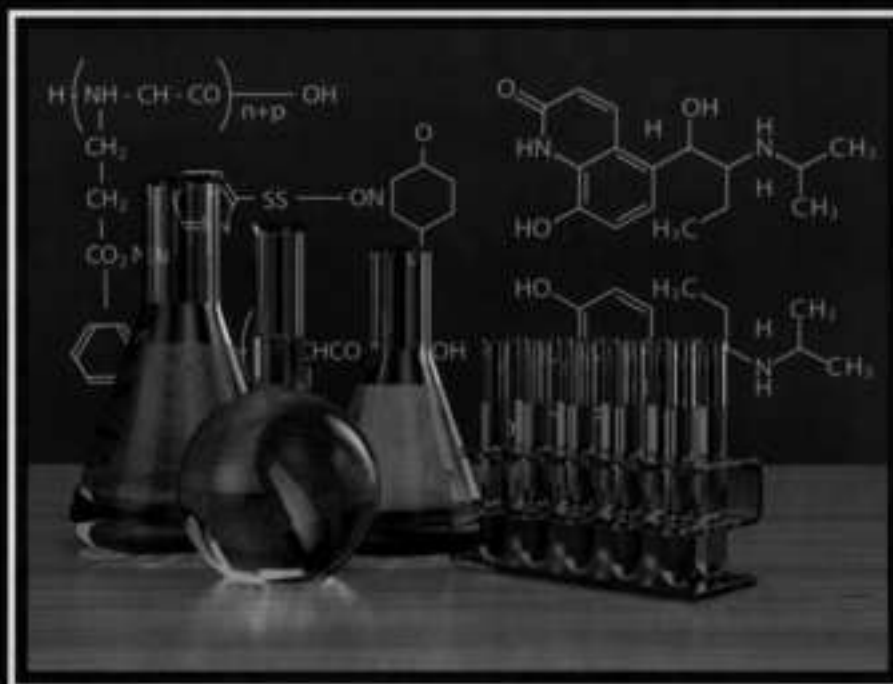


M.Y. ERGASHOV

**ORGANIK KIMYODAN
LABORATORIYA
MASHG'ULOTLARI**



O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
OLIIY VA O'RTA MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI
BUXORO DAVLAT UNIVERSITETI

M.Y. ERGASHOV

ORGANIK KIMYODAN LABORATORIYA MASHG'ULOTLARI

O'quv qo'llanma

5 140 500 – *Kimyo ta'lim yo'nalishi talabalari
uchun mo'ljallangan*

Cho'lpon nomidagi nashriyot-matbaa ijodiy uyi
Toshkent – 2019

VA BOSHQQA
INSTITUT
№ 2512

UDK 547(075.8)

BBK 24.2ya7

E 74

Professor R.A. Shoyardonov umumiy tahriri ostida

Taqrizchilar:

O.I. Radjabov – O'zRFA Bioorganik kimyo instituti katta ilmiy xodimi, texnika fanlari bo'yicha falsafa doktori

B.B. Umarov – Buxoro davlat universiteti "Kimyo" kafedrasini professori, kimyo fanlari doktori

Ergashov M.Y.

E 74

Organik kimyodan laboratoriya mashg'ulotlari [Matn]: o'quv qo'llanma/ M.Y. Ergashov/ Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligi. – T.: Cho'lpon nomidagi NMIU, 2019. – 240 b. ISBN 978-9943-5387-9-5

5140500 – Kimyo ta'lim yo'nalishi talabalari uchun mo'ljallangan ushbu o'quv qo'llanmada organik kimyo laboratoriyasida ishlash qoidalarini, organik moddalarni tozalash va ularning muhim doimiyliklarini aniqlash, shuningdek, organik kimyoning muhim reaksiyalari (sintezlari)ni o'tkazish metodikasi batafsil bayon qilingan. Hovalarda organik sintezda qo'llaniladigan muhim jihozlarning rasmlari, shuningdek, ayrim reaktivlarning tayyorlanishi keltirilgan.

Talabalarning nazariy bilimni chuqurlashtirish va ularni adabiyot ustida ishlashga o'rgatish maqsadida V–XII boblar oxirida mavzuga oid, kitob oxirida esa bir necha mavzuni bilishni talab qiladigan ko'p bosqichli masala va mashqlar berilgan.

Kitobdan organik kimyo fani o'qitiladigan boshqa ta'lim yo'nalishlari professor-o'qituvchilari va talabalari hamda kimyo chuqur o'qitiladigan akademik litseylar o'qituvchi va o'quvchilari ham foydalanishlari mumkin.

UDK 547(075.8)

BBK 24.2ya7

ISBN 978-9943-5387-9-5

© M.Y. Ergashov, 2019

© Cho'lpon nomidagi NMIU, 2019

SO'ZBOSHI

5140500 – Kimyo ta'lim yo'nalishida organik kimyodan o'tkaziladigan laboratoriya mashg'ulotlari, ayniqsa, sintezlar talabalar kimyoviy tafakkurining rivojlanishida, fanni chuqur o'zlashtirishida yordam beradi, shuningdek, ularda amaliy ko'nikmalarni shakllantiradi.

O'quv qo'llanmada dastlab organik kimyo laboratoriyasida ishlash qoidalarini, organik moddalarni tozalash va ularning muhim doimiyliklarini aniqlash, shuningdek, noyob reaktiv va murakkab jihozlarning ishlatilishini talab qilmaydigan, davomiyligi uncha katta bo'lmagan (ko'p vaqtni olmaydigan) sintezlarni o'tkazish usullari batafsil yoritilgan.

Baxtsiz hodisalarning oldini olish maqsadida, talabalar sintezlarni bajarishga kirishishdan oldin, kitobdan organik kimyo laboratoriyasida ishlash va texnika xavfsizligi qoidalarini o'qib o'zlashtirishlari hamda ularga qat'iy rioya qilishlari lozim.

O'quv qo'llanma 12 bobdan iborat. IV–XII boblardagi sintezlarni bajarishga kirishishdan oldin, talaba tegishli adabiyotlardan (kitob oxiridagi ro'yxatga qarang) shu mavzuga oid nazariy materialni o'qib o'rganishi lozim. Har bir mavzu bo'yicha talaba bittadan laboratoriya ishi (sintez) bajarishi shart.

Talaba mavzuga oid tegishli ma'lumotlar (sintezda ishlatiladigan reaktivlarning fizik-kimyoviy xossalari, boradigan asosiy va qo'shimcha reaksiyalar mexanizmlari, sintezni bajarish tartibi va hisobi, sintezlanadigan organik moddaning xossalari va hokazo)ga egaligiga ishonch hosil qilganidan so'ng o'qituvchi ishni bajarishga ruxsat beradi.

Sintezni bajarib bo'lganidan so'ng talaba ish jurnali (daftari) ga shu sintez yuzasidan hisobot yozadi. Ish jurnali tutish va hisobot yozish namunasi keltirilgan.

Sintezlangan organik modda tozalanib, unumi va fizikaviy doimiyliklari aniqlanib, o'qituvchi yoki laborantga topshiriladi. Ish jurnalida sintezlangan moddaning IQ-, UB- va PMR-spektrlarini keltirish maqsadga muvofiqdir.

O'quv qo'llanmani tayorlashda O'zbekiston Respublikasi, Rossiya va chet ellarda nashr qilingan adabiyotlar, ayniqsa, praktikumlar materiallaridan foydalanildi.

O'quv qo'llanma haqidagi barcha fikr va mulohazalar samimiylat bilan (E-mail: M.Y.Ergashov@mail.ru) qabul qilinadi.

Muallif

I BOB. ORGANIK KIMYO LABORATORIYASIDA ISHLASH QOIDALARI

1. Laboratoriyada ish boshlashdan oldin xalat kiyish, suv, elektr energiya, gaz borligini, mo'rili shkafning ishlash-ishlamasligini ko'zdan kechirish, so'ngra xavfsizlik texnikasi qoidalariga rioya qilish lozim.

2. Har bir talaba, iloji boricha, o'zi uchun ajratilgan joyda ishlashi lozim.

3. O'tkaziladigan tajribaning tavsifi, unda ishlatiladigan asbob va reaktivlar talabaning ish daftarida to'liq yozilgan bo'lishi lozim. Tajriba materialini talaba to'liq o'zlashtirganiga o'qituvchi iqrar bo'lganidan keyingina ishni bajarishga ruxsat etadi.

4. Tajribani boshlashdan oldin asbob va reaktivlarni ko'zdan kechirish, asboblarning to'g'ri tanlanganligiga (shlif ulangan joylariga yupqa qilib vazelin yoki vakuum surkov moyi surtiladi), tayyorlangan reaktivlarning tozaligiga va kerakli miqdorda olinganligiga ishonch hosil qilish zarur.

5. Tajriba o'tkazilayotganda ozodalik va saranjom-sarishtalikka rioya qilish lozim.

6. Laboratoriyada chekish, suv ichish va ovqatlanish mumkin emas.

7. Ish vaqtida gaz yoki vodoprovod jo'mraklari va shunga o'xshashlar, elektr asboblari, analitik tarozilar ishlamay qolsa, tezda o'qituvchiga yoki laborantga murojaat qilish lozim.

8. Tajriba tugagach, gaz gorelkasi va suv jo'mraklarini berkitish, elektr asboblarni o'chirish, shuningdek, tajriba natijalarini laboratoriya daftariga yozish lozim.

9. Tajriba natijasida hosil bo'lgan chiqindilarni, ya'ni kislotalar, ishqorlar, tez o't oladigan moddalar, filtr qog'oz, suvda erimaydigan moddalar, bo'yoq moddalar va shunga o'xshashlarni

rakovinaga to'kish man etiladi, ularni maxsus idishlarga yig'ish kerak.

10. Talaba ishlatilib bo'lingan reaktivlarni, o'zi sintez qilgan moddani katta laborantga topshirgach, ishlatgan idishlarni va asboblarni tozalab, shkaflarga qo'yib, ish joyini toza qoldirishi lozim.

11. Laboratoriya darsini qoldirgan talabaning o'qituvchisiz yoki katta laborantsiz tajriba o'tkazishiga ruxsat etilmaydi.

Laboratoriyada rioya qilinishi lozim bo'lgan xavfsizlik texnikasi qoidalari

Laboratoriyada ko'ngilsiz hodisalar sodir bo'lmasligi uchun quyidagi qoidalarga rioya qilish lozim:

1. Laboratoriyada o't o'chirgich, jun mato, himoya ko'zoynagi, rezina qo'lqoplar va qum solingan idish bo'lishi lozim.

2. Elektr asboblari sim bilan yerga ulangan bo'lishi lozim.

3. Laboratoriyada ikkita eshik bo'lgani ma'qul.

4. Tajriba tugagach gaz, suv va elektr asboblarni o'chirish lozim.

5. Natriy va kaliy metallarini bankada kerosin, benzol yoki toluolda saqlash lozim. Ular qisqich bilan olinib, filtr qog'oz ustida skalpel yordamida mayda bo'laklarga bo'linadi.

Natriy va kaliy metallarining mayda bo'laklari bo'lgan filtr qog'ozlarni rakovina va axlat chelagiga tashlash qat'iy man etiladi, chunki u yong'in chiqishiga sabab bo'lishi mumkin. Ular maxsus idishlarga solish yoki spirtida eritib yuborish lozim.

6. Oson uchuvchan va tez yonuvchan organik erituvchilar (etil efir, metil spirt, etil spirt, benzol, toluol, atseton, benzin, petroley efir va h.k.) saqlanadigan idish og'zini ochiq holda alanga yoki elektr plitkalar oldida qoldirish man etiladi. Bunday eritmalarni laboratoriyada bir litrdan ko'p saqlash mumkin emas.

7. Reaksiya olib borilayotgan probirka va kolbani qizdirish zarur bo'lsa, qizdirilayotgan idishning og'zini odam ishlayotgan tomonga qaratish lozim.

8. Tajriba o'tkazilayotganda asbobning ulangan joylari kuzatib turiladi.

9. Suyuqliklarni yopiq sistemali haydash asbobida haydash mumkin emas, aks holda haydash asbobi yorilishi mumkin. Shuning uchun yig'gich idish ochiq bo'lishi lozim.

10. Vodoprovod suvi shisha sovutgichlarga rezina naylar orqali ulanadi va ulangan joylar bog'lab qo'yiladi. Vodoprovod jo'mragini ochishda jo'mrakni sekin burash lozim, aks holda nayda yig'ilib qolgan havo bosim bilan chiqib, shisha sovutgichni sindirishi mumkin.

11. Moy hammomidan foydalaniladigan bo'lsa, tajribani faqat mo'rili shkaftida o'tkazish lozim. Hammomni moyning qaynash haroratigacha qizdirish mumkin emas. Haroratning ko'tarilishini termometrda kuzatish uchun himoya ko'zoynagidan foydalanish zarur.

12. Talabalar laboratoriyadagi reaktivlarga, idishlar va asbob-uskunalariga rahbarlarning ruxsatisiz tegishi mumkin emas.

13. Laboratoriya eshigida, "Laboratoriyaning berkitishdan oldin gaz, suv va elektr energiyani o'chiring. Laboratoriyaning ko'zdan kechiriling!" degan yozuvlar bo'lishi lozim.

Zaharli, oson alangalanadigan va portlovchi moddalar bilan ishlash

Laboratoriyalarda organik moddalarni sintez qilishda zaharli, oson uchuvchan, oson alangalanadigan, portlovchi reaktiv va erituvchilar bilan ishlashga to'g'ri keladi. Shuning uchun ishlatiladigan organik moddalarning xossalari bilish ish jarayonida yuz berishi mumkin bo'lgan ko'ngilsiz hodisalarni oldini oladi.

Reaksiya uchun olingan reaktivlarning xossalari bilish bilan birga reaksiyada hosil bo'ladigan oraliq va oxirgi mahsulotlarning xususiyatlarini bilgan ma'qul. Bu bilan tajriba o'tkazayotgan talaba birinchidan, o'zining sog'lig'ini saqlasa, ikkinchidan, atrof-dagilarni va muhitni zaharlanishining oldini oladi.

Organik moddalarni sintez qilishda ishlatiladigan moddalar-ning ko'pi zaharli hisoblanadi. Masalan, dioksan, tetragidrofuran, metil spirt, piridin, akrilonitril, benzol, anilin, xlorangidridlar, sianid kislota va uning tuzlari, fosgen, uglerod va azot oksidlari, diazometan, vodorod sulfid, simob, brom va boshqalar.

Bunday moddalar bilan ishlaganda quyidagilarga amal qilish lozim:

1. Ko'p miqdordagi zaharli moddalar bilan qilinadigan ishlar maxsus xonalarda olib boriladi.

2. Laboratoriyalarda zaharli moddalardan foydalanishda, birinchi navbatda, mo'rili shkafning ishlashi, yig'ilgan asbobning ulangan joylari mustahkam bo'lishi va sintezda ishlatiladigan tomizgich, ajratgich voronkalarining jo'mraklari puxta o'rnatilgan bo'lishi lozim.

3. Zaharli moddalarni o'lchashda yoki tarozida tortishda rezina qo'lqop kiyish, himoya ko'zoynagi taqish, ulardan foydalanib bo'lingandan keyin esa qo'lni sovunlab yuvish lozim.

4. Zaharli moddalarni yoki eritmalarini laboratoriyada qoldirish mumkin emas, ularni ishlatib bo'lgandan so'ng laborantga topshirish shart.

5. Oson alangalanuvchan organik moddalar bilan ishlashda nihoyatda ehtiyot bo'lish lozim. Etil efir, spirt, petroley efir, benzol, benzin, ligroin va boshqalar shular jumlasidandir.

6. Oson alangalanuvchan moddalarni ochiq alangada qizdirish, alanga yaqinida saqlash man etiladi, faqat usti berk maxsus elektr plitkalarda, suv hammomida qizdirish va haydash mumkin.

7. Etil efirni haydashda yig'gich idish yaqinida hech qanday alanga manbai bo'lmasligi lozim.

8. Oson alangalanuvchan moddalar va erituvchilarni salqin va ventilyator o'rnatilgan omborxonalarda saqlash lozim. Ularni issiq xonalarda, termostat va isitish batareyalari ostida saqlash man etiladi.

9. Zaharli va oson alangalanuvchan moddalar qoldiqlarini rakovina va axlat idishlariga emas, balki mo'rili shkaf tagiga qo'yilgan maxsus idishlargagina quyish kerak.

10. Oson alangalanuvchan moddalar bilan tajriba o'tkazilayotgan xonada chekish qat'iyan man qilinadi.

11. Gazometrda vodorod yoki boshqa yonuvchi gazlar to'ldirilayotganda atrofda alanga bo'lmasligi lozim.

12. Konsentrlangan nitrat kislota oson alangalanuvchan moddalar qo'shish man qilinadi.

13. Konsentrlangan kislotalar, ishqoriy metallar, ayrim organik moddalar tajriba vaqtida hamda tajriba yuqori va past bosimda olib borilishi natijasida portlashi mumkin. Shuning uchun bunday tajribalarda himoya ko'zoynagi taqishdan tashqari, organik shishadan yasalgan himoya ekrani ham qo'yish lozim.

14. Natriy amidi, natriy va kaliy metallari suv bilan aralashtirilmaydi, aks holda reaksiya shiddatli borib, portlash, yong'in va ko'ngilsiz hodisalarga sabab bo'lishi mumkin.

Shuning uchun natriy solib quritilgan efir suv hammomida emas, balki havo hammomida haydaladi.

15. Moddalarning erish haroratini aniqlashda konsentrlangan sulfat kislota solingan asbobdan foydalaniladi. Bunda asbob ichidagi aralashma qattiq qizib ketishi natijasida ba'zan kislota sachrab ketishi mumkin. Bunday tajribalar o'tkazishda himoya ko'zoynagi taqib olish lozim.

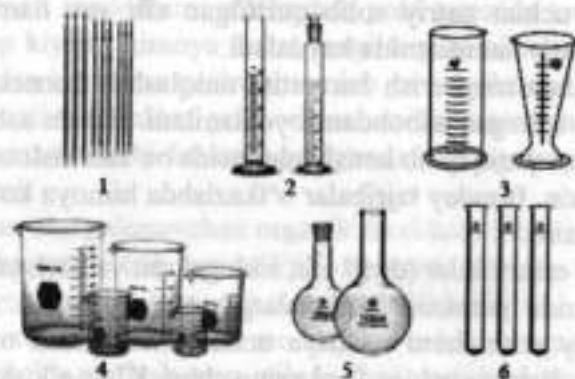
16. Ba'zi erituvchilar (dietil efir, siklogeksan va boshqalar) uzoq turishi natijasida peroksid birikmalarga aylanib qoladi. Shuning uchun bunday eritmalarini reaksiya uchun ishlatishdan oldin tekshirish lozim. Buning uchun 1 ml erituvchiga KIning kislotali eritmasidan 1 ml quyilganda yod tufayli eritma qo'ng'ir rangga bo'yalishi peroksidning borligini ko'rsatadi. Eritma tarkibidagi peroksidni yo'qotish uchun unga o'yuvchi natriy yoki o'yuvchi kaliy ta'sir etiriladi.

Organik kimyo laboratoriyasida ishlatiladigan asosiy kimyoviy idishlar, ularni yuvish va quritish

Laboratoriyada ishlatiladigan idish va asboblari, asosan, shishadan tayyorlangan bo'ladi. Shuning uchun bunday idishlar tayyorlashda ishlatiladigan shishalar ishqor hamda kislotalar ta'siriga, yuqori harorat va haroratning o'zgarib turishiga chidamli bo'lishi lozim.

Silikatli va molibdenli shishalar ana shunday shishalar jumlasidandir. Yuqori haroratga chidamli shisha "Pireks" tipidagidir. Ayniqsa eng yuqori haroratga va haroratning keskin o'zgarishiga chidamli bo'lgan shishalar kvartsdir.

O'lchov idishlari – har xil katta-kichiklikdagi (0,1 ml dan 100 ml gacha) pipetkalar, 5 ml dan 2000 ml gacha hajmli silindrlar, menzurkalar, kolba va probirkalar (1-rasm).



1-rasm: 1 – pipetkalar; 2 – silindrlar; 3 – menzurkalar; 4 – stakanlar; 5 – kolbalar; 6 – probirkalar

Hozirgi vaqtda ko'p laboratoriyalarda po'kak, rezina probkalar va rezinali ulaydigan qism (muftalar) o'rniga shishadan ishlangan shlifli qismlar keng qo'llanilmoqda.

Bunday shlifli idishlardan foydalanilganda ish vaqti tejaladi, hosil qilinadigan mahsulotlar toza bo'ladi. Shliflarning o'lchami millimetrlarda ifodalanib, ulardan 10, 14, 15, 19 va 29 mm lilari keng qo'llaniladi.

Sintez uchun murakkab asboblari tuzishda bir xil shishadan tayyorlangan shlifli idishlar va ulanadigan shlifli qismlar ishlatish taqozo etiladi (2-rasm).



2-rasm: 1 – yassi shliflar; 2 – konussimon shliflar; 3 – sharsimon shliflar; 4 – ulanadigan qismlar; 5, 7 – haydashda kolba bilan sovutgich ulanadigan shliflar; 6 – quritish uchun ishlatiladigan shlifli xlor kalsiyli nay; 8 – sovutgich bilan yig'gich idish ulanadigan shlifli alonj

Ishlash vaqtida shliflarga yupqa qilib maxsus surtma surtish lozim, shliflar orasiga har xil smola, kuchli ishqoriy xossaga ega bo'lgan moddalar kirib qolmasligi lozim. Eksikatorlar va xromotogramma kameralarining qopqoqlaridagi yassi shliflarga vazelin yoki mol yog'i surtsa ham bo'ladi.

Murakkab asboblari tuzishda ko'proq sharsimon shliflardan foydalanish lozim, chunki ular asbobning mustahkamligini ta'minlaydi. Ayrim hollarda shlifli probkalarini ochish, shlifli ulangan qismlarni ajratish qiyin bo'lib qoladi. Bunday vaqtlarda shlifli joylar biroz qizdiriladi yoki bolg'acha bilan urib ko'riladi va shu usul bilan ochib, ajratiladi.

Stakanlar. Stakanlar har xil shishalardan ishlangan bo'lib, 25 ml dan 200 ml gacha hajmli bo'ladi. Shisha stakanlar laboratoriyada keng qo'llaniladi.

Kolbalar. Yumaloq yassi tubli (1), konussimon (Erleynmeyer kolbasi) (2), dumaloq (3) va noksimon (4) kolbalar har xil markali shishalardan turli o'lchamda ishlangan bo'ladi (3-rasm).



3-rasm

Yumaloq yassi tubli va konussimon kolbalar reaksiyon aralashmalar va eritmalar tayyorlashda, qayta kristallashda, erituvchi va reaktivlarni saqlashda ishlatiladi. Bunday kolbalar yuqori harorat va bosim ostida o'tkaziladigan tajribalarda ishlatilmaydi, chunki bunda kolbalar yorilishi mumkin.

Kimyodan o'tkaziladigan tajribalar, asosan, yuqori harorat va bosimga chidamli shishalardan tayyorlangan yumaloq yoki noksimon kolbalarda olib boriladi. Tajribalar murakkabligiga ko'ra bir, ikki yoki uch bo'g'izli yumaloq kolbalarda o'tkaziladi va ular kerakli moslamalar bilan jihozlanadi.

Erituvchilarni qayta haydab tozalashda, hosil qilingan reaksiyon aralashmalarini yuqori haroratda va past bosimda haydashda Vyurs va Klyayzen kolbalari ishlatiladi.

Kolbalarni ishlatishdan oldin ko'zdan kechirish lozim, ularni raqamlashda yoki boshqa biror belgi qo'yishda uning maxsus qirilgan joyiga qalam bilan yozish lozim.

Sovutgichlar. Sovutgichlar, asosan, bug' holatidagi moddalarni sovutib, suyuqlikka aylantirib, yig'ib beradi. Sovutgichlar ikki maqsadda ishlatiladi, birinchidan, o'tkazilayotgan tajribadagi erituvchi yoki sintez uchun olingan uchuvchan moddalar uchib ketmasdan bir xil konsentratsiyada bo'lishi uchun sovutgichlar kolbalarga vertikal holatda ulanadi; ikkinchidan, erituvchilarni haydash yo'li bilan tozalash yoki tajriba natijasida olingan mahsulotlarni fraksiyalarga bo'lib haydashda sovutgichlar kolbalarga nisbatan gorizontol holatda joylashtiriladi.

Qaynash harorati 150°C dan yuqori bo'lgan suyuqliklar havo sovutgichlarda, qaynash harorati 150°C dan past bo'lgan moddalar Libix sovutgichlarida haydaladi.

Sharikli, spiralli (buramali) sovutgichlar, asosan, qayta kristallga tushirish yoki reaksiyon aralashmalarini qizdirishda ishlatiladi. Chunki bug' holatidagi moddalar kondensatlanib, suyuqlikka aylanadi va qaytadan kolbaga tushadi.

Sovutgichlar kuchli sovutish xususiyatiga ega, shuning uchun ular, asosan, oson uchuvchan efir moddalarni haydashda ishlatiladi.

Sovutgichlar suv manbaiga rezina nay orqali ulanganda ulangan joylarni bog'lash, tajriba vaqtida esa sovutgichdan suvning o'tib turganligini kuzatish lozim. Aks holda moddalar bug'lanishi bilan havo buzilib, portlash sodir bo'lishi va yong'in chiqishi mumkin.



4-rasm: 1 - havo sovutgichi; 2 - Libix sovutgichi; 3 - sharikli sovutgich; 4,5 - spiralli sovutgichlar

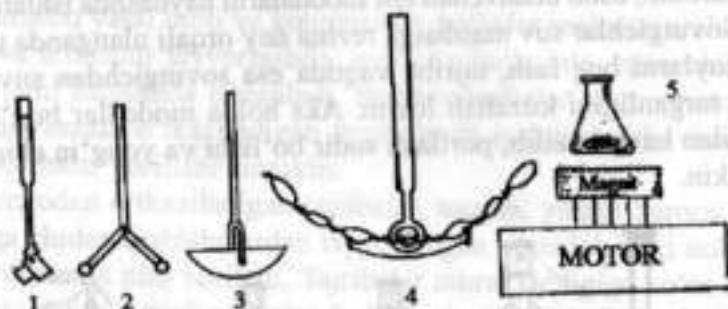
Aralashmalarini chayqatish va aralashtirish

Reaksiyon aralashmadagi reagentlardan biri suyuqlik, ikkinchisi kristall modda bo'lsa, bu ikki moddaning molekularlari bir-birida tekis tarqalib, faol to'qnashishi hamda reaksiya samarali tugashi uchun chayqatuvchi asboblardan foydalanish lozim.

Chayqatish asboblari ko'pincha qaytarish reaksiyalarida, ya'ni to'yinmagan organik birikmalarni vodorod atomlari bilan to'yintirishda ishlatiladi.

Qaytarish reaksiyasida magnitli aralashtirgichlar ishlatiladi (5-rasm).

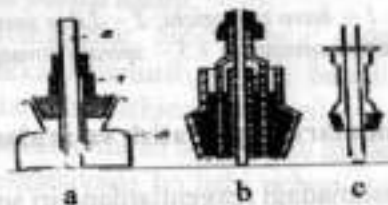
Kolbadagi biror moddaga ma'lum miqdor ikkinchi modda qo'shishda birinchi modda molekulari orasida ikkinchisining teng tarqalishi uchun har xil o'lchamdagi aralashtirgichlardan foydalaniladi.



5-rasm

1-aralashtirgich uch tomonida 4-6 ta o'simtasi bor oddiy shisha tayoqchadan iborat; 2,3-aralashtirgichlar shisha yoki po'lat tayoqchalardan tayyorlanib, ularning uch qismi parrakli qilinadi.

4-aralashtirgich Gershberg aralashtirgichi deb atalib, ko'p miqdordagi moddalar bilan ishlashda qo'llaniladi.



6-rasm

Aralashtirgichlardan foydalanish uchun ular zatvorlarga mahkamlanib, elektr motorlariga ulanadi. Elektr motorlarning tezligi reostat yoki transformatorlar orqali boshqarib turiladi.

a - Zatvorda aralashtirgich oddiy shisha nay orqali rezina shlang, po'kak probka bilan mustahkamlanib, oddiy reaksiyalarda ishlatiladi.

b - Zatvor simobli yoki glitserinli bo'lib, qorgich ana shu zatvor orqali o'tkaziladi, bu zatvorli qorgich havoni o'tkazmaydi. Shuning uchun ham havo ta'sirida buziladigan reaksiyalar zatvorli qorgichlarda o'tkaziladi.

c - Zatvor oddiy bo'lib, shlifli shisha aralashtirgichning shlifli qismiga maxsus moy surtilib, shlifli naydan o'tkazib ishlatiladi.

Voronkalar. Kimyo laboratoriyalarida ishlatiladigan voronkalar katta-kichikligidan tashqari, qanday maqsadlarda ishlatilishiga ko'ra har xil bo'ladi (7-rasm).



7-rasm

a - oddiy voronkalar eritmalarini filtr qog'oz yordamida tozalashda, cho'kkan moddalarni yoki kristallarni eritmadan ajratishda qo'llaniladi.

b - Byuxner va d-Shotta voronkalari vakuum yordamida reaksiya natijasida tez hosil bo'lgan kristallarni eritmadan ajratishda qo'llaniladi.

Reaksiya kuchli ishqoriy yoki kislotali muhitda olib borilganda hosil bo'lgan kristallar har xil o'lchamli shisha filtrli Shotta voronkasi orqali filtrlanadi.

Vakuum yordamida ishlatiladigan voronkalar ko'pincha moddalarni tozalashda, ya'ni qayta kristallga tushirishda ishlatiladi.

Masalan, a gramm rangli moddani kam miqdor x ml erituvchida eritib, qizdirish bilan rangdan tozalash uchun aktivlantirilgan ko'mir qo'shib qizdirish davom ettiriladi, so'ngra tezda filtrlab, stakan yoki konussimon kolbaga solinadi. Eritma sovishi bi-

lan toza kristallar cho'kadi va yana voronkalar yordamida ajratib olinadi.

Ba'zi tajribalarda reaksiyaga kirishuvchi bir modda eritmasi ustiga asta-sekin ma'lum miqdorda ikkinchi modda qo'shiladi, bunday hollarda tomizgich voronkalar (e) ishlatiladi.

Ajratgich voronkalar (7-rasm, j) reaksiya natijasida hosil bo'lgan o'zaro aralashmaydigan ikki suyuqlikni bir-biridan ajratishda ishlatiladi. Ajratgich voronkalar ko'pincha moddalarning suvdagi eritmasini suv bilan o'zaro aralashmaydigan organik erituvchilarga (petroley efir, benzol va boshqalar) o'tkazishda yoki aksincha, moddalarni organik erituvchilardan suvdagi eritmaga o'tkazishda keng qo'llaniladi.

Ajratgich voronkalarni ishlatilib bo'lgandan so'ng yuvib, tozalab, quritib, jo'mraklariga biroz vazelin surtib, tushib ketmasin uchun rezina halqa bilan voronkaga tutashtiriladi. Ajratgich voronkalarni ichidagi eritmasi bilan qoldirish man etiladi, aks holda jo'mraklar qotib qolishi mumkin.

Yuqoridagi kimyoviy idishlardan foydalanib bo'lgandan so'ng, ularni tozalab yuvib, quritish shkafida quritgach, belgilangan joylarga olib qo'yiladi.

Laboratoriyalarda kimyoviy idishlarni tozalash uchun uch xil erituvchi ishlatiladi: kaliy bixromatning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasi; o'yuvchi kaliy yoki o'yuvchi natriyning suvdagi eritmasi; organik erituvchilar (xloroform, etil spirt va boshqalar).

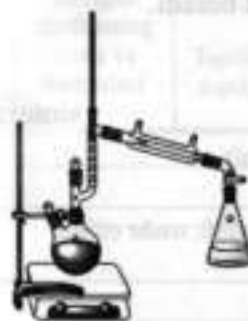
Qanday erituvchidan foydalanish reaksiya uchun olingan moddalarning va hosil bo'lishi mumkin bo'lgan reaksiya mahsulotlarining xususiyatlariga qarab tanlanadi. Ko'pincha idishlarni tozalash uchun kaliy bixromatning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasidan foydalaniladi. Kimyoviy idishlar yuvib bo'lingach, erituvchi o'z idishiga qaytib solinadi. So'ngra erituvchidan yuvilgan idish vodoprovod suvida ikki, uch marta va nihoyat distillangan suvda yuvilib, maxsus quritish shkafida quritiladi.

Ba'zi bir muhim standart asboblarda ularni yig'ish

O'tkaziladigan tajribaning oddiy va murakkabligiga yoki reaksiyada ishtirok etayotgan moddalar tabiatiga, reaksiya muhitiga qarab asboblarda yig'iladi.

Masalan, moddalarni qayta kristallga tushirishda faqat tubi yumaloq kolba, sovutgich va xlor kalsiyli naydan iborat asbob ishlatiladi. Suyuqliklarni haydashda dumaloq tubli kolba, sovutgich deflegmator trubasi, termometr, forshtoss va yig'gich idishlardan iborat asbobdan foydalaniladi (8-rasm).

Ayrim sintezlar bir reaktiv ustiga ikkinchi reaktivni oz-ozdan quyib, to'xtovsiz aralashtirib turgan holda va ma'lum haroratda olib boriladi. Bunday hollarda 9-rasmdagi asboblarda ishlatiladi. Asboblarda uch bo'g'izli yumaloq tubli kolba, tomizgich voronka, zatvorli aralashtirgich, sovutgich va termometrdan iborat.



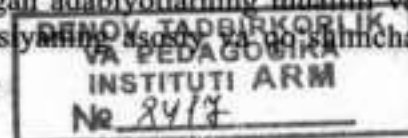
8-rasm



9-rasm

Ish jurnali tutish va hisobot yozish

Talaba organik kimyodan laboratoriya mashg'uloti uchun alohida ish daftariga ega bo'lib, biror sintezni bajarishdan oldin ish rejasi tuzadi. Bunda dastlab ish daftariga ishning tartib raqami, sintezning nomi, foydalanilgan adabiyotlarning muallifi va nomi, ish boshlagan vaqti, reaksiyaning asosiy va qo'shimcha



mahsulotlar hosil bo'lish tenglamalari hamda ma'lumotnomadan foydalanib reaksiya uchun olingan dastlabki moddalarning fizik doimiyliklari (qaynash yoki suyuqlanish harorati, zichligi, sindirish ko'rsatkichi, molekulyar og'irligi) va ularning nazariy hamda metodika bo'yicha miqdori, reaksiya tenglamasi bo'yicha hisoblashlar yoziladi.

Ish rejasi foydalanilgan qo'llanmadagi ish metodikasining aynan o'zi bo'lmasligi lozim. Bunda biror moddaning sintezini bajarishda ishlatiladigan reaktivlarning miqdori aniq ko'rsatilishi va ularning tozaligi hamda konsentratsiyalari tekshirilgan bo'lishi lozim. Ish rejasi yakunida sintez qilingan moddaning doimiyliklari (qaynash va suyuqlanish haroratlari) ma'lumotnomadan yoki foydalanilgan adabiyotdan topib yoziladi va sintez olib boriladigan asbobning sxemasi chiziladi.

Sintezning tavsifini va ish rejani o'qituvchi ko'rib tasdiqlaganidan so'ng talabaga tajribani bajarishga ruxsat beradi.

Ish № _____ sintezi

(sintez qilinadigan moddaning nomi)

Foydalanilgan adabiyot _____
(qo'llanmaning nomi, muallifi, nashr etilgan

yili va beti)

Ish boshlangan vaqti _____
(kun va soat)

Reaksiyaning asosiy tenglamasi _____

Qo'shimcha reaksiya tenglamalari _____



1-jadval
Sintez uchun olinadigan moddalarning miqdorini hisoblash

Reaksiya uchun olingan dastlabki moddalar				Moddalarning miqdori					
Modda nomi va formulasi	Molekulyar massasi	Doimiy qaynash yoki suyuqlanish harorati, (°C)	Konsentratsiya	Nazariya bo'yicha		Metodika bo'yicha		Ortiqcha	
				mol	g yoki ml	mol	g yoki ml	mol	%

2-jadval
Sintez qilingan moddaning unumi va doimiyliklari

Olingan moddaning nomi va formulasi	Moddaning doimiyliklari		Moddaning miqdori		
	Tajribada topilgan	Adabiyot bo'yicha	g hisobida	% hisobida	
				Nazariy jihatdan	Foydalanilgan qo'llanma jihatdan

_____ sintez tugallandi
(kun va soat)

_____ preparat topshirildi
(miqdori g hisobida)

O'qituvchining imzosi _____

Talaba biror sintezni bajarish davomida ish daftariga shu sintez yuzasidan hisobot yozadi. Hisobotda bu ishning metodikasi, ya'ni reaksiyani olib borish sharoitlari, sintez davomida eksperimentator tomonidan kuzatilgan reaksiyaning o'ziga xos belgilari (modda rangining o'zgarishi, issiqlik va gaz ajralib chiqishi), ayrim jarayonlarni, masalan, reaksiya aralashmaga ikkinchi kompo-

nentni qo'shish yoki qaynatish kabi jarayonlarning muddati hamda reaksiya uchun olingan reaktiv va erituvchilarning miqdori aniq va to'liq yozib boriladi. Ayniqsa, ish hisobotida sintez qilib olingan moddaning unumi va tozalash (haydash, qayta kristallash va xromatografiya) usullari to'la yoritilgan bo'lishi lozim.

Hisobot yakunida sintez qilingan moddaning fizikaviy doimiyliklari yuqoridagi 2-jadval tarzida beriladi, olingan preparat miqdori va doimiyliklari yorliqda yozilgan holda o'qituvchiga topshiriladi.

Sintezlarda ko'p ishlatiladigan erituvchilar

Erituvchilar ko'p reaksiyalarni olib borishda gomogen fazani vujudga keltirish, reaksiya tezligini yoki yo'nalishini o'zgartirish va organik moddalarni reaksiya aralashmalardan ekstraksiya yoki kristallantirish yo'li bilan ajratib olishda qo'llaniladi. Ma'lum sintezni olib borishda ishlatilayotgan erituvchida boshqa aralashmalarning bo'lishi bajarilayotgan ishni noto'g'ri chiqishiga sabab bo'lishi mumkin. Shuning uchun avvalo, biror ishga ishlatish uchun olingan erituvchini tozaligini bilish kerak. Agar erituvchi iflos bo'lsa, uni, albatta, tozalash va kerak bo'lgan taqdirda absolyutlash lozim.

Toza va sof holdagi organik erituvchi qaynash harorati, nur sindirish ko'rsatkichi (molekulyar refraksiyasi, solishtirma og'irligi va boshqalar) bilan belgilanadi.

Bu doimiyliklarni aniqlash (ayniqsa, ularning qaynash harorati) orqali erituvchilarning toza ekanligini bilish mumkin.

Shuning bilan birga shunday erituvchilar ham borki, ular ma'lum harorat oralig'ida qaynagani bilan sof bo'lmay, aralashma holda bo'ladi. Masalan, bularga petroley efir, benzin va boshqalar kiradi. Bunday erituvchilarning tozaligi ularning qaynash harorati orqali emas, balki ularning ma'lum harorat oralig'ida haydalishi bilan belgilanadi. Haydash yoki fraksiyalarga bo'lib haydash usuli erituvchilarni tozalashda eng oson usul hisoblanadi.

Dietil efir (efir)

Texnik dietil efirning tarkibida suv, spirt, bundan tashqari uzoq vaqt saqlangan bo'lsa peroksid birikmalar ham bo'ladi. Dietil efirda peroksid birikmalar borligini bilish uchun bir necha millilitr efir hajmiga barobar miqdorda xlorid kislota bilan kislotali muhitga keltirilgan 2 % li kaliy yoki natriy yodid eritmasi orqali chayqatiladi. Bunda efirli qismni qo'ng'ir tusga kirishi yoki kraxmal bilan suvli qismni ko'k rang hosil qilishi efirning tarkibida peroksid birikma borligidan dalolat beradi.

Efirning tarkibidagi peroksid birikmalardan qutilish uchun dietil efir ikki valentli temirning tuzlari bilan ishlanadi. Bir litr dietil efirni yuvish uchun 30 g temir (II)-sulfatning sulfat kislota qo'shilgan (130 ml suvga 3 g sulfat kislota) 55 ml suvdagi eritmasidan 10–20 ml sarf bo'ladi. Shuningdek, peroksidni efirni natriy sulfit yoki natriy tiosulfatning to'yingan eritmasi bilan ishlab ham yo'qotish mumkin.

Efirni yuqorida ko'rsatib o'tilgan qaytaruvchilar bilan ishlanganda qisman atsetaldegid hosil bo'ladi. Uni sirka kislotaga o'tkazish uchun kaliy permanganatning 0,5 % li eritmasi bilan aralashtiriladi. So'ngra efir 5 % li o'yuvchi natriy eritmasi va suv bilan yuvilib, 24 soat kalsiy xloridda quritiladi (1 litr efirga 150–200 g kalsiy xlorid olinadi). Shunday qilib, quritilgan va qo'ng'ir tusli sklyankaga haydab olingan efirga kerosinli filtr qog'ozlarga shimdirilgan hamda oksidlangan yuzasi olib tashlangan, mayda qirg'ilgan natriy metalining bo'lakchalari solinadi (1 litr efirga 5 g atrofida natriy metali olinadi). Efir natriy bilan vodorod pufakchalarning ajralib chiqish tugagunga (24 soat atrofida) qadar quritilgandan so'ng, unga yana 2,5 g natriy metali solinadi va 12 soat o'tgach, 34,5°C da havo namidan saqlab haydaladi. Distillyat 1 g natriy metali bo'lgan qora yoki qo'ng'ir tusli sklyankaga yig'iladi va kalsiy xlorid trubkali po'kak yoki shlifli probka bilan berkitilib sovuq va qorong'i yerda saqlanadi. Shunday qilib, tayyorlangan efir absolyut efir deb ataladi.

Yorug' joyda va uzoq vaqt saqlangan efirda tez yonuvchan hamda portlovchi peroksid - $(C_2H_5)_2O_2$ hosil bo'ladi. Shuning uchun ko'p miqdordagi efirni haydashdan oldin uni yuqorida aytib o'tilgan metodlardan biri bilan tozalash kerak, chunki tozalanmagan efir haydalganda kolba tagida efirga nisbatan kamroq uchuvchi peroksid yig'ilib qoladi va u portlashga olib kelishi mumkin.

Etilatsetat

Sanoatda olinadigan etilatsetat (sirka kislotaning etil efiri)ning tozaligi 97 % bo'lib, unda suv, spirt va sirka kislota aralashmalari bo'ladi. U suv va etil spirt bilan bir xil haroratda qaynaydigan azeotrop aralashmalarni hosil qiladi.

Etilatsetat tarkibidagi sirka kislotani yo'qotish uchun unga natriy bikarbonatning 5% li eritmasini qo'shib chayqatiladi. So'ngra undagi spirtni yo'qotish uchun ajratgich voronkada kalsiy xloridning to'yingan eritmasida chayqatiladi va ajratib olingan etilatsetatni natriy sulfat yoki magniy sulfat bilan quritib haydaladi. Toza etilatsetatning qaynash harorati 77°C.

Dioksan

Texnik dioksan toza holda bo'lmay uning tarkibida suvdan tashqari kam miqdorda atsetaldegid, glikol atsetali bo'ladi.

Dioksanni atsetaldan tozalash uchun hajmi 1,5 litrli tubi yumaloq kolbadagi 1 litr texnik dioksanga xlorid kislota (14 ml konsentrlangan xlorid kislotaning 100 ml suvdagi eritmasi) qo'shiladi va aralashma 6-10 soat qaytarma sovutgich bilan qaynatiladi. Bunda hosil bo'layotgan sirka aldegidni neytrallash uchun azot yuborib turiladi. Sovitilgandan so'ng unga o'yuvchi kaliy kristallaridan erimay qolgunga qadar solinadi. So'ngra suvli qism ajratilib dioksan o'yuvchi kaliy bilan 24 soat quritiladi. Shundan so'ng, dioksanga natriy metalli solib qaytarma sovutgich bilan 6-12 soat qaynatiladi va 101° C da haydab olinadi.

Etil spirt (spirt)

Sanoatda rektifikatsion kolonkalaridan haydab olingan spirt-rektifikat azeotrop aralashma holda bo'lib, uning tarkibida 95,6% etanol va 4,4% suv bo'ladi. Uni suvsizlantirish uchun alohida metodlardan foydalaniladi.

Laboratoriyada 99,5% li spirt olish uchun uni (1-2 soat gorelka alangasida qizdirilgan) kalsiy oksid bilan uzoq vaqt (10 soatgacha) qaynatiladi. 95,6% li 1 litr spirtga 250 g kalsiy oksid olinadi va 2 litrli, dumaloq tubli kolbaga solinib, kalsiy oksidli yoki kalsiy xloridli trubka bilan berkitilgan qaytarma sovutgichga ulanadi hamda 6 soat qaynatiladi. Kolba sovitilgandan so'ng suvsiz erituvchilarni haydash uchun mo'ljallangan moslama orqali hosil bo'lgan 99,5% li spirt 78°C da haydab olinadi. Haydab olingan 99,5% li spirtni yana suvsizlantirish uchun spirt bilan magniy metalli o'rtasida bo'radigan reaksiyadan foydalaniladi:



Bunda hosil bo'lgan magniy alkogolyat spirtidagi suv hisobiga gidrolizlanib, uni suvsizlantiradi.

1,5 litr hajmli, dumaloq tubli kolba kalsiy xlorid trubkali qaytarma sovutgich bilan jihozlanib, unga 75-100 ml 99,5% li etil spirt, 5 g magniy qirindisi va 0,5 g yod solinadi. Bunda vodorod ajralib chiqib boshlaydi va aralashma magniy erib ketguncha qizdiriladi.

Aralashmaga yana 0,5 g yod qo'shib reaksiyani tezlatish mumkin, lekin yodning umumiy miqdori 1 g dan oshib ketmasligi kerak.

Magniy batamom erib bo'lgandan so'ng kolbaga qaytarma sovutgich orqali qolgan 900 ml 99,5% li etil spirt quyiladi va yarim soat qaynatilgach, spirt yuqorida ko'rsatilganidek haydab olinadi. Bu usul bilan 99,95% li spirt olish mumkin.

Metil spirt

Metil spirtning tarkibida 0,02% atseton va 0,1% suv bo'ladi, texnik metil spirtida esa ularning umumiy miqdori 1% ga yetadi.

Metil spirt tarkibidagi atsetonni yo'qotish uchun 500 ml metil spirt, 25 ml furfurol va 60 ml 10% li o'yuvchi natriy eritmasini dumaloq tubli kolbada aralashtirib qaytarma sovutgich yordamida 6 soatdan 12 soatgacha qaynatilgandan so'ng metil spirt haydab olinadi. Spirt haydab olingach, kolba tagida furfurol va atsetondan hosil bo'lgan smola qoladi.

99,95% li metil spirt olish uchun, absolyut etil spirt olingandagidek magniy bilan qaynatilib suvsizlantiriladi va 64°C da deflegmatorli kolbada haydab olinadi.

Metil spirt zaharli bo'lgani uchun u bilan ishlashda ehtiyot bo'lish kerak.

Atseton

Texnik atsetonning tarkibida metanol va suv bo'ladi. Uni bir necha yo'l bilan tozalash mumkin:

1 litrli kolbada 700 ml atseton olib, unga 3 g kumush nitratning 20 ml suvdagi eritmasi va 20 ml 1 N o'yuvchi natriyning eritmasi quyiladi. Aralashma 10 daqiqa chayqatiladi. Shundan so'ng hosil bo'lgan cho'kma filtrlanib, filtrat kalsiy sulfatda quritiladi va deflegmator orqali haydaladi.

Toza atseton oddiy sharoitda 56,2°C da qaynaydi.

Ikkinchi usul ko'p miqdordagi atsetonni tozalash uchun ishlatiladi. Bunda atsetonga kukun holdagi kaliy permanganat qo'shib qaytarma sovutgich ulangan kolbada qaynatiladi. Kaliy permanganat suyuqlikning binafsha rangi yo'qolmaguncha qo'shib turiladi. So'ngra, suvsiz natriy karbonat yoki kalsiy sulfat bilan quritilib filtrlanadi va haydaladi. 100 g kukun holdagi natriy yodid 400 ml atsetonda eritilib, eritma tezda tuzli muz yordamida - 3°C gacha sovutilganda atsetonning natriy yodid bilan hosil qilgan birikma-

si - $\text{NaI} \cdot 3\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ kristallga tushadi. Bu cho'kmani filtrlab Vyurs kolbasiga solinadi va qizdirganda parchalanib chiqqan toza atseton haydab olinadi.

Benzol

Texnik benzolda ozroq miqdorda (0,02% gacha) suv, tiofen va boshqa aralashmalar bo'ladi. Benzoldagi tiofenni (qaynash harorati 84°C) fraksion haydash bilan ham, kristallizasiya (muzlatish) yo'li bilan ham yo'qotib bo'lmaydi.

Benzolda tiofen aralashmasi borligi sifat analizi yordamida aniqlanadi. Buning uchun 3 ml benzol 10 mg izatinning 10 ml konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasi bilan chayqatiladi. Biroz vaqtdan so'ng ko'k yashil rang hosil bo'lishi benzolda tiofen borligini ko'rsatadi.

Benzoldagi tiofenni yo'qotish uchun 1 litr benzol 100-150 ml sulfat kislota bilan tiofenga xos reaksiya bermaguncha chayqatiladi. Kislotali qismi ajratib tashlagandan so'ng, benzol oldin suv bilan, so'ngra 10% li soda eritmasi va yana suv bilan yuvilib, kalsiy xlorid ishtirokida quritiladi. Toza benzol 80°C da haydab olinadi.

Petroley efir

Sanoatda petroley efir qaynash haroratiga qarab 30-50°C ($d=0,640$), 40-60°C ($d=0,666$) va 45-70°C ($d=0,685$) larda fraksiyalarga ajratiladi. Bu fraksiyalarning har biri alifatik uglevodorodlarning aralashmasidan iborat.

Texnik petroley efir tarkibida to'yinmagan uglevodorodlarning aralashmalari bo'ladi. Petroley efir ham benzol kabi sulfat kislota bilan chayqatib tozalanadi. Hosil qilingan aralashmadan kislotali qism ajratib tashlangandan so'ng, petroley efir kaliy permanganatning 10% li sulfat kislotadagi to'yingan eritmasi bilan suvli qismning binafsha rangi yo'qolmaguncha yuviladi. So'ngra petroley efirni suvda yuvib, kalsiy xlorid bilan quritiladi, so'ngra haydaladi.

Xloroform

Xloroformning tarkibida unga stabilizator sifatida qo'shilgan 1% atrofida etil spirt bo'ladi. U o'z hajmiga nisbatan ikki hissa kam suv bilan bir necha marta chayqatib spirtidan tozalanadi.

Xloroform suvli qismidan ajratilgach, kalsiy xlorid bilan 24 soat quritiladi va haydaladi. Bundan tashqari, xloroform ozroq miqdordagi konsentrlangan sulfat kislota bilan 2-3 marta chayqatib ham tozalanadi.

Bunda 100 ml xloroformni tozalash uchun 5 ml konsentrlangan sulfat kislota olinadi.

Xloroform kislotali qismidan ajratilgach, suv bilan yuviladi va kalsiy xloridda quritiladi hamda haydaladi.

Toza xloroform 61,2°C da qaynaydi.

Spirtidan tozalangan xloroform, yorug'lik ta'sirida fosgen hosil bo'lmasligi uchun qora yoki qo'ng'ir tusli sklyankalarda saqlanadi.

Uglerod (IV) xlorid (tetraxlorometan)

Texnik tetraxlorometanning tarkibida 4% gacha uglerod disulfid bo'ladi. Uni tozalash uchun 1 l tetraxlorometan 50-60°C da 60 g o'yuvchi kaliyning 60 ml suv va 100 ml spirtidagi eritmasi bilan 30 daqiqa chayqatiladi. U suv bilan yuvilgandan so'ng, o'yuvchi kaliyning ikki hissa suyultirilgan eritmasi bilan yana tozalanadi. Tetraxlorometandagi spirt qoldig'i kalsiy xloridning to'yingan eritmasi yordamida yo'qotilib, kalsiy xlorid bilan quritiladi va filtrlab olib haydaladi. Toza tetraxlorometan 76,7°C da qaynaydi.

Piridin

Texnik piridin tarkibida suvdan tashqari bir qancha aralashmalar bo'ladi. Toza, quruq piridin olish uchun, u o'yuvchi kaliy solingan kalsiy xlorid trubkali kolbada qaytarma sovutgichga ulanib

qaynatiladi va piridinni havo namidan saqlab haydaladi. Uning tarkibida qolgan oz miqdordagi suv qoldig'ini yo'qotish uchun, bir necha bo'lak natriy metali solingan kolbada haydab olinadi.

Piridin juda gigroskopik modda bo'lib, suv bilan 92,6°C da qaynaydigan gidrat $C_5H_5N \cdot H_2O$ hosil qiladi.

Toza piridin 115,5°C da qaynaydi.

Laboratoriyada texnik piridinni tozalash uchun, uning rux xloridli birikmasidan foydalaniladi. Buning uchun 1 litr sig'imli kolbada 183 ml suv, 87 ml konsentrlangan xlorid kislota va 173 ml etil spirt olinib, bu aralashmada 212 g rux xlorid eritiladi. Eritmaga yaxshi aralashtirib turilgan holda 250 ml toza haydab olingan piridin qo'shiladi. Birozdan so'ng eritmadan piridinning rux xlorid bilan hosil qilgan birikmasi $2C_5H_5N \cdot ZnCl_2$ kristall holda cho'kmaga tushadi. Cho'kmani filtrlab olib ikki marta absolyut spirtida qaytadan kristallanadi.

Bu birikmadan piridin olish uchun u konsentrlangan ishqor eritmasi bilan parchalanadi. Buning uchun qaytadan kristallantirib olingan toza birikmaning har 100 g ga 26,7 g o'yuvchi natriyning 40 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Piridin cho'kmadan filtrlanib, o'yuvchi kaliy yoki bariy oksid bilan quritilib haydaladi.

Nitrobenzol

Nitrobenzol yomon eriydigan ko'pchilik organik birikmalar uchun yaxshi erituvchi hisoblanadi, lekin u oksidlash xususiyatiga ham ega.

Texnik nitrobenzol tarkibida dinitrobenzol bo'lishi mumkin. Nitrobenzolni tozalash uchun unga suyultirilgan sulfat kislota qo'shib suv bug'i bilan haydaladi. Suvdan ajratilgan nitrobenzol kalsiy xlorid bilan quritilgach, filtrlab haydaladi.

Toza nitrobenzol 210,9°C da qaynaydi.

Nitrobenzol qon va asab tizimini zaharlaydi, shuning uchun u bilan ishlaganda ehtiyot bo'lish lozim.

Dimetilformamid

Dimetilformamid yaxshi erituvchilik xususiyati va inertligi tufayli laboratoriya ishlarida keng qo'llanilmoqda. U suv, spirt, atseton, efir, xloroform va uglerod disulfidlar bilan har qanday nisbatda aralashadi.

Dimetilformamid yorug'lik ta'sirida parchalanib, dimetilamin va formaldegid hosil qiladi. Bulardan tashqari uning tarkibida aralashma holida ammiak va suv bo'lishi mumkin.

Dimetilformamidni tozalash uchun 85 g dimetilformamidga 10 ml benzol, 4 ml suv qo'shib aralashma haydaladi. Bunda oldin benzolning suvli aralashmasi va boshqa aralashmalar haydaladi. So'ngra tozalangan dimetilformamid vakuumda haydaladi.

Toza dimetilformamidning qaynash harorati 153°C (760 mm sim. ust.).

II BOB. ORGANIK MODDALARNI TOZALASH VA ULARNING FIZIK DOIMIYLIKLARINI ANIQLASH

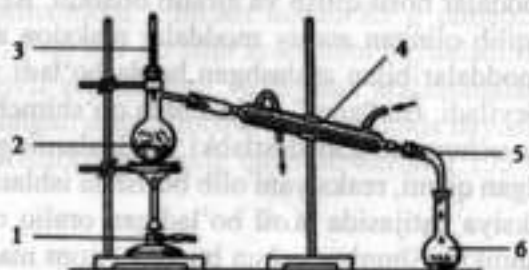
Organik sintezning eng muhim vazifalaridan biri toza holdagi organik moddalar hosil qilish va ajratib olishdir. Reaksiya natijasida sintez qilib olingan asosiy moddalar reaksiya aralashmada qo'shimcha moddalar bilan aralashgan holda bo'ladi va u "xom" mahsulotlar deyiladi. Bu "xom" mahsulotda qo'shimcha moddalar sifatida sintez uchun olingan dastlabki moddalarning reaksiyaga kirishmay qolgan qismi, reaksiyani olib borishda ishlatiladigan erituvchi va reaksiya natijasida hosil bo'ladigan oraliq mahsulotlar bo'lishi mumkin. Shuning uchun bunday "xom mahsulotlar"ni tozalashda tabiiy birikmalarning murakkab aralashmasidan toza moddalar ajratib olish lozim bo'ladi, bunda ularning eruvchanligiga qarab turli erituvchilarda eritish (ekstraksiya), kristallga tushirish, filtrlash, ularning qaynash haroratiga qarab haydash va turli xromatografiya metodlaridan foydalaniladi.

Aralashmalarni haydash usuli bilan ajratish

Organik moddalarni tozalashda yoki aralashmalardan biror komponentni ajratib olishda kimyo laboratoriyalarida va sanoatda haydash usulidan keng foydalaniladi. Haydash ikki turga – oddiy va fraksiyalab haydashga bo'linadi. Organik moddalarni haydash sharoitiga ko'ra atmosfera bosimida, vakuumda va suv bug'i yordamida haydash mumkin.

Atmosfera bosimida haydash. Agar biror suyuqlik o'zining qaynash haroratida parchalanmasa, atmosfera bosimida oddiy haydash usulidan foydalaniladi. Oddiy sharoitda haydash moslamasi 10-rasmda ko'rsatilgan. Haydash kolbasi sifatida oddiy Vyurs kol-

basidan (1) foydalaniladi. Kolbaning og'zi termometr o'rnatilgan probka bilan berkitiladi, bunda termometrning simobli qismi kolbadan chiqarilgan naycha og'zidan 0,5 sm pastroqda o'rnatilishi hamda kolbaga haydash uchun solingan suyuqlikning miqdori kolba hajmining $\frac{2}{3}$ qismigacha bo'lishi lozim. Suyuqlik bir tekis qaynashi uchun haydash kolbasiga bir uchi kavsharlangan shisha kapillyar yoki g'ovak qaynatgich (g'isht va chinni bo'lakchalari) solinadi.



10-rasm. Atmosfera bosimida oddiy haydash asbobi:

1 – Gaz govelkasi; 2 – Vyurs kolbasi; 3 – termometr; 4 – Libix sovutgichi;
5 – alonj; 6 – yig'gich kolba

Termometr bilan jihozlangan haydash kolbasi shtativga o'rnatiladi va probka yordamida Libix sovutgichi (4) bilan tutashtiriladi. Bunda kolbaning naychasi sovutgich ichiga 4 – 5 sm kirib turiishi lozim. Sovutgichda kondensatlangan suyuqlik alonj (5) orqali yig'gich idishga yig'iladi. Suyuqlik normal haydalishi uchun uning tezligi kuzatib turiladi, yani har bir sekunda sovutgichdan yig'gich idishga (4) 1–2 tomchi distillyat tomishi lozim.

Qaynash harorati 130°C dan yuqori bo'lgan suyuqliklarni haydashda ichki diametri 12–16 mm li shisha naychalar (havo sovutgichlari) ishlatiladi. Yuqori haroratda, ya'ni $200\text{--}300^{\circ}\text{C}$ oralig'ida qaynaydigan suyuqliklar yoki yuqori haroratda oson kristallanadigan moddalar sovutgichsiz naychasi yo'g'onroq Vyurs kolbasining o'zida haydalaveradi. Haydash vaqtida Vyurs kolbasining naychasida qotib qolgan kristallarni qizdirish bilan eritib, idishga yig'iladi.

Fraksiyalarga bo'lib haydash. Suyuq aralashmalarni turli haroratda haydash yo'li bilan alohida idishlarga yig'ish usuli fraksiyalarga bo'lib haydash deyiladi. Suyuqanish harorati bir-biriga yaqin suyuqliklar aralashmasini ayrim fraksiyalarga bo'lib haydash usuli bilan tarkibiy qismlarga ajratish mumkin. Buning uchun kimyo laboratoriyalarida deflegmatorlardan, sanoatda rektifikatsion kolonkalardan foydalaniladi.

Suyuqliklar aralashmasini fraksiyalarga bo'lib haydashda termometr bilan jihozlangan deflegmator probka vositasida haydash kolbasiga o'rnatilib, uning yuqori qismidan chiqarilgan naycha sovutgichga ulanadi. So'ngra suyuqlik aralashmasi qaynatiladi, bunda suyuqlik bug'i deflegmator naychasidayoq qisman kondensatlanadi. Bug' deflegmatorning keng qismiga o'tganda anchagina issiqligini yo'qotib, bug'ning bir qismi suyuqlikka aylanadi. Lekin bu suyuqlik tezda kolbaga qaytib tushmaydi, chunki naylar orasida shisha sharcha qo'yilgan bo'lib, shu sharcha bug'ning bosimi ta'sirida ko'tarilgan bug' nayga o'tadi, lekin suyuqlik o'ta olmaydi. Shuning uchun deflegmatorning keng qismida hamma vaqt ozroq miqdor suyuqlik bo'lib, u qaynab turadi. Lekin naydagi suyuqlikning qaynash harorati kolbadagi suyuqlikning qaynash haroratidan past bo'ladi.

Deflegmatorda suyuqlik yuqoriga ko'tarilgan sari, uning keng naychalaridagi suyuqliklarning qaynash harorati pasayib boradi. Demak, deflegmatorning har qaysi keng naychasini alohida suyuqlik haydalayotgan kolba deb qarash mumkin. Shu sababli deflegmatorning keng naylari qancha ko'p bo'lsa, sovutgichga boradigan bug' tarkibida qaynash harorati yuqori bo'lgan suyuqlik shuncha kam va suyuqliklar aralashmasini tarkibiy qismlarga ajratish oson bo'ladi.

Benzol va toluol aralashmasini fraksiyalarga bo'lib haydash usuli bilan ajratish. Buning uchun 8-rasmda ko'rsatilganidek asbob yig'iladi, so'ngra 50 ml benzol ($t_{\text{qay}} = 80,2^{\circ}\text{C}$) va 50 ml toluol ($t_{\text{qay}} = 110,6^{\circ}\text{C}$) olib, kolbaga solinadi. Aralashma bir tekis qaynashi uchun kolbaga bir nechta chinni bo'lakchalaridan tashlanadi va

kolbani qizdirish boshlanadi. Haydash boshlangandan so'ng kolba ichidagi suyuqlik har daqiqada 30–40 tomchidan yig'iladigan qilib, bir me'yorda qizdirilishi lozim. Haydash jarayonida uchta idish olib, ulardan biriga 80–90°C, ikkinchisiga 90–100°C va uchinchisiga 100–110°C da haydaladigan fraksiyalar yig'iladi.

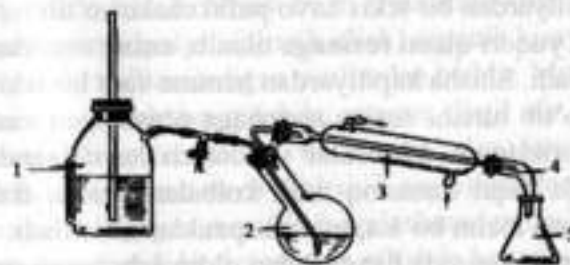
I fraksiya, asosan, benzoldan, II fraksiya benzol va toluol aralashmasidan, III fraksiya esa toluoldan iborat bo'ladi. Ajratib olingan bu ayrim-ayrim fraksiyalar yana qaytadan haydaladi. Quruq toza kolbaga I fraksiya quyiladi va yuqorida ko'rsatilgan haroratlar intervalida, ya'ni 80–90°C da haydab, I idishga yig'iladi, so'ngra kolba biroz sovutilib, deflegmator orqali haydash kolbasiga II fraksiya quyiladi va yana qizdirib haydash boshlanadi. I idishga 90°C gacha bo'lgan distillyat yig'iladi, 90–100°C gacha bo'lgan distillyat esa II idishga yig'iladi. Haydalayotgan aralashmaning harorati 100°C dan oshishi bilan biroz sovutilib, kolbaga III fraksiya quyiladi va haydash yana qaytadan boshlanadi. I idishga 80–90°C gacha haydaladigan fraksiya, II idishga 100°C gacha, III idishga esa 110°C gacha haydaladigan fraksiyalar yig'iladi. Ikkinchi marta haydalagandan so'ng har bir idishdagi fraksiyalarning miqdori aniqlanadi va lozim topilsa, I va III idishdagi fraksiyalar yana qayta haydalib toza benzol va toluol fraksiyalarini ajratib olish mumkin.

Suv bug'i bilan haydash. Suv bug'i bilan haydash organik moddalarni tozalash va murakkab aralashmalarni ayrim komponentlarga ajratishda keng qo'llaniladigan usullardan biridir. Bu usul faqat moddalarni tozalashning laboratoriya usuli bo'lmasdan, balki texnikada ham keng ko'lamda qo'llaniladi. Suvda kam eriydigan yoki aralashmaydigan, suv bilan reaksiyaga kirishmaydigan hamda qaynash haroratigacha qizdirilganda parchalana boshlaydigan moddalar suv bug'i bilan haydaladi.

Suv bug'i bilan haydashda kolbadagi suv qaynatilib, suv bug'i aralashma solingan dumaloq tubli haydash kolbasiga naycha orqali yuboriladi. Haydash vaqtida haydash kolbasi ham qizdirib turiladi, aks holda suv bug'larining kondensatlanishi hisobiga haydash kolbasidagi suyuqlikning hajmi ortib ketishi mumkin. Suv bug'i hay-

dash kolbasidagi aralashma orqali o'tib, kerakli moddalarni bug' holida o'zi bilan birga olib ketadi va bug'lar sovutgichda kondensatlanib, yig'gich idishga yig'iladi. Haydash sovutgichdan faqat toza suv tomchilari ajralib chiqib boshlaguncha davom ettiriladi. O'simliklardan efir moylarini ajratib olishda suv bug'i bilan haydash usulidan foydalaniladi.

Anilinni suv bug'i bilan haydash. Haydash kolbasiga 30 ml texnik anilin va 70 ml suv solinib, suv bug'i bilan haydash asbobi yig'iladi (*II-rasm*). So'ngra suv bug'i hosil qiluvchi kolbadagi suv qaynatiladi va hosil bo'lgan bug' nay orqali haydash kolbasidagi aralashmadan o'tib, bu suv bug'i bilan birga anilin haydaladi. Yig'gich idishda suv bilan anilin emulsiyasi yig'iladi va asta-sekin anilin qatlami ajrala boshlaydi. Sovutgichdan tiniq suv tomchilari ajrala boshlaguncha haydash davom ettiriladi. Anilinni to'liq ajratib olish uchun haydab olingan aralashma osh tuzi bilan to'yintiriladi va bu eritmadan anilin etil efiri orqali 3 marta (50 ml dan) ekstraksiya qilinadi. Efirli ekstrakt o'yuvchi kaliy bilan quritilib filtrlanadi, suv hammomida efir haydab olinadi, so'ngra havo sovutgichi orqali anilin haydaladi. Toza anilinning qaynash harorati 184,5°C.



II-rasm. Suv bug'i bilan haydash asbobi:

1 – suv solingan idish; 2 – aralashma solingan kolba; 3 – sovutgich;
4 – alonj; 5 – yig'gich kolba

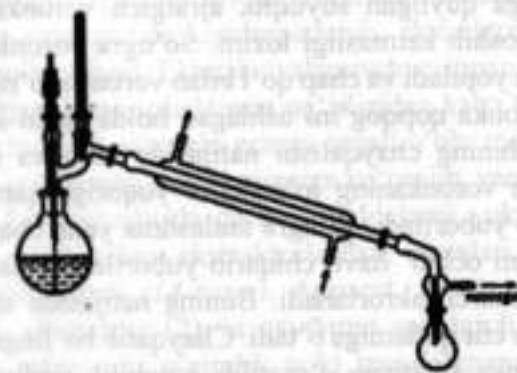
Vakuum ostida haydash. Ko'pchilik organik moddalar qizdirilganda o'z qaynash haroratiga yetmasdanoq parchalanadi. Shuning uchun bunday moddalar vakuum ostida haydab tozalana-

di. Ma'lumki, moddalarning qaynash harorati atmosfera bosimiga bog'liq. Kamaytirilgan bosimda yoki vakuumda moddalar oddiy sharoitga qaraganda ancha past haroratda qaynaydi. Atmosfera bosimi ikki marta kamaytirilganda moddaning qaynash harorati taxminan 15°C ga kamayadi. Masalan, agar modda normal atmosfera bosimida (760 mm simob ustuni) 180°C da qaynasa, 380 mm simob ustunida 165°C da, 190 mm simob ustunida taxminan 150°C da qaynaydi.

Moddani vakuumda haydash uchun ishlatiladigan asbob 12-rasmda ko'rsatilgan. Vakuum ko'pincha suv nasoslari (10–25 mm simob ustunigacha) va maxsus moy nasoslari (1–2 mm simob ustunigacha) yordamida hosil qilinadi. Moy nasoslari bilan ishlaganda uni organik erituvchi bug'laridan, suv va kislotalar ta'siridan saqlash lozim, chunki bu erituvchilar nasos moyini ifloslantirib, uni suyultirib yuboradi. Vakuumda haydash uchun dumaloq tubli maxsus Klyayzen kolbasi yoki turli xil deflegmatorli kolbalar ishlatiladi.

Suyuqliklarning bir tekis qaynashi uchun ingichka shisha naycha-kapillyar kolbaning tubiga tegmaydigan qilib tushiriladi. Bu naycha kapillyardan bir tekis havo pufakchalari o'tib turishi uchun naychaning yuqori qismi rezinaga ulanib, uning orasidan ingichka sim o'tkaziladi. Shisha kapillyardan hamma vaqt bir tekis havo pufakchalari o'tib turishi rezina naychaga o'rnatilgan vintli qisqich yordamida sozlanadi. Moddalar vakuumda haydalganda yig'gich idish sifatida faqat dumaloq tubli kolbalar, agarda fraksiyalarga bo'lib haydash lozim bo'lsa, maxsus pauklar ishlatiladi.

Moddani vakuumda haydashdan oldin asbobning germetikligi tekshirilib, so'ng asbobda kerakli vakuum hosil qilinadi va haydashga kirishiladi. Vakuumda haydash vaqtida ehtiyot choralariga rioya qilish (albatta, himoya ko'zoynagi taqish) lozim. Haydash tugagach, dastlab Klyayzen kolbasi sovishi uchun qizdirish to'xtatiladi va manometrning jo'mragi yopilib, kapillyar naychaga o'rnatilgan vintli qisqich ochiladi. So'ngra manometrning jo'mragi sekin ochiladi va vakuum nasos motori o'chiriladi.



12-rasm. Moddalarni vakuumda haydash asbobi

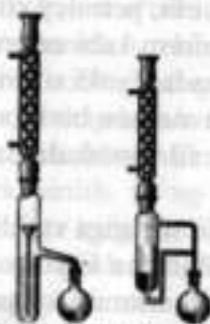
Moddalarni ekstraksiyalash

Organik moddalarni tozalashda va ularni murakkab aralashmalardan ajratib olishda ekstraksiyalash usuli keng qo'llaniladi. Ekstraksiya tozalanishi lozim bo'lgan moddaning o'zaro aralashmaydigan turli erituvchilarda har xil erishiga asoslangan. Suvda erigan organik moddalarni suv bilan aralashmaydigan erituvchilar yordamida ekstraksiyalash (ajratib olish) organik kimyo laboratoriyasida eng ko'p qo'llaniladigan usullardan biridir. Moddalarni suvli eritmasidan ekstraksiya qilishda, asosan, dietil efir, petrolei efir, benzin, benzol, metilen xlorid, dixloretan, xloroform kabi erituvchilar ishlatiladi. Biror suvli reaksion aralashmadan yoki o'simliklardan ajratib olingan murakkab aralashmadan ma'lum bir moddani tozalash maqsadida ekstraksiya qilishda har xil voronkalardan foydalaniladi.

Ekstraksiya boshlashdan oldin voronkaning jo'mragiga vazelin surtilib, jo'mrakning germetikligi tekshiriladi. Shundan keyin voronkaga ajratilishi lozim bo'lgan moddaning suvli eritmasi va suv bilan aralashmaydigan erituvchi, masalan, dietil efir quyiladi. Dietil efir yoki tez o't oluvchi moddalar bilan ishlashda gaz gorelkalari o'chirilgan bo'lishi shart!

Voronkaga quyilgan suyuqlik ajratgich voronka hajmining 2/3 qismidan oshib ketmasligi lozim. So'ngra voronkaning og'zi qopqog'i bilan yopiladi va chap qo'l bilan voronka jo'mragini, o'ng qo'l bilan voronka qopqog'ini ushlagan holda sekin-asta chayqatiladi. Erituvchining chayqalishi natijasida voronka ichida hosil bo'lgan bosim voronkaning jo'mragini yuqoriga qaratgan holda ochib chiqarib yuboriladi, so'ngra aralashma yana chayqatiladi va yana jo'mrakni ochib havo chiqarib yuboriladi. Chayqatish shu yo'sinda 2-3 marta takrorlanadi. Buning natijasida suvda erigan organik modda efir qatlamiga o'tadi. Chayqatib bo'lingandan so'ng ajratgich voronka shtativga o'rnatilib, suyuqlik tindiriladi, bunda suyuqlik ikki qavatga ajraladi. So'ngra voronkaning qopqog'ini olib, pastki suvli qavat voronka jo'mragi orqali efir qavatidan ajratiladi. Efir qavat esa voronkaning yuqori og'zi orqali boshqa idishga quyib olinadi. Moddani to'liq ekstraksiyalash uchun suvli qavat yana bir necha marta efining yangi ulushi bilan ishlanadi. Ko'p hollarda suvli eritmadan moddani to'liq ekstraksiyalash uchun eritma noorganik tuzlar, masalan NaCl, NH_4Cl bilan to'yintiriladi. Buning natijasida organik moddalarning suvda eruvchanligi kamayib, ular organik erituvchilarga yaxshi o'tadi.

Efirli ekstraktlar birlashtiriladi va ma'lum quritgichlar yordamida quritiladi. Quritilgan ekstrakt filtrlanadi va erituvchi suv hammomida haydash olinadi. So'ngra haydash kolbasida qolgan modda ma'lum haroratda haydash yoki kristallga tushirish va boshqa usullar bilan tozalanadi. Ekstraksiya qilinishi lozim bo'lgan modda organik erituvchiga nisbatan suvda yaxshi eriydigan bo'lsa, bunday moddalarni ajratgich voronkada ekstraksiyalash yaxshi natija bermaydi. Bunday hollarda eritma to'xtovsiz ekstraksiya qiluvchi maxsus asboblarda ekstraksiya qilinadi. 13-rasmda eritmani to'xtovsiz ekstraksiyalash asboblari ko'rsatilgan. Dumaloq tubli kolbaga solin-



13-rasm. Eritmani to'xtovsiz ekstraksiya qilish asboblari

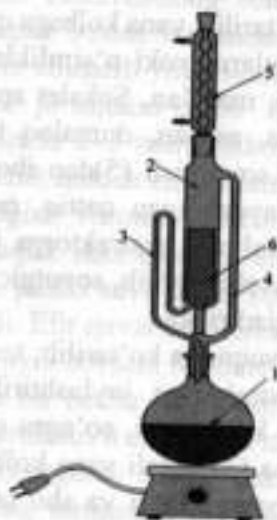
gan erituvchi qaynaguncha suv hammomida isitiladi. Erituvchining bug'i teskari sovutgichda kondensatlanib, ekstraktorga o'rnatilgan voronkaga oqib tushadi. Ekstraksiyalanuvchi eritmaning solishtirma og'irligi erituvchining solishtirma og'irligidan katta bo'lgani uchun voronkadan tushgan erituvchi eritma orqali o'tib, moddani ekstraksiyalaydi va eritmaning yuqori qismiga ko'tarilib, yana kolbaga qaytib tushadi. Laboratoriyada qattiq, moddalarni yoki o'simliklarni ekstraksiya qilish uchun ekstraktorlardan, masalan, Sokslet apparatidan foydalaniladi (14-rasm). Apparat, asosan, dumaloq tubli kolba (1), ekstraktor (2) va qaytarma sovutgich (5)dan iborat. Ekstraksiya qilinuvchi o'simlik yoki maydalangan qattiq, modda filtr qog'ozdan yasalgan gilza (6)ga solinib, ekstraktorga joylashtiriladi. Kolbaga yetarli darajada erituvchi quyilib, sovutgichga ulanadi. So'ngra kolba suv hammomida qizdiriladi.

Erituvchining bug'lari nay (4) orqali yuqoriga ko'tarilib, teskari sovutgichda kondensatlanadi va ekstraktorga joylashtirilgan moddaga tushib ma'lum balandlikgacha ko'tariladi, so'ngra o'zida erigan modda bilan birga sifon naycha (3) orqali yana kolbaga quyiladi. Kolbadagi erituvchi doimo qaynab turadi va shu tariqa ekstraksiya to'xtovsiz davom etadi. Ekstraksiya tugagandan so'ng kolba sovutiladi va qaytarma sovutgichdan ajratilib, erituvchi haydaladi. Kolbada qolgan qoldiq modda ma'lum metodlar bilan analiz qilinadi.

Gidroxinonning suvdagi to'yingan eritmasidan efir bilan ekstraksiyalash. 5 g texnik gidroxinon 50 ml distillangan suvda eritilib, to'yingan eritma hosil qilinadi. Eritma ajratgich voronkaga (0,25 l) quyiladi va uning ustiga 50 ml dietil efir qo'shiladi. Voronkaning qopqog'ini yopib, sekin-asta chayqatiladi va vaqti-vaqti bilan voronka ichida hosil bo'lgan bosim voronkaning jo'mragi orqali chiqarib yuboriladi. So'ngra voronka shtativga o'rnatilib, biroz tindiriladi. Pastki suvli qavat voronka jo'mragi orqali biror idishga olinadi. Efirli qavat esa voronkaning og'zidan boshqa kolbaga quyiladi. Eritma shu tarzda yana 3 marta toza efir bilan ekstraksiya qilinib, efirli eritma suvsiz natriy sulfatda quriti-

ladi va filtrlanib, efir suv hammomida haydaladi. Kolbada gidroksinonning rangsiz kristallari qoladi. Hosil bo'lgan kristallni suvda qayta kristallash mumkin.

Toza gidroksinonning suyuqlanish harorati 170°C .



14-rasm. Sokslet apparati:

- 1 – kolba;
- 2 – ekstraktor;
- 3 – ekstraktor nayi;
- 4 – bug' o'tadigan nay;
- 5 – qaytarma sovutgich;
- 6 – gilza

Moddalarni kristallga tushirish

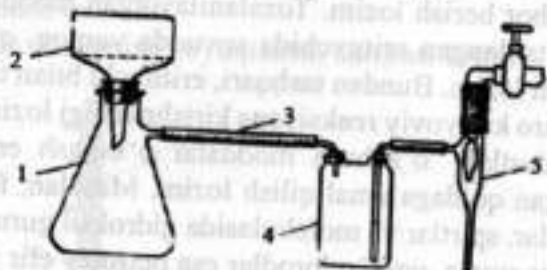
Qattiq moddalarni tozalashning eng muhim usullaridan biri kristallizatsiya, ya'ni kristallga tushirish usulidir. Buning uchun tozalanishi lozim bo'lgan kristall modda biror qaynoq erituvchida to'yingan eritma hosil qilguncha eritiladi. Qaynoq to'yingan eritma burma filtr orqali filtrlanib, so'ngra sovutiladi. Natijada modda tozalanib, kristallga tushadi.

Moddalarni qayta kristallga tushirishda erituvchi tanlash muhim ahamiyatga ega. Moddalarni kristallga tushirishda erituvchi sifatida, asosan, suv, metil spirt, etil spirt, benzin, geksan, petrolei efir, benzol, toluol, atseton, etil efir, etil atsetat, sirka kislota, xloroform va boshqalar yoki shu erituvchilarning ma'lum aralashmalari ishlatiladi.

Qayta kristallga tushirish uchun erituvchi tanlashda tozalanishi lozim bo'lgan moddaning fizikaviy va kimyoviy xossalari-ga ham e'tibor berish lozim. Tozalanilayotgan modda (kristallga tushuvchi) tanlangan erituvchida sovuqda yomon, qizdirilganda yaxshi erishi lozim. Bundan tashqari, erituvchi bilan tozalanuvchi modda o'zaro kimyoviy reaksiyaga kirishmasligi lozim. Erituvchi tanlashda dastlab "o'xshash moddalar o'xshash erituvchilarda eriydi" degan qoidaga amal qilish lozim. Masalan, fenollar, karbon kislotalar, spirtlar va molekulasida gidroksil guruhi bor boshqa moddalar suvda, uglevodorodlar esa petrolei efir yoki benzin-da yaxshi eriydi. Ammo bu qoida oddiy tuzilishga ega bo'lgan moddalar uchun tegishli bo'lib, murakkab tuzilishli moddalarga hamma vaqt to'g'ri kelavermaydi. Shunga ko'ra, biror moddani qayta kristallga tushirish maqsadida ishlatiladigan erituvchi tajriba yo'li bilan topiladi. Buning uchun bir nechta probirka olib, ularning har qaysisiga taxminan 0,1–0,2 g dan modda solinadi, so'ngra har bir probirkaga turli erituvchilardan 1–2 ml dan quyib, modda eriguncha qizdiriladi. Barcha probirkalar bir xil sharoit-da sovutiladi, bunda qaysi probirkada ko'p kristall hosil bo'lsa, o'sha probirkaga solingan erituvchi tanlanadi. Agar moddani kristallga tushirishda individual erituvchilar yaxshi natija bermasa, u holda erituvchilar aralashmasi ishlatiladi.

Qayta kristallga tushirish uchun erituvchi tanlangach, shu moddadan kerakli miqdorini tarozida tortib olib, qaytarma sovutgichga o'rnatilgan dumaloq tubli kolbaga solinadi va tanlangan erituvchidan ozroq miqdor quyiladi. Keyin aralashma suv hammomida qaynatiladi va qaytarma sovutgich orqali erituvchidan shunday miqdorda quyish lozimki, eritma qaynaganda moddaning hammasi erib ketsin. Keyin aralashma yana 10–15 daqiqa davomida qaynatiladi. Qattiq holatdagi rangli ko'pgina moddalarga qo'shimcha moddalar aralashgan bo'ladi, bu qo'shimcha moddalar qayta kristallanib toza kristall modda hosil qilishga xalal beradi. Shuning uchun bunday moddalarni qayta kristallga tushirishda ular rangli eritmani rangsizlantirish uchun eritma-

ga oz miqdorda (tozalanishi lozim bo'lgan modda massasining 1-2 % igacha) aktivlangan ko'mir qo'shiladi.



15-rasm. Kristallga tushgan moddalarni suv nasosi yordamida vakuumda filtrlash asbobi:

1 - Bunzen kolbasi; 2 - Byuxner voronkasi; 3 - vakuum shlang;
4 - Vulfa sklyankasi; 5 - suv nasosi

Ko'mir qo'shishdan oldin eritma biroz sovutiladi, chunki eritmaga aktivlangan ko'mir qo'shilganda undan ko'p havo chiqishi natijasida eritma shiddatli qaynab, toshib ketishi mumkin. So'ngra aralashma 5-10 daqiqa davomida qaytarma sovutgich yordamida qaynatiladi. Qaynatilganda ham erimay qolgan mexanik aralashmalar hamda ko'mir qaynoq holida filtrlanadi va filtrat sovutiladi. Ba'zi moddalarning kristallanishi yoki kristallanish markazining hosil bo'lishi juda qiyin boradi. Bunday hollarda moddalarning

kristallanishini tezlatish maqsadida idish devorini shisha tayoqcha bilan ishqalash yoki eritmaga olinayotgan moddaning kristallidan ozroq qo'shish lozim. Odatda, ko'p moddalarning to'liq kristallanishi bir necha soat davom etadi.

Kristallga tushgan moddalar vakuum ostida Byuxner voronkasida filtrlanib, qo'r eritmada (ko'pincha, kimyo laboratoriyalarida vakuum yoki kamaytirilgan bosim hosil qilish uchun suv nasoslaridan foydalaniladi) ajratiladi. So'ngra ajratilgan kris-



16-rasm. Oz miqdordagi moddani vakuumda filtrlash uchun ishlatiladigan asbob

tallar sovuq erituvchi bilan yuviladi va quritiladi. Hosil qilingan kristallarni yanada tozalash maqsadida qayta kristallga tushiriladi. Qayta kristallantirilgan moddaning tozaligi suyuqlanish harorati, solishtirma og'irligi va boshqa fizikaviy doimiyliklarini o'lchash yo'li bilan aniqlanadi. Oz miqdorda kristall moddalarni ajratishda probirkasimon so'rg'ichlar ishlatiladi (16-rasm).

Laboratoriya ishlari

Benzoy kislotani suvdagi eritmasidan qayta kristallash. Benzoy kislota sovuq suvda yomon, issiq suvda yaxshi eriydi. Shuning uchun benzoy kislotani tozalashda eng yaxshi va qulay erituvchi suvdur.

100 ml sig'imli stakan yoki kolbaga 1 g texnik benzoy kislota, 40 ml suv solinadi va kislota eriguncha suv hammomida qizdiriladi. Hosil bo'lgan rangli eritma biroz sovutilib (40-50°C gacha), 0,05-0,1 g kukun holdagi aktivlangan ko'mir solinadi va aralashma 5-10 daqiqa davomida qaynatiladi. Qaynoq eritma tezda burma filtr orqali filtrlanadi. Filtrat muz solingan suvda sovutilib, idish devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalanganda benzoy kislotaning rangsiz kristallari ajrala boshlaydi. Kristallga tushgan benzoy kislota kristallari Byuxner voronkasi yordamida ajratilib, sovuq suv bilan yuviladi va ajratib olingan kristallar filtr qog'oz orasiga olib siqiladi, so'ngra byuksga solinib, quritish shkafida quritiladi. Kristall qurigach, uning suyuqlanish harorati aniqlanadi. Agar benzoy kislota juda toza bo'lmasa (suyuqlanish harorati adabiyotda ko'rsatilganidan kam bo'lsa) suvda yana bir marta qayta kristallanadi.

Toza benzoy kislotaning suyuqlanish harorati 121-122°C.

Sublimatsiya, qayta kristallash

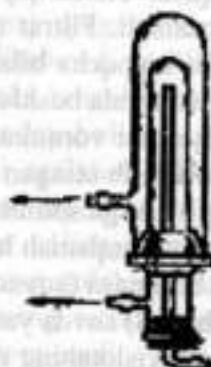
Qattiq moddaning qizdirilganda suyuqlanmasdan gaz holatiga o'tib, yana kondensatlanib kristallanish jarayoni sublimatsiya deyiladi. Organik moddalarni tozalashning bu usuli kristallantirish

yo'li bilan tozalash qiyin bo'lgan moddalarni tozalashda qo'l kela-di. Ko'pgina organik moddalar: xinonlar va ko'p halqali aromatik birikmalar sublimatlanib tozalanadi. Oson sublimatlanuvchi bun-day moddalarni uchishi qiyin, murakkab aralashmalardan tozalash-da uzoq davom etadigan kristallantirish o'miga bir marta sublimat-siya qilgan maqul.

Moddani sublimatsiya usuli bilan tozalash uchun chinni kosa-chaga ozroq biror modda solinib, kosacha teshikli filtr qog'oz bilan bekitiladi va ustiga voronka to'ntariladi (17-rasm). Chinni kosacha gaz alangasida qizdiriladi. Kosachadagi modda bug' holida filtr qog'oz teshikchalari orqali o'tib, voronkaning yuqori sovuq qismi-da kristallana boshlaydi. Agar modda odatdagi bosimda qiyin uchsa, sublimatlanishni tezlashtirish maqsadida vakuumda olib boriladi. Moddani vakuumda sublimatlash uchun ishlatiladigan mikroasbob 18-rasmda tasvirlangan. Sublimatsiya jarayonining kristallantirish usulidan afzalligi shundaki, bu usul bilan oz miqdordagi moddani ham juda toza holda ajratib olish mumkin.



17-rasm. Sublimatsiya qilish asbobi



18-rasm. Vakuumda sublimatsiya qilish

Naftalinni sublimatsiya usuli bilan tozalash. Chinni kosa-chaga 1 g texnik naftalin solinib, uning ustiga teshikli filtr qog'oz joylashtiriladi. Filtr qog'ozni uchi paxta bilan berkitilgan voronka bilan yopib, kosacha qum hammomida sekin qizdiriladi. Qizdirish

natijasida naftalin sublimatlanib, voronkaning yuqori sovuq qis-mida kristallar holida kondensatlanadi. Sublimatlash jarayoni tu-gayandan so'ng kosacha sovutiladi va voronkaning ichki sirtida-gi naftalin kristallari skalpel yordamida kichkina idishga solinadi. So'ngra moddaning suyuqlanish harorati aniqlanadi. Toza naftalin-ning suyuqlanish harorati 80°C.

Organik moddalarning muhim fizikaviy doimiyliklarini aniqlash

Sintez qilingan yoki ajratib olingan har qanday moddalarning birinchi navbatda tozaligi aniqlanadi. Moddalarning tozaligi, aso-san, ularning fizikaviy doimiyliklari bilan belgilanadi. Bu fizikaviy doimiyliklar moddalarni identifikatsiyalashda hamda ularning tu-zilishini o'rganishda muhim ahamiyatga ega. Organik moddalar-ning tozaligini aniqlashda, asosan, ularning suyuqlanish va qay-nash harorati, nisbiy solishtirma og'irligi, sindirish ko'rsatkichi hamda optik faol moddalar uchun solishtirma buruvchanligidan foydalaniladi.

Suyuqlanish haroratini aniqlash

Moddaning kristall holatdan suyuq holatga (fazaga) o'tish vaqtidagi harorati suyuqlanish harorati deb ataladi. Moddalarning ingichka shisha kapillyarda suyuqlanish haroratini aniqlash eng qulay va ko'p qo'llaniladigan usul bo'lib, bunda juda oz miqdorda faqat bir necha milligramm modda sarf bo'ladi.

Bunday kapillyar naychaning diametri 0,8–1,5 mm, uzunligi 40–50 mm, bir uchi kavsharlangan bo'lib, kapillyar naychaning ochiq tomoni orqali oz-ozdan yaxshi quritilgan va mayda kukun qilib maydalangan moddadan olinadi. Moddani kapillyar naycha tubiga zich qilib joylashtirish uchun modda solingan kapillyar-ning kavsharlangan tomoni vertikal holatda ushlangan uzunligi 20–30 sm keladigan shisha nay ichiga tashlab sakratiladi va shu

usulda modda 2–3 mm gacha zichlantirib joylashtiriladi. Modda solingan kapillyar naycha rezina halqa yordamida termometr-ga shunday biriktiriladiki, bunda modda termometrning simobli sharchasi bilan baravar tursin. Bu kapillyar naychali termometr suyuqlanish haroratini aniqlash uchun ishlatiladigan asboblarga, masalan, Tele asbobiga (konsentrlangan sulfat kislotali) tushiriladi. Suyuqlanish haroratini sulfat kislotali asboblarda o'lchashda juda ehtiyotkorlik talab qilinadi va bunda, albatta, himoya ko'zoynagi taqish lozim. Harorat bir me'yorda asta-sekin ko'tarilishi uchun sekin qizdirish lozim (har daqiqada 1–2°C).

Moddaning suyuqlana boshlagan va suyuq fazaga o'tgan haroratlar oralig'i aniqlanadi. Bu aniqlangan harorat oralig'i moddaning suyuqlanish haroratiga teng bo'ladi. Agar modda toza bo'lsa, u juda kichik harorat oralig'ida (0,5–1,5°C) suyuqlanadi. Ba'zi organik moddalar parchalanish bilan suyuqlanadi, bunda modda qorayib ketadi, ba'zida gaz pufakchalari hosil bo'ladi.

Bunday hollarda kimyo qo'llanmalarda moddalarning suyuqlanish harorati beriladi. Masalan, p-aminofenolning parchalanish harorati 186°C. Agar modda tarkibida ozroq aralashma bo'lsa ya'ni modda toza bo'lmasa, uning suyuqlanish harorati pasayib ketadi. Ko'p hollarda har xil moddalar bir xil yoki bir-biriga yaqin haroratlarda suyuqlanishi mumkin. Shuning uchun, faqat moddalarning suyuqlanish haroratiga asoslanib tekshirilayotgan modda bilan ma'lum moddaning bir xil ekanligini isbotlash mumkin emas. Isbotlash uchun ular aralashmasining suyuqlanish harorati aniqlanadi. Agar modda bir xil bo'lmasa, ularning suyuqlanish harorati toza moddaga nisbatan pasayib ketadi, ya'ni depressiya sodir bo'ladi.

Agar moddalar bir xil bo'lsa, aralashmaning suyuqlanish harorati dastlabki ma'lum moddaning suyuqlanish harorati bilan bir xil bo'ladi, ya'ni depressiya bermaydi.

Yuqorida ko'rib o'tilgan konsentrlangan sulfat kislota solingan asboblarda yordamida 250°C gacha bo'lgan moddalarning suyuqlanish haroratini aniqlash mumkin. 250–300°C dan yuqori harorat-

da suyuqlanuvchi moddalarning suyuqlanish harorati mis yoki latundan yasalgan maxsus metall bloklarda aniqlanadi.

Qaynash haroratini aniqlash

Suyuq moddalarning tozaligini aniqlashda ularning qaynash haroratidan foydalaniladi. Suyuq moddaning to'yingan bug' bosimi atmosfera bosimiga tenglashgandagi harorat qaynash harorati deyiladi. Suyuqliklarning qaynash harorati moddaning molekulyar og'irligi, tarkibi, tuzilishi va ayniqsa, bosimiga bog'liq bo'ladi. Bosim kamayishi bilan suyuqlikning qaynash harorati ham pasayadi. Chunonchi, tashqi bosim ikki marta kamaytirilsa, suyuqlikning qaynash harorati taxminan 15°C da pasayadi.

Masalan, normal bosimda (760 mm simob ustunida) 200°C haroratda qaynaydigan suyuqlik 380 mm simob ustunida 185°C da, 190 mm simob ustunida 170°C da qaynaydi. Shuning uchun kimyo adabiyotlarida biror suyuqlikning qaynash harorati berilganda, albatta, shu suyuqlikning qaynash harorati qanday bosimda aniqlashganligi ko'rsatiladi. Masalan, benzil xloridning qaynash harorati $T_{\text{qayn}} = 69^{\circ}\text{C}$ (15 mm simob ustuni), formamidning qaynash harorati $T_{\text{qayn}} = 111^{\circ}\text{C}$ (20 mm simob ustuni)ga teng.

Suyuqliklarning qaynash haroratini aniqlashda oddiy haydash asbobidan foydalaniladi. Vyurs kolbasining 2/3 hajmigacha qaynash harorati aniqlanishi lozim bo'lgan suyuqlik quyiladi. Kolbaga probka yordamida termometr o'rnatiladi. Bunda termometrning simobli uchi kolbadan chiqarilgan naycha og'zidan kamida 0,5 sm pastroqda bo'lishi lozim.

Suyuqlik bir tekis qaynashi uchun kolbaga mayda g'ovak material (chinni yoki sopol bo'lakchalari) solinadi. Suyuq modda istilganda uning bug'lari kolbaning yuqori qismiga ko'tarilgach, termometrning simob ustuni ham yuqoriga ko'tariladi va harorat moddaning qaynash haroratiga yetganda termometrning simob ustuni o'zgarmaydi. Termometrning ana shu ko'rsatgichi ayni suyuqlikning qaynash harorati deyiladi.

Haydalayotgan suyuqliklarning qaynash haroratini aniqlashda oddiy haydash asbobidan foydalaniladi. Oz miqdordagi suyuqliklarning qaynash haroratini aniqlashda Sivolobov usuli qo'llaniladi. Buning uchun diametri 2-6 mm li uchi kavsharlangan shisha naychaga 0,5 ml suyuqlik solinadi, so'ngra uning ichiga suyuqlanish haroratini aniqlash uchun ishlatiladigan yuqori tomoni kavsharlangan ingichka kapilyar tushirilib, naycha rezina halqacha yordamida termometrga o'rnatiladi va suyuqlanish harorati aniqlanadigan asboba tushiriladi. Asbob sekin qizdiriladi, bunda dastlab sekin, so'ng shiddatli ravishda gaz pufakchalari hosil bo'ladi, ana shu vaqtdagi harorat, suyuqlikning qaynash haroratiga teng bo'ladi.

Nisbiy zichlik

Moddaning eng muhim fizikaviy doimiyliklaridan biri uning nisbiy zichligidir. Nisbiy zichlik suyuq moddalar izomerlari aralashmasini identifikatsiya qilish hamda molekulyar refraksiyani hisoblash uchun muhimdir.

Moddaning zichligi uning massasining hajmiga nisbati bilan o'lchanadi:

$$d = \frac{m}{V}$$

Bunda: m – moddaning massasi, g hisobida; V – moddaning hajmi, cm^3 hisobida.

Amalda laboratoriya ishlarida nisbiy zichlikdan foydalaniladi.

Moddaning nisbiy zichligi (d) 4°C dagi suvning og'irligiga nisbatan aniqlanadi.

Moddaning nisbiy zichligi haroratga bog'liq. Shuning uchun moddalarni nisbiy zichligi ko'rsatilganda bu zichlik qanday haroratda aniqlanganligini ham ko'rsatish lozim.

III BOB. XROMATOGRAFIYA. ORGANIK MODDALARNI TOZALASH VA ANALIZ QILISHNING XROMATOGRAFIYA METODLARI

Xromatografiya metodini 1903-yilda mashhur rus olimi M.S. Svet kashf etgan.

Xromatografik analiz – aralashma moddalarni tozalash va ajratishning fizik-kimyoviy usuli bo'lib, u aralashmalarning adsorbent (qo'zg'almas faza) yuzasida yutilishi va erituvchida (qo'zg'aluvchi faza) turlicha surilishiga asoslangan. Xromatografik analiz, asosan, uch turga – ion almashinish, adsorbsion va taqsimlash xromatografiyalariga bo'linadi.



19-rasm. Xromatografik kolonka:

- 1 – adsorbent;
- 2 – paxta;
- 3 – erituvchi

Adsorbsion xromatografiya. Bu usul bilan moddalarni aralashmalardan ajratish va tozalash, ularning adsorbent yuzasida adsorbsiyalanish va erituvchi bilan desorbsiyalanish jarayonlari turlicha bo'lishiga asoslangan.

Adsorbsion xromatografiya maxsus xromatografik kolonkalarida olib boriladi. Xromatografik kolonka sifatida (tozalanishi lozim bo'lgan moddaning miqdoriga qarab) turli o'lchamdagi shisha nay-

lar ishlatiladi. Kolonkaning tubiga ozroq paxta joylashtirilib, vertikal holatda shtativga o'rnatiladi. So'ngra xromatografik kolonkaning 2/3 yoki 3/4 qismi bir xil o'lchamdagi ma'lum adsorbent bilan to'ldiriladi.

Xromatografiyada adsorbent sifatida, asosan, alyuminiy oksid, silikagel, gilmoya kukuni, selluloza, poliamid va boshqalar ishlatiladi. Moddalarni xromatografik kolonkalarda ajratishda ko'pincha maxsus "Xromatografiya uchun" deb belgilangan turli markadagi alyuminiy oksid va silikagellardan foydalaniladi. Bu adsorbentlarni ishlatishdan oldin teshiklari 0,25 mm o'lchamdagi elakdan o'tkazib olinadi. Kolbaga adsorbent va xromatografiya uchun tanlangan erituvchidan solib, yaxshilab chayqatiladi. So'ngra hosil qilingan alyuminiy oksid suspenziyasi kolonkaga oz-ozdan quyiladi va adsorbentni yaxshi joylashtirish uchun kolonka vaqt-vaqti bilan yo'g'on bir bo'lak vakuum rezina bilan urib turiladi.

Kolonka devoriga yopishib qolgan adsorbent esa erituvchi bilan yuvib tushiriladi. Kolonka shu tarzda adsorbent bilan to'ldirilgandan so'ng tozalanishi lozim bo'lgan aralashma eritma holida yoki alyuminiy oksid bilan aralashgan holda kolonkaga asta-sekin solinadi, kolonka erituvchi bilan yuviladi. Kolonkadan erituvchining oqib o'tish tezligi jo'mrak yordamida boshqarib turiladi. Bunda kolonkadan oqayotgan erituvchining tezligi daqiqasiga 30-40 tomchidan oshmasligi lozim. Yuvilish natijasida moddalar adsorbent ustuni - xromatografik kolonkaning yuqori qismidan pastga so'rilib, moddalar aralashmasi bir-biridan ajralib, halqalar hosil qila boshlaydi. Shu tarzda moddalar birin-ketin erituvchi bilan birga yuvilib tushadi. Yuvilib tushayotgan moddalar eritmasi fraksiyalarga bo'lib yig'iladi va har qaysi fraksiya alohida-alolida tekshiriladi. Agar xromatografiya uchun ishlatilayotgan moddalar eritmasi erituvchi kolonkada qolgan moddani yuvib chiqara olmay qolsa u holda elyutrop qatorida bu erituvchidan keyin kelgan erituvchi qo'llaniladi.

Quyidagi jadvalda erituvchilar adsorbentga adsorbsiyalangan (yutilgan) moddalarni yuvib chiqarish xususiyatiga qarab oldinma-ketin bir qatorga joylashtirilgan. Bu erituvchilarning elyutrop

qatori deyiladi. Eng kuchli adsorbsiyalangan moddalar ko'pincha etil yoki metil spirt bilan yuvib olinadi.

Agar xromatografiya qilinayotgan aralashma rangli moddalardan iborat bo'lsa, tanlangan erituvchida yuvilganda kolonkada turli balandlikda har xil rangli halqalar hosil qiladi. Shuning uchun bunday hollarda yana erituvchi bilan yuvish to'xtatilib, kolonkaning rangli halqalar hosil qilgan qismlari kesgich bilan kesib olinadi yoki ehtiyotlik bilan tushirib olinadi.

3-jadval

Erituvchilarning elyutrop qatori		
Petroley efir	Xloroform	Etil spirt
Siklogeksan	Etil efir	Metil spirt
Uglerod sulfid	Etilatsetat	Suv
Uglerod (IV) xlorid	Tetragidrofuran	Sirka kilota
Dixloretilen	Atseton	Piridin
Benzol	Metiletilketon	
	n-Butil spirt	

Ferrotsen bilan atsetilferrotsen aralashmasini ajratish.

Xromatografik kolonkaga yuqorida bayon etilgan usulda 30-40 ml petroley efirda suspenziya holiga keltirilgan 12-15 g alyuminiy oksid joylashtiriladi. So'ngra 0,1-0,2 g ferrotsen va atsetilferrotsen aralashmasi 2-3 g alyuminiy oksid bilan aralashtirilib, kichik hovonchada yaxshilab yanchiladi va kolonkaga solinadi. Kolonkaning ichki devorlariga yopishgan alyuminiy oksid va moddalar aralashmasi petroley efir bilan yuvib tushiriladi. Erituvchi moddalar aralashmasi orqali o'tganda kolonkada ferrosen eritmasining to'q sariq rangli halqasi hosil bo'lib, sekin-asta pastga surilib boradi va quyuq rangli asosiy qatlamdan ajraladi. Kolonkani petroley efir bilan yuvishni davom ettirib, yig'gich kolbaga ferrotsenning to'q sariq rangli eritmasi yig'iladi.

Kolonkadan rangsiz elyuat o'ta boshlagandan so'ng kolonkani petroley efir bilan yuvish to'xtatilib, unga benzol bilan dietil

efirning 1:1 nisbatdagi aralashmasi quyiladi. Bu erituvchilar aralashmasi bilan esa atsetilferrotsen yuviladi va bu elyuatlar alohida idishga yig'iladi.

Ikkala yig'gich kolbadagi elyuatlar kichikroq Vyurs kolbasida alohida-alohida haydaladi va ajratib olingan moddalarning miqdori aniqlanadi. So'ngra ferrotsen spirt, atsetilferrotsen esa toluoligroin (1:1) aralashmasi bilan qayta kristallanadi.

Toza ferrotsenning suyuqlanish harorati 172–173°C, atsetilferrotsenning suyuqlanish harorati esa 85–86°C ga teng.

Azobenzol va o-nitroanilin aralashmasini alyuminiy oksidli kolonkada xromatografik ajratish

8–10 mm diametrli va 25–30 ml sig'imli shisha kolonka (kolonkaning o'rniga shisha jo'mrakli kauchuk nay va vintli qisqich bilan jihozlangan ma'lum hajmdagi byuretk olish mumkin) yaxshilab yuviladi, quritiladi va shtativga mahkamlanadi. Kolonkaning pastki qismiga shisha paxtadan tampon quyiladi, kolonkaning pastiga 25–50 ml sig'imli, konussimon yig'gich-kolbacha qo'yiladi. Kolonka 15 g alyuminiy oksid ("xromatografiya uchun" markali) va 40 ml erituvchi tetraxlormetandan iborat suspenziya bilan to'ldiriladi. To'ldirish paytida adsorbentning yuqori qismi yetarli darajada tekis va zich joylashtirilgan bo'lishi lozim, aks holda, ajraluvchi moddalarning chegarasi ancha xiralashib qoladi. Erituvchining kolonka orqali oqish tezligi 1 daqiqada 15–20 tomchiga to'g'ri kelishi lozim. Agar tezlik kamaysa uni yuqori qismiga siqilgan havo berish bilan ko'paytirish mumkin. Kolonkadagi erituvchining sathi tamponning yuqori qismiga kelganda tajribani to'xtatmasdan turib, tez ajraluvchi 0,1–0,2 g azobenzol va o-nitroanilin (1:1) aralashmasining 15 ml tetraxlormetandagi eritmasi bilan kolonka to'ldiriladi. Bu aralashma oldindan tayyorlanadi.

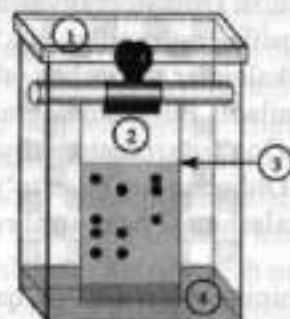
Aralashmani kolonkaga asta-sekin, yig'gich kolbaga daqiqasiga 15–20 tomchi tushadigan qilib qo'shish lozim. Ajraluvchi aralashma adsorbent qavatidan o'tkazilganda kolonkada ikkita bo'yal-

gan qatlam paydo bo'ladi: ustki qavat-to'q sariq (o-nitroanilin) va pastki qavat – och sariq (azobenzol). Aralashmaning sathi tamponning ustki qismiga yetganda uni kolonkadan oqizish batamom to'xtatiladi. Shundan so'ng organik moddalarni adsorbentdan yuvib chiqarish jarayoni bajariladi. Buning uchun oldin kolonkadan tetraxlormetan (umumiy sathi 30–35 ml) 5 ml li qismlarga bo'lib o'tkaziladi. Kolonkadagi bo'yalgan qavatning harakatini yaxshilab kuzatgan holda yig'gichga azobenzolning tetraxlormetandagi och sariq rangli eritmasi yig'iladi. Kolonkadan rangsiz suyuqlik ajrala boshlagandan so'ng, yig'gich almashtiriladi va eritmaning sathi tamponning yuqori qismiga yetguncha suyuqlik quyiladi. So'ngra o-nitroanilinni yuvib chiqarish uchun kolonkaga dietil efir 5 ml li qismlarga bo'lib-bo'lib quyiladi (umumiy hajmi 40 ml). Ikkala elyuatni (azobenzol va o-nitroanilinning dietil efirdagi eritmalarini) aralashtirmay, ikkita kichikroq Vyurs kolbasida yoki xona haroratida vakuumda har birining hajmi 2–3 ml dan qolguncha haydaladi. Undan so'ng tozalab olingan moddalarning massasi va ularning suyuqlanish harorati aniqlanadi. Azobenzolning suyuqlanish harorati 68°C, o-nitroanilin suyuqlanish harorati 71°C.

Qog'oz xromatografiyasi. Taqsimlanish xromatografiyasining bu turi murakkab moddalarni, ayniqsa oqsillar, uglevodlar, yog'lar, antibiotiklar, gormonlar, glyukozidlar, alkaloidlar va boshqa tabiiy moddalarni analiz qilishda keng qo'llaniladi. Bu xromatografiya uchun maxsus filtr qog'ozlar ishlatiladi. Qog'oz xromatografiyasida, qog'oz adsorbent vazifasini bajaradi. Oldindan suv bilan to'yintirilgan erituvchilar yoki erituvchilar aralashmasi ham suriluvchi faza hisoblanadi.

Qog'oz xromatografiyasini erituvchining yo'nalishiga qarab yuqoriga va pastga suriluvchi, ikki tomonlama hamda gorizont-al-aylanma xromatografiya kabi har xil turlari mavjud. Quyida biz amalda keng qo'llaniladigan yuqoriga so'ruluvchi qog'oz xromatografiyasining ish texnikasi bilan tanishib chiqamiz. Maxsus xromatografik qog'oz eni xromatografiya uchun ishlatiladigan silindrning diametridan biroz kichik, uzunligi 40–60 sm oralig'ida qirqib oli-

nadi va qog'ozning pastki qismidan 2–4 sm yuqorida qalam bilan gorizontal chiziq o'tkaziladi. So'ngra qog'ozdagi bu chiziqqa (2–2,5 sm oraliqda) tekshirilayotgan aralashmalarning eritmalari-dan va shu aralashmada bo'lishi taxmin qilingan aniq toza moddalar eritmasidan kichkina shisha kapillyar yordamida bir necha tomchi tomiziladi. Qog'oz quritilib, ichida erituvchilar sistemasi bo'lgan maxsus xromatografiya uchun ishlatiladigan silindrga tushirilib, qog'oz silindr devorlariga tegmaydigan qilib shisha qisqichga osib qo'yiladi. Qog'ozning moddalar aralashmasi tomizilgan dog'lardan pastroq qismi erituvchilar sistemasiga tegib, erituvchi qog'ozga shimiladi va ma'lum balandlikka ko'tarilgach, xromatogramma kameradan olinadi va erituvchi yetib borgan yuqori chegara belgi-lanadi. Shundan keyin, qog'oz quritilib, purkagich (pulverizator) yordamida maxsus tanlab olingan rang beruvchi moddalar bilan ishlanadi. Buning natijasida xromatografik qog'ozda har xil rang-li dog'lar hosil bo'ladi. Bu dog'lar xromatogramma deb ataladi (20-rasm). Xromatogrammada hosil bo'lgan dog'larni tezda qa-lam bilan doira shaklida belgilab olish lozim, chunki bu dog'lar vaqt o'tishi bilan yo'qolishi mumkin.



20-rasm. Qog'oz xromatografiyasi uchun ishlatiladigan asbob:

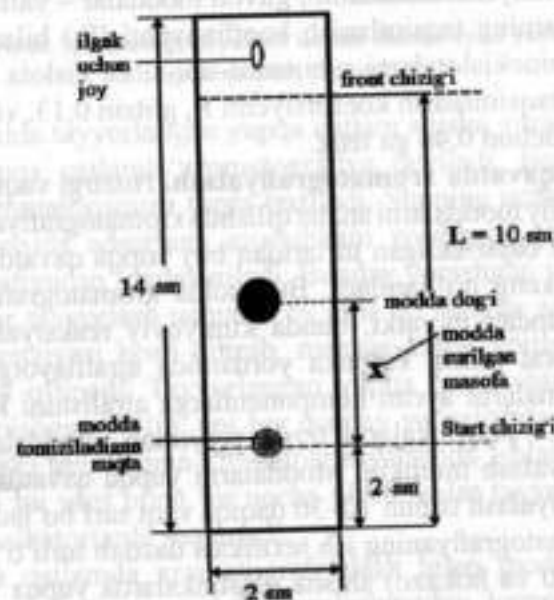
- 1 – qopqog';
- 2 – xromatografiya qog'oz; i;
- 3 – front chizig'i;
- 4 – erituvchi

Tekshirilayotgan toza modda yoki moddalar aralashmasini hosil bo'lgan xromatogrammada identifikatsiyalashda shu moddalar uchun ishlatiladigan erituvchilar sistemasidagi taqsimlanish koef-fitsiyenti (R_f) dan foydalaniladi. R_f quyidagi formula asosida hi-soblanadi:

$$R_f = \frac{a}{b}$$

Bunda: a – modda tomizilgan nuqta (start)dan dog' markaziga-cha bo'lgan masofa, b – start chizig'idan erituvchi chegarasigacha bo'lgan masofa.

Ma'lum bir erituvchilar sistemasida aniqlangan R_f ning qiymati qaysi moddaga to'g'ri kelishi toza moddalar uchun tuzilgan ma'lum jadvalga solishtirib topiladi. Lekin R_f ning qiymati qo'llanilayotgan erituvchilar sistemasiga, haroratga, qog'ozning turiga, tomizilgan moddaning miqdoriga va boshqa omillarga bog'liq (21-rasm).



21-rasm. Qog'oz xromatogramma

Aminokislotalarni qog'oz xromatografiyasi usulida aniq-lash. Tekshirilayotgan aminokislotalar aralashmasining spirtli erit-masidan va "guvoh" moddalar – valin, glitsin, fenilalaninlarning ham spirtli eritmalaridan xromatografik qog'ozning start chizig'iga bir necha tomchidan (yuqorida bayon qilingan usulda) tomizilib,

so'ng quritiladi va n-butanol-suv-sirka kislota (4:5:1) dan iborat erituvchilar sistemasi solingan maxsus silindrga tushiriladi. 15–18 soatdan so'ng xromatografik qog'oz silindrdan olinib, qalam bilan front chizig'i belgilanadi va xromatogamma mo'rili shkafda yoki maxsus quritish kamerasida quritiladi. So'ngra xromatogammaga purkagich bilan ningidrinning spirtli eritmasi sepiladi va bir soat davomida qorong'i joyda yoki 5–10 daqiqa 100°C haroratdagi quritgich shkafda quritiladi. Natijada xromatografik qog'ozda binafsha rangli dog'lar hosil bo'ladi. Tekshirilayotgan aminokislotalar eritmasidan xromatogammada hosil bo'lgan dog'larning taqsimlanish koeffitsiyenti hisoblanib, guvoh moddalar – valin, glitsin va fenilalaninlarning taqsimlanish koeffitsiyenti (R_f) bilan solishtiriladi. Bu aminokislotalarni n-butanol-suv-sirka kislota (4:5:1) sistemasidagi taqsimlanish koeffitsiyenti R_f , glitsin 0,13, valin 0,36 va fenilalanin uchun 0,46 ga teng.

Yupqa qavatda xromatografiyalash. Hozirgi vaqtda sintetik, ayniqsa, tabiiy moddalarni analiz qilishda xromatografiyaning ancha qulay va tez bajariladigan turlaridan biri yupqa qavatda xromatografiyalash keng qo'llaniladi. Bu usulda xromatografiyalashning afzalligi shundan iboratki, bunda kimyoviy reaksiyalarning borishini nazorat qilish, kolonka yordamida ajratilayotgan murakkab aralashmalarni ayrim komponentlarga ajralishini kuzatish va xromatografik plastinkalarni tezda tayyorlab, moddalarni tezroq identifikatsiyalash mumkin. Moddalarni yupqa qavatda bir marta xromatografiyalash uchun 10–30 daqiqa vaqt sarf bo'ladi, xolos.

Bu xromatografiyaning ish texnikasi dastlab turli o'lchamdagi (8x15, 10x20 va hokazo) shisha plastinkalarda yupqa adsorbentning qatlami hosil qilishdan boshlanadi.

Buning uchun shisha plastinkaning ustida adsorbentlardan (alyuminiy oksid, silikagel va hokazo) birini olib, uning ustidan maxsus yupqa qatlam hosil qiluvchi asbob yurgiziladi. So'ngra tekshiriladigan modda eritmasidan yupqa qatlam hosil qilingan plastinkaga bir necha tomchi shisha kapillyar orqali tomiziladi va plastinka maxsus erituvchilar sistemasi solingan eksikatorga

tushiriladi. Erituvchi plastinkadagi adsorbentning barcha yuzasiga shimilgandan so'ng, xromatogamma eksikatoridan olinadi va quritilib yod bug'lari bilan yoki boshqa rang beruvchi modda eritmali bilan ishlanadi.



22-rasm. Xromatografiyalash uchun shisha oyna yuzasiga yupqa qatlam tayyorlash

Bu usulda tayyorlangan yupqa qatlam shisha yuzasida yopishmagan yupqa qatlamli xromatografiya deyiladi. Bunday yupqa qatlamli xromatogamma tezda buziladi. Shuning uchun ko'pincha shisha yuzasida adsorbent mustahkam yopishgan yupqa qavatli xromatografiyadan foydalaniladi. Bunday yopishgan yupqa qavatli plastinkalar tayyorlash uchun 5 % gips qo'shilgan adsorbentning suvli suspenziyasi hosil qilinib, maxsus katok yordamida yupqa qavat hosil qilinadi. Tayyorlangan yupqa qavat shisha yuzasiga yaxshi yopishgan bo'lib, uni har qanday yo'nalishda bir tomonlama yoki ikki tomonlama xromatografiyalashda ishlatish mumkin. Ko'pincha bu usul bilan bir necha plastinkalar tayyorlanib, bular alohida eksikatorlarda saqlanadi.

Yupqa qatlamda xromatografiyalash bilan moddalarni faqat identifikatsiyalash emas, balki aralashmadan kamroq miqdorda toza individual modda ajratib olish ham mumkin.

Yupqa qatlamdagi xromatografiya yordamida izomer nitroanilinlar aralashmasining tarkibini aniqlash

Bu ishni bajarish uchun 30x75 mm o'lchamdagi silufol plastinkalar va p-, m- va o-nitroanilinning benzoldagi 1 % li eritmali,

shuningdek, nitroanilinning benzoldagi 3 ta izomerlar aralashmasi ishlatiladi. Dastlab silufol plastinkasiga pastdan 1 sm oraliqda qalam bilan start chizig'i chiziladi, so'ngra shu chiziqli chetdan 6 mm oraliqda qalam bilan 4 nuqta belgilab olinadi. 1-nuqtaga nitroanilinlar aralashmasidan, 2-nuqtaga o-nitroanilin, 3-nuqtaga m-nitroanilin, 4-nuqtaga esa p-nitroanilinning eritmalaridan ingichka qilib maxsus tayyorlangan kapillyar yordamida 2-3 tomchi tomiziladi (namuna 0,005-0,01 ml atrofida bo'lishi kerak). Plastinka quritilgach, elyuent sifatida benzol yoki benzolning etilatsetat bilan 4:1 nisbatdagi aralashmasidagi solingan xromatografiya kamerasiga tushiriladi. Bunda elyuentning sathi start chizigidan 4-5 mm pastda bo'ladi. Kamera qopqoq bilan berkitiladi. Elyuent plastinka-ning yuqori chetiga 5-6 mm qolganida plastinka olinadi va quritiladi. So'ngra rang beruvchi moddalar bilan ishlanadi.

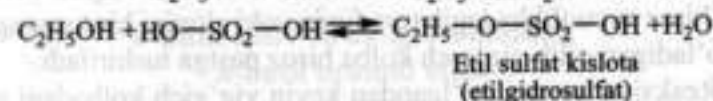
IV BOB. sp^3 -GIBRIDLANGAN UGLEROD ATOMIDA BORADIGAN NUKLEOFIL ALMASHINISH REAKSIYALARI BO'YICHA BAJARILADIGAN SINTEZLAR

Spirtlardan galogen birikmalar sintezi

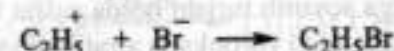
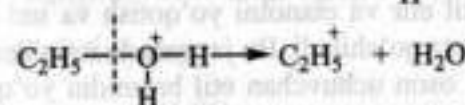
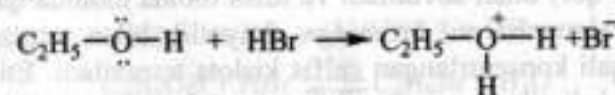
Etil bromid

Formulasi: C_2H_5Br

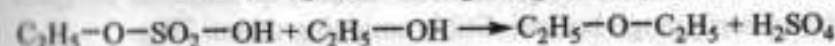
Asosiy reaksiyalari:



Reaksiya mexanizmi:



Qo'shimcha reaksiyalari:



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

Sig'imi 250 ml bo'lgan tubi dumaloq kolbaga 30 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi va unga tezlik bilan aralashtira turib 30 ml etil spirt qo'shiladi. Aralashma xona haroratigacha sovutiladi va ehtiyotkorlik bilan unga (tashqaridan doimo kolbani sovutib turgan holda) 20 ml muzli suv, keyin 25 g maydalangan kaliy bromid qo'shiladi. Reaksiyon aralashmali kolba egik shisha nay yordamida yaxshi ishlaydigan, alonj o'rnatilgan sovutgichga ulanadi. Alonjning uchi yig'gich kolbadagi muzli suvning ichiga 1–1,5 sm tushiriladi. Yig'gich kolba esa muzli hammomda sovutib turiladi. Reaksiyon aralashma qum yoki havo hammomida yig'gich kolba tubiga yog'simon modda yig'ila boshlanguncha kuchli alangada qizdiriladi. Agar kolbadagi reaksiyon aralashma ko'piklashsa, qizdirish qisqa vaqtga sekinlashtiriladi. Haydash jarayonida yig'gich kolbadagi suv alonjga ko'tarilishi mumkin. U vaqtda alonjning uchi biroz suyuqlikka tegib turadigan yoki alonjni bir tomonga burasa bo'ladigan qilib yig'gich kolba biroz pastga tushiriladi.

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

Toza etil bromid (brometan) o'ziga xos hidli rangsiz suyuqlik. Spirt, efir, xloroform bilan aralashadi, qaynash harorati past, shuning uchun u qalin devorli, shliflangan probkali sklyankada yoki kavsharlangan ampulada saqlanadi. Yorug'likda saqlanganda sarg'ayadi, chunki parchalanib, brom ajratib chiqaradi. Molekulyar massasi 108,97 g/mol; qaynash harorati 38,4°C, $d_4^{20} = 1,4555$; $n_D^{20} = 1,4239$.

Galogenni aniqlash uchun sifat reaksiya: Beylshteyn namunasi.

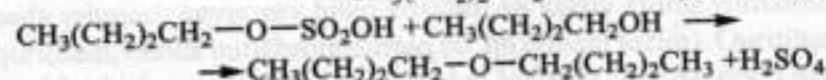
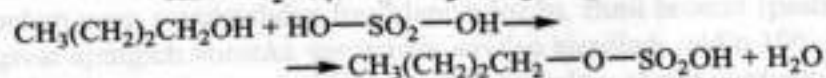
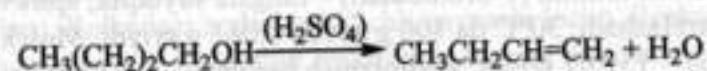
Uchi halqaga o'xshatib egilgan mis sim gaz alangasida cho'g'languncha qizdiriladi. Bunda sim sirtida mis (II) oksid hosil bo'ladi. So'ngra simning shu uchini sovutib turib, etil bromidga botiriladi va yorug'lik bermaydigan alangada yondiriladi. Bunda alanga dastlab yorug'lashadi (uglerod yonadi), keyin u mis xloridning bug'lanishi natijasida zangori yashil rangga bo'yaladi. Bu reaksiya galogenli hosilalar uchun xarakterlidir.

***n*-Butil spirt va kaliy bromiddan *n*-butil bromid olish**

Formulasi: $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{Br}$
Asosiy reaksiyalari:



Qo'shimcha reaksiyalar:



Reaktivlar: 14 ml *n*-butil spirt, 15 g kaliy bromid, sulfat kislota ($d = 1,84$ g/ml), natriy gidrosulfit, natriy hidrokarbonat, kalsiy xlorid.

150 ml hajmli tubi dumaloq kolbaga 15 ml suv, 14 ml *n*-butil spirt, 15 g maydalangan kaliy bromid va bir necha bo'lakcha qaynatgich solinadi. Kolba ikki shoxli forshtoss orqali qaytarma sovutgich va tomizgich voronkaga ulanadi, kolba tashqarisidan muzli suv bilan sovutiladi va oz-ozdan 12 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Har gal kolbani chayqatib turib, aralashma yaxshilab aralashtiriladi. So'ngra kolbani asbest to'r ustida kichikroq alangada qizdirib turib, reaksiya aralashma 2 soat davomida qaynatiladi.

Libix sovutgich pastga qiya qilib ulanadi. Qizdirishni kuchaytirib suv, *n*-butil spirt, dibutil efir, ozroq butilen va brom qo'shimchalari bor butil bromid haydaladi. Hali haydalmagan mahsulot ajratgich voronkaga quyiladi va brom qoldig'idan tozalash uchun tarkibida ozroq natriy gidrosulfit bo'lgan suv bilan yuviladi (butil bromidning qaysi qatlamida ekanligi ko'riladi).

Keyin butil bromid quruq ajratgich voronkaga quyiladi va teng hajmdagi sovuq konsentrlangan sulfat kislota bilan yuviladi (ehtiyot bo'ling!). Kislota ajratib olinadi, butil bromid o'sha voronkada ketma-ket suv, suyultirilgan natriy bikarbonat eritmasi va yana suv bilan yuviladi.

Yuvilgan butil bromid kalsiy xlorid bilan quritiladi va Vyurs kolbasida haydaladi. 98–103°C da qaynaydigan fraksiya yig'ib olinadi. Butil bromidning unumi 15 g.

n-Butil bromid (1-brombutan) – rangsiz suyuqlik, spirt va efir bilan aralashadi, 30°C da 100 g suvda 0,061 g eriydi. Molekulyar massasi – 137,02 g/mol; suyuqlanish harorati – 112,4°C; qaynash harorati – 101,6°C; $d_{4}^{20} = 1,299$; $n_D^{20} = 1,4398$.

n-Butil spirt qizil fosfor va bromdan *n*-butil bromid sintezi

Formulasi: $n-C_4H_9Br$

Asosiy reaksiyalari:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 11,5 ml *n*-butil spirt, 1,9 g qizil fosfor, 5 ml brom, kalsiy xlorid, natriy karbonat.

Ish mo'rili shkafda olib boriladi!

Ikki shoxli forshtoss, tomizgich voronka va sovutgich o'rnatilgan 100 ml hajmli tubi dumaloq kolbaga (yaxshisi ikki bo'g'izli kolba ishlatish lozim) 1,9 g qizil fosfor va 11,5 ml *n*-butil spirt solinadi. Tomizgich voronkaning jo'mragi tekshirilgan va unga fosfat kislota surtilgan bo'lishi lozim. Reaksiya kolba sovuq suv bilan sovutiladi va asta-sekin bir soat davomida tomizgich voronkadan 5 ml brom tomiziladi, tez-tez chayqatib turiladi (shtativning sovutgich o'rnatilgan qisqichi bo'shroq mahkamlanadi). Kolba chayqatilganda tomizgich voronkadagi brom sochilib ketmasligi uchun voronkaning og'zi kapillyar qilib cho'zilgan 5 sm uzunlikdagi nay o'rnatilgan probka bilan berkitiladi. Brom qo'shib bo'lgach, reaksiya aralashma xona haroratigacha qizdiriladi, so'ngra chayqatib turib, brom bug'i yo'qolguncha 3 soat davomida suv hammomida qizdiriladi (ehtiyotlik bilan). Kolbadagi aralashma kuchli qaynashi lozim. Reaksiya tugagandan keyin butil bromid reaksiya kolbaning o'zidan suv bug'i bilan haydaladi. Bug' bilan haydashda butil bromidni yo'qotmaslik uchun uzun sovutgichdan foydalanish lozim. Butil bromid (pastki qavat ajratgich voronka yordamida suvdan ajratiladi, oldin 10% li soda eritmasi, keyin suv bilan yuviladi va kalsiy xlorid yordamida quritiladi, bunda butil bromid tiniq bo'lib qolishi lozim). Quritilgan modda shisha paxta orqali voronkadan Vyurs kolbasiga quyib hay-

daladi, 100–103°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Butil bromidning unumi 13 g ga yaqin.

Etil yodid

Formulasi: C_2H_5I

Asosiy reaksiyalari:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Etil yodidni kaliy yodid va sulfat kislota ta'sirida olib bo'lmaydi. Chunki hosil bo'lgan HI sulfat kislotani SO_2 gacha qaytaradi:



Shu bois etil yodidni idishda yod va fosfor reaksiyasidan hosil bo'ladigan PI_3 qo'llaniladi.

Reaktivlar: 10 ml absolyut etil spirt, 10 g yod, 1 g qizil fosfor, natriy gidrosulfit, kalsiy xlorid, natriy gidroksid.

100 ml hajmli tubi dumaloq kolbaga 1 g qizil fosfor, 17 ml absolyut etil spirt solinadi, tez-tez chayqatib va sovuq suv bilan sovutib turgan holda 10–15 daqiqa davomida maydalangan yoddan (mo'rili shkafda!) 17 g qo'shiladi. Kolbaga suvli qaytarma sovutgich ulanadi va tez-tez chayqatib turib, 1 soat xona harorati-da qoldiriladi. Shundan keyin reaksiya aralashma 2 soat davomida chayqatib turib suv hammomida qizdiriladi.

Aralashma sovutiladi, Libix sovutgich pastga qiya qilib ulanadi va qaynab turgan suv hammomida etil yodid haydaladi (yig'gich kolba tashqarisidan sovuq suv bilan sovutiladi). Haydash oxirida, etil yodid sekin haydala boshlaganda suv hammomi olib qo'yiladi, kolba artib quritiladi va ehtiyotlik bilan asbest to'r ustida yoki uzluksiz tutovchi kuchsiz alangada qizdirib, qolgan etil yodid hay-

daladi. Hosil qilingan distillyat tarkibida etil yodiddan tashqari oz miqdorda etil spirt va uni to'q jigar rangga bo'yab turuvchi yod bo'ladi.

Distillyat ajratgich voronkaga quyiladi va etil spirtni yo'qotish uchun suv bilan ikki marta yuviladi, keyin yodni yo'qotish maqsadida bir necha tomchi natriy gidrosulfit eritmasi qo'shilgan suv va oxirida yodid kislota qoldig'ini neytrallash uchun bir necha tomchi natriy gidroksid qo'shilgan suv bilan yuviladi. Rangsiz moy (pastki qavat) qizdirilgan kalsiy xlorid bilan quritiladi va Vyurs kolbasida haydaladi, bunda kolba gorelkaning tutab yonayotgan kuchsiz alangasida qizdiriladi. Agar kalsiy xlorid etil yodid sirtida suzib yurgan bo'lsa, suyuqlik Vyurs kolbasiga shisha paxta yoki asbest solingan voronka orqali quyiladi. Etil yodidning qaynash harorati 72°C. Uning unumi 10 g ga yaqin.

Etil yodid (yodetan) – xushbo'y hidli, rangsiz og'ir suyuqlik, etanol, efirda, benzolda, xloroformda eriydi, 100 g suvda 0,4 g etil yodid eriydi. Molekulyar massasi – 155,96 g/mol; suyuqlanish harorati – 108,5–109°C, qaynash harorati 72,2°C; $d_4^{20}=0,9331$; $n_D^{20}=1,5168$.

Etil yodid yorug'da saqlanganda qorayadi, shuning uchun jiggarrang, zich berkiladigan sklyankalarda oz miqdordagi simob ustida saqlanadi.

Xlorsiklogeksan

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 16 ml siklogeksanol, 23,5 ml xlorid kislota ($d=1,18$ g/ml), vodorod xlorid, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda olib boriladi.

Vodorod xlorid shilliq pardalarni yallig'lantiradi.

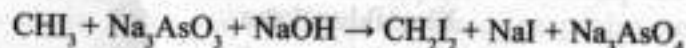
Sig'imi 100 ml bo'lgan tubi dumaloq kolbada 16 ml siklogeksanol 23,5 ml konsentrlangan xlorid kislotada eritiladi. Eritmani muz hammomida sovutib turib, vodorod xlorid bilan to'yintiriladi. To'yintirilgandan keyin kolbani hammomdan olib, qaytarma sovutgichga ulanadi, xona haroratigacha isiguncha biroz kutiladi va keyin asbest to'r ustida 2 soat davomida qaynatiladi. Keyin sovutib, reaksiyon massani ajratgich voronkaga quyib, xlorosiklogeksan ajratiladi (yuqorigi qavat), bir necha marta suv bilan yuvib, kalsiy xloridda quritiladi. Quruq xlorosiklogeksan Vyurs kolbasida, 140–144°Cda haydaladigan fraksiya yig'ib olinadi. Qo'shimcha mahsulot-siklogeksan haydash jarayonida ajraladi. Uning qaynash harorati 80–82°C. Xlorosiklogeksanning unumi 12 g. Xlorosiklogeksan (siklogeksil xlorid) rangsiz suyuqlik, etanol, efir va benzol bilan aralashadi, suvda erimaydi.

Molekulyar massasi 118,6, suyuqlanish harorati – 43,9°C, qaynash harorati – 142,5°C; $d_4^{20}=1,0161$; $n_D^{20}=1,4625$.

Metilen yodid (Diyodmetan)

Formulasi: CH_2I_2

Asosiy reaksiyasi:



Mexanik aralashtirgich (1-izoh) qaytarma sovutgich, ajratgich voronka va termometr simobli qismi reaksiyon aralashmaga tushib turadigan qilib o'rnatilgan rezina tiqin bilan yopilgan 5 litrli tubi dumaloq kolbaga 1 kg (2,5 mol) yodoform (2-izoh) solinadi. So'ngra aralashtirgich voronka orqali 274 gr (1,38 mol) kimyoviy toza mishyak angidridi, 5,32 gr (13,3 mol) natriy gidroksid va 2600 ml suv (3-izoh)dan hosil qilingan 500 ml natriy arsenit eritmasi quyiladi, shundan so'ng aralashtirgich ishga tushurilib, aralashma 60–65°C gacha qizdiriladi, bu harorat reaksiya tugaguncha saqlab turiladi.

Agar aralashma ko'rsatilgan haroratdan yuqoriroqda olib borilsa, unda jarayon shiddat bilan boradi va yodoformning bir qismi metil yodidgacha qaytariladi. Natriy arsenit eritmasining qolgani ajratgich voronka orqali, asta-sekin 30 daqiqa davomida quyiladi, shundan so'ng reaksiyani oxirigacha olib borish uchun aralashma 60–65°C da yana bir soat saqlab turiladi. Reaksiyon aralashma sovutish uchun (taxminan 40°C gacha) biroz qoldiriladi. Shundan keyin, u texnik mishyak angidridi va o'yuvchi natriydan tushgan mexanik aralashmalardan tozalash uchun so'rish usuli bilan filtrlanadi. Filtrat tiniq suvli eritma va idish tubiga yig'ilgan och-sariq tusli og'ir moydan tashkil topgan bo'ladi.

Reaksiyon aralashmani filtrlashdan oldin to'liq sovutish maqsadga muvofiq emas, bunday holatda asta-sekin natriy arsenit cho'kmasi tushadi, u esa metilen yodidning emulsiyalanishiga olib keladi va uning filtrlanishi hamda ajralishini qiyinlashtiradi. Metilen yodid filtratdan ajratib olinadi, oz miqdordagi kalsiy xlorid bilan quritiladi va 130–135°C qizdirilgan moy hammomida vakuum ostida haydaladi. Metilen yodid 106–107°C 170 mm da och somon rang tusli og'ir moy ko'rinishiga o'tadi (5 va 6-izoh). Mahsulot unumi 610–660 gr (nazariyga nisbatan 90–97 %). Qayta haydaganda (kamida) 10–20 gr ni yo'qotadi. Bu mahsulot juda ko'p maqsadlarda ishlatish uchun yaroqli hisoblanadi.

1. Tajribalar 100 gr yodoform qismlari va turli xil miqdordagi (1 dan 2 molgacha) natriy arsenit bilan olib boriladi. Shunisi aniqlandiki, qoidaga binoan, metilen yodid olishda eng yaxshi unum mishyak angidridini 1 mol miqdordan sal ko'proq olgan holatda bo'ladi. O'yuvchi natriyning miqdori barcha tajribalarda nazariy miqdoriga mos keldi.

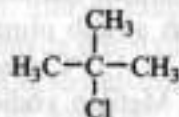
Agar reaksiyani 200 gr dan ko'p bo'lmagan yodoform bilan olib borilsa, unga natriy arsenit eritmasining hammasini birdaniga qo'shish lozim. Ko'p miqdordagi qo'shishni, yuqorida ko'rsatilgandek olib borish lozim.

2. Mexanik aralashtirish eng yaxshi unumdorlikka erishish va reaksiya davomiyligini kamaytirish uchun lozim.

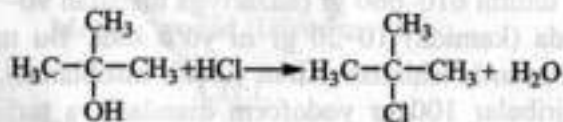
3. Unum eritma konsentratsiyasiga deyarli bog'liq emas, shuning uchun, kichikroq asboblarga ko'proq modda solish uchun yuqori konsentratsiyali eritmalarini olish lozim. Biroq, yuqorida ko'rsatilgandan ko'ra konsentratsiyasi kuchliroq bo'lgan eritmani qo'llash ham maqsadga muvofiq emas. Bu holatda filtrlashdan oldingi sovutishda ko'p miqdordagi natriy arsenit cho'kmaga tushadi, bu esa suvli eritmada metilen yodidni ajratib olishda qiyinchilik tug'diradi. Agar filtrlashdan oldin eritmada natriy arsenit cho'kмага tushsa, unda metilen yodid suv bug'ida haydaladi yoki aralashma suv bilan suyultirilib, cho'kma eriguncha qizdiriladi, shundan keyin aralashmalardan filtrlanadi.

Uchlamchi butil xlorid (2-xlor-2-metilpropan)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:

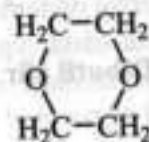


Yarim litrli ajratgich voronkaga 74 g (95 ml, 1 mol) uchlamchi butil spirt va 247 ml (3 mol) kimyoviy toza, solishtirma og'irligi 1,19 ga teng bo'lgan konsentrlangan xlorid kislota solinadi va aralashma chayqatiladi, so'ngra qatlamlarga ajralishi uchun 15–20 daqiqada tinch qoldiriladi. Avval ustki qatlami 5 % li natriy bikarbonat eritmasida, so'ngra suvda namlangan lakmus qog'ozi neytral muhit berguncha yuviladi. 10 g kalsiy xlorid qo'shib chayqatiladi va 125 ml hajmli haydash kolbasiga filtrlab solinadi. Shunday usulda olingan uchlamchi butil xlorid xomashyosini uzun suvli sovutgich ulab, haydaladi va 49,5–52°C da haydaladigan fraksiya yig'ib olinadi. Unumi 72–82 g (nazariy unumga nisbatan 78–88 %).

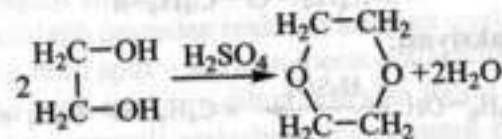
V BOB. SPIRTLARDA BORADIGAN NUKLEOFIL ALMASHINISH REAKSIYALARI ASOSIDA ODDIY VA MURAKKAB EFIRLAR SINTEZI

Dioksan

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 22,5 ml etilenglikol, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), kaliy karbonat, kaliy gidroksid, natriy metalli.

Ish mo'rili shkafda o'tkaziladi!

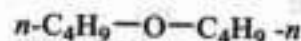
Deflegmator (termometr bilan) va oqimi pastga qiya qilib Libix sovutgichi ulangan, 100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 22,5 ml quruq etilenglikol va 2,2 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Kolba asbest to'r ustida sekin qizdiriladi va dioksan (bug'ining harorati 84–88°C) haydaladi. Haydash oxirida dioksan bug'ining harorati 102°C ga ko'tariladi, bunda kolbadagi aralashma ko'piradi, chunki oltingugurt (IV)-oksid ajralib chiqadi. Bu bosqichda qizdirish to'xtatiladi. Olingan distillyat kaliy karbonat bilan to'yintiriladi, bunda ikki qatlam hosil bo'ladi (dioksan tuzlanadi). Aralashma ajratgich voronkaga quyiladi va dioksan (yuqori qavat) ajratiladi. Dioksan dastlab suvsiz kaliy karbonat, keyin kaliy gidroksid bilan

quritiladi. Dioksanga kaliy gidroksid qo'shilsa, u qorayadi, chunki oz miqdorda dioksan tarkibida bo'ladigan qo'shimcha modda – sirka aldegid ishqorda smolalanadi. Dioksanga kaliy gidroksid bo'lakchalaridan u o'zgarmay qolgunicha qo'shiladi. Quruq dioksan natriy metalustida haydaladi. 100–103°C da qaynaydigan fraksiya yig'ib olinadi. Unum 9,5 g.

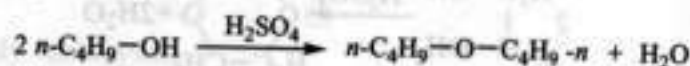
Dioksan (1-dioksan, 1,4-dioksan; dietilendioksid, glikolning etilen efiri) – rangsiz suyuqlik, suv, efir va etanol bilan aralashadi. Molekulyar massasi 88,10 g/mol; suyuqlanish harorati – 11,7°C; qaynash harorati – 100,8–101,5°C; $d_4^{20}=1,03375$; $n_D^{20}=1,4140$.

Dibutil efir

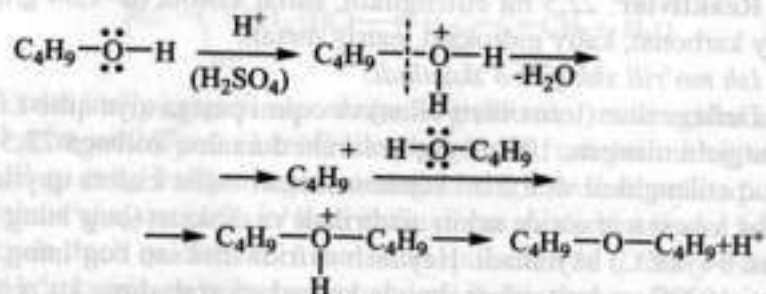
Formulasi:



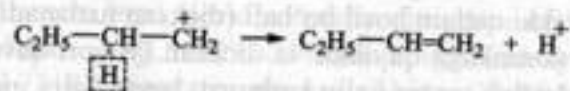
Asosiy reaksiyasi:



Reaksiya mexanizmi:



Oddiy efirlarni olishda qo'shimcha mahsulot sifatida alkenlar hosil bo'ladi:



Qo'shimcha reaksiyalar sifatida polimerlanish, sulfat kislotani NO₂ gacha qaytarilishi ham sodir bo'ladi.

Reaktivlar: 25 ml *n*-butil spirt, sulfat kislotasi ($d=1,84$ g/ml), natriy gidroksid, kalsiy xlorid.

100 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbaga 25 ml *n*-butil spirt quyiladi, yaxshi aralashtirib turib, asta-sekin 2,8 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shiladi va hosil bo'lgan aralashmaga bir tomoni kavsharlangan shisha kapillyar tashlanadi. Kolbaga ikki shoxli forstoss o'rnatib, bitta shoxiga tomizgich voronka, ikkinchisiga esa "lovushka" orqali qaytarma sovutgich ulanadi va 140–145°C da (hammomga termometr o'rnatish lozim) moy hammomida qizdiriladi. Aralashma bir tekis qaynashi lozim, u qizdirilganda butilen, butilenning polimerlanish mahsulotlari, oltingugurt (IV) oksid hosil bo'lib, ko'mirlanish ham sodir bo'ladi. Vaqt-vaqti bilan "lovushka"dagi distillyat ajratgich voronkaga quyiladi. Pastki qavat (suvli) o'lchagich silindrga, ustki qavat esa yana ajratgich voronkaga va tomchilatib qaytadan reaksiya kolbaga quyiladi. Oldin ikki komponent (*n*-butil spirt – suv)dan iborat aralashma, keyin esa uch komponent (*n*-butil spirt-suv-dibutil efir)dan iborat aralashma haydaladi. Ikki komponentli aralashmaning qaynash harorati 93,5°C, uch komponentli aralashmaniki esa 91°C dir. Ajralib chiqayotgan suvning miqdori tenglama bo'yicha hisoblangandagi miqdorga taxminan to'g'ri kelganda (taxminan 3,5–4 soatdan keyin) aralashmani qizdirish to'xtatiladi. Kolbadagi aralashma sovutilib, ajratgich voronkaga quyiladi va natriy gidroksidning 3N eritmasi bilan yuviladi. Suvning muhiti ishqoriy bo'lguncha yuvish davom ettiriladi (lakmus qog'ozi bilan aniqlanadi). Keyin efir qavatini ikki marta suv (15 ml dan) va osh tuzining to'yingan eritmasi (12 ml) bilan yuviladi. Yuvilgan dibutil efir kalsiy xlorid bilan quritiladi, deflegmatori uncha katta bo'lmagan kolbaga buklangan filtr orqali o'tkaziladi va haydaladi, 141–144°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Efir oxirigacha haydalmaydi, chunki oddiy efirlar havo kislorodi bilan reaksiyaga kirishib, portlovchi gidroperoksidlar hosil qilishi mumkin. Dibutil efirning unumi 10 g.

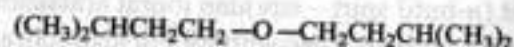
Butil efir (dibutil efir, 1-butoksibutan) – rangsiz suyuqlik, etanol va efir bilan aralashadi, suvda erimaydi. Molekulyar massasi – 130,23 g/mol; suyuqlanish harorati – 98°C; qaynash harorati – 142,4°C; $d_4^{20}=0,7688$; $n_D^{20}=1,3992$.

Sifat reaksiyasi. Oddiy alifatik efirlar sovuq konsentrlangan sulfat va xlorid kislotalarda erishi bilan (R-O-R) fenollarning oddiy efirlaridan (Ar-O-R) farq qiladi. Bu oddiy alifatik efirlarning kislotalar bilan oksoniy tuzlar hosil qilishiga bog'liqdir.

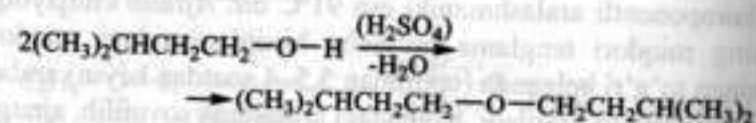
Ikkita probirka olib, biriga 2 ml konsentrlangan sulfat kislota, ikkinchisiga 2 ml konsentrlangan xlorid kislota quyiladi. Probirkalar muzli yoki qorli suvda sovutiladi. Keyin ehtiyotlik bilan chayqatib turib, tomchilatib, har biriga 1 ml dan oldindan sovutib qo'yilgan efir qo'shiladi. Gomogen eritmalar hosil bo'lishi kuzatiladi.

Izoamil efir

Formulasi:

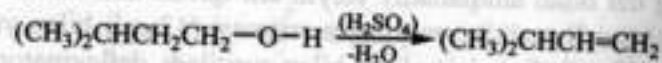


Asosiy reaksiyasi:



Reaksiya mexanizmi dibutil efir olinish reaksiyasiga o'xshaydi.

Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 3 ml izoamil spirt (toza haydalgan 128–132°C da qaynaydigan), sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), kaliy karbonat, kalsiy xlorid.

100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 31 ml izoamil spirt va 1 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Po'kak probkalar yor-

damida kolbaga suv ajratgich "nasadka" va qaytarma sovutgich ulanadi. Aralashma bir necha soat davomida to 2 ml suv ajralib chiqquncha sekin qaynatiladi. Reaksiya oxiriga yetgach kolba taxminan 100°C gacha sovutiladi va suv bug'i bilan haydaladi; distillyatga moysimon tomchilar o'tmay qolguncha haydash davom ettiriladi. Distillyatdan izoamil efir (yuqorigi qavat) ajratgich voronka yordamida ajratib olinadi va qizdirilgan kalsiy xloridning uncha katta bo'lmagan bo'lakchalaridan solib quritiladi. Quruq efir yon naychasi yuqori qilib o'rnatilgan Vyurs kolbasidan havo sovutgichi orqali haydaladi. Kolba sekin qizdiriladi. 21°C da ozroq izopenten va 128°C da reaksiyaga kirishmay qolgan izoamil spirt haydaladi. Harorat 165°C ga yetganda yig'gich kolba almashtiriladi va 165–172°C da qaynaydigan fraksiya yig'ib olinadi. Izoamil efirning unumi 12,5 g.

Izoamil efir (diizoamil efir, 3-metil-1-(γ-metil-butoksibutan)-rangsiz suyuqlik, suvda erimaydi, efir va etanol bilan aralashadi. Molekulyar massasi – 158,28 g/mol; qaynash harorati 172,5–173°C.

V bobga oid masala va mashqlar

- 2-propanol va boshqa reaktivlardan foydalanib,
 - 1,2-dixlorpropan,
 - 2,2-dixlorpropan,
 - 1-xlorpropen,
 - 2-xlorpropenni sintez qiling.
- Izopentanga xlor ta'sir qilinganda hosil bo'ladigan barcha monoxlorli hosilalarning formulasini yozing va nomlang.
- Normal propilxlorid va
 - o'yuvchi kaliyning spirtidagi eritmasi,
 - o'yuvchi natriyning suvdagi eritmasi,
 - natriy,
 - magniy efir,
 - natriy yodid (atsetonda),
 - ammiak,
 - kumush atsetat orasidagi reaksiya tenglamalarini yozing va hosil bo'ladi-gan asosiy organik moddalarni nomlang.
- C_4H_9Br tarkibli barcha izomer brombutanlarni S_N1 reaksiyalarga kiritish qobiliyatining oshib borishi tartibida joylashtiring.
- Izobutil xlorid, bromid va yodidlarni oson gidrolizlanishi tartibida joylashtiring.
 - 1-brompentan,
 - 2-brompentan,
 - 2-brom-2-metilbutan,
 - 1-brom-2-penten,
 - metil bromidni S_N1 reaksiyalariga kirishish qobiliyatining oshib borishi tartibida joylashtiring.
- 2-bromoktan gidrolizlanganda gidroksil ionlarning konsentratsiya-si katta bo'lsa S_N2 reaksiya, kichik bo'lsa S_N1 reaksiya boradi. Qaysi reaksiyada 2-bromoktanning konfiguratsiyasi o'zgaradi va qaysi birida 2-bromoktan ratsematlanadi?
 - 3-xlor-2-metilpentan, b) 1,4-dixlor-4-metilpentan, d) 1,1,2,2-tetraxlor-etandan bir molekula HCl ajralganda qanday moddalar hosil bo'ladi?

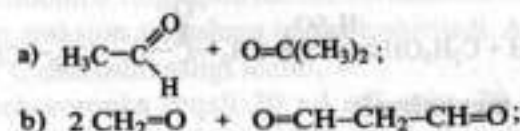
9. Birikmalarni sistematik nomenklaturaga binoan nomlang:

- $H_3C-CH(OH)-CH(OH)-CH_2-CH_3$
- $H_3C-CH_2-CH(OH)-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-CH_3$
- $H_3C-C \equiv C-CH_2-CH(OH)-CH_3$
- $H_3C-CH(OH)-C(CH_3)_2$
- $CH_3-O-CH_2-CH_2-CH_2-O-CH_3$
- $CH_3-CH_2-O-CH=CH_2$

10. $C_8H_{18}O$ tarkibli simmetrik oddiy efirlarning tuzilish formulasini yozing va ularni ratsional nomenklaturaga binoan nomlang.

11. $C_7H_{12}O$ modda mo'l konsentrlangan HI bilan qizdirilganda CH_3I va $(CH_3)_2CHCH_2I$ aralashmasi hosil bo'ladi. $C_7H_{12}O$ moddaning tuzilishini aniqlang.

12. HIO_4 bilan oksidlaganda quyidagi mahsulotlarni hosil qiladigan poliol-larning tuzilish formulalarini aniqlang:



13. $(CH_3)_2COH-CH_2OH$ tuzilishli glikolning kuchli kislota bilan qizdirgan-da boradigan reaksiya tenglamasini yozing.

14. $C_4H_8O_2$ tarkibli birikmaning PMR-spektrida δ 3,7 m.h. (singlet, 4H) va δ 4,7 m.h. (singlet, 2H) sohalarida signallar bor. Birikmaning tuzilishini aniqlang.

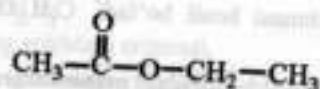
15. Agar oddiy efirlarni spirtlarning degidratlanishi mahsulotlari deb qarasak, etilenglikoldan qanday oddiy efirlar hosil bo'lishi mumkin?

16. a) etan va boshqa reagentlardan 1,4-dioksanni, b) etilen va boshqa reagentlardan - 1,2-dimetoksietanni sintez qiling.

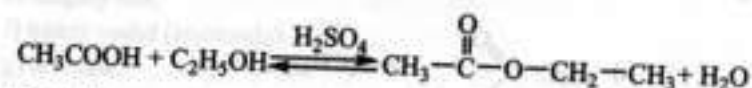
**VI BOB. sp² -GIBRIDLANGAN UGLEROD ATOMIDA
BORADIGAN NUKLEOFIL ALMASHINISH
REAKSIYALARI BO'YICHA BAJARILADIGAN
SINTEZLAR**

Etilatsetat

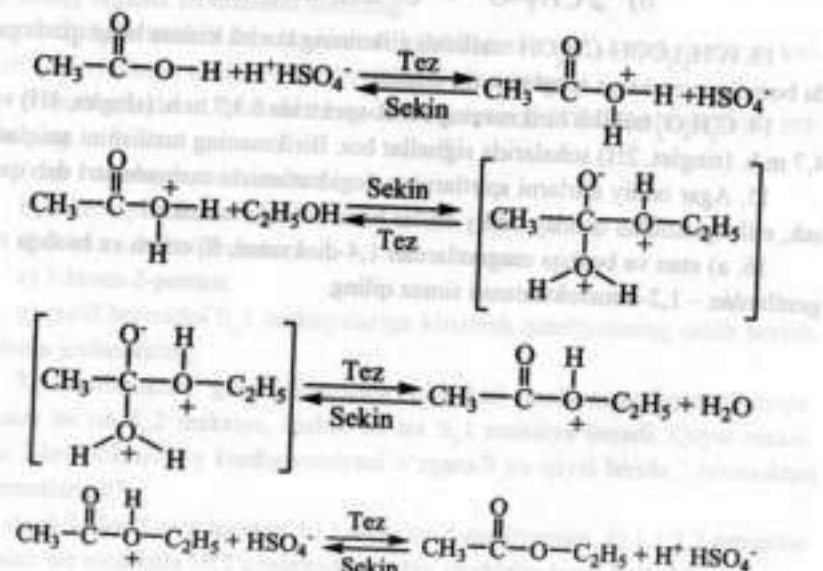
Formulasi:



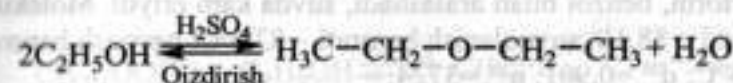
Asosiy reaksiyasi:



Reaksiya mexanizmi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 20 ml muz sirka kislota, 22,5 ml etil spirt, sulfat kislota (d = 1,84 g/ml), natriy karbonat, kalsiy xlorid.

100 ml sig'imli Vyurs kolbasiga 2,5 ml etil spirt quyib, ustiga ehtiyotkorlik bilan aralashtirib turib 2,5 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi. Shundan keyin kolbaga oqimi pastga qiya qilib, suvli sovutgich ulanadi. Tomizgich voronkali probka bilan kolba og'zini berkitib, kolba moy hammomida 140°C gacha qizdirilgach (termometr hammom ichiga tushib turishi lozim), suyuqlikka asta-sekin quyiladi.

Moy hammomi o'rni qum hammomi ishlatish mumkin. U holda termometr reaksiya aralashma ichiga tushiriladi. Aralashmaning harorati 120°C dan oshmasligi lozim.

Tomizgich voronka orqali 20 ml etil spirt, 20 ml muz sirka kislota aralashmasi 2 soat davomida qo'shiladi va 140°C da hosil bo'layotgan etilatsetat haydaladi (yuqori haroratda qo'shimcha modda dietil efirning hosil bo'lishi ko'payadi). Reaksiya tamom bo'lganidan keyin tarkibida sirka kislota qo'shilmasi bor distillyat natriy karbonatning konsentrlangan eritmasi bilan neytrallanadi. Natriy karbonat eritmasini asta-sekin shisha tayoqcha bilan suyuqlikni aralashtirib turib qo'shiladi (CO₂ gazining ajralib chiqishi natijasida aralashma ko'piradi).

Aralashmaning efir qismiga tushirilgan ko'k lakmus qog'oz qizarguncha soda eritmasi qo'shiladi. Sirkaetil efir pastki suv qavatidan ajratgich voronka yordamida ajratiladi va u kalsiy xloridning to'yingan eritmasi (8 ml suvda 8 g kalsiy xlorid eriydi) bilan chayqatib aralashtiriladi. Efir ajratilib kalsiy xlorid bilan quritiladi va suv hammomida haydaladi. 71–75°C da sirkaetil efir, etanol va suvdan iborat azeotrop aralashma hamda 75–78°C da toza sirkaetil efir haydaladi. Uning unumi 20 g.

Sirkaetil efir (etilsetat) xushbo'y rangsiz suyuqlik. Efir, etanol, xloroform, benzol bilan aralashadi, suvda kam eriydi. Molekulyar massasi – 88,10; suyuqlanish harorati – 83,6°C; qaynash harorati – 77,15°C; $d_4^{20}=0,901$; $n_D^{20}=1,3724$.

Etilsetat etanol va suv bilan quyidagi azeotrop aralashmalar hosil qiladi: a) 91,8 % etilsetat va 8,2 % suv, 70,4°C da qaynaydi; b) 83,2 % etilsetat, 9 % etanol va 7,8 % suv, 70,3°C da, qaynaydi; d) 69,2 % etilsetat va 30,8 % etanol 71,8°C da qaynaydi.

Sifat reaksiyasi. Murakkab efirlar gidroksilamin bilan reaksiyaga kirishib, temir (III)-xlorid ta'sirida rangli birikmalar beradigan gidroksam kislotalar hosil qiladi.

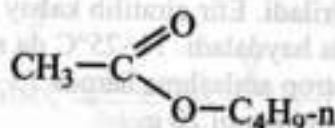
Xlorangidridlar, angidridlar va boshqalar ham gidroksamli namuna yordamida aniqlanadi.

Probirkaga 2–3 tomchi murakkab efir quyib ustiga gidroksilamin xloridning metil spirtidagi to'yingan eritmasidan 2 tomchi qo'shiladi va 1 daqiqacha qo'yib qo'yiladi. So'ngra kaliy gidroksidning spirtidagi to'yingan eritmasidan bir tomchi qo'shib, qaynaguncha ehtiyotlik bilan qizdiriladi. Aralashma sovutilgandan keyin 3–5 tomchi 1 N xlorid kislota eritmasidan qo'shib, muhit kislotali bo'lguncha unga 1 tomchi 3 % li temir (III)-xlorid eritmasidan qo'shiladi. Pushti, qizil yoki binafsha rang hosil bo'ladi.

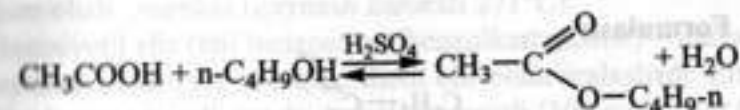
Aralashmadagi etil spirt qo'shilmalarini yo'qotish maqsadida kalsiy xlorid tuzi qo'shiladi. U birlamchi spirtlar bilan kristall birikmalar hosil qiladi. Ayni holda sirkaetil efirda erimaydigan, ammo suvda eriydigan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ birikma hosil bo'ladi.

n – Butilatsetat

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 ml muz sirka kislota, 15,4 ml n-butyl spirt, sulfat kislota ($d=1,84$), natriy karbonat, kalsiy xlorid (yoki suvsiz natriy sulfat).

Tubi dumaloq 50–100 ml sig'imli kolbaga 10 ml muz sirka kislota, 15,4 ml n-butyl spirt va 1 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Kolbaga ikki bo'g'izli forshtoss o'rnatiladi, unga tomizgich voronka va "lovushka" (suv uchun) orqali suvli sovutgich ulanadi. Kolba qum hammomida qizdiriladi.

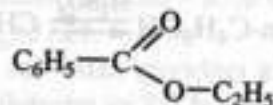
Reksion aralashma qaynashi lozim. Asta-sekin "lovushka"da ikki qatlamdan iborat suyuqlik yig'iladi. Agar "lovushka"ga suyuqlik sekin yig'ilsa, kolbaning bo'yni va forshtossning pastki qismi asbest bilan o'raladi.

Pastki qatlam (suvli) o'lchovli silindrga quyiladi, yuqorigi qatlam (butyl spirt va butilatsetat aralashmasi) pipetka bilan yana reksion kolbaga qaytarib solinadi. Ajralib chiqqan suvning miqdori tenglama bo'yicha hisoblangan suv miqdoriga (taxminan 3,5–4 soatdan keyin) yetganda reaksiya nihoyasiga yetgan bo'ladi. Reksion aralashma sovigandan keyin uni ajratgich voronkaga quyib, suv hamda natriy karbonatning 10 % li eritmasi (lakmus bo'yicha neytral muhitgacha) va yana suv bilan yuviladi. Sirkabutyl efir kalsiy xlorid yoki qizdirilgan natriy sulfat bilan quritiladi va deflegmatorli kolbada haydaladi. 123–128°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Sirkabutyl efirning unumi 13,5 g.

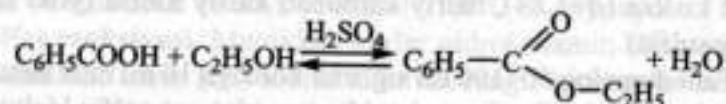
Sirkabutyl efir (butilatsetat) – rangsiz suyuqlik, etanol va efir bilan aralashadi, 25°C da 100 g suvda 0,5 g butilatsetat eriydi. Molekulyar massasi – 116,16 g/mol; suyuqlanish harorati – 76,8°C; qaynash harorati 124–126°C; $d_4^{20}=0,882$.

Etilbenzoat

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 g benzoy kislota, 33 ml absolyut etil spirt, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), natriy karbonat, kalsiy xlorid.

Tubi dumaloq 100 ml sig'imli kolbaga 10 g benzoy kislota, 33 ml absolyut etil spirt va 1 ml konsentrlangan sulfat kislota solinadi. Aralashma yaxshilab aralashtiriladi. Kolbaga xlor kalsiyli naycha kiygizilgan qaytarma sovutgich ulanadi. Kolba qaynab turgan suv hammomida 4 soat davomida doimo aralashtirib turgan holda qizdiriladi.

Keyin sovutgich pastga qiya qilib ulanadi va reaksiyaga kirishmay qolgan etil spirt haydaladi. Qoldiq sovutilib, unga 80 ml sovuq suv quyiladi va qattiq natriy karbonat bilan neytrallanadi. Natriy karbonat kuchsiz ishqoriy muhit (lakmus bo'yicha) hosil bo'lguncha oz-ozdan qo'shiladi. Aralashmaga natriy karbonat qo'shilganda reaksiyaga kirishmay qolgan benzoy kislota tuzga aylanadi, ya'ni benzoy kislotaning natriyli tuzi hosil bo'ladi. Butun aralashma dietil efir bilan ekstraksiya qilinganda efirga o'tmaydi. Ikki fazali aralashma ajratgich voronkaga quyiladi va benzoyetil efir 3–4 marta dietil efir bilan (15 ml dan) ekstraksiya qilinadi. Efir so'rimlarini qo'shib, kalsiy xlorid bilan quritiladi. Keyin eritma Vyurs kolbasiga quyiladi, dietil efir suv hammomida haydaladi. Kolbani quriguncha artib sovutgichni havo sovutgichiga almashtirib, benzoyetil efir haydaladi. 210–214°C da qaynaydigan fraksiya yig'ib olinadi. Benzoyetil efirning unumi 11 g.

Benzoyetil efirni vakuumda haydash tavsiya etiladi.

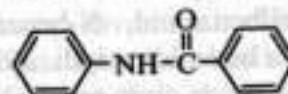
Yuqoridagiga o'xshash usul bilan dolchin kislotaning etil efirini ham olish mumkin (qaynash harorati 271°C).

Benzoyetil efir (etil benzoat, etilbenzolkarboksilat) – meva hidini eslatuvchi rangsiz suyuqlik, dietil efir bilan aralashadi. Etanol va xloroformga eriydi, suvda deyarli erimaydi (100 g suvda 0,08 g eriydi). Molekulyar massasi – 150,18 g/mol; suyuqlanish harorati – 34,6°C; qaynash harorati – 212,6°C; $d_{20}^{20}=1,047$; $n_D^{20}=1,3200$.

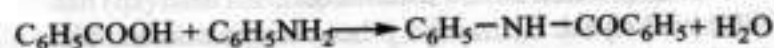
Sifat reaksiyasi. Benzoyetil efirning gidrolizlanishi. Kichkina, tubi dumaloq kolbaga 1 ml benzoyetil efir va 20 ml 10 % li kaliy gidroksid eritmasi hamda qaynatgich solib, aralashmani asta-sekin efirning moysimon qatlami yo'qolguncha (30 mindaqiqa) qizdiriladi. Keyin eritmaga suyultirilgan xlorid kislota qo'shib, kislotali muhitga keltiriladi. Kolba muzli suv bilan sovutilganda benzoy kislota kristallga tushadi.

Benzanilid

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 6,7 g benzoy kislota, 7 ml yangi haydalgan anilin, xlorid kislota ($d=1,18$ g/ml), natriy gidroksid, aktivlangan ko'mir, etil spirt.

Egik shisha nay yordamida sovutgich oqimi pastga qilib ulangan va moyli hammomga tushirilgan 50 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 5 ml anilin va 6,7 g benzoy kislota solinadi. Aralashma anilin va suv haydalmay qolguncha 180–190°C da (termometr hammom ichida turishi lozim) qizdiriladi. So'ngra harorat 225°C ga chiqariladi va fraksiya tamom bo'lguncha shu haroratda saqla-

nadi. Shundan keyin moy hammomni olib, kolba biroz sovutiladi va reaksiya aralashmaga yana 2 ml anilin quyiladi. Aralashmani yuqorida ko'rsatilganidek (185 va 225°C da) yana qizdirib, so'ng issiq aralashma chinni kosachaga quyiladi. Sovish natijasida reaksiya mahsuloti qattiq massaga aylanadi. Bu qattiq massani hovonchada maydalab, 100 ml sig'imli stakanga solinadi va reaksiyaga kirishmay qolgan anilinni yo'qotish maqsadida unga 50 ml 1 N li xlorid kislota eritmasidan qo'shiladi. Dekantasiyadan keyin bu jarayon takrorlanadi. Keyin yuqoridagiga o'xshash mahsulot 3-4 marta suv bilan, 2 marta 1 N li natriy gidroksid eritmasi bilan (benzoy kislota qoldig'ini yo'qotish uchun) va yana bir necha marta suv bilan yuviladi. Yuvilgan benzanilid Byuxner voronkasida filtrlanadi va oldin havoda, keyin esa quritish shkafida 100°C da quritiladi. Uning miqdori 6,5 g.

Etil spirtga aktivlangan ko'mir solib, unga benzanilid qo'shib, qizdirib eritiladi. Biroz qaynatib filtrlanadi. Filtratdan toza benzanilid kristallari olinadi. Uning miqdori 5,5 g.

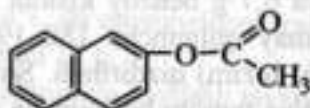
Suyuqlanish harorati aniqlanadi (161-163°C).

Benzanilid (N-fenilbenzamid, N-benzoilanilin) – rangsiz kristall modda, efirda va benzolda eriydi. 30°C da 100 g etanolda 3,16 g benzanilid eriydi, suvda qiyin eriydi. Molekulyar massasi – 197,24 g/mol; suyuqlanish harorati 161-163°C; qaynash harorati – 117-119°C (10 mm simob ustunida).

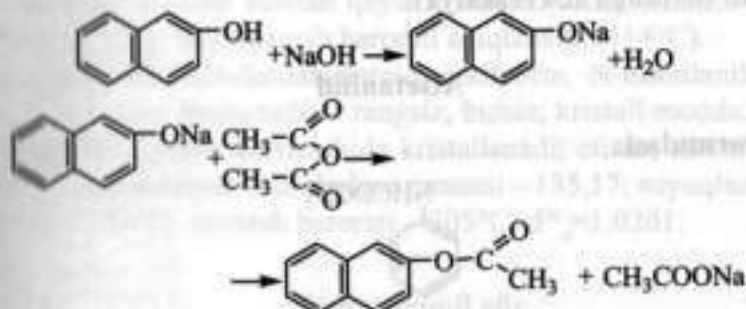
Sifat reaksiyasi. Benzanilid p-benzoxinon eritmasi bilan qizil rangli eritma hosil qiladi. Kaliy xromatning sulfat kislotali eritmasi bilan esa binafsha rangli eritma hosil qiladi.

β-naftilatsetat

Formulasi:



Asosiy reaksiyalari:



Reaktivlar: 5 g qayta kristallangan naftol (suv, suyultirilgan etil spirt yoki tetraxlormetanda suyultirilgan), 5,3 ml sirka anhidrid, 2,5 g natriy gidroksid, etil spirt.

250 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbada 5 g naftol 25 ml 10 % li natriy gidroksidda eritiladi. Eritmaga 63 g maydalangan muz va 5,3 ml sirka anhidrid qo'shiladi (Ehtiyot bo'ling! Sirka anhidrid teriga ta'sir qiladi). Kolba havo sovutgich o'rnatilgan probka bilan berkitiladi va 15-20 daqiqa davomida kuchli chayqatiladi. Natijada β-naftilatsetatning rangsiz kristallari hosil bo'ladi. Cho'kma filtrlanadi va filtrda suv bilan yuviladi, so'ng havoda quritiladi. Hosil bo'lgan mahsulotni tozalash uchun u suyultirilgan etil spirt yoki benzindan (qaynash harorati 60-80°C) qayta kristallanadi.

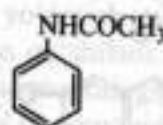
- Naftilatsetatning miqdori 6,5 g.
- Suyuqlanish harorati aniqlanadi (68,5°C).
- Naftilatsetat (atsetat 2-naftol) rangsiz kristall modda. Etanolda ignasimon ko'rinishda kristallanadi. Efirda, xloroformda eriydi, suvda erimaydi. Molekulyar massasi – 186,21; suyuqlanish harorati – 68,5°C.

Sifat reaksiyasi: Naftilatsetatning gidrolizlanishi. 0,2-0,3 g naftilatsetat probirkaga solinadi, ustiga 3 ml suv, ozgina ishqor eritmasi quyiladi va aralashma 1-2 daqiqa qaynatiladi. Keyin eritmani sovutib, kislotali muhit hosil bo'lguncha xlorid kislota eritmasidan solinadi. Uning ustiga ozroq xloroform va bir ne-

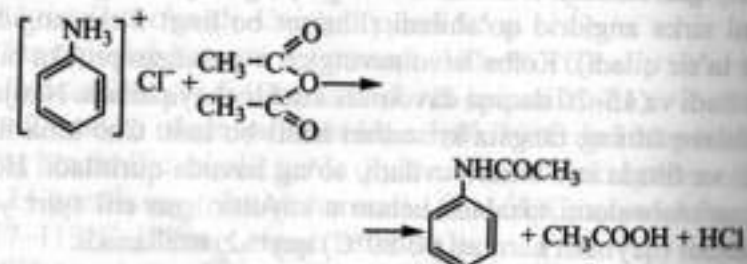
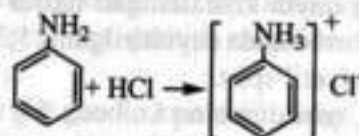
cha tomchi temir (III)-xlorid eritmasi solinadi. Yashil rang hosil bo'ladi (naftolga xos reaksiya).

Atsetanilid

Formulasi:



Asosiy reaksiyalari:



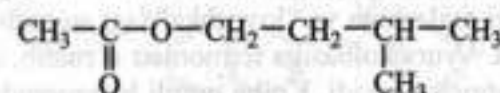
Reaktivlar: 4,5 ml toza haydalgan anilin, 6,0 ml sirka angidrid, 100 ml sig'imli konussimon kolbaga 4,5 ml anilin va 20 ml suv quyiladi. Hosil qilingan emulsiyaga 6 ml sirka angidrid qo'shiladi. Kolbaga probkali havo sovutgich kirgiziladi va suv hammomida isitiladi (suvning harorati 70–80°C), vaqt-vaqti bilan aralashma yaxshilab chayqatib turiladi. Kolbadagi modda eritmaga o'tgach (taxminan 10 daqiqadan keyin), kolba oldin havoda, so'ngra muz va suv aralashmasi solingan hammomda sovutiladi. Hosil bo'lgan cho'kma – atsetanilid Byuxner voronkasida filtrlanadi, filtrda

ozroq muzli suv bilan yuviladi va filtr qog'oz orasiga olib quritiladi. Atsetanilidni suvdan qayta kristallab olish mumkin. Uning miqdori 5,5 g. Suyuqlanish harorati aniqlanadi (114°C).

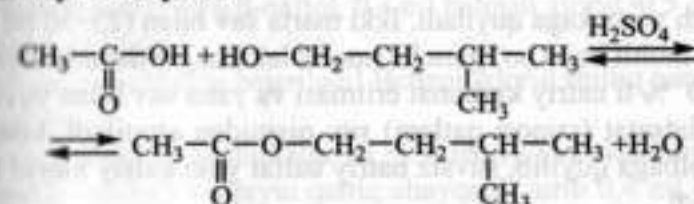
Atsetanilid (N-fenilatsetamid, antifebrin, N-atsetilanilin, sirka kislotaning fenilamidi) – rangsiz, hidsiz, kristall modda. Suvda rombik bargchalar ko'rinishida kristallanadi; efirda, xloroformda, metanollarda eriydi. Molekulyar massasi – 135,17; suyuqlanish harorati – 114°C; qaynash harorati – 305°C; $d_{20}^{20}=1,0261$.

Sirkaizoamil efir

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



1. Izoamil spirtli azeotrop haydash orqali suvni yo'qotish bilan olinish usuli.

Reaktivlar: 85 ml muz sirka kislota, 13 ml izoamil spirt, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), natriy karbonat, kalsiy xlorid (yoki suvsiz natriy sulfat). Olinish usuli sirkabutyl efir sintez qilish usuliga o'xshashdir. Asosiy fraksiya 138–142°C da haydaladi. Sirka izoamil efining unumi 13,5 g.

2. Benzolli azeotrop haydash yordamida suvni yo'qotish bilan olinish usuli.

Reaktivlar: 10 ml sirka kislota (80 % li), 13 ml izoamil spirt, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), benzol, natriy karbonat, kalsiy xlorid (yoki suvsiz natriy sulfat).

Tubi dumaloq 50–100 ml sig'imli kolbaga 13 ml izoamil spirt, 10 ml 80 % li sirka kislota, 12,5 ml benzol va 2–3 tomchi konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Kolbaga suv yig'adigan "lovushka" orqali sovutgich ulanadi. Reaksiya aralashma kuchli qaynashi uchun qum hammomida qizdiriladi. Haydalayotgan bug'lar sovutgichda kondensatlanib, "lovushka"ga yig'ilib qatlamlarga bo'linaadi. Pastki suv qatlami vaqt-vaqti bilan o'lchov silindrga yig'iladi.

Yuqorigi qatlam benzol, izoamiatsetat, sirka kislota va izoamil spirt aralashmasidan iborat bo'lib, yig'ilib, kolbaga qaytib tushaveradi. "Lovushka"dagi suvning miqdori o'zgarmay qolganda yoki tenglama bo'yicha hisob qilingandagi miqdor hosil bo'lganda (3–4 soat), reaksiya nihoyasiga yetgan deb hisoblanadi. Reaksiya tugagach, kolbadagi aralashma va "lovushka"dagi suyuqlik Vyurs kolbasiga quyiladi. Vyurs kolbasiga termometr o'rnatib, oqimi pastga qiya qilib sovutgich ulanadi. Kolba qumli hammomda qizdiriladi, 80–81°C da benzol haydaladi. Kolba sovugandan keyin qoldiq ajratgich voronkaga quyiladi. Ikki marta suv bilan (25–30 ml dan) neytral muhit hosil bo'lguncha (muhit lakmus yordamida tekshiriladi) 10 % li natriy karbonat eritmasi va yana suv bilan yuviladi. Izoamilatsetat (yuqori qatlam) suv qismidan ajratiladi, konussimon kolbaga quyilib, suvsiz natriy sulfat yoki kalsiy xlorid bilan quritiladi.

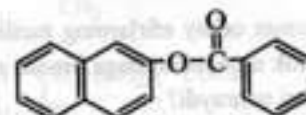
Agar aralashmaning suv qismi efir qismidan yomon ajralsa, unda aralashmaga 2,5 g natriy xlorid qo'shib aralashtiriladi. Tuz qo'shilganda murakkab efirning suvda eruvchanligi kamayadi. Sirka izoamilatsetat Vyurs kolbasidan yoki deflegmatorli tubi dumaloq kolbadan haydaladi, bunda 138–142°C atrofida qaynaydigan fraksiya ajratib olinadi. Uning unumi 13 g.

Shu usul bilan sirka butil efir ham sintez qilish mumkin.

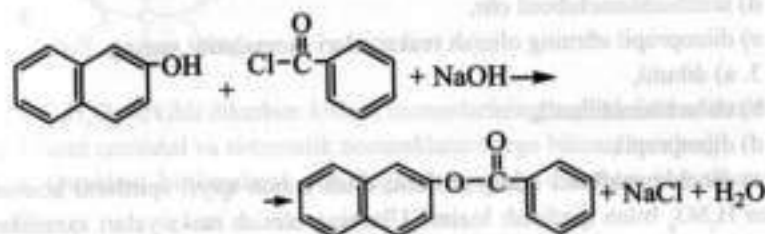
Sirka izoamil efir (izoamilatsetat) – rangsiz, yoqimli hidli (nok essensiyasi) suyuqlik. Efir va etanol bilan aralashadi, 25°C da 100 g suvda 0,16 g izoamil atsetat eriydi. Molekulyar massasi – 130,19; suyuqlanish harorati – 78,5°C; qaynash harorati – 138–140°C; $d_4^{25}=0,8699$; $n_D^{20}=1,4053$.

Benzonaftol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 0,36 g β -naftol, 0,4 ml benzoil xlorid, 0,5 g natriy gidroksid, etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi! Benzoil xlorid shilliq pardalarga ta'sir qiladi.

0,36 g β -naftol probirkada 10 % li natriy gidroksidning 5 ml eritmasida eritiladi va keyin qattiq chayqatib turib 0,4 ml benzoil xlorid qo'shiladi. Aralashmani chayqatib turib, ehtiyotlik bilan gaz alangasida benzoil xlorid eriguncha qizdiriladi (qaynab ketmasin). So'ngra reaksiya aralashma suv bilan sovutiladi. Bunda benzonafol cho'kmaga tushadi. Cho'kma filtrlanadi, oldin 5 % li natriy gidroksid eritmasi, keyin suv bilan yuvib havoda yoki eksikatorida quritiladi. Benzonafolni tozalash uchun u etil spirtida qayta kristallanadi. Uning miqdori 0,6 g.

Suyuqlanish harorati aniqlanadi.

Benzonaftol (2-naftolbenzoat) – kristall modda, issiq etanolda oson eriydi, efirda qiyin eriydi, suvda erimaydi. Molekulyar massasi – 248,28; suyuqlanish harorati – 107–108°C.

VI bobga doir masala va mashqlar

1. C_4H_8O tarkibli izomer oddiy efirlarning tuzilish formulalarini yozing. Ularni ratsional va sistematik nomenklaturaga binoan nomlang. Oddiy efirlarda izomeriyaning qanday turlari uchraydi?

2. Vilyamson sintezidan foydalgnib,

a) dietil efir, b) etilizobutil efir,

d) metiluchlamchibutil efir,

e) diizopropil efirning olinish reaksiyalari sxemalarini yozing.

3. a) dibutil,

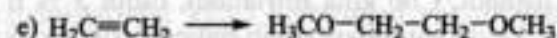
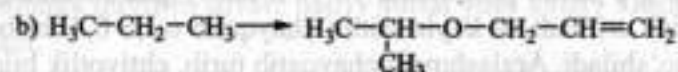
b) etiluchlamchibutil,

d) diizopropil,

e) diuchlamchibutil oddiy efirlarni olish uchun qaysi spirtlarni konsentrlangan H_2SO_4 bilan qizdirish lozim? Ularning olinish reaksiyalari sxemalarini yozing. a-, b- va d-reaksiyalarning mexanizmini keltiring

4. CH_3-CH_2Na birikmalar ta'sir ettirilganda va u havoda uzoq saqlangan-da boradigan reaksiyalar tenglamalarini yozing. Bu reaksiyalar natijasida hosil bo'ladigan mahsulotlarni nomlang.

5.



Reaksiyalarning sodir bo'lish sharoitlarini ko'rsating. Hosil bo'lgan oraliq va asosiy reaksiya mahsulotlarini nomlang.

6. Quyidagi birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:

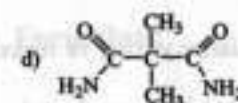
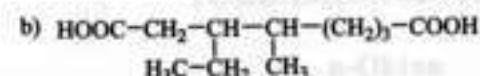
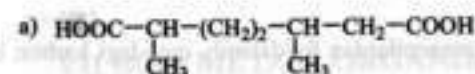
a) α, α' -dibromadipinkislota;

b) α, γ -dixlorpo'kakislota;

d) β, β -dimetilpimelinkislota;

e) 2,2,3-trixlorpentandikislota.

7. Quyidagi birikmalarni nomlang:



8. $C_5H_8O_4$ tarkibli dikarbon kislota izomerlarining tuzilish formulalarini yozing. Ularni ratsional va sistematik nomenklaturalarga binoan nomlang.

9. Quyidagi birikmalarni oksidlaganda qanday dikarbon kislotalar hosil bo'ladi:

a) 3-gidroksibutan kislota,

b) β -gidroksiizovalerian kislota;

d) 3,3-dimetil-1,4-pentadien;

e) 2,3-dimetil-1,4-butandiol.

10. Sintezlar sxemalarini tuzing:

a) 3-metil-1-buten $\rightarrow$ izopropilqahrabo kislota;

b) propen $\rightarrow$ metilqahrabo kislota;

d) n-butan $\rightarrow$ adipin kislolaning dietil efiri;

e) atsetilen $\rightarrow$ qahrabo angidrid.

11. Quyidagi dikarbon kislotalar qizdirilganda qanday birikmalar hosil bo'ladi:

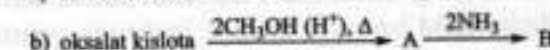
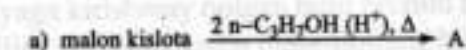
a) dimetilmalon kislota;

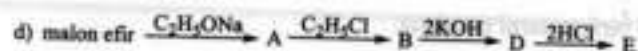
b) metilqahrabo kislota;

d) α -metilglutar kislota;

e) β -etilglutar kislota.

12. Quyidagi moddalar reaksiya tenglamalarini yozing. Oraliq va oxirgi mahsulotlarni nomlang:

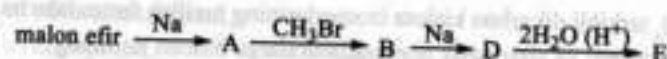




13. Malon efiri va boshqa reagentlardan foydalanib, quyidagi karbon kislotalarni sintez qiling:

- 2-metilpropan kislota,
- etil-metilsirka kislota;
- glutar kislota;
- α, α' -dimetilqahrabo kislota.

14. Quyidagi o'zgarishlarning reaksiya tenglamalarini yozing va reaksiya mahsulotlarini nomlang:

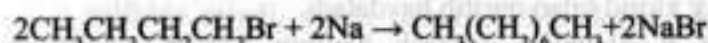


VII BOB. METALLORGANIK BIRIKMALAR YORDAMIDA SINTEZLAR

n-Oktan

Formulasi: $CH_3(CH_2)_6CH_3$

Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Butil bromid 24,6 ml yoki 1 g (0,23 mol), natriy metali 7,7 g (0,33 gramm-atom), spirt, sulfat kislota, natriy bikarbonat, kalsiy xlorid, kumush xlorid.

Tayyorlangan asbob yaxshi quritilgan bo'lishi lozim.

200 ml sig'imli, dumaloq tubli ikki bo'g'izli kolba tomizgich voronka va kalsiy xlorid trubkali qaytarma sovutgich bilan jihozlanib, unga oksid pardasidan tozalangan mayda kesilgan 7,7 g natriy metali tashlanadi va tomizgich voronkadan kalsiy xlorid bilan quritilib haydalgan 24,6 ml butil bromid daqiqasiga 20–30 tomchi quyiladi. Kolba vaqti-vaqti bilan chayqatilib, harorat ko'tarilib ketmasligi uchun sovuq suvda sovutilib turiladi. Reaksiya tamom bo'lishi uchun reaksiyon aralashma 1 soat davomida suv hammomida qizdiriladi.

So'ngra kolba sovutilib qaytarma sovutgich (Libix sovutgichi) bilan almashtirilib, oktan moy hammomida oxirgi tomchisigacha haydab olinadi (haydash jarayonining oxirida moy hammomining harorati 170°C gacha ko'tariladi).

Haydab olingan oktanning tarkibida, odatda, oz miqdorda reaksiyaga kirishmay qolgan butil bromid bo'ladi. Uning bor-yo'qligini bilish uchun reaksiyon mahsulotning bir necha tomchisi kumush nitratning spirtidagi 1–2 ml eritmasi bilan qizdiriladi; agar butil bro-

mid bo'lsa, hosil bo'lgan kumush bromid hisobiga suyuqlik loyqalanadi.

Butil bromid borligi aniqlansa, olingan suyuqlik suv hammoda, qaytarma sovutgichli kolbada, bir necha bo'lak natriy metali bilan uning yangi kesilgan yuzasi ko'k rangga o'tmay qolguncha qizdiriladi. Oktan natriy qoldiqlaridan ajratilib, alkogolyat hosil bo'lguncha natriyga oz miqdordagi 95 % li spirt quyiladi. So'ngra unga 15 ml suv quyilib, ajratib olingan oktan eritmaga qo'shiladi va ajratgich voronka yordamida oktan qatlami ajratib olinadi.

Oktan ikki marta 15 ml konsentrlangan sulfat kislota, suv, natriy bikarbonat eritmasi va yana suv bilan yuviladi. So'ngra oktan kalsiy xlorid bilan quritib haydaladi.

Toza n-oktanning qaynash harorati $125,6^{\circ}\text{C}$; $d_4^{20}=0,7025$; $n_D^{20}=1,3974$.

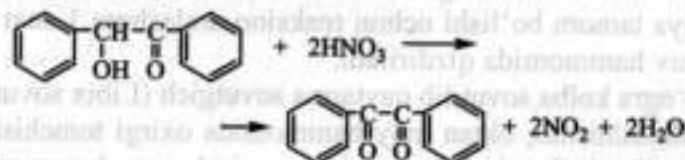
Reaksiyadan qolgan natriy qoldiqlarini portlash ro'y bermasligi uchun rakovinaga yoki kislotali idishlarga tashlash lozim emas. Ularni 95 % li spirtida to'la eritib yuborish lozim.

Dibenzoil (benzil)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 4,5 g benzoin, nitrat kislota ($d=1,40$), sirka kislota, etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Qaytarma sovutgich ulangan 100 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbada 20 ml sirka kislota 10 ml konsentrlangan nitrat kislota bi-

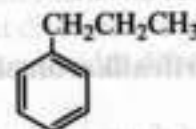
lan aralashtiriladi. Aralashmaga 4,5 g benzoin qo'shib, suv hammoda 2 soat qaynatiladi. Benzoinning oksidlanish jarayonida azot oksidlari ajralib chiqadi. Oksidlanish reaksiyasi tamom bo'lgandan so'ng reaksiya aralashma xona haroratigacha sovutiladi, uni chayqatib turib, ichida 75 ml suvi bor stakanga quyiladi va oxiri muzli hammomga joylashtiriladi. Hosil bo'lgan och sariq rangli dibenzoil kristallari filtrlanadi va spirtidan qayta kristallanadi. Dibenzoylning miqdori 4,2 g.

Dibenzoil (benzil) – och sariq rangli kristall modda, etil spirtidan rombik igna shaklida kristallanadi, qaynash harorati 348°C – 188°C (12 mm simob ustuni), suyuqlanish harorati 95°C ; spirtida, uglerod sulfidda eriydi, suvda erimaydi. Molekulyar massasi – 210,24.

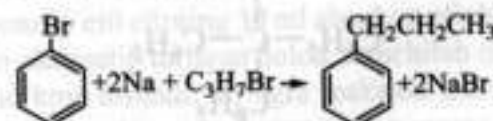
Sifat reaksiyasi. Benzilning bir necha donachasi probirkada 3 tomchi konsentrlangan sulfat kislota bilan eritiladi yoki suspenziya hosil qilinadi va ikki tomchi tiofenning benzoldagi 0,3% li eritmasi qo'shiladi. Kondensatlanish reaksiyasi natijasida darhol yoki taxminan 15 daqiqadan keyin binafsha rang hosil bo'ladi (indofenin uchun namuna).

Propil benzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Brombenzol 32 g yoki 21 ml (0,2 mol), natriy metalli 10 g (0,43 gramm-atom), n-propil bromid 26 g yoki 20 ml (0,21 mol), absolyut dietil efir 20 ml, metil spirt 20 ml, efir 20 ml, kalsiy xlorid 10 g.

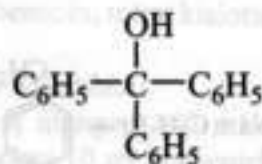
1 litrli, uch bo'g'izli, dumaloq tubli kolba kalsiy xlorid trubkali sovutgich, tomizgich voronka va termometr (termometr reaksiyon aralashmaga tushib turishi lozim) bilan jihozlanib, kolbani shunday o'rnatish lozimki, uni tashqaridan sovutish mumkin bo'lsin. Kolbada 1–2 mm qalinlikda qirqilgan 10 g natriy metalli olinib, uning yuzasi ko'milguncha kolbaga absolyut efir (taxminan 20 ml) quyiladi. So'ngra 1–2 soat davomida tomizgich voronka orqali kolbaga 20 ml propilbromid va 21 ml brombenzolning aralashmasi oz-ozdan quyiladi; harorat 20°C atrofida bo'lishi lozim. Bunda aralashma havo rang tusiga o'tadi.

Kolba ikki kun vaqti-vaqti bilan chayqatib turilgan holda, uy haroratida qoldiriladi, so'ngra dekantatsiya qilinadi. Aralashmaga 20 ml metil spirt oz-ozdan quyilib, kolba qaytarma sovutgichga ulanadi va 4 soat suv hammomida qizdiriladi. Shundan so'ng tuzni eritib yuborish uchun aralashmaga 50 ml suv quyib, uglevodorodli qism ajratiladi va u dekantatsiya qilingan eritma va efirli qism birlashtirilib, 3 g kalsiy xlorid bilan quritiladi. Efir suv hammomida haydalgandan so'ng n-propilbenzol 155°C da deflegmator orqali havo sovutgichi bilan haydab olinadi.

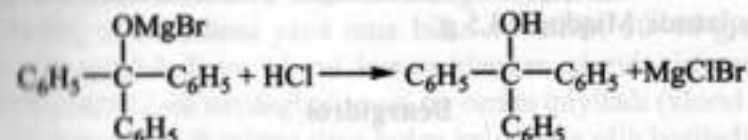
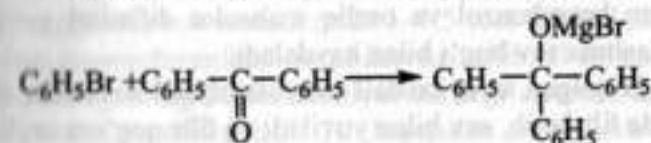
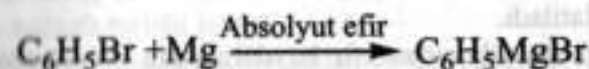
Propil-benzol miqdori 16 g.

Trifenilkarbinol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: Brombenzol 23,5 g yoki 16 ml (0,15 mol), magniy metalli qirindisi 3,6 g (0,15 gramm-atom), benzoy etil efir 9,5 g yoki 9 ml (0,063 mol), absolyut dietil efir 130 ml, sulfat kislota (d=1,84 g/ml) 6 ml spirt.

250–300 ml sig'imli, ikki bo'g'izli va dumaloq tubli kolba tomizgich voronka va kalsiy xloridli trubkasi bo'lgan qaytarma sovutgich bilan jihozlanib, unda ko'rsatilgan miqdordagi magniy qirindisi, 40 ml absolyut dietil efir va yod kristali olinadi. So'ngra trifenilkarbinolning sintezi xuddi difenilkarbinoldagidek olib boriladi.

Brombenzolning hammasi quyib bo'lingandan so'ng reaksiyon aralashma magniy erib bo'lguncha suv hammomida 1–1,5 soat qaynatiladi va muz bilan sovutiladi. Shundan so'ng, unga 9 ml yangi haydalgan benzoy etil efirning 30 ml absolyut efirdagi eritmasi vaqti-vaqti bilan chayqatib turilgan holda, tomchilab qo'shiladi, bunda oq rangli cho'kma tushadi. So'ngra reaksiyon aralashma suv hammomida qaynatilganda quyuq bo'tqasimon massa hosil bo'ladi.

Kolba yana muz bilan sovutilib, 100 g muz parchalari oz-ozdan tashlanib, 6 ml sulfat kislotaning ($d = 1,84 \text{ g/ml}$) 20 ml suvdagi eritmasi tomchilatiladi.

Reaksiyon aralashmadan efir haydalgandan so'ng, reaksiyaga kirishmagan brombenzol va oraliq mahsulot difenilni yo'qotish uchun aralashma suv bug'i bilan haydaladi.

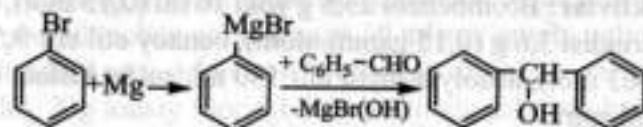
Kolbada qolgan sariq kristall trifenilkarbinol sovutilib, Shotta voronkasida filtrlanib, suv bilan yuviladi va filtr qog'ozi oralig'ida quritiladi. Sirtida qaytadan kristallangan trifenilkarbinol 162°C da suyuqlanadi. Miqdori 13,5 g.

Benzgidrol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Benzgidrolni sintez qilishda oldin metallorganik birikma magniybromfenil olib, uning sovutib turilgan eritmasiga benzaldegidning absolyut efirdagi eritmasi ta'sir ettiriladi.

500 ml sig'imli, uch bo'g'izli, tubi dumaloq kolba aralashtirgich, tomizgich voronka, kalsiy xlorid trubkali qaytarma sovutgich bilan jihozlanib, unga 3,6 g magniy qirindisi, 30 ml absolyut efir solib, yirik yod kristali tashlanadi. So'ngra tomizgich voronka orqali 16 ml brombenzolning 60 ml absolyut efirdagi eritmasidan 4-6 ml quyiladi.

Agar reaksiya bir necha daqiqa o'tganda boshlanmasa (efir loyqalanib qaynay boshlamasa), kolba issiq suv hammomiga tushiriladi va reaksiya boshlanguncha biroz qizdiriladi.

Reaksiya boshlangandan so'ng suv hammomi olib tashlanib, brombenzolning efirli eritmasi shunday tomchilatiladiki, bunda efir bir xilda qaynab turishi lozim.

Brombenzol quyib bo'lingandan so'ng, reaksiyon kolba undagi magniy eriguncha suv hammomida 1-1,5 soat qizdiriladi. So'ngra kolbadagi magniybromfenil muz bilan sovutilib, 11 ml toza haydalgan benzaldegidning 30 ml absolyut efirdagi eritmasi aralashtirib turilgan holda tomchilatiladi. 30 daqiqadan so'ng kolba muzdan olinib, reaksiyon aralashma xona haroratiga keltiriladi.

Reaksiyon aralashma yana muz bilan sovutilib, 30-40 g muz oz-ozdan qo'shiladi va 12 ml konsentrlangan xlorid kislotaning ($d = 1,19 \text{ g/ml}$) 12 ml suvdagi eritmasi oz-ozdan quyiladi (xlorid kislota bilan parchalash eritma tiniq holga kelguncha olib boriladi).

Efirli eritma ajratilib, suvli qism ikki marta (15-20 ml dan) efir bilan ekstraksiya qilinadi.

Reaksiyaga kirishmay qolgan benzaldegidni yo'qotish uchun efirli eritmalar 40 % li natriy bisulfitning 10 ml eritmasi bilan ajratgich voronkada chayqatiladi. So'ngra ishqoriy muhitga kelguncha soda eritmasi va keyin suv bilan yuviladi, so'ngra kalsiy xloridda quritiladi.

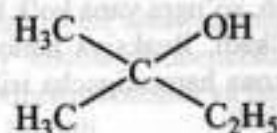
Efir haydab bo'lingandan so'ng, moysimon qoldiq sovutilganda kristallana boshlaydi.

Shunday qilib, olingan benzgidrol petrolei efir yoki ligroinda qaytadan kristallanadi, suyuqlanish harorati $68-69^\circ\text{C}$.

Miqdori 15 g.

Dimetiletilkarbinol

Formulasi:



Agar bir necha daqiqa davomida reaksiya boshlanmasa (efir loyqalanib qaynamasa), kolba issiq suv hammomiga tushirilib, reaksiya boshlanguncha isitiladi.

Reaksiya boshlangandan so'ng, suv hammomi olib tashlanadi va brombenzolning efirli eritmasi kolbaga shunday tomchilatiladi-ki, bunda efir bir tekisda qaynab turishi lozim.

Qaytarma sovutgichdan kondensatlanib tushayotgan efir oqimi sekin va bir me'yorda bo'lishi lozim (daqiqasiga 30–40 tomchi).

Brombenzolning hammasini quyib bo'lingandan so'ng, reaksiya kolba suv hammomida magniy erib ketgunicha 1–1,5 soat qizdiriladi.

So'ngra kolba tuzli muzda yaxshi sovutilib, unga 20 ml absolyut efir quyiladi va tomizgich voronka kolba tagiga tushirilgan gaz yuboruvchi naycha bilan almashtirilib, fenilmagniy bromidning efirli eritmasiga 3–4 soat davomida ballondan, quritish uchun ikkita sulfat kislotali Tishchenko sklyankasidan o'tkazilib, karbonat angidrid gazi yuboriladi; agar karbonat angidrid gazi o'rinda muz holdagi qattiq karbonat angidrid ishlatilsa, olinayotgan benzoy kislotaning miqdori ortadi.

Gaz yuborilayotgan naycha tomizgich voronka bilan almashtiriladi va sovutib turilgan holda 18 ml konsentrlangan xlorid kislotaning 18 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Parchalanishni eritma ikki tiniq qatlam – efir va suvga ajralguncha davom ettiriladi.

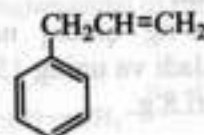
Efirli eritmani ajratib olib, suvli qism ikki marta (20 ml dan) efir bilan ekstraktsiya qilinadi.

Birlashtirilgan efirli eritmalar ajratgich voronkada o'yuvchi natriyning suyultirilgan eritmasida chayqatiladi, ishqorli qismi xlorid kislotasi bilan kislotali muhitga keltiriladi. Bunda cho'kmaga tushgan benzoy kislotani Byuxner voronkasida filtrlab olib sovuq suv bilan yuviladi va quritiladi. Qaytadan qaynoq suvda kristallantirib olingan benzoy kislotaning suyuqlanish harorati – 121°C. Agar u sublimatsiya qilinsa, uning suyuqlanish harorati – 122,3°C ga ko'tariladi.

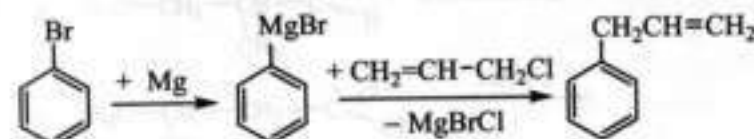
Miqdori 6 g.

Allilbenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Allilbenzol diyen uglevodorodlar – diallil, 2,4-dimetilpentadien 1,3 ga o'xshash usul bilan sintez qilinadi.

Buning uchun 50 ml sig'imli, uch bo'g'izli tubi dumaloq kolba aralashtirgich, tomizgich voronka va kalsiy xlorid trubkali qaytarma sovutgich bilan jihozlanadi va unga 3 g magniy hamda yod kristali solinadi. Mexanik aralashtirgichni ishga tushirib, yod sublimatsiyaga uchraguncha kolba gaz alangasida qizdiriladi.

Kolba sovutilgandan so'ng unga 50 ml absolyut efir va 1 ml atrofida brombenzol solinib, suv hammomida reaksiya boshlanguncha isitiladi. Reaksiya boshlangandan so'ng qolgan 12 ml brombenzolning 15 ml absolyut efirdagi eritmasi aralashtirib turilgan holda shunday tomiziladiki, bunda efir bir me'yorda qaynab tursin; so'ngra kolbadagi magniy erib ketguncha 1–2 soat qizdiriladi.

Kolba sovutilib, 10 ml allil xloridning 10 ml absolyut efirdagi eritmasi oz-ozdan qo'shib, aralashtirgich ishlab turgan holda 2 soat qizdiriladi.

So'ngra kolba muzda sovutilib, reaksiya aralashma 10 % li xlorid kislotaning eritmasi bilan ikkita tiniq qatlam hosil bo'lguncha

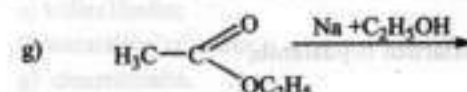
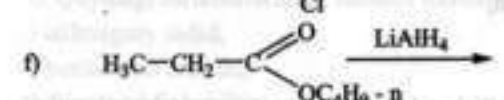
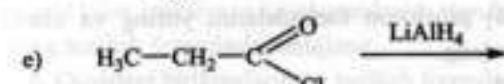
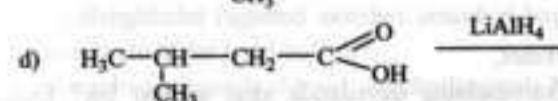
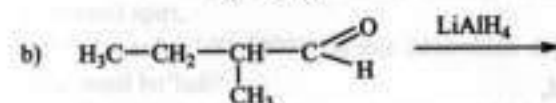
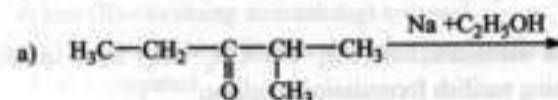
parchalanadi. Efirli qism ajratilib, suvli qism uch marta (10 ml dan) efir bilan ekstraksiya qilinadi.

Birlashtirilgan efirli eritmalar suv va soda eritmasida yuvilib, kalsiy xlorid bilan quritiladi.

Efir haydalgandan so'ng qoldiq natriy metali ishtirokida fraksiyalarga bo'lib haydaladi va uning 157–159°C dagi fraksiyasi allilbenzol olinadi. Miqdori 8 g.

VII bobga doir masala va mashqlar

1. Quyidagi reaksiya tenglamalarini oxiriga yetkazing. Hosil bo'lgan spirtlarni nomlang.



2. a) 2-xlorgeksan,
b) 2-xlor-2-metilgeksan,
d) 2,4-dixlor-4-metilgeksan,
e) 3-brom-4-xlorheptan degidrogalogenlanganda asosiy mahsulot sifatida qanday moddalar hosil bo'ladi?

3. 1-xlor-2-metilbutan va boshqa reaktivlardan foydalanib,
a) birlamchi spirt,
b) alken;
d) oddiy efir,
e) 10 ta uglerod atomini tutgan izotuzilishli alkanni sintez qiling. Bu reaksiyalar qanday sharoitda boradi?

4. Noma'lum to'yinmagan uglevodorodni xlorlab olingan $C_2H_4Cl_2$ tarkibli modda piroliz qilinganda vinil xlorid va vodorod xlorid, gidrolizlanganda esa etilenxlorgidrin ($HO-CH_2-CH_2-C$) va etilenglikol ($HO-CH_2-CH_2-OH$) hosil bo'ladi. $C_2H_4Cl_2$ tarkibli moddaning tuzilish formulasini aniqlang.

5. Degidroxlorlanganda 2-metil-2-penten, gidrolizlanganda esa uchlamchi spirt hosil qiladigan $C_6H_{13}Cl$ tarkibli moddaning tuzilish formulasini aniqlang.

b) Gidrolizlanganda metiletilketon ($CH_3-CO-CH_2-CH_3$) hosil qiladigan C_4H_9Br tarkibli moddaning tuzilish formulasini aniqlang.

6. a) 3-pentanol,

b) 2-pentanol,

d) 2-metil-2-butanol,

e) 2-butanol,

f) metilizopropilkarbinol,

g) dimetilizopropilkarbinolning qaysilarida xiral markaz bor? Enantiomerlarning (agar ular bo'lsa) proeksion formulalarini yozing va ularni R, S-nomenklaturaga binoan nomlang.

7. a) 3-metil-2-buten-1-ol,

b) etilenglikol,

d) 1,3-butandiol,

e) allilkarbinolni sintez qilish uchun qanday galogenli hosilalarni gidrolizlash lozim?

8. Propan va boshqa reagentlardan foydalanib,

a) n-propil spirt,

b) izopropil spirt,

d) 1,2-propandiolni sintez qiling. Bu reaksiyalarning borish sharoitlarini ko'rsating. Bu reaksiyalarda hosil bo'ladigan oraliq mahsulotlarni nomlang.

9. a) 2-metil-2-butanol,

b) 1-pentanol;

d) 2-pentanolni asos xossalari kuchayib borishi tartibida joylashtiring.

10. Spirtlar bilan galogenid kislotalar orasida boradigan reaksiyalarda:

a) galogenid kislotalar (HCl , HBr , HJ) ning,

b) metil spirt, birlamchi, ikkilamchi, uchlamchi va allil spirtlarning reaksiyaga kirishish qobiliyatini taqqoslang.

11. a) 3-metil-3-geksanol,

b) 4-metil-2-pentanol,

d) 2-metil-2-butanol,

e) 3,4-dimetil-3-geksanolni kislotalar katalizatorligida degidratlanganda asosiy mahsulotlar sifatida qanday to'yinmagan birikmalar hosil bo'ladi?

12. Propargil spirt va

a) chumoli aldegid,

b) kumush oksidning ammiakdagi eritmasi,

d) mis (II)-oksidning ammiakdagi eritmasi,

e) PCl_5 orasida boradigan reaksiyalar tenglamalarini yozing.

13. a) 1-propanol,

b) izobutil spirt,

d) 2-propanolni $100-180^\circ C$ da mis ishtirokida degidrogenlaganda qanday birikmalar hosil bo'ladi?

14. Etilenglikolni (uglerod atomlari orasidagi bog'ni uzmasdan) oksidlaganda qanday moddalar hosil bo'ladi?

15. Degidrogenlaganda aldegid, degidratlanganda 2-metil-1-buten, etilmagniybromid bilan reaksiyaga kirishganida esa etan hosil qiladigan $C_5H_{12}O$ tarkibli spirtning tuzilish formulasini aniqlang.

16. Quyidagi birikmalarining tuzilish formulalarini yozing:

a) etilmagniy iodid;

b) butilsimob bromid,

d) diizobutildixlorsilan;

e) trifenilfosfin;

f) tetraetilqo'rg'oshin;

g) dimetilfosfin.

17. Grinyar reaktividan foydalanib, birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi spirtlarning olinish reaksiyalari tenglamalarini yozing.

18. Quyidagi birikmalar qanday usullar bilan olinadi:

a) $CH_3-CH-MgBr$;

b) $BrMg-C \equiv C-MgBr$;

d) $CH \equiv C-MgCl$?

19. Dimetilruks va boshqa reagentlardan foydalanib,

a) etanol;

b) 2-metilpropanol-2;

d) 3-metilbutanol-2 ni sintez qiling.

20. Sanoatda past bosimda polietilen olish qanday katalizatorlar ishtirokida amalga oshiriladi?

21. Metilmagniy iodid bilan

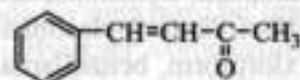
- a) suv,
- b) karbonat angidridi,
- d) atsetilen,
- e) sirka kislota,
- f) etilamin orasida boradigan reaksiyalar tenglamalarini yozing.

22. Tetrametilsilan va geksametildisilanning YaMR –H spektroskopiyasida etalon sifatida ishlatilish nimaga asoslangan?

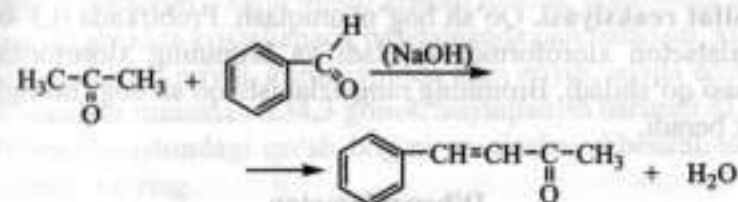
VIII BOB. KARBONIL BIRIKMALARNING KONDENSATSIYA VA TAUTOMERIYA REAKSIYALARI BO'YICHA BAJARILADIGAN SINTEZLAR

Benzalatseton

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



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

Benzalatseton teriga kuchli ta'sir qiladi, shuning uchun u bilan ishlashda ehtiyot bo'lish lozim!

Aralashtirgich bilan jihozlangan 100 ml sig'imli stakanda 20 ml atseton (atsetonning ortiq miqdori dibenzalatsetonning hosil bo'lishiga yo'l qo'ymaslik uchun lozim), 19,7 ml yangi haydalgan benzaldegid va 10 ml suv bilan aralashtiriladi. Reaksiyon aralashmaning harorati 25–30°C da saqlangan holda asta-sekin 2,5 ml natriy gidroksidning 10 % li eritmasi quyiladi. Aralashma ikki soat davomida xona haroratida aralashtiriladi. Kondensatlanish reaksiyasi tugashi bilan reaksiyon massaga (lakmus yordamida sinalganda kislotali muhit hosil bo'lguncha) suyiltirilgan xlorid kislota qo'shila-

di va ajratgich voronkaga quyiladi. Yuqoridagi sariq moysimon organik qavat pastki suvli qavatdan ajratiladi. Suvli qavat 16 ml benzol bilan (8 ml dan ikki marta) ekstraktsiyalanadi. Olingan benzolli so'rim organik qavatda qo'shiladi. Qo'shilgan organik eritma ajratgich voronkaga quyiladi, 5 ml suv bilan yuviladi va suv ham-momida benzol haydab olinadi.

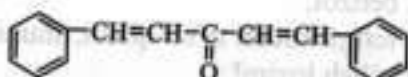
Haydash vaqtida 148–160°C da (25 mm sim. ust) qaynay-digan fraksiya yig'iladi. Mahsulotni qayta haydab, 137–142°C da (16 mm sim.ust.) qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Benzalatseton uzoq saqlanganda kristallanadi. Benzalatsetonning miqdori 10 g.

Benzalatseton (metilistirilketon)-plastinkasimon, rangsiz kris-tall modda, spirt, efir, xloroform, benzollarda eriydi. Suyuqlanish harorati – 42°C; qaynash harorati – 260°C, 126°C (9 mm sim. ust); molekulyar massasi – 146,19 g/mol; $d_{15}^{15}=1,0377$; $n_D^{15}=1,5836$.

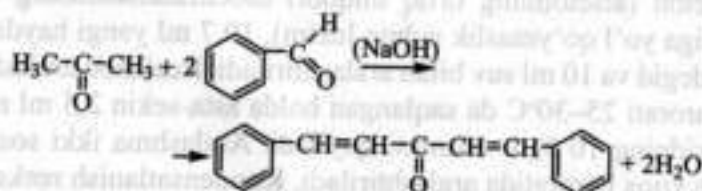
Sifat reaksiyasi. Qo'sh bog'ni aniqlash. Probirkada 0,3–0,5 g benzalatseton xloroformda eritiladi va bromning xloroformdagi eritmasi qo'shiladi. Bromning rangsizlanishi qo'sh bog' borligidan darak beradi.

Dibenzalatseton

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 7,5 ml benzaldegid, 2,8 ml atseton, natriy gidrok-sid, etil spirt.

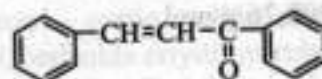
Aralashtirgich bilan jihozlangan 250 ml sig'imli stakanda xona haroratigacha sovutilgan 7,5 g natriy gidroksidning 75 ml suv va 60 ml spirtidagi eritmasi quyiladi. Yaxshilab aralashtirib turib va eritmaning haroratini 20–25°C da saqlangan holda unga 7,5 ml benzaldegid va 2,8 ml atsetondan tayyorlangan aralashmaning yarmi qo'shiladi. Ikkinchi yarmi saqlanadi. 2–3 daqiqadan so'ng eritma loyqalanadi va tezlikda pag'a-pag'a cho'kma hosil bo'ladi. Reaksiya massa 15 min aralashtiriladi, so'ngra unga aralashmaning qolgan ikkinchi yarmi qo'shiladi. Aralashma saqlangan idishga ozroq spirt quyib, chayqatib reaksiya massaga qo'shiladi va yana 30 daqiqa aralashtiriladi. So'ngra hosil bo'lgan dibenzalatsetonning atalasimon cho'kmasi Byuxner voronkasida filtrlanadi. Filtrdagi cho'kma distillangan suv bilan yuviladi va filtr qog'ozi orasida quritiladi. Dibenzalatsetonning miqdori 7 g.

Dibenzalatseton – sariq rangli kristall modda, atsetondan plas-tinkasimon shaklda kristallanadi, haydalganda parchalanadi, xloro-formda, atsetonda eriydi, efirda, spirtida kam eriydi, suvda erimay-di. Molekulyar massasi – 234,3 g/mol. Suyuqlanish harorati 112°C.

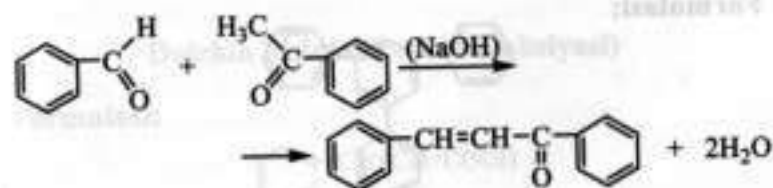
Dibenzalatsetondagi qo'sh bog'ni aniqlashni dibenzalatseton tajribasidan ko'ring.

Benzalatsetofenon (xalqon)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 4,8 ml atsetofenon, 5 ml benzaldegid, natriy gidroksid, etil spirt (95 % li).

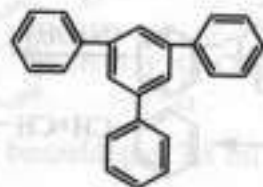
Aralashtirgich va termometr bilan jihozlangan 200 ml sig'imli stakanga 2,18 g natriy gidroksidning 19,6 ml suv va 12,25 ml 95 % li etil spirt aralashmasidagi eritmasi qo'shiladi. Ishqoriy eritmasiga 4,8 ml toza haydalgan atsetofenon qo'shiladi. Reaksiyon kolba muzli hammomga quyiladi va 5°C haroratda birdaniga 5 ml benzaldegid qo'shiladi. Kondensatlanish reaksiyasi ekzotermik reaksiya. Bu reaksiya (muzli hammomni olib tashlab) faqat 26°C dan past bo'lsa va sekin aralashtirilsa, xalqon moy holida ajralib chiqib, yirik bo'lakchalar hosil qiladi. Agar reaksiyaning harorati 30°C dan ortib ketsa qo'shimcha reaksiyalar borishi hisobiga xalqonning tozaligi pasayadi va kam hosil bo'ladi. 2-3 soatdan so'ng aralashma quyula-shadi. Aralashma sovuq joyda bir kecha qoldiriladi. Cho'kmaga tushgan xalqon tuz Byuxner voronkasida filtrlanib, muz bilan tuz aralashmasida sovutib qo'yilgan probirkaga solinadi, 0°C gacha sovutilgan 3 ml etil spirt bilan filtrda yuviladi va massasi o'zgarmay qolguncha havoda quritiladi. Xalqonning miqdori 9 g.

Toza xalqon olish uchun u 95 % li spirtidan qayta kristallanadi (1 g xalqonga 4 g spirt olinadi); 7 g xalqon olinadi.

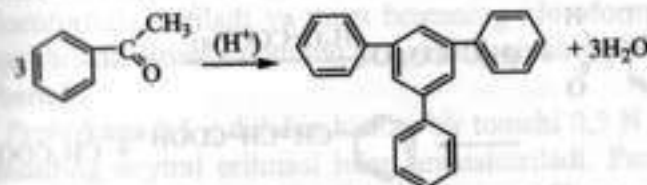
Benzalatsetofenon (fenilstirilketon, xalqon) – och sariq rangli plastinkachalar shaklidagi kristall modda, efirda, uglerod sulfid-da, benzolda eriydi, spirtida o'rtacha eriydi. Suyuqlanish harorati – 58°C. Qaynash harorati – 348°C; 219°C (18 mm sim.ust). Molekulyar massasi 208,26 g/mol.

1,3,5- Trifenilbenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



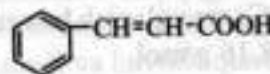
Reaktivlar: 28 ml atsetofenon, anilin, anilin xlorid, muz sirka kislota, xlorid kislota (d=1,18 g/ml), dietil efir.

Qaytarma sovutgich va kolba tubiga tushib turadigan termometr bilan jihozlangan 100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 28 ml atsetofenon, 29 ml anilin va 2 g anilinxlorid solinadi. Aralashma moy hammomida 165-170°C haroratda 1 soat davomida qizdiriladi. So'ngra qaytarma sovutgich pastga qiya sovutgich bilan almashtiriladi va reaksiyon kolbani moy hammomida qizdirib turgan holda aralashma haroratini 185-190°C da saqlab anilinning asosiy massasi (taxminan 27 ml) haydaladi. Xona haroratigacha sovutilgan kolbaga 30 ml muz sirka kislota qo'shiladi. Pastga qiya sovutgich qaytarma sovutgichga almashtiriladi va reaksiyon aralashma asbest to'r ustida 30 daqiqa davomida qaynatiladi. Qaynoq eritma (mo'rili shkafda) stakanga quyiladi va xona haroratigacha sovutiladi. So'ngra u muzli suv hammomiga qo'yiladi. Cho'kmaga tushgan 1,3,5-trifenil benzol filtrlanadi va muz sirka kislotadan qayta kristallanadi. 1,3,5-trifenilbenzolning miqdori 12 g.

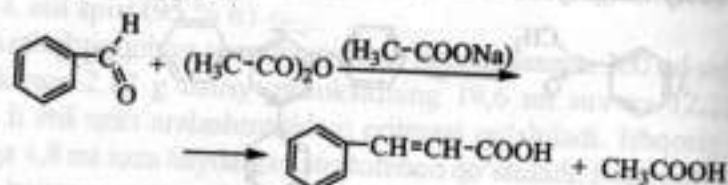
1,3,5-Trifenilbenzol – qattiq modda, efirda rangsiz ignasimon shaklda kristallanadi, benzolda eriydi, spirtida, efirda yomon eriydi. Suyuqlanish harorati 170°C; $d_4^{20}=1,206$ g/ml. Molekulyar massasi 306,4 g/mol.

Dolchin kislota (Perkin reaksiyasi)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 15,2 ml benzaldegid, 22,4 ml sirka angidrid, suvsizlantirilgan natriy atsetat, natriy karbonat, xlorid kislota.

Qaytarma sovutgich ulangan 150–200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 15,2 ml yangi haydalgan benzaldegid, 8,2 g suvsizlantirilgan natriy atsetat va 22,4 ml sirka angidrid aralashmasi solinadi. Aralashma asbest to'r ustida 8 soat davomida sekin qaynatiladi. Tajriba to'xtatilgan vaqtda reaksiyon aralashmaga havodan nam kirmasligi uchun sovutgichdan ichi kalsiy xloridli naycha bilan berkitiladi. Kondensatlanish reaksiyasi nihoyasiga yetgach, qaynoq aralashma 750 ml hajmli tubi dumaloq kolbaga ag'dariladi, 250 ml issiq suv qo'shiladi hamda ortiqcha miqdorda olingan benzoy aldegid va reaksiya vaqtida hosil bo'lgan sirka aldegid suv bug'i bilan haydaladi.

Kolbaga qolgan reaksiyon aralashma quruq natriy karbonat bilan neytrallanadi va moysimon qo'shilmalardan tozalash maqsadida qaynoq holida Burma filtr orqali filtrlanadi. Dolchin kislota cho'ktirish uchun qaynoq filtratga qizil kongo bo'yicha kislotali muhit hosil bo'lguncha xlorid kislota qo'shiladi va sovutiladi. Cho'kmaga tushgan dolchin kislota filtrlab olinadi va quritiladi. Kislota tozalash uchun u qaynoq suvdan qayta kristallanadi. Dolchin kislota miqdori 10 g.

Dolchin kislota (β -fenilakril kislota) *sis*- va *trans*-shakllari mavjud. Odatdagi *trans* shakli rangsiz kristall modda efrida, xloroformda, spirtida (20°C da 4 qism spirtida 1 qism kislota) eriydi, suvda kam eriydi (17°C da 3500 qism suvda 1 qism kislota). Qaynash harorati – 300°C; suyuqlanish harorati, 133°C; $d_4^{20}=1,2475$. Molekulyar massasi 148,16 g/mol.

Sifat reaksiyalari. 1. Qo'shbog'ni aniqlash. 0,5 g dolchin kislota xloroformda eritiladi va unga bromning xloroformdagi eritmasi qo'shiladi. Brom rangining yo'qolishi qo'shbog' borligidan darak beradi.

2. Probirkaga 0,5 g dolchin kislota bir tomchi 0,5 N kaliy permanganatning neytral eritmasi bilan aralashtiriladi. Probirkaning og'zi benzidining efril eritmasida ho'llangan filtr qog'oz bilan berkitiladi. Reaksiyon aralashma qaynab turgan suv hammomida isitilsa, filtr qog'ozida sariq dog' payda bo'ladi (Shift asosi).

3. Probirkada 0,3–0,5 g dolchin kislota suyultirilgan soda eritmasida eritiladi va unga ozroq kaliy permanganat eritmasi qo'shiladi. Marganes (IV) oksid hosil bo'lishi tufayli eritmaning qizil rangi qo'ng'ir rangga aylanadi.

Dolchin kislota olishning ikkinchi usuli

Reaktivlar: 10 ml benzaldegid, 15 ml sirka angidrid, xlorid kislota ($d=1,18$), qizdirilgan kaliy karbonat, natriy gidroksid.

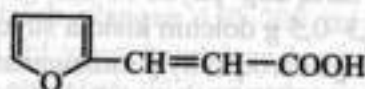
Qaytarma sovutgich ulangan 200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 10 ml yangi haydalgan benzaldegid, 15 ml sirka angidrid va 7 g qizdirib, yaxshi maydalangan kaliy karbonat solinadi. Kolba 180°C gacha qizib turgan moy yoki qum hammomiga qo'yiladi va vaqt-vaqti bilan chayqatib turib, haroratni o'zgartirmay 2 soat qoldiriladi. So'ngra reaksoin aralashma 100°C gacha (hammomning harorati) sovutiladi va ustiga 140 ml natriy gidroksidning 2 n. eritmasidan 140 ml qo'shilganidan so'ng reaksiyaga kirishmay qolgan benzaldegid suv bug'i bilan haydaladi. Haydash kolbasida qolgan qoldiqqa aktivlangan ko'mir qo'shiladi va 10–15 daqiqa qaynatiladi. Qaynab turgan eritma tezda qaynoq filtrlash voronkasiga filtrlanadi. (Qaynoq filtrlash voronkasi oldindan qizdiriladi). Xona haroratigacha sovutilgan filtratga kongo bo'yicha kislotali muhit hosil bo'lguncha taxminan 30 daqiqagacha xlorid kislota qo'shiladi. Yaltiroq bargsimon kristallar shaklida cho'kmaga tushgan dolchin kislota filtrlab olinadi va havoda quritiladi.

garda dolchin kislota yetarli darajada toza bo'lmasa, u qayindavda qayta kristallanadi. Dolchin kislolaning miqdori 6 g.

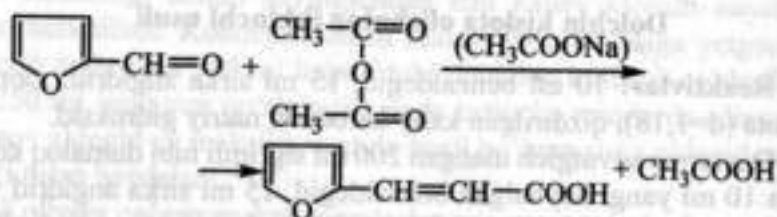
Dolchin kislolaning xossalari va sifat reaksiyasi "Dolchin kislota" ("Perkin reaksiyasi") tajribasiga qaralsin.

2-Furanakril kislota

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



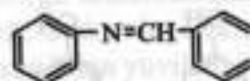
Reaktivlar: 21 ml furfurol, 48 ml sirka anhidrid, suvsizlantirilgan natriy atsetat, xlorid kislota ($d=1,18$ g/ml).

2-Furanakril kislolaning olinishi dolchin kislolaning olinishi (Perkin reaksiyasi) sintezi bo'yicha olib boriladi, lekin bunda bita o'zgarish kiritiladi, reaksiya massa 150°C da 10 soat davomida qizdiriladi. 2-Furanakril kislota ajratib olish dolchin kislota ajratib olishga o'xshaydi. 2-Furanakril kislota (β -2-furanakril kislota, 2-furanakril kislota) – rangsiz qattiq modda, tashqi ko'rinishidan ignaga o'xshaydi, spirtida, efirda, sirka kislotada, benzolda eriydi.

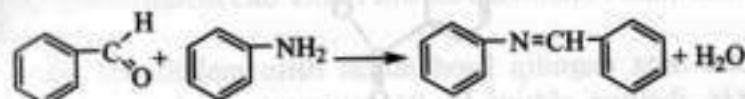
Iссиq suvda kam eriydi, sovuq suvda, uglerod disulfidida, ligoinda erimaydi. Suyuqlanish harorati – 141°C ; qaynash harorati – 226°C . Molekulyar massasi – 138 g/mol.

Benzalanilin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 ml benzaldegid, 9 ml anilin, etil spirt.

Aralashtirgich bilan jihozlangan 100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 10 ml yangi haydalgan benzaldegid quyiladi. So'ngra yaxshilab aralashtirib turib 9 ml yangi haydalgan anilin qo'shiladi. Shu ondayoq issiqlik ajralib chiqishi bilan reaksiya boshlanadi.

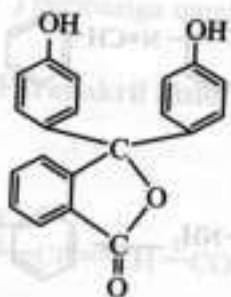
Kondensatlanish reaksiyasi nihoyasiga yetgach (reaksiya aralashmaning isishi to'xtagach), massa 15 daqiqa qoldiriladi. So'ngra yaxshilab aralashtirib turib u 25 ml 95 %li spirt eritmasi bor stakanga quyiladi. Eritma oldin 10 daqiqa xona harorati-da saqlanadi, so'ngra 30 daqiqa muzli suvda sovutiladi. Hosil bo'lgan kristall holidagi massa filtrlab olinadi va havoda quritiladi.

Benzalanilinning miqdori 15 g.

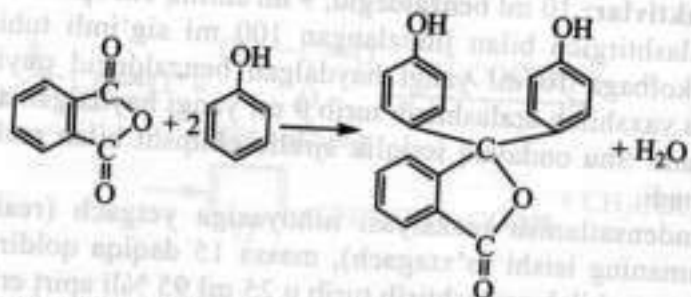
Benzalanilin – kristall modda, uglerod disulfidida sariq ignasimon kristallar hoida cho'kmaga tushadi, spirtida va efirda eriydi, suvda erimaydi. Suyuqlanish harorati – 52°C . Qaynash harorati – 300°C , sublimatlanadi. Molekulyar massasi – 181,24 g/mol.

Fenolftalein

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2,5 g ftal angidrid, 5 g fenol, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), natriy gidroksid, sirka kislota, xlorid kislota, etil spirt, aktivlangan ko'mir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Devori baland chinni tigelga 2,5 g ftal angidrid, 5 g fenol va 1 ml konsentrlangan sulfat kislota solinadi va aralashma moy hammomida yoki qum hammomida $125-130^{\circ}\text{C}$ da (harorat 130°C dan oshmasligi lozim) uch soat davomida qizdiriladi. Suyuqlik vaqt-vaqtida unga tushirilgan termometr bilan aralashtirib turiladi. Kondensatlanish reaksiya nihoyasiga yetgandan so'ng issiq aralashma 50 ml suvli stakanga quyiladi va fenolning hidi yoqolguncha qaynatiladi (stakan tagida cho'kma hosil bo'lgani uchun

qaynayotgan modda otilib sachrashi mumkin). Sachrash natijasida modda miqdorining kamayishiga yo'l qo'ymaslik uchun uni doim aralashtirib turish lozim. Eritma sovutiladi, keyin, iloji boricha, cho'kmani filtrga tushirmaslikka harakat qilib, Byuxner voronkasida filtrlanadi. Stakandagi va qisman filtrdagi cho'kma 2 marta ozroq sovuq suv bilan yuviladi (dekantatsiya usuli), 5 %li natriy gidroksidning issiq eritmasida eritiladi va filtrlanadi. To'q-qizil filtratga sirka kislota qo'shiladi va bir kecha qoldiriladi. Hosil bo'lgan fenolftalein cho'kmasi filtrlab quritiladi. Fenolftaleinning miqdori 2 g.

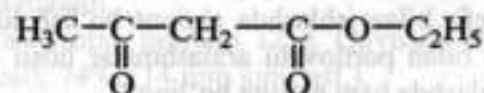
Toza fenolftalein olish uchun hosil qilingan xom mahsulot qizdirib turgan holda taxminan 10 ml spirtida eritiladi, aktivlangan ko'mir bilan birga qaynatiladi, qaynoq eritma filtrlanadi va cho'kma issiq spirt bilan yuviladi. Eritma soviganida sakkiz baravar ko'p suvda aralashtirib turib suyultiriladi, filtrlanadi, filtrat spirtning ko'proq qismini yo'qotish uchun suv hammomida chinni kosachada qizdiriladi va 30 daqiqa davomida qoldiriladi. Hosil bo'lgan kristallar filtrlanadi va havoda quritiladi. Fenolftaleinning miqdori 1 g.

Fenolftalein – rangsiz kristall modda, suvda erimaydi, etil spirtida qiyin eriydi, qaynoq efirda eriydi. Molekulyar massasi – 318,33 g/mol. Suyuqlanish harorati – 261°C , sublimatlanadi.

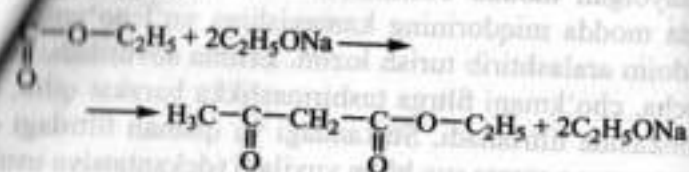
Sifat reaksiyasi. Probirkaga 3 ml suv va 2 tomchi fenolftaleinning spirtidagi 1 % li eritmasi solinadi, biroz loyqa hosil bo'ladi. Bunga bir tomchi suyultirilgan ishqor eritmasi qo'shilsa loyqa yo'qoladi, suyuqlik pushti rangga bo'yaladi. Ishqorning ortiqcha miqdorida eritma rangsizlanadi.

Atsetosirka efir

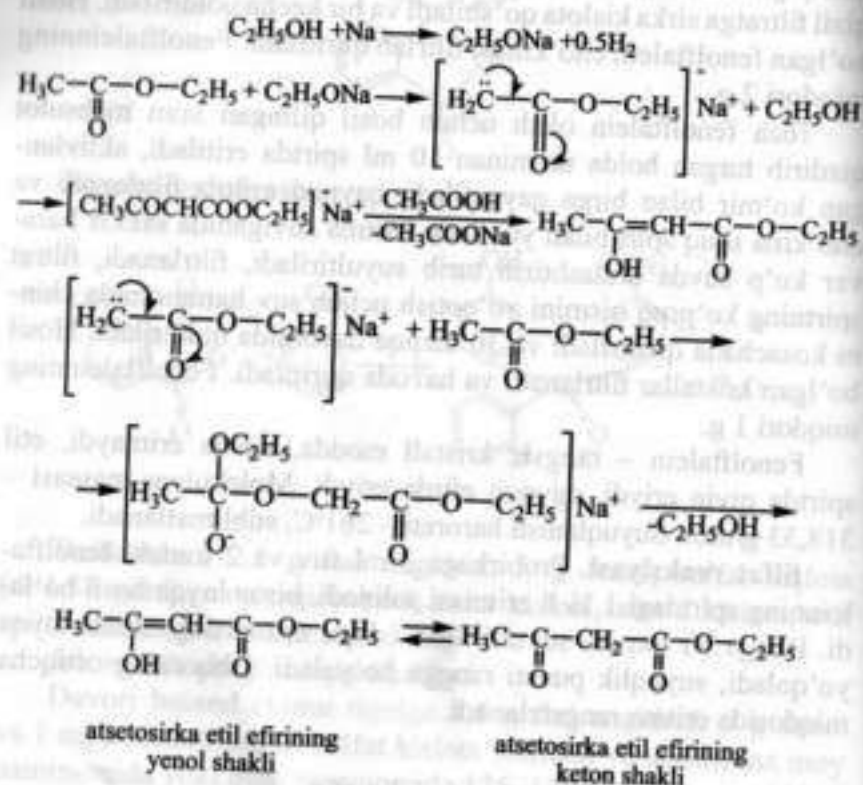
Formulasi:



reaksiyasi:



Mexanizmi:



atsetosirka etil efirining
yenol shakli

atsetosirka etil efirining
keton shakli

Reaktivlar: 55,5 ml quritilgan sirka etil efir, 5 g natriy metalli, sirka kislota, natriy xlorid, natriy gidrokarbonat.

Sirka etil efir bilan ishlashda ehtiyot bo'lish lozim. U o'tga xavfli va havo bilan portlovchi aralashmalar hosil qiladi. Natriy metalli bilan ishlashda ham ehtiyot bo'ling.

200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga ikki bo'g'izli forshtoss o'rnatiladi, forshtossga yuqori uchi kalsiy xloridli naycha bilan berkitilgan qaytarma sovutgich ulanadi. Forshtossning ikkinchi uchi probka bilan berkitiladi. Kolbaga quruq sirka etil efir solinadi. Forshtossning ikkinchi og'zidan probkani ochib turib, 5 g yaxshilab maydalangan natriy metalli solinadi. Asta-sekin oz miqdordagi vodorod ajralib chiqishi kuzatiladi. Ma'lum vaqtdan so'ng suyuqlik bir tekisda qaynaydi.

Kondensatlanish reaksiyasining tezligi biroz sekinlashgandan so'ng kolba oldindan qizdirilgan moy va qum hammomiga qo'yiladi, bunda harorat sirkaetil efir sekin qaynaydigan qilib boshqarib turiladi (hammomning harorati 100–110°C dan oshmasin). Natriyning hammasi batamom eriguncha aralashma 3 soat davomida qizdiriladi. Agar natriy bo'lakchalari qolsa natriyni alkagolyatga aylantirish uchun kolbaga 2–3 ml etil spirt qo'shish lozim. Agar sirka etil efir tarkibida nam ko'p bo'lsa, reaksiya natijasida gelsimon massa (o'yuvchi natriy) hosil bo'ladi. Agar efir quruq bo'lsa, tiniq eritma hosil bo'ladi.

Olingan eritma 40–45°C gacha sovutiladi va unga lakmus bo'yicha kislotali muhit hosil bo'lguncha 30 ml 50% li sirka kislota qo'shiladi. Hosil bo'lgan kislotali eritmaga natriy xloridning oldindan tayyorlangan va filtrlangan to'yingan eritmasidan teng hajmda qo'shiladi. Agar bunda cho'kma hosil bo'lsa, unga ozroq suv qo'shib va eritmani aralashtirib turib cho'kmani eritish lozim.

Aralashma ajratgich voronkaga quyiladi, bunda suyuqlik qavatlariga ajraladi. Agar suyuqlik qavatlariga ajralmasa aralashma 50 ml sirka etil efir bilan ekstraktsiya qilinadi. Ustki qavat ajralib olinadi, natriy bikarbonatning sovuqda to'yintirilgan ozroq eritmasi bilan yuviladi. So'ngra kolbani astbest to'r ustida ehtiyotlik bilan qizdirib turib, dastlab spirt, keyin sirka kislota bilan suv aralashmasi haydaladi.

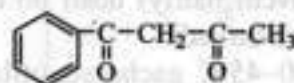
Atsetosirka efirning miqdori 12 g. Qaynash harorati – 79°C (18 mm sim. ust); 74°C (14 mm sim. ust.).

Atsetosirka efir – xushbo'y rangsiz suyuqlik, suvda yomon eriydi, spirtida, efirda yaxshi eriydi, organik erituvchilar bilan aralashadi. Qaynash harorati – 181°C (parchalanadi); suyuqlanish harorati – 45°C; $d_4^{20}=1,023$; $n_D^{20}=1,4197$.

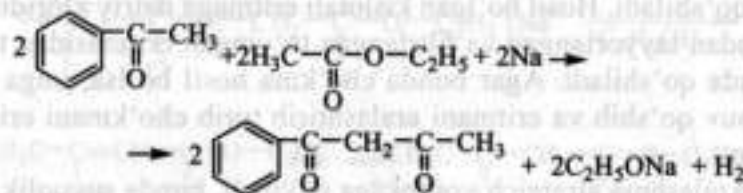
Sifat reaksiyasi. Yenol shaklni aniqlash. Bir necha tomchi atsetosirka efir suvda eritiladi va unga 1–2 tomchi temir (III)-xlorid eritmasidan qo'shiladi, qizil binafsha rang hosil bo'ladi. Agar rangli eritmaga bromli suv qo'shilsa, rang yo'qoladi, chunki brom efirning yenol formasi bilan ta'sirlashadi. Lekin bir qancha vaqt o'tgach yana rang paydo bo'ladi. Bu o'zgarish muvozanat hosil bo'lguniga qadar keton formadan asta-sekin erkin forma hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi.

Benzoilatseton

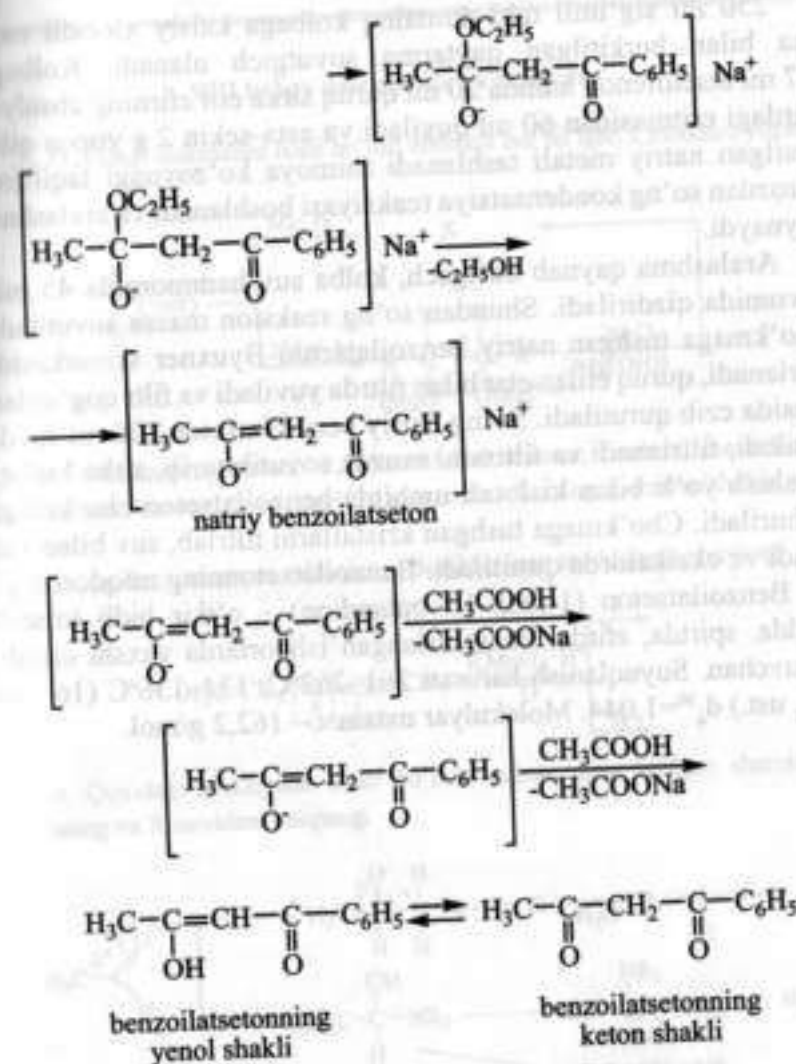
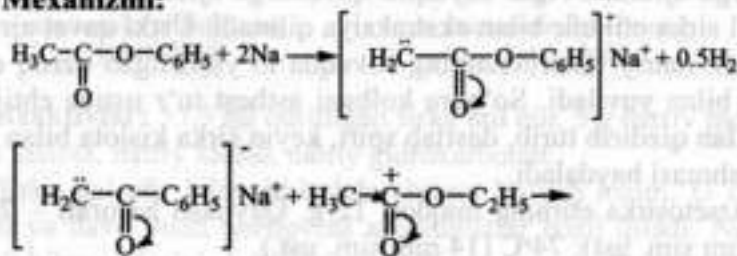
Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Mexanizmi:



Reaktivlar: 20 ml quritilgan sirka etil efir, 9,7 ml atsetofenon, 2 g natriy metali, absolut dietilefir, sirka kislota.

Sirka etil efir bilan ishlashda ehtiyot bo'lish lozim. U o'tga xavfli va havo bilan portlovchi aralashmalar hosil qiladi. Natriy metali bilan ishlashda ham ehtiyot bo'lish lozim.

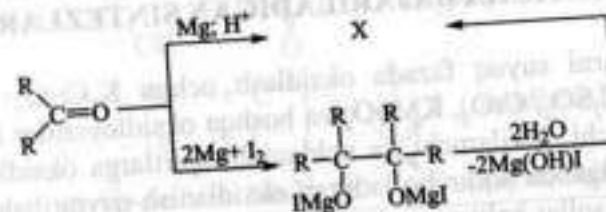
250 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga kalsiy xloridli naycha bilan berkitilgan qaytarma sovutgich ulanadi. Kolbaga 9,7 ml atsetofenon hamda 20 ml quruq sirka etil efirning absolyut efirdagi eritmasidan 60 ml quyiladi va asta-sekin 2 g yupqa qilib kesilgan natriy metali tashlanadi (himoya ko'zoynagi taqilsin). Birozdan so'ng kondensatsiya reaksiyasi boshlanadi va aralashma qaynaydi.

Aralashma qaynab bo'lgach, kolba suv hammomida 45 min davomida qizdiriladi. Shundan so'ng reaksiya massa sovutiladi. Cho'kmaga tushgan natriy benzoilatseton Byuxner voronkasida filtrlanadi, quruq etilatsetat bilan filtrda yuviladi va filtr qog'ozlari orasida ezib qurutiladi. So'ng natriy benzoilatseton 100 ml suvda eritiladi, filtrlanadi va filtratni muzda sovutib turib, sirka kislotasi qo'shish yo'li bilan kislotali muhitda benzoilatseton cho'kmaga tushiriladi. Cho'kmaga tushgan kristallarni filtrlab, suv bilan yuviladi va eksikatorida qurutiladi. Benzoilatsetonning miqdori 8 g.

Benzoilatseton (1-fenil-1,3-butan-dion) – oʻtkir hidli kristall modda, spirtda, efirda, konsentrlangan ishqorlarda yaxshi eriydi, uchuvchan. Suyuqlanish harorati 261–262°C; 134–136°C (16 mm sim. ust.) $d_{40}^{20}=1,044$. Molekulyar massasi – 162,2 g/mol.

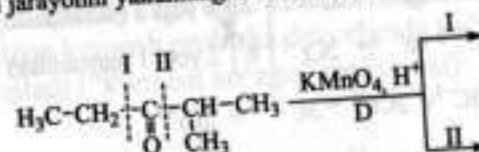
VIII bobga doir masala va mashqlar

1. Quyidagi sistemadan hosil bo'lish ehtimoli bor bo'lgan x moddani yozing;

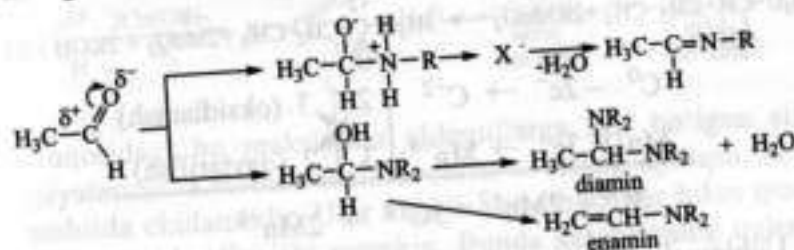


2. Metilizopropilketon; 2,6-dimetil-4-oktanonan; izobutilizoamilketon; metilneopentilketonni qaysi atsetilin uglevodorodlarning gidratlanishidan olish mumkin?

3. Quyidagi jarayonni yakunlang. Hosil bo'lgan moddalarni nomlang.

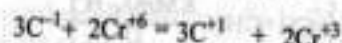
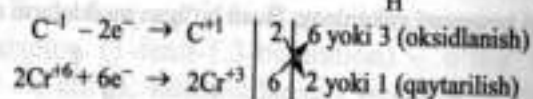
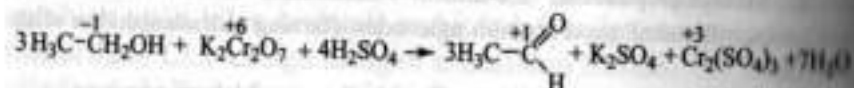


4. Quyidagi reaksiyalar sodir bo'lishi uchun zarur bo'lgan sharoitlarni ko'rsating va X moddani aniqlang.

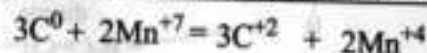
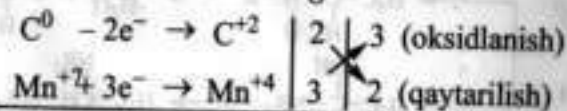
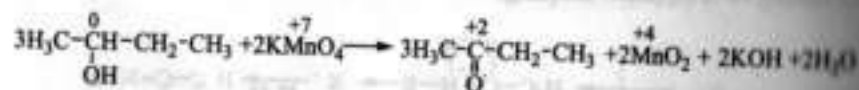


IX BOB. ORGANIK BIRIKMALARNING OKSIDLANISH-QAYTARILISH REAKSIYALARI BO'YICHA BAJARILADIGAN SINTEZLAR

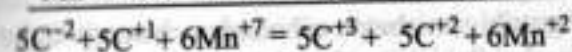
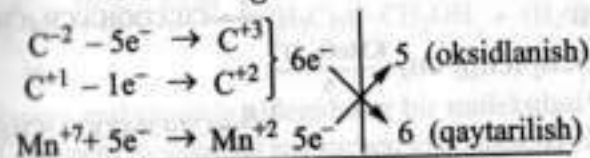
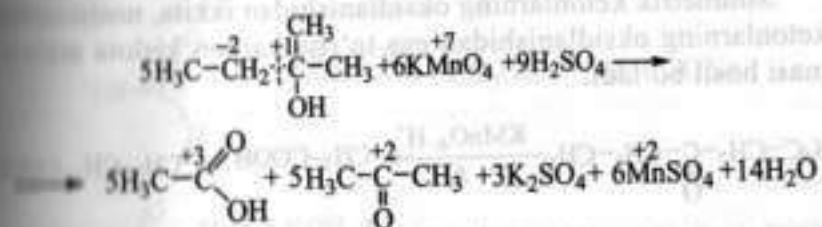
Spirtlarni suyuq fazada oksidlash uchun $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , $KMnO_4$, H_2SO_4 , CrO_3 , $KMnO_4$ va boshqa oksidlovchilar ishlatiladi. Birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi spirtlarga oksidlovchilar ta'sir ettirilganda sodir bo'ladigan oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga misollar keltiramiz:



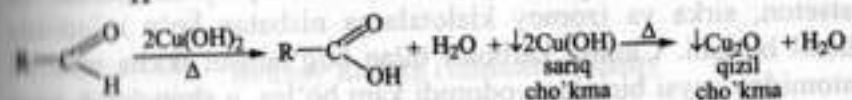
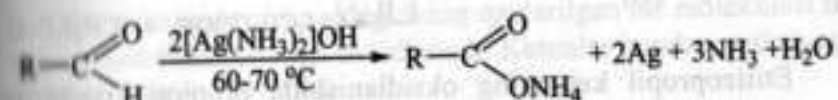
Hosil bo'lgan aldegidlarning oksidlanib, karbon kislotalarga aylanmasligi uchun ularni reaksiya muhitidan tezda chiqarish lozim.



Uchlamchi spirtlar qiyin oksidlanadi va oksidlanish C-C bog'ining uzilishi bilan boradi. Reaksiya natijasida dastlabki olingan spirtga nisbatan uglerod atomlarining soni kam bo'lgan kislota va ketonlar aralashmasi hosil bo'ladi:

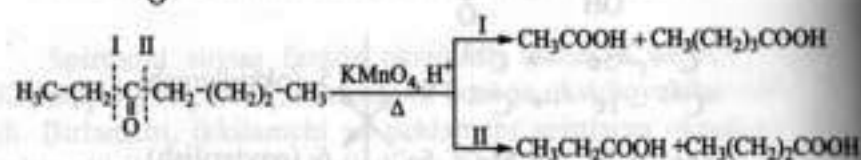
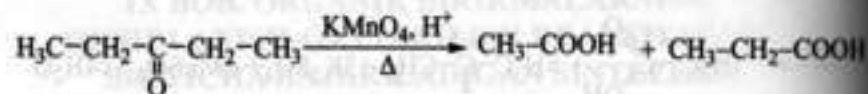


Aldegidlar kumush oksidning ammiakdagi eritmasi (Tollens reagenti) va mis(II)-gidroksid singari kuchsiz oksidlovchilar ta'sirida ham oksidlanish qobiliyatiga ega. Tollens reagenti ta'sirida oksidlanganda, ajralgan kumush probirka devorlarida ko'zguga o'xshash qavatni hosil qiladi ("kumush ko'zgu" reaksiyasi):

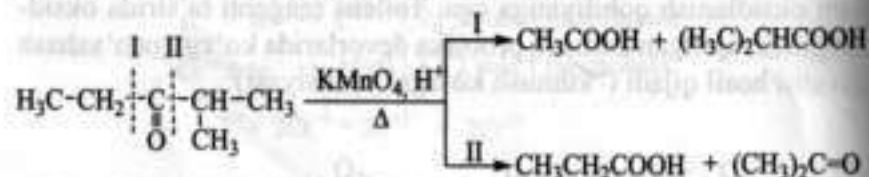


Yuqoridagi bu reaksiyalar aldegidlarga xos bo'lgan sifat reaksiyalaridir. Ketonlar oksidlovchilar ta'siriga, ayniqsa, neytral muhitda chidamlidir. Ular kuchli oksidlovchilar bilan qizdirilgandagina oksidlanishi mumkin. Bunda ketonlarning uglerod zanjiri karbonil guruhining har ikkala tomonidan uzilib, dastlabki ketonlardagiga nisbatan kam sonli uglerod atomlariga ega bo'lgan karbon kislotalar yoki karbon kislota va ketonlar hosil bo'ladi.

Simmetrik ketonlarning oksidlanishidan ikkita, nosimmetrik ketonlarning oksidlanishidan esa to'rtta karbon kislota aralashmasi hosil bo'ladi:

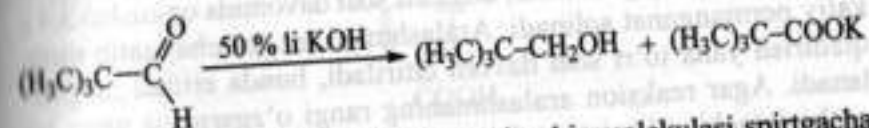
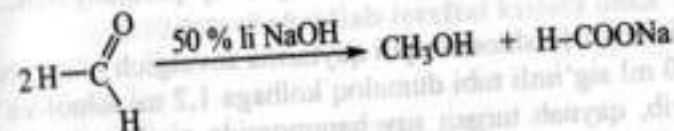


Karbonil guruhiga nisbatan α -holatda uchlamchi uglerod atomi bor ketonning oksidlanishi natijasida uchta karbon kislota va yangi keton hosil bo'ladi. Bu ketonlar reaksiya sharoitiga qarab yana oksidlanishi yoki o'zgarmasdan qolishi mumkin:



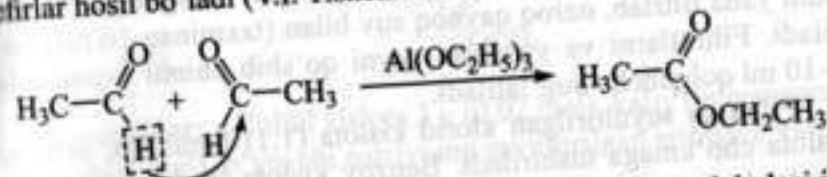
Etilizopropil ketonning oksidlanishida propion kislota va atseton, sirka va izomoy kislotalarga nisbatan ko'p miqdorda hosil bo'ladi. Chunki karbonil bilan bog'langan ikkita uglerod atomidan qaysi birining vodorodi kam bo'lsa, u shunchalik oson oksidlanadi. A.N. Popov va E.E. Vagner ketonlarning oksidlanish reaksiyalarini o'rganish asosida bir qator qonuniyatlarni yaratdilar. Bu qonuniyatlar ularning nomi bilan Popov-Vagner qoidalari deb yuritiladi.

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari. Harakatchan α -vodorodlari yo'q aldegidlar ishqorning suvdagi yoki spirtidagi konsentrlangan eritmasi ta'sirida oksidlanish-qaytarilish reaksiyalariga kirishib, spirt va karbon kislota tuzining ekvimolekulyar aralashmasini hosil qiladi (Kannitssaro reaksiyasi, 1853-yil):



Kannitssaro reaksiyasida aldegidning bir molekulasini spirtgacha qaytariladi, ikkinchi molekulasini esa karbon kislota gacha oksidlanadi.

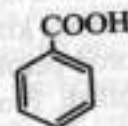
Aldegidlarga suvsiz muhitda alyuminiy alkogolyat, masalan, $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ta'sir ettirilganda shiddatli reaksiya bo'lib, murakkab efirlar hosil bo'ladi (V.I. Tishchenko reaksiyasi, 1906-yil):



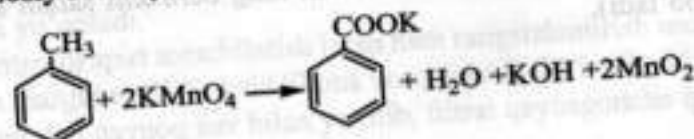
Bu reaksiyada sirka aldegidning qaytarilgan bir molekulasini ikkinchi molekula hisobiga oksidlanadi. Ketonlar bunday reaksiyaga kirishmaydi.

Benzoy kislota (toluoldan olish)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



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

Ikki shoxli forshtoss orqali qaytarma sovutgich bilan jihozlangan, 150 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 1,2 ml toluol va 75 ml suv quyib, qaynab turgan suv hammomida qizdiriladi. Reaksiya aralashmani chayqatib turib, unga bir soat davomida oz-ozdan 3,4 g kaliy permanganat solinadi. Aralashmani tez-tez chayqatib turib, qizdirish yana to'rt soat davom ettiriladi, bunda eritma rangsizlanadi. Agar reaksiya aralashmaning rangi o'zgarmasa unga bir necha tomchi etil spirt quyib rangsizlantiriladi.

Reaksiya aralashma sovutiladi, cho'kmaga tushgan marganes(IV)-oksid filtrlanadi va ikki marta 10–15 ml qaynoq suv bilan yuviladi. Filtratni qo'shib suv hammomida 10–15 ml hajmga kelguncha bug'latiladi, cho'kmaga tushgan marganes(IV)-oksidni yana filtrlab, ozroq qaynoq suv bilan (taxminan 10 ml) yuviladi. Filtratni va yuvilgan suvni qo'shib chinni kosachada 7–10 ml qolguncha bug'latiladi.

Filtratga suyultirilgan xlorid kislota (1:1) tomizilib, benzoy kislota cho'kmaga tushiriladi. Benzoy kislota filtrlab olinib, ozi miqdordagi muzli suv bilan yuviladi va havoda quritiladi. Benzoy kislota miqdori 1 g atrofida.

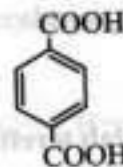
Benzoy kislota – plastinkasimon rangsiz kristall modda, sovuq suvda yomon eriydi, qaynoq suvda yaxshi eriydi (1 l suvda 18°C da 2,7 g, 100°C da 59 g). Xloroform, atseton, benzol va metil spirtlarda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 122,12 g/mol; suyuqlanish harorati – 122°C, qaynash harorati 249°C; $d_4^{20} = 1,2659$.

Sifat reaksiyasi. 1 ml benzoy kislota suvdagi eritmasiga tomchilatib 0,3 % li vodorod peroksid hamda 1–3 % li temir (III)-xlorid eritmasidan qo'shiladi. Probirka qaynab turgan suvga tushirilganda qizil-binafsha rang hosil bo'ladi (benzoy kislota oksidlanganda temir (III) xlorid bilan rang beruvchi salisil kislota hosil bo'ladi).

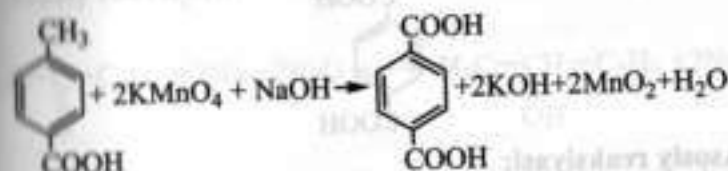
Tereftal kislota

p-toluol kislota oksidlab tereftal kislota olish

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: p-Toluil kislota 3 g (0,02 mol), kaliy permanganat 7,2 g (0,04 mol), o'yuvchi natriyning suyultirilgan eritmasi; xlorid kislota ($d = 1,19$ g/ml).

Qaytarma sovutgich va tomizgich voronka bilan jihozlangan 100 ml sig'imli, dumaloq tubli ikki bo'g'izli kolbada 3 g p-toluil kislota o'yuvchi natriyning suyultirilgan eritmasida eritiladi va qaynatib turilgan holda tomizgich voronkadan 7,2 g kaliy permanganatning 150 ml suvdagi eritmasi oz-ozdan quyiladi.

Agar kaliy permanganat eritmasining rangi 4–5 soat qaynatilganda ham yo'qolmasa, unda tomizgich voronka gaz yuboriluvchi naycha bilan almashtirilib, sulfat angidrid yuboriladi. U marganes (IV)-oksid bilan oksidlanib, eruvchan marganes sulfatni hosil qiladi. Sulfat angidrid marganes (IV)-oksid batamom yo'qolguncha yuboriladi va cho'kmada tereftal kislota mayda kristall oq kukuni yo'qoladi.

Eritmani spirt tomchilatish bilan ham rangsizlantirish mumkin. Bunda marganes (IV)-oksid shotta voronkasida filtrlanib, ikki marta 10 ml dan qaynoq suv bilan yuvilib, filtrat qaynaguncha qizdiriladi.

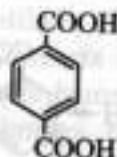
ladi va tereftal kislota konsentrlangan xlorid kislota bilan cho'kmaga tushiriladi.

Cho'kmaga tushgan tereftal kislota filtrlab olib, suv bilan yuviladi, so'ngra quritiladi. U 300°C da ham suyuqlanmay sublimatsiyaga uchraydi; suvda va spirtida erimaydi.

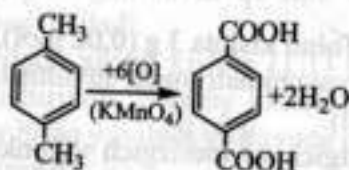
Miqdori 3,3 g atrofida.

p-Ksilolni oksidlab tereftal kislota olish

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: *p*-ksilol 6 ml (0,05 M), kaliy permanganat 17 g (0,11 mol), konsentrlangan xlorid kislota.

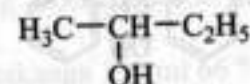
Qaytarma sovutgich va mexanik aralashtirgich bilan jihozlangan dumaloq tubli kolbaga 6 ml *p*-ksilol va 300 ml suv solib, suv hammomida qizdiriladi. Reaksiya kolbadagi suv va ksilolga aralashtirib turilgan holda 17 g kaliy permanganat solinib, kaliy permanganatning rangi o'chib ketgunga qadar qizdiriladi. So'ngra cho'kmaga tushgan marganes (IV)-oksid Byuxner voronkasida filtrlanib, ikki marta qaynoq suv bilan yuviladi. Birlashtirilgan filtratlar suv hammomida 40–50 ml hajmgacha bug'latib, cho'kmaga tushgan marganes (IV)-oksid filtrlab olinadi.

Cho'kma ozgina qaynoq suv bilan yuvilib, filtrat 25 ml hajmga kelguncha bug'lantiriladi va bu eritmaga konsentrlangan xlor-

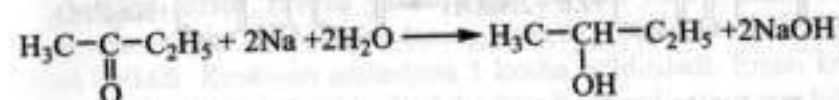
id kislota qo'shish bilan tereftal kislota cho'kmaga tushiriladi. Cho'kmaga tushgan tereftal kislota Byuxner voronkasida filtrlab olib, muzli suv bilan yuviladi va havoda quritiladi. Miqdori 5 g

2-Butanol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 8,5 g metiletilketon, 8 g natriy metali, dietilefir, magniy sulfat.

Natriy metali bilan ishlashda ehtiyot choralarini ko'rish lozim, metiletilketon o'ta xavfli.

Ikki shoxli forshtoss yordamida qaytarma sovutgich bilan jihozlangan tubi dumaloq, 100 ml sig'imli kolbaga 8,5 g metiletilketon, 15 ml efir va 18 ml suv quyiladi. Reaksiya kolbani muzli suv bilan sovutib va to'xtovsiz silkitib turgan holda unga 8 g yupqa qirqilgan natriy metall bo'lakchalari qo'shiladi. 4 g natriy metali qo'shilgandan so'ng kolbaga yana 8 ml suv quyiladi. Reaksiya nihoyasiga yetgach, aralashma ajratgich voronkaga quyiladi. Yuqorigi qavat ajratilib, pastki (suvli) efir bilan ekstraksiyalanadi. Efirli ekstraktarni yig'ib olib, bir marta suv bilan yuviladi, magniy sulfatda quritiladi va haydaladi. 95–101°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Haydash tugagach, kolbada oz miqdorda metiletilketonning pinakoni qoladi. Ikkinchi marta haydalganda 2-butanolning 98–100°C da qaynaydigan fraksiyasi yig'iladi. 2-Butanolning miqdori 6 g.

2-Butanol (ikkilamchibutil spirt, metiletilkarbinol) suyuqlik va suvda yomon eriydi, etanolda, efirda yaxshi eriydi, $d_4^{20}=0,8060$ g/ml.

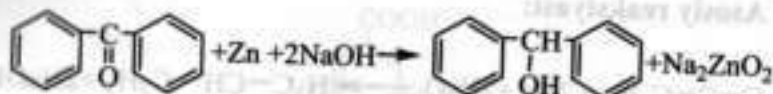
Reaktiv
kislota

114,7°C; qaynash harorati – 99,5–100°C,
74,12 g/mol.

Benzgidrol



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 9,2 g benzofenon, 10 g rux kukuni, 10 g natriy gidroksid, xlorid kislota ($d=1,18$ g/ml), etil spirt.

Forshtoss yordamida aralashtirgich va qaytarma sovutgich bilan jihozlangan 500 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbaga 10 g maydalangan natriy gidroksid, 9,2 g benzofenon, 100 ml 95 % li etil spirt va 10 g rux kukuni solinadi. Reaksiyon aralashma 2–3 soat davomida aralashtiriladi. Bunda aralashma qiziydi. Sovutilgan reaksiyon massa filtrlanadi, cho'kma filtrda 10 ml qaynoq spirt bilan yuviladi. Yig'ilgan filtrat muzli suvga quyiladi va (taxminan 21 ml) kongo bo'yicha kislotali muhit hosil bo'lguncha konsentrlangan xlorid kislota qo'shiladi. Benzgidrol kristall massa holida cho'kmaga tushadi, uni filtrlab olib havoda quritiladi va spirtida qayta kristallanadi.

Benzgidrolning miqdori 9 g.

Benzgidrol (difenilkarbinol) – ipakka o'xshash ignasimon kristall modda bo'lib, suvda yomon eriydi, u asosan, spirt, efir, sirka kislota va xloroformlarda yaxshi eriydi. Suyuqlanish harorati – 68°C; qaynash harorati – 298,5°C; 180°C (20 mm sim. ust.). Molekulyar massasi 184,23 g/mol.

Shovul kislota sintezi

Formulasi:

HOOC-COOH

Asosiy reaksiyasi:

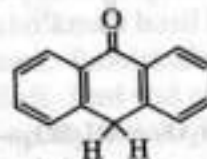


Reaktivlar: 15 g saxaroza, 150 ml kons. HNO_3 (66 %), 0,05 g V_2O_5 .

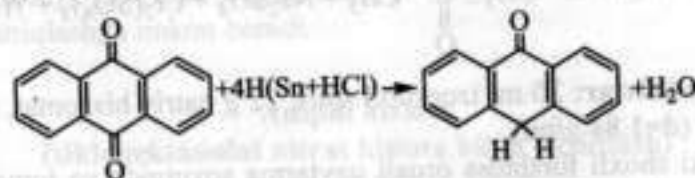
250 ml sig'imli stakanga 150 ml 66 % li HNO_3 solib, aralashtirib turgan holda 15 g saxaroza, 0,05 g V_2O_5 solinadi. Bir qancha vaqt o'tgandan keyin NO_2 qo'ng'ir gazlari ajrala boshlaydi. Aralashma qizimasligi lozim. Eritma yashil tusda bo'ladi va bir necha soat o'tgandan keyin shovul kislotaning rangsiz katta-katta kristallari hosil bo'ladi. Reaksiyon aralashma 1 kecha qoldiriladi. Ertasi kristallar shisha filtr yordamida filtrlab olinadi. 15 ml sovuq suv bilan yuviladi. 10–20 ml issiq suv bilan qayta kristallanadi. Unumi 12 g.

Antron

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Anthraxinon 10,5 g (0,05 mol), qalay metalli (donachalari) 10 g (0,08 mol), xlorid kislota ($d=1,19$) 25 ml (0,3 mol), 75 ml muz sirka kislota, benzol, petroley efir.

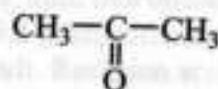
250 ml sig'imli, tubi dumaloq kolba qaytarma sovutgichda jihozlanib, unga 10,5 g antroxinon 10 g qalay donachalari bilan aralashtiriladi va 75 ml muz sirka kislota qo'shiladi. Aralashma qaynab turgan holda unga 1–1,5 soat davomida 25 ml konsentrlangan xlorid kislota 1 ml dan quyiladi. Bunda antraxinonning hammasi eritmaga o'tishi lozim, aks holda yana qalay va xlorid kislota qo'shiladi.

So'ngra eritmaga Shotta voronkasida filtrlanib, filtratga 10 ml suv qo'shib, 10°C gacha sovutilganda antron kristallanadi. U Shotta voronkasida filtrlanib, suv bilan yuviladi va quritiladi. Antronning suyuqlanish harorati – 153°C. Miqdori – 8 g. Toza antron olish uchun u benzol va petroliy efir (3:1) aralashmasida qaytadan kristallanadi. Uning suyuqlanish harorati – 154–155°C.

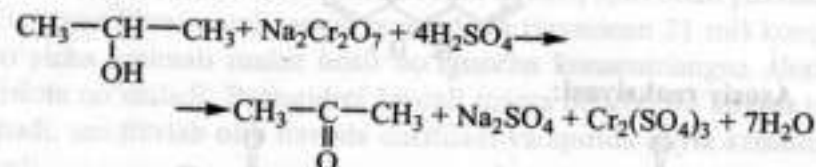
Miqdori 6 g atrofida.

Atseton

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 20 ml izopropil spirt, 22 g natriy bixromat, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml).

Ikki shoxli forshtoss orqali qaytarma sovutgich va tomizgich voronka bilan jihozlangan 200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 20 ml izopropil spirt quyiladi. So'ngra kichikroq stakanda 22 g natriy bixromat 60 ml suvda eritiladi va asta-sekin 18 ml konsen-

trlangan sulfat kislota quyiladi. Hosil bo'lgan xromli aralashma tomizgich voronkaga solinadi va ehtiyotlik bilan kolbaga oz-ozdan (1–2 ml dan) quyiladi. Birinchi qismi quyilgandayoq shiddatli reaksiya boshlanadi va kolbadagi aralashma qaynay boshlaydi. Keyingi qismini quyishdan avval shiddatli borayotgan reaksiyaning biroz sekinlashishini kutish lozim.

Xromli aralashmaning hamma qismi qo'shib bo'lingandan so'ng kolba qaynab turgan suv hammomida 10 daqiqa qizdiriladi. So'ng reaksiya aralashma sovutiladi, qaytarma sovutgich oqimi pastga qiya qilib o'rnatilgan sovutgichga almashtiriladi va suv hammomida atseton haydaladi. Oldindan tarozida tortib qo'yilgan kolbachaga 55–58°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Atsetonning miqdori 10 g ga yaqin.

Atseton (dimetilketon, propanon) o'ziga xos hidli, rangsiz, tiniq suyuqlik, suv bilan har qanday nisbatda aralashadi. Molekulyar massasi – 58,08 g/mol; qaynash harorati – 56,24°C; $d_4^{20}=0,7908$; $d_4^{20}=1,3590$; suyuqlanish harorati – 95,35°C.

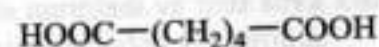
Sifat reaksiyalari. 1. Karbonil guruhini aniqlash. Probirkaga 1 ml 2,4-dinitrofenilgidrazinning xlorid kislotali tuzi eritmasi quyiladi va 1–2 tomchi atseton qo'shiladi. Atseton 2,4-dinitrofenilgidrazonning sariq cho'kmasi hosil bo'ladi.

2. Yodoformli namuna. Probirkadagi 2 ml suvga 2 tomchi atseton qo'shib chayqatiladi, 1 ml yod eritmasi qo'shiladi va keyin rang yo'qolguncha bir necha tomchi ishqor eritmasi tomiziladi. Darhol o'ziga xos hidli yodoformning sariq cho'kmasi hosil bo'ladi. Reaksiya juda ham sezgir bo'lib, suvdagi atsetonning 0,04 % ini ham aniqlashga imkon beradi.

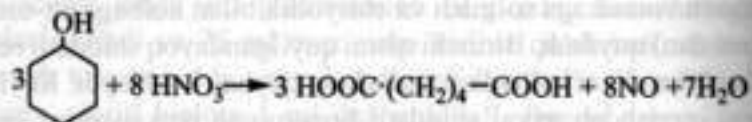
Adipin kislota

(siklogeksanolni nitrat kislota bilan oksidlash)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 g siklogeksanol, 43 ml nitrat kislota ($d=1,4$ g/ml).

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Qaytarma sovutgich va tomizgich voronka bilan jihozlangan 200 ml sig'imli, ikki bo'g'izli, tubi dumaloq kolba olinadi. Nitrat kislota bug'lari va azot oksidlari rezina probirkalarni kuchli yemiradi, shuning uchun asbob yig'ilganda rezina probkalar o'rniga astbestlangan probkalar ishlatiladi yoki shilifli asbob yig'iladi.

Kolbaga 43 ml konsentrlangan nitrat kislota solib, qaynaguncha qizdiriladi va qaynoq nitrat kislota tomizgich voronkadan bir necha tomchi siklogeksanol quyiladi. Darhol ko'p miqdorda azot oksidlari ajralib chiqib, shiddatli oksidlanish reaksiyasi boshlanadi.

Qolgan siklogeksanol ehtiyotlik bilan oz-ozdan qo'shiladi (1 daqiqada 8–10 tomchi tezlikda). Siklogeksanolning hammasi qo'shib bo'linganidan keyin reaksiya aralashma 10–15 daqqa azot oksidlarining chiqishi tamom bo'lguncha qizdiriladi va stakanga ag'dariladi. Cho'kmaga tushgan adipin kislota filtrlab olinadi, filtratda 5 ml sovuq suv bilan yuviladi va suvda qaytadan kristallanadi.

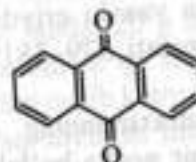
Adipin kislota miqdori 7 g atrofida.

Adipin kislota (1,4-butandikarbon kislota, geksandion kislota) – rangsiz kristall kukun, suvda, efrida yomon eriydi, spirta yaxshi eriydi. Suyuqlanish harorati $151\text{--}153^\circ\text{C}$; qayanash harorati – $337,5^\circ\text{C}$; 216°C (15 mm sim. ust.).

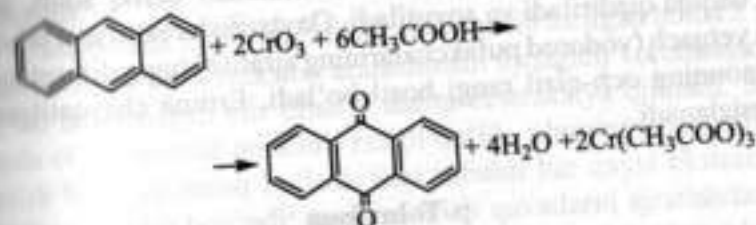
Molekulyar massasi – 146,15 g/mol.

Antraxinon

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 1,25 g antratsen, 5 g xrom (VI) oksid, 75 ml muz sirka kislota, natriy gidroksid.

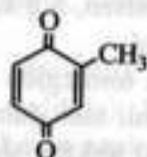
Qaytarma sovutgich va tomizgich voronka bilan jihozlangan ikki bo'g'izli 300 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 1,25 g maydalangan antratsen va 55 ml sirka kislota solinadi. Hosil bo'lgan aralashma antratsenning hammasi eriguncha, qizdiriladi. So'ngra qaynab turgan aralashmaga bir soat davomida 7,5 g xromat angidridning 5 ml suv va 20 ml muz sirka, kislota eritmasi tomizgich voronka orqali quyiladi. Reaksiya aralashmaning yashil rangga bo'yalishi oksidlanish reaksiyasining nihoyasiga yetganligini bildiradi. Reaksiya aralashma sovutilgandan so'ng 140 ml suv bilan suyultiriladi va bir kecha qoldiriladi. Cho'kmaga tushgan antraxinon kristallari Byuxner voronkasida filtrlanadi, filtrda suv bilan yuviladi. So'ngra sirka kislota neytrallashtirish maqsadida suyultirilgan soda eritmasi va yana suv bilan yuviladi. Hosil qilingan nam antraxinon havoda quritiladi va muz sirka kislota qayta kristallantiriladi. Antraxinon miqdori 1 g atrofida.

Antraxinon (9,10-digidro-9, 10-diketoantratsen) – och sariq rangli, rombsimon kristall modda, suvda erimaydi, spirtida va efirda qiyin eriydi, konsentrlangan sulfat kislota, anilin, nitrobenzol va qaynoq toluollarda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 208,2 g/mol; qaynash harorati 379–381°C; suyuqlanish harorati – 286°C.

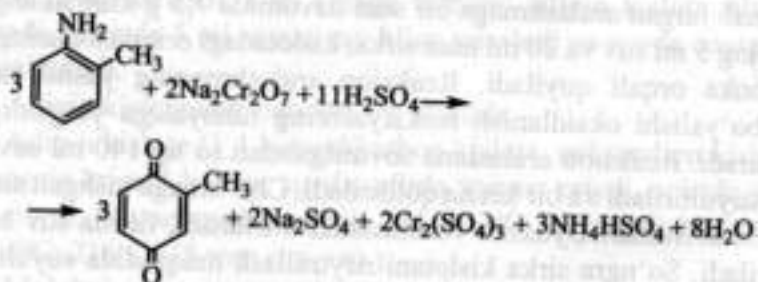
Sifat reaksiyasi. Antraxinonning qaytarilishi. Probirkaga antraxinon kristallaridan bir necha bo'lakcha solinadi va 2–3 ml suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi qo'shiladi. Aralashma qaynaguncha qizdiriladi. So'ngra rux kukunidan ozroq solib, yana 1–2 daqiqa qizdiriladi va sovutiladi. Qaytarilish reaksiyasi nihoyasiga yetgach (vodorod pufakchalarining ajralishi tugaydi), antragidroxinonning och-qizil rangi hosil bo'ladi. Eritma chayqatilganda rangsizlanadi.

p-Toluxinon

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 20 g o-toluidin, 55 g natriy bixromat, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), dietil efir, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

1 l sig'imli stakanga 20 g o-toluidin, 580 ml suv va 44 ml konsentrlangan sulfat kislota solinadi. Stakan muzli hammomga quyiladi. Aralashtirib turgan holda, 20 g maydalangan natriy bixromat oz-ozdan bir soat davomida qo'shiladi. Bunda reaksiya aralashmaning harorati 5°C dan oshib ketmasligi lozim (aralashmani ichki tomondan muz bilan sovutish mumkin). Yana bir soat aralashtiriladi va bir kecha qoldiriladi. So'ngra aralashtirib turib 35 g yaxshi maydalangan natriy bixromat oz-ozdan 1,5 soat davomida qo'shiladi.

Aralashmada vaqti-vaqti bilan aralashtirib turilgan holda 2 soat qoldiriladi. So'ngra reaksiya aralashmani ajratgich voronkaga quyib, 50 ml porsiyali efir bilan 3 marta ekstraksiya qilinadi. Suvli hamda efirli qavatlar qoramtir rangli bo'lib, ularning chegaralarini ajratish biroz qiyinroq bo'ladi. Shu sababli har qaysi ekstraksiya quyidagicha olib boriladi: suvli va efirli qavatlarni ajratishdan oldin suyuqlikning ustki qavatidan taxminan 50 ml boshqa idishga olinadi.

Qolgan aralashmaga kichikroq ajratgich qo'yiladi, bunda ajraladigan qavatlarning chegarasi ancha yaqqolroq bilinadi va ajratish oxiriga yetkaziladi. Yig'ilgan efirli ekstraktlar (150 ml) qizdirilgan kalsiy xlorid bilan quritiladi.

Quritilgan eritmada efir haydash olinadi va darhol toluxinon suv bug'i bilan tezda haydaladi. Suv bug'i bilan haydash asbobini oldindan tayyorlab qo'yish lozim. Agar haydash vaqtida toluxinonning ozroq qismi sovutgich nayida qolsa, u yig'ishtirib olinib, yig'gich-kolbachadagi toluxinonga qo'shiladi. So'ng toluxinon filtr qog'ozida siqiladi va eksikatorida kalsiy xlorid ustida quritiladi.

Toluxinon miqdori 10 g.

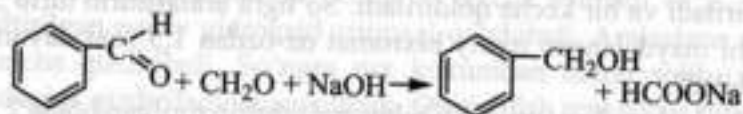
p-Toluxinon (2-metilxinon, 2-metil-benzoxinon) – sariq bargsimon yoki ignasimon kristall holidagi modda, qaynoq suvda, spirtida, efirda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 122,13 g/mol; sublimatlanadi; suyuqlanish harorati – 65–67°C.

Benzil spirt

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 11,9 ml benzoy aldegid, natriy gidroksid, formalin, natriy bisulfid, suvsizlantirilgan natriy sulfat.

Aralashtirgich, qaytarma sovutgich va tomizgich voronka bilan jihozlangan 200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 11,9 ml yangi haydalgan benzoy aldegid, 30 ml suv va 30 ml 35–40 % li formalin eritmasi quyiladi. To'xtovsiz aralashtirib turgan holda reaksiyon aralashmaga 30 ml natriy gidroksidning 40 % li eritmasi tomizgich voronka orqali qo'shiladi. Bunda aralashmaning harorati 70°C gacha ko'tariladi. So'ngra reaksiyon aralashma 10 soat qoldiriladi.

Suyuqlik ikki qavatga bo'linadi: ustki qavat benzil spirt bilan ajratgich voronka yordamida ajratib olinadi, shundan so'ng natriy bisulfid eritmasi va suvga yuviladi hamda suvsizlantirilgan natriy sulfat bilan quritiladi. Quritilgan eritma Vyurs kolbasiga quyiladi va kolbani asbest to'ri ustida qizdirib turib, benzil spirt haydaladi.

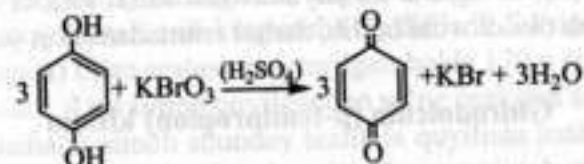
Benzil spirtning miqdori – 7,5 g. Qaynash harorati – 206°C.

p-Benzoxinon (gidroxinondan olish)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 g gidroxinon, 5,5 g kaliy bromat, sulfat kislota.

Ishlash vaqtida ehtiyot chorasini ko'rish lozim. p-Benzoxinon zaharli modda. Shilliq pardalarga ta'sir etadi.

200 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 100 ml suv, 5,5 g kaliy bromat va 5 ml 5 % li sulfat kislota eritmasi (katalizor sifatida) solinadi. Aralashtirib turib 10 g gidroxinon qo'shiladi. Reaksiyon aralashmaga termometr tushuriladi va suv hammomida 50°C gacha qizdiriladi. Bunda qattiq moddalar eriydi va oraliq modda sifatida deyarli qora kristall holidagi xingidron hosil bo'lishi bilan reaksiya boshlanadi. 10–15 daqiqadan so'ng oksidlanish reaksiyasi tugaydi. Reaksiyon massaning qora rangli hosil bo'lgan p-benzoxinonning och-sariq rangiga aylanadi.

Agar aralashmaning rangi to'la o'zgarmasa, unga yana 0,5 g kaliy bromat qo'shish lozim bo'ladi. Reaksiyon aralashma 0°C gacha sovutiladi, cho'kmaga tushgan p-benzoxinon filtrlanadi, ozroq muzli suv bilan filtrda yuviladi va havoda filtr qog'oz orasida quritiladi. p-Benzoxinon miqdori 9,5 g.

p-Benzoxinon (p-xinon) o'ziga xos hidli, sariq tilla rang kristall modda, sovuq suvda kam eriydi, issiq suvda, spirtida, efirda, benzolda yaxshi eriydi. Suyuqlanish harorati – 115,7°C. Molekulyar massasi – 108,09 g/mol. Xinon shliflangan probkali, qoramtir shishadan yasalgan bankalarda saqlanadi. Xinon sublimatlanadi, havoda uchuvchan.

Sifat reaksiyalari. 1. Ikkita probkaga 3 ml dan ligroin quyiladi. So'ngra birida ozgina p-benzoxinon, ikkinchisida esa shuncha miqdorda fenol eritiladi. Ikkala eritma aralashtiriladi va sovutiladi, fenoxinonning qizil igna kristallari cho'kmaga tushadi.

Gidrodolchin (β -fenilpropion) kislota

Formulasi:


$$\text{C}_6\text{H}_5\text{--CH=CH--COOH} + 2\text{Na} + 2\text{H}_2\text{O} \longrightarrow$$


5% li o'yuvchi natriyning 40 ml eritmasida 4,7 g dolchin kislota qizdirib eritiladi. Olingan eritma kolbaga quyilib uy haroratigacha sovutiladi va yaxshi aralashtirib turilgan holda, unga natriy amal-gamasi oz-ozdan qo'shiladi. Reaksiyaning oxirida ozroq vodorod ajralib chiqishi kuzatiladi.

Agar qaytarilish tamom bo'lgan bo'lsa, unda namunaga olingan eritmaning muhitini xlorid kislotasi bilan kislotali muhitga keltirib, yana natriy karbonat orqali ishqoriy muhitga keltirilganda, permanganat eritmasi rangsizlanmasligi lozim.

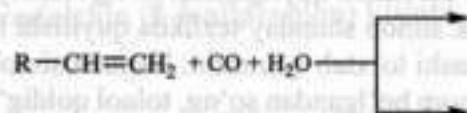
Reaksiya tamom bo'lgandan so'ng eritma ajratgich voronkada simobdan ajratilib, xlorid kislota bilan neytrallanib, filtrlanadi va unga 8 ml konsentrlangan xlorid kislota qo'shiladi: bunda gidrodolchin kislota hosil bo'ladi. Agar u moysimon holda cho'kmaga tushsa, aralashma muzli suvda sovutilib, shisha tayoqcha bilan ishqalab kristallanadi. Kristallar filtrlanib, suvda qaytadan kristallanadi.

Gidrodolchin kislotaning suyuqlanish harorati – 48,7°C,
Miqdori – 5–6 g.

Natriy amalgamasini olish. 150–200 ml sig'imli konussimon kolbada 3,45 g natriy metali olib, unga 10 ml toluol quyiladi va asta-sekin natriy metali erib ketguncha qizdiriladi. So'ngra ohistalik (past alangada) bilan aralashtirib turilgan holda 170 g simob metali tomchilatiladi. 4 ml simob quyilgandan so'ng reaksiya sekinroq boradi, keyinchalik simob shunday tezlikda quyilishi lozimki, bunda toluolning qaynashi to'xtab qolmasin. Hamma simob qo'yib bo'linib reaksiya tamom bo'lgandan so'ng, toluol qoldig'i (agar u to'liq bug'lanib ulgurmagan bo'lsa) elektr plitkada qizdirilib, amalgama suyuqlantiriladi va chinni hovonchada issiq holida maydalanib, bankaga solib qo'yiladi.

IX bobga oid masala va mashqlar

1. Quyidagi sxemada hosil bo'ladigan moddalarni nomlang.



2. Ketonning oksidlanishidan izomoy va izovalerian kislotalar hamda atseton olindi. Bu ketonning tuzilishini aniqlang.

3. a) propion aldegid,

b) etilmetilketonning aldol kondensatlanishi reaksiyalari tenglamalarini yozing. Hosil bo'ladigan mahsulotlarni sistematik nomenklaturaga binoan nomlang.

4. a) propanal,

b) butanal,

d) izomoy aldegidga suvsiz muhitda alyuminiy etilat ta'sir ettirilganda boradigan kondensatlanish reaksiyalari tenglamalarini yozing.

5. Atseton va boshqa reagentlardan foydalanib:

a) propan,

b) izomoy kislota,

d) sirka ангидридini sintez qiling.

6. $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ tarkibli modda kumush ko'zgu reaksiyasiga kirishadi, PCl_5 ta'sirida $\text{C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2$ tarkibli birikmani, katalizator ishtirokida qaytarilganda esa 1-butanolni hosil qiladi. Dastlabki moddaning tuzilishini aniqlang.

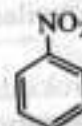
7. Oksidlaganda izomoy va izovalerian kislotalarni hosil qiladigan, NaHSO_3 bilan reaksiyaga kirishmaydigan $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}$ tarkibli ketonning tuzilishini aniqlang.

X BOB. AROMATIK QATORDAGI ELEKTROFIL O'RIN ALMASHINISH REAKSIYALARI BO'YICHA BAJARILADIGAN SINTEZLAR

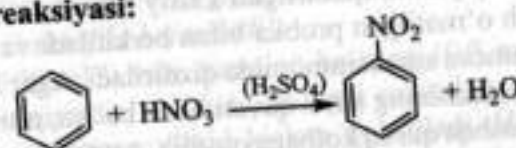
Nitrolash bo'yicha bajariladigan sintezlar

Nitrobenzol

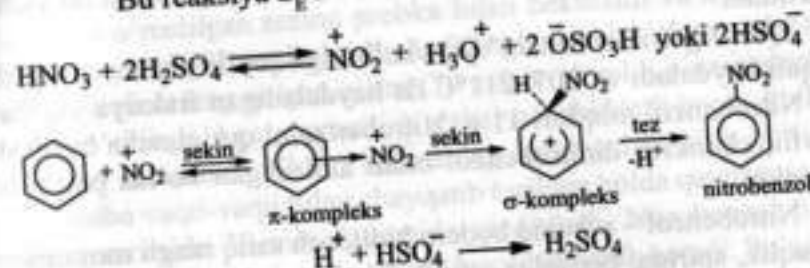
Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Bu reaksiya $\text{S}_{\text{E}} 2$ mexanizmi bo'yicha boradi:



Reaktivlar: 9 ml benzol, 10 ml nitrat kislota ($d=1,41 \text{ g/ml}$), 12,5 ml sulfat kislota ($d=1,84 \text{ g/ml}$), natriy gidroksid, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Havo sovutgich (40–50 sm uzunlikdagi) ulangan 100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 12,5 ml konsentrlangan sulfat kis-

lota solinadi va asta-sekin kolbani chayqatib turib unga 10 ml konsentrlangan nitrat kislota qo'shiladi. Xona haroratigacha sovutilgan aralashmaga chayqatib turgan holda oz-ozdan 9 ml benzol quyiladi (bunda kolbadagi suyuqlik emulsiyaga aylanadi).

Nitrolash davomida reaksiyon aralashmaning harorati 50°C dan ko'tarilmasligi va 25°C dan pasaymasligi lozim. Buning uchun reaksiyon aralashmaga benzol qo'shish tezligini boshqarib va kolba suv hammomida sovutib turiladi. Ko'rsatilgan miqdordagi benzol quyib bo'lingandan so'ng suv hammomining harorati 60°C ga ko'tarilib (termometr hammomga tushiriladi), aralashma 45 daqiqa davomida qizdiriladi. So'ngra reaksiyon aralashma sovuq suvda sovutilib, ajratgich voronkaga quyiladi va kislotali pastki nitrobenzol qavatidan ajratib olinadi.

Nitrobenzol suv, natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi va yana suv bilan yuviladi. Yuvilgan nitrobenzol 50 ml sig'imli konusimon kolbaga quyiladi, qizdirilgan kalsiy xlorid solib, kichikroq havo sovutgich o'rnatilgan probka bilan berkitiladi va suyuqlik tiq holga kelguncha suv hammomida qizdiriladi. Agar kolba tubida kalsiy xlorid eritmasining suvli qavati hosil bo'lsa, nitrobenzol ehtiyotlik bilan boshqa quruq kolbaga quyilib, qaytadan unga qizdirilgan kalsiy xlorid qo'shiladi va yuqorida ko'rsatilgan usul bo'yicha quritiladi.

Quritilgan nitrobenzol Vyurs kolbasiga quyilib, havo sovutgich orqali haydaladi va 207–211°C da haydaladigan fraksiya yig'ildi. Nitrobenzol miqdori 11 g. Nitrobenzolni quriguncha haydash xavfli, chunki u dinitrobenzol bilan aralashgan bo'lsa portlashi mumkin.

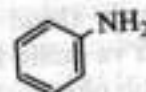
Nitrobenzol – achchiq bodom hidli, och sariq rangli moysimon suyuqlik, spirtga, benzolga, efirda eriydi, suvda deyarli erimaydi. Molekulyar massasi – 123,11 g/mol; qaynash harorati – 210,9°C; $d_4^{18}=1,205$; $p_4^{20}=1,5525$.

Nitrobenzol markaziy asab sistemasini zaharlaydi, modda almashinuvini buzadi, buning natijasida jigar kasallanadi. Nitrobenzol bug'i bilan uzoq vaqt nafas olinsa bosh og'riydi, teriga tegsa quy-

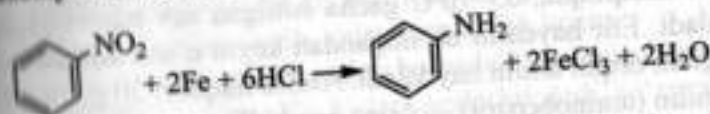
yadi. Terining nitrobenzol tekkan joyini spirt bilan artib, so'ngra suvda yuvish lozim.

Anilin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,3 ml nitrobenzol, 20 g temir (mayda qirindisi), 80 ml xlorid kislota ($d=1,18$ g/ml), kaliy gidroksid, dietil efir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Sig'imi 500 ml li tubi dumaloq kolbaga 10,3 ml nitrobenzol va 20 g temir qirindisi solinadi. So'ngra oz-ozdan, taxminan 1–2 ml dan konsentrlangan xlorid kislota qo'shiladi. Har gal kislota qo'shilganidan so'ng kolba 25–30 mm uzunlikdagi nay yoki havo sovutgich o'rnatilgan rezina probka bilan bektiladi va kolbadagi mahsulot yaxshilab aralashtiriladi. 20 ml xlorid kislota qo'shilgandan keyin uning qolgan qismi (70 ml) 8–10 ml li portsiyalarga bo'lib qo'shiladi. Agar qaytarilish reaksiyasi shiddatli borsa, kolba suv bilan sovutiladi. Xlorid kislotaning hammasi qo'shib bo'lingach, kolba vaqti-vaqti bilan chayqatib turilgan holda qaynayotgan suv hammomida 30 min davomida qizdiriladi. Nitrobenzol hidi chiqmay qolishi reaksiya tamom bo'lganidan darak beradi. So'ngra aralashmaga ishqoriy muhit hosil bo'lguncha ehtiyotlik bilan 30 g natriy gidroksidning 40 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Bunda suv bug'i bilan haydash asbobi tayyorlab qo'yilgandan keyin, aralashmaga ishqor eritmasi quyiladi, aks holda, anilinning bir qismi bug'lanib ketishi mumkin. Anilin qaynoq reaksiyon aralashmadan

suv bug'i bilan haydab olinadi. Yig'gich kolbada yig'ilgan suvli emulsiya asta-sekin qavatlariga ajratiladi. Sovutgichdan rangsiz distilyat ajrala boshlagandan so'ng yana 80 ml ga yaqin suyuqlik haydaladi. Anilin suvda sezilarli darajada eriydi. Shu sababli uni mumkin qadar to'la ajratib olish uchun haydab olingan mahsulot osh tuzi bilan to'yintiriladi. Buning uchun har 100 ml distilyatga 20 g yaxshi maydalangan natriy xlorid qo'shiladi. Aralashtirib turilgan holda osh tuzi eritiladi va anilin ketma-ket 40, 20 va 20 ml efir bilan ekstraksiyalab ajratib olinadi. Ekstraktlarni qo'shib kaliy gidroksidning bir necha qattiq bo'lakchalari bilan quritiladi va asbobdan uzoqroqda, 65–70°C gacha isitilgan suv hammomida efir haydaladi. Efir haydalib bo'lingandan keyin o'sha kolbadan havo sovutgichi orqali anilin haydaladi. Anilin miqdori 30 g atrofida.

Anilin (aminobenzol) – o'ziga xos hidli, rangsiz yoki och sariq rangli suyuqlik, yorug'lik ta'sirida va havoda qorayadi, suvda yomon eriydi (20°C da 3 % va 100°C da 6 %), spirt, efir, benzol bilan aralashadi. Molekulyar massasi – 93,14g/mol; suyuqlanish harorati – 6,15°C; qaynash harorati – 184,40°C; $d_4^{20}=1,0217$; $n_D^{20}=1,5863$.

Anilin kuchli zahar.

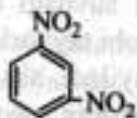
Sifat reaksiyalari. Anilinning oksidlanishi.

1. Probirkada 4 tomchi anilin 10 ml suvda eritiladi, bir necha tomchi xlorid kislota qo'shiladi va kaliy bixromatning kristallari-dan bir necha donasi 2 ml suyultirilgan sulfat kislota eritiladi. Aralashma ehtiyotlik bilan qizdirilganda to'q-yashil rang va qora cho'kma hosil bo'ladi ("qora anilin").

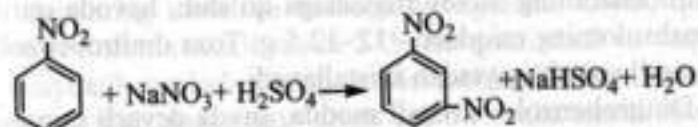
2. Probirkaga 2 tomchi anilin, 20 ml suv va 2–3 tomchi xlorli ohak eritmasidan qo'shiladi. O'ziga xos binafsha rang hosil bo'ladi.

m-Dinitrobenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 8,3 ml nitrobenzol, 25 ml sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 12,5 g natriy nitrat, natriy karbonat, etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

m-Dinitrobenzol juda zaharli. m-Dinitrobenzol bug'lari bilan nafas olmaslik choralarini ko'rish lozim. Agar bu modda, qo'lga to'kilsa, darhol qo'lni yuvib, spirt bilan artish lozim.

100 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbada 83 ml nitrobenzol bilan 25 ml kontsentrlangan sulfat kislota aralashtiriladi, so'ngra suyuqlikka termometr tushirib, 80–90°C gacha qizdiriladi. Keyin harorat 130°C dan yuqori ko'tarilmasligini kuzatib turgan holda 12,5 g maydalangan natriy nitrat oz-ozdan qo'shiladi. Natriy nitrat eriydi, sulfat kislota loyqalanadi va biroz azot oksid ajralib chiqishi kuzatiladi. Hosil bo'lgan m-dinitrobenzol moysimon qavat holida ajralib chiqadi. Reaktsion aralashmaning hammasi batamom eritmaga o'tguncha yana 30 daqiqa qizdiriladi. Shundan keyin kolbadagi aralashma 70°C gacha sovutiladi va kuchli aralashtirib turgan holda stakandagi 200 g maydalangan tuz ustiga quyiladi. m-dinitrobenzol sariq amorf massa holida cho'kadi.

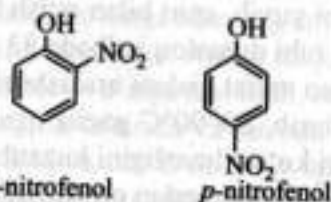
Sovutilgan kislotali eritma dekantatsiya usuli bilan cho'kmadan ajratiladi, so'nggi mahsulotga 50 ml suv qo'shiladi va qaynaguncha qizdiriladi. Bunda m-dinitrobenzol suyuqlanadi. So'ngra eritmaning suv qismi dekantatsiya usuli bilan boshqa idishga quyiladi. Suvga ishqoriy muhit hosil bo'lguncha natriy karbonat qo'shib, stakandagi qoldiq yana yuqoridagi usul bilan ishlanadi. Eritmani sovutib, suv filtr orqali o'tkaziladi, stakan tubida qolgan m-dinitrobenzol (qattiq kulcha shaklida) yana ikki marta toza (har gal 50 ml dan) suvda eritiladi va sovigan eritma o'sha filtr orqali filtrlanadi. Filtrda tutilib qolgan oz miqdordagi kristallar sovuq suv bi-

lan yuviladi, filtr qog'ozi orasiga olib siqiladi va stakandan olingan m-dinitrobenzolning asosiy massasiga qo'shib, havoda quritiladi. Nam mahsulotning miqdori – 12–12,5 g. Toza dinitrobenzol olish uchun u etil spirtida qaytadan kristallanadi.

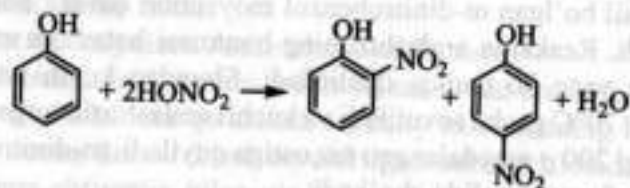
m-Dinitrobenzol – kristall modda, suvda deyarli erimaydi. U spirt, benzol toluolda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 168,10 g/mol; suyuqlanish harorati – 89,8°C; qaynash harorati – 297°C.

o- va p-Nitrofenol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 28,2 g fenol, 185 ml nitrat kislota ($d=1,11$ g/ml), natriy gidroksid, xlorid kislota, aktivlangan ko'mir, etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Fenol bilan ishlashda ehtiyot bo'lish lozim. Fenol bilan ishlash qoidalariga qarang.

100 ml sig'imli konussimon kolbada 28,2 g fenol, 5 ml suv solib, fenol suyuqlanguncha kolba sekin qizdiriladi. Suyuqlangan fenolni chayqatib turib, suv bilan sovutilayotgan 500 ml sig'imli tubi dumaloq kolbadagi 185 ml suyultirilgan nitrat kislota ($d=1,11$ g/ml) oz-ozdan quyiladi. Fenol qo'shilayotganda reaksiya

aralashmaning harorati 20°C dan oshib ketmasligiga qarab turish lozim. Fenolning hammasi kolbaga solingandan keyin, qoramtir reaksiya aralashma muzli suvda 2–3 soat qoldiriladi va vaqt-vaqti bilan chayqatib turiladi. So'ng aralashmaning kislotali qismi asta-sekin to'kiladi, moysimon qismi esa bir necha marta suvda yuviladi (dekantatsiya usuli) va suv bug'i bilan haydaladi.

o-Nitrofenol sariq tusli, tez kristallanuvchan moy holida yig'gichda yig'iladi. Agar o-nitrofenol sovutgichda kristallana boshlasa, unga beriladigan suv oqimi vaqtincha to'xtatiladi. o-nitrofenol suyuqlanib, yig'gich-kolbaga o'tadi. Haydash nihoyasiga yetgach, o-nitrofenol Byuxner voronkasi yordamida so'rib olinadi va havoda quritiladi (o-nitrofenol uchuvchan bo'lgani uchun uni quritish shkafida quritib bo'lmaydi), o-nitrofenol miqdori 9 g. Agar hosil qilingan o-nitrofenol yetarli darajada toza bo'lmasa, u suyultirilgan spirtidan qayta kristallanadi.

o-Nitrofenol haydalib bo'lgandan keyin qolgan p-nitrofenol suvdan ajratiladi, stakandagi 170 ml natriy gidroksidning 10 % li eritmasiga quyiladi, unga ozroq miqdor aktivlangan ko'mir qo'shib qaynatiladi va filtrlanadi. Filtrat eritma tomchisi sovutilganda qotib qolmaguncha suv hammomida bug'latiladi. So'ngra unga 30 % li natriy gidroksid eritmasidan 15 ml qo'shiladi va muzli suvda sovutiladi. Ajralib chiqqan p-nitrofenolning natriyli tuzi filtrlanadi, voronkada bir necha marta 10 % li natriy gidroksid eritmasining oz miqdordagi porsiyalari bilan yuviladi va shisha probka bilan siqiladi. Hosil bo'lgan tuzli stakanga solib, 10 % li xlorid kislota eritmasi bilan qizdirilib parchalanadi. Ajralib chiqqan moysimon p-nitrofenol sovutilganda qotadi. Suvli qavat to'kiladi va p-nitrofenol (1–2% li) suyultirilgan xlorid kislota qaynoq eritmasidan kristallantiriladi. Eritma soviganda p-nitrofenol uzun rangsiz ignasiimon kristallar holida ajraladi. p-Nitrofenol miqdori 4–5 g.

o-Nitrofenol o'tkir hidli sariq kristall modda, sovuq suvda kam eriydi, qaynoq suv, spirt va efirda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 139,11 g/mol; suyuqlanish harorati – 45°C; qaynash harorati – 217°C; $d^{20}_4=1,2712$ g/ml. o-Nitrofenol tuzlari tilla rang bo'ladi.

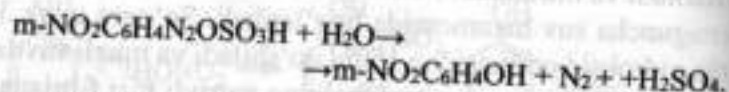
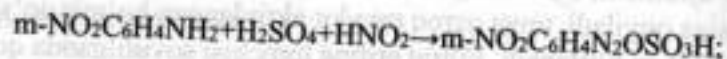
p-Nitrofenol – hidsiz, rangsiz kristall modda, qaynoq suv, spirt va efirda yaxshi eriydi. Suyuqlanish harorati 114°C ; qaynash harorati – 279°C (qaynaganda parchalanadi); $d_{4}^{20}=1,480$. p-Nitrofenol tuzlari sariq rangli bo'ladi.

Sifat reaksiyasi. Rangli nitrofenolyatlar hosil qilish. Probirkalarga o- va p-nitrofenollar kristallaridan bir nechta solib, spirtida eritiladi va 1–2 tomchi suyultirilgan kaliy gidroksid eritmasidan to'q sariq yoki sariq rang paydo bo'lguncha qo'shiladi. o-Nitrofenol uchun rangni sariqdan to'q sariq va p-nitrofenol uchun rangsizdan sariq rangga o'zgarishi hosil bo'lgan tuzlarning ionlanishi natijasida sodir bo'ladi.

m-Nitrofenol

Formulasi: $\text{m-NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$

Asosiy reaksiyasi:



4 l hajmli kolbaga 210 gr (1,5 mol) maydalangan m-nitroanilin ehtiyotlik bilan joylashtiriladi va ishlab turgan mexanik aralashtirgich yoki qo'l bilan massasi aralshtirib turgan holda avval 450 ml suv va 330 ml konsentrlangan sulfat kislotaning sovuq holdagi aralashmasini, so'ngra 800 gr yupqa qilib maydalangan muz qo'shiladi. Bir jinsli aralashma hosil bo'lgandan so'ng, 105 g (1,52 mol) natriy nitratni 250 ml suvda eritib, hosil qilingan eritmani ajratgich voronka qo'yib, voronkaning jo'mrakchasini stakan tubigacha tushurib tezgina (8–10 daqiqa oralig'ida) quyiladi. Quyish yod kraxmalli qog'ozga erkin nitrit kislotaga to'yoq qolib ketmaydigan reaksiya borguncha davom ettiriladi (bunda 25–30 ml nitrit eritmasi sarflanmay qoladi).

Diazotirlash vaqtida aralashmaning haroratini $0-5^{\circ}\text{C}$ atrofida saqlab turish zarur. Nitritni qo'shib bo'lgandan so'ng aralashtirish yana 5–10 daqiqa davom ettiriladi. Shundan so'ng reaksiya mas-hana yana 5 daqiqa tinch qoldiriladi. Bunda stakan tubida m-nitrobenildiazoniy sulfatning og'ir kristall cho'kmasi cho'kadi. So'ngra cho'kma ustidagi suyuqlik to'kiladi.

Diazotirlash jarayoni borguncha, 5 litrli tubi dumaloq kolbaga 750 ml suv va 1 litr sulfat kislotaga aralashtiriladi va bu eritma qaynaguncha (160°C) katta halqasimon gaz gorelkasi yordamida qizdiriladi. Qaynab turgan suyuqlikka ajratgich voronka orqali dekantatsiyalanagan diazoniy tuzi eritmasidan shunday tezlikda quyish lozimki, bunda aralashma qattiq qaynab tursin, buning uchun esa 50 daqiqacha vaqt talab etiladi. Shundan so'ng diazoniy sulfat kristallaridan (kichik-kichik porsiyalarda) oz-ozdan qo'shish lozimki, ajralib chiqayotgan azot reaksiya massasi ko'pirtirib kolbadan chiqarib yubormasin. Diazoniyni qo'shish tugagandan so'ng suyuqlik yana bir necha daqiqa qaynatiladi, keyin kolbadagi mahsulot katta stakanga quyiladi. Sovuq suv oqimida sovutiladi va bir jinsli kristall massa hosil bo'lishi uchun aralashma kuchli tarzda aralashtiriladi.

Sovutish natijasida cho'kmaga tushgan nitrofenol so'rish usulida bilan filtrlanadi, ehtiyotlik bilan siqiladi va bir necha marta muzli suvda (450 ml) yuviladi. Yuvilgan mahsulot filtr qog'oz ustiga joylashtiriladi va iliq xonada quritiladi. Shunday usulda olingan m-nitrofenol sariq-jigar rangda bo'lib, ba'zida to'qroq rangli bo'lakchalari ham bo'lishi mumkin.

Unum 170–180 gr (81–86 %).

1. Bu sintez uchun 98,4 % li texnik mahsulotdan muvaffaqiyatli foydalanilgan. Unga toza bo'lmagan m-nitroanilin ishlatilganda mahsulot unumi biroz kamayadi. m-Nitroanilinni muz va suyiltilgan kislotaga aralashmasiga ham qo'shish mumkin.

2. Natriy nitrit eritmasini iloji boricha tezroq qo'shish talab etiladi. Agar u juda ham tez quyilsa, bunda ko'pirish anchaga ko'payadi.

3. Bu eritmaning filtrlanishi sekin boradi va odatda, ortiqcha hisoblanadi. Ba'zida eritmada qo'shimchalar bo'lishi mumkin, uning tabiati to'g'ri aniqlanmagan. Bunday holatda diazoniyl tuzini muzli suv bilan dekantatsiya usulida yuvgandan keyin filtrlash lozim.

4. Qo'shish boshlanishida eritma och sariq rangdan asta-sekin jigar rangga o'tadi, keyinchalik nitrofenol bilan to'yintirish natijasida eritma ancha to'q rangga kiradi va m-nitrofenol moysimon ko'rinishda ajraladiki, uni filtrlab bo'lmaydi. Eritmaning oxirgi hajmi – 3–5 l.

Agar m-nitroanilin o'rniga ekvivalent miqdorda uning hosilalari olinsa, bunda tegishli almashingan m-nitrofenollarni shunday yaxshi unum bilan olish mumkin. Bu usulda 3-metoksi-5-nitrofenol va 3-nitro-4,6-ksilol olingan. Birinchi holatda diazotirlash uchun biroz ko'proq muz olish tavsiya etiladi.

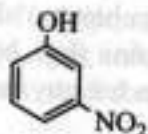
Diazoniyl tuzi eritmasini teng hajmdagi sulfat kislotasi va suv aralashmasiga qo'shish lozim. m-Nitrofenolni haydash tugallangach, kolbani sovutib, keyin undan havo o'tkazish lozim. Aksincha qilinsa cho'kma parchalanishi mumkin, hatto bu parchalanish kuchli portlashga olib kelishi ham mumkin.

Olinishning boshqa usullari.

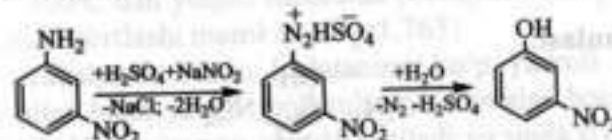
m-Nitrofenolni, m-nitroanilinni diazotirlash va keyinchalik ko'p hajmdagi suv bilan qizdirib, benzolga simob nitrati va nitrat kislotasini karbonat kislotasi atmosferasida ta'sir ettirib va m-nitrofenetolni (fenasetinni nitrolash, gidrolizlash va spirtli muhitda diazotirlab) bromid kislotasi bilan qizdirib olish mumkin.

m-Nitrofenol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2 g m-nitroanilin, 1 g natriy nitrit, sulfat kislotasi ($d=1,84$ g/ml), aktivlangan ko'mir.

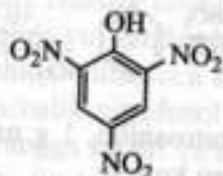
Ish mo'rili shkaftda bajariladi!

100 ml sig'imli stakanga 4 ml konsentrlangan sulfat kislotasi, 5 ml suv va 2 g m-nitroanilin solinadi. Hosil bo'lgan aralashmani shisha tayoqcha yordamida maydalab gomogen fazaga aylantiriladi, muzli suv hammomida 5°C gacha sovutib, ustiga 10 g muz solinadi va 5°C gacha sovutilgan aralashmaga 1 g natriy nitritning 3 ml suvdagi 5°C gacha sovutilgan eritmasi tomchilatib qo'shiladi. Reaksiya aralashmaning harorati 5°C dan oshmasligi lozim. Hosil bo'lgan diazoniyl tuzining eritmasi xona haroratida 10 daqiqa qoldiriladi. So'ngra u 150 ml sig'imli tubi yassi konussimon kolbadagi qaynoq holga keltirilgan sulfat kislotasi eritmasiga (10 ml sulfat kislotasi va 8 ml suv) oz-ozdan quyiladi. Reaksiya aralashma 5 daqiqa qizdiriladi va shundan so'ng qizdirish to'xtatiladi. Qaynoq eritmaga ozroq aktivlangan ko'mir qo'shib qizdirish yana 3 daqiqa davom ettiriladi. Qaynoq eritma shisha filtr orqali filtrlanadi. Shisha filtrga ko'mir qo'shilmasligi uchun unga doira shaklida qirqilgan filtr qog'oz solinadi. Filtrat muzli suv hammomiga joylashtirilib, shisha tayoqcha bilan ishqalash orqali m-nitrofenol kristallanadi. m-Nitrofenol filtrlanib, 25 % li sulfat kislotasi eritmasida (6 ml suvga 1 ml konsentrlangan sulfat kislotasi) eritiladi. Aktivlangan ko'mir kukunidan qo'shib qaynatiladi va filtrlanadi. Filtrat muzli suvda sovutilsa, m-nitrofenol sariq kristallar hosil qiladi. Cho'kma filtrlanadi va havoda quritiladi. m-Nitrofenolning miqdori 1 g.

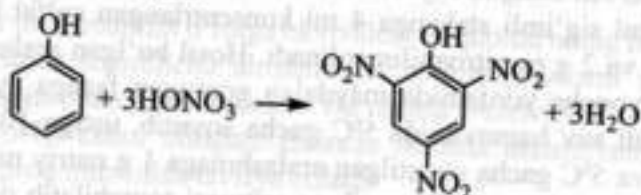
m-Nitrofenol – sariq kristall modda, suvda eriydi; spirt, efir va benzolda oson eriydi. Molekulyar massasi – 139,12 g/mol; suyuqlanish harorati – $96-97^{\circ}\text{C}$; qaynash harorati – 194°C (70 mm sim. ust.).

Pikrin kislota

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 5,9 g fenol, 20 ml sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 12,5 ml nitrat kislota ($d=1,5$ g/ml), etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

200 ml sig'imli konussimon kolbada 5,9 g fenol bilan 11 ml konsentrlangan sulfat kislota aralashtirilib, qaynab turgan suv hammomida 1 soat davomida qizdiriladi. Bunda 2,4-fenol-disulfokislota hosil bo'ladi. Bu eritma tuz qo'shilgan muzda 0°C gacha sovutiladi, unga chayqatib turib 12,5 ml konsentrlangan nitrat kislota va 9 ml konsentrlangan sulfat kislota dan iborat aralashmadan oz-ozdan qo'shiladi. Reaksiya aralashma xona haroratida bir kecha qoldiriladi, so'ngra suv hammomida 30°C da 1 soat qizdiriladi. Reaksiyani oxiriga yetkazish uchun aralashma 2 soat qaynab turgan suv hammomida qizdiriladi. So'ngra unga ehtiyotlik bilan 65 ml suv qo'shib, muzli suv hammomida sovutiladi. Hosil bo'lgan kristallar filtrlanadi, sovuq suv bilan filtda yaxshilab yuviladi va suyultirilgan spirtida (1 hajm spirt va 2 hajm suv) qayta kristallanadi. Pikrin kislota miqdori 13 g.

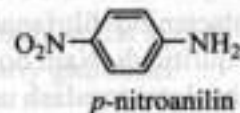
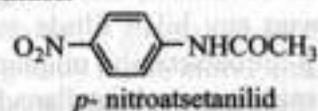
Pikrin kislota (2, 4, 6-trinitrofenol) – och sariq rangli kristall modda, sovuq suvda yomon, qaynoq suvda, spirtida, efirda yaxshi

eriydi. Molekulyar massasi – 229,11 g/mol; suyuqlanish harorati – $121,8^{\circ}\text{C}$. 300°C dan yuqori haroratda portlaydi. Ayniqsa, metall pikratlari oson portlashi mumkin ($d_{4}^{20}=1,763$).

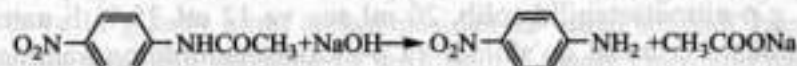
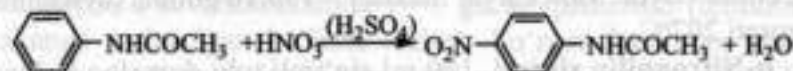
Sifat reaksiyasi. Pikrin kislota ning ko'p yadroli aromatik uglevodorodlar bilan rangli molekulyar birikmalar hosil qilishi. 0,3 g naftalin 10 ml qaynoq spirtida eritiladi va unga 0,6 g pikrin kislota ning 10 ml spirtidagi eritmasi qo'shiladi. Bunda 150°C da suyuqlanadigan naftalin pikrati sariq ignasimon kristallar holida cho'kmaga tushadi.

p-Nitroatsetanilid va p-nitroanilin

Formulasi:



Asosiy reaksiyalari:



Reaktivlar: 13,5 atsetanilid, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), nitrat kislota ($d=1,41$ g/ml), natriy gidroksid, xlorid kislota, natriy karbonat.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

p-Nitroatsetanilid sintezi. Stakandagi 30 ml konsentrlangan sulfat kislota ga maydalangan quruq atsetanilid solib, tiniq eritma hosil bo'lguncha aralashtiriladi, bunda atsetanilid gidrolizlanmasligi uchun harorat 25°C dan oshmasligi lozim. Hosil bo'lgan eritma tuz qo'shilgan muzli suvda sovutiladi va aralashtirib turib unga 8 ml nitrat kislota bilan 5 ml konsentrlangan sulfat kislota ning nitrolovchi aralashmasidan oz-ozdan quyiladi.

Nitrolash vaqtida harorat 2–3°C dan oshmasligi lozim, aks holda ma'lum miqdorda o-nitroatsetanilid hosil bo'lishi mumkin.

Nitrolovchi aralashmaning hammasini quyib bo'lgandan keyin yana 30 daqiqa aralashtiriladi. So'ngra reaksiya aralashma sovuq joyda bir kecha qoldiriladi. Ikkinchi kuni aralashma 35 ml suv bilan 35 g maydalangan muz aralashmasiga quyilganda shu zahotiyovq p-nitroatsetanilid cho'kadi. 30 daqiqadan keyin cho'kmani filtrlab, sovuq suv bilan yuviladi, ichida 50 ml suvi bor stakanga solib, ishqoriy muhit hosil bo'lguncha (lakmus bo'yicha) natriy karbonat solinadi va qaynaguncha qizdiriladi.

Bunda o-nitroatsetanilid gidrolizlanadi, p-nitroatsetanilid o'zgarmaydi. Eritma 50°C gacha sovutiladi, cho'kmaga tushgan p-nitroatsetanilid filtrlanadi, sovuq suv bilan filtrda yuviladi va havoda quritiladi. Nam holdagi p-nitroatsetanilid miqdori 16 g.

Mahsulotni tozalash uchun spirtida qayta kristallanadi.

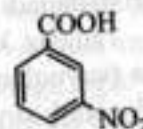
p-Nitroatsetanilid – rangsiz kristall modda, qaynoq suvda, spirtida, efirda eriydi. Molekulyar massasi – 180,16 g/mol; suyuqlanish harorati 207°C.

p-Nitroanilin sintezi. 100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 16 g p-nitroatsetanilid solib, 20 ml suv va 12 ml 35 % li natriy gidroksid eritmasi qo'shiladi va p-nitroatsetanilidning hammasi gidrolizlanib bo'lguncha aralashma qaynatiladi. Kolbaga qaytarma sovutgich ulanadi. Eritmaning tomchisi suyultirilgan xlorid kislota eritmasiga tomizilganda qoldiqsiz erib ketguncha qizdirish davom ettiriladi. Odatda, gidrolizlanish reaksiyasi 2–3 soatda tugaydi. Reaksiya aralashmaning muhiti har doim ishqorli bo'lishi lozim. Reaksiya aralashma 40°C gacha sovutiladi, p-nitroanilin cho'kmasi Byuxner voronkasida filtrlanadi, sovuq suv bilan yuviladi va havoda quritiladi. Miqdori 10–12 g; suyuqlanish harorati – 148°C.

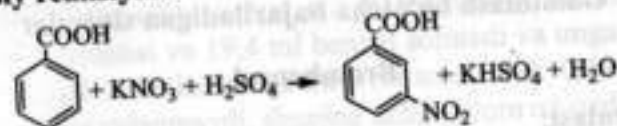
p-Nitroanilin – sariq kristall modda, suvda yomon, spirt, efir va benzolda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 138,13 g/mol; suyuqlanish harorati – 148°C; $d_{4}^{20}=1,437$ g/ml. Oson sublimatlanadi.

m-Nitrobenzoy kislota

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 6 g benzoy kislota, 15,6 ml sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 12 g kaliy nitrat, xlorid kislota, bariy gidroksid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

200 ml sig'imli stakanga 15,6 ml konsentrlangan sulfat kislota quyib, u suv hammomida 70°C gacha qizdiriladi (termometr stakanga tushurilgan bo'lishi lozim). So'ngra hammom chetga surib qo'yiladi va stakanni chayqatib turib, unga 6 g benzoy kislota va 12 g kaliy nitrat aralashmasidan oz-ozdan solinadi, bunda harorat 80°C dan yuqoriga ko'tarilmasin. So'ngra chayqatib turib, reaksiya aralashma 90°C gacha qizdiriladi va aralashmaning yuzasida m-nitrobenzoy kislota bir necha marta sovuq suvda yuviladi (dekantatsiya usuli), bug' bilan haydash kolbasiga solinadi va reaksiyaga kirishmay qolgan benzoy kislota bug' bilan haydaladi. Toza suv haydala boshlagach, haydash to'xtatiladi va haydash kolbasida qolgan qaynoq qoldiqqa (lakmus qog'oz bo'yicha) kuchsiz ishqoriy muhitda hosil bo'lguncha 21 g bariy gidroksidning qaynoq eritmasi quyiladi. Keyin 300 ml suv qo'shib, cho'kma batamom eriguncha aralashma isitiladi va qaynoq filtrlash voronkasida filtrlanadi. Eritma soviganida ignasimon kristallar holda m-nitrobenzoy kislolaning bariyli tuzi hosil bo'ladi, ular Byuxner voronkasida filtrlanadi. Erkin holdagi m-nitrobenzoy kislota hosil qilish uchun uning

bariyli tuzi xlorid kislotaning 10 % li eritmasida qizdiriladi (reaksiya muhiti kislotali bo'lishi lozim), so'ngra sovutiladi. Cho'kmaga tushgan m-nitrobenzoy kislota filtrlanadi, sovuq suv bilan yuviladi va qaynoq suvda qaytadan kristallanadi. Kislota miqdori 4,5 g.

m-Nitrobenzoy kislota – rangsiz kristall modda, sovuq suvda kam eriydi, qaynoq suvda (suyuqlanadi), spirtida, efirda eriydi. Molekulyar massasi – 166,13 g/mol; suyuqlanish harorati – 141°C.

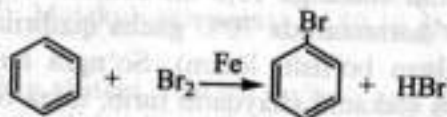
Galoidlash bo'yicha bajariladigan sintezlar

Brombenzol

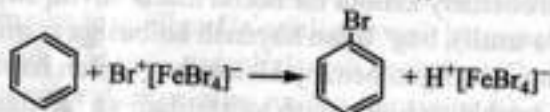
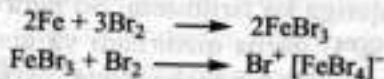
Formulasi:



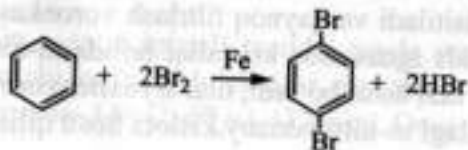
Asosiy reaksiyasi:



Mexanizmi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 29,4 ml benzol, 9,3 ml brom, 0,5 g temir qirindisi, natriy gidroksid (10 % li eritmasi), kalsiy xlorid.

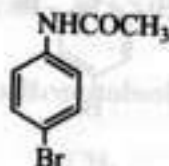
Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Sig'imli 200 ml ikki bo'g'izli foshtoss o'rnatilgan, tubi dumaloq kolbaga tomizgich voronka va qaytarma sovutgich ulanadi. Sovutgichning yuqori qismiga egik naycha ulanadi. Naychaning ikkinchi uchi reaksiya natijasida hosil bo'ladigan vodorod bromidni yutish uchun suvli kolbaga tushirib qo'yiladi, lekin uning uchi suvni tortib ketmasligi uchun suvga tegmasligi lozim. Kolbaga 0,5 g temir qirindisi va 19,4 ml benzol solinadi va unga chayqatib turib tomizgich voronkadan 9,3 ml brom tomiziladi. Odatda, reaksiya birdaniga boshlanmaydi, shuning uchun brom oz-ozdan tomchilab quyiladi va reaksiyaning boshlanishi kutiladi. Vodorod bromid ajralib chiqqan boshlagandan so'ng qolgan bromni reaksiya sekin boradigan qilib tomchilatish lozim. Brom tez qo'shilganda va harorat birdaniga ko'tarilganda qo'shimcha reaksiya borib p-dibrombenzol hosil bo'ladi. Reaksiya shiddatli borganda kolbani vaqtincha sovuq suv bilan sovutish lozim bo'ladi. Agar reaksiya uzoq vaqtgacha boshlanmasa kolba tagida biroz issiq suvli hammom qo'yiladi. Bromning hammasi quyilib bo'lgach, reaksion aralashmali kolba suv hammomida 30 daqiqa davomida harorat 25°C dan 60–70°C ga ko'tarilguncha, ya'ni brom reaksiyaga kirishib uning qo'ng'ir tusli bug'i yo'qolguncha asta-sekin qizdiriladi. Kolbadagi mahsulot (dekantatsiya usuli bo'yicha) suv, natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi va yana suv bilan yuviladi.

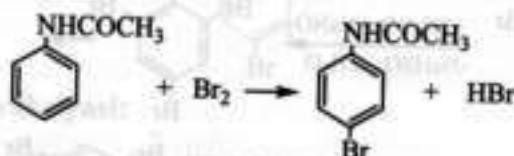
Aralashma 500 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga solinadi va suv bug'i bilan haydaladi: sovutgichda p-dibrombenzol kristallari hosil bo'lguncha haydash davom ettiriladi. Distillyat ajratgich voronkaga quyiladi, brombenzol suv qavatidan ajratiladi va 1 soat davomida kalsiy xlorid bilan quritiladi, so'ng havo sovutgich yordamida haydaladi. Haydash davomida 140–170°C da haydaladigan fraksiya yig'ib olinadi va u yana qayta haydaladi. Brombenzolning asosiy qismi 152–158°C da haydaladi. Brombenzolning miqdori 12,5–14 g.

p-Bromatsetanilid

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2,5 g atsetanilid, 1,3 ml brom, etil spirt.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

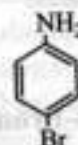
Sig'imi 500 ml li tubi dumaloq kolbaga 250–300 ml suv va 2,5 g yaxshilab maydalangan atsetanilid solinadi. Kolbaning og'zi ikki teshigiga to'g'ri burchakli shisha naychalar o'rnatilgan probka bilan berkitiladi. Birinchi naycha probkadan biroz kolba ichiga kiritilgan bo'lib, uning ikkinchi uchi suv nasosiga ulanadi. Kolbaning tubigacha kiritilgan ikkinchi naycha uchi rezina naycha orqali 1,3 ml brom va bromni qoplay oladigan miqdorda suv quyilgan Vulf sklyankasiga ulanadi. Asbob yig'ilgach, nasos ishga tushiriladi va atsetanilidni qattiq aralashtirish uchun imkoni boricha katta tezlikda nay orqali havo oqimi beriladi. Bunda brom bug'larini nasosga o'tkazmaslik lozim. p-bromatsetanilidning plastinkasimon kristallari asta-sekin pag'a-pag'a cho'kmaga aylanadi. Bromlash jarayon tugagach, kolbadagi aralashma chayqatilganda bir necha daqiqa davomida yo'qolmaydigan to'q sariq tusga kiradi. Cho'kma filtrlanadi, suv bilan yuviladi va qaynoq spirtida qaytadan kristallanadi. p-Bromatsetanilid miqdori 3,2 g.

p-Bromatsetanilid prizma shakldagi oq ignasimon kristallar hosil qiladi. p-Bromatsetanilidning suyuqlanish harorati 167–168°C,

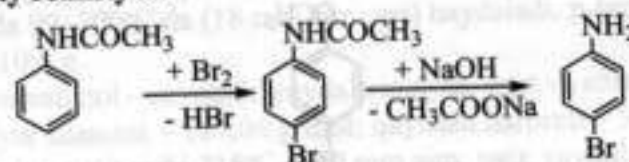
sovuq spirtida qiyin eriydi va suvda deyarli erimaydi, efirda, benzolda, xloroformda eriydi. Molekulyar massasi – 214,07 g/mol.

p-Bromanilin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 13,5 g atsetanilid, 5,5 ml brom, xlorid kislota ($d=1,19$ g/ml), muz sirka kislota, natriy gidroksid (20 % li eritmasi), natriy gidrosulfit.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

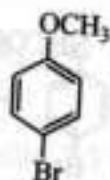
Sig'imi 200 ml li kolbaga 50 ml muz sirka kislota bilan 13,5 g atsetanilid solinadi va eriguncha biroz qizdiriladi. Haroratni 40°C dan oshirmasdan, aralashtirib turgan holda sekin 5,5 ml bromning 20 ml muz sirka kislota eritmasi qo'shiladi. 8–10 daqiqadan so'ng reaksiya nihoyasiga yetadi va reaksiya aralashma ozroq muzli 300 ml suvga quyiladi. So'ngra unga eritma va cho'kma rangsizlanguncha natriy gidrosulfit eritmasi qo'shiladi. p-Bromatsetanilidning oq cho'kmasi Byuxner voronkasida filtrlanadi va gidrolizlanadi. Buning uchun p-bromatsetanilid 500 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga solinadi, unga 150 ml suv, 50 ml konsentrlangan xlorid kislota qo'shiladi va qaytarma sovutgich bilan 30 daqiqa davomida qizdiriladi. Sovigandan so'ng ishqoriy muhit hosil bo'lguncha natriy gidroksidning 20 % li eritmasi qo'shiladi va hosil bo'lgan p-bromanilin suv bug'i bilan haydaladi. p-Bromanilin for-

shossda qotib qolishi mumkin, shu sababli vaqti-vaqti bilan sovutgichdagi suv oqimi to'xtatib turiladi. Yig'gich kolbada yig'ilgan p-bromanilin filtrlanadi va havoda filtr qog'oz orasida quritiladi. p-Bromanilin miqdori 10 g.

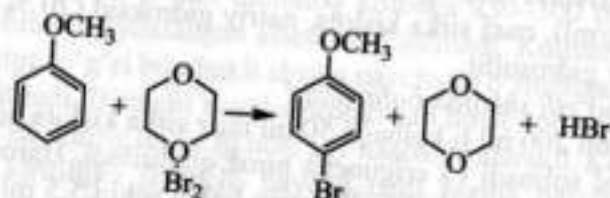
p-Bromanilin – qattiq modda, suvda erimaydi, spirt va efirda oson eriydi. Molekulyar massasi – 172,04 g/mol; suyuqlanish harorati – 64–65°C.

p-Bromanizol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,9 ml anizol, 6,1 ml brom, 9,7 ml dioksan, dietil efir, natriy gidroksidning 2 N eritmasi, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

1. Dioksandibromidning olinishi. Sig'imi 50 ml li stakanga 9,7 ml haydalgan dioksan quyib, unga chayqatib turgan holda tomizgich voronkadan tezda 6,1 ml brom qo'shiladi. Hosil bo'lgan qoramtir eritmani chayqatib turib, 100 ml muzli suvga ag'dariladi. To'q sariq rangli kristall cho'kma hosil bo'ladi, uni Byuxner voronkasida filtrlab, shisha probka bilan siqiladi va g'ovak plastinkada quritiladi. 25 g ga yaqin dioksandibromid hosil bo'ladi. Suyuqlanish harorati – 60°C. Dioksandibromid uchuvchan

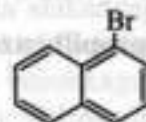
bo'lgani uchun u shliflangan probka bilan berkitilgan sklyankada yoki kavsharlangan ampulalarda saqlanadi.

2. p-Bromanizolning olinishi. Uzun bo'yinli, sig'imi 50 ml li tubi dumaloq kolbaga 10,9 ml anizol solinadi va suv bilan sovutib (15–20°C) va chayqatib turgan holda hosil qilingan dioksandibromid qo'shiladi, bunda vodorod bromid ajralib chiqadi. Reaksiya aralashma xona haroratida 30 daqiqa davomida vaqti-vaqti bilan chayqatib turiladi va 100 ml suvga ag'dariladi. So'ngra bromanizol efir ekstraksiya qilinadi (50 ml dan ikki marta). Efirli ekstraktlarni qo'shib, natriy gidroksidning 2 N eritmasi suv bilan yuviladi va kalsiy xloridga quritiladi. Efir suv hammomida, qoldiq esa vakuumda 99–100°C da (18 mm sim. ust) haydaladi. p-bromanizol miqdori 10,5 g.

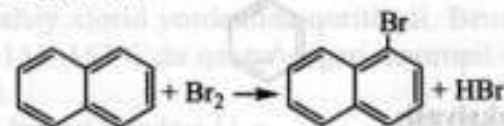
p-Bromanizol – suyuqlik, suvda erimaydi, spirt va efirda eriydi. Molekulyar massasi – 187,04 g/mol; qaynash harorati – 99–100°C (18 mm sim. ust.) yoki 215°C (760 mm sim. ust); suyuqlanish harorati – 12–13°C.

α-Bromnaftalin

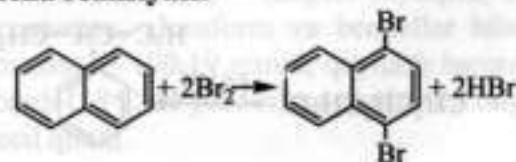
Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: Naftalin 16 g (0,12 mol), brom 6,3 ml yoki 20 g (0,12 mol), kalsiy xlorid.

200 ml sig'imli stakanga 30 ml suv bilan 16 g maydalangan naftalin solib, 40–50°C gacha suv hammomida qizdiriladi va unga tomizgich voronkaning uchi stakan tagiga tushirib turilgan holda aralashtirib turib brom quyiladi. Brom tomchilatib bo'lingandan so'ng ham aralashtirishni bromning rangi o'chib ketguncha davom ettirish lozim. Hosil bo'lgan og'ir moysimon suyuqlik ajratgich voronka yordamida ajratib olinib, 150–200 ml sig'imli kolbada suv bug'i bilan 60–70 ml atrofida distillyat yig'ilguncha haydaladi. Bunda reaksiyon kolbani moy hammomida 145–150°C da qizdirib turish lozim. Suv bug'i bilan haydalganda reaksiyaga kirishmay qolgan naftalinning ko'p qismi uchib ketadi.

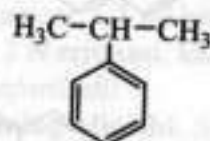
Kolbada qolgan qoldiqni kalsiy xlorid bilan quritib, vakuumda 132–135°C (12 mm sim. ust) yoki 145–148°C (20 mm sim. ust) da haydaladi.

α -bromnaftalin oddiy sharoitda sarg'ish suyuqlik bo'lib, qaynash harorati – 281°C. Miqdori – 3 g.

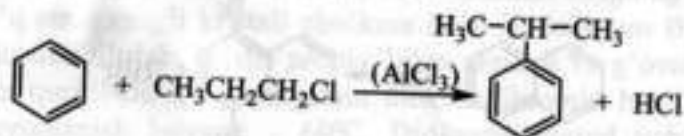
Alkillash va atsillash bo'yicha bajariladigan sintezlar

Izopropilbenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 114 ml suvsiz benzol, tiofendan tozalangan benzol, 11 ml. propil xlorid, 2 g suvsizlantirilgan alyuminiy xlorid, natriy gidroksid (10 % li eritmasi), xlorid kislotasi (10 % li eritmasi), magniy sulfat yoki kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Teriga alyuminiy xlorid tegishidan ehtiyot bo'ling. Reaksiya sig'imi 300 ml li tubi dumaloq ikki shoxli forstoss yordamida tomizgich voronka, vodorod xloridni tutib oluvchi asbob (lovushka) va qaytarma sovutgich ulangan kolbada olib boriladi.

Sovutgich va tomizgich voronka kalsiy xloridli naylar bilan berkitiladi. Suv hammomiga tushirilgan kolbaga 80 ml benzol va 2 g yaxshilab maydalangan alyuminiy xlorid solinadi. Unga asta-sekin 11 ml propil xloridning 34 ml benzoldagi eritmasi tomchilatib qo'shiladi. Shu vaqtda reaksiyon aralashmaning harorati 80°C atrofida bo'lishi lozim. Propil xloridning hammasini qo'shib bo'lgach, vodorod xlorid ajralib chiqishi to'xtaguncha qizdirish davom ettiriladi.

Reaksiya oxiriga yetganligi quyidagilardan aniqlanadi:

a) ko'k lakmus qog'ozning qizarmasligidan; b) ammiakli probirkaga naycha uchiga yaqinlashtirilganda tutun chiqmasligidan. So'ngra reaksiyon aralashma stakandagi muzli suvga quyiladi va alyuminiy gidroksid xlorid kislotasi bilan eritiladi.

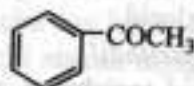
Aralashmani ajratgich voronkaga quyib ustki izopropil benzol qavati ajratiladi, natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi bilan va neytral muhit hosil bo'lguncha suv bilan yuvib magniy sulfat yoki kalsiy xlorid yordamida quritiladi. Benzol haydaladi, undan so'ng 151–153°C da qaynaydigan izopropil benzol fraksiyasi yig'iladi.

Izopropil benzol miqdori 11 g.

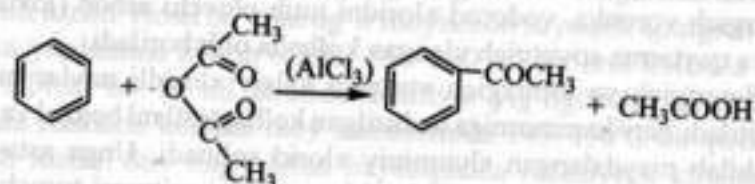
Izopropil benzol (kumol) – rangsiz suyuqlik, suvda erimaydi, spirt, efir, atseton, xloroform va benzollar bilan aralashadi. Molekulyar massasi – 120,19 g/mol; qaynash harorati – 152,4°C. Oson alangalandi (38°C da yonadi) va portlovchi bug' – havo aralashmasini hosil qiladi.

Atsetofenon

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Atsetofenon bug'i uxlatadigan xossaga ega.

Aralashtirgich, tomizgich voronka va vodorod xloridni yutadigan asbob ulangan qaytarma sovutgich bilan jihozlangan 300 ml li, uch bo'g'izli tubi dumaloq kolbada sintez olib boriladi. Sovutgich va tomizgich voronka kalsiy xloridli naychalar bilan berkitiladi. Kolbaga 40 ml benzol va 32 g kukun holdagi alyuminiy xlorid solinadi. Aralashtirgich ishga tushiriladi va kolbani sovuq suvda sovutib turib, unga tomizgich voronkadan tomchilatib, 30 daqiqa davomida 10 ml sirka ангидрид quyiladi. Reaksiyani oxirigacha yetkazish uchun kolba 45 daqiqa suv hammomida 80–85°C da qizdiriladi. Sovutilgan reaksiya aralashma stakandagi 80 g muzli suvga ag'dariladi. Agar alyuminiy asos tuzining cho'kmaga tushish ehtimoli bo'lsa, aralashmaga cho'kma erib ketguncha xlorid kislota qo'shiladi. Aralashma ajratgich voronkaga quyilib, suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi va suv bilan yuviladi, kalsiy xloridda qurutiladi.

Erituvchilarni (efir va benzol) suv hammomida haydab bo'lgach suv sovutgichi o'miga havo sovutgichi o'rnatiladi va 199–203°C da qaynaydigan atsetofenon fraksiyasi yig'iladi.

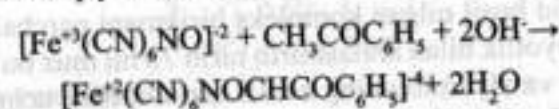
Atsetofenonning miqdori 8 g.

Atsetofenon (metilfenilketon) – rangsiz, ba'zan sarg'ish rangli moysimon suyuqlik yoki yirik, oson suyuqlanadigan, chermuxa hidli kristall modda. Suvda kam eriydi, spirtida, efirda, xloroform va benzolda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 120,14°C; suyuqlanish harorati 20,5°C; qaynash harorati – 202,3 g/mol (760 mm sim. ust.) yoki 88°C (12 mm sim. ust.).

Sifat reaksiyasi. 2 ml natriy nitroprussidning 0,5 % li eritmasiga 2 tomchi atsetofenon qo'shiladi va unga 1–2 tomchi natriy gidroksidning 10 % li eritmasidan qo'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

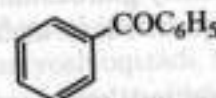
Sirka kislota qo'shilganda u ko'k rangga bo'yaladi.

Bu reaksiyaning mexanizmi natriy nitroprussid metilketon bilan o'zaro ta'sirlashib kompleks anion tarkibiga kiruvchi izonitrozometilketon hosil qilishdan iborat. Shu bilan bir vaqtda uch valentli temir ioni qaytariladi:



Benzofenon

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 27,5 ml suvsizlantirilgan benzol, 5,8 ml benzoil xlorid, 7,5 g suvsizlantirilgan alyuminiy xlorid, xlorid kislota (d=1,19 g/ml), natriy gidroksid (5 % li eritmasi), dietil efir, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Benzoil xlorid shilliq pardalarga ta'sir etadi.

Benzoil xlorid ikki shoxli forshtoss yordamida tomizgich voronka va vodorod xloridni yutish uchun lovushka ulangan, qaytarma sovutgich o'rnatilgan, sig'imi 300 ml li tubi dumaloq kolbada sintez qilinadi. Sovutgich va tomizgich voronka kalsiy xloridli naychalar bilan berkitiladi.

Suv hammomiga o'rnatilgan kolbaga 7,5 g alyuminiy xlorid va 27,5 ml benzol solinadi. So'ngra kolbadagi aralashmani chayqatib turgan holda tomizgich voronkadan asta-sekin reaksiya shiddatli bormaydigan qilib 5,8 ml benzoil xlorid quyiladi. Shundan so'ng kolba suv hammomida 50°C da (termometr hammomga o'rnatiladi) vodorod xlorid ajralib chiqishi to'liq tugaguncha qizdiriladi (odatda, 2–3 soat). Bunda eritma to'q jigarrang tushga kiradi. Aralashma sovutilgandan so'ng benzofenon bilan alyuminiy xlorid hosil qilgan kompleks birikmani parchalash uchun kolbaga ehtiyotlik bilan aralashtirib turib 73 ml muz bo'lakchalari bo'lgan suv va alyuminiyning asosli tuzini eritish uchun oz miqdorda (2–2,5 ml) konsentrlangan xlorid kislota quyiladi. Benzol suv bug'i bilan 20 daqiqa davomida haydaladi. Qoldiq haydash kolbasidan ajratgich voronkaga solinib, efir bilan ekstraksiyalanadi. Efirli so'rim 12 ml natriy gidroksidning 5 % li eritmasi bilan yuviladi, kalsiy xloridda quritiladi va undagi efir suv hammomida haydaladi.

Qoldiq esa kichkina sig'imli yon naychasi pastroqda joylashgan Vyurs kolbasidan sovutgichsiz haydaladi, bunda 170–175°C (15 mm sim. ust.) da qaynaydigan fraksiya yig'iladi.

Bevzofenon (difenilketon) – o'ziga xos hidli, oq yaltiroq kristall modda, suvda erimaydi, xloroformda eriydi. Molekulyar massasi – 182,21 g/mol.

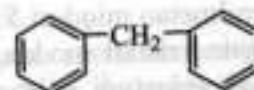
Benzofenonning labil va stabil formalari ma'lum. Stabil formasining qaynash harorati – 305°C; suyuqlanish harorati – 48°C. Labil formasining qaynash harorati – 26°C. Odatda, haydash vaqtida label formasi olinadi, u haydash vaqtida suyuqlik bo'lib, unga kristallanishini tezlatadigan kristall qo'shilsa, juda sekin rangsiz

kristallarga aylanadi. Shisha tayoqcha bilan idish devoriga ishqalanma yoki stabil formadagi kristalldan kiritilsa, suyuqlik tezda stabil formada kristallanadi.

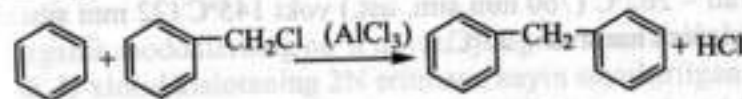
Sifat reaksiyasi. Karbonil guruhning spirtli guruhga qaytarilishi. Benzofenonning bir necha kristallari spirtida aralshtirilib, suspensiyaga aylantiriladi va aralashma qaynagunicha qizdiriladi. So'ngra sovutiladi, unga ehtiyotlik bilan 0,05 g metall holidagi natriy qo'shib biroz qizdiriladi. Benzofenondan hosil bo'lgan benzogidrol eritmani to'q ko'k rangga bo'yaydi.

Difenilmetan

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Benzil xlorid ko'zdan yosh oqizadi, nafas yo'llariga ta'sir qiladi. Alyuminiy xlorid bilan ishlash qoidalarini yuqoridan qarang.

Ikki shoxli forshtoss yordamida tomizgich voronka, qaytarma sovutgich ulangan va vodorod xloridni yutish asbobi bilan jihozlangan 200 ml li sig'imli tubi dumaloq kolbaga 25 ml benzol va 2,5 g suvsiz alyuminiy kukuni solinadi. Kolba suv hammomida sovutiladi. So'ngra chayqatib turib tomizgich voronkadan oz-ozdan 6 ml benzil xlorid tomiziladi. Bir necha daqiqadan keyin reaksiya boshlanadi, bunda tezlik bilan vodorod xlorid ajralib chiqadi.

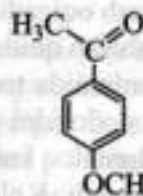
Benzil xloridning hammasi qo'shib bo'lgandan keyin va vodorod xloridning ajralishi tugagandan so'ng kolbani muzli suvda sovutib turib yana 10 daqiqa chayqatiladi. Bu vaqt ichida moysi-

mon qizil suyuqlik ajralib chiqishi lozim (alyuminiy xloridli kompleks birikma). Sovutuvchi hammom olinadi va kolba 30 daqiqa xona haroratida qoldiriladi. Shundan so'ng kolbaga 20 g maydalangan muz solinadi va reaksiya aralashmaga kislotali muhit hosil bo'lguncha xlorid kislota qo'shiladi (muhit lakmus bilan sinaladi). Kolbadagi aralashmani ajratgich voronkaga quyib, tarkibida erigan defenilmetan bor ustki benzol qavati ajratiladi va u natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi, so'ngra suv bilan neytral reaksiyagacha yuviladi. Difenilmetanning benzoldagi eritmasi kalsiy xlorid bilan qurutiladi; kichikroq Vyurs kolbasiga filtrlab olinadi va benzol haydaladi. So'ngra kolba sovutiladi, sovutgich olinib, Vyurs kolbasining yon naychasi sovuq suvli idishga tushirilgan yig'gich kolbaga ulanadi va difenilmetanning 255–265°C da qaynaydigan fraksiyasi yig'iladi. Difenilmetan miqdori 5 g.

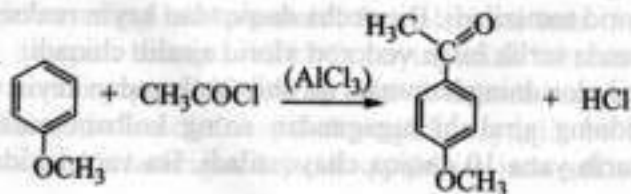
Difenilmetan – rangsiz kristall modda, undan apelsin po'stlog'ining hidi keladi, suvda erimaydi, spirt, efir, xloroform va benzolda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi 168,23 g/mol; qaynash harorati – 262°C (760 mm sim. ust.) yoki 145°C (22 mm sim.ust.); suyuqlanish harorati – 27°C.

p-Atsetilanizol (p-metoksiatsetofenon)

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,1 ml anizol, 14 g suvsizlantirilgan alyuminiy xlorid, 60 ml uglerod tetraxlorid, 8,2 ml atsetil xlorid, xlorid kislotaning 2 N eritmasi, natriy karbonat.

Ish mo'rili shkaftda bajariladi!

Atsetil xlorid bilan ishlash qoidalariga amal qiling!

Aralashtirgich, tomizgich voronka va vodorod xloridni yutub qoluvchi yutgich ulangan, qaytarma sovutgich bilan jihozlangan uch bo'g'izli, tubi dumaloq kolbaga 14 g alyuminiy xloridning 60 ml quruq uglerod tetraxloridagi eritmasi quyiladi. Yaxshilab aralashtirib, muz va suv solingan hammomda sovutib turib, unga 8,2 ml atsetil xlorid tomchilab qo'shiladi. So'ngra kolba tuzli suv solingan hammomda (harorati 0–5°C) sovutiladi, o'sha tomizgich voronkadan asta-sekin 101,1 ml anizol qo'shiladi. Muzli suv hammom olib qo'yiladi.

Reaksiya aralashma xona haroratida vodorod xloridning ajralishi tamom bo'lguncha aralashtiriladi va asta-sekin stakandagi 100 g muz hamda 150 ml xlorid kislotaning 2N eritmasiga quyiladi.

Organik moddalarning og'ir qavati ajratgich voronkada ajratib olinadi. U xlorid kislotaning 2N eritmasi, keyin suyultirilgan soda va suv bilan yuviladi. Kalsiy xloridga quritiladi va uglerod tetraxlorid bilan haydaladi. Qoldiqni vakuumda haydab 174–175°C (50 mm sim. ust.) qaynaydigan fraksiya yig'ib olinadi. Uning miqdori 12 g atrofida.

p-Atsetilanizol – qattiq modda, suvda yomon eriydi, spirt va efirda eriydi. Molekulyar massasi – 150,18 g/mol; suyuqlanish harorati – 37–38°C; qaynash harorati – 174–175°C da (50 mm sim. ust.) yoki 258°C (760 mm sim. ust.).

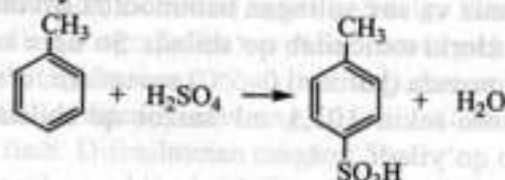
Shu usul bilan toluoldan p-atsetiltoluol (metil-p-tolilketon) olinadi, uning miqdori – 85 %; qaynash harorati 93°C (6 mm sim. ust), 112°C (11 mm sim.ust); suyuqlanish harorati – 27°C, etilbenzoldan p-atsetiletil benzol olinadi, uning miqdori – 75 %; qaynash harorati –103°C (6 mm sim, ust).

Sulfolash bo'yicha bajariladigan sintezlar
p-Toluolsulfokislota

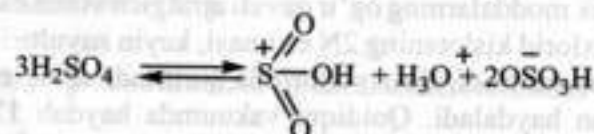
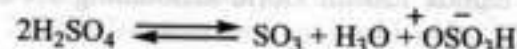
Formulasi:



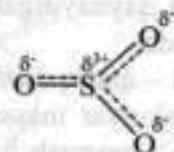
Asosiy reaksiyasi:



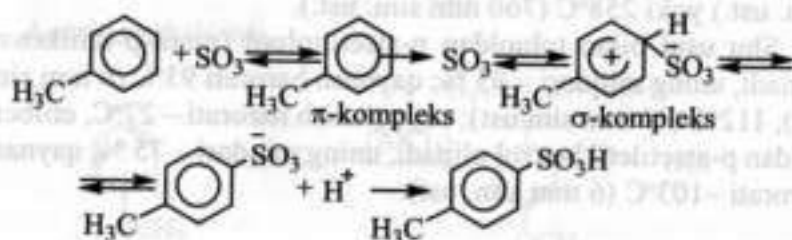
Mexanizmi:



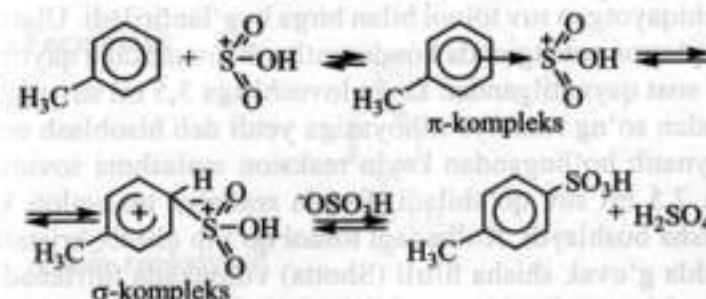
Bevosita sulfolovchi reagent



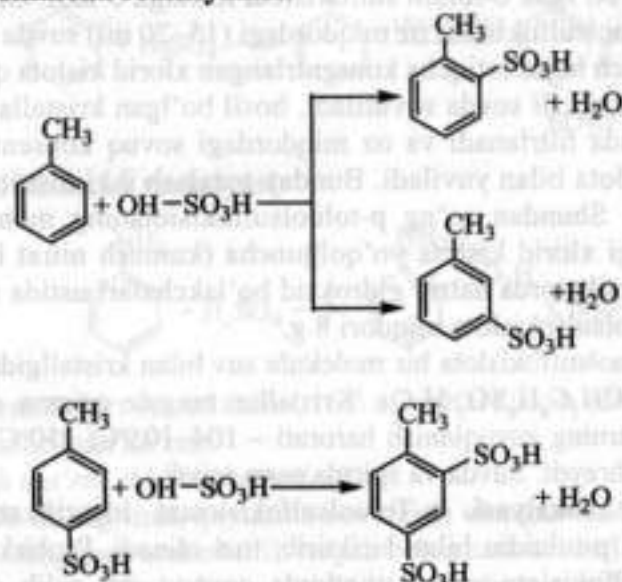
bo'lganda:



Sulfolovchi reagent gidrosulfoniy kationi bo'lganda:



Qo'shimcha reaksiyalari:



Reaktivlar: 45 ml toluol, 8 ml sulfat kislota ($d=1,84 \text{ g/ml}$), xlorid kislota ($d=1,19 \text{ g/ml}$), natriy gidroksid bo'lakchalari, kumush nitrat (1 % li eritma).

200 ml tubi dumaloq kolba "lovushka" orqali qaytarma sovutgichga ulanib, unga 45 ml toluol va 8 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Lovushkaning pastki qismiga toluol to'ldirilgan. Kolbaga qaynatgich solinadi va reaksiya aralashma moy hammo-

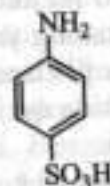
mida 5–6 soat davomida 160°C da qizdiriladi. Reaksiya natijasida ajralib chiqayotgan suv toluol bilan birga bug'lantiriladi. Ularning bug'i qaytarma sovutgichda kondensatlanib lovushkaga qaytib tushadi. 5 soat qaynatilgandan keyin lovushkaga 3,5 ml suv yig'iladi, shundan so'ng reaksiya nihoyasiga yetdi deb hisoblash mumkin. Qaynatib bo'lingandan keyin reaksiya aralashma sovutiladi va unga 2,5 ml suv qo'shiladi. Bunda reaksiya mahsuloti kristallga tusha boshlaydi. Kolbadagi toluol qo'yib olinib, kristallangan modda g'ovak shisha filtrli (Shotta) voronkada filtrlanadi va shisha probka yordamida yaxshilab siqiladi. Bunda qo'shimcha mahsulot bo'lgan o-toluol sulfokislota filtratga o'tadi. Gidrid holda p-toluolsulfokislota oz miqdordagi (15–20 ml) suvda eritiladi va unga uch hajm ortiqcha konsentrlangan xlorid kislota qo'shiladi. Eritma muzli suvda sovutiladi, hosil bo'lgan kristallar Shotta voronkasida filtrlanadi va oz miqdordagi sovuq konsentrlangan xlorid kislota bilan yuviladi. Bunday tozalash ikki marotaba takrorlanadi. Shundan so'ng p-toluolsulfokislota ning monogidrat tarkibidagi xlorid kislota yo'qolguncha (kumush nitrat bilan sinaladi) eksikatorida natriy gidroksid bo'lakchalari ustida quritiladi. p-toluolsulfokislota miqdori 8 g.

p-Toluolsulfokislota bir molekula suv bilan kristallgidrat hosil qiladi ($p\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Kristallar rangsiz prizma shaklida bo'lib, ularning suyuqlanish harorati – 104–105°C; 150°C da gidrolizga uchraydi. Suvda va spirtida oson eriydi.

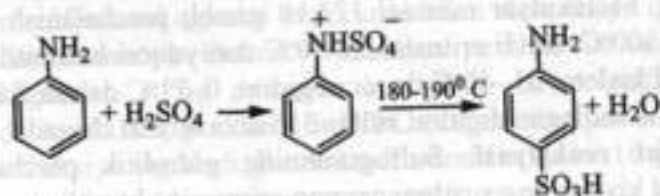
Sifat reaksiyasi. p-Toluolsulfokislota ni identifikatsiyalash uchun uni p-toluidin bilan biriktirib, tuzi olinadi. Probirkaga 1 g p-toluolsulfokislota va oz miqdorda qaynoq suv solib eritiladi. Eritmaga 0,5 g p-toluidin qo'shib, aralashma kristallar eriguncha qizdiriladi, lozim bo'lsa yana ozroq suv qo'shiladi. So'ngra probirka muzli suvda sovutiladi, bunda moddani kristallantirish uchun probirka devoriga suyuqlanmaydigan shisha tayoqcha ishqalantiriladi. p-toluidin tuzining ajralib chiqqan kristallari kichikroq voronkada filtrlanadi va qaynoq suvda qaytadan kristallanadi. Suyuqlanish harorati – 196–197°C.

Sulfanil kislota

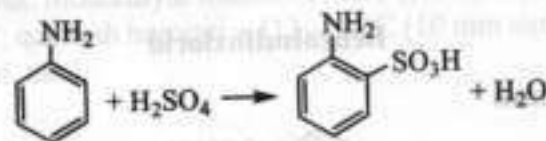
Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 9,1 ml anilin, 16,5 ml sulfat kislota ($d=1,84 \text{ g/ml}$), aktivlantirilgan ko'mir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

100 ml sig'imli, qaytarma sovutgich ulangan kolbaga 9,1 ml anilin olib, unga aralashtirib turgan holda asta-sekin 16,5 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi. Aralashma moy hammomida 180–190°C da (termometr moyga tushirilgan holda) qizdiriladi. Taxminan 3–4 soatdan so'ng namuna olinadi. Reaksiya aralashmadan bir necha tomchi namuna olib, probirkadagi sovuq suvga tomiziladi va unga o'yuvchi natriyning suyuq eritmasi qo'shiladi. Agar reaksiyaga kirishmay qolgan anilin suv yuziga ajralib chiqmasa, reaksiya nihoyasiga yetgan deb hisoblash mumkin. Sovutilgan reaksiya aralashma stakandagi ozroq sovuq suv usti-

ga quyiladi. Sulfanil kislota kristallari filtrlab olinadi va filtrda sovuq suv bilan yuviladi. Sulfanil kislota qaynoq suvdan qayta kristallanadi, bunda lozim bo'lsa aktivlangan ko'mir qo'shiladi. Hosil bo'lgan sulfanil kislota yaltiroq plastinkasimon kristallari Byuxner voronkasida filtrlanadi, ozroq sovuq suv bilan yuviladi va filtr qog'ozi orasida quritiladi. Havoda quritilganda kristallizatsiya suv yo'qoladi.

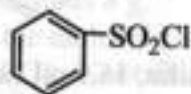
Sulfanil kislota miqdori 10 g.

Sulfanil kislota (p-aminobenzolsulfokislota) – rangsiz kristall modda. Molekulyar massasi 173,18 g/mol; parchalanish harorati – 280–300°C. Suvli eritmasidan 40°C dan yuqori haroratda suvsiz sulfanil kislota, 21–40°C da monogidrat, 0–21°C da esa ikki molekula suvi saqlagan digidrat sulfanil kislota ajralib chiqadi.

Sifat reaksiyasi. Sulfoguruhning gidrolitik parchalanishi. Sulfanil kislota suvdagi qaynoq eritmasiga bromli suv qo'shilganda tribromanilin mayda kristallar holida cho'kmaga tushadi.

Benzolsulfoxlorid

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 11,5 ml benzol, 46 g xlorosulfon kislota, uglerod tetraxlorid, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

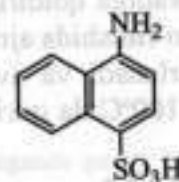
Ishni boshlashdan oldin, albatta, himoya ko'zoynagi va rezina qo'lqop kiyish lozim. Xlorosulfon kislota suv bilan reaksiyaga kirishganda portlashini esga olish lozim.

100 ml sig'imli, ikki shoxli forshtoss orqali aralashtirgich, tomizgich voronka, termometr va gaz chiqaruvchi nayli qaytarma sovutgich o'rnatilgan, uch bo'g'izli tubi dumaloq kolbaga 46 g xlorosulfon kislota solinadi. Bir soat davomida aralashtirib turib unga asta-sekin 11,5 ml benzol quyiladi. Reaksiya aralashmaning harorati 20–25°C dan oshmasligi uchun kolba vaqti-vaqti bilan muzli suvda sovutiladi. Benzolning hammasi quyib bo'lingach, reaksiya aralashma shu haroratda yana 1 soat aralashtiriladi. So'ngra kolbadagi aralashma 250 g muzi bor stakanga ag'dariladi. Benzolsulfoxlorid uglerod tetraxlorid bilan ekstraktsiya qilinadi (25 ml dan 2 marta). Ekstrakt suv bilan yuviladi va suvli qavat ajratilgandan so'ng erituvchi haydaladi. Benzolsulfoxlorid vakuumda haydaladi, bunda 113–115°C (10 ml sim. ust.)da qaynaydigan farksiya yig'iladi. Benzol sulfoxlorid miqdori 16 g.

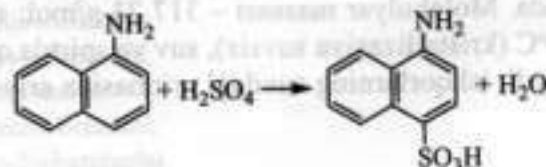
Benzolsulfoxlorid – moysimon suyuqlik, muzli suvda sovutilganda qotadi, sovuq suvda erimaydi, issiq suvda parchalanadi, spirt va efirda eriydi. Molekulyar massasi 176,63 g/mol; suyuqlanish harorati – 14°C; qaynash harorati – 113–115°C (10 mm sim. ust.) yoki (760 mm sim. ust.).

Naftion kislota

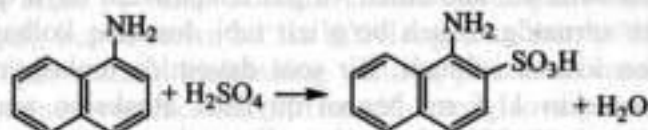
Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Qo'shimcha reaksiyasi:



Reaktivlar: 7,2 g naftilamin, 20 ml sulfat kislotat ($d=1,84$ g/ml), natriy gidroksid (10 % li) eritmasi, osh tuzi.

100 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga 20 ml konsentrlangan sulfat kislotat va 7,2 g α -naftilamin solinadi. Kolba suv hammomida 120°C da 3–4 soat davomida qizdiriladi.

Reaksiyaning nihoyasiga yetganligi namuna yordamida aniqlanadi: probirkaga reaksiya aralashmadan oz miqdorda solib, unga suyultirilgan o'yuvchi natriy eritmasidan qo'shiladi (ishqoriy muhit hosil bo'lguncha) va probirkadagi aralashma bilan birga chayqatiladi. Efirli so'rimdan soat oynachasiga tomizib bug'latilganda oynachada α -naftilamin dog'i qolmasligi lozim. Reaksiya aralashma sovuq suvga qo'yilganda yomon eriydigan naftion kislotat ajraladi.

Cho'kma filtrlanadi, sulfat kislotani yo'qotish maqsadida sovuq suv bilan yuviladi va neytral muhit hosil qilguncha o'yuvchi natriy eritmasidan qo'shiladi. Natriyli tuz eritmasini osh tuzi bilan to'yintirib, ma'lum vaqtga qoldiriladi. Naftion kislotaning natriyli tuzi oq kristallar ko'rinishida ajraladi.

Olingan mahsulot filtrlanadi va avval g'ovak plastinkada, so'ngra qurutish shkafida 100°C da quritiladi, naftilamindan esa efir yordamida tozalanadi.

Naftion kislotat miqdori 10 g.

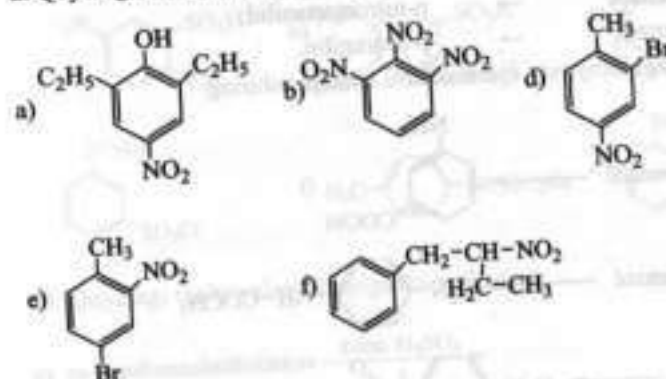
Naftion kislotat (natriyli tuzi) $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{O}_3\text{NSNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rangsiz kristall modda. Molekulyar massasi – 317,23 g/mol; suyuqlanish harorati 130°C (kristallizatsiya suvsiz), suv va spirtida qiyin eriydi, efirda erimaydi, ishqorlarning suvdagi eritmasida eriydi.

X bobga oid masala va mashqlar

1. Quyidagi birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:

- 2,4-dinitrofenol;
- m-etilnitrobenzol;
- 3-brom-4-nitrobenzoy kislotat;
- m-nitroanilin;
- fenilmetilnitrometan;
- benzildimetilnitrometan.

2. Quyidagi birikmalarni nomlang:



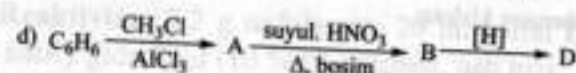
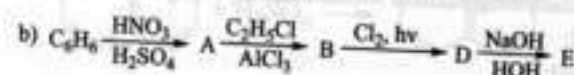
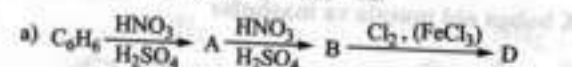
3. $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$ tarkibli izomer aromatik nitrobirikmalar tuzilish formulalarini yozing va ularni nomlang.

- etilbenzol;
- izopropilbenzol;
- brombenzol;
- m-dixlorbenzol nitrolanganda qanday birikmalar hosil boladi?

5. Benzoldan quyidagi birikmalarni sintez qiling:

- p-nitroanilin;
- 2,4-dinitrofenolni;
- p-nitrovinilbenzolni;
- p-aminofenolni;
- o-bromnitrobenzolni;
- 4-nitro-2-xlortoluolni.

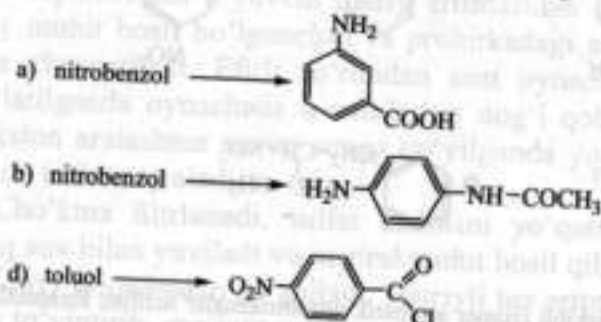
6. Quyidagi sxemalar bo'yicha boradigan reaksiyalardagi oraliq va oxirgi moddalar tuzilish formulalarini yozing:



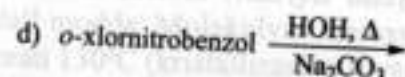
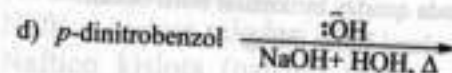
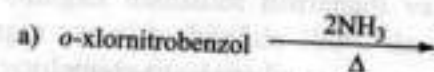
7. Quyidagi kimyoviy aylanishlarni amalga oshiring:

- a) nitrobenzol $\rightarrow$ benzidin;
b) nitrobenzol $\rightarrow$ p-nitroatsetanilid;
d) xlorbenzol $\rightarrow$ p-xloranilin.

8. Quyidagi kimyoviy aylanishlarni amalga oshiring:



9. Nukleofil almashinish reaksiyalarini oxiriga yetkazing:



10. p-xloronitrobenzol bilan quyidagi birikmalar reaksiyaga kirishganda qanday moddalar hosil bo'ladi?

a) 1300°C da Na_2CO_3 ning suvdagi eritmasi;

b) $2NH_3$ (1600°C da)

d) $CH_3OH + KOH$ (suv ishtirokida)

11. Quyidagi birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:

a) 3-etilbenzolsulfokislota;

b) natriy m-brombenzolsulfonat;

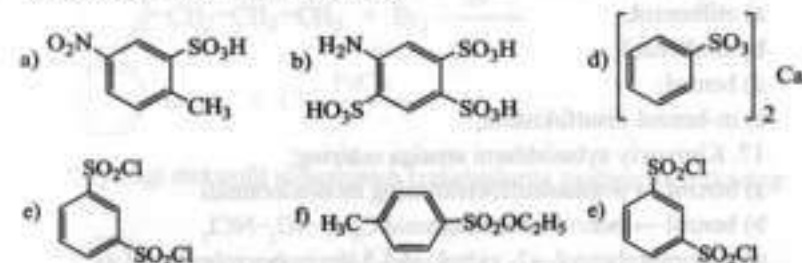
d) metil-p-toluolsulfonat (metiltozilat);

e) nitrobenzoldisulfokislota-3,5;

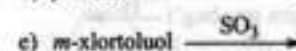
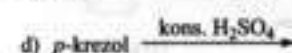
f) bariy m-xlorbenzolsulfonati;

g) 2-metil-5-xlorbenzolsulfamid.

12. Quyidagi birikmalarni nomlang:



13. Quyidagi reaksiyalarni oxirigacha yetkazing:



14. Benzoldan quyidagi birikmalarni sintez qiling:

a) p-toluolsulfokislota;

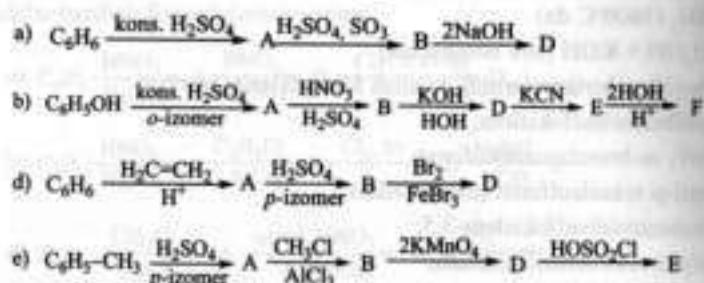
b) p-xlorbenzolsulfokislota;

d) 2-metil-5-nitrobenzolsulfokislota;

e) p-toluolsulfoxlorid;

f) 3-brom-5-nitrobenzolsulfokislota.

15. Quyidagi sxemalarni to'ldiring:



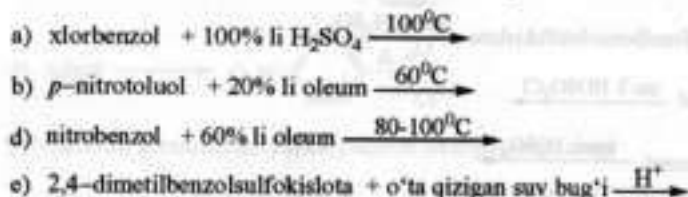
16. Quyidagi birikmalarni oson sulfolanish tartibida joylashtiring:

- a) etilbenzol;
b) xlorbenzol;
d) benzol;
e) m-benzol-disulfokislota;

17. Kimyoviy aylanishlarni amalga oshiring:

- a) benzol $\rightarrow$ p-toluolsulfokislota ning monoxloramidi
b) benzol $\rightarrow$ benzolsulfodixloramid $C_6H_5-SO_2-NCl_2$
d) p-xlornitrobenzol $\rightarrow$ 2-gidroksid-3,5-dinitrobenzolsulfokislota
e) benzolsulfokislota $\rightarrow$ m-krezol

18. Quyidagi reaksiyalarni oxirigacha yetkazing:



19. Sulfolash reaksiyalari aromatik qatorda boradigan boshqa elektrofil almashinish reaksiyalaridan qanday farq qiladi?

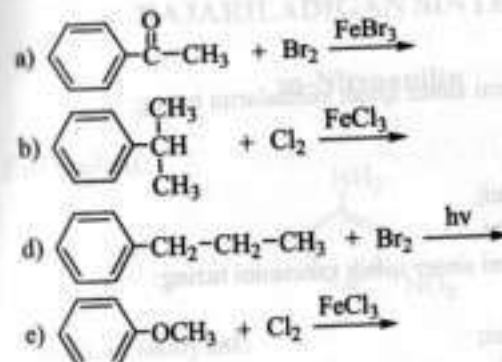
20. Xlorsulfon kislota bilan reaksiyaga kirishganida $C_7H_7SO_2Cl$ ni, sulfat kislota ishtirokida suv bug'i bilan haydaganda C_7H_7 ni, KOH bilan 300–350°C gacha qizdirilganda esa p-gidroksitoluolni hosil qiladigan $C_7H_7O_3S$ tarkibli mod-daning tuzilishini aniqlang. Tegishli reaksiyalar tenglamalarini yozing.

21. Quyidagi birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:

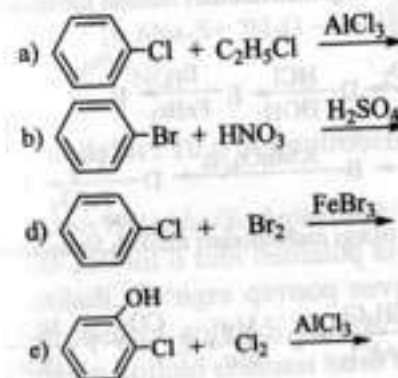
- a) p-brombenzilxlorid;

- b) m-iodbenzolsulfokislota;
d) p-brombenzilidenxlorid;
e) 1-brom-2-feniletan.

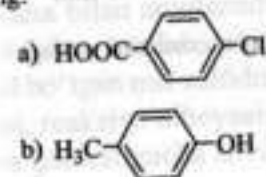
22. Quyidagi reaksiyalarni oxirigacha yetkazing:

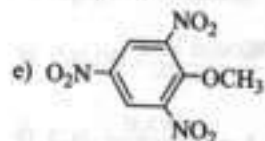


23. Quyidagi elektrofil almashinish reaksiyalarini oxirigacha yetkazing:



24. Benzol va boshqa reagentlardan foydalanib quyidagi birikmalarni sintez qiling:





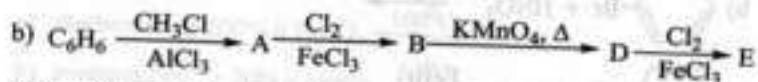
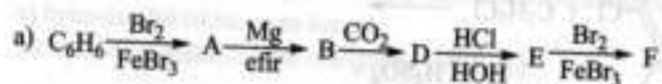
25. Quyidagi birikmalarni sintez qilish sxemalarini tuzing:

- p-nitroxlörbenzolni;
- m-nitroxlörbenzolni;
- m-xlorbenzotrikloridni;
- 2,5-dixlornitrobenzolni.

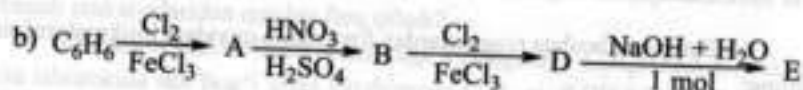
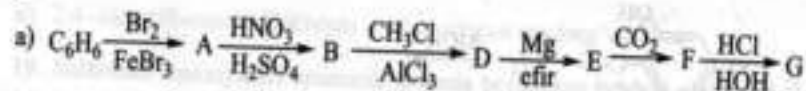
26. Quyidagi birikmalarni sintez qilish sxemasini tuzing:

- o-nitroxlörbenzolni;
- 2,4-dinitroxlörbenzolni;
- p-xlorbenzotrikloridni;
- 2,5-dinitroxlörbenzolni.

27. Quyidagi reaksiyalar oraliq va oxirgi mahsulotlari tuzilish formulalarini yozing:



28. Quyidagi reaksiyalar oraliq va oxirgi mahsulotlari tuzilish formulalarini yozing:



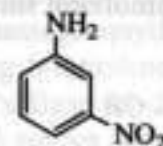
29. Quyidagi birikmalarning gidroliz reaksiyalari sxemalarini yozing:

- p-bromtoluolning;
- 2,4-dinitrobrombenzolning;
- 1-brom-1-fenilpropaning.

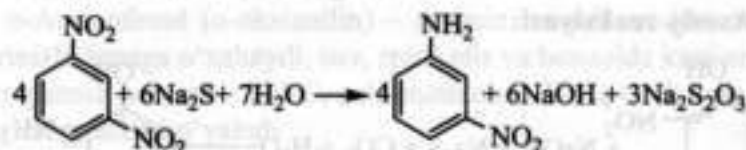
XI BOB. AROMATIK AMINLAR BO'YICHA BAJARILADIGAN SINTEZLAR

m-Nitroanilin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10 g m-dinitrobenzol, 25 g kristall holdagi natriy sulfid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

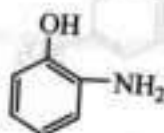
200-250 ml li tubi dumaloq kolbaga 50 ml suv quyib 85°C gacha isitiladi. So'ngra qaynoq suvga 10 g yaxshilab maydalangan m-dinitrobenzol solinadi. Kolbadagi aralashma m-dinitrobenzolning mayin kolloid eritmasi hosil bo'lguncha yaxshilab aralashtiriladi va 25 g natriy sulfidning 20 ml suvdagi eritmasi asta-sekin quyiladi. Qaytarilish reaksiyasining nihoyasiga yetganligi quyidagi namuna bilan aniqlanadi: filtr qog'ozini reaksiya eritmaning tomchisi bilan namlab, ustiga mis sulfat eritmasidan tomiziladi. Agar hosil bo'lgan mis sulfidning qora dog'i 20 sekund davomida yo'qolmasa, reaksiya nihoyasiga yetgan deyish mumkin. Reaksiya massa xona haroratigacha sovutiladi va bir kecha qoldiriladi. Cho'kmaga

tushgan m-nitroanilin filtrlab olinadi va suvda qayta kristallanadi. m-Nitroanilin miqdori 5 g atrofida.

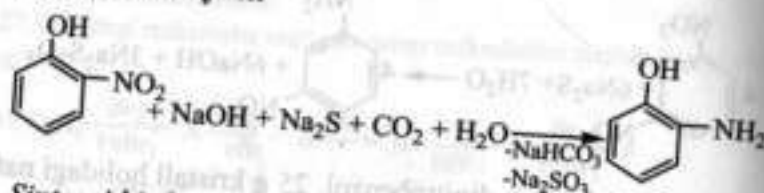
m-Nitroanilin (1-amino-3-nitrobenzol) – qattiq modda, etanol dan farqli sariq ignasimon ko'rinishda kristallanadi, efrida eriydi, benzolda yomon eriydi. Qaynash harorati – (qaynaganda parchalandi) 305°C; suyuqlanish harorati – 111,8°C; molekulyar massasi – 138 g/mol.

o-Aminofenol sintezi

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Sintezni bir kunda tugatish zarur!

Reaktivlar: 15 g o-nitrofenol, 4,3 g natriy gidroksid, 75 g kristall holdagi natriy sulfid, natriy gidrosulfat, etil spirt. 75 g kristall holdagi natriy sulfid chinni kosachada ochiq alangada suyuqlantiriladi. Shu bilan bir vaqtda natriy o-nitrofenolyat tayyorlanadi. Buning uchun chuqur chinni hovonchada 4,3 g natriy gidroksid eritiladi va unga 15 g o-nitrofenol va 7,5 ml suv solinadi. Aralashma qizil rangli quyuq pasta hosil bo'lguncha ishqalab aralashtiriladi. Suyuqlangan natriy sulfid massasiga 110–115°C da (undan ortmasligi lozim) oz-ozdan aralashtirib turib, asta-sekin shpatel bilan natriy o-nitrofenolyat qo'shiladi. So'ngra reaksiya aralashmani aralashtirib turib 45 daqiqa 125–130°C da qizdiriladi. Reaksiya tamom bo'lganligi quyidagicha aniqlanadi: 1 tom-

chi qotishma suvda butunlay erib ketishi lozim. Reaksiya tugashi bilan qizdirish to'xtatiladi va qotishma 230 ml suvga qo'yiladi. Hosil bo'lgan aralashma burma filtr orqali filtrlanadi va issiq filtrga erkin ishqorni neytrallashtirish va o-aminofenolni ajratib olish uchun karbonat angidrid yuboriladi.

Karbonat angidridni mo'rili shkaf ostida yuborish lozim, chunki bunda vodorod sulfid ajralib chiqadi. Suyuqlik namunasiga ozroq suyultirilgan natriy bisulfit eritmasi qo'shilganda ko'pirmaguncha karbonat angidrid yuborish davom ettiriladi. Natriy bisulfitli namuna yana reaksiya massaga quyiladi. Eritma xona haroratigacha sovutilgandan so'ng o-nitrofenol filtrlanadi, 2 ml 40 % li natriy bisulfit eritmasi qo'shilgan 15–20 ml muzli suv bilan yuviladi. So'ngra yana (10 ml) suv va (10 ml) etil spirt bilan yuviladi. o-aminofenol kristallari voronkada siqiladi va 100–110°C da quritiladi. o-aminofenol miqdori 9 g atrofida.

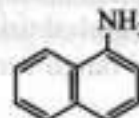
o-Aminofenol (o-oksanilin) – rangsiz kristall modda, tashqi ko'rinishi ignaga o'xshaydi, suv, spirt, efir va benzolda kam eriydi. Suyuqlanish harorat – 174°C, sublimatlanadi. Uzoq turib qolganda jigir ranggacha bo'yaladi.

Molekulyar – massasi 109 g/mol.

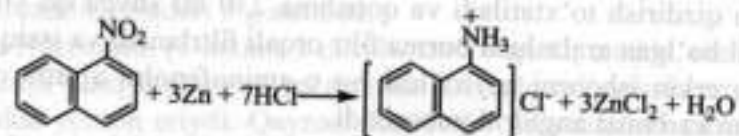
Sifat reaksiyasi. Probirkadagi 1 tomchi o-aminofenolning efirli yoki spirtli eritmasiga 1 tomchi 0,02 % li glioksalning suvli eritmasiga qo'shiladi. Probirka qaynab turgan suv hammomida 2 daqiqa davomida qizdiriladi va sovutiladi. Kondensatsiya reaksiyasi natijasida rangsiz shiff asosi hosil bo'ladi. So'ngra probirkaga 1 chimdim yangi qizdirilgan ohak solinganda, shu ondayoq shiff asosining ichki kalsiyli tuzining qizil rangi paydo bo'ladi.

α-Naftilamin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,5 g α -nitronaftalin, 15 g granullangan rux, xlorid kislota ($d=1,18$), etil spirt.

Sig'imi 200 ml li kolbada 10,5 g α -nitronaftalin 50 ml spirt-da eritiladi. Unga 45 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi va aralashma bir oz qizdiriladi. Hosil bo'lgan eritmaga asta-sekin rux qo'shiladi. Reaksiya vaqtida aralashma o'z-o'zidan qiziydi. Reaksiya tugaganidan so'ng eritma qaynoqligicha Byuxner voronkasida filtrlanadi. Sovitilganda filtratdan α -naftilamin xlorid tuzining kristallari cho'kmaga tushadi. Ular filtrlanadi, filtrda oz-roq spirt bilan yuviladi va havoda quritiladi. α -naftilamin tuzining miqdori 8 g atrofida. α -Naftilamin (1-naftilamin) – yoqimsiz hidli, rangsiz kristall modda, spirtida va efirda ignasimon kristallar hosil qiladi, havoda oksidlanib qorayadi, suvda kam eriydi, spirtida, efirda yaxshi eriydi. Qaynash harorati 301°C ; suyuqlanish harorati 50°C ; bug' bilan uchuvchan. Molekulyar massasi 143,2 g/mol.

Sifat reaksiyalari. 1. Probirkada xlorid kislota qo'shilgan α -naftilaminning suvdagi eritmasi bilan temir (III)-xlorid qizdirilganda ko'k-yashil pag'a-pag'a cho'kma (kompleks tuz) hosil bo'ladi.

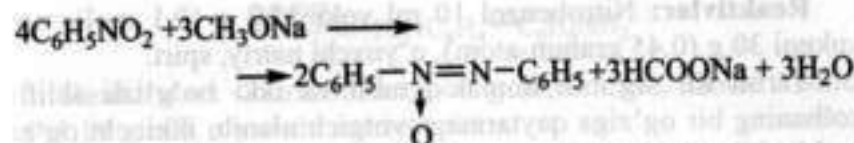
2. **Azobirikish.** Probirkada sulfanil kislota kristallaridan bir necha bo'lakchasi iloji boricha oz hajmdagi 2,5 % li soda eritmasida eritiladi. So'ngra unga natriy nitrit kristallaridan bir necha dona solinadi va aralashmaga muz sirka kislota qo'shiladi. Diazoniy tuzining ajralishi kuzatiladi. Hosil bo'lgan muallaq eritmaga α -naftilamin xloridning sirka kislota eritmasidan (1:1) bir necha tomchi tomiziladi va yaxshilab aralashtiriladi. Bir necha daqiqadan so'ng suvda eruvchan, pushti rangli azo-bo'yoqning hosil bo'lishi kuzatiladi.

Azoksibenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Nitrobenzol 12,5 ml (0,12 mol), metanol 128 ml (3,1 mol), toza o'yuvchi natriy 20 g.

250 ml sig'imli, dumaloq tubli, qaytarma sovutgich bilan jihozlangan kolbaga toza metanoldan 128 ml, maydalangan o'yuvchi natriydan 20 g va nitrobenzoldan 12,5 ml solib, hosil qilingan aralashma suv hammomida 6 soat qaynatiladi.

Reaksiya tamom bo'lganligini bilish uchun ozgina namuna olib, suv bilan suyultiriladi. Bunda nitrobenzolning hidi kelsa, reaksiya aralashma nitrobenzolning hidi ketguncha yana qizdiriladi. So'ngra metanolni haydab olib, kolbada qolgan modda stakanga solinadi va suv bilan yuviladi, so'ngra unga xlorid kislota qo'shib, kislotali muhit hosil qilinadi.

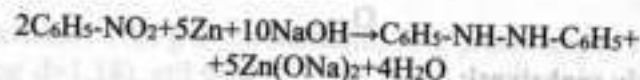
Stakan tubidagi moysimon qatlam tezda kristall massa holi-da qotadi. Azoksibenzol kristallari sovuq suvda dekantatsiya yo'li bilan bir necha marta yuvilib, filtrlanadi va voronkada suv bilan yuviladi-da, filtr qog'oz qatlami orasida quritiladi. Shundan so'ng azoksibenzol metanolda qaytadan kristallanadi. Toza, ignasimon sariq rangli azoksibenzolning suyuqlanish harorati – 36°C .

Miqdori – 12 g.

Gidrazobenzol va benzidin

Formulasi: $C_6H_5-NH-NH-C_6H_5$

Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Nitrobenzol 10 ml yoki 12,3 g (0,1 mol), rux kukuni 30 g (0,45 gramm-atom), o'yuvchi natriy, spirt.

Yarim litr sig'imli dumaloq tubli va ikki bo'g'izli shlifli kolbaning bir og'ziga qaytarma sovutgich ulanib, ikkinchi og'zi probka bilan berkitiladi.

Kolbaga 14 g o'yuvchi natriyning 50 ml suvdagi eritmasi, 10 ml nitrobenzol va 25 ml spirt quyilib, chayqatib turilgan holda, unga oz-ozdan (2–3 g dan) rux kukuni solinadi. Rux kukuni solinganda reaksiya shiddat bilan ketadi. Shuning uchun rux kukunining keyingi qismlari reaksiya sekinlashgandan so'ng solinadi.

Agar reaksiya to'xtab qolsa, aralashma suv hammomida qizdiriladi. Kolba tagida rux kukunlari cho'kib qolmasligi uchun butun reaksiya davomida kolbani chayqatib turish lozim.

Kolbadagi suyuqlik oldin qizil (azobenzol), so'ng och sariq rang berishi bilan 150 ml spirt quyilib, suv hammomida qaynaguncha qizdiriladi va tezda Byuxner voronkasida filtrlanadi. Kolba 25 ml issiq spirt bilan chayqatilib filtrda qolgan rux kukuni yuviladi. Filtrat muz hamda tuz aralashmasida 1 soat sovutilgandan so'ng cho'kmaga tushgan gidrazobenzol kristallarini filtrlab olinadi va 30 % li spirt bilan filtrat ishqoriy muhitdan neytral muhitga kelguncha yuviladi va olingan rangsiz kristall modda kalsiy xloridli vakuum-eksikatorida quritiladi.

Toza gidrazobenzolning suyuqlanish harorati – 125°C.

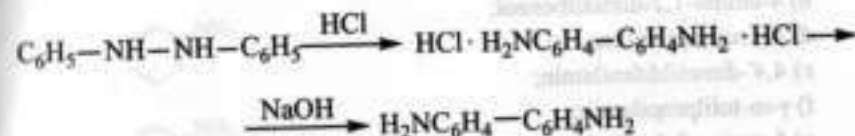
Miqdori – 7 g.

Gidrazobenzolni benzidininga guruhlashtirish

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Gidrazobenzol 6 g (0,03 mol), xlorid kislota (d=1,19 g/ml), o'yuvchi natriy, spirt.

Konussimon kolbada 15 ml konsentrlangan xlorid kislota 180 ml suv bilan aralashtirilib, unga oz-ozdan gidrazobenzol qo'shiladi va erib ketguncha qaynatiladi. Hosil bo'lgan gidrazobenzolning xloridрати qaynaguncha qizdirilib filtrlanadi va filtrat sovutilgandan so'ng, unga 40 % li o'yuvchi natriy eritmasi ishqoriy muhit hosil bo'lguncha qo'shiladi. Aralashma tuzli muzda sovutilganda cho'kmaga tushgan benzidin filtrlanib, suv bilan yuvib quritilgandan so'ng spirtida qaytadan kristallanadi. Miqdori – 4,5 g.

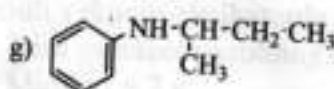
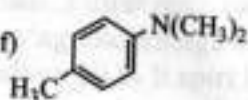
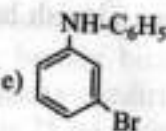
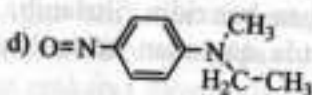
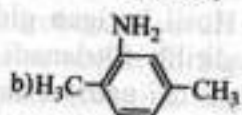
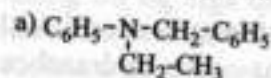
Toza yaltiroq kumush rangli benzidinning suyuqlanish harorati 127°C.

XI bobga oid masala va mashqlar

1. Quyidagi birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:

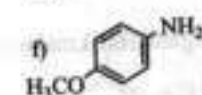
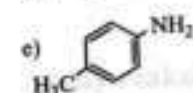
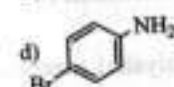
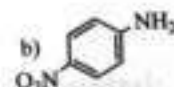
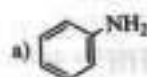
- benzilfenilamin;
- 4-amino-1,2-dimetilbenzol;
- N-izopropililanilin;
- 4,4'-dimetildifenilamin;
- γ -m-tolilpropilamin;
- 5-amino-2-fenilgeksan;

2. Birikmalarni nomlang:

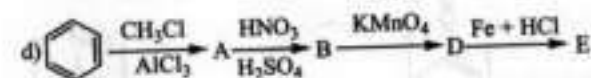
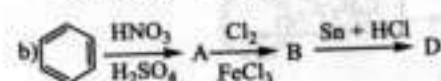
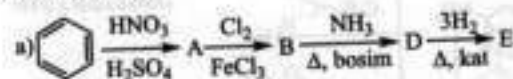


3. $C_9H_{11}N$ tarkibli izomer aromatik aminlarning tuzilish formulalarini yozing va ularni nomlang. Sof arilaminlar va alkilarilaminlarni ko'rsating.

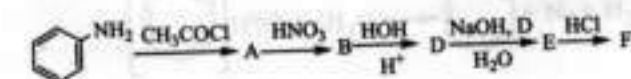
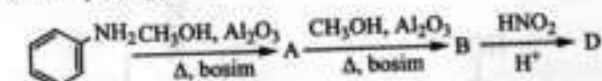
4. Quyidagi birikmalarni asos xossalarning kuchsizlanib borishi tartibida joylashtiring:



5. Quyidagi sxemalarda oraliq va oxirgi mahsulotlarning tuzilish formulalarini yozing:



6. Quyidagi sxemalarda oraliq va oxirgi mahsulotlarning tuzilish formulalarini yozing:



7. Quyidagi sintezlar sxemalarini tuzing:

- benzol $\rightarrow$ p-aminoatsetanilid;
- toluol $\rightarrow$ m-bromanilin;
- toluol $\rightarrow$ o,o'-diaminodifenil;
- benzol $\rightarrow$ p-xloratsetanilid.

8. Anilin va boshqa reaktivlardan quyidagi birikmalarning sintez qilish sxemalarini tuzing:

- p-dixlorbenzol;
- 3,4,5-triyodnitrobenzol;
- p-aminoatsetanilid;
- 3,5-dinitroklorbenzol.

9. Anilinning quyidagi reagentlar bilan oksidlash reaksiyalari sxemalarini yozing:

- natriy bixromat va suyultirilgan sulfat kislota;
- kaliy permanganat;
- Karo kislotasi (H_2SO_5).

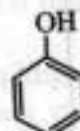
10. Quyidagi reaksiyalar natijasida hosil bo'ladigan organik birikmalarning tuzilish formulalarini yozing:



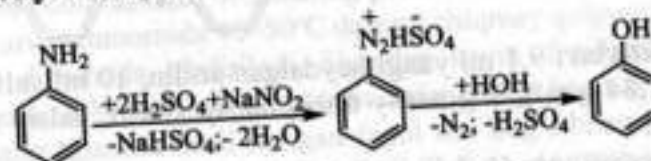
XII BOB. DIAZO- VA AZOBIRIKMALAR. DIAZOBIRIKMALARDA AZOT AJRALIB CHIQISHI BILAN BORADIGAN REAKSIYALAR

Fenol

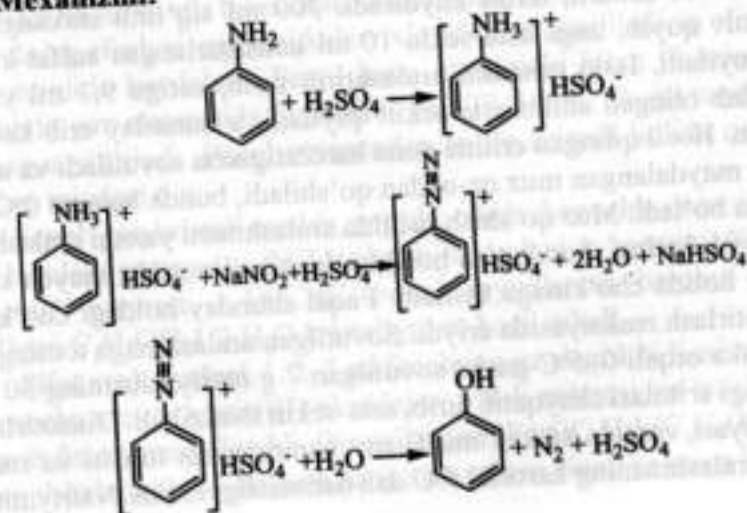
Formulasi:



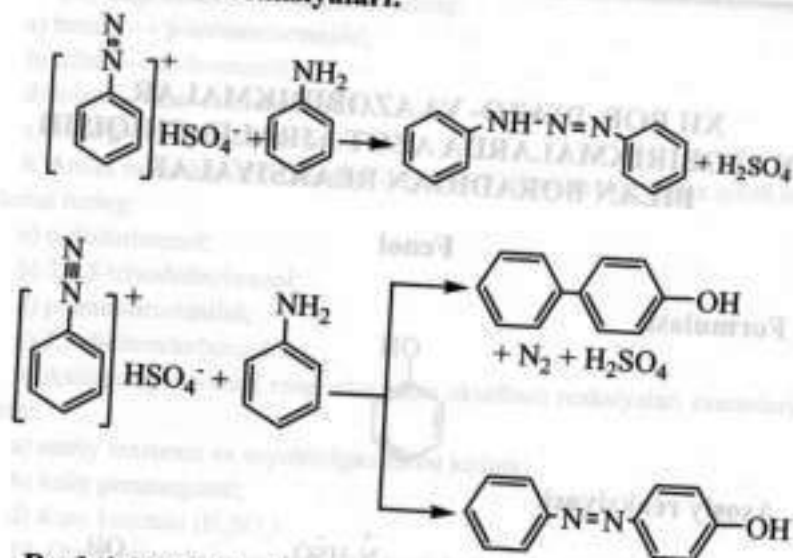
Asosiy reaksiyasi:



Mexanizmi:



Qo'shimcha reaksiyalari:



Reaktivlar: 9,1 ml yangi haydalgan anilin, 10 ml sulfat kislotasi ($d=1,84 \text{ g/ml}$), 7 g natriy nitrit, natriy xlorid, kalsiy xlorid, dietil efir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Fenol zaharli, terini kuydiradi. 300 ml sig'imli stakanga 50 ml suv quyib, unga asta-sekin 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasi quyiladi. Issiq eritmani aralashtirib turib, ustiga 9,1 ml yangi haydab olingan anilin asta-sekin quyiladi, u butunlay erib ketishi lozim. Hosil qilingan eritma xona haroratigacha sovutiladi va unga 75 g maydalangan muz oz-ozdan qo'shiladi, bunda harorat 0°C atrofida bo'ladi. Muz qo'shish vaqtida aralashmani yaxshi aralashtirib turish lozim, shundagina hosil bo'lgan anilin sulfat mayda kristallar holida cho'kmaga tushadi. Faqat shunday holdagi cho'kma diazotirlash reaksiyasida eriydi. Sovutilgan aralashmaga tomizgich voronka orqali $0-5^\circ\text{C}$ gacha sovutilgan 7 g natriy nitritning 30 ml suvdagi eritmasi chayqatib turib, asta-sekin tomiziladi. Diazotirlash reaksiyasi vaqtida stakan muzli suv hammomida turishi va reaksiya aralashmaning harorati 5°C dan oshmasligi lozim. Natriy nitrit

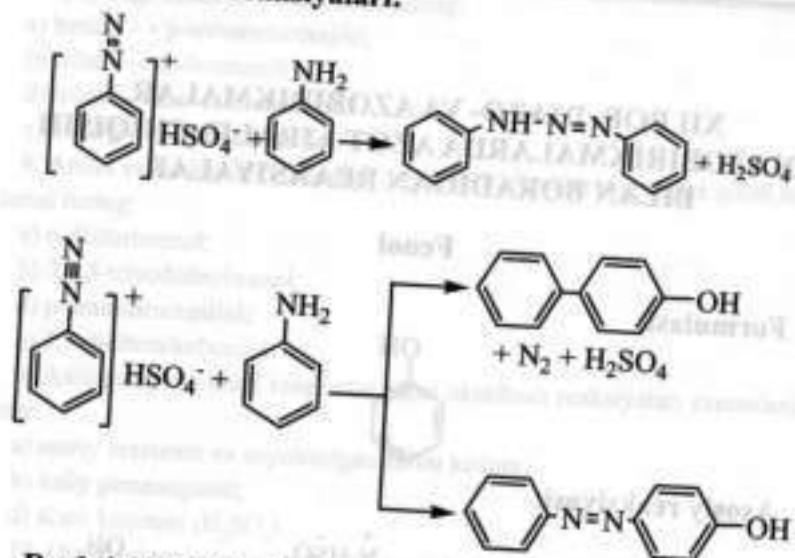
eritmasining ko'p qismi quyib bo'lingandan so'ng erkin nitrit kislotaning bor-yo'qligi yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshiriladi. Agar eritmaning oxirgi qismi quyib bo'lingandan so'ng 5 daqiqa o'tgach yod-kraxmalli qog'ozga tomizilgan bir tomchi eritma ko'karib ketsa, reaksiya tamom bo'lgan bo'ladi. Yod-kraxmalli qog'ozda o'zgarish bo'lmasa, natriy nitrit eritmasidan yana biroz qo'shiladi. Shu bilan birga reaksiya muhiti kislotali bo'lishini tekshirib turish lozim (kongo qog'oziga namuna olinadi). Kerak bo'lsa, aralashmaga bir necha tomchi konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shiladi. Anilin sulfatning tamomila eritmaga o'tishi ham reaksiyaning nihoyasiga yetganligidan darak beradi.

Diazoniyl tuzining hosil qilingan rangsiz eritmasi suv bug'i bilan haydash kolbasiga solinadi va xona haroratida 15–20 daqiqa qoldiriladi. Fenildiazoniyl sulfat asta-sekin parchalanib, erkin azot va fenol hosil bo'ladi. Moddaning parchalanishini tezlatish uchun kolba suv hammomida $40-50^\circ\text{C}$ da azot chiqmay qolguncha 15–20 daqiqa davomida qizdiriladi. Shundan keyin distillyatdan olingan namuna bromli suv bilan tribromfenolning kuchsiz loyqasini hosil qilmaguncha hosil bo'lgan fenol suv bug'i bilan haydaladi. Distillyat natriy xloridga to'yintiriladi (7–8 g), ajratgich voronkaga quyiladi va fenol efir bilan ekstraksiya qilinadi (2 marta 30 ml dan). Fenolning efirdagi eritmasi kalsiy xlorid bilan quritiladi va efir suv hammomida haydaladi. Fenol havo sovutgichi bilan jihozlangan asbobda gaz alangasida haydaladi va $179-183^\circ\text{C}$ da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Fenol sovigandan so'ng kristall holida qotadi. Uning miqdori 6 g.

Fenol – oq kristall modda, spirtida, efirda, benzolda oson eriydi. Molekulyar massasi – $94,11 \text{ g/mol}$; suyuqlanish harorati $40,9^\circ\text{C}$; qaynash harorati – $182,2^\circ\text{C}$. Fenol suyuqlanish harorati 17°C bo'lgan $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} \cdot 1/2 \text{ H}_2\text{O}$ kristallgidrat hosil qiladi.

Sifat reaksiyalari. 1. 2–3 ml fenolning suvdagi 1 % li eritmasiga bir necha tomchi temir(III)-xloridning 1 % li eritmasidan qo'shiladi. Temir fenolyatning kuchli dissotsilangan $[\text{Fe}(\text{OC}_6\text{H}_4)_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})_3]$ – kompleksining hosil bo'lishi natijasida eritma binafsha tusga kiradi.

Qo'shimcha reaksiyalari:



Reaktivlar: 9,1 ml yangi haydalgan anilin, 10 ml sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 7 g natriy nitrit, natriy xlorid, kalsiy xlorid, dietil efir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Fenol zaharli, terini kuydiradi. 300 ml sig'imli stakanga 50 ml suv quyib, unga asta-sekin 10 ml konsentrlangan sulfat kislota quyiladi. Issiq eritmani aralashtirib turib, ustiga 9,1 ml yangi haydab olingan anilin asta-sekin quyiladi, u butunlay erib ketishi lozim. Hosil qilingan eritma xona haroratigacha sovutiladi va unga 75 g maydalangan muz oz-ozdan qo'shiladi, bunda harorat 0°C atrofida bo'ladi. Muz qo'shish vaqtida aralashmani yaxshi aralashtirib turish lozim, shundagina hosil bo'lgan anilin sulfat mayda kristallar hoida cho'kmaga tushadi. Faqat shunday holdagi cho'kma diazotirlash reaksiyasida eriydi. Sovutilgan aralashmaga tomizgich voronka orqali $0-5^{\circ}\text{C}$ gacha sovutilgan 7 g natriy nitritning 30 ml suvdagi eritmasi chayqatib turib, asta-sekin tomiziladi. Diazotirlash reaksiyasi vaqtida stakan muzli suv hammomida turishi va reaksiyon aralashmaning harorati 5°C dan oshmasligi lozim. Natriy nitrit

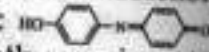
eritmasining ko'p qismi quyib bo'lingandan so'ng erkin nitrit kislotalaning bor-yo'qligi yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshiriladi. Agar eritmaning oxirgi qismi quyib bo'lingandan so'ng 5 daqiqa o'tgach yod-kraxmalli qog'ozga tomizilgan bir tomchi eritma ko'karib ketsa, reaksiya tamom bo'lgan bo'ladi. Yod-kraxmalli qog'ozda o'zgarish bo'lmasa, natriy nitrit eritmasidan yana biroz qo'shiladi. Shu bilan birga reaksiya muhiti kislotali bo'lishini tekshirib turish lozim (kongo qog'oziga namuna olinadi). Kerak bo'lsa, aralashmaga bir necha tomchi konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi. Anilin sulfatning tamomila eritmaga o'tishi ham reaksiyaning nihoyasiga yetganligidan darak beradi.

Diazoniy tuzining hosil qilingan rangsiz eritmasi suv bug'i bilan haydash kolbasiga solinadi va xona haroratida 15–20 daqiqa qoldiriladi. Fenildiazoniy sulfat asta-sekin parchalanib, erkin azot va fenol hosil bo'ladi. Moddaning parchalanishini tezlatish uchun kolba suv hammomida $40-50^{\circ}\text{C}$ da azot chiqmay qolguncha 15–20 daqiqa davomida qizdiriladi. Shundan keyin distillyatdan olingan namuna bromli suv bilan tribromfenolning kuchsiz loyqasini hosil qilmaguncha hosil bo'lgan fenol suv bug'i bilan haydaladi. Distillyat natriy xloridda to'yintiriladi (7–8 g), ajratgich voronkaga quyiladi va fenol efir bilan ekstraksiya qilinadi (2 marta 30 ml dan). Fenolning efirdagi eritmasi kalsiy xlorid bilan quritiladi va efir suv hammomida haydaladi. Fenol havo sovutgichi bilan jihozlangan asbobda gaz alangasida haydaladi va $179-183^{\circ}\text{C}$ da qaynaydigan fraksiya yig'iladi. Fenol sovigandan so'ng kristall hoida qotadi. Uning miqdori 6 g.

Fenol – oq kristall modda, spirtida, efirda, benzolda oson eriydi. Molekulyar massasi – 94,11 g/mol; suyuqlanish harorati $40,9^{\circ}\text{C}$; qaynash harorati – $182,2^{\circ}\text{C}$. Fenol suyuqlanish harorati 17°C bo'lgan $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ kristallgidrat hosil qiladi.

Sifat reaksiyalari. 1. 2–3 ml fenolning suvdagi 1 % li eritmasiga bir necha tomchi temir(III)-xloridning 1 % li eritmasidan qo'shiladi. Temir fenolyatning kuchli dissotsilangan $[\text{Fe}(\text{OC}_6\text{H}_5)_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})_3]$ – kompleksining hosil bo'lishi natijasida eritma binafsha tusga kiradi.

2. Fenolning suvdagi suyultirilgan eritmasiga bir necha tomchi ammiak va xlorli ohakning suyuq eritmasi qo'shiladi. So'ngre aralashma 1 daqiqa qizdiriladi. Bo'yovchi modda – indofenolning hosil bo'lishi hisobiga ko'k rang hosil bo'ladi:



Aralashmaga xlorid kislota qo'shilsa, ko'k rangning o'rniga och qizil rang paydo bo'ladi.

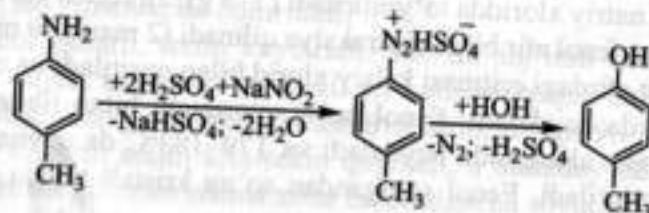
3. Fenolning suvdagi eritmasiga suyultirilgan xlorid kislota va tomchilatib bromli suv qo'shilganda oq tusli tribromfenol cho'kma tushadi.

p-Krezol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,8 g p-toluidin, 1 ml sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 7,5 g natriy nitrit, osh tuzi, kalsiy xlorid, dietil efir.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

300 ml sig'imli stakanda 10 ml konsentrlangan sulfat kislota bilan 75 ml suv aralashtiriladi, chayqatib turgan holda eritmaga asta-sekin 10,8 g p-toluidin qo'shiladi va u butunlay eritib yuboriladi. Reaksiyon aralashmaga 120 g muz solib sovutiladi va 7,5 g natriy nitritning 30 ml suvdagi eritmasi bilan diazotirlanadi. Hosil bo'lgan

p-krezolning 195–200°C da qaynaydigan fraksiyasi yig'ib olinadi. p-krezolning miqdori 5 g.

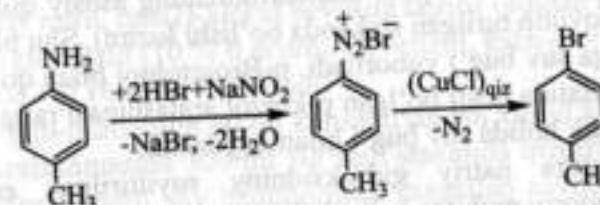
p-Krezol – qattiq modda, suvda eriydi, spirt va efirda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi 108,10 g/mol; suyuqlanish harorati – 36°C; qaynash harorati – 202°C; $d_4^{20}=2,035$.

p-Bromtoluol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 10,8 g p-toluidin, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 6,5 g mis sulfat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 2 g mis, 25,5 g natriy bromid ($\text{NaBr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), kalsiy xlorid, quruq mochevina, natriy sulfid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

Mis(I)-bromidni tayyorlash. 500 ml sig'imli, tubi dumaloq kolbaga 6,5 g mis sulfat, 2 g mis, 15,5 g natriy bromid, 1,7 ml konsentrlangan sulfat kislota, 100 ml suv solinadi va qaytarma sovutgich bilan jihozlangan kolba astbest to'r ustida aralashma qaynaguncha qizdiriladi.

Eritma och sariq tusga kirguncha qizdirish davom ettiriladi. Qaytarilish reaksiyasini tezlatish maqsadida aralashmaga 2–2,5 g natriy sulfitning suvdagi eritmasi quyiladi.

Diazoniy tuzi eritmasini tayyorlash. 300 ml sig'imli stakan ni muzli suv bilan sovutib turib, unda 10,7 g p-toluidin, 10,5 ml konsentrlangan sulfat kislota bilan 100 ml suv aralashmasida eritiladi. Eritmani 20°C dan past haroratigacha sovutib, unga chayqatib turib, oz-ozdan 7,5 g natriy nitritning 15 ml suvdagi eritmasi sovutib tomiziladi. Diazotirlash reaksiyasining nihoyasiga yetganligi yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshiriladi. Diazoniy tuzi eritmasi 1 soat sovuqda qoldiriladi, so'ngra nitrit kislotaning ortib qolgan miqdori gaz ajralib chiqishi tugaguncha quruq mochevina qo'shish orqali yo'qotiladi.

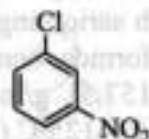
p-Bromtoluolning olinishi. Mis bromid solingan kolba tomizgich voronka, oqimi pastga qiya qilib o'rnatilgan sovutgich va kolbani tubigacha yetadigan bug' o'tkazuvchi nay bilan jihozlanadi. So'ngra mis(I)-bromid eritmasi qaynaguncha qizdiriladi va tomizgich voronkadan oz-ozdan diazoniy tuzining eritmasi qo'shiladi (haydash vaqtida diazobirikmaning asosiy qismi muzli suv bilan sovutib turilgan stakanda bo'lishi lozim). Shu bilan birga aralashmaga suv bug'i yuboriladi. p-Bromtoluol bilan qo'shimcha mahsulot sifatida hosil bo'lgan p-krezol aralashmasi rangli moysimon suyuqlik holida suv bug'i bilan haydaladi.

Distillyatga natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasini qo'shib, ishqoriy muhitga keltiriladi. p-Bromtoluol suvli eritmadan ajratiladi, kalsiy xlorid bilan quritiladi va qisqa havo sovutgichi bilan jihozlangan asbobda haydalib, 183–185°C atrofida qaynaydigan fraksiya yig'iladi.

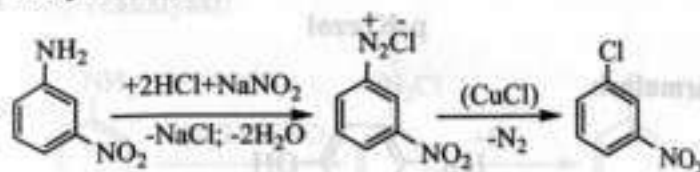
p-Bromtoluolning miqdori 8,5 g. Rangsiz modda olish uchun p-Bromtoluol haydalishidan avval konsentrlangan sulfat kislota bilan yuvilishi lozim. p-Bromtoluol qattiq modda, suvda erimaydi, spirtida eriydi. Molekulyar massasi – 171,04 g/mol, suyuqlanish harorati – 28,5°C, qaynash harorati – 184–185°C; $d_4^{20}=1,390$.

m-Nitroxlörbenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 13,8 g m-nitroanilin, xlorid kislota ($d=1,19$ g/ml), 7,5 g natriy nitrit, mis(I)-xlorid bevosita tajriba oldidan tayyorlanadi, natriy gidroksid (10 % li eritmasi), benzol, kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

13,8 g m-nitroanilin 40 ml konsentrlangan xlorid kislota va 25 ml suv aralashmasida 300 ml sig'imli stakanda qizdirib turib eritiladi. Eritma muzli suv hammomida yaxshilab sovutiladi va haroratni 1°C atrofida saqlab turib, aralashmani chayqatib, unga asta-sekin oldindan sovutilgan 7,5 g natriy nitritning 20 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Diazotirlash reaksiyasining tugagani yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshiriladi. Hosil bo'lgan cho'kma filtrlanadi. Filtrat aralashtirib turilgan holda 500 ml sig'imli kolbaga solingan mis(I)-xloridning sovutilgan suspensiyasiga quyiladi.

Reaksion aralashma vaqti-vaqti bilan 1 soat davomida aralashtirib turiladi. So'ngra kolbaga qaytarma sovutgich ulab, suv hammomida 40–50°C da azot ajralmay qolguncha qizdiriladi.

Kolba sovigandan keyin suyuqlik cho'kmadan (dekantatsiya usuli bo'yicha) ajratiladi va 50 ml benzol bilan ishlanadi. Benzol eritmasi ajratgich voronkaga suv, natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi va yana suv bilan yuviladi. So'ngra kalsiy xlorid bilan quri-

tiladi. Benzol haydaliib bo'lgach, qolgan qoldiq vakuumda haydaliib, 124–125°C da (18 mm sim. ust) qaynaydigan fraksiya yig'iladi. m-Nitroxlörbenzolning miqdori 10 g.

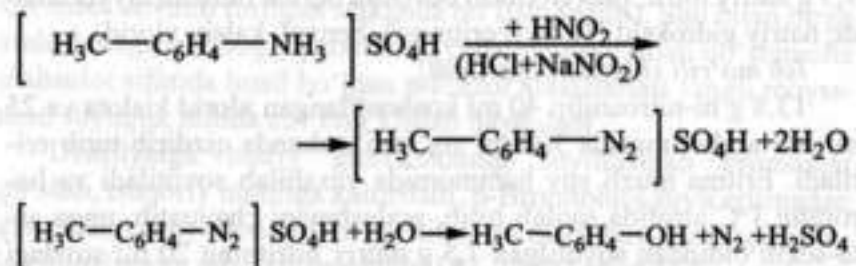
m-Nitroxlörbenzol – och sariq rangli qattiq modda, suvda erimaydi, spirtida, efirda, xloroformda, benzol, sirka kislotalarda eriydi. Molekulyar massasi – 157,51 g/mol; suyuqlanish harorati – 44,4°C; qaynash harorati – 124–125°C (18 mm sim. ust.).

p-Krezol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: p-Toluidin 10,7 g (0,1 mol), sulfat kislota (d=1,84 g/ml) 10 ml (0,18 mol), natriy nitrit 7 g (0,1 mol), natriy xlorid, efir, kalsiy xlorid.

500 ml stakanda 10 ml sulfat kislota 75 ml suv bilan aralashtirilib, chayqatib turilgan holda asta-sekin toluidin qo'shiladi. So'ngra aralashma sovutilib, unga 120 g muz solinadi, qolgan ish fenol sintezi kabi olib boriladi.

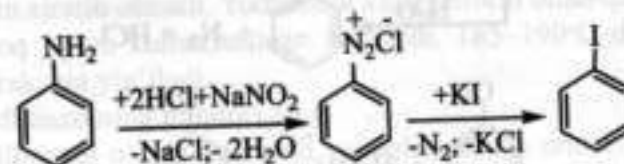
Hosil bo'lgan p-krezolning 195–200°C dagi fraksiyasi haydab olinadi. Miqdori 5–6 g. Toza p-krezolning suyuqlanish harorati – 35°C. Qaynash harorati – 202,5°C; d₄²⁰=1,035.

Yodbenzol

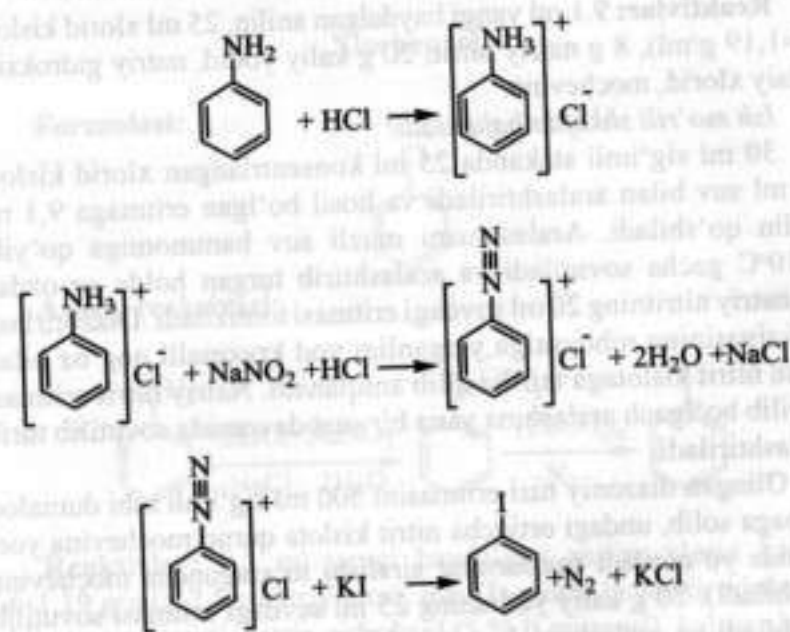
Formulasi:



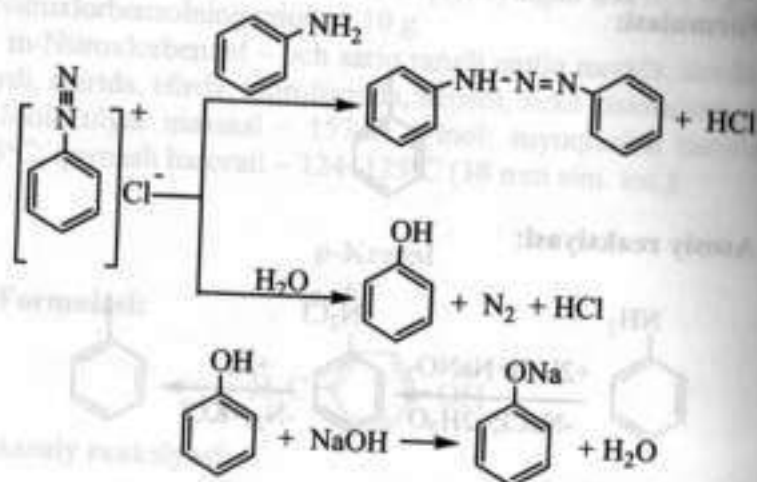
Asosiy reaksiyasi:



Mexanizmi:



Qo'shimcha reaksiyalari:



Reaktivlar: 9,1 ml yangi haydalgan anilin, 25 ml xlorid kislota ($d=1,19$ g/ml), 8 g natriy nitrit, 20 g kaliy yodid, natriy gidroksid, kalsiy xlorid, mochevina.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

30 ml sig'imli stakanda 25 ml konsentrlangan xlorid kislota 25 ml suv bilan aralashtiriladi va hosil bo'lgan eritmaga 9,1 ml anilin qo'shiladi. Aralashmani muzli suv hammomiga qo'yib, $5-10^{\circ}\text{C}$ gacha sovutiladi va aralashtirib turgan holda oz-ozdan 8 g natriy nitritning 20 ml suvdagi eritmasi tomiziladi. Diazotirlash reaksiyasining nihoyasiga yetganligi yod kraxmalli qog'oz bilan erkin nitrit kislotaga tajriba qilib aniqlanadi. Natriy nitrit eritmasi quyilib bo'lgach aralashma yana bir soat davomida sovutilib turib aralashtiriladi.

Olingan diazoni tuzi eritmasini 500 ml sig'imli tubi dumaloq kolbaga solib, undagi ortiqcha nitrit kislotaga quruq mochevina yordamida yo'qotiladi (gazlarning ajralishi to'xtaguncha mochevina qo'shiladi). 20 g kaliy yodidning 25 ml suvdagi eritmasi sovutilib qo'shiladi va aralashma 1 soat qoldiriladi. So'ngra reaksiya ara-

lashmaga kuchli ishqoriy muhit hosil bo'lguncha natriy gidroksidning konsentrlangan eritmasidan qo'shiladi va yodbenzol suv bug'i bilan haydaladi. Sovutgichdan moysimon tomchilar siljib chiqishi to'xtamaguncha haydash davom ettiriladi. Yig'gichdagi distillyat ajratgich voronkaga quyiladi va pastki qavat – yodbenzol konussimon kichik kolbaga solinadi.

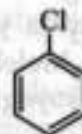
Olingan mahsulot och-sariq rangda bo'lishi lozim, agar u qo'ng'ir rangli bo'lsa (erkin yod borligini bildiradi), oz miqdor natriy sulfit yoki natriy gidrosulfit bilan chayqatilib, pastki qavat qaytadan ajratib olinadi. Yodbenzol kalsiy xlorid bilan quritiladi va kichikroq Vyurs kolbachasidan haydalib, $185-190^{\circ}\text{C}$ da qaynaydigan fraksiya yig'iladi.

Yodbenzolning miqdori 16 g.

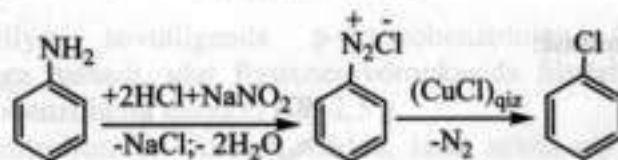
Yodbenzol o'ziga xos hidli suyuqlik, suvda erimaydi, spirtida va efir yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 204,01 g/mol; qaynash harorati $188,45^{\circ}\text{C}$; suyuqlanish harorati – $31,35^{\circ}\text{C}$.

Xlorbenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 9,1 ml yangi haydalgan anilin, xlorid kislota ($d=1,19$ g/ml), 7,5 g natriy nitrit, mis (I)-xlorid bevosita tajribadan oldin tayyorlanadi, natriy gidroksid (5 % li eritmasi), kalsiy xlorid.

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

300 ml sig'imli stakanga 9,1 ml anilin 25 ml konsentrlangan xlorid kislotaning 25 ml suvdagi eritmasida eritiladi. Reaksiya aralashma muzli suv hammomida sovutiladi. Unga chayqatib turgan holda asta-sekin 7,5 g natriy nitritning 15 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Natriy nitritni shunday tezlikda qo'shish lozimki, reaksiya aralashmaning harorati 50°C dan ko'tarilmasin.

Diazotirlash reaksiyasining tugaganligi yod kraxmal qog'oz yordamida tekshiriladi. Hosil qilingan diazoniyl tuzi eritmasi 500 ml sig'imli tubi yassi kolbaga solinib sovutilgan mis(I)-xlorid suspenziyaga quyiladi.

Reaksiya aralashma vaqti-vaqti bilan bir soat aralashtirib turgan holda qoldiriladi. So'ngra kolbaga qaytarma sovutgich ulanadi va azot ajralib chiqishi tugaguncha suv hammomida 40–50°C gacha qizdiriladi. Xlorbenzol suv bug'i bilan haydaladi. Distillyat ajratgich voronkaga quyilib, suvli qavatdan ajratiladi, natriy gidroksidning suyultirilgan eritmasi, so'ngra suv bilan yuviladi. Kalsiy xlorid bilan quritiladi va kichik hajmli Vyurs kolbasida haydaladi. 127–131°C da qaynaydigan fraksiya yig'iladi.

Xlorbenzolning miqdori 6 g.

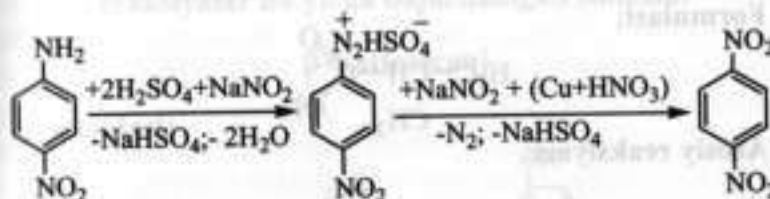
Xlorbenzol – suyuqlik, suvda yomon eriydi, spirt, efirda, xloroformda va benzolda eriydi. Molekulyar massasi – 112,56 g/mol; qaynash harorati – 132,106°C; suyuqlanish harorati – 45,2°C.

p-Dinitrobenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 3,5 g p-nitroanilin, 11,5 g natriy nitrit, 7 g mis, sulfat kislotasi (63 % li eritmasi).

Ish mo'rili shkafda bajariladi!

300 ml sig'imli stakanda 11,5 g natriy nitrit 30 ml suvda eritiladi. Unga 7 g kukun holdagi mis qo'shib, aralashtirib turilgan holda suv hammomida 60°C da qizdiriladi. So'ngra oz-ozdan aralashtirgich yordamida aralashtirib turib, 3,5 g p-nitroanilinning suyultirilgan sulfat kislotadagi eritmasi (30 ml suv va 6 ml konsentrlangan sulfat kislotasi) qo'shiladi.

p-Nitroanilin kislotada to'liq eritish lozim. p-Nitroanilin eritmasining har bir porsiyasi qo'shilganda reaksiya aralashma ko'piklashadi. Shuning uchun p-nitroanilin eritmasi 2,5–3 soat davomida qo'shiladi va reaksiyaning harorati 60–70°C da saqlanadi.

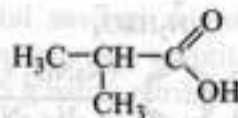
So'ngra aralashtirishni davom ettirib, aralashma xona haroratigacha sovutiladi, gazlar ajrala boshlaguncha nitrat kislotada oksidlanadi va suv bug'i bilan haydab 1,5–2 litr distillyat yig'iladi.

Distillyat sovutilganda p-dinitrobenzolning kristallari cho'kmaga tushadi, ular Byuxner voronkasida filtrlab olinadi. p-Dinitrobenzolning miqdori – 2–2,5 g.

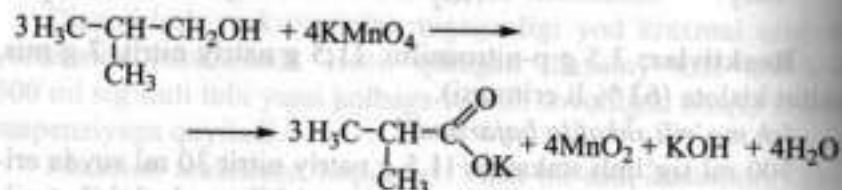
p-Dinitrobenzol – kristall modda, issiq suvda qiyin eriydi, benzolda, isitilgan spirt va efirda eriydi. Molekulyar massasi – 168,11 g/mol; qaynash harorati – 173–174°C.

Izomoy kislota

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: Izobutil spirt 18 ml yoki 14,8 g (0,2 mol), kaliy permanganat 42 g (0,27 mol), natriy karbonat, sulfat kislota, efir, natriy sulfat.

1 litr sig'imli kolbada 18 ml izobutil spirt olib, unga 100 ml 10 % li natriy karbonat qo'shiladi (qo'shimcha moddalarning hosil bo'lishini kamaytirish uchun).

Aralashma muzli suvda sovutilib, aralashtirib va sovutilib turilgan holda unga 42 g kaliy permanganatning 800 ml suvdagi sovutilgan eritmasi oz-ozdan quyiladi; bunda harorat 15°C dan oshmasligi lozim. Reaktsion aralashma xona haroratida 12 soat qoldirilib, cho'kmaga tushgan marganes (IV)-oksid filtrlanib, suv bilan yuviladi va filtrat suv hammomida 40–50 ml hajmgacha bug'lantiriladi. Eritma sovutilgandan so'ng ajratgich voronkaga solinib, 50 % li sulfat kislota qo'shib kislotali muhit hosil qilinadi va yana biroz kislota qo'shiladi. Aralashmaga 20 ml efir solib chayqatiladi; suvli qism ajratilib yana ikki marta 10 ml efir bilan ishlanadi.

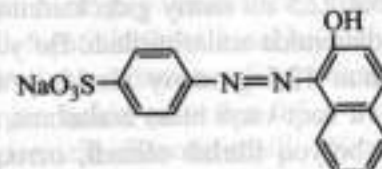
Efirli eritmalar suvsiz natriy sulfatda yaxshi quritilgandan so'ng filtrlanib, quruq efir bilan yuviladi va efirni suv hammomida haydab olinadi. So'ngra suv sovutgichi havo sovutgichi bilan almashtirib, izomoy kislota gaz alangasida haydaladi.

Izomoy kislota 154,4°C da qaynaydi. Miqdori 14 g atrofida.

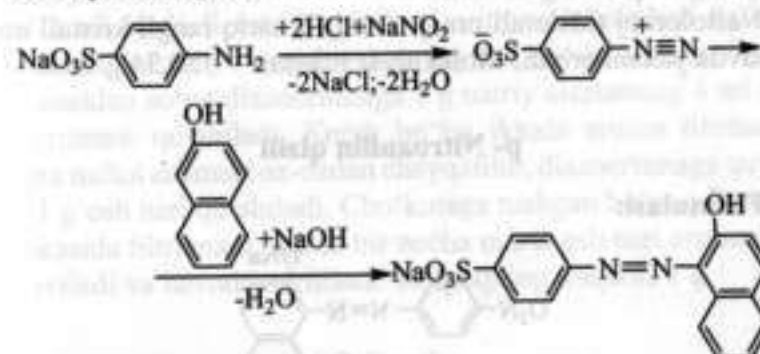
Diazobirikmalarda azot chiqmasdan boradigan reaksiyalar bo'yicha bajariladigan sintezlar

β-Naftoloranj

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2,5 g sulfanil kislota, 1 g natriy nitrit, 1,8 g β-naftol, natriy gidroksidning 2 N li eritmasi, xlorid kislota 2 N eritmasi, osh tuzi.

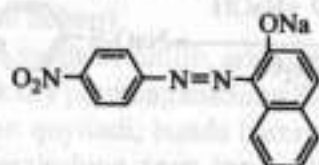
Sulfanil kislota diazotirlash reaksiyasi quyidagicha olib boriladi: 100 ml sig'imli stakanda 2,5 g kristall holidagi sulfanil kislota 6,5 ml natriy gidroksidning 2 N eritmasida eritiladi. Sulfanil kislota eritmasi erib bo'lgandan so'ng suyuqlik ishqoriy reaksiya berishi lozim (lakmus bo'yicha). Hosil bo'lgan eritmaga 1 g natriy nitritning 12 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi, 10°C gacha sovutiladi va aralashtirib turilgan holda stakandagi 2 N xlorid kislota 13 ml eritmasiga quyiladi. Reaktsion aralashma muzli suv bilan sovutiladi. Bir necha daqiqadan so'ng p-diazobenzolsulfonil kislota diazoni tuzini mayda oq

cho'kmasi hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan mahsulot eritmadan ajratilmaydi va shundayligicha ishlatiladi. Boshqa diazoniyl tuzlariga nisbatan β -diazobenzosulfonik kislota ancha barqaror va bir necha soat saqlanishi mumkin. So'ngra olingan p -diazobenzosulfonik kislota koloid eritmasini xona haroratida chayqatib turib, β -naftolning ishqoriy eritmasiga (1,8 g β -naftol 22,5 ml natriy gidroksidning 2 N eritmasiga) quyiladi. 30 daqiqa davomida aralashtiriladi. Bo'yoqning eruvchanligini kamaytirish uchun 12,5 g natriy xlorid qo'shib, muzli suvda 1 soatga qoldiriladi va vaqt-vaqti bilan aralashma chayqatib turiladi. Cho'kmaga tushgan bo'yoq filtrlab olinadi, ozroq sovuq suv bilan yuviladi, shisha probka bilan siqiladi va havoda quritiladi. p -Naftoloranjning miqdori 4 g atrofida.

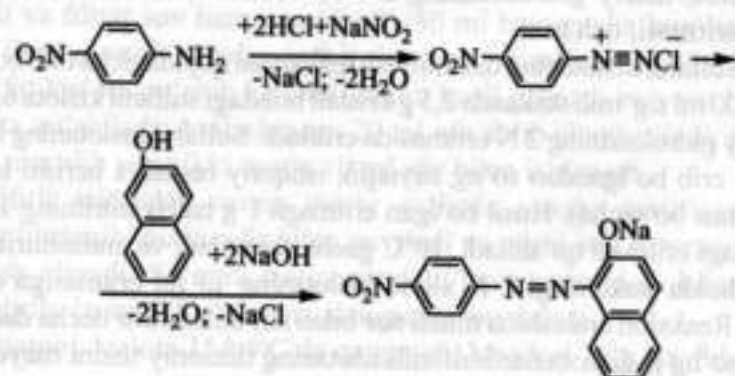
Naftoloranj (kislotali oranj, oranj II) sariq rangli kristall modda, suvda yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 350,34 g/mol.

p - Nitroanilin qizili

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



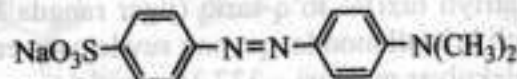
Reaktivlar: 0,5 g p -nitroanilin, xlorid kislota (20 % li eritmasi), 0,3 g natriy nitrit, 0,5 g β -naftol, natriy gidroksid (30 % li eritmasi), 1 g natriy atsetat, osh tuzi.

Kichikroq stakanda 0,5 g p -nitroanilin 5 ml qaynoq suv va 1 ml 20 % li xlorid kislota eritmasining aralashmasida eritiladi. Eritma 0–5°C gacha sovutilib, unga yana shuncha miqdorda xlorid kislota eritmasi qo'shiladi. Agar cho'kma hosil bo'ladigan bo'lsa suv ham qo'shiladi. Hosil bo'lgan eritma muzli suv hammomiga tushiriladi va aralashtirib turgan holda oz-ozdan 0,3 g natriy nitritning 4 ml suvdagi eritmasi tomizib diazotirlanadi. Diazotirlash nihoyasiga yetgach (yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshirib ko'riladi,) eritma sovuq joyda 1 soat qoldiriladi. Bu vaqt ichida boshqa stakanda 0,5 g naftol 2 ml 30 % li natriy gidroksid eritmasida eritiladi va hosil bo'lgan cho'kmani yo'qotish uchun qaynoq suv qo'shiladi.

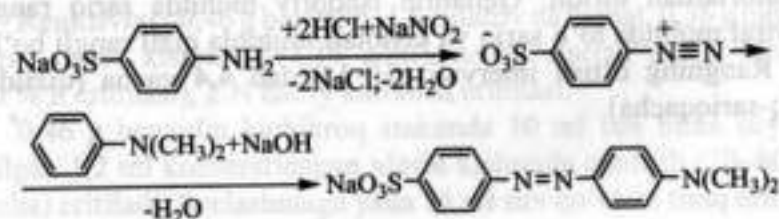
1 soatdan so'ng diazoeritmaga 1 g natriy atsetatning 4 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Kerak bo'lsa ikkala eritma filtrlanadi. So'ngra naftol eritmasi oz-ozdan chayqatilib, diazoeritmaga quyiladi va 1 g osh tuzi qo'shiladi. Cho'kmaga tushgan bo'yoq Byuxner voronkasida filtrlanadi, filtrda bir necha marta osh tuzi eritmasi bilan yuviladi va havoda quritiladi. Bo'yoqning miqdori 1 g.

Gellantin

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2,5 g sulfanil kislotaning Na li tuzi, 1,5 ml yangi tayyorlangan dimetilanilin, natriy gidroksidning 2 N eritmasi, xlorid kislotaning 2 N eritmasi.

Sulfanil kislotaning Na li tuzi diazotirlash reaksiyasi ham β -naftoloranj olish usuli bilan olib boriladi.

Kichkina stakanda 1,5 ml dimetilanilin 6,5 ml xlorid kislotaning 2 N eritmasida eritiladi (dimetilanilin butunlay erib ketishi lozim – eritma ustidagi moysimon qavatning yo'qolishi shundan darak beradi).

Hosil bo'lgan eritma muzli suvda sovutiladi va aralashtirib turilgan holda unga 200 ml sig'imli stakandagi p-diazobenzolsulfokislota quyiladi. 5–10 minutdan so'ng qizil rangli bo'yoqning kislota ta'siriga chidamli turi – quyuq pasta hosil bo'ladi. Bo'yoqning natriyli tuzini hosil qilish uchun pastaga ishqoriy muhit hosil bo'lguncha natriy gidroksidning 2 N eritmasidan qo'shib, yaxshilab aralashtiriladi va qaynaguncha qizdiriladi. Bunda bo'yoqning asosiy qismi eritmaga o'tadi.

Aralashma muzli suvda sovutiladi. Ma'lum vaqt o'tgach bo'yoqning to'q sariq jigar rang yaproqchalar shaklidagi natriyli tuzi hosil bo'ladi. 1,5–2 soatdan so'ng cho'kma filtrlanadi va 30–40°C da quritiladi.

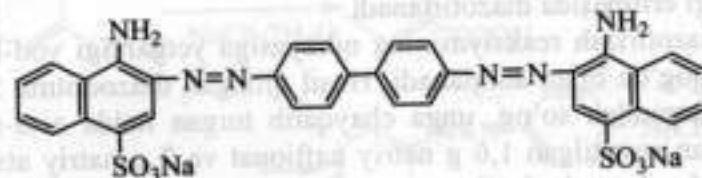
Geliantinning miqdori 4,5 g mahsulotni oz miqdordagi suvdan qayta kristallantirish mumkin.

Geliantin (metiloranj, 4-dimetilaminoazobenzol-4-sulfokislotaning natriyli tuzi) – to'q-sariq (jigar rangda ham bo'lishi mumkin) rangli kristall modda, qaynoq suvda oson eriydi, spirtida erimaydi. Molekulyar massasi – 327,34 g/mol.

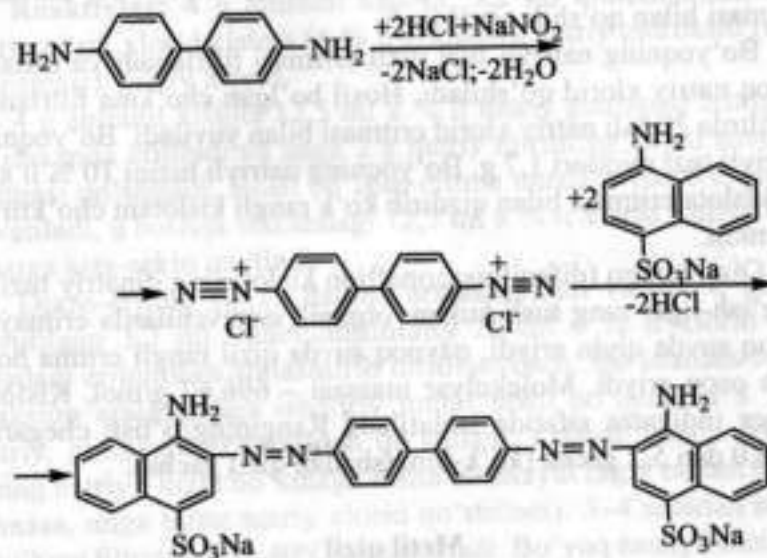
Geliantin keng qo'llaniladigan kislota-ishqoriy rangli indikatorlardan biridir. Geliantin ishqoriy muhitda sariq rangli, neytral muhitda to'q sariq va kislotali muhitda qizil rangli bo'ladi. Rangning o'tish intervali pH=3,0 dan 4,4 gacha (qizildan to'q-sariqqacha).

Qizil kongo

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 0,46 g benzidin, 1,6 g natriy naftionat, 0,36 g natriy nitrit, xlorid kislota ($d=1,19$ g/ml), natriy atsetat, natriy xlorid (20 % li eritmasi), 2 N natriy karbonat eritmasi.

0,46 g benzidin kichikroq stakanda 10 ml suv bilan suyultirilgan 1,2 ml konsentrlangan xlorid kislotada qizdirib (70–80°C gacha) eritiladi. Aralashmaga yana 15 ml suv qo'shib, tiniq eritma

2–3°C gacha sovutiladi (agar eritma tiniq bo'lmasa, u tezda filtrlanadi, shundan keyin yana sovutiladi). So'ngra eritma aralashtirib turgan holda (1 daqiqa davomida) 0,36 g natriy nitritning 2 ml suvdagi eritmasida diazotirlanadi.

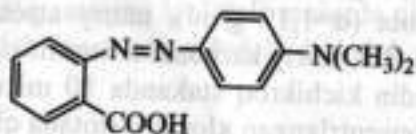
Diazotirlash reaksiyasining nihoyasiga yetganligi yod-kraxmalli qog'oz bilan aniqlanadi. Hosil qilingan diazoeritma 5 daqiqa turgandan so'ng, unga chayqatib turgan holda asta-sekin oldindan sovutilgan 1,6 g natriy naftionat va 2 g natriy atsetatning 25 ml suvdagi eritmasi quyiladi. Bundan olingan namuna 10 %li xlorid kislota bilan qizdirilganda azot pufakchalari ajralib chiqmasa, bo'yoqning ko'k-qora cho'kmasi 2 N natriy karbonat eritmasi bilan qo'shib qizdiriladi.

Bo'yoqning natriyli tuzi qizil eritmasi filtrlanadi va filtratga ozroq natriy xlorid qo'shiladi. Hosil bo'lgan cho'kma filtrlanadi va filtrda 20 %li natriy xlorid eritmasi bilan yuviladi. Bo'yoqning natriyli tuzi miqdori 1,7 g. Bo'yoqning natriyli tuzini 10 % li xlorid kislota eritmasi bilan qizdirib ko'k rangli kislota cho'ktirish mumkin.

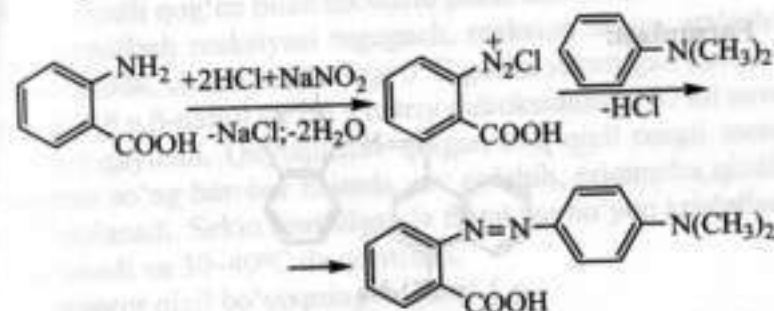
Qizil kongo (difenilbisazonaftion kislota dinatriy tuzi) – qizg'ish-jigar rang tusli kukun, organik erituvchilarda erimaydi, sovuq suvda qiyin eriydi, qaynoq suvda qizil rangli eritma hosil qilib oson eriydi. Molekulyar massasi – 696,67 g/mol. Kislota-ishqor indikator sifatida ishlatiladi. Rangining o'tish chegarasi pH 3,0 dan 5,2 gacha (ko'k-binafshadan qizil gacha).

Metil qizil

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



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

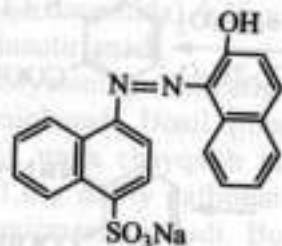
4 g antranil kislota 12,5 ml 8 % li natriy gidroksid eritmasida stakanda eritiladi va unga 2 g natriy nitritning 25 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Hosil bo'lgan eritma muzli suvda 0°C gacha sovutiladi, u boshqa stakandagi 12,5 ml 8 % li xlorid kislota eritmasiga asta-sekin quyiladi.

Diazo-eritma 10–15 daqiqa aralashtiriladi va 0–5°C gacha sovutilgan 3,2 ml dimetilanilinning 25 ml 4 % li xlorid kislota eritmasiga aralashtirib turib quyiladi. Bir soatdan so'ng reaksiya aralashmaga ishqoriy muhit hosil bo'lguncha 8 % li natriy, gidroksid eritmasidan qo'shiladi. Odatda bunda bo'yoqning natriyli tuzi cho'kmaga tusha boshlaydi (agar bu hol kuza-tilmasa, unga biroz natriy xlorid qo'shiladi). 3–4 soatdan so'ng cho'kma filtrlanadi va 40°C da quritiladi. Bo'yoq natriyli tuzining miqdori 4,5 g.

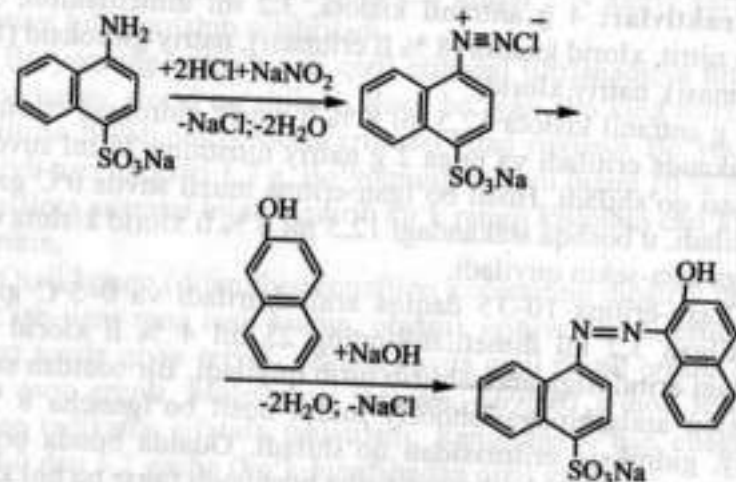
Metil qizil (p-dimetilaminoazobenzol-o-karbon kislota) – qizil binafsha rangli kristall modda yoki qizil-qo'ng'ir kukun, suvda qiyin eriydi, qaynoq spirtida yaxshi eriydi. Molekulyar massasi – 291,28 g/mol. Kislota-ishqorli rangli indikator sifatida ishlatiladi. Rangining o'tish chegarasi pH 4,2 dan 6,2 gacha (qizildan sariq ranggacha).

Barqaror qizil bo'yoq

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 5,6 g natriy naftionat, 1,7 g natriy nitrit, 3,8 g naf-
tol, sulfat kislota ($d=1,84$ g/ml), 2,6 g natriy gidroksid, osh tuzi.

200 ml sig'imli konussimon kolbada 5,6 g natriy naftionat va
1,7 g natriy nitrit 75 ml suvda eritiladi. Reaksiyon aralashma muz-
li suvda 0°C gacha sovutiladi, aralashtirgich bilan aralashtirilgan
holda asta-sekin suyultirilgan sulfat kislota (3 ml konsentrlangan
sulfat kislota va 25 ml suv) qo'shiladi.

Diazobirikma och sariq rangli kristallar hosil qiladi. Diazotirlash
reaksiyasini olib borish uchun (doimo 0°C gacha sovutiladi) bir

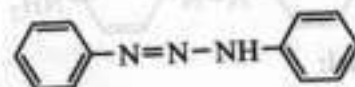
necha soat lozim bo'ladi. Reaksiyaning nihoyasiga yetganligini
yod-kraxmalli qog'oz bilan tekshirib bilish mumkin.

Diazotirlash reaksiyasi tugagach, reaksiyon massa aralashtirib
turilgan holda, chinni stakandagi 0°C gacha sovutilgan naftol erit-
masiga (3,8 g β -naftol va 2,6 g natriy gidroksidning 100 ml suvdagi
eritmasi) quyiladi. Quyuqlashib qolgan to'q qizil rangli massaga
2 soatdan so'ng barobar hajmda suv qo'shib, eriguncha qizdirila-
di va filtrlanadi. Sekin sovutilganda filtratdan bo'yoq kristallanadi.
U filtrlanadi va $30-40^{\circ}\text{C}$ da quritiladi.

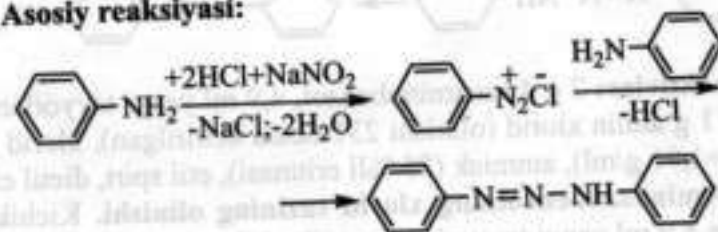
Barqaror qizil bo'yoqning miqdori 1 g.

Diazoaminobenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 4,6 ml anilin, 1,75 g natriy nitrit, xlorid kislota
($d=1,19$ g/ml), 12,5 g natriy atsetat, etil spirt.

200 ml sig'imli stakanda 4,6 ml anilin 5 ml konsentrlangan xlo-
rid kislota va 25 ml suvda eritiladi. Muzli suv bilan sovutib turilgan
eritmaga 25 g muz qo'shiladi va chayqatib turgan holda asta-sekin
1,75 g natriy nitritning ozroq suvdagi eritmasi quyiladi. Reaksiyon
aralashmaning harorati 5°C dan oshmasligi lozim.

Diazotirlash reaksiyasining tugallanishi yod-kraxmalli qog'oz
bilan tekshiriladi. Reaksiyon aralashma 15 min (sovutib turilgan hol-

da) qoldiriladi va so'ngra 12,5 g natriy atsetatning 50 ml suvdagi eritmasi qo'shiladi. Hosil bo'lgan diazoaminobenzol cho'kmasi filtrlanadi, suv bilan yuviladi, siqiladi va petroley efirdan qayta kristallanadi.

Diazoaminobenzolning miqdori 6,5 g.

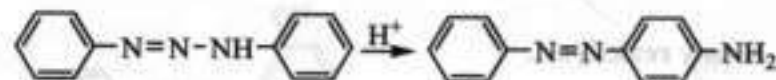
Diazoaminobenzol – to'q sariq rangli kristall modda, suvda erimaydi, qaynoq spirtida, efirda, benzolda eriydi. Molekulyar massasi – 197,24 g/mol; suyuqlanish harorati – 98°C.

p- Aminoazobenzol

Formulasi:



Asosiy reaksiyasi:



Reaktivlar: 2 g diazoaminobenzol, 4,9 ml yangi tayyorlangan anilin, 1 g anilin xlorid (olinishi 231-betda keltirilgan), xlorid kislota ($d=1,91$ g/ml), ammiak (25 %li eritmasi), etil spirt, dietil efir.

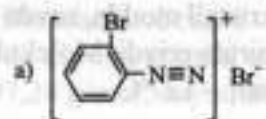
p-Aminoazobenzolning xlorid tuzining olinishi. Kichikroq kolbada 4,9 ml yangi tayyorlangan anilin bilan 1 g kukun holdagi quruq anilin xlorid tuzi aralashtiriladi. So'ngra 2 g quruq diazoaminobenzol qo'shiladi va aralashma 30 daqiqa to'xtovsiz aralashtirib turilgan holda (30°C da, termometr hammomga tushirilgan) qizdiriladi. Reaksiya tugagandan so'ng anilin 24 ml 10 % li xlorid kislota da eritilib (18 ml suvdagi 6 ml konsentrlangan xlorid kislota) ajratib olinadi. Cho'kmada qolgan p-aminoazobenzolning xlorid tuzi filtrlanadi va ozroq xlorid kislota qo'shilgan 100 marta ortiq miqdordagi suvdan qayta kristallanadi. p-aminoazobenzol xlorid tuzining miqdori 2 g.

p-aminoazobenzolning olinishi. 1 g p-aminoazobenzolning xlorid tuzi qizdirilib, 10 ml etil spirtida eritiladi va eritmaga to'q sariq tusga kirguncha oz-ozdan konsentrlangan ammiak eritmasi tomiziladi. Sovutilganda p-aminoazobenzolning to'q-sariq rangli kristallari cho'kmaga tushadi.

p-Aminoazobenzol – to'q sariq rangli kristall modda, suvda erimaydi, efir, benzol, xloroform va qaynoq spirtida eriydi. Molekulyar massasi – 197,24 g/mol; suyuqlanish harorati – 127°C.

XII bobga oid masala va mashqlar

1. Quyidagi birikmalarni nomlang:



2. Quyidagi birikmalarning geometrik (sin- va anti-) izomerlari tuzilish formulalarini yozing:

- kaliy fenildiazotat;
- fenildiazosianid;
- natriy *o*-bromfenildiazotat.

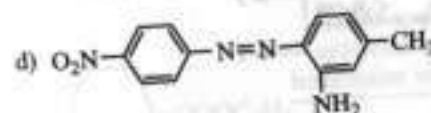
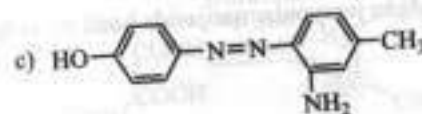
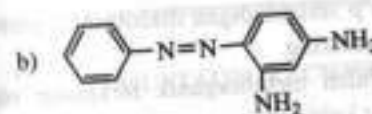
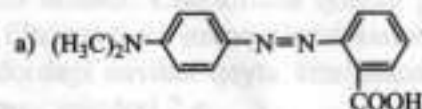
3. Anilinni diazotlashda mineral kislota (yoki natriy nitrit) yetarli miqdorda olinmasa sariq cho'kma hosil bo'ladi. Reaksiya tenglamasini yozing.

4. Diazotlashning oxirigacha borganligi yod-kraxmal qog'oz (KJ + kraxmal) yordamida aniqlanadi. Shu qog'ozda boradigan reaksiya tenglamasini yozing.

5. Fenildiazoniy xloridga bo'l kumush oksid, ishqor va so'ngra kislota ketma-ket ta'sir ettirilganda boradigan reaksiyalarni tushuntiring.

6. Bir valentli mis tuzlari katalizatorligida elektronning ko'chishi bilan boradigan (Zandmeyer reaksiyasi) mexanizmini tushuntiring.

7. Quyidagi azobo'yoqlarni qaysi diazo- va azo- tashkil etuvchilardan sintezlash mumkin:

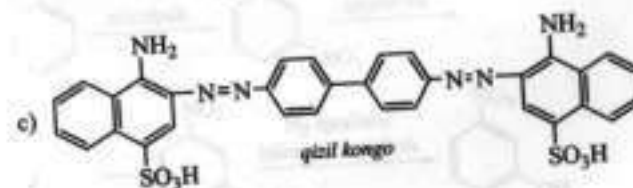
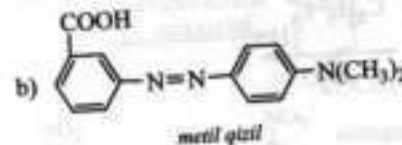
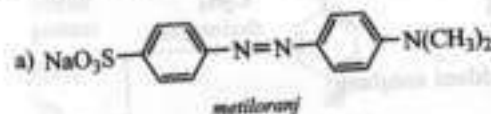


8. $C_7H_9N_2$ tarkibli birikmaga nitrit kislota ta'sir ettirilib, reaksiya mahsuloti CuBr ishtirokida qizdirilganda *p*-brombenzil spirt hosil bo'ladi. Dastabki moddaning tuzilishini aniqlang.

9. Geliantinga a) kuchli b) kuchsiz qaytaruvchilar ta'sir ettirilganda qanday moddalar hosil bo'ladi?

10. Azoqo'shilish reaksiyasi mexanizmini yozing.

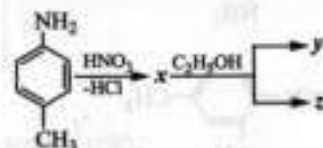
11. Benzol va boshqa moddalardan foydalanib quyidagi azobo'yoqlarni sintez sxemasini yozing:



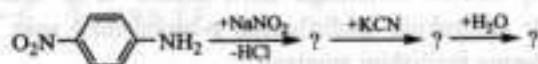
11. Azoqo'shilish reaksiyalarida ko'p ishlatiladigan diazotashkil etuvchi va azotashkil etuvchi moddalarga misol keltiring.

12. Diazoniyning kompleks tuzlaridan metallorganik birkmalar olish (A.N. Nesmeyanov reaksiyasi)ga misollar keltiring.

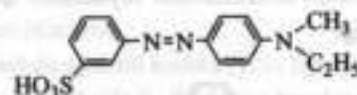
13. Quyidagi sxemada aks ettirilgan jarayonlar natijasida hosil bo'ladigan x,y,z moddalarni aniqlang:



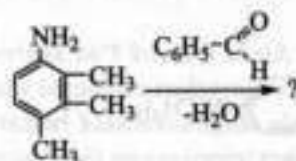
14. Jarayonlar ketma-ketligida hosil bo'ladiga moddalar guruhini yozing:



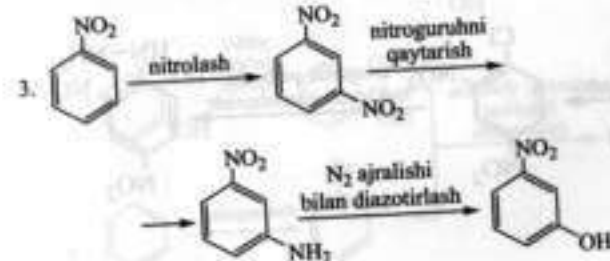
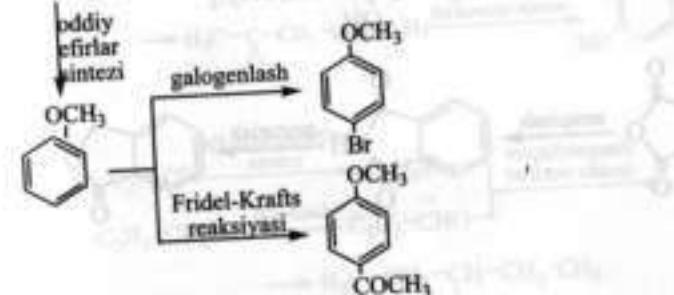
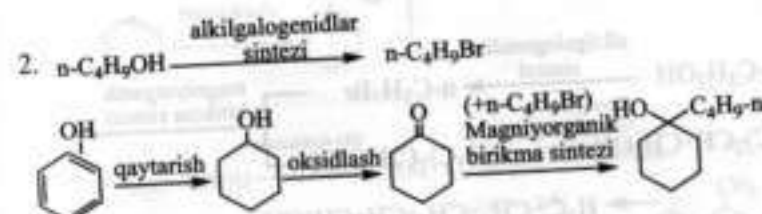
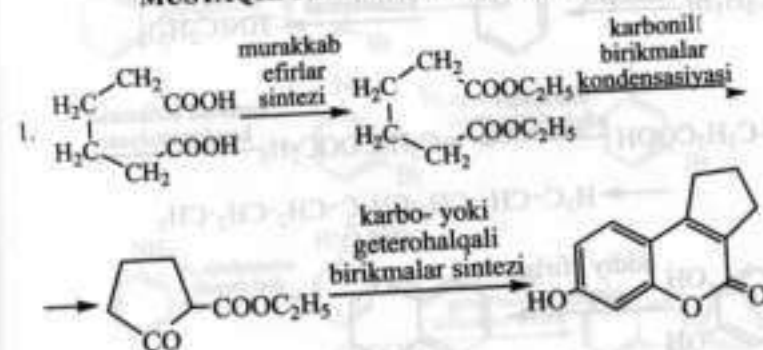
15. Quyida berilgan moddani olish uchun zarur bo'lgan moddalar va reaksiyalarni sxema tarzida ifodalang:

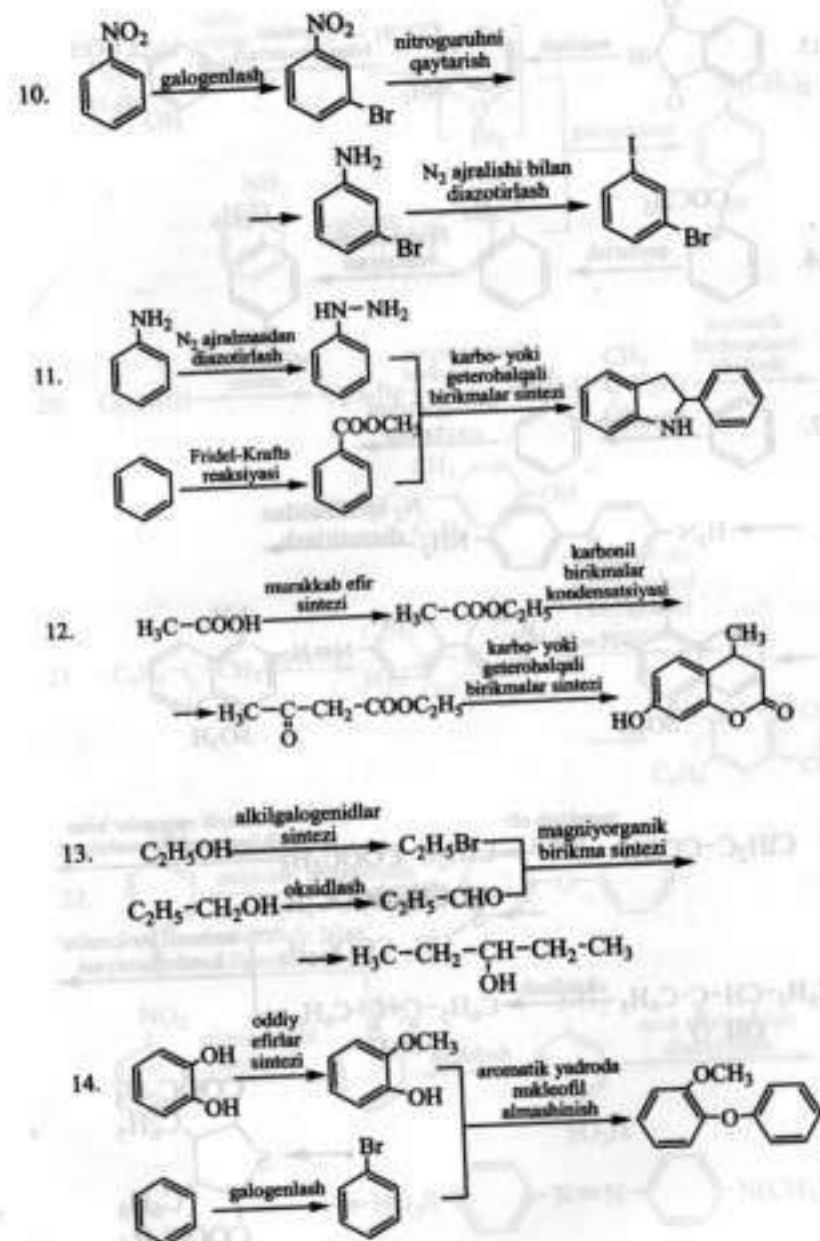
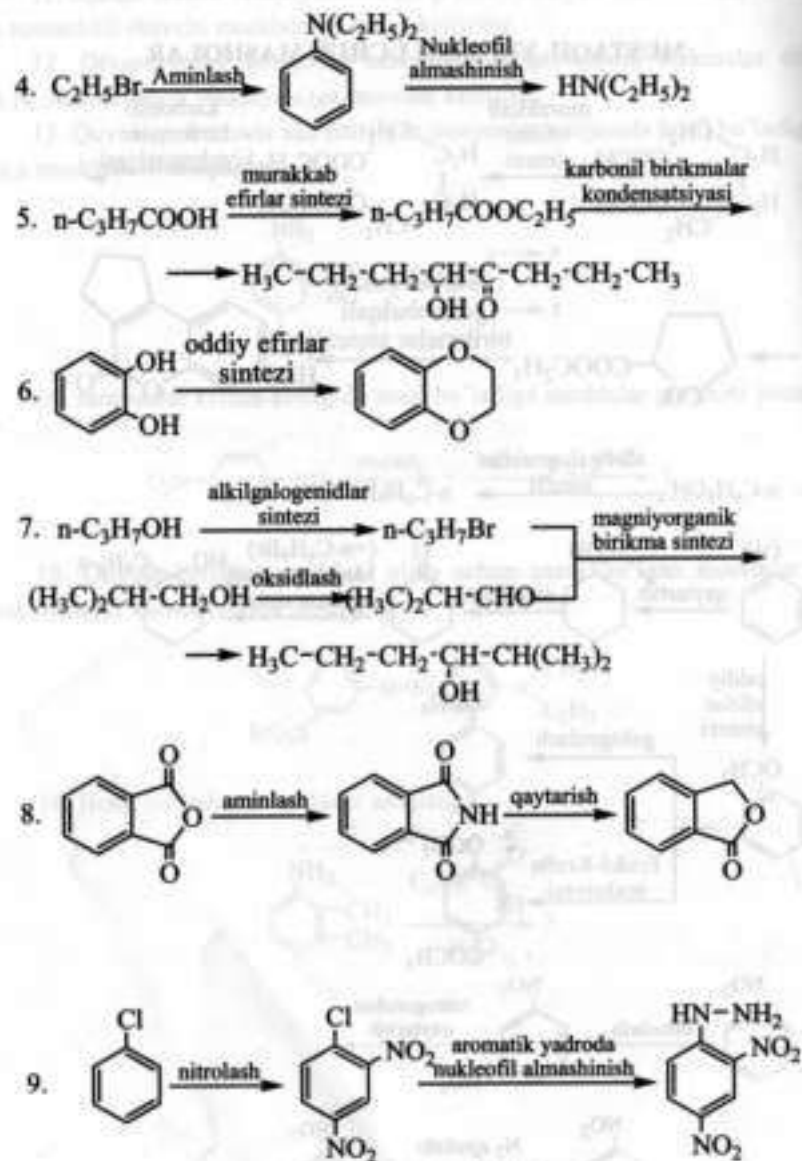


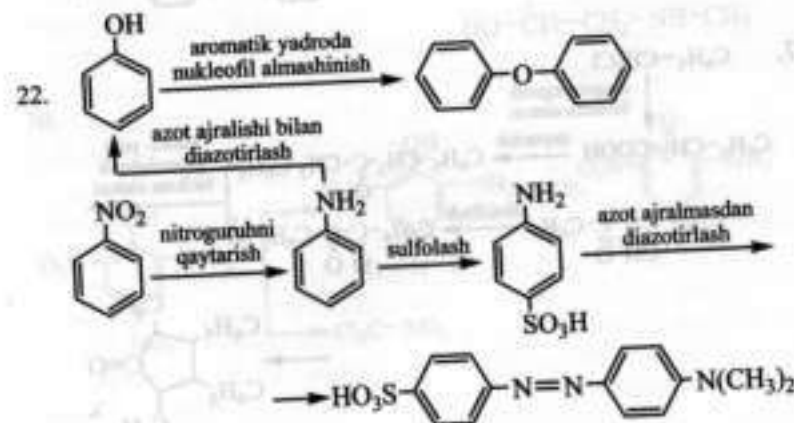
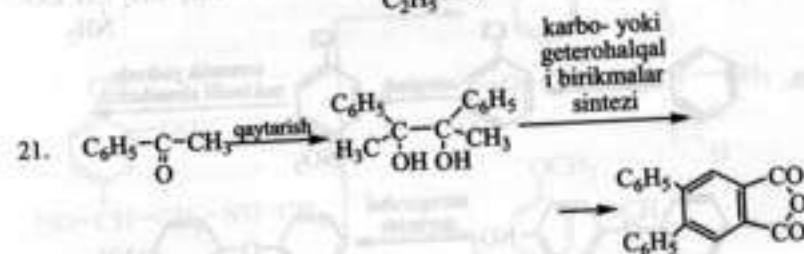
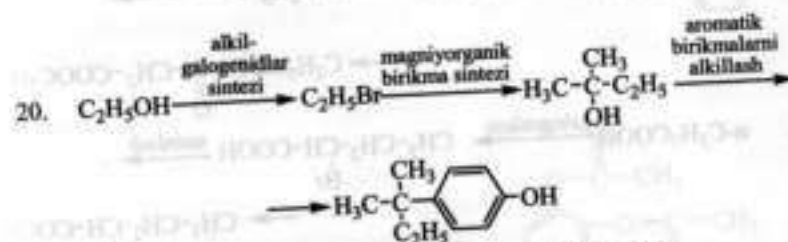
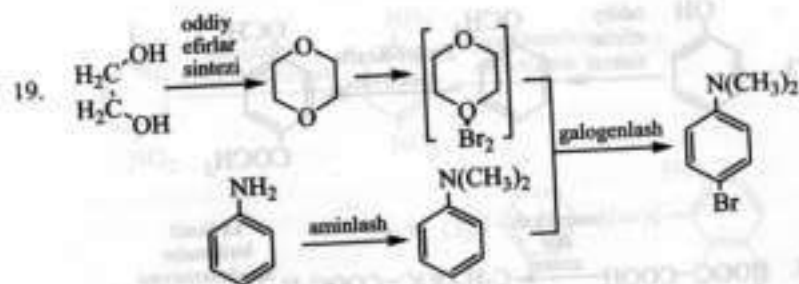
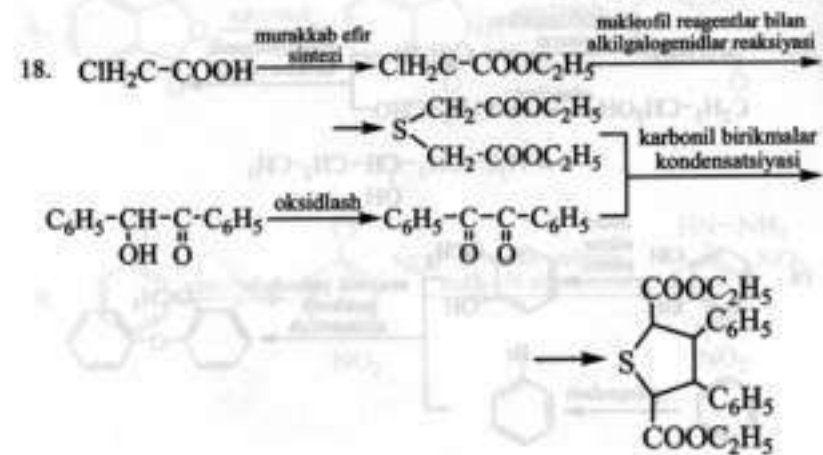
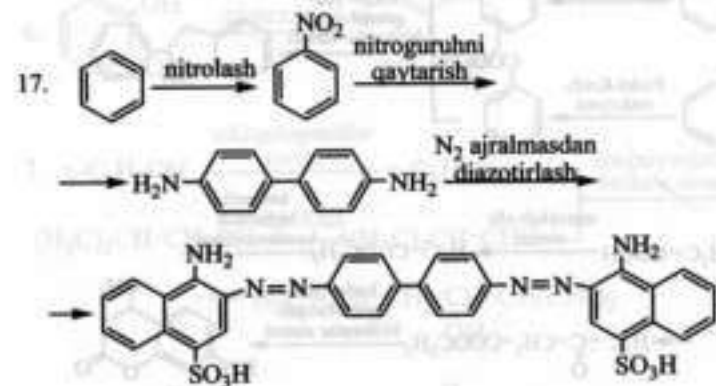
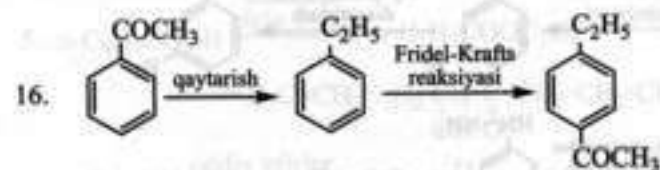
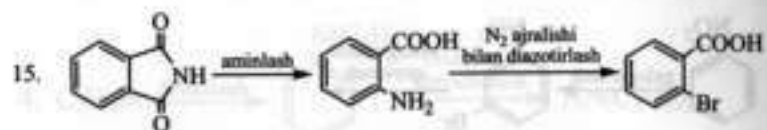
16. Hosil bo'ladigan moddani aniqlang:

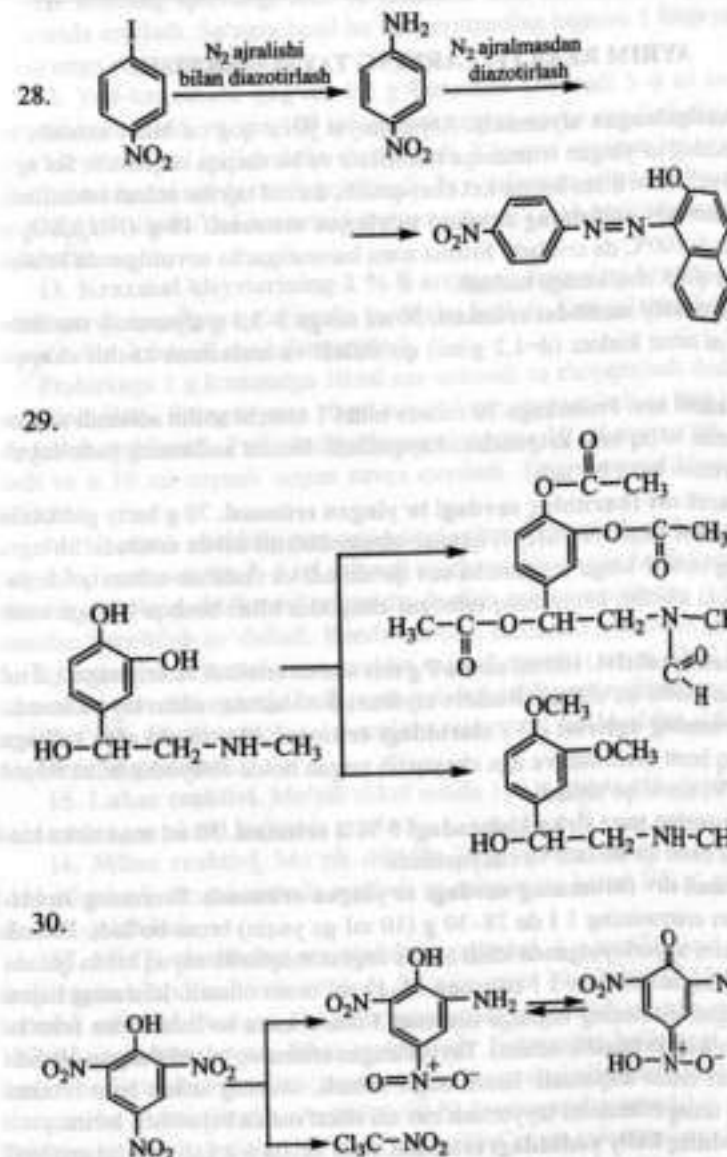
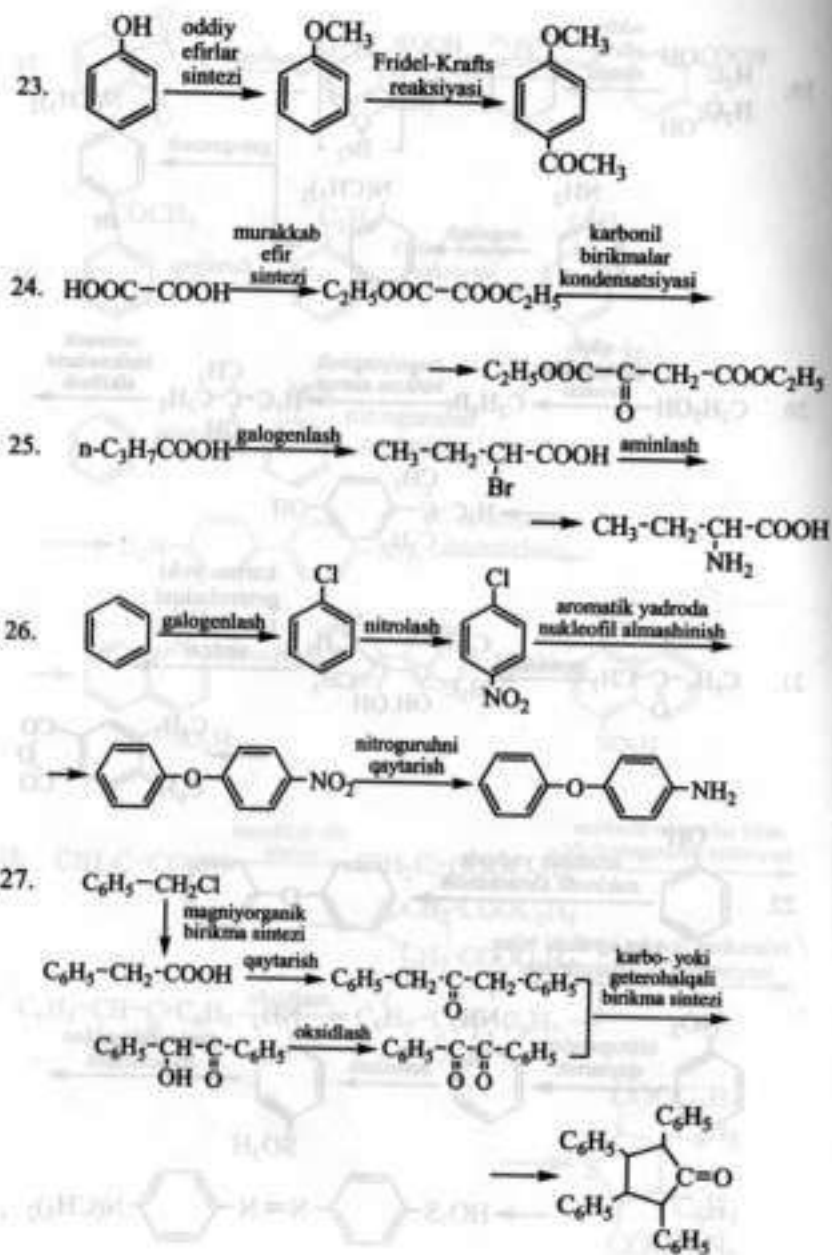


MUSTAQIL YECHISH UCHUN MASHQLAR









AYRIM REAKTIVLARNING TAYYORLANISHI

- 1. Amalgalangan alyuminiy.** Alyuminiy jilvir qog'oz bilan tozalab, simob xloridning to'yingan eritmasiga tushiriladi va bir daqiqa saqlanadi. So'ngra suv, spirt va benzol bilan ketma-ket chayqatilib, darhol tajriba uchun ishlatiladi.
- 2. Ammoniy sulfatning suvdagi to'yingan eritmasi.** 46 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ni 100 ml suvda 100°C da eritiladi. Eritma xona haroratigacha sovutilganda kristallarning bir qismi cho'kmaga tushadi.
- 3. Alyuminiy molibdat eritmasi.** 50 ml suvga 3–3,5 g alyuminiy molibdat bilan 50 ml nitrat kislota ($d=1,2$ g/ml) qo'shiladi va aralashma kuchli chayqatiladi.
- 4. Anilinli suv.** Probirkaga 10 ml suv bilan 1 tomchi anilin solinadi va aralashma anilin to'liq erib ketguncha chayqatiladi. Bunda anilinning juda suyultirilgan eritmasi hosil bo'ladi.
- 5. Baritli suv (baritning suvdagi to'yingan eritmasi).** 70 g bariy gidroksid kristalogidratini ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) qaynab turgan 200 ml suvda eritiladi. So'ngra eritmaning hajmi 1 litrga yetguncha suv qo'shiladi va tindirish uchun qoldiriladi. Bir necha soatdan keyin tiniq eritmani ehtiyotlik bilan boshqa idishga solib olinadi.
- 6. Barfed reaktiv.** 100 ml suvda 9 g mis atsetat eritiladi va eritmaga 1,2 ml 5 % li sirka kislota qo'shiladi. Reaktiv tajribani boshlashdan oldin tayyorlanadi.
- 7. Bromning uglerod (IV) xloriddagi eritmasi.** Mo'rili shkafda kolbaga 5 ml suyuq brom qo'shiladi va uga chayqatib turgan holda ehtiyotlik bilan 95 ml uglerod (IV) xlorid qo'shiladi.
- 8. Bromning muz sirka kislota-dagi 5 % li eritmasi.** 50 ml muz sirka kislota 1 ml brom qo'shiladi va chayqatiladi.
- 9. Bromli suv (bromning suvdagi to'yingan eritmasi).** Bromning suvdagi to'yingan eritmasining 1 l da 28–30 g (10 ml ga yaqin) brom bo'ladi. Bromli suv eritmasini tayyorlayotganda idish ostida ozgina miqdorda suyuq brom qolishi lozim. Shuning uchun ham 1 l eritmaga 12–13 ml brom olinadi. Idishning hajmi tayyorlanadigan eritmaning hajmiga nisbatan 3 marta katta bo'lishi lozim (cho'k-tirilganda to'kilib ketmaslik uchun). Tayyorlangan eritma og'zi shliflangan idishda mo'rili shkaf ostida saqlanadi. Brom bug'i zaharli, shuning uchun ham bromni o'lchash va uning eritmasini tayyorlash mo'rili shkaf ostida bajarilishi lozim.
- 10. Yodning kaliy yodiddagi eritmasi.** 6 ml suvda 6 g kaliy yodid eritiladi va unga 2 g yod kristallai qo'shiladi. Yod eritib bo'lgach, suv qo'shib eritma hajmi 100 ml ga yetkaziladi.

11. Yodning spirt-dagi 0,05 % eritmasi. Soat oynasida 0,5 g yod 10 ml etil spirt-dagi eritiladi. So'ngra hosil bo'lgan eritmaning hajmini 1 litrga yetkazish uchun unga etil spirt qo'shiladi.

12. Yod-kraxmalli qog'oz. 0,5 g kartoshka kraxmali 5–8 ml sovuq suv bilan aralashtiriladi va uni 100 ml qaynab turgan suvga quyiladi. So'ngra bir jinsli kleyster hosil bo'lganicha qaynatiladi. Kleyster sovigandan so'ng 0,5 g KI ni bir necha ml suvda eritib qo'shiladi. Tayyorlangan eritma filtr qog'oz lentasiga shimdiriladi. Yod-kraxmalli qog'oz qopqog'i zich berkitiladigan idishda saqlanadi.

13. Kraxmal kleysterining 2 % li eritmasi. Sotuvdagi kraxmal tarkibida doimo suvda eriydigan qo'shimcha moddalar bo'ladi. Shu qo'shimchalardan tozalash uchun kraxmal suv bilan yuviladi.

Probirkaga 2 g kraxmalga 10 ml suv solinadi va chayqatiladi. Aralashmasi biroz tindiriladi. So'ngra yana 10 ml suv qo'shib chayqatiladi va biroz tindiriladi. Probirkadagi kraxmalga yana 10 ml suv qo'shib chayqatiladi va u 10 ml qaynab turgan suvga quyiladi. Tiniq kraxmal kleysteri hosil bo'ladi.

14. Kumush oksidning ammiak-dagi eritmasi. Probirkaga kumush nitratning 1 % li eritmasidan 3–5 ml solinadi va chayqatib turgan holda hosil bo'lgan kumush gidroksid cho'kmasi eriguncha dastlab unga ammiakning 10 % li eritmasidan tomchilab qo'shiladi. Bunda kumush ammiakli kompleksi hosil bo'ladi. Tayyorlangan eritmani uzoq muddat saqlash mumkin emas. Chunki kumush ammiakati asta sekin parchalanib, nam holda kuchli portlaydigan kumush nitrat hosil bo'ladi. Shuning uchun bu reaktiv reaksiyani boshlashdan oldin kerakli miqdorda tayyorlanadi.

15. Lukas reaktiv. Mo'rili shkaf ostida 110 g suvsiz rux xloridni 100 ml konsentrlangan xlorid kislota-dagi eritiladi.

16. Milon reaktiv. Mo'rili shkafda 20 g simobni 30 ml konsentrlangan ($d=1,40$ g/sm³) nitrat kislota-dagi eritiladi va eritmaning hajmi 100 ml ga yetguncha suv qo'shiladi.

17. Mis(I)-xloridning ammiak-dagi eritmasi. 1 g mis(I)-xlorid 5 ml konsentrlangan xlorid kislota-dagi eritiladi. So'ngra unga 10 ml suv, 12–13 ml 25 % li ammiak eritmasi (tushgan cho'kma eriguncha) qo'shiladi va eritmaning hajmi 100 ml ga yetguncha suv bilan suyuliriladi. Eritmaning ko'k rangi unda Cu^{2+} ionlari borligini ko'rsatadi. Shuning uchun ham sal qizdirilgan reaktivga rangsizlanguncha gidroksilamini xloridning 20 % li eritmasidan tomchilab qo'shiladi. Eritmaning rangsizlanishi Cu^{2+} ning qaytarilib Cu^+ ga aylanganligini ko'rsatadi.

18. Ningidrin eritmasi. 0,1 g ningidrin 100 ml suvda eritiladi. Reaktivni bir haftagacha saqlash mumkin.

ILOVALAR

4-jadval

15°C da turli konsentratsiyadagi kislota, ishqor va ammiak eritmalarining zichligi

Konsentratsiya, %	Zichlik g/ml				
	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	NaOH	NH ₃
2	1,013	1,011	1,009	1,023	0,992
6	1,040	1,033	1,029	1,069	0,973
10	1,069	1,056	1,049	1,115	0,960
14	1,098	1,080	1,069	1,159	0,946
18	1,127	1,106	1,083	1,213	0,932
22	1,158	1,132	1,110	1,247	0,919
26	1,190	1,158	1,132	1,289	0,908
30	1,224	1,184	1,152	1,332	0,898
34	1,255	1,211	1,173	1,374	0,889
38	1,290	1,238	1,194	1,416	
42	1,324	1,264		1,458	
46	1,361	1,290		1,499	
50	1,399	1,316		1,540	
54	1,439	1,340		1,580	
58	1,482	1,362		1,622	
62	1,525	1,384			
66	1,571	1,403			
70	1,617	1,421			
74	1,664	1,437			
78	1,710	1,453			
80	1,732	1,460			
82	1,755	1,467			
84	1,776	1,474			
88	1,808	1,486			
90	1,819	1,491			
92	1,830	1,496			
94	1,837	1,500			
98	1,841	1,510			
100	1,838	1,522			

19. Pikrin kislota eritmasi. 100 g suvda 1,2 g pikrin kislota qizdirib turib eritiladi. Sovigandan so'ng kristallarning bir qismi cho'kma-ga tushadi. Pikrin kislota zaharli. Shuning uchun ham u bilan ishlaganda ehtiyot bo'lish lozim.

20. Selevanov reaktivi. 100 ml 20 % li xlorid kislota 0,05 g rezorin eritiladi.

21. Suvsiz natriy atsetat. Natriy atsetat kristallari chimni kosachada sim to'r ustida yoki quritish pechida 115–120°C da qizdiriladi. Bunda avval tuz suyuqlanadi, so'ngra asta-sekin suvini yoqotib yana qotadi. Hali sovimagani tuzni hovonchada maydalab kukun holiga keltiriladi va yana suyuqlanguncha qizdiriladi. So'ngra tuzni shisha tayoqcha bilan aralashtirib turib sovutiladi va og'zi yaxshi bekitiladigan idishga solinadi.

22. Qizil kongo. 1 g qizil kongoni 20 ml spirtida eritiladi. So'ngra eritma hajmi 1 l ga yetguncha suv qo'shiadi.

23. O'yuvchi kallyning spirtidagi eritmasi. 40 g KOH ni 30 ml suvda eritib to'yingan eritma tayyorlanadi. Shu eritmada 2 ml olib 60 ml spirt bilan aralashtiriladi. Ishqorning spirtidagi eritmasi tajribadan bevosita avval tayyorlanadi. Chunki u ko'p turganda sarg'ayadi va smolalanadi.

24. Feling suyuqligi. A) 100 ml suvda 1,8 g Segnet tuzi va 6 g o'yuvchi eritiladi. B) 100 ml suvda 3,5 g mis sulfat eritiladi. A va B eritmalar alohida idishlarda saqlanadi va ishlatish oldidan teng hajmda aralashtiriladi. Feling suyuqligini uzoq vaqt saqlash mumkin emas. Uni har bir laboratoriya ishidan oldin kerakli miqdorda tayyorlash lozim.

25. Fuksinsulfat kislota. Schiff reaktivi. Fuksinning 0,1 % li eritmasiga suyuqlik rangsizlanguncha sulfat angidrid yuboriladi. Sulfat angidrid esa Vyura kolbasida natriy sulfat (Na₂SO₄) kristallariga tomizgich voronkadan konsentrlangan sulfat kislota tomchilab qo'shish yoki maydalab kesilgan mis simga konsentrlangan sulfat kislota qo'shib qizdirish yo'li bilan hosil qilinadi.

26. Xlorli ohakning suvdagi eritmasi. 500 ml suv solingan 1 litrli kolbaga 50 g xlorli ohak solinadi va aralashtiriladi. Aralashma biroz tinch qoldiriladi va dekantatsiya qilib tiniq eritma olinadi.

27. Xromli aralashma. 40 ml suv bilan 10 ml konsentrlangan sulfat kislota aralashtiriladi va unga eritma to'yinguncha kaliy bixromat qo'shiladi.

28. Shveyser reaktivi. 10 g mis sulfat kristallogidratini (CuSO₄·5H₂O) 200 ml suvda eritiladi va unga o'yuvchi natriyning 2 N eritmasidan 100 ml qo'shiladi. Mis(II)-gidroksidning hosil bo'lgan cho'kmasini Byuxner voronkasida filtrlanadi, sovuq suv bilan yuviladi va ammiakning 25 % li eritmasida eritiladi.

5-jadval
Sovutish uchun ishlatiladigan muz va tuz aralashmasi

Tuz nomi	Tuz miqdori, g	Qor yoki tuz miqdori, g	Haroratning pasayishi, °C
Ammoniy xlorid	25	100	-15,8
Natriy xlorid	33	100	-21,2
Kalsiy xlorid (kristallogidrat)	41	100	-9
Kalsiy xlorid (kristallogidrat)	125	100	-40,3
Kalsiy xlorid (kristallogidrat)	145	100	-55,0
Karbonat angidrid (qattiq)	-	-	-78

6-jadval
100°C dan yuqori haroratda bug'latish uchun qo'llaniladigan moddalar

Moddaning nomi	Qo'llash usuli	Qaynash harorati, °C
Natriy xlorid	Suvdagi to'yingan eritmasi	108
Natriy nitrat	Suvdagi to'yingan eritmasi	120
Parafin	Suyuqlangani	120-130
Potash	Suvdagi to'yingan eritmasi	135
Kalsiy xlorid	Suvdagi to'yingan eritmasi	180
Rux xlorid	Suvdagi to'yingan eritmasi	300

7-jadval
Nitrat kislota suvli eritmasining konsentratsiyasi va zichligi

d_4^{20}	Konsentratsiya %	d_4^{20}	Konsentratsiya %	d_4^{20}	Konsentratsiya %
1,000	0,3333	1,190	31,47	1,380	62,70
1,005	1,255	1,195	32,21	1,385	63,72
1,010	2,164	1,200	32,94	1,390	64,74
1,015	3,075	1,205	33,68	1,395	65,84
1,020	3,982	1,210	34,41	1,400	66,97
1,025	4,883	1,215	35,16	1,405	68,10
1,030	5,784	1,220	35,93	1,410	69,23
1,035	6,661	1,225	36,70	1,415	70,39
1,040	7,530	1,230	37,48	1,420	71,63
1,045	8,398	1,235	38,25	1,425	72,86
1,050	9,259	1,240	39,02	1,430	74,09
1,055	10,12	1,245	39,80	1,435	75,35
1,060	10,97	1,250	40,58	1,440	76,71
1,065	11,81	1,255	41,36	1,445	78,07
1,070	12,65	1,260	42,14	1,450	79,43
1,075	13,48	1,265	42,92	1,455	80,88
1,080	14,31	1,270	43,70	1,460	82,39
1,085	15,13	1,275	44,48	1,465	83,91
1,090	15,95	1,280	45,27	1,470	85,50
1,095	16,76	1,285	46,06	1,475	87,29
1,100	17,58	1,290	46,85	1,480	89,07
1,105	18,39	1,295	47,63	1,485	91,13
1,110	19,19	1,300	48,42	1,490	93,49
1,115	20,00	1,305	49,21	1,495	95,46
1,120	20,79	1,310	50,00	1,500	96,73
1,125	21,59	1,315	50,85	1,501	96,98
1,130	22,38	1,320	51,71	1,502	97,23
1,135	23,16	1,325	52,56	1,503	97,49
1,150	25,48	1,340	55,13	1,506	98,25

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR

1. Реутов О.А., Курц А.А., Бутин К.П. Органическая химия, в 4-х частях, Москва, Бинум, Лаборатория знаний, часть 1, 3-е изд., 2007, 567 с., часть 2, 3-е изд., 2007, 623 с., часть 3, 2004, 544 с.; часть 4, 2004, 726 с.
2. Шоймардонов Р.А. "Органик кимёдан савол, масала ва машқлар. – Т.: "Ўқитувчи" НМИУ, 1996, 368 б.
3. Shoymardonov R.A., Umarov B.B., Ergashov M.Y., Abduraxmonov S.F. Organik kimyo, Navro'z, Toshkent, 2015, 720 b.
4. Solomons, T.W. Gaham, Fundamentals of Organik chemistry, 4 th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994
5. Травень В.Ф., Органическая химия, Москва, ИКЦ Академкинги, 2008, Том 1, 727 с., Том 2, 582 с.
6. Химическая энциклопедия в пяти томах, Научная издательство "Большая Российская энциклопедия", Москва, Том 1, 1988, 623 с., Том 2, 1990, 671 с., Том 3, 1992, 639 с.
7. Smith M. B., March's. Advanced Organik Chemistry: Reactions, Mechanisms, and Structure, 7 Edition. USA 2013.
8. Clayden J., Greeves N., and S.Warren. Organik Chemistry, 2nd Edition. Oxford, 2012.
9. Ли Дж. Дж. Именные реакции. Механизмы органических реакций. Пер. с англ. Демьянович В.И. – М.: Бинум. Лаборатория знаний, 2006. 456 с.
10. Шоймардонов Р.А., Абдусаматов А.А., Содиқов Б., Исхандаров С.И. Органик химиядан практикум. – Т.: "Ўқитувчи" НМИУ, 1982, 327 б.
11. Васильева Н.В., Смолина Т.А., Тимофеева В.К. и др. Органический синтез, Москва, Просвещение, 1986, 367 с.
12. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С. Лабораторные работы в органическом практикуме. – М.: Химия, 1974, 376 с.
13. Храпкина М.Н., Практикум по органическому синтезу. – М.: Химия, 1969, 328 с.
14. Общий практикум по органической химии. Перевод с немецкого под редакцией проф. А.Н. Коста. – М.: Мир, 1965. 678с.
15. Shoymardonov R.A., Ergashov M.Y. Organik kimyo. – Т.: "Paradigma", 2017, 496 b.
16. Содиқов О., Каримжонов А., Исоқов Н. Органик химиядан практикум. – Т.: "Ўқитувчи" НМИУ, 1973, 354 б.
17. "Органик синтездан практикум" (Рус тилидан С.Ю. Шоматмудова ва Т.Х.Халдорова таржимаси) – Т.: "Ўқитувчи" НМИУ, 1979, 240 б.

MUNDARIJA

So'zboshi.....	3
I BOB. Organik kimyo laboratoriyasida ishlash qoidalari	5
II BOB. Organik moddalarni tozalash va ularning fizik doimiyliklarini aniqlash.....	29
III BOB. Xromatografiya. Organik moddalarni tozalash va analiz qilishning xromatografiya metodlari	47
IV BOB. sp ³ -gibridlangan uglerod atomida boradigan nukleofil almashinish reaksiyalari bo'yicha bajariladigan sintezlar	57
V BOB. Spirtlarda boradigan nukleofil almashinish reaksiyalari asosida oddiy va murakkab efillar sintezi	67
VI BOB. sp ² -gibridlangan uglerod atomida boradigan nukleofil almashinish reaksiyalari bo'yicha bajariladigan sintezlar	74
VII BOB. Metallorganik birikmalar yordamida sintezlar	89
VIII BOB. Karbonil birikmalarining kondensatsiya va tautomeriya reaksiyalari bo'yicha bajariladigan sintezlar	105
IX BOB. Organik birikmalarining oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari bo'yicha bajariladigan sintezlar	122
X BOB. Aromatik qatordagi elektrofil o'rin almashinish reaksiyalari bo'yicha bajariladigan sintezlar	143
XI BOB. Aromatik aminlar bo'yicha bajariladigan sintezlar.....	187
XII BOB. Diazo- va azobirikmalar. Diazobirikmalarda azot ajralib chiqishi bilan boradigan reaksiyalar	197
Mustaqil yechish uchun mashqlar.....	225
Ayrim reaktivlarning tayyorlanishi	232
Ilovalar	235
Foydalanilgan adabiyotlar.....	238

Mansur Yarashovich Ergashov

ORGANIK KIMYODAN LABORATORIYA MASHG'ULOTLARI

O'quv qo'llanma

Muharrir *Habib Abdunazarov*

Badiiy muharrirlar *Nasiba Ergasheva,*

Maftuna Vaxxobova

Texnik muharrir *Yelena Tolochko*

Sahifalovchi *Ilmira Adilova*

Litsenziya raqami AI № 163. 09.11.2009. Bosishga 2019-yil 21-noyabrda ruxsat etildi. Bichimi 60x84¹/₁₆. Ofset qog'ozi. Times New Roman garnituras. Shartli bosma tabog'i 13,95. Nashr tabog'i 14,80. Shartnoma № 116-2019. Adadi 500 nusxada. Buyurtma № 74

Original maket Axborot va ommaviy kommunikatsiyalar agentligining Cho'lpon nomidagi nashriyot-matbaa ijodiy uyida tayyorlandi. 100011, Toshkent, Navoiy ko'chasi, 30.

Telefon: +998-71244-10-45. Faks: +998-71244-58-55.

«AVTO-NASHR» XK bosmaxonasida chop etildi. 100005, Toshkent, 8-mart, 57.



*Cho'lon nomidagi
nashriyot-matbaa ijodiy uyi*

ISBN 978-9943-5387-9-5



9 789943 538795