1,840			99,20
		66,71	1 839			99,70
		67,59				

Ўювчи натрий эритмаларининг зичлиги (15°C да)

Зичлиги	Ўювчи натрийнинг процент таркиби	Ўювчи натрийнинг 1 л даги г миқдори	Зичлиги	Ўювчи натрийнинг процент г миқдори	Ўювчи натрийнинг 1 л даги миқдори	Зичлиги	Ўювчи натрийнинг процент таркиби	Ўювчи натрийнинг 1 л даги г миқдори
1,01	0,85	8,7	1,19	16,91	202,2	1,37	33,73	462,1
1,02	1,70	17,3	1,20	17,81	213,7	1,38	34,70	479,2
1,03	2,57	26,4	1,21	18,71	226,4	1,39	35,70	495,6
1,04	3,46	36,1	1,22	19,65	239,7	1,40	36,68	512,6
1,05	4,35	45,5	1,23	20,54	252,6	1,41	37,65	530,9
1,06	5,23	55,0	1,24	21,23	265,7	1,42	38,68	549,4
1,07	6,10	65,0	1,25	22,34	279,5	1,43	39,69	567,2
1,08	6,95	75,5	1,26	23,22	292,8	1,44	40,71	584,7
1,09	7,88	86,0	1,27	24,16	306,5	1,45	41,76	604,8
1,10	8,78	96,6	1,28	25,03	320,6	1,46	42,77	623,8
1,11	9,65	108,5	1,29	25,95	335,0	1,47	43,81	644,0
1,12	10,58	119,2	1,30	26,83	349,0	1,48	44,85	664,5
1,13	11,50	130,0	1,31	27,48	364,7	1,49	45,87	684,0
1,14	12,40	142,0	1,32	28,83	380,6	1,50	46,92	704,0
1,15	13,20	153,5	1,33	29,80	397,0	1,51	47,96	724,5
1,16	14,20	165,2	1,34	30,78	413,0	1,52	49,02	745,4
1,17	15,10	176,3	1,35	31,79	429,3	1,53	50,10	766,5
1,18	16,00	188,8	1,36	32,75	446,0			

ИК-спектрлардаги заррачалар характеристикаси

Группа	Тўлқин сони, см ⁻¹
Ассоциланмаган О—Н (спиртлардаги, феноллардаги, карбон кислоталардаги)	3500—3650
эркин NH ₂ (бирламчи аминлардаги)	3408—3500
эркин >NH (иккиламчи аминлардаги)	3300—3500
ассоциланмаган NH ₂ NH	3100—3400
=C—H (алкенлар ва ароматик углеводородлардаги)	3000—3100
$\begin{array}{l} \\ \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{C—H}$ (алканлардаги, алксийл группалардаги)	2700—3000
—C≡N (нитриллардаги)	2210—2260
>C=O (альдегидлар, кетонлар, кислоталар ва уларнинг ҳосилаларидаги)	1630—1800
>C=C< (алкенлар ва ароматик углеводородлардаги)	1590—1680
—NO ₂ (нитробиркикмалардаги)	1500—1600
$\begin{array}{l} \\ \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{C—Cl}$ (хлорнинг органик бирикмаларидаги)	600—780
$\begin{array}{l} \\ \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{C—Br}$ (бромнинг органик бирикмаларидаги)	<750
Алмашинган бензол ҳалқалар:	730—770
моноалмашинган	690—710
орто-диалмашинган	735—770

МУНДАРИЖА

Сўя боши	3
Ишлашнинг умумий усуллари	5
Лабораторияда ишлашда рию қилинадиган хавфсизлик техникаси қоидалари ва бахтсиз ҳодисалар рўй берганда биринчи ёрдам кўрсатиш	5
Кислота ва ишқорлар билан ишлаш қоидалари	6
Жуда хавfli ва заҳарли моддалар билан ишлаш қоидалари	6
Бром билан ишлаш	7
Натрий метали билан ишлаш	7
Ўтга хавfli ва портловчи моддалар билан ишлаш қоидалари	8
Симоб метали билан ишлаш	9
Паст босим остида ишлаш қоидалари	10
Куйганда ва заҳарланганда кўрсатиладиган биринчи ёрдам	10
Енгини ва ёнаётган кийимларни ўчириш	10
Аппаратлар ва лабораторияда ишлаш техникаси	11
Лаборатория идиш ва асбоблари	11
Стандарт шлифли идишлар	17
Аралаштириш	18
Қиздириш	19
Совитиш	20
Органик моддаларни ажратиш ва тозалаш усуллари	22
Одий босим остида филтрлаш	22
Паст босим остида филтрлаш	23
Экстракция	24
Кристаллантириш	28
Сублимация	31
Қуришти	32
Хроматография	36
Ҳайдаш	44
Моддаларнинг физикавий константаларини аниқлаш	55
Суюқланиш температурасини аниқлаш	55
Қайнаш температурасини аниқлаш	57
Суюқликларнинг зичлигини аниқлаш	59
Синдириш кўрсаткичини аниқлаш	60
Органик эритувчилар ва уларни тозалаш	61
Иш журналини тутиш	68
ОРГАНИК МОДДАЛАР СИНТЕЗИ	74
Алифатик бирикмаларда нуклеофиль алмашилиш реакциялари	74
1. Этил бромид	76
2. Бутил бромид (<i>n</i> -бутил спирт ва калий бромиддан)	78
3. Хлор циклогексан	78
4. Аллил хлорид	79
5. Бутил бромид (қизил фосфор ва бром ишлатиш ёрдамида)	80
6. Изоамил бромид	81
7. Этил йодид	81
8. Амил йодид	82

9. Изопропил йодид (глицериндан)	83
10. Динитроцеллюлоза	84
11. Дибутил эфир	85
12. Изоамил эфир	86
13. Диоксан	87
14. β -нафтолнинг этил эфири	88
15. Этилпропил эфир	89
16. Бутилэтил эфир	90
17. Фенетол	91
18. Феноксисирка кислота	92
19. Нитрометан	93
20. 2-нитропропан	95
21. Сиркаэтил эфир	96
22. Сиркабутил эфир	98
23. Сиркаизоамил эфир	99
24. Бензойэтил эфир	100
25. Оксалат кислотанинг диэтил эфири	101
26. Чумоли кислотанинг этил эфири	102
27. Хлорсирка кислотанинг этил эфири	103
28. Салицил кислотанинг метил эфири	104
29. Салицил кислотанинг изоамил эфири	105
30. Қаҳрабо кислотанинг диэтил эфири	106
31. Малени ва фумар кислоталарнинг диметил эфири	107
32. β -Пентаацетилглюкоза	108
33. Глицеринтрибензоат	108
34. Ацетилсалицил кислота (аспирин)	110
35. β -Нафтилацетат	110
36. Бензоафтол	111
37. Салицил кислотанинг фенол эфири	112
38. Бензой кислотанинг фенол эфири	113
39. Ацетанилид	114
40. <i>n</i> -Ацетаминофенол	114
41. <i>n</i> -Ацетотолуидид	114
42. Бензанилид	115
Аминлаш реакциялари	117
43. Этилендиамин	117
44. Диэтиланилин	119
45. Аминосирка кислота (гликокол)	120
46. Бензиламин	122
47. Бензамид	123
48. Гипсур кислота	124
49. Ацетамид (этилацетат ва аммиакнинг сувдаги эритмасидан оляш)	125
50. Ацетамид (сирка кислота ва аммоний карбонат ёрдамида оляш)	127
51. Триметиламмоний хлорид	127
52. Фурфурилдиэтиламин	129
53. Метиламин	130
54. Бензиламин (фенилсирка кислота амидидан оляш)	131
55. Антранил кислота	132
56. ϵ -Капролактан	134
Ароматик бирикмалардаги электрофил алмашиниш реакциялари	136
Нитролаш	137
57. Нитробензол	137
58. <i>m</i> -Динитробензол	138
59. <i>o</i> - ва <i>p</i> -нитрофенол	139

60. <i>p</i> - нитроацетанилид ва <i>p</i> - нитроанилин	141
61. Пикрин кислота	142
62. <i>m</i> - Нитробензой кислота	143
Сульфолаш	144
63. <i>p</i> - Толуолсульфокислота	144
64. Сульфанил кислота	145
65. Нафтион кислота (натрийли тузи)	146
66. Бензосульфохлорид	147
67. <i>o</i> - ва <i>p</i> - толуолсульфохлоридлар	148
Галогенлаш	149
68. Бромбензол	149
69. <i>p</i> - Бромтолуол	150
70. <i>p</i> - Броманизол	151
71. <i>p</i> - Бромацеталид	152
72. <i>p</i> - Бромацилин	153
73. <i>p</i> - Бром- N, N- диметиланилин	154
Ароматик бирикмаларни Фридель-Крафтс реакцияси билан алкиллаш	154
74. Изопропилбензол	154
75. Дифенилметан	155
76. Трифенилхлорметан	156
Ароматик бирикмаларни Фридель-Крафтс реакцияси бўйича ациллаш	158
77. Ацетофенон	158
78. Бензофенон	159
79. <i>p</i> - Ацетиланизол (<i>p</i> - метоксиацетофенон)	160
Диазотирлаш	162
Диазобирикмаларнинг азот ажралиб чиқиши билан борадиган реакциялари	162
80. Фенол	162
81. <i>p</i> - Крезол	164
82. <i>m</i> - Нитрофенол	165
83. Йодбензол	166
84. <i>p</i> - Йодтолуол	167
85. <i>o</i> - Нитройодбензол	168
86. <i>симм</i> - Трибромбензол	168
87. <i>m</i> - Нитрохлорбензол	169
88. Хлорбензол	170
89. <i>o</i> - ва <i>p</i> - Хлортолуол	171
90. <i>o</i> - Хлорбензой кислота	172
91. <i>p</i> - Бромтолуол	173
92. <i>p</i> - Динитробензол	174
Диазобирикмаларнинг азот ажралмасдан борадиган реакциялари (азобуёқлар олиш)	175
93. β - Нафтолоранж	175
94. <i>p</i> - Нитроанилин қизили	176
95. Барқарор қизил буёқ	177
96. Фенилазосалицил кислота (4- окси 3- карбоксиазобензол)	178
97. Геллантин	178
98. Қизил конго	179
99. Метил қизил	180

100. Диазоаминобензол	181
101. <i>p</i> -Аминоазобензол	181
Оксидланиш ва қайтарилиш реакциялари	182
102. Ацетон	182
103. Циклогексанон	185
104. Бензофенон	186
105. Дибензоил (бензил)	187
106. Шакар кислота	188
107. Пиррослиз кислота	189
108. <i>n</i> - Бензохинон (гидрохинондан олиш)	190
109. <i>n</i> - Толухинон	191
110. Антрахинон	192
111. Бензой кислота (толуолдан олиш)	193
112. <i>p</i> - Нитробензой кислота	193
113. <i>n</i> - Толуил кислота	195
114. Адипин кислота (циклогексаполи нитрат кислота билан оксидлантириш)	195
115. Азелаин кислота	196
116. 2- Бутанол	197
117. Бензгидрол	198
118. Гидробензоин	199
119. Бензальдегиддан бензил спирт ва бензой кислота олиш	199
120. Фурфурил спирт ва пиррослиз кислота	200
121. Бензил спирт	202
122. Азоксibenзол	202
123. Анилин	203
124. <i>o</i> - Аминофенол	205
125. <i>m</i> - Нитроанилин	206
126. α - Нафтамин	207
127. Фенилгидразин (диазоний тузининг қалай (II)- хлорид билан қайтарилиши)	208
Карбонил бирикмаларнинг конденсатланиш реакциялари	209
128. Бензальацетон	210
129. Дибензальацетон	211
130. Бензальацетофенон (халкон)	212
131. 1, 3, 5- Трифенилбензол	213
132. Долчин кислота (Перкин реакцияси)	213
133. Долчин кислота олишининг иккинчи усули	214
134. 2- Фуранакрил кислота	215
135. Кумарин	216
136. Апетосирка эфир	217
137. Оксалат сирка эфир	218
138. Бензоилацетон	220
139. Бензальанилин	220
140. Малахит яшили	221
141. Фенолфталеин	223
142. Флуоресцеин	224
143. Эозин	225
144. Хинолин (Скраун усули)	226
145. 8- Оксихинолин (оксин)	227
Органик моддаларни хроматографик ажратиш	228
146. Азобензол ва <i>o</i> - нитроанилин аралашмасини алюминий оксидли колонкада хроматографик ажратиш	228
147. 2,4- Динитрофенилгидразонларни юпқа ёпиштирилмаган алюминий оксид қаватида хроматографик ажратиш	229
Илова	231