

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
OLIY VA O'RTA MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI**

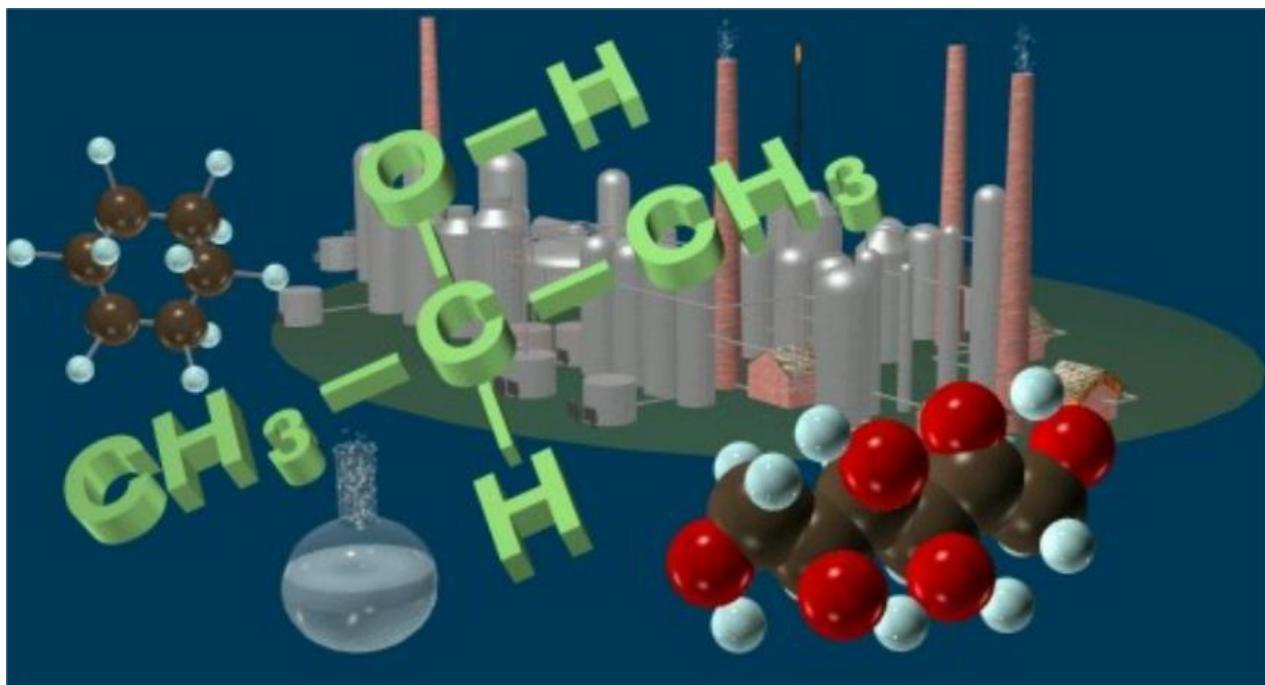
NAMANGAN DAVLAT UNIVERSITETI

TABIYY FANLAR FAKULTETI

ORGANIK KIMYO KAFEDRASI

G'.MAMAJANOV, SH.SULAYMONOV

***ORGANIK KIMYODAN
LABORATORIYA MASHG'ULOTLARI***
(Uslubiy ko'rsatma)



Namangan - 2021

G’Mamajanov, Sh.Sulaymonov. Organik kimyo fanidan laboratoriya mashg’ulotlari (uslubiy ko’rsatma). Namangan 2021.

Taqrizchilar: Sh.V.Abdullayev, F.F.Hoshimov

Ushbu laboratoriya ishlari 5140500 - kimyo bakalavr ta’lim yo’nalishi talabalariga mo’ljallangan bo’lib, talabalarga organik kimyo fanining amaliy tomondan tushunishiga yordam beradi. Ushbu laboratoriya ishlar Namangan davlat universiteti kimyo kafedrasining “Organik kimyo” fani ishchi o’quv dasturiga moslab tuzilgan. Laboratoriya ishlarini bajarish davomida ta’lim oluvchi talabalarning mustaqil izlanishi va fikr doirasining ijobiyligi o’zgarishi mumkinligi seziladi. Bundan tashqari, organik kimyo fanining boshqa kimyo fanlari orasida tutgan o’rni va ahamiyati ham inobatga olingan.

Uslubiy ko’rsatmadan kimyo va biologiya bakalavr talabalari, kasb hunar kolleji o’qituvchilari va o’quvchilari foydalanishi mumkin.

Namangan davlat universiteti o’quv-uslubiy kengashining 2021 yil “19” May dagi № 10 – sonli yig’ilishida ko’rib chiqilgan va nashrga tavsiya qilingan.

© Namangan davlat universiteti

KIRISH

Respublikamizda amalga oshirilayotgan ta’lim – tarbiya sohasidagi islohatlar o’qitish jarayoni samaradorligini oshirish va uni yanada yaxshilashga qaratilgan bo’lib, talabalarni kerakli darslik, o’quv hamda uslubiy qo’llanmalar bilan ta’minlash bo’lib, shu kabi muammolar yechimini topishning asosiy bosqichi hisoblanadi.

Hozirgi kunda organik kimyo fani juda tez su’ratlar bilan rivojlanib bormoqda. Organik kimyoni o’qitish uslubiyotini ishlab chiqarish bilan bevosita aioqadordir. Organik moddalar turmush va sanoatning turli sohalarida keng qo’llaniladi. Organik kimyo fanidan laboratoriya mashgulotlarini o’qitishda innovatsion va informatsion tehnologiyalardan, hamda fanning takomillashtiriigan an’anaviy metodlaridan foydalanildi. Kimyoviy tajribalami ko’rgazmali o’tkazish usullarini egallash talabalarda bilim, ko’nikma va malaka hosil bo’lishiga olib keladi.

Talabalar organik kimyo faniga oid bilimlami mukammal egallashi, fanning dolzarb masalalaridan xabardor bo’lishi va olgan bilimlarini o’quvchilarga etkaza ol!sh malakasiga ega bo’lishlari kerak. Ma’lumki, 5140500 – kimyo yo’nalish talabalarining nazariy bilimlarni mustahkamlash, olingan bilimlarning asosi sifatida laboratoriya mashg’ulotlari muhim o’ringa ega. Organik kimyo fanidan ayni kunda laboratoriya mashg’ulotlarini bajarish jarayonida ko’pchilik hollarda moddiy-texnik jihatdan ancha qiyinchilik tug’diradi. O’quy qo’llanmasida oily o’quy yurti dasturiga asosan barcha mavzularga xos tajribalar berilgan. O’quy qo’llanmasi pedagogika oily o’quv yurti talabalari uchun mo’ijallangan bo’lib, undan kimyo o’qitish metodikasi yo’nalishi, biologiya o’qitish metodikasi yo’nalishi talabalari, magistrlar, o’qituvchilar foydalanishi mumkin.

Uslubiy ko’rsatmada to’yingan va to’yinmagan uglevodorodlar, spirtlar, organik kislotalar, aldegid va ketonlar, aminlar, geterosiklik birikmalar, uglevodiar, oqsillar sinflariga oid eng muhim va kerakli tajribalar saralab olingan. Bajarilishi oson va soddarоq tajribalar talabalarda tajribalami mustaqil ravishda bajarishga bo’lgan qiziqishini uyg’otadi. Bunday tajribalami bajarish orqali talabalar organik moddalam ing turli sinflariga xos funksional guruhlaming xususiyatlari bilan yaqindan tanishadi.

ORGANIK KIMYO LABORATORIYASIDA ISHLASH QOIDALARI

1. Laboratoriyada ish boshlashdan oldin xalat kiyish, suv, elektr energiya, gaz borligini, mo‘rili shkafhing 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 iqror bo‘lganidan keyingina ishni bajarishga ruxsat etadi.
4. Tajribani boshlashdan oldin asbob va reaktivlami ko‘zdan kechirish, asbobblaming to‘g‘ri tanlanganligiga (shlif ulangan joylariga yupqa qilib vazelin yoki vakuum surkov moyi surtiladi), tayyorlangan reaktivlaming 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, analistik tarozilar ishlamay qolsa, tezda o‘qituvchiga yoki laborantga murojaat qilish lozim.
8. Tajriba tugagach, gaz gorelkasi va suv jo‘mraklarini berkitish, elektr asboblarini o‘chirish, shuningdek, tajriba natijalarini laboratoriya daflariga 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‘xshashlami rakhovinaga to‘kish man etiladi, ulami maxsus idishlarga yig‘ish kerak.
10. Talaba ishlatilib bo‘lingan reaktivlami, o‘zi sintez qilgan moddani katta laborantga topshirgach, ishlatgan idishlami va asboblami 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 asboblarini 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‘ozlami rakovina va axlat chelagiga tashlash qat’iy man etiladi, chunki u yong‘in chiqishiga sabab bo‘lishi mumkin. Ulami maxsus idishlarga solish yoki spirtda eritib yuborish lozim.
6. Oson uchuvchan va tez yonuvchan organik erituvchilar (etil efir, metil spirt, etil spirt, benzol, toluol, atseton, benzin, petroleyn efir va h.k.) saqlanadigan idish og‘zini ochiq holda alanga yoki elektr plitkalar oldida qoldirish man etiladi. Bunday eritmalmami laboratoriyada bir litrdan ko‘p saqlash mumkin emas.
7. Reaksiya olib borilayotgan probirka va kolbani qizdirish zarur bo‘lsa, qizdirilayotgan idishning og‘zini odam ishlamayotgan tomonga qaratish lozim.
8. Tajriba o‘tkazilayotganda asbobning ulangan joylari kuzatib turiladi.
9. Suyuqliklarai 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‘Isa, tajribani faqat mo‘rili shkafda

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- uskunalarga rahbarlaming ruxsatisiz tegishi mumkin emas.

13. Laboratoriya eshidiga, “Laboratoriyanı berkitishdan oldin gaz, suv va elektr energiyani o‘chiring. Laboratoriyanı ko‘zdan kechiring!” degan yozuvlar bo‘lishi lozim.

Zaharli, oson alangalanadigan va portlovchi moddalar bilan ishslash

Laboratoriyalarda organik moddalami sintez qilishda zahar oson uchuvchan, oson alangalanadigan, portlovchi reaktiv va erituvchilar bilan ishslashga to‘g‘ri keladi. Shuning uchun ishlatila- digan organik moddalaming xossalari bilish ish jarayonida yuz berishi mumkin bo‘lgan ko‘ngilsiz hodisalami oldini oladi.

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

Organik moddalami sintez qilishda ishlatiladigan moddalar- ning ko‘pi zaharli hisoblanadi. Masalan, dioksan, tetragidrofu- ran, 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 shkafiiing ishlashi, yig‘ilgan asbobning ulangan joylari mustahkam bo‘lishi va sinteza ishlatiladigan tomizgich, ajratgich voronkalarining jo‘mraklari puxta o‘matilgan bo‘lishi lozim.

3. Zaharli moddalami 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 moddalami yoki eritmalami laboratoriyyada qoldirish mumkin emas, ulami ishlatib boigandan so‘ng laborantga topshirish shart.

5. Oson alanganuvchan organik moddalar bilan ishlashda nihoyatda ehtiyot boiish lozim. Etil efir, spirt, petroleyn efir, benzol, benzin, ligroin va boshqalar shular jumlasidandir.

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

7. Etil efimi haydashda yig‘gich idish yaqinida hech qanday alanga manbai bo‘lmasligi lozim.

8. Oson alanganuvchan moddalar va erituvchilami salqin va ventilyator o‘matilgan omborxonalarda saqlash lozim. Ulami issiq xonalarda, termostat va isitish batareyalari ostida saqlash man etiladi.

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

10. Oson alanganuvchan moddalar bilan tajriba o‘tkazilayotgan xonada chekish qat’iyan man qilinadi.

11. Gazometrga vodorod yoki boshqa yonuvchi gazlar to‘ldirilayotganda atrofda alanga bo‘lmasligi lozim.

12. Konsentrangan nitrat kislotaga oson alanganuvchan moddalar qo‘shish man qilinadi.

13. Konsentrangan kislotalar, ishqoriy metallar, ayrim organik moddalar tajriba vaqtida hamda tajriba yuqori va past bosimda olib borilishi natijasida portlashi mumkin. Shuning uchun bunday tajri- balarda 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. Moddalaming erish haroratini aniqlashda konsentrangan 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.

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

Laboratoriya ishi -I

ORGANIK MODDALARNI TOZALASH VA ULARNING FIZIK DOIMIYLIKLARINI ANIQLASH.

Oddiy haydash.

Fraksiyalarga bo'lib haydash. Aralashma: benzol-anilin (T_{qay} 80- 184°C) yoki aseton-toluol (T_{qay} 56-110°C), benzol - p-ksilol (T_{qay} 80- 184 C).

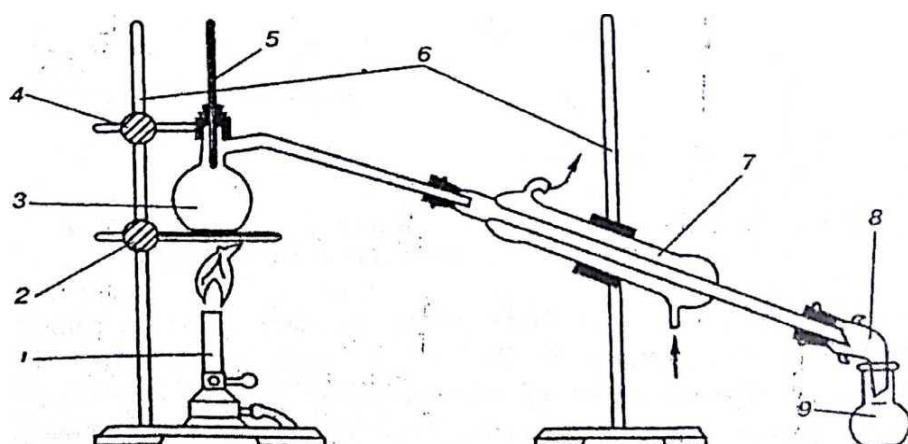
Jihozlar: Vyurs kolbasi, termometr, Libix sovutkich, alonj va uchta yihgich.

Vyurs kolbasiga benzol va anilin (10:10 ml) solinadi (1-rasm). Kolbaga termometr, libix sovutkich, alonj va yig'gich o'rnatiladi. Kolbadagi suyuqlik bir me'yorda qaynashi uchun mayda g'ovak chini bo'lakchalari solinadi. Qaynash temperaturasi bir-biridan farqli bo'lgan aralashma uchta fraksiyaga bo'lib ajratiladi:

- 1** fraksiya - benzol T_{qay} .-80-100°C da haydaladi
- 2** fraksiya - azeotrop aralashma T_{qay} -100-170°C
- 3** fraksiya - anilin T_{qay} -175-184°C

Haydalayotgan suyuqlikning qaynash temperaturasiga qarab suv

hommomida, asbestos setkasida -gaz alangasida qizdiriladi. Olingan fraksiyalarni chiqimi aniqlanadi va chiqimi, moddalarni T_{qay} . bo'yicha grafik tuziladi.



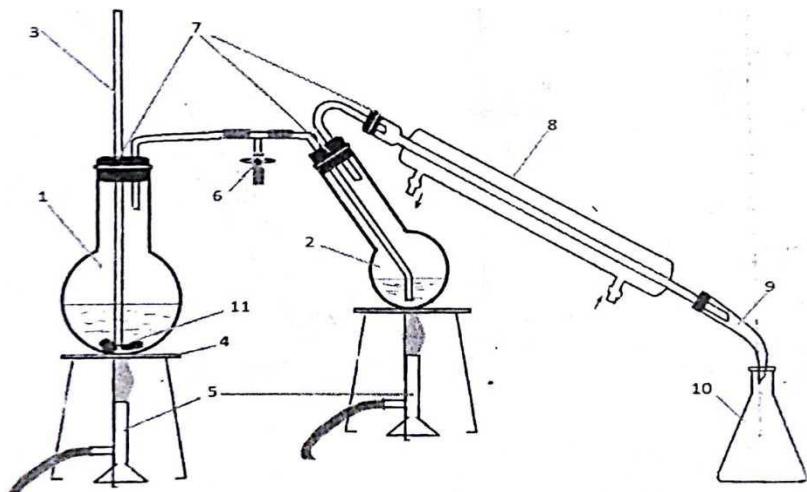
6-Rasm. Suyuqliklanii oddiy xaydash uchun ishlataladigan asbob: 1) Gaz gorelkasi, 2) qisqich asbestos qog'oz bilan, 3) haydash kolbasi (Vyurs kolba), 4) lapka, 5) termometr, 6) shtalivlar, 7) Libix sovutkichi, 8) alonj, 9) yig'gich kolba

Suv bug'i bilan haydash

Reaktiv: anilin

Jihozlar: Suv bug'i bilan haydash asbobi, Libix sovutgich, alonj, yig'gich kolba, Vyurs kolbasi, termometr, ajratgich voronka.

Haydash asbobia anilin solinadi va ikkita naycha o'rnatilgan probka bilan berkitiladi (2-rasm). Naychaning bir uchi sovutkichga ulanadi, ikkinchi uchi esa suv bug' hosil qiluvchi maxsus qaynatgich idishga ulanadi (samovar). Samovar qaynagan sari anilin suv bilan haydaladi. Haydab bo'lgandan so'ng anilin ajratgich voronka orqali suvdan ajratiladi va quritiladi. Vyurs kolbasi orqali $T_{qay} 184^{\circ}\text{C}$ bo'lgan anilin yig'ib olinadi.



7-Rasm. Suv bug'ida haydash uchun ishlataladigan asbob: 1,2) bir og'izli kolba, 3) shisha nay, 4) asbest setka, 5) Bunzen gorelkasi, 6) qisqich 7) rezina qopqoqlar, 8) sovutgich, 9) alonj, 10) yig'gich kolba, 11) qaynatgich.

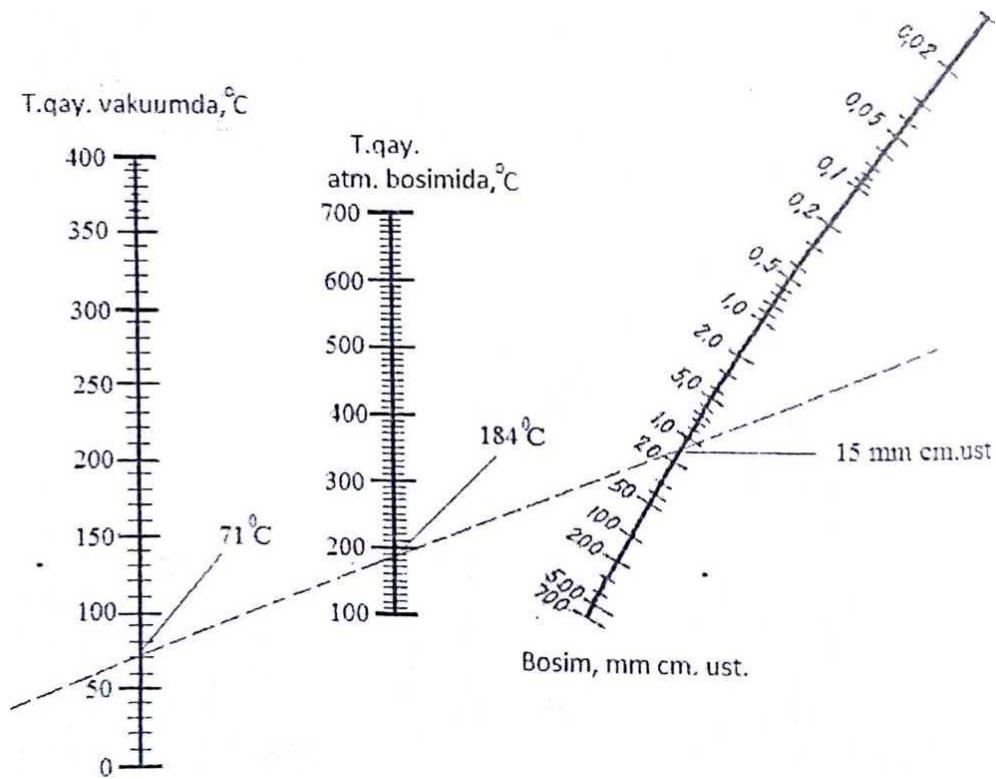
Vakuumda haydash

Reaktiv: Anilin ($T_{qay.}$ 184°C)

Jihozlar: kolba, shisha naycha, zajim (qisgich), termometr, sovutgich, alonj, yig'gich kolbalar, manometr, vakuum nasosiga ularash uchun shlahg.

Anilin solingan kolba kapilyar naycha zajinii mahkam siqiladi, keyin suv nasosidan suv yuboriladi va kolbadagi suyuqlikka etiborlik bilan qaralgan xolda havo krani bcrkitib boshlanadi. Kran to'liq berkitilgatidan keyin. manometr krani ochiladi. Jixozlar germetik bo'Msa bir necba daqiqadan so'ng qolgan bosim 10-20 mm ga ctadi. Bosimni bir xilda ushlab turgan holda anilinni qaynash harorati quyidagi nomogramma (8-Rasm) yordamida aniqlab olinadi va haydash boshlanadi.

Misol: normal sharoitda (atm. bosimida) 184°C qaynaydigan anilinni 15 mm cm. ustunida 71-73°C haroratda haydab olish mumkin.



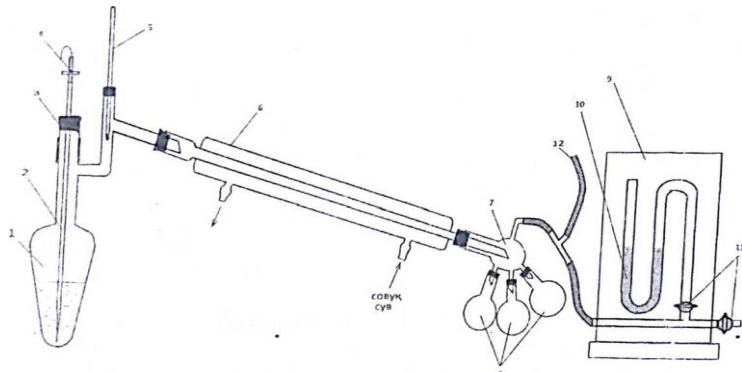
8-Rasm. Turli bosimlarda moddaning qaynash haroratini aniqlash nomogrammasi.

Agar, jixozlar germetik bo'lmasa har bir ulangan qismlarni navbat bilan tekshirib ko rish kerak. Kolbadagi suyuqlik kuchli qaynab ketmasligi uchun kapilyar nay orqali kirayotgan havo nazorat qilib boriladi. Suyuqlik bir xilda qaynashi va chiqayotgan pufaklar mayda bo'lishi zarur. Kapilyar kolbaning tagiga qadar tushishi kerak.

Qaynashni bir xilda ushlab turish uchun qizdirishni past yoqilgan gorelka alangasida olib borgan ma'qul. Buning uchun gorelkani qo'lda vertikal ushlab yon tomonlariga issiqlik bir xilda tegadigan xolatda kolbaning tagidan aylantirgan holda qizdiriladi. Harorat $100-105\text{ }^{\circ}\text{C}$ oralig'idagi fraksiya yig'ib olinadi. Agar, moddani haydash davomida haroratning keskin o'zgarishi kuzatilib boshlasa, kolbani *qizdirish* vaqtincha to'xtatiladi, manometr krani yopiladi va *keyingi fraksiya* boshqa yig'gichga tushishi uchun pauk aylantiriladi. Shundan keyin, manometr krani ochiladi va yuqoridagi tartibda qizdirish davom qildiriladi. Yig'ilgan fraksiyaning qaynash harorati daftarga

qayd qilib qo'yiladi.

Haydash tugagandan keyin kolba xona haroratigacha sovutiladi, manometr krani berkitiladi, kapilyar qisqichi va havo krani ochiladi. Shundan keyingina suv nasosi berkitiladi.



9-Rasm. Vakuumda haydash asbobi: 1) haydash kolbasi, 2) shisha naycha, 3) rezina qopqoq, 4) qisqich, 5) termometr, 6)sovutgich, 7) alonj, 8) yig'gich kolbalar, 9) manometr (simob ustunini o'lchash asbobi)10) simob, 11)kranlar 12) 12)vakuum nasosiga ulash uchun shlang.

Laboratoriya ishi -2

QATTIQ MODDALARNI TOZALASH USULLARI

Qayta kristallahash va suyiqlanish haroratini aniqlash

Reaktivlar: benzoy kislota- 1g, suv- 50 ml.

Jihozlar: stakan, shisha voronka, Bunzen kolbasi.

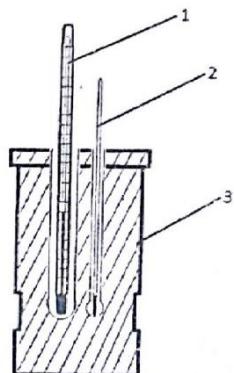
Stakanga 1 g benzoy kislota va 50 ml suv solinadi. Aralashmani qaynash darajasiga yetkaziladi va issiq aralashmani tezda (filtrlab ikkiga bo'linadi; birinchi bo'lakni tezda sovutiladi, ikkinchi qismni esa xona haroratigacha sovutiladi, kristallarda qanday o'zgarish bo'lganligini ko'rish mumkin. Krislallar Byuxner voronkasida filtrlanadi, chiqimi aniqlanadi.

Reaktivlar: asetanilid- I g, etil spirti- 5 ml.

Probirkaga I g asctanilid va 4 ml etil spirti solinadi. Asetanilid erib ketguncha issiq suv hommomida qizdiriladi. Keyin olingan spirtli eritmani yarmini boshqa probirkaga quyib sovutiladi, qolgan yarmiga iliq suv (12-15

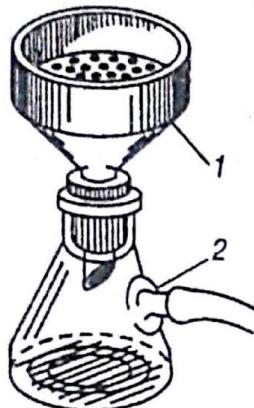
ml) quyiladi va tiniq bo'lguncha qizdiriladi. Eritma sovutiladi. Asctanilid krislallari spirtli eritmadan ajralmaydi, lekin suvli- spirt eritmasidan chiroyli asetanilid krislallari tushadi. Kristallar filtrlanib chiqimi va suyuqlanish harorati aniqlanadi.

(4,5-rasmlar).



9-Rasm. Blok –moddaning suyuqlanish haroratini o'lchash uchun.

1) Termometr, 2) shisha naycha,
3)metall blok



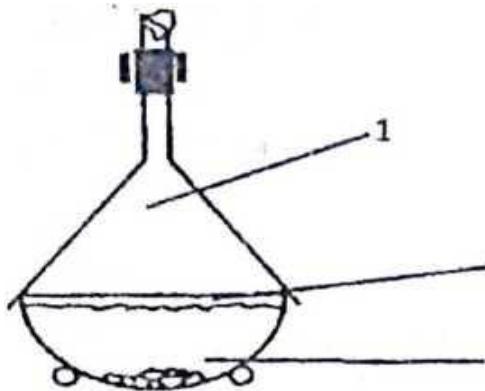
10-Rasm. Filtrlash asbobi (vakuumda):
1) Byuxner voronkasi, 2) Bunzen kolbasi;

Sublimatsiya

Reaktivlar: benzoy kislota, asetanilid.

Jihozlar: Chinni kosacha, filtr qog'oz, shisha voronka

Chinni kosachaga 1 g benzoy kislota yoki 1 g asctanilid solib, bir necha joyidan teshilgan filtr qog'izi bilan berkitiladi, shisha voronka teshigi paxta bilan yopiladi va filtr qohozning ustiga o'matiladi (6- rasm). Asta-sekin asbestos setkasida gaz aiangasida qizdiriladi. Bir ozdan so'ng voronkada modda krislallari hosil bo'la boshlaydi, filtr qog'izi esa kristallarni qaytib tushmasligi uchun to'siq vazifasini bajaradi. Voronkani ichki tub qismida vozgonkaga uchragan kristallar hosil bo'ladi. 1 oza moddaning suyuqlanish harorati va chiqimi aniqlanadi. Benzoy kislotaning T_{suyuq} .122 C, asetanilidniki esa T_{suyuq} 114°C.



11-Rasm. Sublimatlash jihozlari.

1) Shisha voronka, 2) filtr qog'oz, 3) chinni kosacha

Laboratoriya ishi -3

XROMATOGRAFIYA

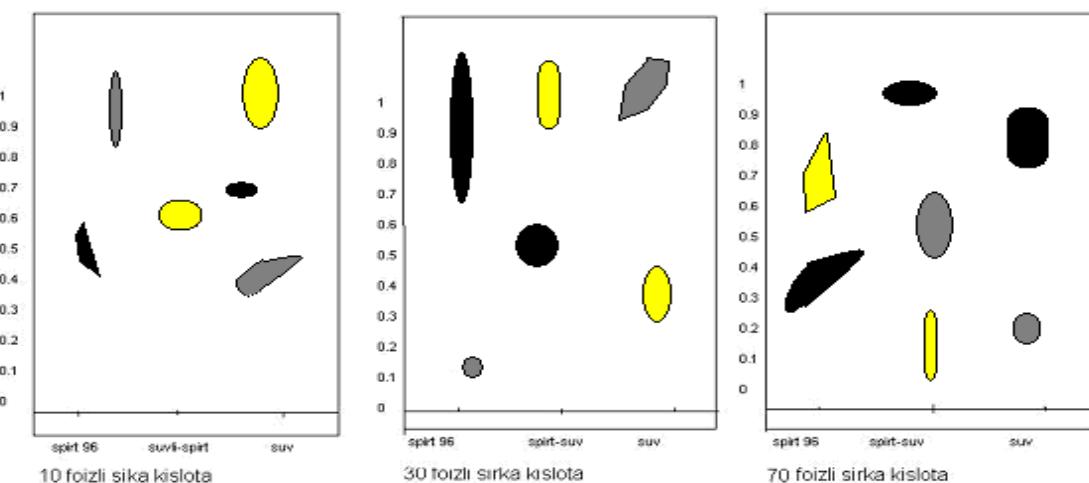
Ekstraktlarni qog'oz xromotografiya usuli bo'yicha aniqlash.

O'simliklardan tayyorlangan ajratmada qanday modda va birikmalar borligini taxminan aniqlashda (identifikatsiya qilishda) taqsimlanish xromatografik usuldan (qog'ozda Q.X. yoki BX yoki yupqa qavatli YUQX yoki TSX) keng foydalaniladi. Xromatografik analiz uchun yalpiz o'simlididan spirtli ajratma tayyorlanadi. Buning uchun o'simlikdan maydalab, 10 g olib ustini yopguncha 96% li spirt quyiladi va 1 kundan keyin fil'trlanadi. Bu jarayonni eritma rangsizlanguniga qadar takrorlanadi. Undan so'ng 96% spirt bilan ekstraktsiya o'tkazilgandan keyingi qolgan o'simlik qoldig'i ustiga 40% li etil spirti quyib, tajribani yuqoridagidek rangsizlanguniga qadar takrorlab ekstraktsiya qilinadi. Keyin esa 40 foizli spirt bilan ekstraktsiya o'tkazilgandan keyingi qolgan o'simlik distillangan suv bilan qaynatib, ekstrakt olinadi. Bu olingan uchchala ekstraktdan xromatografiya o'tkaziladi. Buning uchun 0.1 ml filtratni xromatografik qog'ozga start chizig'igacha kapilyar naycha yordamida bir-biridan 2 sm uzoqlikda nuqta belgilab, uning ustiga 1 moddadan 1 nuqtaga, ya'ni 96% ekstraktsiyadan tomiziladi. So'ngra 2-nuqtaga 40% li ekstraktsiyadan, 3-nuqtaga distillangan suvli ekstraktsiyadan tomiziladi va havoda quritiladi. So'ngra 30% li sirka kislotasining eritmasi quyilgan bankaga

xromatografiya qog'ozini joylashtiriladi. 5-10 minut davomida xromatografiya o'tkaziladi. Eritma finishga yaqinlashganda qog'ozni olib quritiladi, so'ngra xromatografiya qog'ozini yodning kristallari o'rniga (20-30 minut) qo'yiladi. Keyin uni olib undan flavonoidlarga xos bo'lgan qo'ng'ir-sariq rang hosil bo'lishini ko'rildi.

Xromatografiya qog'ozida hosil bo'lgan dog'larni ko'rishimiz mumkin.

Qog'oz xromotografiyasi



Ekstraktlarni yupqa qatlamlili xromotografiya usuli bo'yicha aniqlash.

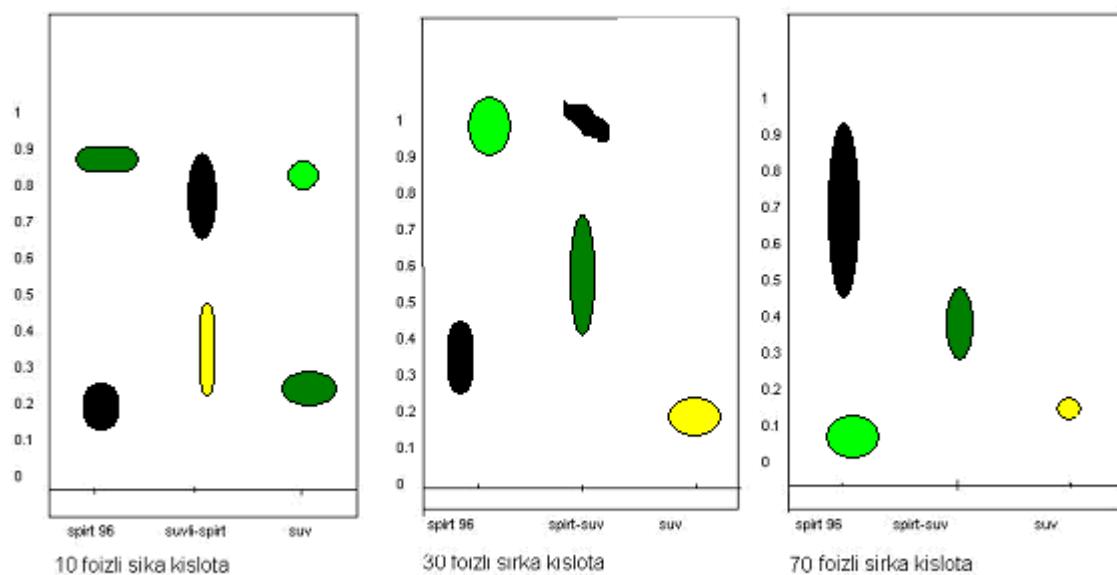
O'simlikning spirtni 96 foiz, 40 foiz va distillangan suv bilan olingan ekstraktlarda yupqa qavatli xromotografiya o'tkazish. Buning uchun uchta bir xil o'lchamda olingan silufol plastinkalarni xar biriga start chiziq chiziladi. Start chizig'iga bir - biridan 1 sm uzoqlikda joylashgan 3 ta nuqta belgilab kapilyar naycha yordamida asta – sekinlik bilan, birinchi nuqta ustiga 96 foizli ekstraktdan, ikkinchi nuqta ustiga 40 foizli ekstraktdan, uchinchi nuqta ustiga esa distillangan suv ekstraktlaridan tomiziladi va havoda quritiladi.

Qurigandan so'ng xar bir yupqa qavatli silufol plastinkani aloxida – aloxida sirka kislotali muhitga solinadi.

Yupqa qavatli silufol plastinkani 70 foizli sirka kislotaning 30 ml eritmasi quyilgan sistemaga qo'yiladi va 5 – 10 minut davomida xromotografiya o'tkaziladi, eritma finishga yetganda plastinkani olib quritiladi hamda NH₃ eritmasidan sepiladi va UB – nurida och sariq, sariq, qora, yashil ranglar ajralishini kuzatiladi. Bu esa

flavonol, izofavonol, oshlovchi moddalar, organik kislotalar va efir moylari borligini ko'rsatdi.

Yupqa qatlamlı xromotografiya.



Yupqa qatlam xromatografiyasi

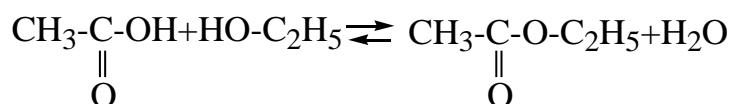
Reaktivlar: o-nitroanilin, o-aminofenol, benzol-aseton 2:1.

Jihozlar: Silufol plastinkasi, yod kamerasi, stakan.

Silufol plastinkasiga start chizig'i chiziladi va tekshirilayotgan moddaning eritmasi kapilyar orqali tomiziladi. Benzol-asetonning 2:1 nisbatda olingan stakandagi qurituvchilarga solinadi, stakanning usti yopiladi. Erituvchilar plastinkaning yuqori qismiga-finishga yetganda olinadi va quritiladi. 5-10 daqiqaga yod kamerasiga qo'yiladi (dog'larni aniq ko'rsatishi uchun). Tekshirilayotgan komponentlarni xromatogrammada identifikatsiyalash uchun moddalarning qo'llanilgan erituvchilar sistemasidagi taqsimlanish koeffisenti Rf dan foydalaniladi. Rf quyidagicha hisoblanadi: $Rf = x/y$. startdan front chizihigacha bo'lgan masofa (x), start chizig'idan erituvchi fronti chizig'igacha bo'lgan masofa (y). Aniqlangan Rf ning qiymati qaysi moddaga to'g'ri kelishi toza moddalar uchun tuzilgan jadvalga solishtirilib ko'rildi.



Laboratoriya ishi -4
ELEKTROFIL BIRIKISH REAKSIYALARI
Etilatsetat (sirka kislotaning etil efiri)



Reaktivlar

Sirka kislotasi 30 ml (0,5 mol')

Spirit (95% li) 45 ml (0,73 mol')

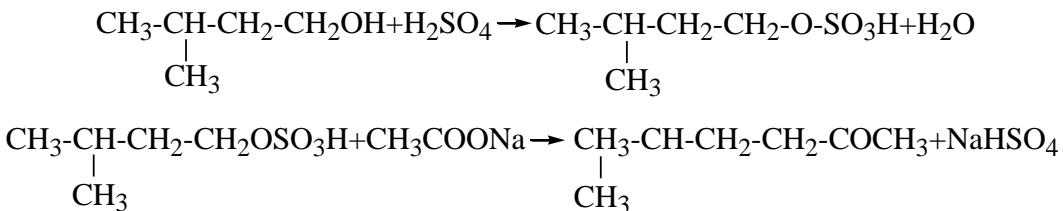
Sul'fat kislotasi; natriy karbonat; kal'tsiy xlorid; natriy sul'fat.

200 ml hajmli Vyurts kolbasida 15 ml spirit olib, aralashtirib turgan holda 15 ml kontsentrlangan sul'fat kislotasi quyiladi. Kolba tomizgich voronka, uzun sovitkich bilan jihozlanib moy hammomida 140°S gacha qizdiriladi. Qizdirilgan aralashmaga tomizgich voronka orqali 30 ml spirit bilan 30 ml sirka kislotasi aralashmasi shunday quyiladiki, uning tomish tezligi haydalayotgan efirning tezligi bilan barobar bo'lsin. Reaksiya tamom bo'lgandan so'ng mahsuldag'i sirka kislotani yo'qotish uchun u oz-ozdan natriy karbonatning to'yingan eritmasi bilan neytrallanadi. Aralashma ajratkich voronkaga solinib, suvdan ajratiladi va efirda aralashib qolgan spirtdan qutulish uchun u 15 ml 50% li kal'tsiy xlorid eritmasi bilan chayqatiladi. etilatsetat natriy sul'fat bilan quritilib, suv hammomida haydaladi. Qaynash temperaturasi $77,1^{\circ}\text{C}$; $d_4^{20} = 0,900$;

n_D^{20} qI 3724. Miqdori 30 g atrofida.

Izoamilatsetat

a) Sirkə kislotaning izoamil efirini izoamil spirt va natriy atsetatdan olish



Reaktivlar.

Izoamil spirt 25 g yoki 30 ml (0,28 mol')

Suv sizlantirilgan natriy atsetat 25 g (0,3 mol')

Sul'fat kislota (d_4 1,84) 25 g yoki 13,6 ml (0,24 mol')

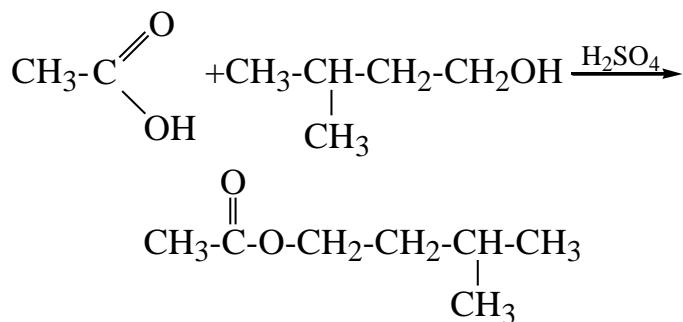
Soda; kal'tsiy xlorid.

Tomizgich voronka va sovitkich bilan jihozlangan Vyurts kolbasida 25 g suvsizlantirilgan natriy atsetat tuzi olinib, tomizgich voronka orqali 25 g izoamil spirt bilan 25 g kontsentrlangan sul'fat kislota aralashmasi quyiladi. Bunda reaktsion kolba moy hammomida 150°Sda qizdirib turiladi. Reaksiya tamom bo'lib hosil bo'lgan efir haydalib bo'lgandan so'ng distillatning yuqori qismi (sirkə kislotaning izoamil efir bilan izoamil spirt aralashmasi) ajratkich voronkada ajratilib, soda eritmasi va suv bilan 2 marta yuvilib, kal'tsiy xlorid bilan quritilib, deflegmatorli kolbada fraktsiyalarga bo'lib haydab olinadi: I fraktsiya 138°C gacha; II fraktsiya $138-142^\circ\text{C}$; III fraktsiya 142°C dan yuqori.

II fraktsiya sirkə kislotaning izoamil efiridir.

Miqdori 24 g.

b) Izoamilatsetatni sirkə kislotaga izoamil spirt ta'sir ettirib olish



Qaytarma sovitkich va suv ajratkich bilan jihozlangan 200 ml sig'imli yumaloq tubli kolbada 26 ml izoamil spirt, 17,1 ml muz sirkasi kislota va 0,5 ml sul'fat kislota olinib, kolba qum hammomida suv ajratkichda ikki qavat (suvli va efirli qavat) hosil bo'lib, unda suvning miqdori o'zgarmay qolguncha qizdiriladi. Bunda hosil bo'layotgan efir reaksiyaga kirishmagan sirkasi kislota va izoamil spirt bilan suv ajratkichning yuqori qismidan yana reaktsion kolbaga qayta tushib turadi, uning pastki qavatida esa reaksiya natijasida ajralayotgan suv yig'iladi. Reaksiyaning tamom bo'lganligini ajralayotgan suvning miqdoriga (4,5 ml) qarab yoki suv ajratkichda yig'ilayotgan suvning miqdori ortib borishdan to'xtab qolishi bilan aniqlanadi.

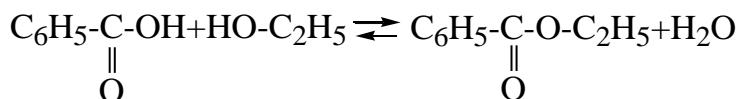
Efir ajratkich voronkada suvdan ajratilib, oldin 50 ml suv, so'ngra 20-25 ml natriy bikarbonatning suyultirilgan eritmasi bilan efir neytral muhitga kelguncha chayqaltirilib ishlanadi va yana 25-30 ml suv bilan yuviladi. Suvdan ajratilgan izoamilatsetat suvsiz natrny sul'fat bilan quritilib Vyurts kolbasiga solinadi va 139-142°C da haydaladi.

Toza izoamilatsetatning qaynash temperaturasi 142°C; d_4^{20} q0,8719; $n_D^{20} = 1,4053$.

Miqdori 27 g atrofida.

Etilbenzoat

(benzoy kislotaning etil efiri)



Reaktivlar.

Benzoy kislota 12,2 g (0,1 mol')

Spirit 95% li 35 ml (0,6 mol')

Sul'fat kislota; natriy karbonat; efir; kal'tsiy xlorid.

100-150 ml hajmli yumaloq tubli kolbada ko'rsatilgan miqdorda benzoy kislota va spirt olib, unga 4 ml kontsentrlangan sul'fat kislota quyiladi va 3-4 bo'lak qaynatkich-chinni bo'lakchalari tashlanadi.

Kolba qaytarma sovitkichga ulangan holda aralashma suv hammomida 3 soat

davomida qaynatilgandan so'ng ortiqcha spirt iloji boricha to'liq haydaladi.

Kolbada qolgan modda 80 ml sovuq suvgaga quyilib natriy karbonat bilan neytrallanadi.

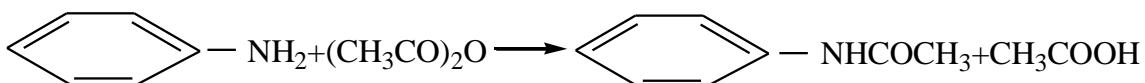
Ajralgan moy dietil efiriga o'tkazilib, ajratkich voronkada efir qismi ajratib olinib, kal'tsiy xlorid bilan bir necha soat kuritiladi.

Dietil efirli qism kichikroq Vyurts kolbasiga solinib, dietil efir suv hammomida haydaladi, so'ngra benzoy kislotaning etil efiri gorelkada kichikroq alanga bilan havo sovitkichi orqali haydalib olinadi.

Etil benzoatning qaynash temperaturasi 211,7°C, solishtirma og'irligi $d_4^{20} q$ 1,051; n_D^{20} q 1,5029.

Miqdori 10-12 g.

Atsetanilid



Reaktivlar:

Yangi xaydalgan anilin	4,4 g (4,5 ml)
Sirka angidrid	6,5 g (6,0 ml)

Idish va qurilmalar:

100 ml sig'imli konussimon kolba, xavo sovutgichi, termometr, suv xammomi.

Konussimon kolbada 4,5 ml anilin va 20 ml suv aralashtiriladi. Xosil bo'lган emul'siyaga 6 ml sirka angidrid qo'shiladi. Kolbani xavo sovitgichli tiqin bilan berkitiladi va suv xammomida qizdiriladi (suvning harorati 70-80°C), vaqtiga bilan reaktsion aralashma aktiv chayqatib turiladi. Kolbadagi massa to'liq suyuq holatga kelguncha 10 min. vaqt sarflanadi. Shundan so'ng avval kolbani havoda, so'ngra muzdek suv bilan sovitiladi. Ajralgan atsetanilid Byuxner voronkasiga surib olinadi, fil'trda oz miqdordagi muzdek suv bilan yuviladi va xavoda fil'tr bilan birgalikda quritiladi yoki quritish shkafida 50-60°C haroratda quritiladi, maxsulotni oz miqdordagi suv yordamida yoki 50% li etil spirtida qayta kristallash mumkin.

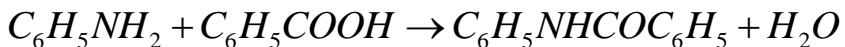
Unum 5,5 g (nazariyga nisbatan 69 %)

Atsetanilid (α -fenilatsetamid, antirebrin, N-atsetilanilin, sirka kislotaning

fenilamidi)–xidsiz, rangsiz kristal modda. Suvdan rombik yaproqchalar ko’rinishida kristallanadi. Dietil efirda, xloroformda, etil spirtida (100 ml da $36,9\text{ g}$) eriydi, suvda deyarli eriydi. (25°C haroratda 100 ml da $0,56\text{ g}$, 80°C da esa 100 ml $3,5\text{ g}$ eriydi). Qaynash harorati 114°C .

YAMR spektr: singlet 2,0 m.d. mul’tiplet 7,3 m.d. singlet 7,1 m.d

Benzanilid



Reaktivlar:

Anilin (Yangi xaydalgan)	7,2 g (7 ml)
benzoy kislota	8,9 g
xlorid kislota 1 n	100 ml
natriy gidroksid, 1 n eritma	100 ml
aktivlangan ko’mir, etil spirti.	

Idish va qurilmalar:

50 ml sig’imi tubi yumaloq kolba, suv sovitgichi, 100 ml sig’imi stakan, farfor chashka 1 tubi yassi kolba farfor xovoncha, moy xammomi, termometr.

Tubi yumaloq kolbaga to’g’ri suv sovitgichi qrnatilgan. Uni moy xammomiga o’rnatib $4,9\text{ ml}$ anilin va $8,9\text{ g}$ benzoy kislota qo’yib $180\text{-}190^\circ\text{S}$ (hammomga termometr o’rnatilgan) da qizdiriladi. Bu haroratni anilin va suv haydalguncha ushlab turiladi. So’ngra haroratni 228°S ga ko’tarib, shu harorat to’liq haydash amalga oshguncha ushlab turiladi. Kolbani sovitib, moy hammomini olib qo’ygan holda, yana $2,2\text{ g}$ ($2,1\text{ ml}$) anilin qo’shiladi va yana yuqorida yozilgandek takroriy qizdirishni amalga oshiriladi ($180\text{-}190^\circ\text{S}$ gacha, yana 225°C da) shundan so’ng kolbadagi massani issiqligicha farfor chashkaga qo’yiladi.

Olingan maxsulotni qotirgandan so’ng xovonchada eziladi va stakanga olib, 50 ml 1 n xlorid kislota eritmasi bilan aralashtiriladi. eritma tindirilgandan so’ng dekantatsiya qilinadi, cho’kma yana shuncha miqdordagi kislota bilan qayta ishlanadi. SHu yo’sinda anilin qoldig’i fil’tratga o’tadi undan qattiq benzanilid

yuviladi. Navbatdagi reaksiya maxsuloti suv bilan, 2 marta 50 ml 1 n natriy gidroksid bilan (reaksiya kirishmagan benzoy kislotadan qutilish uchun) va yana bir necha marta suv bilan yuviladi.

CH_o'kma Byuxner voronkasida fil'trlanadi va avval qog'ozda xavoda quritiladi, so'ng quritish shkafida 100°C xaroratda quritiladi. Xosil bo'lган benzanilid etil spirtida oz miqdordagi aktivlangan ko'mir ishtirokida tozalab qayta kristalanadi.

Qayta kristallangan benzanilid unumi $5,5\text{ g}$ (51% nazariyga nisbatan) benzoy kislotaga asoslanib xisoblaganda.

Benzanilid (benzoy kislotaning anilidi)-rangsiz kristal suyuqlanish xarorati 163°C ; spirtda eriydi asosan issiq dietil efirda oson eriydi, benzolda ham suvda erimaydi.

Laboratoriya ishi -5

SP³-GIBRIDLANGAN UGLEROD ATOMIDA BORADIGAN NUKLEOFIL ALMASHINISH REAKSIYALARI.

Etil bromid

Reaktivlar: etil spirti 10 ml , kaliy bromid 8 g , sulfat kislota 10 ml .

Jixozlar: Vyurs kolbasi,sovutkich, termometr, ajratgich voronka, alonj. yig'gich kolba.

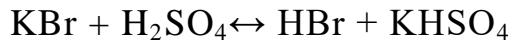
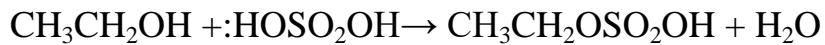
Vyurs kolbasiga 10 ml etil spirt, 5 ml suv, unga aralashtirib turilgan holda 10 ml sulfat kislota quyiladi. Reaksion aralashmaga sovutib turilgan holda maydalangan 8 g kaliy bromid solinadi (1-rasmdagi kabi asbob yig'iladi).

Reaksion aralashmali kolba uzunroq sovutkichga ulanib, alonjning uchi osa muzi bo'lган suvli yihgichga $1-1,5\text{ sm}$ tushirib qo'yiladi va kolbani qum hommomida qizdiriladi. Reaksion aralashma suv tagida yig'ilayotgan tnoysimon etil bromid haydalib bo'lguncha qizdirib turiladi. Agar kolbadagi reaksion aralashma kuchli ko'piklanib ketsa, bu vaqtida qizdirishni bir oz to'xtatish lozim.

Reaksiya tugagandan so'ng yig'gichdagi mahsulot ajratkich voronkaga quyilib, suv tagidagi etil bromid ajratib olinadi va CaCl₂quritgich bilan quritib

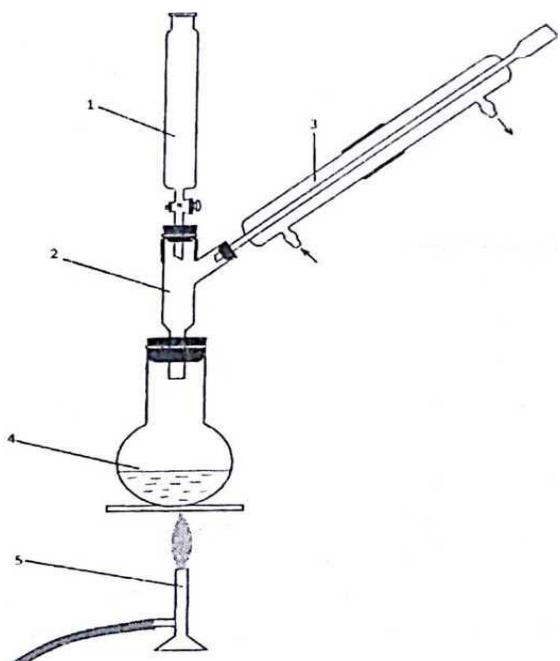
so'ngra haydaladi. Toza etil bromid 38°C da qaynaydi. Miqdori 7 g(95.5%) atrofida.

Reaksiya tenglamasi:



n-Butil bromid

Reaktivlar: 7 ml n-butil spirt, 7,5 g kaliy bromid, 6 ml kons.sulfat kislota. kalsiy xlorid.

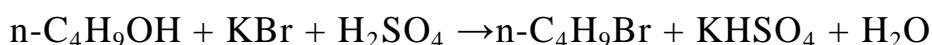


14-Rasm. *n-Butil bromid sintez qilish uchun asboblar: 1) tomizgich voronka, 2) nasadka, 3)sovutgich, 4) kolba, 5) gaz gorelkasi*

Tubi dumaloq kolbaga 5 ml suv, 7 ml n-butil spirt, 7,5 g maydalangan kaliy bromid va bir necha bo'lakcha qaynatgich solinadi. Kolba ikki shoxli forshto'ss orqali qaytarma sovutkich va tomizgich voronkaga ulanadi, kolba tashqarisidan muzli suv bilan sovutiladi va oz- ozdan kons.sulfat kislota quyiladi. So'ngra kolbani asbest to'r ustida kichikroq alangada qizdirib turib, reaksiyon aralashma 2 soat davomida qaynatiladi. So'ngra qaytarma sovutkich

pastga qiya qilib ulanadi. qizdirishni kuchaytirib suv, n-butil spirt, dibutil efir, ozroq butilen va brom qo shilmalari bor butil bromid haydaladi. Hali haydalmagan mahsulot ajratkich voronkaga quyiladi va brom qoldihidan tozalash uchun tarkibida ozroq natriy gidrosulfit bor suv bilan yuviladi. Yuvilgan butil bromid kalsiy xlorid bilan quritiladi va Vyurs kolbasida haydaladi. 98-103°C da fraksiya yig'ib olinadi. Butil bromidning miqdori 7 g (81%).

Reaksiya tenglamasi:



Yodoform.

a) Reaktivlar: etil spirt 1 ml, yod kristali 1 g, ishqor.

Kichkina stakanga yoki kolbaga 1 g yod, 1 ml spirt solinib chayqatiladi, keyin 10 ml suv quyiladi; spirtda erigan yod cho'kmaga tushadi. So'ngra tomchilatib suyultirilgan ishqor qo'shiladi va ozgina qizdiriladi (60-70°C).

Och-sariq cho'kma paydo bo'lguncha ishqor qo'shiladi. Tushgan cho'kmani filtrlab olib quritiladi. Yodoformni aseton yoki spirtda tozalash mumkin. $T_{suyuq.1}$ 19°C. Miqdori 0,35 g (90.25%).

Reaksiya tenglamasi:

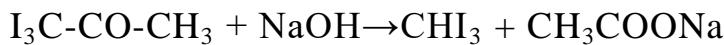
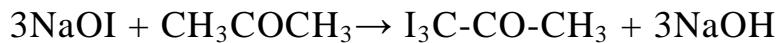


b) Roaktivlar: atseton, formalin, distillangan suv, yodning suvdagi eritmasi, 10%-li natriy gidroksid yoki 10%-li ainmiak eritmasi.

Jihozlar: pipetka, 2 ta probirka, oMcho.v silindri.

ta probirkaga 1 ml dan suv solinadi. 1-Probirkaga 3-4 tomchi atseton, 2-probirkaga shu miqdordagi formalin solinadi. Keyin har bir probirkaga 1 ml dan yod eritmasidan solinadi va rang yo'qolguncha bir necha tomchi ishqor eritmasi solinadi. 1-Probirkada och-sariq rangli yodoform cho'kmasi hosil bo'ladi.

Reaksiya tenglamasi:



Laboratoriya ishi -6

SPIRTLARDA BORADIGAN NUKLEOFIL ALMASHINISH

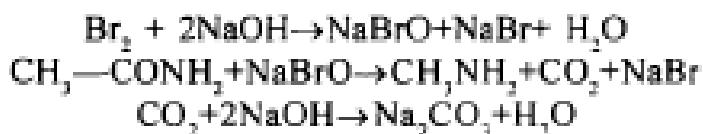
Metilamin hosil qilish va uning pH ini aniqlash

Reaktivlar: atseamid, brom, o'yuvchi natriyning konsentrangan eritmasi, fenolfitaleinning spirtdagi 1 % li eritmasi, qizil lakmus qog'oz.

Probirkaga 0,5 g atsetamid, 1 ml suv va bir necha tomchi brom solinib aralashma yaxshilab chayqatiladi. So'ngra aralashmaga tomchilatib awal bromning rangi o'chguncha va keyin yana taxminan shuncha hajm konsentrangan o'yuvchi natriy eritmasi qo'shiladi. Keyin probirkaning egik bir uchi rezina nay yordamida muz bilan sovitiladigan oz miqdorda suvi bor yig'gich probirkaga tushiriladi.



Shundan keyin probirkaka qizdiriladi va hosil bo'lgan gazsimon metilamin ytg'gich probirkaga haydaladi. Yig'gichdagi suyuqlikdan metilaminga xos xom baliq va ammiak hidi keladi:



Olingan metilaminni suvdagi eritmasidan bir tomchisi qizil lakmus qog'oziga tomizilsa, u ko'k rangga bo'yaladi. Probirkaga shu eritmadan bir necha tomchi solib,

unga 1 - 2 tomchi fenolftalein qo'shilsa, pushti rang hosil bo'Madi.

Qizil lakmus qog'ozning ko'karishi va fenolftalein eritmasining qizil rangga bo'yalishi metilaminning suvdagi eritmasining ishqoriy xossasini ko'rsatadi.



Metilammoniy gidoksid

Atsetamiddan etilamin hosil bo'lishi

Reaktivlar: atsetamid, natriy metali, etil spirt.

Probirkaga 1 g atsetamid olib, uni etil spirtda eritiladi. Atsetamid eritmasiga filtr qog'oz orasida siqib kerosini quritilgan va oksid pardasidan tozalangan natriyning bug'doy donidek 2-3 bo'lagi solinadi. So'ngra probirkaning og'zi gaz chiqadigan egik nay o'rnatilgan probka bilan berkitiladi.

Nayning uchi 2 ml spirt solingan yig'gich probirkaga tushiriladi. Bunda natriy va spirtning o'zaro ta'siri natijasida ajralib chiqayotgan vodorod hisobiga atsetamiddan etilamin hosil bo'ladi va yig'gich probirkadagi spirtda eriydi:



Etilamin hosil bo'lganligini izonitril reaksiyasi bilan isbotlash mumkin.

Anilin hosil bo'lishi (Zinin reaksiyasi)

Reaktivlar nitrobenzol, konsentrangan xlorid kislota, rux metali, xlorli ohak yoki xloramin eritmasi.

Probirkaga bir necha tomchi nitrobenzol, 1 ml konsentrangan xlorid kislota solib, aralashmaga 0,5 g rux qo'shiladi. So'ngra aralashma ehtiyotlik bilan chayqatiladi. Bunda reaksiya boshlanib, vodorodning pufakchalaraj ajralib chiga boshlaydi. Reaksiya nitrobenzolning hidi yo'qolguncha davom ettiriladi.

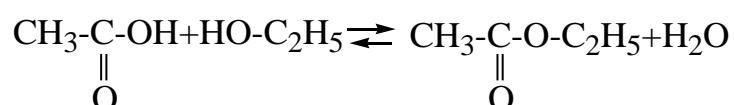
Reksiya tugagach, aralashma 5 ml suv bilan suyultiriladi va unga xlorli ohak yoki xloramin eritmasi qo'shiladi. Natijada binafsha rang paydo bo' ladi:



Laboratoriya ishi -7

SP²-GIBRIDLANGAN UGLEROD ATOMIDAGI NUKLEOFIL ALMASHINISH.

ETILATSETAT (sirka kislotaning etil efiri)



Reaktivlar

Sirka kislota 30 ml (0,5 mol')

Spirit (95% li) 45 ml (0,73 mol')

Sul'fat kislota; natriy karbonat; kal'tsiy xlorid; natriy sul'fat.

200 ml hajmli Vyurts kolbasida 15 ml spirit olib, aralashtirib turgan holda 15 ml kontsentrlangan sul'fat kislota quyiladi. Kolba tomizgich voronka, uzun sovitkich bilan jihozlanib moy hammomida 140°С gacha qizdiriladi. Qizdirilgan aralashmaga tomizgich voronka orqali 30 ml spirit bilan 30 ml sirka kislota aralashmasi shunday quyiladiki, uning tomish tezligi haydalayotgan efirning tezligi bilan barobar bo'lsin. Reaksiya tamom bo'lgandan so'ng mahsuldag'i sirka kislotani yo'qotish uchun u oz-ozdan natriy karbonatning to'yigan eritmasi bilan neytrallanadi. Aralashma ajratkich voronkaga solinib, suvdan ajratiladi va efirda aralashib qolgan spirtdan qutulish uchun u 15 ml 50% li kal'tsiy xlorid eritmasi bilan chayqatiladi. etilatsetat natriy sul'fat bilan quritilib, suv hammomida haydaladi. Qaynash temperaturasi 77,1°C; d_4^{20} q 0,900; n_D^{20} qI 3724. Miqdori 30 g atrofida.

Izoamilatsetat

a) Sirka kislotaning izoamil efirini izoamil spirit va natriy atsetatdan olish

Reaktivlar.

Izoamil spirit 25 g yoki 30 ml (0,28 mol')

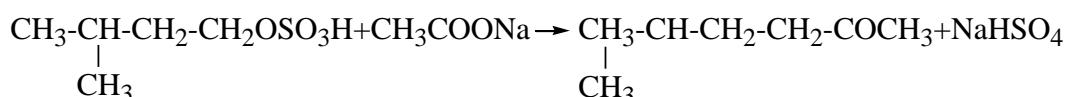
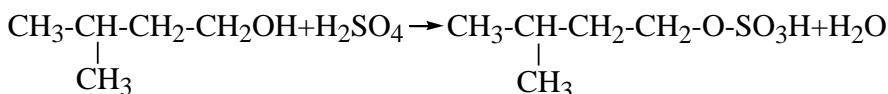
Suvsizlantirilgan natriy atsetat 25 g ($0,3\text{ mol}'$)

Sul'fat kislota (d_4 1,84) 25 g yoki 13,6 ml (0,24 mol')
Soda; kal'tsiy xlorid.

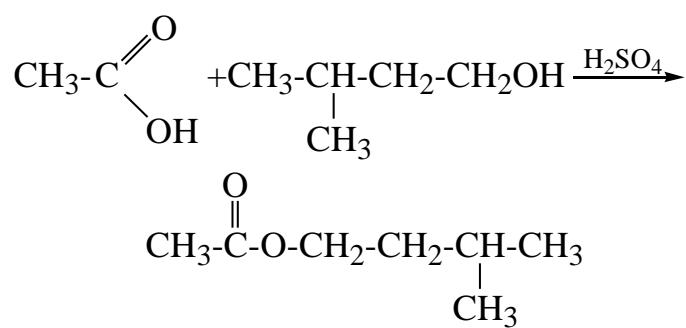
Tomizgich voronka va sovitkich bilan jihozlangan Vyurts kolbasida 25 g suvsizlantirilgan natriy atsetat tuzi olinib, tomizgich voronka orqali 25 g izoamil spirt bilan 25 g kontsentrlangan sul'fat kislota aralashmasi quyiladi. Bunda reaktsion kolba moy hammomida 150°Sda qizdirib turiladi. Reaksiya tamom bo'lib hosil bo'lgan efir haydalib bo'lgandan so'ng distillatning yuqori qismi (sirka kislotaning izoamil efir bilan izoamil spirt aralashmasi) ajratkich voronkada ajratilib, soda eritmasi va suv bilan 2 marta yuvilib, kal'tsiy xlorid bilan quritilib, deflegmatorli kolbada fraktsiyalarga bo'lib haydab olinadi: I fraktsiya 138°S gacha; II fraktsiya 138-142°S; III fraktsiya 142°C dan yuqori.

II fraktsiya sirka kislotaning izoamil efiridir.

Miqdori 24 g.



b) Izoamilatsetatni sirka kislotaga izoamil spirit ta`sir ettirib olish



Qaytarma sovitkich va suv ajratkich bilan jihozlangan 200 ml sig'imli yumaloq tubli kolbada 26 ml izoamil spirt, **17,1 ml** muz sirka kislota va 0,5 ml sul'fat kislota olinib, kolba qum hammomida suv ajratkichda ikki qavat (suqli va efirli qavat) hosil bo'lib, unda suvning miqdori o'zgarmay qolguncha qizdiriladi.

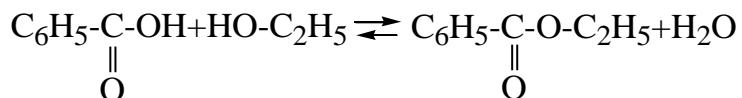
Bunda hosil bo'layotgan efir reaksiyaga kirishmagan sirkal kislota va izoamil spirit bilan suv ajratkichning yuqori qismidan yana reaktsion kolbagaga qayta tushib turadi, uning pastki qavatida esa reaksiya natijasida ajralayotgan suv yig'iladi. Reaksiyaning tamom bo'lganligini ajralayotgan suvning miqdoriga ($4,5\ ml$) qarab yoki suv ajratkichda yig'ilayotgan suvning miqdori ortib borishdan to'xtab qolishi bilan aniqlanadi.

Efir ajratkich voronkada suvdan ajratilib, oldin $50\ ml$ suv, so'ngra $20-25\ ml$ natriy bikarbonatning suyultirilgan eritmasi bilan efir neytral muhitga kelguncha chayqaltirilib ishlanadi va yana $25-30\ ml$ suv bilan yuviladi. Suvdan ajratilgan izoamilatsetat suvsiz natrny sul'fat bilan quritilib Vyurts kolbasiga solinadi va $139-142^{\circ}\text{S}$ da haydaladi.

Toza izoamilatsetatning qaynash temperaturasi 142°C ; $d_4^{20} = 0,8719$;
 $n_D^{20} = 1,4053$. Miqdori $27\ g$ atrofida.

Etilbenzoat

(benzoy kislotaning etil efiri)



Reaktivlar.

Benzoy kislota $12,2\ g$ ($0,1\ mol'$)

Spirit 95% li $35\ ml$ ($0,6\ mol'$)

Sul'fat kislota; natriy karbonat; efir; kal'tsiy xlorid.

100-150 ml hajmli yumaloq tubli kolbada ko'rsatilgan miqdorda benzoy kislota va spirit olib, unga $4\ ml$ kontsentrlangan sul'fat kislota quyiladi va 3-4 bo'lak qaynatkich-chinni bo'lakchalari tashlanadi.

Kolba qaytarma sovitkichga ulangan holda aralashma suv hammomida 3 soat davomida qaynatilgandan so'ng ortiqcha spirit iloji boricha to'liq haydaladi.

Kolbada qolgan modda $80\ ml$ sovuq suvgaga quyilib natriy karbonat bilan neytrallanadi.

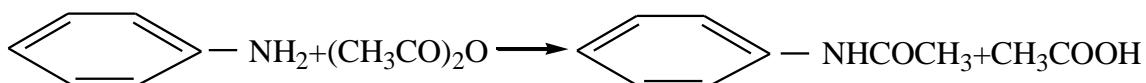
Ajralgan moy dietil efirga o'tkazilib, ajratkich voronkada efir qismi ajratib

olinib, kal'tsiy xlorid bilan bir necha soat kuritiladi.

Dietil efirli qism kichikroq Vyurts kolbasiga solinib, dietil efir suv hammomida haydaladi, so'ngra benzoy kislotaning etil efiri gorelkada kichikroq alanga bilan havo sovitkichi orqali haydalib olinadi.

Etil benzoatning qaynash temperaturasi $211,7^{\circ}\text{C}$, solishtirma og'irligi $d_4^{20} q$ 1,051; $n_D^{20} q 1,5029$. Miqdori 10-12 g.

Atsetanilid



Reaktivlar:

Yangi xaydalgan anilin	4,4 g (4,5 ml)
Sirka angidrid	6,5 g (6,0 ml)

Idish va qurilmalar:

100 ml sig'imli konussimon kolba, xavo sovutgichi, termometr, suv xammomi.

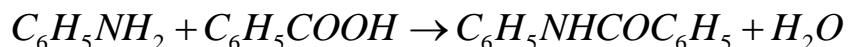
Konussimon kolbada 4,5 ml anilin va 20 ml suv aralashtiriladi. Xosil bo'lган emul'siyaga 6 ml sirka angidrid qo'shiladi. Kolbani xavo sovitgichli tiqin bilan berkitiladi va suv xammomida qizdiriladi (suvning harorati $70\text{-}80^{\circ}\text{C}$), vaqtı-vaqtı bilan reaktsion aralashma aktiv chayqatib turiladi. Kolbadagi massa to'liq suyuq holatga kelguncha 10 min. vaqt sarflanadi. Shundan so'ng avval kolbani havoda, so'ngra muzdek suv bilan sovitiladi. Ajralgan atsetanilid Byuxner voronkasiga surib olinadi, fil'trda oz miqdordagi muzdek suv bilan yuviladi va xavoda fil'tr bilan birlgilikda quritiladi yoki quritish shkafida $50\text{-}60^{\circ}\text{C}$ haroratda quritiladi, maxsulotni oz miqdordagi suv yordamida yoki 50% li etil spirtida qayta kristallash mumkin.

Unum 5,5 g (nazariyga nisbatan 69 %)

Atsetanilid (α -fenilatsetamid, antirebrin, N-atsetilanilin, sirka kislotaning fenilamidi)-xidsiz, rangsiz kristal modda. Suvdan rombik yaproqchalar ko'rinishida kristallanadi. Dietil efirda, xloroformda, etil spirtida (100 ml da 36,9 g) eriydi, suvda deyarli eriydi. (25°C haroratda 100 ml da 0,56 g, 80°S da esa 100 ml 3,5 g eriydi). Qaynash harorati 114°C .

YAMR spektr: singlet 2,0 m.d. mul'tiplet 7,3 m.d. singlet 7,1 m.d

Benzanilid



Reaktivlar:

Anilin (Yangi xaydalgan)	7,2 g (7 ml)
benzoy kislota	8,9 g
xlorid kislota 1 n	100 ml
natriy gidroksid, 1 n eritma	100 ml
aktivlangan ko'mir, etil spirti.	

50 ml sig'imi tubi yumaloq kolba, suv sovitgichi, 100 ml sig'imi stakan, farfor chashka 1 tubi yassi kolba farfor xovoncha, moy xammomi, termometr.

Tubi yumaloq kolbaga to'g'ri suv sovitgichi qrnatilgan. Uni moy xammomiga o'rnatib 4,9 ml anilin va 8,9 g benzoy kislota qo'yib 180-190°S (hammomga termometr o'rnatilgan) da qizdiriladi. Bu haroratni anilin va suv haydalguncha ushlab turiladi. So'ngra haroratni 228°S ga ko'tarib, shu harorat to'liq haydash amalga oshguncha ushlab turiladi. Kolbani sovitib, moy hammomini olib qo'ygan holda, yana 2,2 g (2,1 ml) anilin qo'shiladi va yana yuqorida yozilgandek takroriy qizdirishni amalga oshiriladi (180-190°C gacha, yana 225°C da) shundan so'ng kolbadagi massani issiqligicha farfor chashkaga qo'yiladi.

Olingen maxsulotni qotirgandan so'ng xovonchada eziladi va stakanga olib, 50 ml 1 n xlorid kislota eritmasi bilan aralashtiriladi. eritma tindirilgandan so'ng dekantatsiya qilinadi, cho'kma yana shuncha miqdordagi kislota bilan qayta ishlanadi. SHu yo'sinda anilin qoldig'i fil'tratga o'tadi undan qattiq benzanilid yuviladi. Navbatdagi reaksiya maxsuloti suv bilan, 2 marta 50 ml 1 n natriy gidroksid bilan (reaksiya kirishmagan benzoy kislotadan qutilish uchun) va yana bir necha marta suv bilan yuviladi.

Cho'kma Byuxner voronkasida fil'trlanadi va avval qog'ozda xavoda quritiladi, so'ng quritish shkafida 100°C xaroratda quritiladi. Xosil bo'lган benzanilid etil spirtida oz miqdordagi aktivlangan ko'mir ishtirokida tozalab qayta kristalanadi.

Qayta kristallangan benzanilid unumi 5,5 g (51% nazariyga nisbatan) benzoy kislotaga asoslanib xisoblaganda.

Benzanilid (benzoy kislotaning anilidi)-rangsiz kristal suyuqlanish xarorati 163°C; spirtda eriydi asosan issiq dietil efirda oson eriydi, benzolda ham suvda erimaydi.