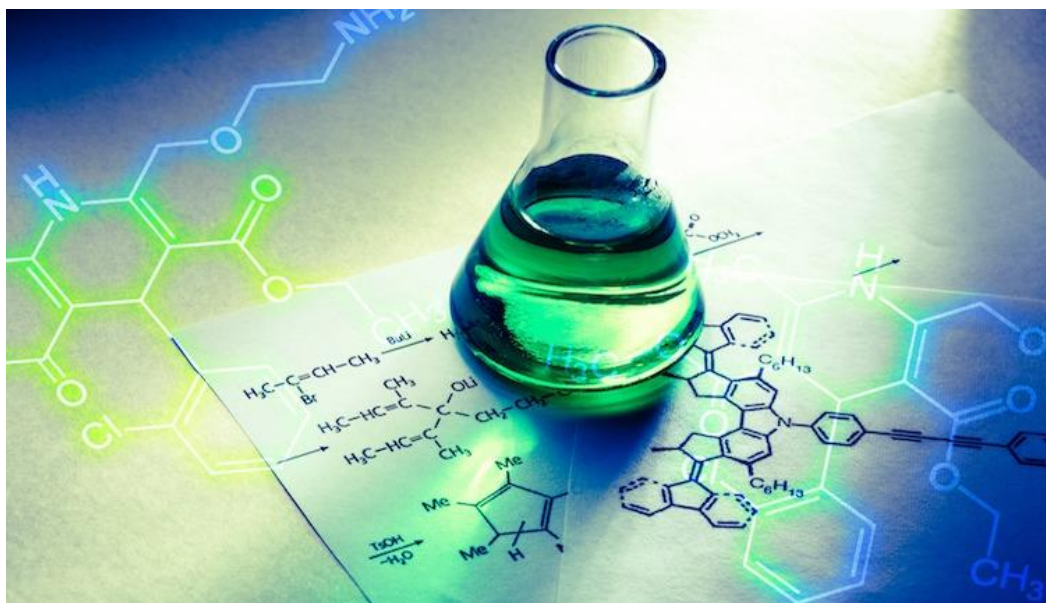


А. Қ. Сәкен, С. А. Дармбаева, Ж. Б. Исмаилова, Ж. К. Өтеналиева

## ХИМИЯЛЫҚ СИНТЕЗ НЕГІЗДЕРІ



Костанай, 2023

Білім және ғылым министрлігі Қазақстан Республикасы  
А. Байтұрсынов атындағы Қостанай өңірлік университеті  
Биология, экология және химия кафедрасы

**А. Қ. Сәкен, С. А. Дарибаева, Ж. Б. Исмаилова, Ж. К. Өтеналиева**

## **ХИМИЯЛЫҚ СИНТЕЗ НЕГІЗДЕРІ**

Оқу құралы

Қостанай, 2023

**УДК 542.057(075.8)**

**ББК 24.1я73**

**С 28**

**Авторлар:**

Сәкен Айкүміс Қадыржанқызы, химия мамандығы бойынша жаратылыстану ғылымдарының магистрі, биология, экология және химия кафедрасының аға оқытушысы; Дарибаева Севара Анварқызы, химия мамандығы бойынша жаратылыстану ғылымдарының магистрі, жаратылыстану ғылымдары пәндері кафедрасының оқытушысы; Исмаилова Жанар Байаршиновна, биология, экология және химия кафедрасының аға оқытушысы;

Өтеналиева Жаңагүл Көпжанқызы, Қызылорда облысы, Қазалы ауданы, Әйтеке би кентінің Ы.Алтынсарин атындағы №204 орта мектебінің химия пәні мұғалімі.

**Рецензенттер:**

Таурбаева Гульжан Урмантаевна - химия ғылымдарының кандидаты, жаратылыстану ғылымдары пәндері кафедрасының қауымдастырылған профессоры

Тулбаева Балжан Беисовна - химия ғылымдарының кандидаты, жаратылыстану ғылымдары пәндері кафедрасының қауымдастырылған профессоры

Аубакирова Гульсим Баграмовна - химия ғылымдарының кандидаты, М. Қозыбаев атындағы Солтүстік Қазақстан мемлекеттік университетінің химия және химиялық технологиялар кафедрасының доценті.

Сәкен А.Қ., Дарибаева С. А., Исмаилова Ж. Б., Өтеналиева Ж. К.

С 28 Химиялық синтез негіздері: Оқу құралы - Қостанай: А. Байтұрсынов атындағы ҚӨУ, 2023.- 68 б.

ISBN 978-601-356-242-1

Оқу құралының мазмұнына сәйкес университет студенттеріне "Химиялық синтез негіздері" курсы бойынша сабақтарға арналған материалдар ұсынылады. Оқу құралына бейорганикалық және органикалық синтез тақырыптары бойынша практикалық сабақтар, сонымен қатар зерттеудегі өзіндік жұмыс кезеңдерінің сипаттамасын қамтитын зертханалық жұмыстардан тұрады. Оқу құралы биология, экология және химия (күндізгі және сырттай оқу түрлері) кафедрасының 6В05302-химия білім беру бағдарламасының студенттеріне, сондай-ақ зертханалық жұмыстарды орындау арысында химиялық синтез тақырыбын қарастырып жатқан өзге химиялық пәндерін меңгеріп жатқан басқа кафедралардың білім беру бағдарламаларының студенттеріне арналған.

**УДК 542.057(075.8)**

**С 28.**

А. Байтұрсынов атындағы Қостанай өңірлік университетінің оқу-әдістемелік кеңесімен бекітілді және басып шығаруға ұсынылды, 25.01.2023 ж., № 1 хаттама.

ISBN 978-601-356-242-1

© А. Байтұрсынов атындағы  
Қостанай өңірлік университеті  
© Сәкен А. Қ., Дарибаева С. А., Исмаилова Ж.  
Б., Өтеналиева Ж. К. 2023 ж.

## Мазмұны

Кіріспе .....	6
Тақырып 1 Тәжірибелік сабақтар .....	7
1.1 Газды кептіру.....	7
1.2 Қатты заттарды кептіру .....	10
1.3 Кристалдану, қайта кристалдану (рекристаллизация) және заттарды сүзу .....	13
1.4 Кристалды тұнбаның тұну жағдайлары. Аморфты тұнбаның тұну жағдайлары .....	16
1.5 Тұнбаны сүзу (филтрлеу) және жуу .....	18
1.6 Булау, кептіру және қыздыру .....	20
1.7 Араластыру .....	23
1.8 Жылу алмасу (жылыту және конденсация).....	25
1.9 Жылыту. Салқындату .....	26
1.10 Температураны өлшеу және реттеу .....	27
1.11 Органикалық синтезге арналған құралдар .....	29
1.12 Сусыз ортадағы және инертті атмосферадағы реакциялар. Сұйықтықтарды кептіру .....	30
1.13 Реакциялық массадан қатты заттардың бөлінуі. Сүзу .....	32
1.14 Экстракция. Тұздау (высаливание) .....	33
1.15 рН-ты өзгерту арқылы тұндыру (қайта тұндыру).....	36
Тақырып 2 Зертханалық жұмыстарының мазмұны .....	38
Зертханалық жұмыс № 1 .....	38
Зертханалық жұмыс № 2 .....	39
Зертханалық жұмыс № 3 .....	40
Зертханалық жұмыс № 4 .....	42
Зертханалық жұмыс № 5 .....	42
Зертханалық жұмыс № 6 .....	43
Зертханалық жұмыс № 7 .....	44
Зертханалық жұмыс № 8 .....	45
Зертханалық жұмыс № 9 .....	46
Зертханалық жұмыс № 10 .....	47
Зертханалық жұмыс № 11 .....	48
Зертханалық жұмыс № 12 .....	50
Зертханалық жұмыс № 13 .....	52
Зертханалық жұмыс № 14 .....	54

Зертханалық жұмыс № 15 .....	55
Зертханалық жұмыс № 16 .....	57
Қосымша А .....	59
Қосымша Б .....	60
Қосымша С.....	65
Глоссарий.....	66
Қолданылған әдебиеттер тізімі.....	68

## Кіріспе

Қоспалардан жеке қосылыстарды бөліп алу, оларды қоспалардан тазарту, сәйкестендіру (зерттелетін қосылыс пен бұрыннан белгілі қосылыстың арасындағы сәйкестікті белгілеу) немесе бұрын белгісіз қосылыстың құрылысын айқындау химияда синтездің міндетті кезеңдері болып табылады.

Пәннің мақсаты студенттердің теориялық білімдерін тәжірибелік ашу барысында ғылыми-зерттеу қызметінің дағдыларын қалыптастыру болып табылады.

Химиялық синтез курсы бойынша зертханалық бөлім тәжірибелік жұмыстармен аяқталады. Бейорганикалық және органикалық химияны саналы және терең игеруге ықпал ететін және студенттерді өз бетінше жұмыс істеуге дайындайтын синтез жұмыстарын оқыту қажеттілігі қазіргі уақытта айқын және жалпыға бірдей танылған.

Ұсынылатын оқу құралы 2 деңгейдегі жұмыстарды қамтиды. Жұмыстың бірінші тобы негізінен қалыпты жағдайда және, ең алдымен, метаболизм процестеріне негізделген сулы ерітінділерде синтездермен байланысты. Оларда студенттер бейорганикалық химияның минималды әдістері мен дағдыларын меңгереді. Екінші бөлім студенттер өз бетінше жұмысты ұйымдастырудың негізгі тәсілдерін сәтті игеруі үшін органикалық синтезді жүргізу, органикалық қосылыстарды оқшаулау және тазарту, реакция өнімдерін сәйкестендіру әдістерінің теориялық сипаттамасы, сондай-ақ зертханада жұмыс істеу кезіндегі сақтық шаралары туралы мәліметтер келтірілген.

# Тақырып 1 Тәжірибелік сабақтар

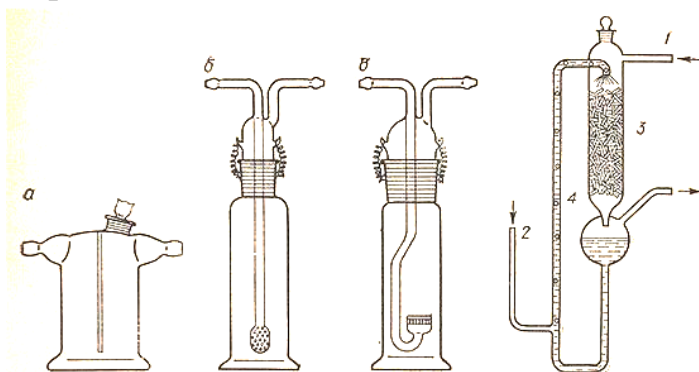
## 1.1 Газды кептіру

*Газды кептіру (құрғату)* - бұл табиғи газды құбырлар арқылы тасымалдауға немесе газ қоспаларын компоненттерге төмен температурада бөлуге дейін болатын газдар мен газ қоспаларынан ылғалды кетіру операциясы.

Газды кептіру не үшін қажет?

Бұл жағдайда "кептіру" = "суды кетіру". Су белгілі бір мөлшерде кез-келген газда болатыны белгілі. Газды дайындаудан өтпеген шикі газдардың көпшілігі ылғалға қаныққан, яғни олар белгілі бір қысым мен температурада максималды суды қамтиды. Бұл жағдайда мәселе газбен тамшылап ұшып, сепараторлардың көмегімен жойылатын еркін түрдегі су туралы емес, оны жою үшін басқа технологиялар мен тиісті жабдықтар қажет су буы туралы.

Газдар химиялық реагенттермен және мұздатумен кептіріледі. Газдың жоғары жылдамдығымен қаныққан су буларының ылғалдандырғыштан тепе-теңдігі, әдетте, орнатуға уақыт жоқ. Газдың құрғату дәрежесі кептіргіштің қасиеттеріне, қабаттың қалыңдығына және кептіргіштің газбен жанасатын бетінің шамасына байланысты. Газдарды қатты реагенттермен кептіруді әдетте суретте көрсетілген сіңіру құрылғыларында (абсорбенттер) жүзеге асырылады. Сіңіру құрылғыларын толтыру кезінде онда арналар пайда болмас үшін реагенттің біркелкі таралуын қамтамасыз ету қажет. Құрғатқыш қабатын нығайту және оның бөлшектерін газбен алып кетудің алдын алу үшін шыны жүннің кішкене тампондары газ кіретін және шығатын жерлерде сіңіру құрылғыларына орналастырылады. Сіңіргіш құрылғыларды толтырғаннан кейін оларда кептірілетін газ тоғына тым қатты кедергі жасалғанына көз жеткізу керек. Олай болса, толтыру кептіру реагентінің үлкен бөліктерімен қайталанады немесе кептіргішті пемза немесе кеуекті фосфордың бөліктерімен араластырады.



Сурет 1 - Сұйық жуғыштарға арналған ыдыстар (сосуды)

а) Тищенко сауыты;

б) бүріккіш (с распыляющей насадкой) саптамасы бар шыны сауыт;

в) иілген газ жуғышы бар шыны сауыт

Өзіндік суалатын баған: 1 – газ енгізуге арналған түтіктер; 2 – саптама; 3 – түтік

Құрғату жабдықтар мен газ құбырларын үздіксіз пайдалануды қамтамасыз етеді, гидраттың пайда болуына және жүйелерде мұз кептелістерінің пайда болуына жол бермейді. Газды кептірудің маңызды әдістері ылғалдың сіңуіне немесе адсорбциясына, сондай-ақ газды салқындату кезінде оның конденсациясына негізделген. Кептіру процесі шық нүктесі сияқты индикатормен сипатталады.

Кәсіпшілік жағдайларда газды кептірудің қолданыстағы технологияларын екі үлкен топқа бөлуге болады:

- ✓ *абсорбциялық* - сұйық сіңіргіштерді пайдалану технологиясы;
- ✓ *адсорбция* - қатты сіңіргіштерді қолдану технологиясы.

#### Газды кептіру әдістері

Газдан суды, кез-келген басқа компонент сияқты, физикалық әдіспен (адсорбция, сіңіру, мембраналар, конденсация (суық) арқылы), химиялық әдістермен ( $\text{CaCl}_2$  және т.б.) және олардың шексіз гибридтерімен алып тастауға болады.

Коммерциялық жолда қолдану бойынша танымал әдістері келесідей:

Абсорбция: гликольді құрғату

Адсорбция: цеолиттер, силикагельдер немесе белсендірілген алюминий

Конденсация: гидрат түзілу ингибиторларын (гликоль немесе метанол) бүрку арқылы салқындату

Мембраналар арқылы: эластомерлерге немесе шыны тәрізді полимерлерге негізделген.

Химиялық әдіс: гигроскопиялық тұздар, әдетте металл хлоридтері ( $\text{CaCl}_2$  және т. б.)

Әлемдегі қондырғылардың басым көпшілігі алғашқы екі әдіске негізделген:

#### ***Газды кептірудің абсорбциялық әдісі***

*Гликольді кептіру* - бұл газды қалыпты кептіру үшін қолданылатын ең көп таралған әдіс, ол құбырлар арқылы, соның ішінде магистральдық құбырлармен тасымалдауға және осындай газды отын ретінде пайдалануға жеткілікті.

Гликольді газды кептірудің типтік қондырғылары  $-10^\circ\text{...}-20^\circ\text{ C}$  диапазонында суда ТТР (Шық нүктесінің температурасы - Температуры точки росы) жетуге мүмкіндік береді.

Абсорбциялық газды кептіру әдісінің негізгі артықшылықтары:

- ✓ қысымның аса қатты төмендемеуі
- ✓ арзан техникалық қызмет көрсету
- ✓ қатты сорбенттерді бұзатын заттардың көп мөлшері бар газдарды кептіру мүмкіндігі

Абсорбциялық газды кептіру әдісінің негізгі кемшіліктеріне келесілер жатады:

- ✓ Газ температурасын  $40^\circ\text{ C}$ -тан жоғары көтеру қажеттілігі
- ✓ Кептірудің орташа деңгейі



✓ Сіңіргіштерді көбіктендіру мүмкіндігі

Гликольді құрғатуға арналған жабдық. Стандартты гликольді кептіру екі негізгі блоктан тұрады:

- табақ немесе саптама түріндегі абсорберлер
- гликольді қалпына келтіру (регенерация) блогы.

### ***Газды кептірудің адсорбциялық әдісі***

Газды кептірудің адсорбциялық қондырғылары негізінен криогендік зауыттардың құрамында газды терең кептіру үшін қолданылады (су ТТР - 40°...-100°С). Адсорбциялық қондырғылардың қасиеттерінің бірі - суды және бірқатар қоспаларды (көмірсутектер, қышқыл газдар және т.б.) бір уақытта жоюдың негізгі мүмкіндігі. Алайда, газды көп компонентті тазарту үшін адсорбциялық қондырғыларды пайдалану шығарылатын компоненттердің төмен концентрациялық "ізіне" ғана ұсынылады.

Газды кептірудің адсорбциялық әдісінің негізгі артықшылықтары:

- ✓ адсорбенттің ұзақ қызмет ету мерзімі
- ✓ технологиялық параметрлердің кең ауқымында төмен шық нүктесіне және оның жоғары депрессиясына қол жеткізіледі
- ✓ температура мен қысымның өзгеруі кептіру сапасына айтарлықтай әсер етпейді
- ✓ процесс қарапайым және сенімді

Адсорбциялық газды кептіру әдісінің негізгі кемшіліктеріне келесілер жатады:

- ✓ үлкен капиталды салымдар
- ✓ жоғары эксплуатациялық операциялар шығындары
- ✓ адсорбенттің ластануы және оны жиі ауыстыру немесе тазарту
- ✓ технологиялық процестің үздіксіз циклі сенімділігінің болмауы

Осы әдіспен қолданылатын жабдық. Стандартты адсорбциялық газ кептіру қондырғысы блоктардан тұрады:

- түйіршіктелген адсорбенті бар екі-төрт бағаналы адсорбер
- қолданылатын адсорбент

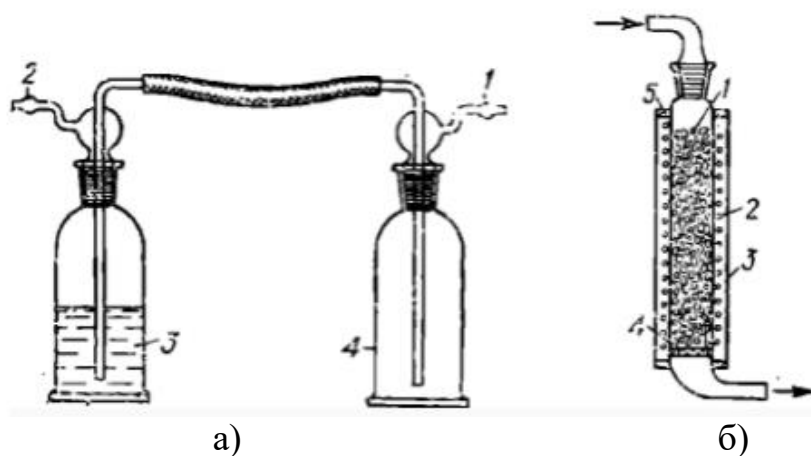
### ***Газды кептірудің басқа әдістері***

Конденсация, мембраналар және басқа әдістер де көп компонентті газды тазарту қасиеттеріне ие, бірақ газды адсорбциялық кептіруден айырмашылығы, олар қажетсіз компоненттердің негізгі бөлігін алып тастау үшін қолданылады. Адсорбциялық қондырғы газды "жұқа" тазарту құралы, ал конденсация мен мембраналар арқылы тазартуды "өрескел" деп айтуға болады.

Конденсация көмірсутектер мен суды кетіруге қол жеткізу қажет болған кезде қолданылады (су/көмірсутектер бойынша ТТР 0...-20°С); сол диапазонда олар қышқыл газдардың белгілі бір мөлшерін алып тастауды қамтамасыз ететін мембраналарды да табады.

Газдарды күкірт қышқылымен кептіру

Кептіру үшін газдар әдетте қатты құрғатқыш қабаты арқылы немесе концентрацияланған күкірт қышқылы арқылы өтеді. Газдарды күкірт қышқылымен кептіру ерекше сақтықты талап етеді: шыны сауыттың конструкциясы газ кері бағытта қозғалған кезде сұйықтықтың аударылу мүмкіндігін болдырмауы тиіс; бұл жағдайда Тищенконың сұйықтықтарға арналған сауыттары ең қолайлы, ал мысал үшін Вудфтың және Дрексельдің кәдімгі сауыттарын пайдалану сақтандыру ыдыстарын орнатуды талап етеді. Егер құрғатылған газдың көпіршіктері тесілген күкірт қышқылының қабаты аз болса, газ беру жылдамдығы едәуір төмен болса, соңғысының толық құрғауға уақыты жоқ екенін есте ұстаған жөн. Жуу бөтелкелерінің тиімділігін арттыру үшін олар кез-келген саптамамен толтырылады, мысалы, шыны моншақтар, ал күкірт қышқылы саптаманы толығымен жаппайтын мөлшерде құйылады.



Сурет 2 – а) Газды күкірт қышқылымен кептіруге арналған Дрексельдің екі склянкасын біріктіру: 1-шикі газға арналған бұрма (отвод), 2-құрғатылған газға арналған бұрма, 3-күкірт қышқылы, 4-сақтандырғыш ыдыс;  
 б) Түйіршікті адсорбенті бар электрмен жылытылатын баған: 1 түйіршікті адсорбент, 2-электр орам (электробомотка), 3 - шыны түтік, 4 кеуекті шыны пластина, 5-темір тосқауыл

### Тапсырма:

1. Абсорциялық әдіс арқылы газды кептіруге мысал келтіріңіз
2. Адсорбциялық кептіру әдісінің механизмі бойынша схема жасаңыз
3. Газдарды кептірудің басқа әдістеріне қысқаша сипаттама беріңіз.

## 1.2 Қатты заттарды кептіру

Егер күнделікті өмірде тек заттарды немесе өнімдерді кептіру қажет болса, зертханалық жағдайда қатты ғана емес, сонымен қатар газ тәрізді және сұйық заттарды да құрғатуға болады.

Зертханада қатты заттардың құрамынан суды немесе еріткіш қалдықтарын кетірудің бірнеше әдісі бар, олардың таңдауы құрғатылған заттың қасиеттеріне байланысты.

#### ***а. Кептірудің физикалық әдістері***

Ең қарапайым және таныс әдіс - бөлме температурасында немесе қызған кезде булану. Ол ауада ыдырамайтын заттар үшін қолданылады.

Егер сұйықтықпен қатты фазаның суспензиясы болса, ол алдымен өз бетімен немесе вакуум көмегімен сүзіледі.

Қағаз сүзгідегі тұнба ауада қалдырылады немесе кептіру шкафына орналастырылады. Егер бірнеше рет салмақты өлшеуден кейін заттың массасы азаймаса, онда ол кептірілген болып саналады.

Кептіру шкафында қатты заттар фарфор ыдыстарда немесе бюкстарда кептіріледі. Кептіру шкафындағы температура кептіретін заттың балқу температурасынан төмен болуы тиіс. Кептіру шкафында қағазда кептіруге болмайды, өнім қағаз талшықтарымен, күйдірілген қағаздың қабығымен ластануы мүмкін. Кептіру жылдамдығы неғұрлым жоғары болса, температура соғұрлым жоғары болады. Қыздырылған ыдысты суыту үшін оны эксикаторға орналастырады. Эксикаторлар қатты немесе сұйық кептіргішпен толтырылады. Құрғатқыш агент кептірілген заттың химиялық қасиеттеріне байланысты таңдалады. Көбінесе сусыз кальций хлориді немесе концентрлі күкірт қышқылы эксикатордың түбіне орналастырылады. Күкірт қышқылы эфир, алкоголь, анилин, пиридин және т.б. қалдықтарын кетіру үшін қолданылады. Көмірсутектерді, әсіресе бензолды және оның гомологтарын сіңіру үшін сұйық немесе қатты парафин қолданылады, қағаз жолақтары парафинмен сіңіру үшін оны эксикатордың түбіне толтырады. Су мен спирттер сусыз кальций хлориді, әк немесе кремний гелімен жақсы сіңеді. Қышқыл заттарды кетіру үшін эксикатор натрий немесе калий гидроксидімен толтырылады.

#### ***б. Вакуумда кептіру***

Көптеген органикалық қосылыстар жоғары температура әсерінен ауа оттегімен тотығады. Мұндай қосылыстар вакуум-кептіру шкафтарында, вакуум-эксикаторларда (Сурет 3) немесе кептіру тапаншасының (Сурет 4) көмегімен кептіріледі. Сирек атмосферада кептіру процесті тездетіп қана қоймай, сонымен қатар жоғары температураға төзімді заттарды жойылудан қорғауға мүмкіндік береді.

Оларды қалыпты температурада кептіреді немесе жұмыс істеп тұрған вакуумдық сорғысы бар герметикалық камерада төмен температурада қатырады. Материалдар мен өнімдерді осылай кептіру сублимация деп аталады. Бұл табиғи заттардың биологиялық белсенділігін сақтауға мүмкіндік береді.

#### ***с. Құрғататын реагенттер арқылы кептіру***

Қатты құрғататын реагенттердің қатысуымен кептіру және сақтау қоршаған ауадан ылғалды оңай жинайтын гигроскопиялық заттардың тұрақты массасын сақтауға мүмкіндік береді. Мұны істеу үшін қақпағы тығыз

бекітілген ауыр зертханалық эксикаторды қолданыңыз. Оның түбінде суды сіңіретін реагент орналасқан, ал жоғарыда фарфор торына кептіру үшін зат ашық контейнерлерде немесе сүзгіде орналастырылған.

Қатты заттарға арналған кептіргішті таңдау гигроскопиялық, бірақ бейтарап және оңай қалпына келтірілетін етіп жасалады. Осы шарттарға үлкен көлемде силикагель сәйкес келеді, ал танымал құрғатқыш-кальций хлориді. Вакуумды қосуға арналған түтігі бар эксикаторлар бар. Олар қалыпты жағдайда өте гигроскопиялық және тұрақсыз заттарды кептіреді және сақтайды.

Қатты заттарды химиялық реагенттермен кептірілетін ауамен зертханалық жағдайда кептіру эксикаторларда жүзеге асырылады. Құрғататын реагент кептірілген заттың химиялық қасиеттеріне байланысты таңдалады. Көбінесе сусыз  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ,  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ , балқытылған  $\text{KOH}$ , силикагель, цеолиттер эксикатордың түбіне орналастырылады. Көмірсутекті еріткіштердің қалдықтарын кетіру үшін балқытылған парафинге малынған парафинді жоңқа (стружка) немесе сүзгі қағазының жолақтары эксикатор үшін толтырғыш ретінде қолданылады.



а)



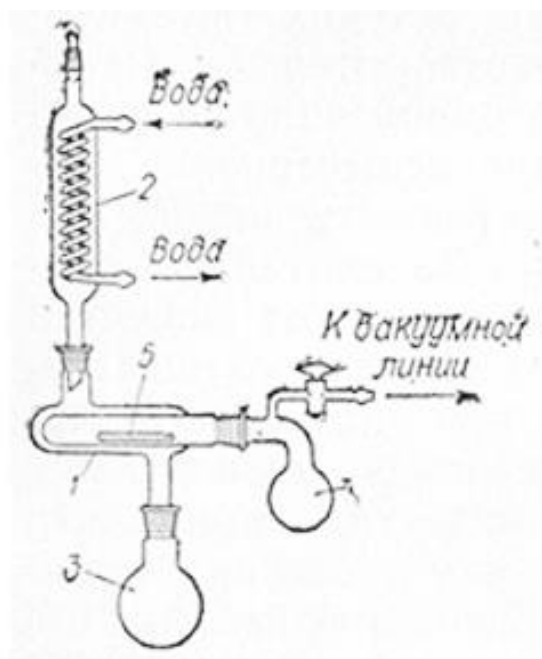
б)

Сурет 3 – Химиялық эксикатор

а) эксикатордың қарапайым үлгісі; б) вакуумды эксикатор

Эксикаторда су буы диффузия немесе конвекциялық токтарға байланысты қозғалады, сондықтан кептіру ауа ағынына қарағанда баяу жүреді. Бөлме температурасында процесті жылдамдату үшін вакуумды эксикаторлар қолданылады. Вакуум әдетте ағынды сорғымен жасалады.

Заттың аз мөлшерін вакуумда жоғары температурада кептіру қажет болған жағдайда "құрғатқыш тапанша" деп аталатын құрылғы қолданылады (сурет 4).



Сурет 4 – құрғатқыш тапанша

1 – ыдыс, сауыт (сосуд); 2 - кері тоңазытқыш; 3 – колба; 4 - реторта;  
5 – фарфор қайықшасы (лодочка)

4 ретортқа ылғал сіңіргіш ( $P_4O_{10}$ ,  $CaCl_2$ , адсорбенттер) орналастырылады. 3 колбасына белгілі бір қайнау температурасы бар сұйықтық көлемінің жартысына дейін құйылады және бірнеше "қайнатқыш тастар" (кипятильные камешки) қосылады. 1 ыдысына 5 Фарфор қайықшасында кептірілген зат қосылады. Ретортты шүмек вакуум сорғымен қосылады. 3 колбадағы сұйықтық қайнағанға дейін қызады. Ыстық бу 1 ыдысын жуады, тоңазытқышта конденсацияланады және қайтадан 3 колбасына құйылады. Біраз уақыттан кейін 1-ыдыста қолданылатын сұйықтықтың бу температурасына тең температура орнатылады.

#### Бақылау сұрақтары:

1. Кептірудің физикалық әдістері бойынша тірек сызба жасаңыз
2. Қатты заттарды вакуумда кептіруге мысал келтіріңіз
3. Құрғататын реагенттер арқылы кептіруді қалай түсінесіз?

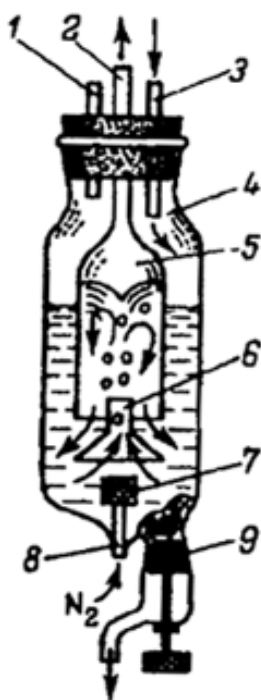
### 1.3 Кристалдану, қайта кристалдану (рекристаллизация) және заттарды сүзу

#### Кристалдану

Ерітіндідегі кристалдану процесін жүзеге асыру үшін қанықтылықты жасау керек. Оны жасау әдістеріне сәйкес кристалданудың екі негізгі әдісі бөлінеді: 1) ыстық қаныққан ерітінділерді салқындату (изогидритті кристалдану); 2) булану арқылы еріткіштің бір бөлігін алып тастау (изотермиялық кристалдану).

Көптеген заттардың ерігіштігі температураның төмендеуімен азаяды. Сондықтан ыстық ерітінділерді салқындату кезінде кристалдардың шығарылуын анықтайтын қанықтылық пайда болады. Бұл әдіс изогидритті кристалдану деп аталды, өйткені оны жүзеге асырған кезде еріткіш мөлшері (мысалы, су) тұрақты болып қалады.

Изотермиялық кристалдану дегеніміз - заттар тұрақты температурада кристалдануы. Сұйық фаза мен газ тәрізді температура арасында тепе-теңдік орнатылады. Егер ерітіндінің үстіндегі бу концентрациясын азайса, онда еріткіш буланып кетеді, ал ерітіндінің концентрациясы артса, ерітінді кристалданады. Кристалданудың бұл түрі су сіңіргіш заттардың үстіндегі эксикатордағы вакуумда пайда болуы мүмкін. Изотермиялық кристалдану ерітінділерді буландыруға мүмкіндік беретін Чернов - Ковзун зертханалық кристаллизаторында жүзеге асырылады. Еріткіш бірнеше рет буланып, конденсацияланады.



Сурет 5 – Чернов – Ковзун кристаллизаторы

Бұл қондырғыдағы заттың кристалдануы келесідей. 7-шыны бағанына (колонкасына) 8-перфорацияланған шыны стакан қайта кристалдануды қажет ететін затпен орналастырылады, ал 3-шыны бағанына еріткіш екі бағанды қосатын 6-ашық кранмен кеңейтілген бөліктің ортасына құйылады. Еріткіш екі бағанды бір деңгейге дейін толтыруы керек. Қайнаған еріткіштің буы тоңазытқыштың қабырғаларында конденсацияланады және оны ерітетін затпен стаканға түседі. Ерітінді булану бағанына ағып, сол жерде кристалдануға ұшырайды. Барлық дерлік зат 7-бағанынан 5-сүзгіге ауысқаннан кейін, барлық ерітінді түсіріліп, төменгі бөлігі 3-бағаннан сүзгі және кристалдармен шығарылады.

Ерітіндіге шығарылған тұздың ерігіштігін төмендететін зат қосылған кезде ерітіндінің қанықтылығы мен кристалдануына әкелуі мүмкін. Кристалданудың мұндай әдісі **тұздану** (высаливание) деп аталады.

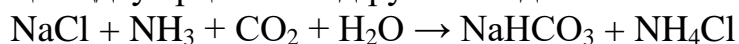
Ерітіндіге қосылған заттар әдетте кристалданған тұзбен бірдей ионға ие. Тұздау процестерінің тән мысалдары: концентрацияланған күкірт қышқылын қосқан кезде ерітінділерден темір сульфатының кристалдануы; магний хлориді немесе кальций хлоридін енгізу арқылы тұзды ерітінділерден NaCl тұздау; оның ерітінділеріне NaCl қосу арқылы сусыз натрий сульфатын алу; гидросульфидті сілтілерден барий хлориді тұзын тұздау және т. б.

Тұздайтын затты ерітіндіге қаныққан ерітінді түрінде енгізген дұрыс, өйткені қатты тұздатқыш қосылған кезде оған кристалданған тұз түсіп кетуі мүмкін, бұл тұнба еруінің баяулауына немесе тіпті тоқтауына әкеледі.

Органикалық еріткіштерді бейорганикалық тұздардың сулы ерітінділеріне енгізу кристалдану процесінің тиімділігін арттырады, бұл ерітіндіден тұз алудың жоғары дәрежесін және өнімді таза түрінде алуға мүмкіндік береді. Бұл әдістің кемшілігі органикалық еріткіштердің салыстырмалы түрде жоғары құны болып табылады, олардың қалпына келуі, яғни регенерациясы қосымша операцияларды қажет етеді (мысалы, ректификация және дистилляция) және реактивтің реакция барысында жоғалуына байланысты.

Ерітіндіден кристалды фазаның бөлінуі химиялық реакциялар нәтижесінде пайда болатын қанықтылыққа байланысты жүзеге асырылуы мүмкін. Кристалданудың мұндай химиялық әдісі аналитикалық тәжірибеде, сондай-ақ бірқатар химиялық өндірістерде қолданылады.

Кальцийленген сода өндірісінде аралық өнім (натрий бикарбонаты  $\text{NaHCO}_3$ ) сондай-ақ көміртегі қостотығының аммиак-тұзды ерітіндісімен сіңірілу кезінде болатын химиялық реакция салдарынан алынады. Бұл реакцияны жиынтық теңдеу арқылы білдіруге болады:



Алынған ерітіндіде ең аз еритін тұз натрий бикарбонаты болып табылады, ол кристалды тұнба түрінде түсіп, кальцийленген соданы алуға қызмет етеді.

Химиялық реакциялар нәтижесінде кристалды өнімдерді алудың басқа тәсілдері: сутегі хлоридімен қаныққан  $\text{NH}_4\text{Cl}$  сулы ерітінділерін газ тәріздес аммиакпен бейтараптандыру кезінде аммоний хлоридінің кристалдануы; барий тұздарының ерітінділерін (мысалы,  $\text{BaCl}_2$ ) күкірт қышқылымен немесе күкірт қышқылымен (мысалы,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) өңдеу кезінде барий сульфатының кристалдануы; барий нитратының кристалдануы барий хлориді мен аммоний нитратының қаныққан ерітінділерін араластыру кезінде және т. б.

### ***Қайта кристалдану (рекристаллизация)***

Қайта кристалдану немесе рекристаллизация - құрылымдық ақаулары аз жаңа кристаллиттердің (ошақтардың) пайда болуы және өсуі; қайта кристалдану нәтижесінде мүлдем жаңа, көбінесе эквивалентті (равноосновные) кристалдар пайда болады.

Қайта кристалдану кезінде жаңа кристаллиттердің пайда болуы, әдетте, деформацияланған дәндердің шекараларында орналасудың тығыздығы жоғары жерлерде жүреді.

Қайта кристалдану жылдамдығы температураның жоғарылауымен күрт (экспоненциалды) артады. Қайта кристаллизация әсіресе пластикалық деформацияланған материалдарда қарқынды жүреді. Бұл жағдайда рекристаллизация затты жоғарырақ термодинамикалық тұрақтылық күйіне келтіріп, үш кезеңге бөлінеді:

а) біріншілік рекристаллизация (өңдеу) - деформацияланған материалда жаңа бұрмаланбаған кристаллиттер пайда болған кезде, олар деформациямен бұрмаланған кристаллиттерді сіңіру арқылы өседі. Деформация нәтижесінде пайда болған бұрмалануы азаяды

б) ұжымдық рекристаллизация - бұрмаланбаған кристаллиттер бір-бірінің есебінен өседі, нәтижесінде оның орташа мөлшері артады;

с) екіншілік рекристаллизация - бұл ұжымдық емес, себебі өңделмеген (неискаженные) кристаллиттердің аз ғана бөлігі өсу қабілетіне ие болады. Кристаллиттер шекараларының жалпы беті азаяды

Қайта кристаллизация құрылымдық ақауларды жояды (бірінші кезекте дислокация тығыздығын бірнеше рет азайтады), кристаллиттер мөлшерін өзгертеді және олардың кристаллографиялық бағытын (құрылымын) өзгерте алады. Құрылымы мен құрылысы бастапқыдан ерекшеленуі нәтижесінде қасиеттері де сәйкесінше ерекшеленеді.

### **Сүзу**

Сүзу - бұл қатты заттарды емес, сұйықтықтардың өтуіне мүмкіндік беретін жартылай өткізгіш мембрананы қолдана отырып, қатты заттарды сұйықтықтардан немесе газдардан бөлу үшін қолданылатын процесс. "Сүзу" термині фильтрдің механикалық, биологиялық немесе физикалық болуына қарамастан қолданылады. Сүзгі арқылы өтетін сұйықтық «фильтрат» деп аталады. Сүзгі материалы қатты бөлшектерді ұстап тұратын беттік сүзгі немесе қатты бөлшектерді ұстап тұратын материал қабаты болып табылатын терең сүзгі болуы мүмкін.

Сүзу - бұл әдетте жетілмеген процесс. Кейбір сұйықтық сүзгі жағында қалады немесе сүзгі материалына батырылады, ал кейбір ұсақ бөлшектер сүзгі арқылы өтеді. Химия мен инженерияда әрдайым жиналған сұйықтық немесе қатты зат күйіндегі жоғалған өнім болады.

### **Бақылау сұрақтары:**

1. Сүзуге қолданылатын зертханалық ыдыстарды көрсетіңіз. Бұл әдіс Экстракцияда қалай іске асады?
2. Рекристаллизацияға мысал келтіріңіз.
3. Кристаллизация әдісі бойынша зертханалық жұмысты талдаңыз.

## **1.4 Кристалды тұнбаның тұну жағдайлары. Аморфты тұнбаның тұну жағдайлары**

### ***Кристалды тұнба***

Ерітіндіде тұндыру кезінде өзара байланысты екі процесс жүреді: ең кішкентай ұрық кристалдарының пайда болуы және олардың одан әрі өсуі. Егер тұнба тым жұқа болса, ол ішінара сүзгі тесіктерінен өтеді және бұл анықталған элементтің жоғалуына әкеледі. Сонымен қатар, ұсақ түйіршікті тұнба сүзгілердің тесіктерін бітеп, сүзу процесін баяулатады. Сондықтан кристалды заттарды тұндыру кезінде жеткілікті үлкен кристалдар алуға



камқорлық жасалады. Демек, мүмкіндігінше кристалдану орталықтарының санын азайтып, пайда болған кристалдардың өсуін күшейту керек. Осы мақсаттарға жету үшін келесі шарттарды сақтау қажет.

1. Ерітінді тұндырылатын қосылысқа қатысты аз қанық болуы тиіс.

2. Тұнба жетілу үшін бірнеше сағат (2-24 сағ.) тұруға қалдырылуы керек. Жетілген кезде ұсақ кристалдар ериді, олардың есебінен үлкендері өседі. Үлкен кристалдардың беті аз болғандықтан, қоспалардың тұнуы азаяды.

Кристалды тұнбаларды тұндырудың екі түрі белгілі:

I. инклюзия - жеке иондар немесе молекулалар түріндегі қоспалар барлық кристалда біркелкі (гомогенді) орналасады;

II. окклюзия - кристалдық тордың жетілмегендігіне байланысты кристалға түскен көптеген иондардың немесе қоспа молекулаларының біркелкі бөлінбеуі.

Кристалды тұнба түрінде, әдетте, өте аз еритін қосылыстар тұнбаға түседі. Мысалы,  $BaSO_4$ ,  $CaC_2O_4$ ,  $MgNH_4PO_4$  және басқалар. Индукциялық кезеңнің ұзақтығы аморфты тұнбаның индукциялық кезеңімен салыстырғанда өте үлкен.

### *Аморфты тұнба*

Көптеген заттардың аморфты тұнбалары коллоидтық күйге өту қасиетіне ие (пептизация құбылысы). Бұл жағдайда заттар сүзгіден оңай өтеді, бұл анықталған элементтің едәуір бөлігін жоғалтуға әкеледі. Сондықтан аморфты заттарды тұндыру кезінде коллоидтық жүйелердің пайда болуын болдырмау басты міндет болып табылады. Аморфты тұнбаларға темір  $Fe(OH)_3$  және алюминий гидроксидтері  $Al(OH)_3$  жатады.

Аморфты тұнбаны бірнеше минуттан артық уақытқа қалдыруға болмайды, өйткені олардың қатты тығыздалуы қоспаларды кейіннен жууды (отмывание примесей) қиындатады. Сонымен қатар, тұрған кезде аморфты шөгінділердің үлкен бетімен адсорбцияланған қоспалардың мөлшері артады.

Кесте 1 – кристалды және аморфты тұнбалардың әр түрлі әсер етуші факторлардың қатысында салыстырмалы түрдегі тұндыру жағдайлары

Әсер етуші фактор	Кристалды тұнбаны тұндыру жағдайлары	Аморфты тұнбаны тұндыру жағдайлары
Зат пен тұндырғыш ерітінділерінің концентрациясы	Зерттелетін заттың сұйылтылған ерітіндісіне тұндырғыштың сұйылтылған ерітіндісі қосылады	Зерттелетін заттың концентрацияланған ерітіндісіне тұндырғыштың концентрацияланған ерітіндісі қосылады
Тұндыру жылдамдығы	Тұндырғыштың ерітіндісі тамшылармен қосылады	Тұндырғыш ерітіндісі тез қосылады
Температура	Тұндыруды ыстық ерітінділерден (70 - 80С)	Тұндыруды ыстық ерітінділерден жүргізеді (70-80С)

	тұндырғыштың ыстық ерітіндісімен жүргізеді	
Араластыру	Тұндыру үздіксіз араластыру арқылы жүзеге асырылады	
Бөгде заттардың болуы	Ерігіштікті арттыратын заттар қосылады (әдетте күшті қышқылдар)	Электролиттер-коагулянттар қосылады
Тұндыру уақыты	"Жетілу" ("пісу") үшін жатыр ерітіндісіндегі тұнбаға ұзақ уақыт сақтау	Тұндырудан кейін бірден сүзеді

### **Бақылау сұрақтары:**

1. Инклюзия және окклюзия терминдерінің мәні қандай?
2. Кристалды тұнбаларды тұндырудың қандай түрлері белгілі?
3. Кристалды және аморфты тұнбалардың әр түрлі әсер етуші факторлардың қатысында тұндыру жағдайларын түсіндіре кетіңіз

## **1.5 Тұнбаны сүзу (фильтрлеу) және жуу**

Суда ерімейтін тұнбалар су немесе өзге де шаюға арналған сұйықтық арқылы жуылады (фильтрат тұнба қабатынан сумен ығыстырылады). Егер тұнба суда еритін болса, онда жуу үшін қышқылдар мен тұздардың ерітінділері, сондай-ақ тұнба ерітіндісінен тұратын қаныққан ерітінді қолданылады.

Құрамында қоспалары бар тұнбалар сұйылту тәсілімен жуылады: тұнба жуу сұйықтығымен жеке резервуарда араластырылады және жаңадан пайда болған суспензия қайтадан сүзіліп, жуылады. Жуу біркелкі болуы үшін тұнбадағы жарықтар тегістеледі.

Тұнбаны ығыстыру әдісін қолдана жуу сұйылту әдісімен салыстырғанда әлдеқайда қарапайым және үнемді. Жуу сұйықтығының шығынын азайту үшін үздіксіз фильтраттарда көп сатылы ағынға қарсы жуу қолданылады.

Сүзу (фильтрлеу) нәтижесінде алынатын тұнба мынадай түрлерге бөлінеді:

- ✓ Сығылатын;
- ✓ Сығылмайтын;
- ✓ Кристалдық;
- ✓ Аморфты (бөліп алу қиын);
- ✓ Коллоидты (бөліп алу қиын).

Сығылмайтын тұнба - бұл өзгермейтін бөлшектерден тұратын тұнба (әдетте кристалды).

Сығылатын тұнба - бұл әдетте аморфты болатын деформацияланатын бөлшектерден тұратын тұнба.

Тұнба түрі қысым мен сүзу жылдамдығының қатынасына әсер етеді. Сығылмайтын тұнбаларда бөлшектердің өзара орналасуы және сұйықтық ағып жатқан саңылаулар (бос тесігі) мөлшері қысымның өзгеруімен өзгермейді. Біртіндеп өсетін ауыспалы қысыммен сүзу процесін жүргізу кезінде капиллярлық каналдардың тарылуына байланысты қысымның жоғарылауымен Сығылған тұнба көлемі азаяды. Бұл құбылыс қысымның өсуіне сәйкес келмейтін сүзу жылдамдығының өзгеруіне әкеледі. Сығылған тұнбаның пайда болу процесінде қысымның жоғарылауынан артта қалған фильтрлеу жылдамдығының жоғарылауы байқалады. Бұл жағдайда қысымның одан әрі жоғарылауы қолайсыз болатын сәт пайда болуы мүмкін.

Қысымның әсерінен сүзу процесінде гетерогенді құрамы бар тұнба қысылуы мүмкін. Қатты бөлшектер неғұрлым аз болса, тұнба қабаты соғұрлым тығыз болады. Сығылу үлкен қосындылар болған кезде, олардың арасындағы саңылауларға ұсақ бөлшектер салынған кезде де артады. Бұл тіпті сүзгі бөлімінің тесіктерінің бітелуіне әкелуі мүмкін. Монодисперсті тұнба немесе салыстырмалы түрде үлкен бөлшектер сығылмайды. Іс жүзінде, әдетте, барлық тұнба белгілі бір дәрежеде сығылады.

Гравиметриялық анализде жанудан кейін қалдық жоқ бос сүзгілер қолданылады. Әдетте күлдің массасы аналитикалық таразылардың сезімталдығынан аз, яғни  $10^{-4}$  г-дан аз, сондықтан оны елемеуге болады.

Шағын кристалды тұнбаны сүзу үшін, мысалы  $BaSO_4$ , ең тығыз сүзгілер қолданылады (олар көк таспалы сүзгілер ретінде белгіленген), үлкен кристалды және аморфты тұнба үшін аз тығыз сүзгілер қолданылады (ақ немесе қара таспамен).

Ірі кристалды оңай сүзілетін тұнба тікелей сүзгіде жуылады. Ұсақ кристалды және аморфты шөгінділер сүзгіге өткізер алдында деканттау (декантация) арқылы жуылады, тұнба үстіндегі мөлдір сұйықтықты сүзгі арқылы ағызып, тұнбаны қайтадан жуу сұйықтығымен шайып, қайтадан ағызады. Декантация дегеніміз (сүзу, төгу) қатты және ұсақталған шикізаттан еритін заттарды алу үшін қолданылатын тұндырылған тұнбадан сұйықтықты ағызу. Әдетте бұл әдіс арқылы жуу қайта тұндыру кезінде қолданылады. Бастапқы тұнба сүзгіге өткізілмейді, ал деканттаумен жуғаннан кейін сүзгіде қалған тұнба массасын ескере отырып, ерітіледі және қайта тұнады.

Сүзгідегі тұнба жуу сұйықтығының кішкене бөліктерімен жуылады, өйткені бірдей мөлшерде жуу кезінде кішкене бөліктерде бірнеше рет жуу сұйықтықтың үлкен бөліктерімен жуудың аз санына қарағанда тиімді болады.

### **Бақылау сұрақтары:**

1. Сүзу (фильтрлеу) нәтижесінде алынатын тұнбаның қандай түрлерін білесіз?
2. Құрамында қоспалары бар тұнбаларды жуудың ерекшеліктері мен тәсілдері қандай?
3. Сығылмайтын және сығылатын тұнбалардың ерекшеліктерін айта кетіңіз.

## 1.6 Булау, кептіру және қыздыру

**Булау** атмосфералық қысым және 100°С дейінгі температура кезінде бұйымдарды жылу ылғалмен өңдеу

Мысалы, бетонды булау, яғни қатайтылмаған бетонды бумен өңдеу жаппай темірбетон бұйымдарын өндіруде қолданылады. Бұның жұмысы темірбетон денесін қыздыруда көрінеді, онда булану арқылы бұл дененің су жоғалуын болдырмайды. Бетонның судың жоғалуын болдырмаудың бұл ерекшелігі маңызды-бетонды қыздырудың басқа әдістері судың булануын және оның қажетті мөлшерінен бетонның жоғалуын ынталандырады.

Бұл әдетте зауыттық технология. Құрылыс жағдайында жұп алу қиын ғана емес, сонымен қатар маңызды ресурстарды бөлуді қажет ететін қауіпті бизнес, сонымен қатар бұл операция құрылыс алаңының әдеттегі технологияларына белгілі бір түзетулер енгізеді. Бумен пісірудің экономикалық негіздемесі құрылыс бюджетіне әрдайым жағымды әсер ете бермейді. Іс жүзінде бумен пісіру жиі қолданылмайды.

Жеке құрылыста және көркемөнерпаздар құрылысында бетонды булау:

Булаудың басты артықшылығы - бетонның кепілдендірілген өте тез қатаюы және сапаны жоғалтпай есептелген беріктіктің толық жиынтығы бұл әдісті әуесқой құрылыс үшін тартымды деп санауға мүмкіндік береді. Бетонды дұрыс буландыру жеке әзірлеуші үшін тиімді нәтижелерге әкеледі:

1) жылдам беріктік жиынтығы ұзақ үзіліссіз құрылыстың ұтымды қарқынына ықпал етеді

2) көптеген бетон жұмыстарын қысқы аяз басталар алдында бірден аяқтауға болады

3) егер қоспасы нормативтік және анықтамалық әдебиеттердің рецептіне сәйкес дұрыс жасалған болса, бетонның сапасына сенімді бола алады.

Булау немесе бумен пісіруді дұрыс орындау үшін сіз келесі ерекшеліктерді есте сақтауыңыз керек:

✓ Бумен өңдеу құрылымның біркелкі қызуына әкелмеуі керек  
✓ Ағаш пішінді бумен өңдеу оның ісінуіне және бетонның денесіне байқаусызда әсер етуіне әкелуі мүмкін

✓ Бетонды бумен пісіру параметрлерін анықтамалық кітаптардан алу керек, онда сіз қол жеткізуге болатын температураны, бумен пісіру уақытын және бумен пісіруді тоқтатуға болатын күшті таба аласыз.

Құрылымдарды жабық бет немесе бірдей қалыңдықтағы қабық түрінде бумен пісіру өте жақсы. Мұндай құрылымдардың мысалдары - салынған ұңғымалар, жертөлелер мен жертөлелер. Мұндай бөлмеге аз қысыммен кіретін бу мұндай құрылымның көлеміне біркелкі таралады және жылыту біркелкі болады. Бумен пісіруді бастау үшін бастапқы күш жиынтығының өрісі жақсы, бұл сізге осындай көлемде кесуге мүмкіндік береді.

Бу генераторы ретінде қарапайым бөшкелерді қолдануға болады, оның астында пешті жабдықтау немесе жай ғана от жағу қажет. Бу құбырын

диаметрі кемінде 30-50 мм болатын резеңке арматураланған шлангтан жасауға болады. бөшкенің жоғарғы бөлігінде су құю үшін диаметрі шамамен 50 мм болатын қосымша тесік жасау керек. Мұндай тесікті қорғаныс клапанының рөлін атқаратын қалың емес болат табақпен жабуға болады. Бу генераторының толық тығыздығына жетудің қажеті жоқ-мұндай қолмен жұмыс істейтін қазандық әлі де қауіп көзі болып табылады.

**Кептіру** (кұрғату) әдетте сұйық, қатты немесе газ тәрізді заттан суды немесе еріткіш қалдықтарын алып тастау деп түсініледі.

Кептіруді заттарды бөлу және тазарту үшін (булану, мұздату, экстракция, азеотропты айдау, айдау, сублимация және т.б.), сондай-ақ құрғататын реагенттердің көмегімен физикалық әдістермен жүргізуге болады.

Кептіру әдісін таңдағанда, заттың агрегаттық күйін, оның химиялық қасиеттерін, кептіру кезінде алынып тасталуы керек судың немесе басқа заттың құрамын және қажетті кептіру дәрежесін ескеру қажет.

#### *Құрғататын заттар*

Химиялық құрғататын реагенттерді суды үш негізгі топқа байланыстыру тәсілдеріне қарай бөлуге болады.

1. Сумен гидраттар түзетін заттар. Бұл сусыз тұздар ( $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) немесе сумен жанасқанда тұрақты жоғары гидраттарға ( $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) өтетін төменгі гидраттар.

2. Химиялық реакция нәтижесінде суды сіңіретін заттар, мысалы, кейбір металдар (Na, Ca) және оксидтер ( $\text{P}_4\text{O}_{10}$ , CaO).

3. Физикалық адсорбция арқылы суды сіңіретін заттар, мысалы, белсенді алюминий оксиді, силикагель, цеолит.

#### *Құрғатқыш келесі негізгі талаптарды қанағаттандыруы тиіс:*

1. кептірілетін органикалық затпен химиялық өзара әрекеттеспеуі тиіс;
2. каталитикалық түрде өздігінен тотығуға, полимерленуге және кептірілген қосылыстардың конденсациясына ықпал етпеуі тиіс;
3. органикалық сұйықтықта айтарлықтай ерімеуі тиіс;
4. тез және тиімді кептіру керек;
5. қол жетімді болуы керек.

Ең тиімді құрғататын заттар - фосфор ангидридi, натрий, калий гидроксидi, натрий гидроксидi, күкірт қышқылы.

Кептіруге болатын сұйықтық түбі жалпақ колбаға, бөтелкеге құйылып, құрғататын зат қосылады. Егер кептіру процесінде газ тәрізді заттар шығарылмаса, онда ыдыстың жоғарғы жағы тығынмен немесе хлоркальций түтігі бар тығынмен жабылады. Уақыт өткен сайын ыдысты шайқайды. Кептіру бірнеше сағат немесе күнге созылады. Кейбір жағдайларда кептіруді тездету үшін құрғатылған сұйықтық түбі дөңгелек колбада құрғатылған затпен қыздырылады. Ешқандай жағымсыз реакциялар болмауы керек. Кептіру аяқталғаннан кейін сұйықтық сүзіледі немесе деканттау арқылы ағызылады.

### *Сұйықтықтар мен ерітінділерді кептіру*

Салыстырмалы түрде көп мөлшерде су бар сұйықтықтар екі кезеңде кептіріледі: алдымен физикалық әдістермен, содан кейін химиялық құрғататын реагенттер мен адсорбенттердің көмегімен кептіріледі.

Құрамында суы бар кейбір органикалық сұйықтықтарды тұздау арқылы алдын - ала құрғатуға болады-оларға органикалық еріткіште ерімейтін, бірақ суда еритін электролит қосылады. Сұйықтық екі қабатқа бөлінеді. Су қабаты болуы мүмкін бөлек, ал органикалық - доосушен және тазартылды дистилляцияй. Тұздау жүргізілетін зат қатты немесе концентрацияланған сулы ерітінді түрінде қосылуы мүмкін; мысалы, NaCl көмегімен судың көп бөлігін метилэтилкетон сулы ерітіндісінен алуға болады.

Сумен бөлек қайнайтын (азеотропты) қоспалар түзбейтін сұйықтықтарды тиімді колонкада фракциялық айдау арқылы жиі құрғатуға болады. Сәтті ағызудың шарты-құрғатылған Сұйықтық пен судың қайнау температурасының айтарлықтай үлкен айырмашылығы. Бұл әдіс, мысалы, құрғақ метил спиртіні алуға болады, оны құрғатуға химиялық құрғатқыштар (кальций металы, алюминий амальгамы) және са цеолиті арқылы қол жеткізіледі.

Егер құрғатылған зат суды өте нашар еритсе, бірақ онымен екі немесе үш есе азеотропты қоспалар түзсе, оны сумен бірге кішкене бөлігін алып тастау арқылы құрғатуға болады. Екілік қоспа шығарылғанға дейін дистиллят бұлтты болып қалады.

Азеотропты дистилляциямен бірге ағызуды экстракция әдісімен жүргізуге болады. Құрғатылған сұйықтыққа су қабаты бөлінетін етіп сумен араластырылмайтын органикалық еріткіштің мөлшері қосылады, содан кейін органикалық еріткіш ерітіндісінен қалған су азеотропты айдау арқылы алынады.

Органикалық сұйықтықтарды ағызуды көбінесе құрғататын реагентпен тікелей байланыста болады. Сумен концентрацияланған ерітінділерді ( $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , KOH) түзетін кептіргішті кептірілетін затқа бөліп қосады, ал судағы құрғататын реагенттің түзілетін ерітіндісін бөлгіш воронкада бөледі. Кептіру аяқталғаннан кейін сұйықтық қатты құрғататын реагенттен сүзгілеу арқылы бөлінеді.

Термиялық тұрақсыз заттардың сулы ерітінділері жағдайында лиофильді кептіру қолданылады. Леофильді кептіру принципі өте қарапайым. Су ерітіндісі жұқа қабатта толығымен мұздатылады және 1,33-266 Па. Бұл қысым кезінде су тез буланып кетеді (сублимация) және мұздатылған ерітінді біртіндеп салқындатылады. Шығарылатын су буы салқындатылған тұзақтарда немесе адсорбенттердің көмегімен ұсталады. Леофильді кептіру көбіктенумен бірге жүрмейді, ерігіштігі жоғары ұсақ кристалды өнімнің пайда болуына әкеледі, өнімді ауа оттегінің тотығу әсерінен қорғайды және құрғатылған заттардың биологиялық белсенділігін сақтайды.

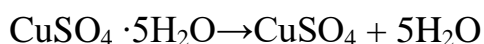
Органикалық сұйықтықтарды кептіру үшін адсорбенттер - алюмогель және цеолиттер кеңінен қолданылады. Сумен бірге адсорбенттер басқа да

көптеген ластануларды сіңіреді. Мысалы, полярлы заттарды ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  және т.б.) полярлы емес сұйықтықтардан селективті сіңіру үшін қолданыла алады. NaA цеолиті мұнайдың әртүрлі фракцияларын және көптеген мұнай-химия синтезінің өнімдерін терең кептіру үшін қолданылады.

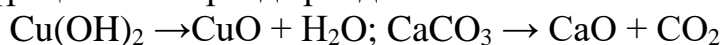
### **Қыздыру**

Қатты заттарды жоғары температураға дейін ( $400^\circ\text{C}$ -тан жоғары) қыздыру операциясы «қыздыру» (прокаливание) деп аталады.

Қыздыру - заттың химиялық құрамын өзгерту мақсатында оны қыздыру. Қыздыру ауада және инертті газ атмосферасында жүргізілуі мүмкін. Ауада қыздырған кезде кристалл гидраттар кристалдану суын жоғалтады, мысалы



термиялық тұрақсыз заттар ыдырайды:



Қыздырудың өзге де мақсаттары болуы мүмкін: а) ұшқыш қоспалардан босату; б) тұрақты массаға қол жеткізу; в) жоғары температурада жүретін реакцияларды жүргізу; г) органикалық заттарды алдын ала жаққаннан кейінгі күлдену (озоление).

Жоғары температураға дейін қыздыру пештерінде (муфель немесе тигель) жүзеге асырылады. Көбінесе зертханаларда дегидратация үшін  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  және т.б. сияқты заттарды қыздыруға тура келеді. Бұл әдетте газ плиткаларында затты болат табаларға орналастыру арқылы жүзеге асырылады.

### **Тапсырма:**

1. Құрғатқыштың қанағаттандыруы тиіс талаптарға сай схема жасаңыз
2. Органикалық сұйықтықтарды кептіру үшін қолданатын адсорбенттер бойынша жіктеңіз
3. Өндірісте қыздыру процесінің қолданылуына мысал келтіріңіз.

## **1.7 Араластыру**

**Араластыру** - бұл біртекті қоспаларды алу және (немесе) химиялық жабдықта жылу мен масса алмасуды күшейту әдісі. Араластыру жүйенің фазалары арасындағы байланысты жақсартады, олардың өзара диффузиясын жеңілдетеді, осылайша реакция жылдамдығын арттырады. Араластыру масса және жылу алмасу процестерін күшейту үшін қолданылады. Қатты заттардың сұйықтықтармен, екі араласпайтын сұйықтықпен немесе сұйықтықпен және газбен реакциясы кезінде араластыру реакцияны тездетіп қана қоймайды, кейде оны жүзеге асыру мүмкіндігін анықтайды.

Араластыру көбінесе біртекті ортада қажет, өйткені реактивтердің бірі біртіндеп қосылады, өйткені бұл жергілікті қызып кетуден және концентрацияның жоғарылауынан сақтайды.

Араластыру қолмен және механикалық түрде (қозғалмайтын реакциялық ыдыстың ішіне орналастырылатын құрылғының көмегімен немесе бүкіл ыдысты мезгіл-мезгіл шайқау арқылы) жүргізіледі. Егер процесс барысында реакциялық ыдысқа қатты немесе сұйық заттарды қосу талап етілмесе және егер процесс газдар мен булардың айтарлықтай бөлінбестен жүрсе, сондай-ақ Араластырғыштарды конструктивті себептер бойынша қолдану қиын болған кезде шайқау арқылы араластыру қолданылады.

Араластыру әдісі мен оны жүзеге асыратын жабдықты таңдау, ең алдымен, араластырылатын материалдардың агрегаттық күйіне байланысты.

Араластыру түрлері:

*Пневматикалық* араластыру сығылған газды (әдетте ауаны) араластырылатын сұйықтық қабаты арқылы өткізу арқылы жүзеге асырылады. Газ тарату торлары, кеуекті пленкалар, құбырлар, көпіршіктер немесе эрлифттер аппараттарда араластырғыш құрылғылар ретінде қолданылады. Көпіршік-бұл сығылған ауа өтетін сақинаға немесе спиральға оралған тесіктері бар құбыр (немесе олардың жүйесі). Сығылған газдың көпіршіктері сұйықтық арқылы біркелкі көтеріліп, оны араластырады.

*Циркуляциялық* араластыру "аппарат (араластырғыш) – циркуляциялық сорғы – аппарат (араластырғыш)" жүйесі арқылы сұйықтықты бірнеше рет айдау арқылы жүргізіледі. Араластыру қарқындылығы айналымның көптігімен, яғни айналым сорғысының уақыт бірлігіне берілуінің аппараттағы сұйықтық көлеміне қатынасымен қамтамасыз етіледі.

*Статикалық* араластыру төмен тұтқыр сұйықтықтар үшін, сондай-ақ сұйықтықпен газ үшін қолданылады; статикалық араластырғыштарда сұйықтықтардың немесе газдардың кинетикалық энергиясы арқылы жүзеге асырылады. Статикалық араластырғыштарға әртүрлі бұралған тот баспайтын болаттан жасалған элементтердің кірістіріледі. Сұйықтықтың тұтқырлығы жоғарылаған сайын пластиналардың саны да артады. Бұл араластырғыштар газ бен сұйықтыққа қолданылады.

Ағындар диафрагмаларда бөлгіштердегі және жартылай қайта қалпына келтірілген тесіктермен араластырылуы мүмкін. *Ағынды* араластыру көп энергияны қажет етеді және компоненттердің өзара ерігіштігі мен тұтқырлығы төмен болған жағдайда қолданылады.

*Механикалық* араластыру "сұйық– сұйық", "газ – сұйық" және "газ – сұйық – қатты" жүйелеріндегі гидромеханикалық процестерді (диспергирлеу), жылу және масса алмасу, биохимиялық процестерді күшейту үшін қолданылады. Ол әртүрлі типтегі араластырғыштардың көмегімен жүзеге асырылады: пышақ, жақтау, якорь, парақ, бұрандалы пропеллер, турбина, арнайы (борпылдақ және пластикалық массалар үшін). Әуе көтергіші (ауа көтергіші) аппараттың төменгі бөлігіне кіретін және тығыздығы судың тығыздығынан аз ауа–су қоспасын құрайтын сығылған газдың әсерінен әрекет



етеді. Орталық құбыр арқылы қозғалатын ауа көпіршіктері қысымның төмендеуіне байланысты кеңейеді, ал ауа–су қоспасының жылдамдығы артады. Бұл жағдайда сусымалы материалдың сумен қоспасы қажетті биіктікке көтеріліп, аппараттан шығарылады.

### **Тапсырма:**

Араластыру түрлері тақырыбы бойынша қысқа бейнероликті қамтитын презентациялық жұмыс жасаңыз.

## **1.8 Жылу алмасу (жылыту және конденсация)**

**Жылыту** дегеніміз - оларға жылу беру арқылы материалдардың температурасын көтеру процесі. Азық-түлік технологиясында қыздырудың кең таралған әдістері-ыстық сумен немесе су буымен, жану газдарымен және электр тогымен қаныққан басқа сұйық салқындатқыштармен жылыту.

Жылытудың түрлері:

✓ 100<sup>0</sup>С-тан төмен температурада тамақ өнімдерінің температурасын көтеру және пастерлеу үшін *сумен* жылыту қолданылады.

✓ Сулы *қаныққан бумен* жылыту келесі артықшылықтарымен түсіндіріледі: су буының конденсациясы кезінде пайда болатын жылудың көп мөлшері (2024-2264 кДж 1 кг конденсацияланған буға абсолютті қысым кезінде сәйкесінше 0,1-1,0 МПа); конденсациялайтын будан қабырғаға жылу берудің жоғары коэффициенті-кДж/(м<sup>2</sup>\*сағ\*К); жылытудың біркелкілігі.

✓ Арнайы пештерде қатты, сұйық немесе газ тәрізді отынды жағу кезінде пайда болған жану *газдарымен* жылыту, мысалы, кептіргіштерді жылыту үшін қолданылады. От жағу газдарымен жылытудың кемшіліктері: 60-120 кДж/(м<sup>2</sup>\*сағ\*К) тең жылу беру коэффициентінің төмендігі, температураның айтарлықтай өзгеруі және біркелкі емес қыздыру; температураны реттеудің күрделілігі; аппараттар қабырғаларының тотығуы, сондай-ақ жанудың зиянды өнімдерінің болуы, бұл жану газдарын олармен тікелей жанасқанда тамақ өнімдерін қыздыру үшін қолдануға жол бермейді.

✓ *Электр тогымен* қыздыру тікелей және жанама әсер ететін кедергі электр пештерінде жүзеге асырылады. Тікелей әрекет ететін пештерде электр тогы өткен кезде дене қызады. Жоғары жиілікті токтармен қыздыру диэлектрикке айнымалы электр тогының әсерінен диэлектрик молекулалары тербелмелі қозғалысқа келеді, ал энергияның бір бөлігі диэлектрик молекулалары арасындағы үйкелісті жеңуге жұмсалады және денені жылыту арқылы жылуға айналады. Шығарылатын жылу мөлшері кернеудің квадратына және ток жиілігіне пропорционал. Әдетте 1\*10<sup>6</sup> Гц ток жиілігі қолданылады.

✓ *Булану* - оған жылу беру арқылы сұйықтықты буға айналдыру процесі. Сұйықтықтардың ең тиімді булануы қайнаған кезде пайда болады. Азық-түлік технологиясындағы булану суды салқындату және тұзсыздандыру, кант сияқты ерітінділерді шоғырландыру және сұйық қоспаларды бөлу үшін

қолданылады. Булану буландырғыштарда жүреді. Суды тұщыландыру үшін қолданылатын құрылғылар тұщыландырғыштар деп аталады, ерітінділердің концентрациясын арттыру үшін буландырғыштар деп аталады.

**Конденсация** - заттың бу немесе газ тәрізді күйден одан жылуды кетіру арқылы сұйық күйге ауысуы. Конденсация конденсаторларда жүреді. Конденсация процестері әртүрлі заттарды байыту үшін тамақ технологиясында кеңінен қолданылады. Конденсацияны жылуды конденсацияланған заттардан қабырғаға бөлінген салқындатқыш салқындатқыштың көмегімен немесе конденсацияланған буларды салқындатқыш салқындатқышпен — сумен тікелей араластыру арқылы жүргізуге болады. Бірінші жағдайда беттік конденсация орын алады, екіншісінде — араластыру арқылы конденсация.

**Беттік** конденсация беттік конденсаторлар деп аталатын жылу алмастырғыштарда жүзеге асырылады.

Салқындатқыштарды *араластыру* кезінде конденсация дымқыл және құрғақ конденсаторларда жүзеге асырылады.

Бұлғалды конденсаторларда салқындатқыш су, конденсат және конденсацияланбаған газдар, мысалы, ауа конденсатордың төменгі бөлігінен дымқыл ауа сорғысын қолданып шығарылады.

### **Тапсырма:**

1. Жылу мен конденсацияның байланысын көрсететін химиялық реакцияны жазыңыз.

2. Салқындатқыштарды *араластыру* кезінде конденсация қандай конденсаторларда жүзеге асырылады? Не себепті?

## **1.9 Жылыту. Салқындату**

Жылу процестері деп жылуды беру немесе оны қабылдап алу арқылы жүретін технологиялық процестерді айтады. Жылу процестеріне қыздыру, салқындату, конденсациялау, булану және т.б. процестер жатады.

Жылыту – жабық жайларда нормаланатын температураны ұстап тұру процесі.

Жылу процестерінде температурасы әр түрлі ең кемінде екі орта өзара әрекеттеседі. Бұл процестер кезінде жылу бір заттан екінші затқа беріледі. Жылу беру процессіне қатысатын заттар жылу тасымалдағыштар деп аталады. Температурасы жоғары, жылу бөліп, оны температурасы төмен заттарға беретін заттар ыстық жылу тасымалдағыштар деп, ал температурасы төмен, осы жылуды қабылдап алатын заттар салқын жылу тасымалдағыштар деп аталады. Жылу процестерін жылу тасымалдағыштарды жанастыру арқылы немесе оларды бөліп тұратын қабырға арқылы жылуды өткізу жолдарымен жүргізуге болады.

Қыздыру - жылу беру арқылы еңделетін материалдардың температурасын көтеру.

**Салқындату** - өңделетін материалдардан жылуды бөліп алу арқылы оның температурасын төмендету. Салқындату әрқашан жылуды Жоғары температуралы денеден төмен температуралы денеге өткізумен байланысты. Жасанды суықты алу әдістері қажетті салқындату температурасына сәйкес жіктеледі. Шартты түрде орташа салқындату (температура диапазоны +20-дан -100 °С-қа дейін) және терең салқындату (температура -100 °С-тан төмен) бөлінеді. Өнеркәсіпте конвекция, радиация және фазалық конверсия кезінде жылу алмасу нәтижесінде жылу беру арқылы жүзеге асырылатын салқындату әдістері жиі кездеседі. Әлемдік тәжірибеде ауаны салқындату әдістері жиі кездеседі (қысым айырмашылығы кезінде пайда болатын мәжбүрлі ағын). Салқындатқыш - бұл әртүрлі жылдамдықпен қозғалатын ауа.

Салқындату процесі криоскопиялық температурасына дейін жеткізбей суыту. Криоскопиялық температура дегеніміз өнімде мұз кристалдарының пайда болуына 0 °С-ке дейінгі температура.

### **Тапсырма:**

1. Оқу зертханасында жылыту немесе қыздыру үшін қолданатын келесі тәсілдердің ерекшеліктерін атап өтіп, артықшылықтары мен кемшіліктерін көрсетіңіз: плиткада, су моншасында және топырақ моншасында.

## **1.10 Температураны өлшеу және реттеу**

Синтезді жүргізу кезінде процестің жылу режимін реттеу қажет. Реакциялық массаның температурасын бақылау үшін термометрлер әдетте қолданылады. Зертханалық жағдайда ең көп қолданылатын сынап термометрлері -39 °С-тан төмен емес (сынаптың кристалдану температурасы) және 350 °С-тан жоғары емес ( $T_{\text{қайнау}} = 357^{\circ}$ ) Температураны өлшеуге арналған. -70-ден +70 °С-қа дейінгі диапазонда этанолмен толтырылған термометрлер қолданылады. Алкоголь әйнек сияқты сыну көрсеткішіне ие болғандықтан, сұйықтық қызыл немесе көк түске боялады. 350 °С-тан жоғары температураны өлшеу үшін әдетте қарсылық термометрлері немесе биметалл қолданылады, бірақ мұндай қатты қыздыру органикалық синтезде сирек кездеседі, сондықтан біз жоғары температураны анықтау принциптерін егжей-тегжейлі қарастырмаймыз.

Ұзақ уақыт бойы тұрақты температурада реакциялық массаны сақтау қажет. Жылыту моншасына жылу беруді шектеу, жылытқышты реостат немесе трансформатор арқылы қосу арқылы қалаған режимді сақтауға болады. Алайда, арнайы контактілі термометрлерді қолдану арқылы температураны реттеу айтарлықтай жеңілдейді. Жылытқыш пен байланыс термометрі термостатқа қосылған. Моншада қажетті температураға жеткенде, реле жылуды өшіреді, ал салқындаған кезде жылытқыш қайтадан қосылады.

Төмен температураны реттеу әдетте күрделі мәселе болып көрінеді. Экзотермиялық реакциялар кезінде ғана реагенттерді қосу жылдамдығын

реттеуге болады. Бұл жағдайда жылытқыштың ролін химиялық реакцияның өзі атқарады.

Температураны өлшеу тек екі дененің қызуын салыстыру арқылы мүмкін болады, ал біреуінің жылу дәрежесі белгілі деп саналады.

Қазіргі уақытта екі температура шкаласы қолданылады; термодинамикалық және халықаралық практикалық, 1971 жылдың 1 қаңтарынан бастап міндетті түрде енгізілген, Кельвин термодинамикалық шкаласында бастапқы сілтеме нүктесі абсолютті нөл нүктесі болып табылады (мұздың еру нүктесінен  $273,16^\circ$  төмен орналасқан нүкте -  $0,01^\circ\text{C}$ ).

Бұл масштабтағы жалғыз эксперименттік нүкте-судың үш фазасы, онда судың барлық үш фазасы (қатты, сұйық және газ тәрізді) тепе-теңдікте болады және ол үшін  $273,16$  к сандық мәні орнатылады.

Термодинамикалық шкаланың негізінде практикалық мақсаттар үшін халықаралық практикалық температура шкаласы белгіленген. Бұл шкала термометрлер мен термопараларды калибрлеуге қызмет ететін 11 тұрақты (реперлік) температура нүктелеріне негізделген.

Термодинамикалық және халықаралық мектеп бойынша температура шкаладағы сілтеменің басталуына байланысты Кельвинде (K) де, Цельсий градусында да ( $^\circ\text{C}$ ) көрсетілуі мүмкін. Кельвинде көрсетілген абсолютті T температурасы мен Цельсий градусында көрсетілген t температурасы арасындағы қатынас:  $T=t+273,15$ .

Температура термометрлермен өлшенеді. Жұмыс принципі бойынша термометрлер ГОСТ 13417-76 сәйкес келесі топтарға бөлінеді: дилатометриялық, манометрлік, электрлік (термоэлектрлік және кедергі термометрлері), пирометрлер-радиациялық термометрлер.

Температураны өлшеу әдістеріне сәйкес құрылғыларды екі топқа бөлуге болады: контактілі және контактісіз (пирометрлер).

Соңғы жылдары контактілі әдіспен қыздырылған денелер бетінің температурасын шамамен өлшеуге арналған құралдардың тағы бір тобы анықталды - температура өзгерген кезде түсін өзгертетін термохимиялық заттар.

Көбінесе химиялық зертханаларда сұйық кеңейту термометрлері қолданылады.  $-35$ -тен  $+350^\circ\text{C}$ -қа дейінгі температураны өлшеу үшін сынап термометрлері қолданылады; 2-7 МПа (газбен толтырылған термометрлер) қысыммен азотпен толтырылған кварц шыны сынап термометрлерінің көмегімен сіз  $650^\circ\text{C}$  дейін температураны өлшейді.  $-30^\circ\text{C}$ -тан төмен температураны өлшеу үшін этил спиртімен ( $+65$ -тен  $-70^\circ\text{C}$ -қа дейін), толуолмен ( $+90$ -дан  $-90^\circ\text{C}$ -қа дейін), мұнай эфирімен немесе пентанмен ( $+20$ -дан  $-190^\circ\text{C}$ -қа дейін) толтырылған сұйық нертутты термометрлер қолданылады. Олар көбінесе "минустық" деп аталады.

Жұмыс сұйықтығын таңдау өлшенетін температура диапазонымен анықталады. Термометрлік сұйықтықтардың жоғары бу қысымын ескере отырып, термометрлердің капиллярлары қысыммен азотпен толтырылады. Мұндай термометрлермен температураны анықтау сынапқа қарағанда көп

уақытты қажет ететінін есте ұстаған жөн, өйткені бұл сұйықтықтар сынапқа қарағанда әлдеқайда төмен жылу өткізгіштік пен тұтқырлыққа ие. Сынапты сұйықтықтар емес, сынаптан айырмашылығы, әйнектің бетін сулайды, термометрлерді тек баяу салқындатуға болады, алдымен допты батыруға болады, әйтпесе айтарлықтай қателік болуы мүмкін. Орташа төмен температурада өлшеу дәлдігі  $\pm 0,5-1^\circ\text{C}$  құрайды.

## **Тапсырма:**

### **1.11 Тұздау (высаливание)**

*Тұздау* - бұл ерігіштігі жоғары басқа затты (көбінесе тұзды) қосу арқылы оның ерітіндісінен заттың бөлінуі. Тұздау сабын, бояғыштар және басқа да көптеген өнімдерді өндіруде қолданылады.

Тұзданудың екі жағдайы бар:

1) электролиттерді электролиттермен тұздау. Бұл жағдайда тұздану үшін электролит тұздалатын зат сияқты бірдей ионмен қолданылады. Сонымен, NaCl натрий хлоридін сулы ерітіндіден  $\text{MgCl}_2$  магний хлоридімен ығыстыруға болады. Мұнда сандық бағалау ерігіштік өнімі бойынша жасалады.

2) электролиттерді бейэлектролиттермен тұздау. Екінші жағдайда, тұздалатын зат еріткішті байланыстырады, бұл тұздалатын зат үшін еріткіш мөлшерін азайтады. Тұздау аналитикалық химия мен химиялық өндірістерде қолданылады (сабынды тұздау, бояғыштарды тұздау және т.б.; радиохимияда барий мен радий хлориді,  $\text{BaCl}_2$  және  $\text{RaCl}_2$  ерітінділерінен тұз қышқылын HCl қосып тұздайды).

#### *Тұздану кристалдану әдісі ретінде*

Концентрацияланған су ерітіндісіне органикалық еріткіштің тұзын қосқанда, онымен араласады, бірақ ерітіндідегі тұзды аздап ерітсе, ерітіндінің қанықтылығы және тұздың бөлінуі байқалады. Тұзсыздандырғыш ретінде органикалық еріткіштер ғана емес, сонымен бірге ерітілген тұзы бар жалпы анионы бар қышқылдар да қолданылады. Органикалық ерітінділердегі ерітінділерінен органикалық заттардың кристалдануы су сияқты тұзсыздандырғышты тудыруы мүмкін. Еріткішпен қышқыл түзетін газдарды тұзсыздандырғыш ретінде қолдану жағдайлары белгілі.

Тұздардың суда ерігіштігі жоғары болған және изогидрлік және изотермиялық кристалдану кезінде кристалдардың шығымдылығы төмен болған жағдайларда тұзсыздандырғыштарды қолдану негізделген.

Тұзсыздандырғыштарды қолданған кезде кристаллизатор араластырғышы бар қарапайым химиялық стақан бола алады, оған тұздың концентрацияланған сулы ерітіндісі мен органикалық еріткіш бір уақытта немесе дәйекті түрде енгізіледі. Кристалдардың өнімділігін арттыру үшін стақан қосымша салқындатылады. Егер тұзсыздандырғыш еріткішпен кептіру қасиеттері бар қышқыл түзетін газ болса, онда көпіршік түріндегі кристаллизатор қолданылады. Шығарылған өнімнің тазалығы маңызды рөл

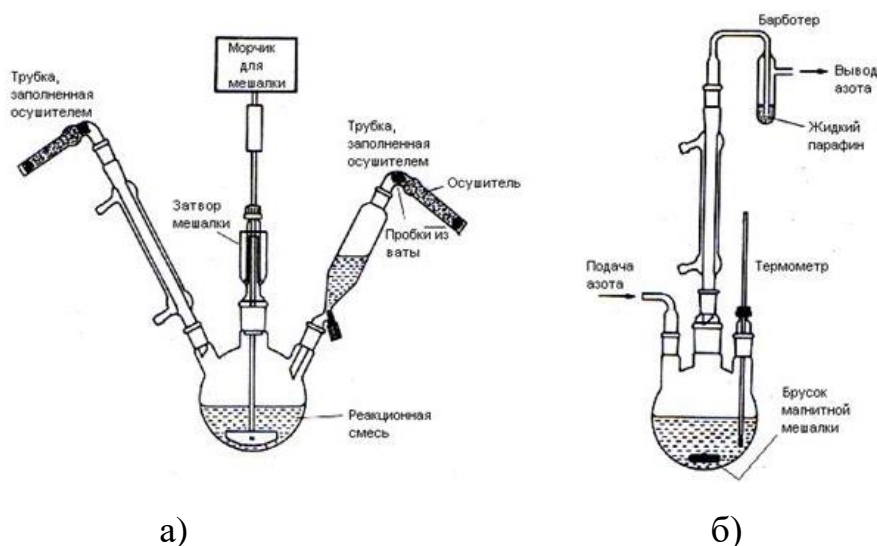
атқармаса, тұздау заттың қыздырылған орталықтандырылған ерітіндісіне тұздану ерітіндісін қосу арқылы жүзеге асырылады-атап айтқанда, олардың Сулы ерітінділерінің кейбір органикалық заттарын шығару үшін натрий хлоридінің NaCl концентрацияланған сулы ерітіндісі қолданылады. Бұл зат тұзсыздандырғыш ретінде таңдалады, өйткені оның ерігіштігі температураға аз тәуелді және оның кристаллизатормен бірге тұндырылуынан қорқуға болмайды.

### Тапсырма:

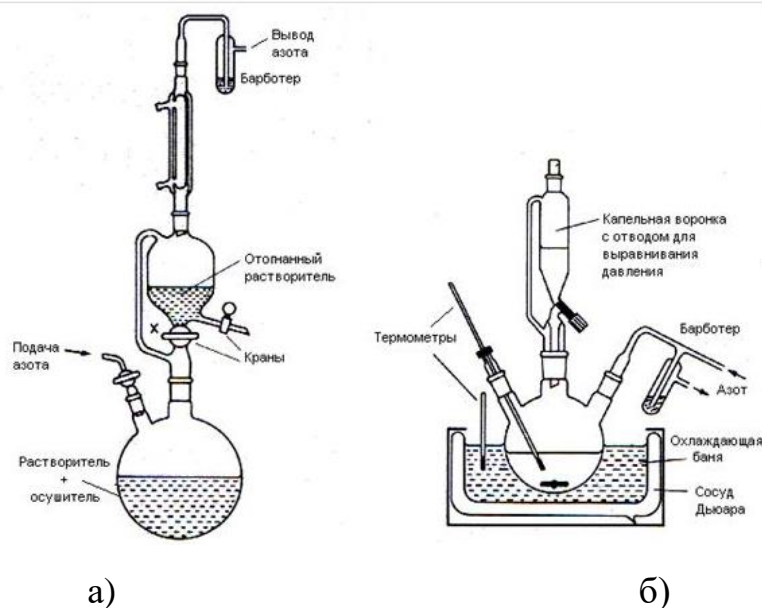
Тұзданудың екі жағдайының қолданылуына байланысты мысалдарды тірек сызба ретінде жазыңыз.

### 1.12 Сусыз ортадағы және инертті атмосферадағы реакциялар. Сұйықтықтарды кептіру

Көптеген органикалық реагенттер, аралық қосылыстар мен еріткіштер сумен және (немесе) ауадағы оттегімен немесе көмірқышқыл газымен оңай әрекеттеседі. Бұл көбінесе сусыз жағдайларда және ауа оттегіне қол жеткізусіз синтездерді қажет етеді. Мұндай синтездерге арналған еріткіштер арнайы қосымша тазартуға ұшырайды ("абсолютті"), тазарту әдістерін химиялық әдебиеттерден оңай табуға болады. Сусыз жағдайларда және азот атмосферасында синтездер жүргізуге арналған құрылғылардың мысалдары.



а) сусыз атмосферада синтез жүргізуге арналған аспап  
б) азот атмосферасында синтез жүргізуге арналған аспап



а) абсолютті еріткіш алуға арналған аспап  
 б) төмен температураларда синтез жүргізуге арналған аспап

*Реакция өнімдерін бөлу (оқшаулау) және тазарту*

Дайындық органикалық реакциялары сирек бастапқы қосылыстардың соңғы өнімге толық айналуына әкеледі. Жақсы синтетикалық техникада теориялық мүмкін болатын өнімнің 70-80%–ын күтуге болады. Мақсатты органикалық өнімнен, бейорганикалық өнімдерден, катализатордан, еріткіштен басқа реакция қоспасында әрдайым реакцияның жанама өнімдері болып табылатын басқа органикалық заттар болады. Кейбір жағдайларда көбінесе сары немесе қоңыр түске боялған полимерлі қоспалар пайда болады. Осылайша, реакция нәтижесінде алынған қоспасы өте күрделі және мақсатты өнімнен басқа, бейорганикалық заттар мен еріткіштер мыналарды қамтуы мүмкін:

- бастапқы заттардың қалдықтары,
- реакцияның жанама өнімдерінің қоспалары,
- полимерлі (шайырлы) заттардың қоспалары.

Химиялық эксперименттің соңғы кезеңінің мақсаты - ең жоғары шығымдылығы бар және мүмкіндігінше таза күйінде негізгі өнімді оқшаулау. Көп жағдайда өнімді оқшаулау үшін күрделі операцияларды қолдану қажет. Бейорганикалық заттар мен еріткішті алып тастаудан тұратын бастапқы тазарту әдетте реакциялық қоспаны "өңдеу" деп аталады, нәтижесінде органикалық өнім "шикі" ("техникалық") алынады. Еріткіш дистилляция арқылы алынады, бейорганикалық заттар сүзіледі немесе сулы ерітінді түрінде бөлінеді, ал экстракция жиі қолданылады. Әрі қарай, шикі өнім келесі әдістерді қолдана отырып тазартылады:

- кристалдану,
- айдау,

- хроматография.

### *Сұйықтарды сүзу*

Органикалық заттағы қажетсіз қоспалардың бірі - су. Дистилляциядан бұрын органикалық қосылыстардың ерітінділері дегидратацияға (кептіруге) ұшырайды, өйткені қыздырылған кезде судың болуы тазартылған заттардың ыдырауына, сондай-ақ негізгі заттың жоғалуына байланысты жаңа фракциялардың пайда болуына әкелуі мүмкін. Сұйықтықтарды кептіру үшін химиялық әрекеттесу немесе кристалл гидраттарының пайда болуы нәтижесінде суды тиімді байланыстыратын бейорганикалық кептіргіштер қолданылады. Құрғатқыш тез және тиімді әрекет етуі және органикалық сұйықтықтарда ерімеуі керек, кептірілген затпен өзара әрекеттеспеуі керек.

Кептіргіштер су қоспасын кетірудің әмбебаптығы мен тиімділігімен ерекшеленеді. Кестеде әртүрлі кептіргіштердің қолданылуы туралы ақпарат берілген. Ең әмбебап - кальций хлориді  $\text{CaCl}_2$ , натрий сульфаты  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , магний сульфаты  $\text{MgSO}_4$ , балқытылған немесе жаңадан қыздырылған түйіршіктер түрінде қолданылады.

Кептірілген сұйықтық деканттау арқылы ағызылады немесе құрғақ дистилляциялық колбаға бүктелген сүзгі арқылы сүзіледі және тазартылады. Егер құрғатқыш сүзілмеген болса, онда қыздырылған кезде судың көп бөлігі дистиллятта қайтадан пайда болады.

Экстракция жүргізілген еріткіш сумен азеотропты қоспаларды (мысалы, бензол, толуол, көміртек тетрагидрид) түзген жағдайларда сорғыштарды Мұқият алдын ала кептіруді жүргізбеу керек, өйткені қалдық су азеотропты қоспа түрінде еріткіштің бірінші порцияларымен айдалады.

#### **Бақылау сұрақтары:**

1. Көптеген органикалық реагенттер, аралық қосылыстар мен еріткіштер оңай әрекеттесетін заттар?
2. Реакция нәтижесінде алынған қоспасы өте күрделі және мақсатты өнімнен басқа, бейорганикалық заттар мен еріткіштер қандай заттарды қамтуы мүмкін?
3. Шикі өнім қандай негізгі әдістерді қолдана отырып тазартылады?
4. Дистилляциядан бұрын органикалық қосылыстардың ерітінділері дегидратацияға (кептіруге) ұшырауының себебі?

### **1.13 Реакциялық массадан қатты заттардың бөлінуі**

Реакциялық қоспадан қатты заттарды шығару кезінде екі жағдайдың бірі орын алады:

1. Өнім сұйық фазада ерімейді (немесе аз ериді).
2. Өнім сұйықтықта ериді.



Бірінші жағдай қарапайым болып көрінеді, өйткені зат қарапайым сүзгілеу арқылы бөлінеді. Алайда, тұнба құрамында қатты-сұйық, қайта Тұндыру және т.б. жүйеде экстракциядан арылуға тура келетін қоспалар болуы мүмкін.

Реакциялық масса ерітінді болған жағдайда қатты зат келесі әдістердің бірімен алынады: булану, экстракция, қайта тұндыру немесе тұздау. Барлық қолданылатын әдістердің негізгі мақсаты - мақсатты өнімді қатты күйде бөлу. Сондықтан реакция қоспасы мақсатты өнім аз шығынмен тұнбаға түсетін етіп өңделеді, содан кейін ол сүзгілеу арқылы бөлінеді.

Реакциялық массадан қатты заттарды бөлудің негізгі тәсілдері келесідей:

- Сүзу
- Экстракция
- Тұздау
- рН өзгерту арқылы тұндыру
- буландыру

Жоғарыда айтылған тәсілдер өзге параграфтарда қарастырылған.

### **Тапсырма:**

Реакциялық массадан қатты заттардың бөлінуі тақырыбы бойынша бейнебаян

## **1.14 Экстракция.**

Экстракция (бөліп алу), экстракция, сұйық немесе қатты заттардың қоспасын селективті (таңдамалы) еріткіштердің (экстрагенттердің) көмегімен бөлу процесі.

Көбінесе қарапайым экстракция бөлгіш воронкада жүзеге асырылады. Экстракция процесінің өзі органикалық ерітіндіні (сумен араластырылмайтын еріткіште) бөлгіш құйғыштағы сумен (немесе қышқылдың, сілтінің, натрий хлоридінің Сулы ерітіндісімен) араластыруды, қабаттарды араластыру үшін құйғышты шайқауды, қабаттарды толық бөлу үшін қоспаны тұндыруды және төменгі қабатты қандай да бір басқа ыдысқа ағызуды қамтиды. Араластыру заттың әрқайсысының салыстырмалы ерігіштігіне (таралу коэффициентіне) байланысты бір қабаттан екінші қабатқа ауысуына мүмкіндік береді.

Экстракцияның бірнеше түрі бар:

- 1) реакция өнімін су ерітіндісінен органикалық еріткішпен экстракциялау;
- 2) қоспадан суда еритін затты (әдетте бейорганикалық) алу үшін сумен экстракциялау;
- 3) органикалық қабаттан тиісінше органикалық негізді немесе қышқылды кетіру үшін қышқылдың немесе сілтінің Сулы ерітіндісімен экстракциялау.

Егер реакция өнімі суда аз еритін болса, онда суды алу кезінде оның бір бөлігі суға түседі, бұл өнімнің шығуын азайтады. Мұндай жағдайларда органикалық қабат натрий хлоридінің (бейтарап немесе негізгі өнімдер үшін) немесе аммоний сульфатының (қышқыл заттар үшін) сулы ерітіндісімен жуылады. Суда ерітілген Бейорганикалық тұз ондағы органикалық заттардың ерігіштігін төмендетеді (тұздану құбылысы), бұл экстракция кезінде оның жоғалуын айтарлықтай азайтады.

*Экстракциялық реагент* - анолитпен экстрагирленетін қосылыс түзетін реагент.

Еріткіш - инертті органикалық еріткіш немесе еріткіш қоспасы. Еріткіш экстракциялық реагенттің экстракциялық және физикалық қасиеттерін жақсарту үшін қолданылады.

*Экстрагент* - құрамында экстракциялық реагент бар органикалық еріткіш.

*Экстракт* - құрамында экстрагирленген қосындылары бар органикалық фаза.

*Реэкстрагент* - сығындыдан заттарды алу үшін қолданылатын сулы ерітінді.

*Реэкстракт* - сығындыдан алынған зат бар су фазасы.

Экстракция процесі 3 кезеңді қамтиды:

- заттардың бастапқы қоспасын экстрагентпен араластыру;
- түзілетін екі фазаны механикалық бөлу (стратификациялау);
- экстрагентті екі фазадан алып тастау және қайта пайдалану

мақсатында оны регенерациялау.

Механикалық бөлінуден кейін экстрагенттегі алынатын заттың ерітіндісі (сығынды) және бастапқы ерітіндінің қалдығы (рафинат) немесе қатты зат алынады. Экстрагенттен экстрагирленген затты бөліп алу және сонымен бір мезгілде экстрагентті регенерациялау дистилляциялау, буландыру, кристалдандыру, тұздау және т. б. арқылы жүргізіледі.

Органикалық еріткіштердің негізгі түрлері:

\* көмірсутектер – гексан, циклогексан, бензол, толуол;

\* көмірсутектердің хлор туындылары – хлороформ, төртхлорлы көміртек, хлорбензол;

\* спирттер – изоамилді, Н-бутил, изобутилді, циклогексанол;

\* жай және күрделі эфирлер – диэтилді эфир, амилацетат, бутилацетат;

\* кетондар – метилизобутилкетон, метилэтилкетон, циклогексанон.

Экстракция процесін ұйымдастыру әдістері:

\* Мерзімді экстракция - бір су фазасынан компоненттерді экстрагенттің жаңа бөліктерімен алу.

\* Үздіксіз экстракция - екі фазаның үздіксіз салыстырмалы қозғалысы кезінде жүзеге асырылады, олардың біреуі қозғалмайды.

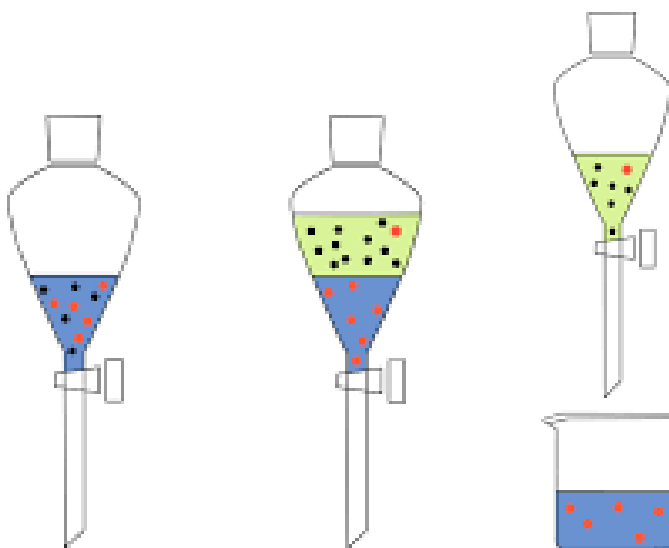
\* Қарсы экстракция - фазалардың қарама-қарсы қозғалысы кезінде жүзеге асырылатын экстракция

Экстракция жүйелерінің түрлері:

а) Физикалық таралуы, оның барысында экстракцияланбаған қосылыс пен экстрагент арасындағы химиялық өзара әрекеттесу іс жүзінде жоқ.

б) Теріс немесе оң зарядталған аналитикалық иондардан бейтарап қосылыстар алынатын химиялық процестермен бірге жүретін таралуы:

- бейтарап экстрагенттермен экстракция,
- құрамында экстрагенттері бар катионды экстракциялау,
- экстракция анионсодержащими экстрагентами.



Сурет 8 – Қарапайым бір реттік (разовая) экстракция

**Экстракция әдісіне нұсқаулық.** Қажетті мөлшердегі бөлгіш воронканы (сурет 8) таңдаңыз, оны көлемнің 2/3 бөлігінен артық толтыруға болмайды. Кранды тексеріп, оның еркін айналғанына көз жеткізіңіз (егер ол майланбаған болса және қиын болса, шыны кранға аздап май жағыңыз). Шүмекті жабыңыз, воронканы штативке бекітіңіз (бұл үшін тырнақ табанын пайдаланбаңыз!) немесе сақинаға салыңыз, конустық юбка арқылы органикалық ерітінді құйыңыз. Суды (немесе қышқылдың немесе негіздің сулы ерітіндісін) қосып, тығынмен жабыңыз. Шұңқырды қолыңызға алыңыз да, тығынды бір қолыңызбен, ал көмілген шүмекті екінші қолыңызбен ұстап тұрып, шұңқырды төңкеріп, тегіс, дөңгелек қимылмен бірнеше секунд айналдырыңыз, сонда бұрылыс пайда болады (бірақ шайқамаңыз!). Төңкерілген воронкада қысымды төмендету үшін шүмекті ашыңыз (сурет. 3.1, б) (оңай ұшатын еріткіштерді қолданған кезде воронка ішіндегі қысым айтарлықтай болуы мүмкін).

Кранды жауып, қатты бұраңыз және қысымды қайтадан қысыңыз. Мұны қысымның жоғарылауы тоқтағанға дейін бірнеше рет жасаңыз. Осыдан кейін, оның мазмұнын араластыру үшін бөлгіш воронканы аны шайқауға болады.

Тым қатты немесе ұзақ шайқаудың қажеті жоқ, өйткені эмульсия пайда болуы мүмкін, оны жою қиын болады.

Шұңқырды тағы да штативке бекітіңіз (аяқ немесе сақина көмегімен) және фазалардың бөлінуі орын алып, олардың арасында айқын шекара пайда болатындай етіп тұрыңыз. Қабаттарды бөлгеннен кейін тығын алынып, төменгі қабат бөлек ыдысқа құйылады (жалпақ немесе конустық шам немесе стакан). Төменгі қабат органикалық еріткіштің тығыздығына байланысты органикалық немесе сулы болуы мүмкін. Экстракция процесі әдетте бірнеше рет қайталанады, әрі қарай өңдеу үшін органикалық қабаттарды біріктіреді. Су қабатын төгуге тек өнімді түпкілікті бөліп алып, оның шығымдылығын анықтағаннан кейін ғана құюға болады, әйтпесе сіз су қабаты бар өнімнің бір бөлігін жоғалтуыңыз мүмкін.

### **Тапсырма:**

1. Экстракцияның түрлерін атап өтіп, зертханалық жұмыс барысында жасалған тәжірибелік жұмысты сипаттап беріңіз.
2. Экстракция жасаған кезде қандай қауіпсіздік шараларына мән берген жөн?
3. Тартпа шкафтың астында орындалатын тәжірибелік жұмыстарды түсіндіріп көріңіз. Бұл (тартпа шкаф) бензол сияқты ерітінділермен жұмыс жасайтын зертханаларда не үшін міндетті шарт болып табылады?

### **1.15 рН-ты өзгерту арқылы тұндыру (қайта тұндыру)**

Суда аз еритін органикалық қышқылдар мен негіздер көбінесе суда жақсы еритін тұздарды құрайды. Бұл тұздардың ерітінділерін сүзу арқылы тазартуға болады, адсорбентпен түссізденеді және т.б. Қышқыл тұздарының ерітінділерін Қышқылдандыру кезінде (негіз ерітінділері сілтіленеді) қосылыстар ерітінділерден шығарылады және оларды сүзу немесе экстракция арқылы бөлуге болады.

Ерітілген (иондық) металдарды ерімейтін бөлшектерге айналдыру үшін дәстүрлі әдіс натрий гидроксиді сияқты каустикалық затпен ерітіндінің рН-ын реттеу болып табылады. Тұндыру реакциясы нәтижесінде металл гидроксидтері түзіледі. Нәтижелерге бірнеше жағдайлар әсер етеді, олардың бірі ерітіндінің рН.

Әрбір ерітілген металдың белгілі бір рН бар, онда гидроксидтің оңтайлы тұндыру мәні болады. Оған бірнеше мысалдар: кадмий үшін рН 11,0; мыс рН 8,1; хром рН 7,5; никель рН 10,8 және мырыш рН 10,1.

Металл гидроксидтері амфотерлік болып табылады, яғни олар төмен және жоғары рН ортада ериді, ал минималды ерігіштік нүктесі (тұндыру үшін оңтайлы рН) әр металл үшін рН-ның әр түрлі мәндерінде болады. Бір металл гидроксидінің ерігіштігін азайтуға болатын рН кезінде екіншісінің ерігіштігі салыстырмалы түрде жоғары болуы мүмкін. Металл гидроксидтері өте еритін

болғандықтан, рН аздап өзгерсе, көптеген гидроксидтер ерітіндіге орала бастайды.

Өнеркәсіптік процестер нәтижесінде пайда болған ағынды суларда әдетте бірнеше металдар болады. Мысалы өндірістегі әдеттегі технологиялық ағынды суларда мыс, қалайы, қорғасын және никель болуы мүмкін. Мұндай аралас металдар гидроксидтерді тұндыру кезінде қиындық тудырады, өйткені бір металл үшін идеалды рН басқа металды ерітіндіге қайтара алады.

Сонымен қатар, хелаторлар, байланыстырғыш заттар, жуынуға арналған қоспалар, тазартқыштар және электродсыз қосылыстар гидроксидтің тұндыру реакциясын тежейді. Практикалық тұрғыдан алғанда, мұндай компоненттерді қалдықтар ағынынан шығару мүмкін емес. Технологиялық қалдықтардың кейбір ағындарын бөлу және алдын-ала өңдеу сияқты өңдеудің жақсы тәжірибесі осындай ингредиенттердің анти-тұндыру әсерін азайтады. Әйтпесе, рН реттеуімен бірге балама тұнба қажет болуы мүмкін.

## Тақырып 2 Зертханалық жұмыстарының мазмұны

Зертханалық жұмыстар студенттің болашақта тәжірибелі маман болып шығуына үлкен септігін тигізетін негізгі оқу базасы болып табылады, сондықтан да бұл жұмыстардың орындалуын жетік меңгеру керек. Зертханалық жұмыс жасамас бұрын техника қауіпсіздігімен танысу керек және келеңсіз жағдай бола қалса алғашқы көмекті көрсете білген жөн. Сондықтан тәжірибелерге кіріспес бұрын ережелербен мұқият танысып, толықтай инструктаждан өтіңіз.

**Ескерту:** Зертханалық жұмыс барысында берілген реагенттердің көлемдік сипаттары зертханалық кабинеттің ерекшеліктеріне қарай өзгертілуі мүмкін. Толығырақ мұғалімнен сұраңыз.

### Зертханалық жұмыс № 1

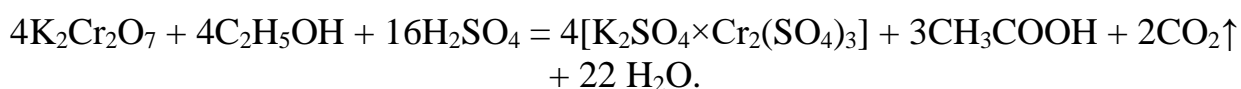
#### Хромкалий ашудасының (квасцы) синтезі ( $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \times 12\text{H}_2\text{O}$ )

**Қасиеттері:** қара күлгін түсті, қызыл түсті октаэдрлік кристалдар түрінде жарқырайды.  $20,8^\circ\text{C}$  температурасында тығыздығы  $1,842 \text{ г/см}^3$ .

Реактив суда ериді. ( $15^\circ\text{C}$  температурада  $14,3\%$  сусыз тұз ериді.)  $75^\circ\text{C}$  температурада ерітінді жасыл түске айналады, салқындағаннан кейін бірнеше күн өткеннен кейін ол қайтадан күлгін түске ие болады. Хромкалий ашудасы ауада ашық күлгін түске өзгеріп ұшқыштық қасиет көрсетеді.  $100^\circ\text{C}$  температураға дейін қыздырғанда, судың бір бөлігін жоғалтып, суда еру қабілеті жойылып жасыл түске өзгереді. Толық сусыздандырылуы тек  $350^\circ\text{C}$  температурасында жүзеге асады.  $350^\circ\text{C}$  жоғары қыздырылғанда түсі жасыл-сарыға өзгереді және суда еру қабілетін жоғалтады.

#### **Дайындалуы:**

1. Хромкалий ашудасын күкірт қышқылының қатысында  $\text{Cr}^{6+}$  -ды этил спиртімен тотықсыздандыру арқылы алуға болады



25 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (техн.) және 160 мл ыстық судан тұратын тазартылған ерітіндіге 18 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (тығыздығы 1,84) қосып, біртіндеп шамамен 15 мл 85% этил спиртің құяды. Реакцияның соңы ерітіндінің қою жасыл түске ие болуы және спирт қосқанда көбіктенудің болмауы арқылы анықталады. Ерітіндіге ауа өткізгенде сірке қышқылының иісі кеткенге дейін буланады, содан кейін ерітіндінің тығыздығы 1,5 ( $70^\circ\text{C}$ ) болатындай етіп су құйылады және кристалдану үшін 10-15 күнге қалдырылады. Түзілген кристалдық қабыршақты ұсақтайды және Бюхнер воронкасында отсасыаюут. Ұшып кетуге жол бермей ауада абайлап кептіреді. Бастапқы ерітіндіге (маточный раствор) (тығыздығы 10 мл ге 0,05 мл мөлшерінде)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (тығыздығы 1,84 ) қосады

және тығыздығы 1,5 г/см<sup>3</sup> болғанға дейін буландырады. Шығым - 80 г квалификация (таза) ашудасы.

2. Таза препаратты келесі жолмен алады. 81,5 мл 15 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. (күкірт қышқылында) 50-60 С- дейін қыздырып 10 г K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ерітеді. Алынған ерітіндіні 10 мл этил спиртіне біртіндеп құяды. Этил спирті мұзы бар суға салынған ыдыста тұрады. Ашудас кристалдарының басым бөлігі кристаллдық ұн түрінде түзіледі. Маточный) ерітіндіні буландырып 20/1 бөлігінде азот қышқылын қосады. Сынама жасыл түсті модификацияға өзгеріп кетпеу үшін бірдей көлемде этил спиртімен араластырады. Бір тәуліктен со ашудас кристалданады, оларды жылы суда ерітеді (40°C). Түзілген ерітіндіні баяу буландыру үшін жылы жерге қояды (25-30°C)

Осындай жолмен химиялық анализ үшін таза квалификациясына сәйкес реактивті алуға болады.

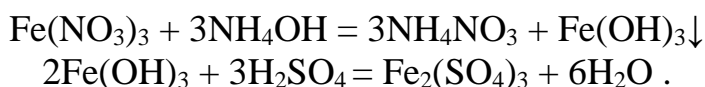
## Зертханалық жұмыс № 2

### Темір (III) сульфатының (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>; Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>×9H<sub>2</sub>O) синтезі

**Қасиеттері:** сусыз реагент - ақ немесе сарғыш түсті ұнтақ, ауада қоңыр сұйықтыққа айналады. Тығыздығы 3,097 г/см<sup>3</sup>

Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>×9H<sub>2</sub>O кристаллогидраты тығыздығы 2,1 г/см<sup>3</sup> болатын кристаллдық зат. Тұз концентрленген сулы ерітінділерді түзуге қабілетті. (20°C кезінде 10 г суда 44 г Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>×9H<sub>2</sub>O ериді, бірақ еру процесі баяу жүреді). Концентрлі H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-те ерімейді, этил спиртінде ериді. Гидролиз нәтижесінде түзілген сулы ерітінді Fe(OH)<sub>3</sub> қызыл-қоңыр түске боялған, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> қосу гидролизді басады және ерітінді түссізденуі байқалады. Сұйытылған ерітіндіні қайнату кезінде негізгі тұз түзіледі.

**Дайындалуы:** Темір гидроксидін (III) қышқылда еріту арқылы темір сульфатын (III) алуға болады.



Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>×9H<sub>2</sub>O алу: құрғақ Fe концентрлі HNO<sub>3</sub> қосу арқылы. Реакция тартпа шкафтың астында өту қажет.

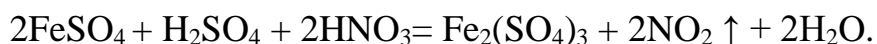
5 г Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>×9H<sub>2</sub>O және 5 мл ыстық судан тұратын ерітіндіге 6,5-7 мл NH<sub>4</sub>OH (аналитикалық таза, тығыздығы 0,91) қосады. Ағынды суда NO<sub>3</sub> толығымен жойылғанша Fe(OH)<sub>3</sub> тұнбасы ыстық сумен декантациямен тез жуылады.

Fe(OH)<sub>3</sub> ылғалды тұнбасын фарфор ыдысқа ауыстырып үстіне 1 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (химиялық таза, тығыздығы 1,84) қосып, тұнба толығымен ерігенше жиі араластыра отырып, 1-2 сағат қыздырады. Ерітіндіні сүзеді, фильтратқа H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> тамшысын қосады және қою консистенциялы болғанға дейін буландырады (қалған сұйықтықтың көлемі шамамен 5 мл болуы керек). Ерітіндіге тағы

кристалдану үшін сол заттың таза бірнеше кристалын «затравка» салады ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  кристалдары) кристалдар түзілуі үшін бір күн қалдырады. Кристаллдарды Бюхнер воронкасында сүзіп алып, шыны табақшада  $50-60^\circ\text{C}$  температурада кептіреді.

Шығым – (4 г 85%). Алынған препарат химиялық анализ үшін таза деп есептелінеді.

2. Жоғарыда көрсетілген тазалықтағы препаратты темір (II) сульфатын азот қышқылымен тотықтыру арқылы алуға болады:



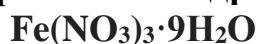
*Зертханалық жұмысты тартпа шкафтың астында жүргізілуі керек.*

8,5 г  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (анализ үшін таза) және 11 мл судан тұратын  $70^\circ\text{C}$  дейін қыздырырылған ерітіндегі азғантай бөліктермен 0,8-1 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (анализ үшін таза, тығыз. 1,84) кейін, 10 мл  $\text{HNO}_3$  (анализ үшін таза, тығыздығы. 1.35) қосады. Ерітіндінің температурасын  $95-100^\circ\text{C}$  деңгейінде сақтау қажет.  $\text{Fe}^{3+}$  тотығу дәрежесінен  $\text{Fe}^{2+}$  тотығу дәрежесіне өткенін  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  сынамасы арқылы тексереді. (толық тотыққанда көк түс болмауы керек).

Ерітіндіні сүзіп, фильтратқа 0,4-0,5 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  қосады және оның температурасы  $120^\circ\text{C}$ -қа жеткенше тұтқыр паста тәрізді масса пайда болғанша буландырады. Массаны  $45-50^\circ\text{C}$  дейін салқындатады, түзілген кристалдар Бюхнер воронкасында сүзіліп және  $65^\circ\text{C}$  аспайтын температурада кептіріледі. Шығымы  $\sim 7$  г (80-85%).

### Зертханалық жұмыс № 3

#### Темір (III) нитраты нонагидратының синтезі



**Қасиеттері:** моноклиндік жүйенің күлгін кристалдары түрінде болады (таза түрінде-түссіз), тығыздығы  $684 \text{ г / см}^3$ .  $47,2^\circ\text{C}$  температурасында препарат өзінің кристалдану суында еріп, қызыл сұйықтық түзеді, ол  $50^\circ\text{C}$  –да  $\text{HNO}_3$  бөлігін жоғалтады және  $125^\circ\text{C}$  одан әрі ыдыраумен қайнайды. Еріген препарат оңай салқындайды.:  $21^\circ\text{C}$  дейін салқындаған кезде ол әлі де сұйық болады. Суда жақсы ериді (45,4% сусыз тұз  $20^\circ\text{C}$ ). Салқын жерде сақтау керек.

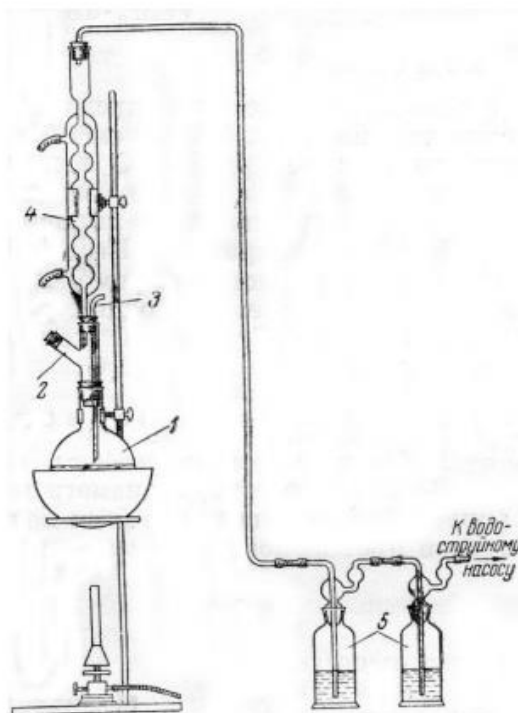
**Дайындалуы:** Сұйылтылған азот қышқылымен металлдық темірге әсер ету арқылы темір нитратын (III) алуға болады:



Су моншасына орналастырылған сыйымдылығы 1 л болатын дөңгелек түбі бар колбаға (Сурет 9) екімөйінды саптама салады (2), және оған кері тоңазытқыш жалғайды (4). Тоңазытқыш газ шығатын түтік арқылы әрқайсысының сыйымдылығы 200 мл болатын екі абсорбциялық бөтелкеге



қосылады (5). Саптаманың тік мойыны (2) арқылы шыны түтік (3) сұйықтық деңгейіне дейін жететіндей етіп колбаға түсіріледі. Түтік колбаға ауа беру қызметін атқарады. Абсорбциялық колбаларға (5) 60 мл  $\text{HNO}_3$  (химиялық таза) құйылады. Колбалар әлсіз жұмыс істейтін су ағынды сорғыға бекітіледі. Құрылғының құрамдас бөліктерін қосу үшін тек резеңке тығындарды пайдалану керек. Колбаға 120 мл су және 330 мл  $\text{HNO}_3$  (химиялық таза, п. 1.40) құйылады, 40-50 ° С-қа дейін қыздырылады және кішкене бөліктерде саптаманың бүйір мойны арқылы ұсақ темір жоңқалары енгізіледі.



Сурет 9 - Су моншасына орналастырылған сыйымдылығы 1 л болатын дөңгелек түбі бар колба

Реакция 2-2,5 сағатқа созылады, осы уақыт ішінде 60 г темір жоңқалары біртіндеп қосылады. Тез бөлінетін азот оксидтерін колбаларда (5) азот қышқылы арқылы сорып, онда ерітеді, бұл кезде қышқылдың көлемі айтарлықтай артады. Реакция аяқталғаннан кейін (1) колбадағы сұйықтықты фарфор шыныаяққа сүзеді. Ерітінді бетінде кристалдардың қалың қабықшасы пайда болғанша буландырылады (тартпа астында) және оған бірден абсорбциялық бөтелкелерден 225 мл азот оксидтерімен қаныққан азот қышқылы құйылады.

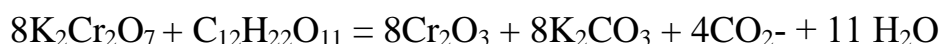
Шыныаяқтың ішіндегіні қалың шыны таяқшамен араластырады, шыныаяқты қабырғаларына жабысқан кристалдық бөліктерді ұсақтайды. Ыдысты шынымен жауып, ерітіндіні 0°С төмен температурада кристалдануға қалдырылады. Егер келесі күні кристалдар пайда болмаса, онда тұқым (дайын препараттың кішкене кристалы) ерітіндіге тасталады және тағы 3-4 сағатқа салқын жерде қалдырады. Кейін бастапқы ерітіндіні ағызып, ал

кристаллаларды Бухнер воронкасының көмегімен сүзіп алады, оны аз мөлшерде 20%-дық азот қышқылымен бірнеше рет шайып (барлығы 25-30 мл-ден аспайды) және сол уақытта дереу парафинмен толтырылған тығыз жабылатын тығынмен бар химиялық ыдысқа ауыстырады.  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$  қосылысын алу процесін қайталау үшін, азот оксидтерімен қаныққан қышқылдың кристалдануы кезінде алдыңғы синтезден алынған бастапқы ерітінділерін қолдануға болады.

#### **Зертханалық жұмыс № 4** **Хром (III) оксидінің синтезі ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )**

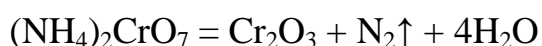
**Қасиеттері:** тығыздығы  $5,21 \text{ г/см}^3$  болатын қара- жасыл ұнтақ. Қышқыл және сілті ерітінділерінде ерімейді. Балқу температурасы  $2265^\circ\text{C}$ . Магниттік қасиетке ие.

**Дайындалуы:** Препаратты калий дихроматын көмірсулармен, мысалы, қантпен тотықсыздандыру арқылы алуға болады:



200 г ұсақталған  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (калий дихроматын) 32 г ұнтақ қантпен мұқият араластырады. Қоспа темір параққа қойылады (тартпа шкафта), бірнеше тамшы этил спиртін қосып, абайлап отта қыздырады. Тотықсыздану реакциясы қарқынды жүзеге асады. Салқындаған соң, массаны сумен тазалап шайып болған соң аз мөлшерде  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (сірке қышқылын) қосады. Тұнба сарғыш түске өзгергенге дейін ағынды сумен шаяды.  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (хром оксидін)  $120^\circ\text{C}$  температурасында кептеріп, ұнтақтайды. Шығым - 100 г (98%)

2. Хром оксидін аммоний дихроматын ыдырату арқылы алу ыңғайлы.

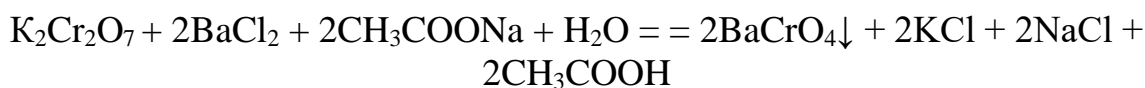


Шағын фарфор ыдысқа  $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_7$  ұнтағын салып бірнеше тамшы этил спиртін тамызып тұтатады. Жалын пайда болып, белсенді реакция жүзеге асады.

#### **Зертханалық жұмыс № 5** **Барий хроматының синтезі ( $\text{BaCrO}_4$ )**

**Қасиеттері:** сары ұсақ кристалды ұнтақ, тығыздығы  $4,498 \text{ г/см}^3$ . Суда ерімейді ( $20^\circ\text{C}$  та  $0,00034\%$  ериді,  $18^\circ\text{C}$  температурада  $EK = 1,2 \cdot 10^{-10}$ ).

**Дайындауы:** препаратты натрий ацетаты қатысында калий дихроматын барий хлоридімен әрекеттестіру арқылы алуға болады:



600-700 мл суда 70-80°C дейін қыздырылған 125 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (таза) ерітіндісіне (5-6 г-нан) фенолфталеинге әлсіз сілтілі реакция болғанға дейін 60-65 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (техн.) бөлшектеп қосады. Ерітіндіні сүзгіден өткізіп, сүзгіден өткен ерітіндіні 70-80°C дейін қыздырады. 10 мл 90%  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (таза) қосып қышқылдандырады, содан кейін оған 600-700 мл суда 250 г тұндырылған  $\text{BaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$  (таза) сулы ерітіндісін құяды. Тұнбаға толық түсуі тексеріледі. Егер сынамаға тұндырылған  $\text{BaCl}_2$  ерітіндісін қосқанда тұнба түзілмесе, тұнба толық болып есептеледі. Кейін қоспаны қыздырып, тұнбаны ерітіндіден Бюхнер воронкасы арқылы бөліп алады.  $\text{Cl}^-$  ионынан толық тазартқанға дейін ыстық суда шаяды. (Сүзгі сынамасына  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{AgNO}_3$  қосқанда лайлану болмауы қажет).

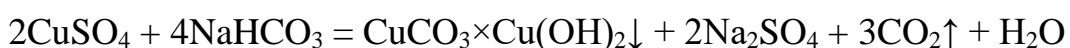
Дымқыл барий хроматын 130 С кептіреді, кейін ұсақтап тығыз жабылатын тығыны бар банкаға ауыстырады. (тартпа шкафтың астында жүргізіледі). Дайын болған препарат химиялық анализ үшін таза болып есептеледі. Шығым -200 г (95 %)

### Зертханалық жұмыс № 6

#### Мыс (II) дигидрокарбонатының синтезі $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$

**Қасиеттері:** ашық жасыл майда түйіршікті аморфты ұнтақ, тығыздығы 4 г/см<sup>3</sup>. 150°C-қа дейін қыздырғанда өзгеріске ұшырамайды, 200°C температурада реагент ыдырап қара түске боялады, нәтижесінде  $\text{CuO}$ -ға айналады. Суда ерімейді, қышқылдарда сәйкес мыс тұздарын түзіп ериді. Сонымен қатар цианидтердің, аммоний тұздарының және сілтілі карбонаттардың сулы ерітінділерінде мыстың кешенді (комплекті) қосылыстарын түзе отырып ериді.

**Дайындалуы:** Мыстың (II) тұздарына натрий гидрокарбонатымен әсер ету арқылы негізгі мыс карбонатын алуға болады:



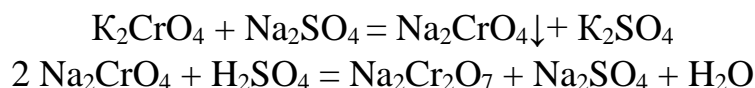
Фарфор ступкасында 125 г майда ұнтақталған құрғақ  $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$  тұзын және 95 г майда ұнтақталған құрғақ  $\text{NaHCO}_3$  біркелкі араласады. Алынған қоспаны 1 литр қайнаған суға жылдам араластыру арқылы кішкене бөліктермен қосады. (Стақан көлемі 2 литр болуы қажет).  $\text{CO}_2$  бөлінуі нәтижесінде ерітінді көбіктенеді. Қоспаның келесі бөлігі судың беті көбіктен босатылғаннан кейін ғана қосылады. Реакция аяқталғаннан кейін қоспаны 10-15 минут қайнатады. Нәтижесінде тез тұнатын мыс карбонатының ( $\text{CuCO}_3$ ) суспензиясы түзіледі. Тұнбаны сумен бірнеше рет шайып, ерітіндіден декантация әдісімен бөледі. Кейін Бюхнер воронкасы арқылы сүзіп

алады. Препаратты алдымен фильтр қағаздарының арасында, кейін 80-100 °С температурада кептіргіш шкафта кептіреді. Шығым - 48-50 г.

### Зертханалық жұмыс № 7 Натрий бихроматының синтезі ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 2\text{H}_2\text{O}$ )

**Қасиеттері:** сары-қызыл түсті ине тәрізді пластикалық кристалдар. Тығыздығы 2,52 г/см<sup>3</sup> (13 °С температурада). Гидрат 30 °С температурада кристаллизацияланған суды өте баяу жоғалтады, 84 °С температурада кристаллизацияланған суда балқиды. 110 °С температурада ол толығымен сусызданады. Қайнау температурасы 320°С. 400 °С температурада реагент оттегінің бөлінуімен ыдырайды. Суда өте жақсы ериді (20°С-та 64,3% сусыз тұз), қышқыл реакциясы бар сарғыш ерітінді түзеді.

**Дайындалуы:** Таза препаратты  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  и  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  арасында алмасу реакциясын жүргізу арқылы алуға болады. Кейін хром қышқылының тұзын дихроматқа айналдыруға болады:



100 г  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  және 160 г  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \times 10\text{H}_2\text{O}$  100°С температурада мүмкіндігінше аз суда ерітіп, алынған ерітіндіні 34°С температурасына дейін салқындатады.  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  тұнбасы Бюхнер воронкасы арқылы сүзіледі. Филтратқа 10 мл суға 26 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (тығыздығы. 1.84) ерітіндісін құйып, кристалдану басталғанша буландырады, кейін мұзбен суытады.

Түзілген тұнба сүзіледі, филтратты кристалды қабық пайда болғанша қайтадан буландырып, салқындатады. Препараттың тұндырылған кристалдары Бюхнер воронкасында мұқият сүзіледі және өте аз мөлшердегі судан қайта кристалдандырылады. Бұл әдіс өнімдердің үлкен санымен жұмыс істегенде ғана жақсы нәтиже береді.

2. Техникалық өнімді қарапайым қайта кристалдау арқылы таза  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  алуға болады, бірақ реактивті препараттың шығымы өте төмен. Тығыздығы шамамен 1,45 ерітінді алу үшін  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (техн.) ерітіп, 3 тәулік тұндырады. Содан кейін ерітіндіні сифон(насос) көмегімен ағызады. Түзілген кристалдарды суық сумен жуады. Қайта кристалдандыру тағы 2-3 рет қайталанады. Тазартылған препаратты 70°С аспайтын температурада кептіреді. Шығым - 40%.

## Зертханалық жұмыс № 8 Хром (VI) оксидінің синтезі $\text{CrO}_3$

**Қасиеттері:** қызыл-күрең ромб тәрізді жылтыр ауада қалқып жүретін кристалдар (тығыздығы  $2,70 \text{ г/см}^3$ ). Реактив суда жақсы ериді ( $20^\circ\text{C}$  кезінде  $62,58\%$ ), нәтижесінде хром қышқылының ерітіндісі пайда болады. (Диссоциация константасы  $K = 3,2 \times 10^{-7}$   $25^\circ\text{C}$  температура кезінде). Қыздырғанда препарат қара түске айналады,  $196^\circ\text{C}$  –та қызыл-қоңыр сұйықтыққа айналады.  $250^\circ\text{C}$  –тан жоғары температурада ол оттегінің бөлінуімен және  $\text{CrO}_3$  түзілуімен ыдырайды,  $435^\circ\text{C}$  температурасында ыдырау аяқталады. Хром ангидридi–өте күшті тотықтырғыш: ол қағаздың тұтануын тудыруы мүмкін, оның кристалдарымен жанақанда спирттерде тұтанады.

**Дайындалуы:** Хром ангидридiн калий бихроматы ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) ерітіндісін конц. күкірт қышқылымен ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) өңдеу арқылы алуға болады.

300 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  және 500 мл судан тұратын ерітінді  $75^\circ\text{C}$  дейін қыздырылады. Кейін 420 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (тығыздығы 1.84) абайлап араластыра отырып қосады. Қоспа қатты қызады және салқындағаннан кейін  $\text{KHSO}_4$  кристалдары тұнбаға түседі. 6-8 сағаттан кейін ерітінді кристалдардан бөлінеді, кейін су моншасында  $80-90^\circ\text{C}$  дейін қыздырады және араластыра отырып, тағы 150 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  қосады. (тығыздығы 1,84). Түзілген  $\text{CrO}_3$  –нің ұсақ кристалдары судың ең аз мөлшерінде ерітіледі.

Ерітіндіні кристалдардың қалың қабаты пайда болғанша буландырады, содан кейін баяу салқындтады. Түзілген  $\text{CrO}_3$  –нің үлкен кристалдары қағаз сүзгісіз фарфор воронкасында сүзіледі және қалған ерітінді қайтадан кристал қабаты түзілгенше кристаллдандырады.  $\text{CrO}_3$  кристалдарын күкірт қышқылының қоспасынан тазарту үшін, кристалды жумай, тығыны бар ыдысқа ауыстырып және сұйықтық кристалдарды толығымен жабатындай етіп  $\text{HNO}_3$  құяды. (химиялық анализ үшін таза, тығыздығы 1.40). Қоспаны әлсін-әлсін шайқап тұру қажет. 10-12 сағаттан кейін қышқылды ағызып жібереді. Азот қышқылының ( $\text{HNO}_3$ ) жаңа бөлігін құйып, жоғарыдан көрсетілген әдіспен жууды қайталайды. Барлығы үш рет жуу жүргізіледі. Содан кейін кристалдарды Бюхнер воронкасының көмегімен сүзіп, (қағаз сүзгісін қолданбай), үш рет ерітіндімен шаяды. Кейін құм моншасында  $60-100^\circ\text{C}$ , жиі араластыра отырып, шыныаяқта кептіреді (тартпа шкафта жүргізіледі), әсіресе кептіру соңында. Ақ  $\text{HNO}_3$  түтіндері бөлінуі тоқтағанда және масса құрғақ болып, сусып тұрған жағдайда кептіргіш пеште  $100^\circ\text{C}$  температурасында кептіруді жалғасытарды. Содан кейін,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  үстінде эксикаторда суытады. Шығым 110-115 г. (54-58 %). Әдетте алынған препарат «химиялық анализ үшін таза» немесе «таза» болып есептеледі.

## Зертханалық жұмыс № 9

### Альдегидтер мен кетондардың қатысуымен болатын реакциялар. Оксим циклогексанона (Циклогексанон оксими)

Курс бөлімдері. Альдегидтер мен кетондарды синтездеу әдістері және химиялық қасиеттері.

#### Теория бойынша сұрақтар

1. Карбонил тобына нуклеофильді қосылу реакцияларының механизмі.
2. Альдегидтер мен кетондардың амин тобы бар туындылармен реакциясы.
3. Оксима циклогексанона (циклогексанон оксими) алу реакциясының теңдеуін жасаңыз, және механизмін түсіндіріңіз.
4. Альдегидтер мен кетондар құрылымының нуклеофильді қосылу реакциясының жылдамдығына әсері.
5. *Оксим циклогексанонды* практикада қолдану. Капролактамын синтезі, Бекманды қайта құру механизмі. / Бекманды қайта құру реакциясы оксимдерді амидтерге айналдырады./

**Жұмыс әдістері:** қайта кристалдану, балқу температурасын анықтау.

#### Синтез әдістемесі

Бастапқы қосылыстар

Гидроксиламин гидрохлориді	0,07 моль
Натрий ацетаты (кристалдық)	0,06 моль
Су	30 мл
Циклогексанон	0,05 моль

Тамшылататын воронкамен, араластырғышпен және термометрмен жабдықталған сыйымдылығы 100 мл үш мойынды колбада 30 мл суда ерітілген гидроксиламин гидрохлориді мен натрий кристалды ацетатының ерітіндісін дайындайды. Реакциялық массасын 60 °С дейін қызады және араласқан кезде оған циклогексанон тамшыларын қосады. Қосқаннан кейін 60-70 °С температурада тағы жарты сағат араластырып, содан кейін (мұз воронкасында) салқындатады және түзілген оксимді сүзгіден өткізеді. Сулы этил спиртінен кристалданады ( $H_2O : C_2H_5OH = 2:1$ ), кептіріледі және балқу температурасы анықталады.

#### Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар

1. Натрий ацетаты циклогексанон оксиминің синтезінде қандай рөл атқарады?
2. Мольде берілген заттардың мөлшерін грамммен көрсетіңіз.
3. Төмен қайнайтын еріткіштермен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік техникасы.

## Зертханалық жұмыс № 10

### Магний-органикалық қосылыстардың көмегімен жүзеге асатын синтездер. Бензой қышқылы

*Курстың бөлімдері.* Магнийорганикалық қосылыстар, алу әдістері және химиялық қасиеттері. Ароматты карбон қышқылдарының синтез әдістері және химиялық қасиеттері.

#### Теория бойынша сұрақтар

1. Фенилмагнийбромидін алу механизмі.
2. Магнийорганикалық қосылыстарының түзілуі кезінде йод пен диэтил эфирінің рөлі қандай?
3. Абсолютті еріткіш түсінігі.
4. Фенилмагнийбромидтің көмірқышқыл газымен, метил этилкетонмен, бензальдегидпен, этилен оксидімен, сумен, этил спиртімен әрекеттесу реакциясын жазыңыз.
5. Бензой қышқылын синтездеудің өнеркәсіптік әдістері.
6. Ароматты және алифатты қышқылдардың қышқылдығын салыстырыңыз.

**Жұмыс әдістері:** қайта кристалдану, балқу температурасын анықтау.

#### Синтез әдістемесі

##### *Бастапқы қосылыстар*

Фенилбромид	16 мл
Абсолютті диэтил эфирі	60 мл
Магний жоңқалары (стружки)	2,5 г
Йод кристаллдары	

Хлоркальций түтігі бар және кері тоңазытқышпен жабдықталған сыйымдылығы 250 мл колбаға бастапқы қосылыстарды салады. Егер реакция бірден түзетілмесе, онда реакция басталғанға дейін колбаны ыстық суға салу қажет. Реакцияның қарқынды жүруі аяқталғаннан кейін процесс су моншасында оңай қыздырылады. Реакция аяқталғаннан кейін колбаның сыртынан мұзды сумен салқындатады. Содан кейін тоңазытқышты алып тастайды. Әрі қарай, үздіксіз салқындату және шайқау кезінде көмірқышқыл газы эфир ерітіндісі арқылы өтеді. Көмірқышқыл газы концентрленген күкірт қышқылы бар Дрексель склянкасымен (екі жуу сауытымен) жалғанған Кипп аппаратында алынады. (CO<sub>2</sub> кептіру үшін) Колбадағы сұйықтық екі қабатқа бөлінген кезде процесс аяқталады: жоғарғы-эфир, төменгі-реакция өнімі.

Салқындату кезінде колбаға бірнеше кесек мұз салады және төменгі қабат түссіз тұнбаға айналғанға дейін шайқайды. Колба кері тоңазытқышқа жалғанады және форштосс арқылы біртіндеп 20 мл концентрлі тұз қышқылын қосады. Тұнба толығымен ерігенше араластыру жалғасады. Құрамында бензой қышқылы бар эфир ерітіндісін бөліп алып, оған натрий 2 н натрий гидроксидінің ерітіндісін қосады, бөлгіш құйғышта шайқалады. Төменгі қабат құрамында бензой қышқылының натрий тұзы су қабатының ағызып, процесс 2 рет қайталанады. Сілтілік ерітіндіге 2 н тұз қышқылын әмбебап индикатор

қышқылдық орта көрсеткенге дейін қосады. Осы кезде бензой қышқылы тұнбаға түседі. Түзілген бензой қышқылын сүзгіден өткізіп, судан қайта кристаллдайды, кептіріп, балқу температурасын анықтайды.

### **Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар**

1. Хлоркальций түтігі дегеніміз не? Ол қалай және не үшін қолданылады?
2. Фенилмагнийбромидтің түзілу реакциясының аяқталуын қалай анықтауға болады?
3. Неліктен реакциялық масса көмірқышқыл газымен қаныққан кезде колбалар мұзбен салқындатылып, шайқайды?
4. Көмірқышқыл газымен қанығудың соңын қалай анықтауға болады? Колбадағы қабаттардың реакциясы нәтижесінде түзілетін сә құрамы.
5. Неліктен алынған аралас магний тұзын ыдырату үшін тұз қышқылы қосылады?
6. Сілтілер қосылған кезде бензой қышқылы қандай туынды және қандай қабатқа өтеді?
7. Қышқыл ортада бензой қышқылы қай қабатта (су немесе эфир) орналасқан
8. 2н NaOH ерітіндісінен бензой қышқылы қалай бөлінеді?
9. Эфирден бензой қышқылын алудың толықтығын қалай анықтауға болады?
10. Сілтілік ерітіндіде бензой қышқылының толық тұндыруын қалай анықтауға болады?

### **Зертханалық жұмыс № 11**

#### **Диазонийдің ароматты тұздарының синтезі және реакциясы**

*Курстың бөлімдері.* Ароматты аминдердің диазоттау реакциясы. Азоқосылыс реакциясы (Реакция азосочетания). Азобояғыштардың химиялық құрылымы және түсі.

#### **Теория бойынша сұрақтар**

1. Ароматты аминдердің диазоттау реакциясының механизмі, реакцияның жүру шарттары реагенттердің қатынасы, нитрозоний-катионының түзілуі.
2. Азоқосылыс реакциясының механизмі.
3. Бензол сақинасындағы орынбасарлардың диазоний тұздарының тұрақтылығына әсері.
4. Азоқұраушы ретінде қандай қосылыстарды қолдануға болады?
5. Аминдер мен фенолдармен азоқосылыс реакциясы қандай ортада жүзеге асырылады?
6. Неліктен аминдер күшті қышқыл ортада, ал фенолдар өте сілтілі ортада азотпен әрекеттеспейтінін түсіндіріңіз.



7. Диазоттау реакциясы жағдайында N-этиланилиннің, метиламиннің, N,N-диэтиланилиннің, триэтиламиннің әрекетін түсіндіріңіз.

8. Метилоранж құрылымындағы хромофорлар, ауксохромдар.

9. Метилоранждың индикаторлық ауысуы. Протонды қышқыл ортада метилоранжға қосу бағытын (орнын) түсіндіріңіз.

10. Диозонийдің ароматты тұздардың алифаттымен салыстырғандағы салыстырмалы тұрақтылығының себептерін түсіндіріңіз.

**Жұмыс әдістері:** қайта кристаллизация.

**Жұмыс әдістемесі**

Бастапқы қосылыстар

Сульфанил қышқылы 2,5 г

Натрий нитриті 1 г

Диметиланилин 1,6 мл

**Диазоттау.** Конустық колбада 40 °С температурада натрий гидроксидінің 2н 6-7 мл ерітіндісінде сульфанил қышқылын ерітеді. Егер барлық қышқыл ерімесе, фенолфталеин сілтілік орта көрсететіндей аздап сілтілі қосу керек. Алынған ерітіндіге 8 мл судағы натрий нитритінің ерітіндісін қосады. Содан кейін қоспаны 3-5 °С дейін салқындатады. (сульфанил қышқылының натрий тұзының кристалды тұнбасы түсуі мүмкін, бірақ бұл жұмысты жалғастыруға кедергі болмайды). Салқындатылған қоспаны баяу ағынмен (немесе кішкене бөліктерде) 17,5 мл 2Н тұз қышқылы бар стаканға құяды. (ыдыс мұз бен су қоспасы бар моншада болуы керек).

Диазоттау реакциясы кезінде реакция массасын қарқынды араластыру және 3-5 °С-қа дейінгі температурада ұстап тұру қажет, реакция индикатор бойынша барлық уақытта қышқыл болуын қадағалау қажет. Қышқыл реакцияны тексеру кезінде реакция массасына аздап 2Н тұз қышқылын қосу керек.

**Азоқосылыс реакциясы.** Құрғақ колбада диметиламинді концентрленген тұз қышқылында (2 мл) толығымен ерітеді. Алынған ерітінді 5 мл суда сұйылтып, 5 °С дейін салқындатылады және диазобензо - сульфокышқылының суспензиясын қосады. Қоспаны бірнеше минут араластырады. Содан кейін баяу, кішкене бөліктермен фенолфталеинге сілтілі реакцияға дейін салқындатылған 2М натрий гидроксидінің ерітіндісін қосады, температура 5 °С-тан жоғары көтерілмеуі қажет. (реакция массасының түсінің өзгеруін бақылаңыз!). Реакция массасы 20 минутқа қалдырылады.

Бояғыштан бөлінген натрий тұзы сүзіледі және судың ең аз мөлшерінен қайта кристалданады.

**Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар**

1. Неліктен сульфанил қышқылы сілтілерде ериді?

2. Неліктен диазоттау және азоқосылыс кезінде төмен температураны сақтау керек?

3. Неліктен сульфанил қышқылы мен натрий нитритінің сілтілі ерітіндісін диазоттау кезінде тұз қышқылына қосады және кері қосу тәртібін қолданбайды?

4. Не себепті диметиланилин концентрацияланған тұз қышқылында ериді? Бұл жағдайда не болады? Диметиланилин гидрохлориді диазабензолсульфоқышқылымен азоқосылыс (азосочетания) реакциясына қатыса алады ма?

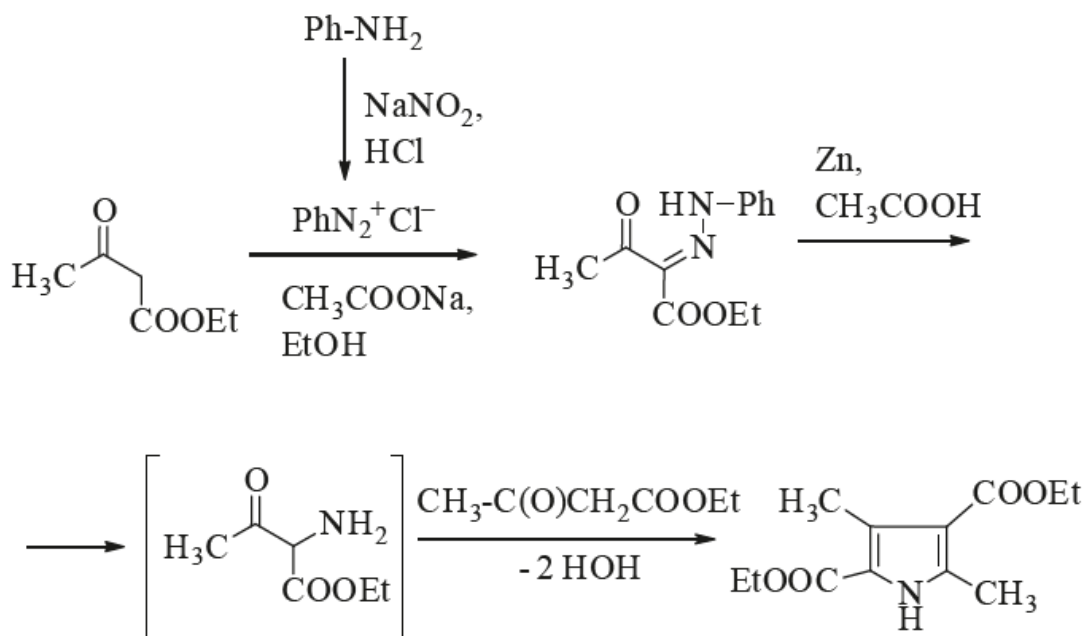
мүмкін бе

5. Натрий нитритімен және ароматты аминдермен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік техникасы.

### Зертханалық жұмыс № 12

#### Кнорр бойынша пиррол синтезі (3,5-бис(этоксикарбонил) - 2,4-диметилпиррол)

Синтез схемасы



**Курстың бөлімдері.** Бір гетероатомы бар бес мүшелі гетероароматикалық қосылыстар.

**Теория бойынша сұрақтар**

1. π-босаң және π-байланысқан туралы түсінік.
2. Бес мүшелі гетероароматикалық қосылыстардың құрылысы.
3. Пиррол синтезінің әдістері.
4. Пирролдың хош иісін, реактивтілігін фуран мен тиофенмен салыстыру.

5. Неліктен пиррол Кнорр синтезі ацетацет эфирі мен аминоацетацет эфирінің тікелей циклоконденсациясымен жүргізілмейді? Жағымсыз реакцияның алдын алу үшін қандай әдістер қолданылады?

6. Гидразин синтезі сатысында натрий ацетаты қандай рөл атқарады?

**Жұмыс әдістері:** жоғары температурда қайнайтын сұйықтықтарды айдау, салқындату кезінде реакциялар жүргізу, сүзу, қатты фазадан сұйықтыққа экстракция.

### **Синтез әдісі**

Бастапқы қосылыстар

Анилин	9,8 г
Ацето сірке эфирі	19,5 г
Тұз қышқылы (конц.)	34 мл
Сірке қышқылы	35 мл
Натрий нитриті	7 г
Сусыз натрий ацетаты	46 г
Мырыш шаңы	13 г
Этанол	310 мл

**1 кезең.** Фенилазоацетоацет эфирін алу.

Анилин мен ацетоацет эфирі қарапайым дистилляциямен алдын-ала тазартылады. Тұз қышқылының ерітіндісіне (34 мл концентрацияланған тұз қышқылы + 105 мл су) 9,8 г анилин қосылады. Натрий нитритінің ерітіндісін (30 мл суда 7,0 г натрий нитриті) 0 °С және қарқынды араластыру кезінде алынған қоспаға diaзоний тұзының ерітіндісі түзіледі. Сонымен қатар, 80 мл суда 46,0 г сусыз натрий ацетаты және 310 мл этанолда 13,0 г ацетоацет эфирінің ерітінділері дайындалады. Ацетоацет эфирінің және натрий ацетатының ерітінділері араласады. Алынған ерітіндіге 10 °С температурада баяу қосылады және diaзоний тұзының ерітіндісі араластырылады. Тұз қосудың соңында гидразонның сары кристалдары түсе бастайды. Алынған суспензия бөлме температурасында бір күнге қалдырылады, содан кейін тұнба сүзіледі, этанол: су (1 : 1) қоспасымен жуылып, бөлме температурасында кептіріледі.

**2 кезең.** Кнорр бойынша пирролдың синтезі.

Механикалық араластырғышпен жабдықталған 250 мл сыйымдылығы бар жалпақ түбіндегі колбаға 6,5 г сірке эфирінің ерітіндісі 20 мл сірке қышқылына салынып, 3,0 г мырыш шаңы қосылады және қоспасы араласқан кезде 80 °С дейін қызады. Реакциялық қоспаға 15 мл сірке қышқылындағы 5,75 г этилацетоацет эфирінің ерітіндісін араластыру кезінде тамшыларға баяу қосады. Содан кейін шамамен 20 минут ішінде кішкене бөліктерде тағы 10,0 г мырыш шаңын қосыңыз. Қосудың соңында қоспасы 90 °С дейін қызады және 90 °С — та тағы 1 сағат және 100 °С-та 0,5 сағат араластыруды жалғастырады. Салқындағаннан кейін реакция қоспасына 50 мл су қосылады, тұнба сүзіледі. Пиррол ыстық этанолмен бірнеше рет экстракция арқылы сүзгідегі қалдықтан алынады. Сығынды шоғырланған, қалдық сүзіліп, кептіріледі.

## Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар

1. Соңғы өнім ыстық этанолды алу кезінде қандай қоспалардан бөлінеді?
2. Неліктен мырыш шаңын кішкене бөліктерге қосу керек?

## Зертханалық жұмыс № 13

### Электрофильді хош иісті алмасу реакциялары

#### 13.1 п-Нитроанилин

**Курстың бөлімдері.** Бензол сақинасындағы электрофильді алмасу.  $S_EAr$  реакцияларындағы бағдарлау ережесі (правило ориентации). Амндердің химиялық қасиеттері.

#### Теория бойынша сұрақтар

1. Нитрлеу реакциясының механизмі (нитроний-катионның түзілуі,  $\delta$  және  $\pi$ -комплекстерінің түзілуі, көміртек атомының гибридизациясы).
2.  $S_EAr$  реакцияларындағы орынбасушылардың бағдарлау әсері.
3. Неліктен ацетилдеу амин тобының бағдарының өзгеруіне әкелмейді?
4. Неліктен ацетилденбеген анилинді нитрлеуге болмайтынын түсіндіріңіз?
5. Ацил қорғанысын жою және ацетил-амин туындыларының гидролизін жүргізу шарттары. Реакция механизмі.
6. п-нитрозанилинді алу кезінде аралық және жанама өнімдер қандай?
7. Ядродағы алмастырғыштардың амин тобының негізділігіне әсерін түсіндіріңіз.
8. Азо бояғыштардың синтезінде п-нитроанилинді қолдану.

**Жұмыс әдістері:** қайта кристалдану, балқу температурасын анықтау.

#### Синтез әдісі

Бастапқы қосылыстар

Ацетанилид	6,8 г
Азот қышқылы (C = 1,38 г/мл)	4 мл
Күкірт қышқылы (конц.)	18 мл

Жұқа ұнтақталған құрғақ ацетанилид 15 мл күкірт қышқылына қосылады және мөлдір тұтқыр ерітінді алынғанша араластырылады. Араластыру кезінде температура 25 °С-тан аспауы керек, ерітінді 0 °С-қа дейін салқындатылып, азот қышқылы мен 3 мл күкірт қоспасы біртіндеп қосылады. Көп мөлшерде о-нитро қосылысының пайда болуына жол бермеу үшін қосу кезіндегі температура 2-3 °С-тан аспауы керек. Реакция массасы ара тұра араластырылып, 1 сағат тұруға қалдырылады. Осыдан кейін қоспаға 17,5 мл су

мен 17,5 г ұсақталған мұз құйылады. Бұл жағдайда о-және п-нитроацетанилид қоспасы түседі. 30 минуттан кейін тұнба сүзіледі, сүзгі түссіз болғанша сүзгіде ыстық сумен жақсылап жуылады. Бұл жағдайда тек о-нитроацетанилид тозаңданады. п-нитроацетанилидтің тұнбасын кері тоңазытқышы бар түбі дөңгелек колбаға орналастырады, күкірт қышқылының 25% сулы ерітіндісінің 35 мл құяды және тұнба жарты сағат ішінде толық ерігенше реакциялық массаны қайнатады. Жарықтандыру үшін белсендірілген көмір қосылады, 5 минут қайнатылады, ыстық сүзу жүргізіледі. Сүзінді бөлме температурасына дейін салқындатылып, натрий гидроксидінің 10% ерітіндісімен бейтараптандырылады. Тұндырылған тұнба көп мөлшерде судан сүзіліп, қайта кристалданады.

### **Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар**

1. Неліктен ацетанилидті күкірт қышқылында еріту кезіндегі температура 25 °С-тан аспауы керек? Неліктен титрлеу аяқталғаннан кейін реакциялық массаға мұз қосылған су қосылады?

2. Неліктен орто-изомері пара-изомеріне қарағанда оңайырақ гидролизденеді?

3. 35 мл 25% күкірт қышқылын бейтараптандыру үшін теориялық тұрғыдан қанша 10% натрий гидроксиді қажет?

4. Қайта кристалдану арқылы қатты заттарды тазарту әдісінің мәні. Кристалдану үшін еріткішті таңдауға қойылатын талаптар. Белсендірілген көмірдің рөлі.

5. Органикалық қосылыстардың кристалдарын өсіру. Кристалдардың біртектілігі тазалықтың көрсеткіші ретінде.

6. Концентрацияланған азот және күкірт қышқылдарымен, сілтілермен, хош иісті нитро қосылыстармен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік техникасы.

## **13.2 Сульфанил қышқылы**

**Курстың бөлімдері.** Хош иісті қосылыстардағы электрофильді алмастыру реакциясы.  $S_EAr$  реакцияларындағы бағдарлау ережесі (правило ориентации). Амидердің химиялық қасиеттері.

### **Теория бойынша сұрақтар:**

1. Сульфирлеу реакциясының механизмі, электрофильді сульфирлеуші реагенттердің түрлері.

2. Сульфирлеу реакциясының қайтымдылығы, күкіртсіздендіру. Сульфирлеуді кинетикалық және термодинамикалық бақылау.

3. Сульфокышқылдардың химиялық қасиеттері және оларды өнеркәсіптік қолдану.

**Жұмыс әдістері:** қайта кристалдану, балқу температурасын анықтау.

### Синтез әдісі

Бастапқы қосылыстар

Анилин	9,3 г
Натрий гидроксиді	4 г
Күкірт қышқылы (конц.)	5,5 мл

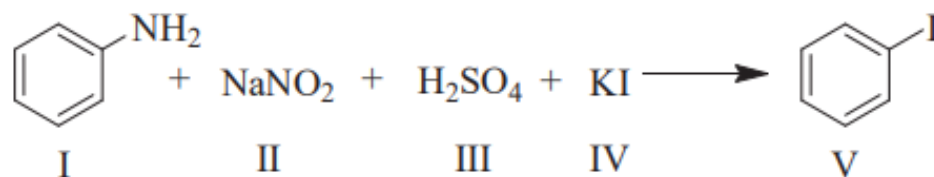
Фарфор шыныаяқында анилин мен күкірт қышқылы мұқият араласады. Алынған тұнбаны ысқылап, содан кейін 170-190 °С температурада 1-2 сағат қыздырғандықтан, сілтіде еріген кезде реакция массасының сынамасынан анилин бөлінбейді. Содан кейін ыстық реакциялық масса ұсақталып, 4 г сілтіден дайындалған 10% натрий гидроксиді ерітіндісімен Эрленмейер колбасына жіберіледі. Қоспа белсендірілген көмірмен 4-5 минут қайнатылады, ыстық сүзу жүргізіледі және тұз қышқылымен рН = 3 дейін қышқылданады. Салқындағаннан кейін құлаған өнім судан қайта кристалданады.

### Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар

1. Реакциялық масса сынамасын талдау әдісін түсіндіріңіз.
2. Сілтіні бейтараптандыру үшін қажет тұз қышқылының мөлшерін анықтаңыз.
3. Концентрацияланған қышқылдармен, күйдіргіш сілтілермен, хош иісті аминдермен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік техникасы.

## Зертханалық жұмыс № 14 Йодбензол синтезі

Синтез схемасы



**Курстың бөлімдері.** Көміртекті топтар және функционалды туындылар, көміртекті құрылымдарды құру принциптері.

### Теория бойынша сұрақтар

1. Диазоқосылыстардың түзілу механизмі
2. Диазоний тұздарының негізгі реакциялары: қосылу, тотықсыздану, азот молекуласының бөлінуімен жүретін реакциялар.
3. Син - және антидiazотаттар. Олардың тұрақтылығы және қолданылуы.

4. Диазоний тұздарының салыстырмалы тұрақтылығы.
5. Нитрлеуші агенттер және нитрлеуші бөлшектерді салыстыру.
6. Зандмейер реакциясының жанама өнімдері.

**Жұмыс әдістері:** диазоттау, бумен айдау, қайнау температурасы жоғары сұйықтықтарды айдау.

### Синтез әдістемесі

Бастапқы қосылыстар

Күкірт қышқылы ( $d = 1,84$ )	11 мл
Анилин	9,9 мл
Натрий нитриті	7,7 мл
Калий йодиді	29 г
Натрий гидроксиді	10% 32 мл
Су	110 мл

Термометрмен және магниттік араластырғыштың якорімен жабдықталған стаканға 65 мл судың мөлшеріне 9,9 мл анилин, 11 мл күкірт қышқылын құяды. Араластыру кезінде қоспаны  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$  дейін салқындатады және мұзда салқындатылған 7,7 г натрий нитритін 30 мл суға реакциялық масса турының темперасы  $-2 \dots 0\text{ }^{\circ}\text{C}$  аралықта болатындай етіп қосады. Барлық нитритті қосқаннан кейін қоспаны 7 мин бойы араластырады және газ бөлінуі тоқтағанға дейін несепнәрдің аздаған порцияларын қосады. Әрі қарай, сақтықпен 45 мл суға 29 г калий йодидінің ерітіндісін қосып, қоспаны бірдей температурада 15 минут қалдырады. Қоспа кері тоңазытқышы бар түбі дөңгелек колбаға құйылады және азот бөлінгенше су моншасында қыздырылады. Қоспаға 10% -дық 32 мл натрий гидроксидін қосып сілтілендіреді және йодбензолды сол су буынан айдап алады. Алынған қоспасы бөлгіш сүзгіде (воронкада) бөліп, кальций хлоридімен кептіреді және  $189\text{-}190\text{ }^{\circ}\text{C}$  бу температурасында тазартады.

### Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар

1. Несепнәр не үшін қолданылады?
2. Реакциондық масса не себепті сілтімен шайылады?
3. Су буымен айдаудың негізгі принциптері.
4. Диазоний тұздарымен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік техникасы

## Зертханалық жұмыс № 15

**Нитроқосылыстарды аминдерге дейін тотықсыздандыру реакциялары.**

### Анилин

*Курстың бөлімдері.* Ароматты аминдерді алу әдістері және химиялық қасиеттері. Өнеркәсіпте қолдану.

## Теория бойынша сұрақтар

1. Нитробензолды тотықсыздандыру әдістері. Мета-динитробензолды жартылай тотықсыздандыру. Өнеркәсіпте қолданылатын тотықсыздандыру әдістері.

2. Қышқыл ортадағы нитроқосылыстарды тотықсыздандыру механизмі (ТТР теңдеуін елестетіп көріңіз).

3. Қышқыл және сілтілік ортадағы нитроқосылыстарды тотықсыздандыру реакциясының аралық өнімдері.

4. Анилинді қолдану.

5. Анилиннің химиялық қасиеттері (тұз тұзу, ацетилдену, азот қышқылымен өзара әрекеттесу және т.б.), ароматты циклдегі орынбасарлардың негізділікке әсері.

6. Ароматты аминдердегі  $S_E$   $A_r$  реакциялары.

**Жұмыс әдістері:** су буымен айдау, (ВЫСАЛИВАНИЕ тұздау), экстракция,

Қайнау температурасы жоғары сұйықтықтарды айдау, диэтил эфирмен жұмыс істеу ерекшеліктері

## Синтез әдістемесі

Бастапқы қосылыстар

Нитробензол 12 мл

Тұз қышқылы (конц.) 80 мл

Түйіршіктелген қалайы 29 г

Натрий гидроксиді 40 г

Сыйымдылығы 250 мл ауа тоңазытқышы (воздушный холодильник) бар түбі дөңгелек колбаға түйіршіктелген қалайы мен нитробензол салады. Қоспаға кішкене бөліктермен (1-2 мл-ден) тұз қышқылын қарқынды араластыра отырып, қосады. Осындай әдіспен 10 мл қышқыл қосқаннан кейін бөлікті 7-10 мл дейін арттырады. Егер реакция қарқынды жүрсе, колбаны су моншасында салқындатады.

Қышқылдың барлық мөлшерін құйғаннан кейін қоспаны қайнаған су моншасында жарты сағат қыздырады, содан кейін жарты сағат қайнатады. Араластыру және салқындату кезінде қажет болған жағдайда 40 г натрий гидроксидінің ерітіндісін 50 мл суда сілтілік реакцияға дейін қосады және бумен айдайды. Дистиллятқа натрий хлоридін қаныққанға дейін қосып және диэтил эфирімен экстракциялайды. Эфир экстракциясының өнімдерін қатты натрий гидроксидімен кептіреді. Эфирді айдайды. (диэтилді эфирмен жұмыс істеу кезіндегі сақтық шараларын ұмытпаңыз!). Бұдан әрі анилинді айдап, 180-185 °С аралығында қайнаған фракциясын жинайды



### Синтез әдістемесі бойынша сұрақтар

1. Неліктен анилинді қышқыл реакция массасынан бумен қалайы немесе темірмен тотықсыздандырғаннан кейін бірден шығаруға болмайды?
2. Су буымен айдаудың физикалық негіздері, аппаратуралық ресімдеу. Қандай жағдайларда су буымен дистилляцияны қолдануға болады?
3. Бумен қандай қосылыстар шығарылуы мүмкін: ацетон, анилин, фенол, нитробензол, этанол?
4. Су ерітінділерінен экстракция жасау кезінде экстрагенттерге қойылатын талаптар.
5. Неліктен ерітіндіні экстракция алдында ас тұзымен қанықтырады?
6. Сұйықтықты кептіру кезінде *кептіргішті (осушитель)* таңдау принциптері. Анилин ерітіндісін эфирде кептіру үшін кептіргіштердің қайсысын қолдануға болады?
7. Диэтил эфирінің химиялық қасиеттері және өрт қауіптілігі.
8. Жоғары температурада қайнайтын сұйықтықтарды айдау.
9. Анилиннің уыттылығы, күйдіргіш сілтілермен, қышқылмен, жеңіл ұшатын сұйықтықтармен және су буымен жұмыс жасау барысындағы қауіпсіздік техникасы.

### Зертханалық жұмыс № 16

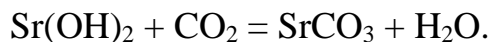
#### Стронций карбонатының синтезі (SrCO<sub>3</sub>)

**Қасиеттері:** түссіз ромб тәрізді кристалдардан тұратын ақ ұнтақ. Тығыздығы. 3,70 г / см<sup>3</sup>

929°С температурасында алтыбұрышты модификацияға ауысады. Балқу температурасы 1497°С (СО<sub>2</sub> 60 бар қысыммен). Қызған кезде SrO және СО<sub>2</sub>-ге ыдырайды (1211° С- та СО<sub>2</sub> қысымы 760 мм сынып бағанасына дейін көтеріледі.) Реактив суда ерімейді (ЕК = 1,1×10<sup>-10</sup>), қышқылдарда жақсы ериді.

#### **Дайындалуы:**

1. Препаратты стронций гидроксидінің ерітіндісінен көмірқышқыл газымен тұндыру арқылы алуға болады:



Sr(OH)<sub>2</sub> ерітіндісіне SrCO<sub>3</sub> тұнбасы түзілгенне дейін таза СО<sub>2</sub> өткізеді. Содан кейін қоспаны жартылай түзілген Sr(НСО<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ыдырату үшін 30 минут қайнатады. SrCO<sub>3</sub> тұнбасын Бюхнер воронкасы арқылы сүзіп, сумен шайып 150-200° С кептіреді. Шығымы 100%

2. Техникалық стронций карбонатын қоспадан тазарту үшін Ва<sup>2+</sup> стронций гидроксидімен ерітіндіге ауыстырылады: ВаСО<sub>3</sub> + Sr(OH)<sub>2</sub> = SrСО<sub>3</sub>↓ + Ва(OH)<sub>2</sub>.

95-97°С температурасында 20 г SrCO<sub>3</sub> (1,4 г/л) 3 сағат араластырады.

/Ерітіндінің көлемін шамамен 1 кг SrCO<sub>3</sub> (техн) үшін 13 г Sr(OH)<sub>2</sub>×8H<sub>2</sub>O үшін 13 г есепте алады./Тұнба сүзгіден өткізіліп, сумен мұқият жуылады және 100 ° С температурада кептіріледі. Дайын болған препарат құрамында шамамен 57% SrO, 0,03 % аспайтын BaO болады.

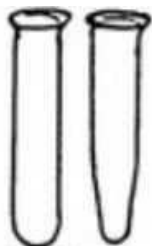
## Қосымша А

Кесте 1А - Зертханалық жұмыстардың орыс тіліндегі түпнұсқасына сілтемелер

Тақырыптар	Зертханалық жұмыс	Әдеби сілтеме
Хромкалий ашудасының (квасцы) синтезі ( $KCr(SO_4)_2 \times 12H_2O$ )	Жұмыс №7	Шүрдімов Г.К., Тхашоков Н.И., Хакулов З.Д., Шүрдімов Б.К. Практикум по неорганическому синтезу. Часть I
Темір (III) сульфатының синтезі ( $Fe_2(SO_4)_3$ ; $Fe_2(SO_4)_3 \times 9H_2O$ )	Жұмыс №8	
Темір нейтратының синтезі (III) $Fe(NO_3)_3 \times 9H_2O$	Жұмыс №10	
Хром оксидінің синтезі (III) ( $Cr_2O_3$ )	Жұмыс №18	
Барий хроматының синтезі ( $BaCrO_4$ )	Жұмыс №24	
Мыс (II) дигидрокарбонатының синтезі $Cu_2(OH)_2CO_3$	Жұмыс №30	
Натрий бихроматының синтезі ( $Na_2Cr_2O_7 \times 2H_2O$ )	Жұмыс №32	
Хром (VI) оксидінің синтезі ( $CrO_3$ )	Жұмыс №41	
Стронций карбонатының синтезі ( $SrCO_3$ )	Жұмыс №9	
Альдегидтер мен кетондардың қатысуымен болатын реакциялар	Жұмыс № 6.2	
Магний-органикалық қосылыстардың көмегімен жүретін синтездер	Жұмыс № 6.3	
Диазонийдің хош иісті тұздарының синтезі және реакциясы	Жұмыс № 6.6	
Кнорр бойынша пирролдың синтезі (3,5 бис (этоксикарбонил)-2,4 диметилпиррол)	Жұмыс № 7.1	
Электрофильді хош иісті алмастыру реакциясы	Жұмыс № 6.4	
Йодбензол синтезі	Жұмыс № 9.1	
Нитро қосылыстарын аминдерге дейін тотықсыздану реакциялары	Жұмыс № 6.5	

# Қосымша Б

## Химиялық ыдыстар



пробиркалар



Химиялық коронкалар мен ұстағыштар



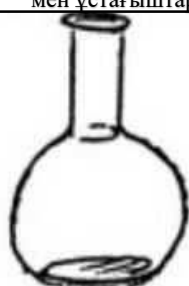
шайғыш



Эрленмейер конустық колбалары



Химиялық стақан



жалпақ түпті колба



Бунзен колбасы



Кристаллизатор



Алонж



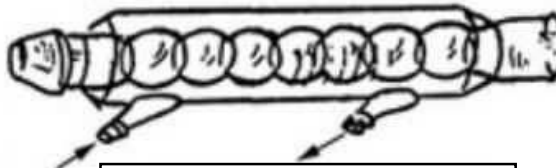
Либих тоңазытқышы



Эксикатор



түбі дөңгелек колба



Кері тоңазытқыш



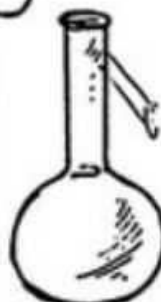
Тищенко жуу сауыты



Вульф жуу сауыты



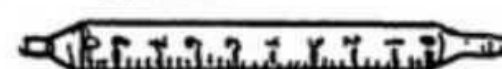
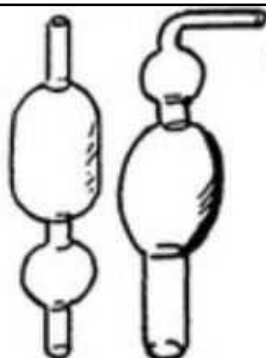
Дрексель жуу сауыты



Вюрц колбасы



Клайзен колбасы



пипеткалар



Кьельдаль колбасы



1 – пробиркалар; 2 – стақандар; 3 – түбі жалпақ колба; 4 – Эрленмейер конустық колба; 5 – түбі дөңгелек колба; 6 – Кляйзен колба; 7 – екімойынды колба; 8 – үшмойынды колба; 9, 10 – Вюрц колбалары; 11, 12 – Вюрц пробиркалары; 13 – реторга; 14 - жалғастырғыш тетік (перходник); 15 – ұшайыр (троиник); 16 – бюкс; 17 – сағат әйнегі (часовое стекло); 18 – Петри тостағаны; 19 – химиялық воронка; 20 – сусымалы (сыпучие) заттарға арналған воронка; 21 – шыны сүзгіш түбі бар воронка; 22 – ұзын воронка; 23, 24 – тамшылатқыш воронкалар; 25 – белгіш воронка; 26 – Либих тоңазытқышы; 27 – аллонж; 28, 29 – өрмекшілер; 30 – шарлы тоңазытқыш; 31 – дефлегматор; 32 – аудау аспабы; 33 –U-тәріздес түтік; 34 – хлоркальцийлө түтік; 35 – кептіргіш баған; 36 – Мюнке шайғышы; 37 – Мюнке воронкасы

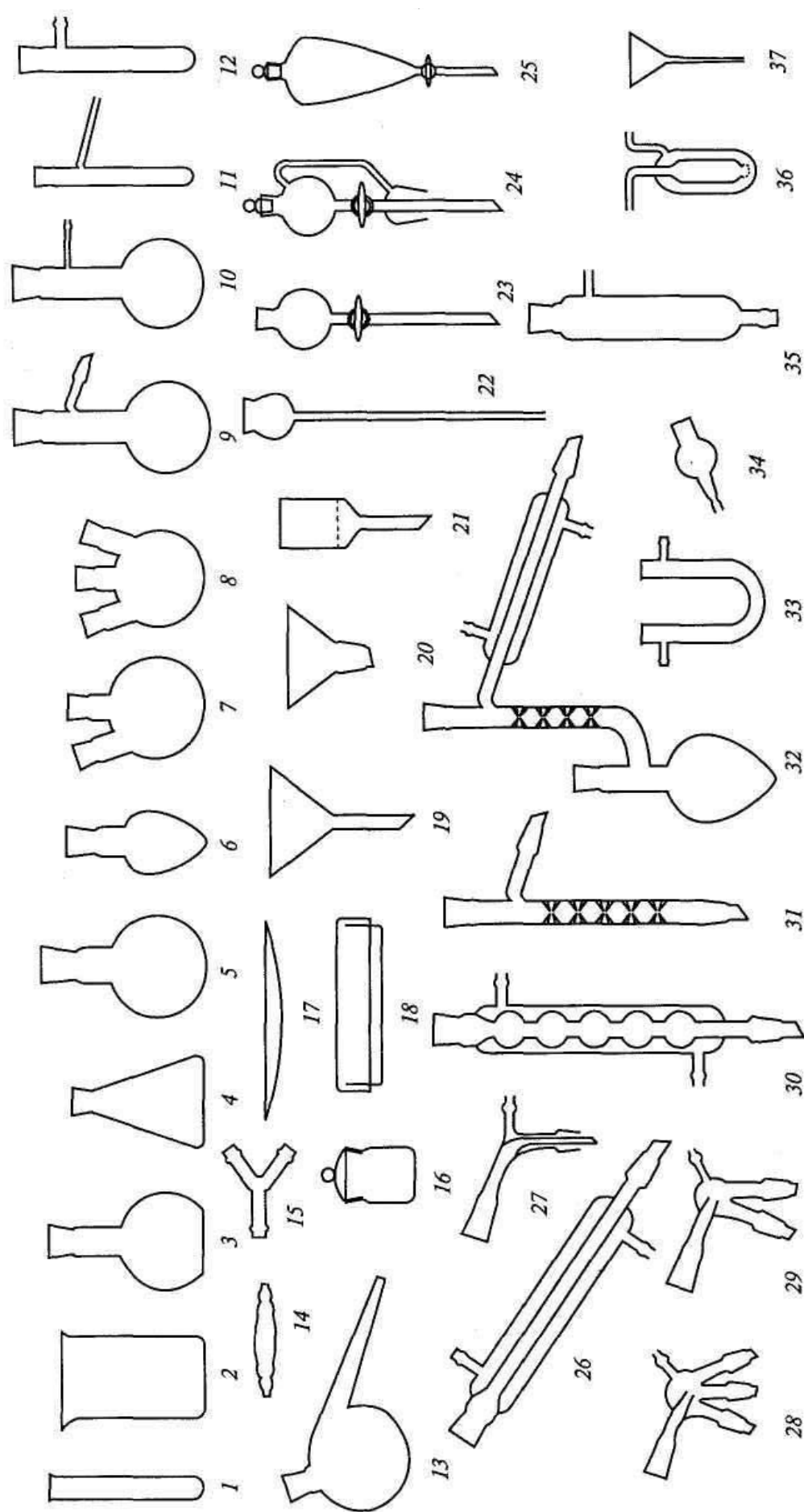
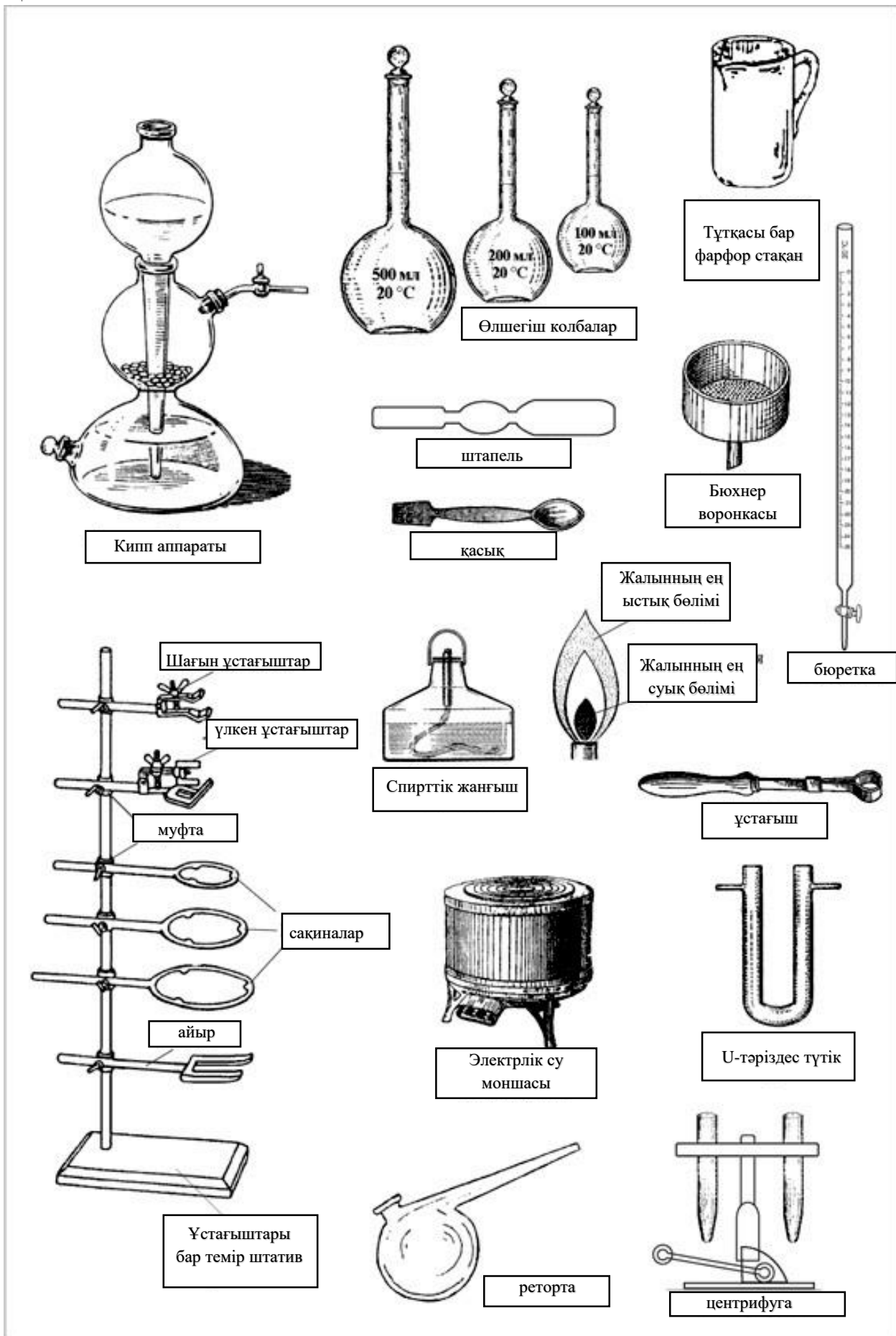


Рис. . Стеклянная химическая посуда:

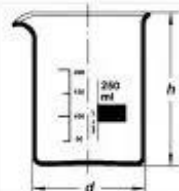
1 — пробирка; 2 — стакан химический; 3 — колба плоскодонная; 4 — колба коническая (Эрленмейера); 5 — колба круглодонная; 6 — колба Клайзена; 7 — колба двугорлая; 8 — колба трехгорлая; 9, 10 — колбы Вюрца; 11, 12 — пробирки Вюрца; 13 — реторта; 14 — переходник; 15 — тройник; 16 — бюкс; 17 — часовое стекло; 18 — чашка Петри; 19 — воронка химическая; 20 — воронка для сыпучих веществ; 21 — воронка со стеклянным фильтрующим дном; 22 — воронка длинная; 23, 24 — капельные воронки; 25 — воронка делительная; 26 — холодильник Либиха; 27 — аллонж; 28, 29 — «пауки»; 30 — холодильник шариковый; 31 — дефлегматор; 32 — прибор для перегонки; 33 — U-образная трубка; 34 — хлоркальциевая трубка; 35 — колонка осушительная; 36 — промывалка Мюнке; 37 — воронка Мюнке

Қосымша Б жалғасы





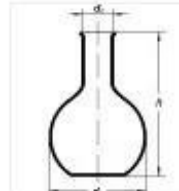
Ұстағышы бар төмен стақан



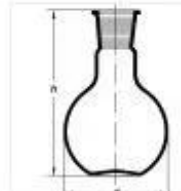
төмен стақан



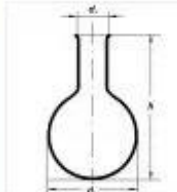
биік стақан



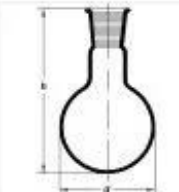
Түбі жалпақ қолба



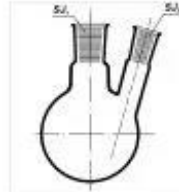
Шлифі бар түбі жалпақ қолба



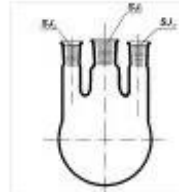
Түбі дөңгелек қолба



Түбі дөңгелек қолба



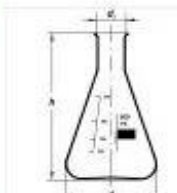
Екімойынды түбі дөңгелек қолба



Үшмойынды түбі дөңгелек қолба



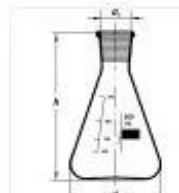
Кьельдаль қолбасы



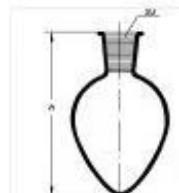
Конустық қолба



Кеңмойынды конустық қолба



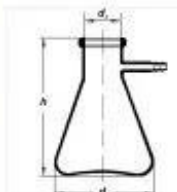
Шлифі бар конустық қолба



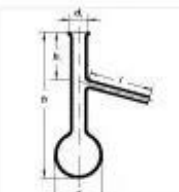
Жүрек тәріздес қолба



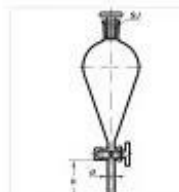
Шлифі бар алмұрт тәріздес қолба



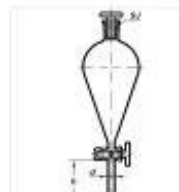
Бунзен қолбасы



Бүйірлік бұруы бар Энглер қолбасы



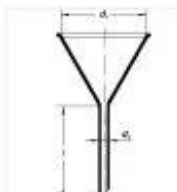
алмұрт тәріздес воронка



Тефлон қраны бар алмұрт тәріздес



Цилиндрлік воронка



Қысқа сабақты воронка



сузгіш воронка



Дрексель сауыты



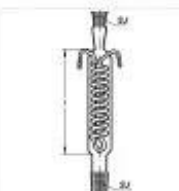
Кипп газ генераторы



Тура тоназытқыш



Шарлы тоназытқыш



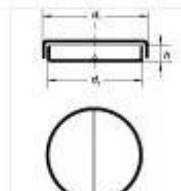
Спиральді тоназытқыш



Қоңырау тәріздес сауыт



су ағысты сорғы



Петри тостағаншасы



## Қосымша С

Кесте С1 - Органикалық сұйықтықтарды кептіруге арналған кептіргіштер

Құрғатқыштар	Құрғатқыш қолданылатын заттар	Құрғатқышты қолдануға болмайтын заттар	Ескерту
$P_2O_5$ ( $P_4O_{10}$ )	Бейтарап және қышқыл газдар, көмірсутектер, галогенді көмірсутектер, қышқыл ерітінділері, күкіртті көміртек, эксикаторларда құрғатқыш ретінде	Спирттер, жай эфирлер	Бұлыңғыр, газдарды кептіру кезінде кептіргішті толтырғышпен араластыру керек
$H_2SO_4$	Бейтарап және қышқыл газдар, эксикаторларда құрғатқыш ретінде	Қанықпаған қосылыстар, спирттер, кетондар, негіздер	Жоғары температурада заттарды вакуумда кептіру кезінде қолданылмайды
$CaO$ , $BaO$	Бейтарап және негізгі газдар, аминдер, спирттер, жай эфирлер	Альдегидтер, кетондар, қышқыл заттар	Әсіресе газдарды кептіру үшін жиі қолданылады
$NaOH$ , $KOH$	Аммиак, аминдер, жай эфирлер, көмірсутектер	Альдегидтер, кетондар, қышқыл заттар	-
$K_2CO_3$	Кетондар, аминдер, спирттер	Қышқыл заттар	-
$Na$	Көмірсутектер, жай эфирлер, үшіншілік аминдер	Галогенді көмірсутектер, спирттер, фенолдар, қышқыл заттар, тотықтырғыштар	Құрғағатқаннан кейінгі қалдықтарды тек спирттермен ыдырату
$CaCl_2$	Көмірсутектер, кетондар, жай эфирлер, алифатты және хош иісті галоген туындылары	Спирттер, аммиак, аминдер	Құрамында негізгі сипаттағы қоспалар бар
$MgSO_4$ , $Na_2SO_4$ , $CaSO_4$	Альдегидтер, кетондар, қышқылдар, галоген туындылары, күрделі және жай эфирлер, қышқыл немесе негізгі кептіргіштердің әсерінен өзгертін заттардың ерітінділері	-	-
$Mg(ClO)_4$	Газдар, оның ішінде аммиак	Оңай тотығатын органикалық сұйықтықтар	
Силикагель	Эксикаторларда құрғатқыш ретінде	-	Еріткіштің қалдық мөлшерін сіңіреді

## Глоссарий

*Автоклав* - қысыммен жабық көлемде физика-химиялық процестерді жүргізуге арналған құрылғы (химиялық реактор).

*Автопротолиз* (самоионизация сұйықтықтардың) – Протонды бір молекуладан екіншісіне молекулалары полярлы кез келген сұйықтыққа беру. Бұл процестің тепе-теңдігі иондардың тепе-теңдік концентрациясының көбейтіндісіне тең автопротолиз константасымен сипатталады. Су автопротолиз константасы-судың иондық өнімі

*Адсорбция* – Қатты зат-адсорбент бетіндегі заттың газдан немесе ерітіндіден шоғырлануы. Ең танымал адсорбенттер: белсенді көмір, силикагель, алюмогель, цеолиттер. Адсорбция ауаны зиянды қоспалардан тазарту үшін (газ маскаларында және өнеркәсіптік процестерде), көмірсутекті газдарды тазарту және бөлу, майларды тазарту және т.б. физикалық адсорбция, химосорбция және капиллярлық конденсацияға бөлінеді.

*Ареометр* - сұйықтар мен ерітінділердің тығыздығын өлшеуге арналған, қалтқы түрінде жасалған аспап (төменде жүк және бөлімдері бар түтік). Гидрометрдің сұйықтыққа немесе ерітіндіге батыру тереңдігінде олардың салыстырмалы тығыздығы анықталады.

*Ашуда* (квасцы) – құрамында моновалентті металдардың (Na, K, Rb және т.б.) катиондары және  $\text{NH}_4^+$  аммоний және үшвалентті металдардың (Al, Cr, Fe және т. б.) Қос тұздарының кристалл гидраттары, мысалы,  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -алюмокалийлі ашудасы.

*Декантация* - қатты заттектерді сұйықтардан (немесе сұйық заттармен араласпайтын өзге сұйық заттардан) айырып алу процесі. Бұл аморфтық сүзілмейтін, дегенмен тез тұнатын тұнбаларды жуумен, сонымен қоса тұнбаларды жуу немесе қатты ұсақ шикізаттан еритін зат тектерді ажыратып алумен қосарластыра қолданылады.

*Жану* - экзотермическая тотығу реакциясы заттар, сопровождающаяся кем дегенде бірі үш факторлар: жалын, свечением, бөле түтін.

*Ингибитор* - химияда-химиялық реакциялардың жылдамдығын төмендететін немесе оларды басатын зат. Ингибиторлар жағымсыз процестерді болдырмау немесе бәсеңдету үшін қолданылады: металдардың коррозиясы, полимерлердің қартаюы, отын мен майлау майларының тотығуы, тамақ майлары және т. б.

*Кларк* - жер қыртысында, кез-келген планетада, күнде, ғарыш кеңістігінде және т.б. химиялық элементтің орташа салыстырмалы мөлшері; массалық немесе атомдық пайызбен көрсетілген.

*Концентрат* - қарапайым және күрделі заттарды алу процесінде кез-келген шикізатты байыту өнімдеріне қатысты техникалық термин; мысалы,

темір рудасы концентраты темір алу процесіне тікелей бағытталған темір рудасын байыту өнімі деп аталады.

*Полимер* - үлкен молекулалық массасы бар зат, оның молекулалары (макромолекулалар) көптеген қайталанатын топтардан тұрады (мономер байланыстары). Шығу тегі бойынша полимерлер табиғи және синтетикалық болып бөлінеді.

*Химиялық синтез* - бұл қарапайым молекулалардан күрделі молекулаларды құру процесі. Өнеркәсіпте химиялық синтез көмегімен химиялық қосылыстар химиялық және физикалық әдістермен алынады.

## Қолданылған әдебиеттер тізімі

1. Шурдумов Г.К., Тхашоков Н.И., Хакулов З.Л., Шурдумов Б.К. Практикум по неорганическому синтезу. Часть I. - Нальчик: Каб.-Балк. ун-т, 2003. – 47 с.
2. Органический синтез : практикум / Е. Н. Уломский, Э. В. Носова, И. А. Утепова [и др.] ; под общ. ред. И. А. Утеповой ; Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Уральский федеральный университет. —Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2020. — 114 с.
3. Бунев А. С. Химия гетероциклических соединений : лабораторный практикум / А. С. Бунев, В. Е. Стацюк. — Тольятти : Изд-во ТГУ, 2013. — 71 с.
4. Қайырбеков Ж.Қ., Әубәкіров Е.А., Ташмұхамбетова Ж.Х., Мылтықбаева Ж.К. Жалпы химиялық технологияның практикумы. Издательство: Казахский национальный университет им. аль-Фараби, 2011
5. Қайырбеков Ж.Қ., Әубәкіров Е.А., Мылтықбаева Ж.К. Жалпы химиялық технология, 2014
6. Алмагамбетова М.Ж., Еркебаева Г.Ш., Бегалиева Р.С., Джанаисова Г.Ш. Органикалық заттардың химиялық технологиясы. /Оқу құралы. – Орал: Жәңгір хан атындағы Батыс-Қазақстан аграрлық-техникалық университеті, 2014. – 110 б.
7. Құлажанов К.С., Алмабеков О.А., Нұралы Ә.М. Органикалық заттардың химиялық технологиясы, Алматы: Дәуір, 2012, 328 б.
8. Асаубеков М.Ә. Органикалық және жоғары молекулалық қосылыстар химиясы. Зертханалық жұмыстарға арналған әдістемелік нұсқау. – Алматы: ҚазҰТУ, 2012. – 1–21 б.
9. Абдыкалыкова Р.А. Рахметуллаева Р.К. Органикалық заттардың химиясы мен физикасы: оқу құралы. 2011. - 177 б.