**КАСЫМ ТЫНЫСТАНОВ АТЫНДАГЫ
ЫСЫК-КӨЛ МАМЛЕКЕТТИК УНИВЕРСИТЕТИ**

**Табият таануу факультети
Факультет естествознания**

**Химия кафедрасы
Кафедра химии**

Г.А. Жумабаева, М.А. Мерканова

Органикалык химиядагы изилдөөнүн физикалык-химиялык ыкмалары

5-Курстун студенттери үчүн органикалык химиядагы изилдөөнүн физикалык-химиялык ыкмалары боюнча кыскача усулдук колдонмо

Физико-химические методы исследования в органической химии

Краткое руководство для лабораторного практикума по физико-химическим методам исследования в органической химии для студентов 5 курса

Каракол – 2010

УДК 547 ББК 24.2 Ж 88	

Рецензент: к.т.н., доцент А.У. Дейдиева
к.х.н. Жумабаева Г.А.
окутуучу: Мерканова М.А.

Жумабаева Г.А., Мерканова М.А.

Ж 88 Изилдөөнүн физикалык-химиялык методдору: Кыскача усул. колдонмо изилдөөнүн физикалык-химялык методдору б-ча күндүзгү бөлүмдө окуган студ. үчүн лабораториялык практикум. К.Тынстанов ат. ЫМУ. –Каракол: 2010 - 56 б. текст кыргызча, орусча тилинде.

ISBN 978-9967-441-01-0

Берилген практикумдун максаты жаңы ачылган органикалык заттарды бөлүп алуу, тазалоо жана анализдөө, алардын тазалык даражасын табуу, физика-химиялык туруктуу сандарды аныктоо жана коошулмалардын түзүлүшүн далилдөө ыкмалары менен студенттерди тааныштыруу болуп саналат.

Ар бир лабораториялык ишти аткаруунун алдында студенттер жумушчу программа боюнча лабораториялык ишке дал келген теориялык коллоквиумду тапшыруусу керек.

Методикалык көрсөтмө студенттердин өз алдынча иштерин уюштурууга арналган. Көрсөтмөдө жаңы ачылган органикалык заттарды бөлүп алуу, тазалоо жана анализдөө, алардын тазалык даражасын табуу, физика-химиялык туруктуу сандарды аныктоо жана коошулмалардын түзүлүшүн далилдөө ыкмалары менен студенттерди тааныштыруу болуп саналат.

Методические указания предназначены для организации самостоятельной работы студентов. В руководстве к практическим работам по органической химии дано описание современных методов разделения, очистки и анализа органических веществ, установления степени их чистоты, определения физико-химических констант и доказательства строения соединений.

Перед выполнением каждой лабораторной работы студенты сдают теоретический коллоквиум по соответствующей части рабочей программы.

Ж 17 05 000000-09
ISBN 978-9967-441-04-0

УДК 547
ББК 24.2
© Жумабаева Г.А., Мерканова М.А., 2010.
@ К.Тыныстанова ат. ЫМУ, 2010.

КИРИШҮҮ

І БӨЛҮМ
ХРОМАТОГРАФИЯЛЫК АЖЫРАТУУ, ТАЗАЛОО ЫКМАЛАРЫ ЖАНА ОРГАНИКАЛЫК ЗАТТАРДЫН АНАЛИЗИ

Азыркы убакта ажыратуу, тазалоо, бөлүп чыгаруу жана идентификациялоо хроматографиялык ыкмалары эң жогорку эффектүүлүгүнө жана жөнөкөйлүгүнө байланыштуу маанилүү деп эсептелинип, кеңири колдонулат. Бул ыкма эки фазалуу системадан өтүүдө заттардын түрдүү кыймылдуулугуна негизделген. Анын себеби болуп фазанын компонентери менен заттар ар кандай өз ара аракетенишүүдө болушу мүмкүн.

Хроматографиялык ыкмалары негизги үч түргө бөлүнөт: адсорбциялык, бөлүштүрүү жана ион-алмашуу.

Кыймылдоо фазанын агрегаттык абалына жараша төмөнкүгө бөлүнөт:

1. *газ хроматография, ал өз учурунда газадсорбциялык жана газсуюктук хроматографияга бөлүнөт;*
2. *суюктук хроматографиясы.*

Жылбас фазанын сорбциялык катмарынын геометриясы боюнча *колонкалык* жана *пластинкалык* хроматографияга бөлүнөт.

Пластинкалык хроматографияга *жука катмарлуу* жана *кагаз түрүндөгү хроматография* кирет.

Колонкалык хроматографияга *капиллярдык хроматография* кирет.

Бөлүнүүчү аралашманын колонка аркылуу жылуу ыкмасы боюнчат хроматография төмөнкү түрлөргө бөлүнөт:

-*чыгарып алуучу;*

-*фронталдык;*

-*сүрүп чыгаруучу.*

Эң көп колдонуучу чыгарып алуучу хроматографияда анализдөөнүчү аралашманы кыймылдоочу фазанын агымына мезгил мезгили менен киргизүү керек; колонкада аралашма өзүнчө компоненттерге бөлүнөт, алардын арасында жылып туруучу фазанын зоналары бар болот.

Фронталдуу вариантта жылып туруучу фаза бөлүнүп алынуучу заттар менен бирге тынымсыз колонкага берилет; бул учурда биринчи эң аз сорбцияланган компонентти гана таза абалда алууга мүмкүн. Экинчи жана кийинки зоналарда эки жана андан көп компонент бар болот.

Сүрүп чыгаруучу хроматографияда колонкага бөлүп алынуучу аралашмадан кийин сүрүп чыгаруучу деп аталган затты киргизишет, ал анализденип жаткан компонеттерге караганда жакшы сорбцияланган зат, ошондуктан бир бирине жакын жайгашкан бөлүнүүчү заттардын зоналары пайда болот.

Фронталдуу жана сүрүп чыгаруу варианттарда жүргүзүү тажрыйбанын алдында колонканы регенерация кылуу керек.

Хроматоргафиялык процессти мүнөздөөчү эң негизги критерийлер деп-кармоо, эффективдүү жана бөлүштүрүү даражасы болуп эсептеленет.

Физикалык принциптери боюнча хромотографиялык ыкмалары төмөндөгүчө бөлүнөт. Алар:

- *бөлүштүрүү (кошулманы эки эриткичтин арасынан бөлүү);*
- *адсорбциялык (адсорбент жана эриткичтин арасынан бөлүү);*
- *бөлүп чыгаруу (адсорбент аркылуу кармалган затты башка зат аркылуу сүрүп чыгаруу)* болот.

Хроматография аркылуу заттардын физикалык-химиялык мүнөздөмөлөрүн аныкташат:

- *бөлүнүү коэффициенти;*
- *эрүү жылуулугу;*
- *адсорбцияны;*
- *комплекстүү бирикмелердин туруктуулук константасын;*
- *газ жана суюк фазалардын диффузия коэффициенттерингомогендүү жана гетерогендүү каталитикалык реакциялардын кинетикасын изилдөөдө.*

Кагаз аркылуу жургүзгөн хроматография анализдөөчү аралашманын компоненттери кагаз аркылуу эриткичтин агымындагы жылган ылдамдыгынын айырмасына негизделет.

Изилдөөчү эритменин бир тамчысын (1-10 мл) атайы ылайыкташкан кагазга тамчылатып койсо, бул кагаз аркылуу капиллярдуу жана гравитациялуу күчтөрдүн таасири менен эриткич жылуу керек. Экспериментти герметикалык идиште, эреже боюнча айнек идиште жүргүзүү керек. Кагаз кыймылсыз фазанын инерттүү (мисалы, бөлүштүрүүчү жана чөкмө кагаз хроматографиянын), же активдүү кыймылсыз фазанын (адсорбциялык жана ионалмашуу кагаз хроматографиясын) алып жүрүүчүсү болушу мүмкүн.

Көп жолу кайталанган экстракция жана сорбция актылары кайталанган учурда компоненттердин жылуу ылдамдыгы айырмаланганына байланыштуу *бөлүштүрүүчү кагаз хроматографияда* бөлүнүү процессии жүрөт. Суу же туздардын эритмелери ал эми кыймылдуу фаза болуп кислоталардын эритмелери жана органикалык эритмелердеги (спирт, кетон, эфир жана башкалар) комплекс бирикмелерин пайда кылуучу заттар болуп чыгат. Кайталанма фазалар ыкмасында кагазды алдын ала экстрагенттер менен (мисалы, трибутилфосфат, триоктиламин) иштетилип, ал эми органикалык эмес кислоталардын жана туздардын суудагы эритмелери жылуучу фаза катарында колдонулат. Компонеттердин жылуу ылдамдыгы алардын бөлүштүрүүчү коэффициентинен жана кыймылдуу жана кыймылсыз фазалардын көлөмдөрүнүн катышына көз каранды. Бөлүштүрүүчү кагаз хрома-

тография ыкмасы асыл металлдардын аралашмасын, фенолдор, пептиддер, синтетикалык БАЗ ж.б. анализдөөдө жана бөлүп алуусунда колдонулат.

Чөкмө кагаз хроматографияны органикалык эмес же болбосо органикалык чөкмө түшүрүүчү (мисалы $AgNO_3$ эритмеси – галогенид жана раданид иондорду бөлүсүндө) эритмелери менен импрегниренген кагаздын бетинде жүргүзүү керек. Пайда болуучу продуктылардын эриткич көбөйтүндүсү аркылуу компонеттердин кыймылдоо ылдамдыгы аныкталат. Чөкмө кагаз хроматографиясы негизинен эритмелердеги аниондорду аныктоо үчүн колдонулат.

Адсорбциялуу кагаз хроматографияда кыймылдаган фаза аркылуу суу жана органикалык эмес кислоталардын, үелочтордун жана туздардын суудагы эритмелери колдонулат. Бул түрдөгү кагаз хроматография негизинен гидролиз, гидролитикалык полимеризация жана комплекс пайда болуусун изилдөөдө колдонулат.

Ион алмашуу кагаз хроматография атайы даярдалган кагаз аркылуу жүргүзүлөт. Атайын даярдалган кагазды иониттердин суспензиялары менен (мисалы, ион алмашуучу чайырлар) же болбосо ион алмашуу касиеттүү экстрагенттери менен (мисалы, ди-2-этилгексилфосфат, целлюлозаны кычкылдандыруу жана этерификация ж.б. ыкмалар аркылуу) нымдаштыруу жолу аркылуу алынат. Ион алмашуу кагаз хроматография радиоизотопторду бөлүп алууда, иондорду пайда кылуучу органикалык жана органикалык эмес заттарды бөлүп алууда жана эритмелердеги иондорду изилдөөдө колдонулат.

Кагаз хроматографиянын бардык вариантарында компоненттердин зонасынын жайгашуусу R_f чоңдугу менен мүнөздөлөт, бул чоңдук заттын зонасынын жылган жолу эриткичтин фронтунун жылган жолуна караштуу. R_f чоңдугу ар бир зат үчүн туруктуу сан, жана бул аларды аныктоо үчүн колдонулат.

Препаративдүү хроматография таза затты (кошулмасы 0,1%ден жогору болбогон) алуу үчүн хроматографиялык ыкмаларды жана аппараттарды иштеп чыгуусун жана алардын колдонуусун камтыйт. Препаративдүү хроматографиянын өзгөчөлүгү болуп хроматографиялык чоң диаметрлүү (1-30 см) колонкаларды жана компонеттерди чыгаруу жана чогултуу үчүн атайлашкан жабддууларды колдонуусу эсептелет. Лабораторияда 8-15 диаметрлүү колонкаларда 0,1-10 г затты бөлүп алууга мүмкүн, ал эми диаметри 10-20 см болгон жарым өндүрүштүк жабдуулардан болсо- бир нече килограммды бөлүп алууга болот.

Колонканын диаметри чоң болгон үчүн колонканын кесиминде сорбенттин тыгыздыгы бирдей эмес, сорбция жана десорбциянын жылуулук эффектилери бөлүштүрүү процессине таасир кылып, ал эми сорбенттин жогорку катмарында бир убакытта пробанын чоң көлөмүн киргизүүгө

мүмкүн эмес. Бул факторлор препаратидүү колонкалардын эффектүүлүгүн төмөндөтөт, мисалы өнөр жайдагы установкалардын бийиктиги 2-4 мм ден төмөн эмес. Препаративдүү колонкалардын иштеп чыгуусу салыштырмалуу жогору эмес (10 $см^3$, $см^{-2}$, $саат^{-1}$ чейин) жана бул фактор бөлүштүрүүчү заттардын жаратылышынан жана сорбенттин көлөмүнө көз каранды.

Хромато-масс спектрометрия деген ыкма негизинен органикалык кошулмалардын аралашмасын изилдейт. Хромато-масс спектрометриянын негизинде колонкалык газ (же болбосо суюктук) хроматография жана масс-спектрометрия турат. Биринчи ыкманын жардамы менен аралашма өзүнчө компоненттерге бөлүнөт, экинчи ыкманын жардамы менен сандык анализ, идентификация жана заттын түзүлүшү аныкталат. Анализдөөчү аралашманы хроматографтын буулантекычына киргизилип, ал жерден бул буу түрүндө алып жүрүүчү газ менен бирге басым аркылуу хроматографиялык колонкага берилип, ал жерде бөлүнөт.

Колонкадан ар бир компонент алып жүрүүчү газдын агымы менен молекулярдык сепараторго берилет, бул жерде алып жүрүүчү газ бөлүнүп алынат. Басым бул жерде атмосфералыктан масс-спектрометрдеги иштеп жүрүүчү басымга чейин төмөндөйт (10^{-5}-10^{-3}Па). Молекулярдык сепараторлордун иштөө принциби алып жүрүүчү газдын жана анализденүүчү заттын молекулаларынын ар кандай кыймылына же болбосо алардын жарым өткөргүч мембрана аркылуу ар кандай өтүүсүнө негизделет.

Сепаратордон кийин зат масс-спектрометрдин ион пайда кылуучу жерге берилет. Ионизация ылдамдатылган электрондор, бирдей эмес электрон талаасы, газ-реагенттин иондору ж.б. аркылуу жүргүзүлөт. Пайда болгон иондордун саны берилип турган заттын санына пропорциялаш. Масс-спектрометрде орнотулган датчик аркылуу хроматограмманын жазуусу жүргүзүлөт. Ошентип, масс-спектрометр хроматорафтын детектору болуп иштейт. Хроматограмманын жазуусу менен бирдей хроматографиялык чокунун каалаган чекитинде масс-спектр чыгуусу мүмкүн, бул аркылуу туура келген компоненттин түзүлүшүн аныктоого мүмкүн.

Хромато-масс спектрометрия аркылуу жакшы бөлүнгөн эле чокуларды эмес, жакшы бөлүнбөгөн пиктерди да анализдөөгө мүмкүн. Анализдин тактыгы масс-спектрометрдин тактыгына барабар болот 10^{-6}-10^{-15} г.

№1 Лабораториялык иш

Тема: Жука катмарлуу хроматографияны жүргүзүү үчүн пластинкаларды даярдоо

Иштин максаты: Бул иштин максаты жука катмарлуу хроматографияны жүргүзүү үчүн пластиканы даярдоо болуп саналат.

Жабдылышы: Капрон элеги; айнек пластинкасы (аянты болжол менен 9•12 см болгон); капилляр; кювета; жука катмарлуу хроматографияга жабдылган эксикатор же кристаллизатор; атайын жасалган түзөткүч (валик).

***Химиялык реактивдер*:** Алюминийдин оксиди же силикагель, бензолдо эритилген стандарттуу азобоегучтардын пробалары, төрт хлордуу көмүртек.

Теориялык бөлүгү

Татаал биохимиялык кошулмаларды бөлүп чыгуу үчүн *хроматографияны* колдонууга зарыл. Практика учурунда ар кандай принциптер колдонулат. Колдонуулуп аткан ыкма боюнча колонкалык хроматографияны кагаз хроматографияны, жука катмарлуу, газ, суюктук, ион алмашуу, молекулалык элек аркылуу, же болбосо гель аркылуу жүргүзүлгөн болуп бөлүнөт.

Органикалык аралашмаларды бөлүп алууда хроматографиянын ар кандай ыкмаларын колдонуу мүмкүн болот.

Хроматографиялык ыкмалар ар кандай аналитикалык жана практикалык иштерде: реакциянын жүрүшүн көзөмөлгө алуу; продуктылардын жана реакцияга кирүүчү заттардын тазалыгын жана аныктыгын текшерүү үчүн; заттардын аралашмасын бөлүү үчүн колдонулат. Так жыйынтыкты алуу үчүн ар түрдүү кошулмалардын берилген сорбенттин адсорбциялуу күчүн жана алынган сорбентке тиешелүү ар кандай эриткичтердин элюирлик жөндөмдүүлүгүн эске алыш керек. Мисалы алюминий оксиди үчүн берилген тизмеде адсорбциялык күчүнүн өзгөрүшү төмөнкүдөй катар боюнча өзгөрөт:

$RH<ROR^1<RNO_2<R_3N<RCOOR^1<RNH_2<RNHCOOR^1<ROH<RCOOH$

ал эми элюирлик жөндөмдүлүгү болсо төмөнкү берилген катар боюнча: петролеин эфири< циклдүү гексан < CCl_4 <үч хлор этилен< CS_2 <PhMe < PhH < CH_2Cl_2 < $CHCl_3$ < Et_2O < EtOAc < Me_2CO < дихлорэтан < EtOH < MeOH < H_2O < пиридин < карбон кислотасы болот.

Тажрыйбалык бөлүгү

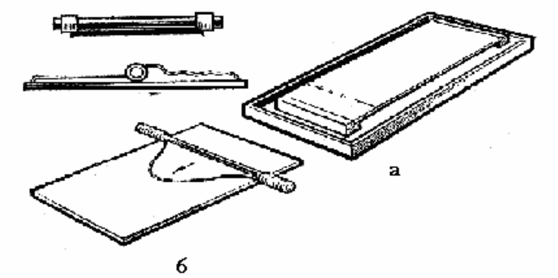
1.1. Бекитилбеген катмарлуу алюминий оксидинин пластинкасын даярдоо.

Алюминийдин оксиди абадагы нымдуулукту өзүнө тез сиңирип ала турган касиети үчүн адсорбентти бекем бекитилген идиште сактоо керек, жана сорбциялык касиетин убак убагы менен текшерип туруу керек.

1. Алюминийдин оксидин эки-үч катмарлуу капрон элегинен элеп алуу керек.

2. Эленген адсорбентти алдын ала таза жуулган, аянты болжол менен 9•12 см болгон айнек пластинкасына бир катмар кылып түшүрүш керек (1 сүр.). Атайын жасалган түзөткүч ыкмасы менен бул катмарды түздөө керек.

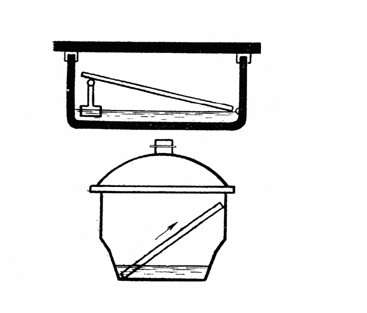
3. Пластиканын ылдыйкы бөлүгү жагынан 1,5-2 см аралыкта болгон бийиктикте стандартуу бензолдо эритилген азобоегучтун пробалары түшүрүлөт. Түшүрүлө турган чекиттер (тактар) бир тегиздикте, бирибиринен 1,5-2 см аралыкта болуш керек, аны түшүрүш үчүн алюминий катмарына чоюлуп тартылган жипти коюп, түшүрө турган чиймесин алат. Адсорбенттин катмарын бузбаш үчүн ар бир боегучту өзүнө тийиштүү каппиляр менен тиер тийбес кылып тамчылатуу керек.



1-Сүр. Алюминий оксидинин бекитилбеген катмарын пластинкага бекитүү ыкмасы (а-станок, б-атайын жасалган түзөткүч валик)

4. Алдын ала даярдалган пластиканы 1-1,5 см бийиктиктен жогору эмес төртхлордуу көмүртек куюлган кюветага бир аз жантык абалында жайгаштырылат. Жантыктын бурчу 20-30^0-тан ашпаш керек, себеби андан тик болсо сорбент пластикадан күбүлүп түшүп кетет. Пластиканын жантык бурчун тик кылбай жана аны кюветанын четтерине тийгизбей, пластиканы абдан этияттык менен кюветага коюш керек (2 сүр.).

Бул даярдалган кюветаны эксикатор же кристаллизаторго жайгаштырып, андан кийин эриткичтин нымдалуушу болбос үчүн аны шлифтелген капкак менен жабуу керек (2 сүр.).



2-Сүр. Жука катмарлуу хроматографияга атайын ылайыкташтырылган эксикатор.

Элюент пластинканын эң жогорку жагына көтөрүлүп жеткенден кийин аны этияттык менен сууруп чыгып, эриткичтин үстүңкү чегин белгилөө керек.

Кургатылгандан кийин кошулманын компонентеринин жана күбөлөрдүн

R_f функциясын (басаңдаткан факторду) аныктоо керек:

$$R_f = \frac{\text{баштапкы чекиттен заттын түшкөн тагынын ортосуна чейинки аралык}}{\text{эриткичтин баштапкы чекитиненүстүнкү чекке чейинки аралык}}$$

Түссүз заттардын хроматографиясын жүргүзгөндөн кийин пластинканы кургатып алып, жеңил адсорбциялануучу заттын атмосферасына коюлат. Бул шартта пластинкадагы таза сорбент боелуп, заттын тактары түссүз бойдон калат. Кээ бир учурда хроматограммалардын «ачылышында» сорбент менен заттар бир түскө боюлуп чыгышат, бирок чыккан түстүн өңдөрү башка болот. Мындай шартта «ачтыргыч» катары йоддун буусу колдонулат. «Ачтыргыч» идишине пластинканы салуунун алдында пластинканын үстүндөгү эриткичти буулантып, пластинканы кургак алуу керек. Эгерде йод пластинканын үстүнө эрисе, анда адсорбциянын өзгөчөлүгү бузулат. Кристаллдаштырылган йоддун идишине пластинка 5-10 минутага салынат. Андан кийин пластинканы алып таза абага коюп, ашыкча йоддун буулантып кургашын күтөт. Бир аз убакыттан кийин заттын тактарынын четтери тунук чыкканы байкалат.

Хроматографиялык изилдөөнү жүргүзүш үчүн активдүүлүгү III даражадан кем эмес болгон Al оксиди керектелет.

1 таблица: Al оксидинин активдүүлүгүнөн боегучтун R_f-нын көз карандылыгы

Боегуч	активдүүлүгү			
	I	II	III	IV
Азобензол	0.59	0.74	0.85	0.95
п-Метоксибензол	0.16	0.49	0.69	0.89
Судан I (1-(фенилазо)-2-нафтол	0.01	0.25	0.57	0.78

Адсорбенттин активдүүлүгүн жогорулатуу үчүн аны 4-5 саат 450-500^{0}С да ысытып, муздагандан кийин тез эле бекем жабылуучу идишке көчүрүп алынат. Андан кийин активдүүлүгүн дагы бир жолу текшерип алуу зарыл.

Текшерүү суроолору

1. Хроматографиянын кайсы үч негизги түрү белгилүү?

2. Хроматографиянын ыкмалары эмнеге негизделет?

3. Хроматографиянын ыкмалары менен кошулмаларды бөлүп алуу турмушта кандай колдонулат?

4. Кошулмалардын ар түрдүү класстарынын берилген сорбентке болгон адсорбциялык күчүн сынап алуусу, жана ар түрдүү эриткичтердин берилген сорбентке болгон элюиралык жөндөмү эмнеге керектелет?

5. Эмне үчүн адсорбентти бекем жабылган идиште сактап алып, бир нече убакыттан кийин анын сорбциялык касиетин текшерүү зарыл?

6. Хроматографиялык изилдөөлөрдү жүргүзүш үчүн бекитилбеген алюминий оксиди катмарлуу пластинканы кандай даярдоо керек?

7. Боегучтун R_f алюминий оксидинин активдүүлүгүнөн көз карандыбы?

8. R_f деген эмне жана аны кандай аныктоого болот?

9. Хроматографиялык изилдөөлөрдү жүргүзүү үчүн кандай алюминийдин оксидин колдонууга зарыл?

10. Жука катмарлуу хроматографияны жүргүзүү үчүн кандай эксикаторду колдонууга болот?

№ 2 Лабораториялык иш

Тема: Белгилүү эмес заттын тазалык даражасын аныктоо

***Иштин максаты*:** Белгилүү эмес заттын тазалык даражасын аныктоону студенттерге үйрөтүү.

***Жабдылышы*:** Капрон элегии, айнек пластинкасы (аянты болжол менен 9•12 см болгон), атайын жасалган түзөткүч (валик), капилляр, кювета, көлөмү 3-4 мл болгон айнек стакандары, жука катмарлуу хроматографияга жабдылган эксикатор же кристаллизатор.

***Химиялык реактивдер*:** Алюминий оксиди же силикагель, аныкталуучу заттардын эритмелери, алдын ала тандалган элюенттер (петролеин эфири, циклдүү гексан, үч хлордуу этилен, , CS_2, PhMe, PhH, CH_2Cl_2, $CHCl_3$, Et_2O EtOAc, Me_2CO, дихлорэтан, EtOH, MeOH, H_2O, пиридин, карбон кислоталары).

Теориялык бөлүгү

Белгилүү эмес жаңы синтез жолу менен алынган заттын хроматографиясын жүргүзүп, тазалык даражасын аныктап алуу мүмкүн. Ал үчүн туура келүүчү сорбентти жана эриткичти карап тандоо керек (пластинкага пробаларды түшүрүү техникаларын №1 лабораториялык иште каралган).

Хроматографияланган заттын тамчы белгиси жайгашкан жери R_f-тин санына байланыштуу болот (фронттун катышы) жана аны төмөнкү формула менен эсептеп алууга болот:

$$R_f = \frac{\text{баштапкы чекиттен заттын түшкөн тагынын ортосуна чейинки аралык}}{\text{эриткичтин баштапкы чекитиненүстүнкү чекке чейинки аралык}}$$

$\mathbf{R_f}$ -Ар бир заттын мүнөздөмөсү болуп саналат, бирок сорбенттин жана элюенттин сапатына көз каранды. Ошондуктан каралып аткан заттын R_f-нын алынган саны менен ошол эле пластинкага коюлган «күбөнүн» болгон саны менен салыштыруу керек. «Күбө» катары башка метод менен алынган таза зат колдонулат.

Эгерде хроматограммада бир эле тамчы белгиси чыккан болсо, анда затты жекече деп саноого болот.

Азыркы убакта хроматографияга силуфоловдук пластинка кеңири колдонулат. Бул пластинка алюминий фольгасы түрүндө силикагельдин бекитилген катмары жана люминесценттик индикаторы менен капталып алынган.

Тажрыйбалык бөлүгү

Ишти бекитилбеген жана бекитилген адсорбенттин катмары менен жабдылган пластинкаларга жүргүзүлөт. Иш бекитилген адсорбенттин катмары менен жабдылган пластинкада жүргүзүлсө, ага силикагелдүү (узундугу 5 см, туурасы коюлуп жаткан проболарына жараша болгон) пластинкаларды иштетүү зарыл.

Силикагель айнек, полимердик же болбосо алюминий фольгасына капталып алынган болот.

1. Көлөмү 3-4 мл болгон стакандарга 50-100 мг аныкталуучу заттан жана 1 мл эриткичтен эритме даярдашат. Эриткичтин кайноо температурасы жогору болбош керек.

2. Сынак бекитилбеген катмарлуу пластинкага капилляр менен төмөнкү капталынан 0,8-1 см жогору жана каптал жагынан 2-3 мм алыстыкта коюлат. Заттын түшкөн тагынын оптималдуу диаметри 2-4 мм түзөт.

Коюлуп аткан үлгүнүн саны да оптималдуу болушу керек: жетишпессиздиги хроматограмманын ачылышына, ал эми ашыкчасы эффективдүү бөлүнүүгө тосколдук кылышат.

Хроматограммага пробаны түшүргөндөн кийин, андан эриткичти алып салуу үчүн аны кургатуу керек (күчтүү адсорбциялануучу жана жогорку температурада кайнаган заттар үчүн өзгөчө кылдаттык менен алар: уксус кислотасы, диметилформамид ж.б.).

3. Хроматографиялоо бир нече таза ар кандай элюиралык жөндөмдүү эриткичтерде жүргүзүлөт (элюенттин чеги заттын түшкөн тагынан төмөн болуу керек) жана ар бир тажрыйбада R_f-ти аныктоо зарыл.

Эгерде хроматограммада R_f аймагында 0,3-0,6 нын ичинде бир эле так болсо, анда зат жеке зат болуп саналат. Эгерде зат таза эриткичте эки фронтто элюирдентелсе же болбосо баштапкы (I) чекитте калса, анда оптималдуу маанисине жетиш үчүн уюлдук жана уюлсуз элюентердин ар кандай көлөмдүк катыштагы аралашмаларын колдонууга зарыл.

4. Боелгон кошулмаларды көз өлчөм менен аныктоого болот. Боелбогон кошулмаларды йоддун буусуна (металлдык гана катмары бар пластинкаларды) ысытуу жолу менен же болбосо атайын реагенттер аркылуу чачуу жолу менен хроматограммасын ачып алууга болот. Нурлануу аркылуу УФ-жарыгы менен флуоренценттик индикаторлуу пластинка туура келген толкундук узундугу (254 нм-ге жакын) аркылуу заттардын тагынын ачылышын жүргүзүүгө мүмкүн.

Текшерүү суроолору

1. Хроматографиялангандан кийин заттардын тагынын жайгашканы кандай сандар менен мүнөздөлөт?
2. Флуоренценттик индикаторы менен нурлануу аркылуу заттардын тактарынын ачылышын кандай жүргүзүүгө болот?
3. Сорбент жана элюенттин сапатынан R_f көз карандыбы?
4. Изилденүүчү зат менен «күбөөнүн» салыштыруусун эмне үчүн жүргүзүшөт?
5. Жогорку кайноо температуралуу изилденүүчү затты эмне себептен колдонуу зарылчылыгы жок?
6. Хроматографиянын ачылышына капталган үлгүнүн саны кандай таасир этет?
7. Эмне себептен хроматографияны ар кандай элюирлик жөндөмү бар бир нече таза эритмелерде жүргүзүлөт?
8. Кайсыл учурда зат жеке болуп эсептелинет?
9. R_f-тин оптималдык белгиси кайсы учурда чегине жетет?
10. Боелбогон кошулмаларды кандай жол менен ачуу керек?

№ 3 Лабораториялык иш

Тема: Реакциянын жүрүү абалын көзөмөлгө алуу. Аралашмалардын бирикмесиндеги белгилүү заттардын аныктоосу

Иштин максаты: Керексиз процесстерди алдын алуу үчүн реакциянын жүрүү абалын көзөмөлгө алуу жана аралашманын кошулмаларынын белгилүү заттарын аныктоону үйрөнүү.

Жабдылышы: Капрон элеги, айнек пластинкасы (аянты болжол менен 9•12 см болгон), атайын жасалган түзөткүч (валик), капилляр, кювета, көлөмү 3-4 см болгон айнек стакандары, жука катмарлуу хроматографияга жабдылган эксикатор же болбосо кристаллизатор.

Химиялык реактивдер: Алюминий оксиди же болбосо силикагель, аныкталып жаткан заттардын эритмелери, алдын ала тандалган элюенттер.

Теориялык бөлүгү

Хроматографиянын жардамы менен реакцияга кирүүчү заттардын реакцияда пайда болуучу заттарга айлануу даражасын, ашыкча заттардын пайда болуусун алдын алуу менен реакциянын жүрүү абалын көзөмөлгө алуу иш жүзүнө ашырылат.

Ал үчүн туура келген оптималдуу шартты жана хроматографиянын түрүн тандап алуу зарыл. Хроматографиялык көзөмөл мезгил мезгили менен реакциянын акыркы пайда болуучу заты бөлүнүп чыккыча жүргүзүлөт.

Хроматограммада бир гана так түшкөнү реакциянын толук жүрүп өткөнүн көрсөтөт. Эгерде акыркы пайда болуучу зат хроматограммага боелбогон такты берсе, анда аралашманын компоненти менен түстүү реакция берүүчү реагент менен хроматограмма иштелип чыгат. Аналитикалык ыкма катары бөлүүчү хроматография аралашманын же акыркы реакцияда пайда болуучу заттын тазалыгын аныктайт.

Тажрыйбалык бөлүгү

3.1 Реакциянын жүрүшүн байкоо.

Алдын ала реагенттерге оптималдуу элюент тандоо керек (№2 лабораториялык ишке кайрылуу керек). Реакциялык массанын ичинен «күбөө» катары алынган реагенттердин проболорын бир пластинкага өзшнө түшүрүү керек.

Бир канча убакыттан кийин кайрадан «күбөө» аркылуу хроматограммалык байкоону жүргүзөбүз.

Эгерде хроматограммадагы реакциялык массадагы реакцияга кирүүчү заттын үлгүсүнүн (пробасынын) тагы жоголсо, анда реакция аягына чейин жүрдү деп эсептейбиз.

3.2 Бирикмелердин аралашмасында белгилүү заттардын бар экендигин анык болуусун аныктоо. Иштин аткарылышы боюнча бул иш №3 лабораториялык ишке түспөл. Үлгүнү (пробаларды) даярдоо жана элюирлөө № 2 лабораториялык иште каралган.

Өзүнчө стакандарга тандалган эриткичтерге жеке заттар жана аралашмалар эритилет (эриткич справочник аркылуу тандалат). Үлгүлөр бир пластинкага түшүрүлөт. Хроматография ар кандай эриткичтерде же болбосо алардын аралашмаларында жүргүзүлөт. Белгилүү заттардын R_f дал келсе жана ал заттар аралашмаларга кошулса анда белгилүү заттар кошулмада бар экендиги далилденген болот.

Текшерүү суроолору

1. Хроматограмма аркылуу заттарды бөлүштүрүүдө адсорбция менен бөлүштүрүү кандай ролду ойнойт?

2. Бөлүштүрүү хроматограммасын жүргүзүдө кандай суюктуктар колдонулат?

3. Аралашмалардын компоненттерин бөлүштүрүү эмнеге негизделет?

4. Сорбент катары кандай заттар колдонулат?

5. Сорбент адсорбциялаган органикалык кошулманы кандай эриткич менен сүрүп чыгарууга болот?

6. Эриткич кыймылдуу фаза катары колдонулса кандай уюлдуу же болбосо уюлсуз зат кыймылсыз фаза катары колдонулат?

7. Реакция жүрүү абалын эмне үчүн байкоого алуу керек?

8. Хроматограммада жана оптималдуу эриткичте элюирлөө аркылуу жүргүзүлгөндө кошумчанын так чыгуусу эмнени көрсөтөт?

9. Эмне үчүн «күбөлөр» менен хроматографиялык байкоо мезгил мезгили менен жүргүзүлөт?

10. Хроматограмма аркылуу реакция толук жүрүп өткөнүн кандай билүүгө мүмкүн?

11. Хроматографиянын кандай үч негизги түрлөрү белгилүү, жана хроматографиянын кайсы түрү кошулмалардын аралашмасындагы белгилүү заттарды аныктоо үчүн колдонулат?

12. Хроматография жүргүзүүдө чыккан тактардын жайгашкан абалы кандай сан менен мүнөздөлөт жана кайсы формула менен эсептелинет?

13. Аныкталуучу заттын тазалыгын кандай жол менен аныктоого болот?

14. Заттардын аралашмаларын бөлүп алууда адсорбция кандай ролду ойнойт?

15. Аныкталуучу зат жана «күбө» катары алынган заттардын R_f-сандарын салыштыруу эмне үчүн жүргүзүлөт?

16. Түссүз заттардын хроматографиясын кандай жол менен ачууга болот?

17. Үлгүлөрдү даярдоо жана элюирлөө кандай жүргүзүлөт?

18. Жеке заттарды жана аныкталуучу кошулмалардын аралашмасын эритүүдө эриткичтер эмненин негизинде тандалып алынат?

19. Аралашмадагы кошулмалардын жана белгилүү заттардын R_f нин дал келиши эмнени аныктайт?

№4 Лабораториялык иш

Тема: Жука катмарлуу препаративдик хроматография

Иштин максаты: Реакциялык аралашманын жука катмарлуу препаративдик хроматографиясын жүргүзүүнү үйрөтүү.

Жабдылышы: Айнек пластинка (аянты болжол менен 9•12 см болгон), атайын жасалган түзөткүч (валик), капилляр, кювета, көлөмү 3-4 мл болгон айнек стакандар, пипеткалар, жука катмарлуу хроматографияга жабдылган эксикатор же кристаллизатор, Шоттун фильтри.

Химиялык реактивдер: Аныкталуучу кошулмалардын эритмеси, дал келүүчү элюиралык система.

Теориялык бөлүгү

Заттардын аралашмасын препаративдик жол менен так бөлүп алуу үчүн, алдын ала аналитикалык жука катмарлуу хроматографиянын жардамы менен туура келген адсорбентти жана элюирлик системаны тандоо керек (№ 4 лабортариялык ишти кара).

Аралашманын керектелүүчү компонентинин R_f-инин оптималдуу мааниси 0,30-0,35-ти түзөт. Эгерде эки же андан көбүрөөк компонентерди бөлүп алуу зарыл болсо, анда ар бир компонентке жеке элюент тандап алуу керек.

Эгерде компоненттердин R_f-нин айырмачылыгы чоң болсо, бөлүү жөнөкөйлөнтүлөт: бул учурда хроматографиялоо биринчи начар уюлду эриткич менен жүргүзүлөт, андан кийин уюлдуу эриткичке алмаштырылат.

Алынган жыйынтыктар аналитикалык жука катмарлуу хроматографиядан препаративдик ыкмаларга адекваттык өтүүгө негизги жол болуп саналат.

Препаративдик бөлүүнүн алдында аралашманын салмагын өлчөп алуу керек.

Тажрыйбалык бөлүгү

4.1.Жука катмарлуу хроматография ыкмасы аркылуу заттардын аралашмасын (реакциялык массаны) препаративдик жол менен бөлүп алуу.

1) Хроматографиянын оптималдуу шартын тандап алып (теориялык бөлүмдү кара) бекитилбеген катмарлуу пластинканы даярдоо керек.

Жакшы бөлүп алуу үчүн өлчөмү 0,005-0,04 мм болгон бөлүкчөлөргө максатка ылайык тандалып алынган сорбентти колдонуу зарыл. Сорбенттин саны жана пластинканын өлчөмү бөлүнүүчү аралашманын салмагы менен аныкталат.

2) Тартылып алынган жипти тиер тийбес тийгизип, баштапкы чекиттин чийинин белгилейт. Аралашманын концентрацияланган эритмесин пипетканын жардамы менен баштапкы чекиттин чийини аркылуу тактар кошулуп кетпес үчүн алар бир нече интервалдуу аралыкта түшүрүлөт. Эритменин көлөмү жана пластинканын размери бөлүнүп жаткан аралашманын салмагына жараша аныкталат.

Кийинки сынактар (пробалар) биринчи коюлган тактар кургагандан кийин алардын аралыгына коюлат. Эгерде тактар ашыкча коюлса, анда бөлүнүү эффектиси начар болоорун эске алып, операцияны бир нече жолу кайталоого болот. Андан кийин элюирлөө жүргүзүлөт (№2 лабораториялык ишти кара). Пластинка кургатылгандан кийинки жүргүзүлгөн, кайталанган хроматография R_f-нин саны жакын болгон бөлүнүүчү заттардын бөлүнүүсүнүн так чыгарылышын белгилеп өтүү керек.

УФ-кызыл-көк индикаторлуу сорбентти иштетүү учурунда УФ-жарыгында чыккан кошулмалардын чийиндерин скальпельдин жардамы менен белгилеп алуу керек. Эгерде адсорбенттин составында индикатору жок болсо, анда перпендикулярдуу коюлган айнек пластинкасы аркылуу капталынан алынган болжол менен 1 см болгон кесиндини бөлүп алып йоддун буусунун жардамы менен анын чыгарылышын жүргүзүү керек.

Сорбенттин ар бир белгиленип алынган кесиндисине аягы узартылган айнек түтүкчө салынып, резина пробкасы менен бекитилген Шота фильтринин жардамы менен чогултулуп алынат. Фильтрдин экинчи жагы суу чыгуучу насоско бекитилет.

1. Уюлдуу эриткичти колдонуп, (мисалы ацетонду) адсорбцияланган кошулмалар фильтрден жуулуп чыгарылат. Фильтраттар дагы бир жолу тыгыз фильтр кагаз аркылуу чыпкаланат да андан соң хроматографиялык байкоо жүргүзүлүп кургаганга чейин ысытылат.

Ар бир компонентин калдыгынын салмагын аныкташат. Эгерде жука катмарлуу хроматографиянын жыйынтыгы боюнча эффективдүү бөлүнүү болсо, анда же пластинкага масса боюнча болгон салмагын азайтуу керек, же хроматография жүргүзүүнүн башка шартын алуу керек.

Текшерүү суроолору

1. Заттардын аралашмасын препаративдик жол менен ийгиликтүү бөлүп алууга кандай адсорбент жана элюирлик система талап кылынат?

2. Аралашманын алынуучу негизги копонентинин R_f-нин оптималдуу саны эмнеге барабар?

3. Эки же андан көп компонентти бөлүп алууда элюентти кандай шарт менен тандоо керек?

4. Түссүз заттардын аралашмасын бөлүп алууда элюирлөөнүн жүрүшүн байкоо кандай жүргүзүлөт?

5. Хроматографиялоо жүргүзүүдө оптималдуу шарты кандай тандап алууга болот?

6. Аралашманы так бөлүп алууда кандай сорбентти колдонуу керек?

7. R_f-нин сандары жакын болгон заттарды кантип бөлүп алууга мүмкүн?

8. Адсорбцияланган кошулмаларды фильтрде жууп чыгаруу кандай жүргүзүлөт?

9. Кургатылган пластинканын кайталоо хроматографиясы кандай жүргүзүлөт?

10. Жука катмарлуу хроматографиянын жыйынтыгы боюнча эффективдүү бөлүнүү жүрбөсө эмне кылуу зарыл?

№ 5 Лабораториялык иш

Тема: Колонкалуу хроматография ыкмасы боюнча органикалык заттарды (реакциялык массаны) препаративдүү бөлүп алуу

Иштин максаты: Колонкалуу хроматография ыкмасы боюнча органикалык заттарды (реакциялык массаны) препаративдик бөлүп алууну үйрөтүү.

Жабдылышы: Айнек пластинка (аянты болжол менен 9•12 см болгон), атайын жасалган түзөткүч (валик), капилляр, кювета, көлөмү 3-4 мл болгон айнек стакандар, пипеткалар, жука катмарлуу хроматографияга жабдылган эксикатор же кристаллизатор, аныкталып аткан аралашманын эритмеси, туура келүүчү элюирлик система.

Теориялык бөлүгү

Колонкалык хроматография жүргүзүүдө хроматография жүргүзүүчү колонка катары диаметри 1-ден 12 мм жана узундугу 25-30 см болгон айнек бюретканы колдонууга болот.

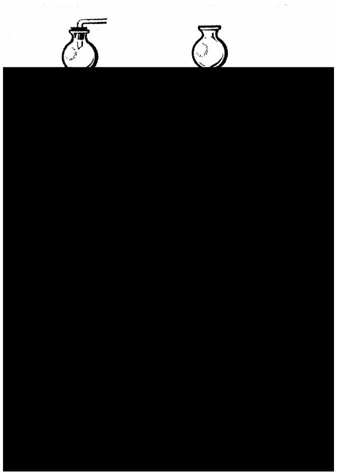
Колонканын түбүнө кебездин үзүндүсүн кою керек. Хроматографияга колдоно турган алюминийдин (III) оксидин электен элеп колонкага кургак бойдон салуу керек же болбосо эриткичти колдонуп суспензияны даярдоо керек.

Биринчи ыкма боюнча эриткич менен толтурулган колонкага алюминийдин (III) оксидин жай салуу керек. Адсорбент бирдей тыгыздалыш үчүн колонканы (жыгач же болбосо резина трубка кийгизилген айнек таякча менен) этияттык менен тынымсыз соккулап туруу керек.

Сорбенттин жогору жагын кебездин тампону менен жабуу керек. Эриткичти минутасына 15-20 тамчы тамчылатып ылдамдык менен ачуу керек.

Эгерде ылдамдыгы төмөн болсо, анда колонканын ичине басымды көтөрүү же болбосо вакуумду түзүү керек. Ал үчүн колонканын жогору жагын кабыл алуучу идиш менен аба кирбегендей кылып бириктирип суу чыгуучу насоско кошу же болбосо кысылган абаны берүү керек.

Качан эриткичтин деңгээли колонканын жогорку чегине жеткенде, адсорбенттин жогорку бөлүгүнө ар дайым бир нече суюктуктун катмары тургандай кылып, жогорку бөлүгүнө эритмени этияттык менен куюп алуу керек (3 сүр.).



3-Сүр. Хроматографиялык колонкалар: 1-элюент; 2-сорбент; 3-кебез; а) заттардын аянты.

Эритме колонкадан толук агып өткөндөн кийин, ага таза элюентти чоң эмес бөлүктөр менен куюп алуу керек. Элюент өткөн учурда заттын бөлүнүү процесси жүрөт. Боелгон заттардын бөлүнүүсү менен боелгон аянтын пайда болуусун байкоого болот.

Түссүз заттардын аралашмасын бөлүүдө бирдей көлөмдүү фракцияларды алып, элюирлөөнүн жүрүшүн байкоого болот.

Эриткичти айдап алып, калган ар бир фракциядан туруктуу сандарын аныктоого болот.

Кээ бир убакта, колонкадагы заттардын бөлүнүүсүн флуоресценттин кызыл-көк жарыгында байкоого мүмкүн.

Тажрыйбалык бөлүгү

Жогоруда көрсөтүлгөндөй жука катмарлуу хроматографиянын ыкмасы боюнча оптималдуу шартты тандап алуу керек. Колонканын тандалмалуулугу (узундугун жана диаметрин) канча сандагы затты бөлүү керек жана бөлүүнүн максатына жараша аныкталат.

Заттардын аралашмасын группаларга бөлүп алууда же болбосо алынуучу продуктысынын R_f кошулма заттардын тура келүүчү көрсөткүчтөрүнөн көп айырмаланса (>0,6), анда ички диаметри чоң болгон колонкалар жарайт; бул учурда адсорбенттин салмагынын жана хроматографиялануучу пробанын катышы чоң эмес болушу мүмкүн (10:1 ден 30:1 чейин). Бул учурда адсорбенттин бөлүкчөсүнүн өлчөмү анчалык мааниге ээ эмес. R_f-Нин саны жакын болгон компоненттерди бөлүү үчүн, ичке жана узунураак колонкаларды тандоо керек, адсорбенттин ашыкча алынган массасы бөлүнүүчү аралашманын салмагына салыштырганда көп эсе чоң болушу керек (100-200:1). Бул максат үчүн адсорбенттин бөлүкчөлөрүнүн өлчөмү 0,015-0,06 мм болуу керек.

Элюенттин колонка аркылуу салмак күчү аркылуу атмосфералык басымдын таасири астында, же болбосо элюент ашыкча басым менен берилгенде жүрөт. Колонканын төмөн жагында анча көп эмес вакуумду түзүү менен жүргүзүлгөн хроматография анча эффективдүү болбойт.

Колонкалуу хроматографияны жүргүзүүдө пористелген бир жагы туюк болгон айнек пластинкалуу трубкалар колдонулат, же болбосо колонканын төмөн жагына кебездин (стекловатанын) тампону салынып 1 см болгон кумдун катмары себилет.

Колонканы толтуруу («нымдуу ыкма») эң жакшы оптималдуу жыйынтыктарды алуу үчүн бөлүкчөлөрдүн өлчөмү 0,04-0,08 мм болгон адсорбентти колдонуу керек. Колонканы алдын ала даярдалган уюлдуулугу аз эритмеде эритилген кою сорбенттин суспензиясы менен толтурулат. Адсорбент бастырылгандан кийин колонкага мезгил мезгили менен эриткичти кую керек, колонканын көлөмүн бирдей толтуруу үчүн колонканы шлангдын кесилмеси менен каккылоо керек. Эгерде сорбенттин деңгээли өзгөрбөсө, анда толтурууну болду деп саноого болот.

Эч качан адсорбенттин кургашына жол бербеш керек. Сорбенттин үстүндөгү элюенттин деңгээли (колонканын диаметрине жараша) 4-7 мм ди түзүш керек. Колонкага пробаны салуу алдында, ага колонканын диаметринен бир нече кичине болгон фильтр кагазынын тегерекчеси салынат.

Үлгүнү салуу ыкмасы

1. Концентрацияланган эритмени алыш үчүн үлгүнү уюлдуулугу аз эриткичте эритип алып пипетка аркылуу хроматографиялык колонкага тамчылатат. Пипетканы жана сынак эритилген идишти көп эмес көлөмдөгү

эриткич менен чайкап алып, аны да колонкага тамчылатуу жолу менен куюп алат. Колонкага куюлган эритме адсорбентке сиңгенден кийин хроматографияны баштоо керек.

Сынактын эритмесинин көлөмү чоң болсо, аны колонкага киргизген бөлүктөр боюнча жүргүлөт, бирок аралашманын куюлган орду ичке болуп түшүү керек.

2. Эгерде үлгүнүн уюлдуулугу аз эритмеде толук эмес эритилсе, же эритилбесе, анда аны уюлдуу эриткичтин минималдуу көлөмүнө эритип алып алынган эритмени уюлдуулугу аз эриткич менен суюлтуу керек.

3. Эгерде үлгү өтө илешкээк болуп же ар кандай уюлдуу кошулмалардын аралашмасы болсо, анда жеңил учуучу уюлдуу эриткичте эритип, алынган эритмени колонканы толтурууда колдонулган адсорбент менен аралаштырып алуу керек. Комнаталык температурада вакуум аркылуу эриткичти буулантып алгандан кийин, калган калдыкты кургак адсорбент менен аралаштырып алып, аны биринчи толтурууда колдонгон ыкма боюнча колонкага салуу керек.

Хроматографиялоо

Сынак колонкага салынгандан кийин, сорбция жакшы жүрүш үчүн, ага бир аз сандагы эриткичти берүү керек. Операцияны 2-3 жолу кайталоо керек. Көп компоненттүү аралашманы бөлүүдө элюирлөөнү жүргүзүүдө уюлдуулугу аз эриткичти колдонуп баштоо керек. Хроматографиялоо процессинин түрүнөн жана масштабынан сынак алуунун ылдамдыгы жана фракциянын көлөмү көз каранды. Бир нече белгилүү интервалдын ичинен алынган фракцияларды жука катмарлуу хроматография ыкма аркылуу анализдеп, керектүү учурда бириктирүү керек. Бириктирилген фракциядан эриткичти айдап чыгаруу же вакуумдагы ротор-бууланткыч аркылуу алуу керек.

Хроматографияланууучу сынактын элюирлөөнүн жүрүшү токтоп калуусуна чейин жогорку процессти улантуу керек. Андан кийин аралашманын элюирлөө жөндөмүн жогорулатуу үчүн системанын уюлдуулугу көбүрөөк компоненттин бир нече жолу бөлүп, же акырындык менен куюп, анын кармалышын көбөйтүү керек. Фракциянын чогултуусу жана кийинки иштеп чыгуусун жогору жакта көрсөтүлгөндөй жүргүзүү керек.

Лабораториялык журналга хроматографиялоо бөлүүнүн түшүндүрүлүшүндөгү сынактын салмагын, ички диаметрин, колонканын узундугун, адсорбентке караштуу чыгаруу фирмасын, салмагын, бөлүкчөлөрдүн өлчөмүн, активдүүлүгүн жазуу керек, кандай эриткич колдонулганын, фракциянын санын, алардын көлөмүн, жекече же кошулган фракциялардын калдыктарынын салмагын, алардын өзгөчөлүгүн (мисалы, өңүн, кристаллдаштырууга жөндөмдүүлүгүн ж.б.) дагы көрсөтүү зарыл.

Текшерүү суроолору

1. Колонкалуу хроматографиянын кандай эки жолу белгилүү?

2. Колонкадан эриткич кандай ылдамдык менен агып чыгуу керек?

3. Эгерде агып чыгуу ылдамдыгы кичине болсо эмне кылуу зарыл?

4. Эмне үчүн адсорбенттин үстүндө сөзсүз суюктуктун кичине катмары болу керек?

5. Боелгон заттардын бөлүнүүсүн кантип байкоо керек?

6. Боелбогон кошулмалардын аралашмасын бөлүп алууда элюиралоонун жүрүшүн кантип байкоо керек?

7. Алынуучу заттын R_f саны кошумча алынган заттардын туура келген санынан чоң айырмачылыгы болсо (>0,6), кандай колонкаларды колдонуу зарыл?

8. R_f Саны жакын болгон компоненттерди бөлүп алууда кандай колонканы колдонууга зарыл?

9. Адсорбенттин кургашына эмне үчүн жол бербеш керек?

10. Сынактарды колонкага киргизүүнүн кандай жолдору белгилүү экен?

II БӨЛҮМ

ОРГАНИКАЛЫК КОШУЛМАЛАРДЫН ФИЗИКА-ХИМИЯЛЫК ТУРУКТУУЛУКТАРЫН АНЫКТОО

Ар бир органикалык кошулма туруктуу физикалык касиеттери менен мүнөздөлөт, алар көбүнчө температурага жана басымга көз каранды болот. Айтылып өткөн физикалык касиеттеринин ичинен эң жеңил жол менен балкып эрүү температурасы, кайноо температурасы, сынуу көрсөткүчү жана тыгыздыгы аныкталат; ошондуктан жекече кошулмаларды көрсөтүүдө алардын мүнөздүү физикалык касиеттери химиялык адабияттарда, китепчелерде, справочниктерде жана атайын таблицаларда берилет.

Берилген заттын тазалыгын далилдөөнүн жөнөкөй жолу болуп анын физикалык туруктуулуктарын адабиятта көрсөтүлгөн берилиштер менен салыштыруу керек. Кристаллдаштырылган заттын тазалык даражасын изилдөө үчүн анын балкып эрүү температурасын, ал эми суюктуктар үчүн – тыгыздыгын, кайноо температурасын, жана сынуу көрсөткүчүн аныктоо жетиштүү болот.

Таза зат белгилүү температурада эрийт. Заттын арасындагы кошулмалар аны менен катуу эритмени аз пайда кылат; алар кадимки абалда текши эмес бөлүштүрүлөт, анын кесепетинен заттын эрүүсү тез эмес, бирок температуранын аралыгында (бир нече градуска чейин) жүрөт; жана толук эрүүсү таза заттын эрүү температурасынан төмөн болот. Жыйынтыгын са-

лыштырууда, кайра кристаллдаштырууда колдонгон эриткичти көрсөтүү зарыл. Эгерде заттын туруктуулугу кайра тазалоодо өзгөрбөсө, анда ал зат жетиштүү таза деп эсептелинет.

№ 6 Лабораториялык иш

Тема: Органикалык заттын эрүү температурасын аныктоо

Иштин максаты: Органикалык заттын эрүү температурасын аныктоону үйрөтүү.

Жабдылышы: Термометр, электр плиткасы, айнек капилляр, шакекче, лапкасы, торчосу бар темир штатив, скальпель, лупа, фильтр кагазы, парафин, стеарин кислотасы.

Теориялык бөлүгү

Катуу зат үчүн анын эрүү температурасы мүнөздүү туруктуулук деп эсептелинет. Ал препараттын тазалыгынын көрсөткүчү деп саналат. Көп учурда молекулалык формуласын, эрүү чекитин, жана кээ бир жеңил аныкталынуучу химиялык туруктуулугун (мисалы, нейтралдашуу саны) тышкы көрсөткүчтөрү жана затты алуу булагы жөнүндөгү маалымат заттын химиялык табияты жөнүндө жетиштүү билсек болот.

Мисалы, заттын эмпирикалык формуласы $C_{16}H_{32}O_2$ болсун. Тышкы көрүнүшү боюнча ал малдын тоң майына окшоп, кислота болуп, нейтралдаштыруу саны боюнча бир карбоксил группага ээ болуп турат; каныккан зат, эрүү чекити 62^0C экен. Муну пальмитин кислотасы деп сунуш кылса болот. Аны далилдөө үчүн бул затты бирдей көлөмдө таза пальмитин кислотасы менен аралаштырып, ал заттын эрүү температурасын аныктоо керек. Эгерде ал температура 62^0C болсо, анда изилденүүчү зат чыныгы пальмитин кислотасы болуп саналат.

Тажрыйбалык бөлүгү

6.1. *Термометрдин шарикчеси аркылуу эрүү температурасын аныктоо.*

Эрүү температураны аныктоонун алдында шарикчеси өйдө жакка багытталып турган термометрге изилдөөчү заттын чоң эмес кристаллын жайгаштырып, аны электроплиткадан бир нече аралыкта (1-2 см) кою керек (аралыгы жана ысытуу күчү заттын эрүү температурасынан аныкталат; андан тышкары эрүү чекитинин жанында температуранын көтөрүү ылдамдыгы 3-4 мин түзүү керек). Заттын үлгүсү термометрдин жылыган шарикчесинен келүүчү жылуулук аркылуу эрийт, жана анын салмагы жетиштүү деңгээлде аз болгондуктан балкып эрүү анын эрүү температурасына жетер

зама жүрөт (кээде тез аралыкта катуу ысыткандыктан дагы). Бул ыкма жакындаштырылган гана жыйынтыкты берет.

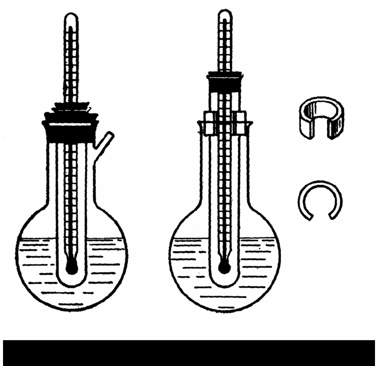
6.2. *Айнек капиллярдагы заттын балкып эрүү температурасын аныктоо.*

Айнек капиллярдагы заттын балкып эрүү температурасын так аныктоо үчүн затты айнек капиллярга жайгаштырат. Капиллярдагы жогорку температурада эриген диаметри 8-10 мм болгон айнектен даярдайт.

Алынган капиллярдык жипченин ички диаметри 0,8-10 мм болуп, 4-5 см кылып кесип бөлүү керек. Бөлүү чийини түз болгонуна багыт алыш керек, себеп дегенде капиллярдагы толтуруу кыйындыкка туруп калат. Мындан кийин кесилген капиллярды бир жагынан бүтөө керек, ал үчүн аны акырындык менен жалынга жакындатат.

Капиллярдын зат менен нык болуп толтурулган бөлүгү 4 мм ге жакын болуу керек. Бул үчүн анализге алынуучу заттын кичине бөлүгүн сааттын айнекчесинде айнек мыктын жардамы менен абдан майдалап алуу керек. Бул жерге чогултуп жана ага капиллярдын ачык жагын салганда, анын ичинен аз бөлүктө изилденүүчү зат кирет. Ичине кирген затты жылдырып ыкташ үчүн капиллярды бүтөлгөн жагы менен узундугу 90-100 см болгон вертикалдуу абалда айнек пластинкасына коюлган айнек түтүкчөнүн ичине таштап түшүрүү керек. Ушул ыкма менен 2-3 капиллярды толтурат. Эгерде анализге алынган жеңил айдап алуучу, жеңил учуучу же эрүү учурунда ажыроого учураса, анда капиллярдын ачык жагын бекитүү керек. Мындай учурда лабораториялык журналга ажыроого учураган температураны көрсөтүү керек.

Мындан кийин эрүү температурасын аныктоону ар кандай приборлор аркылуу жүргүзүү керек.



[redacted]

4-Сүр. Балкып эрүү температурасын аныктоо прибору

Бул прибордогу жабдыктын колбасы глицерин, конц. H_2SO_4 , же жогорку температурада кайнаган силикон майы менен толтурулат. Термометрди резиналык пробкага бекитип, атайын пробиркага салып, колбаны мойнунан бекитүү керек. Прибордун ички жагы атмосфера менен биригиш үчүн пробирканын жана колбанын шлифтелген бөлүктөрдүн тешиктерин

дал келтирүү керек. Эгерде андай тешиктери жок болсо, анда резина пробкага туурасынан оюкча жасоо керек.

Жогорку жакта көрсөтүлгөн боюнча жасалган капиллярларды резинка аркылуу термометрдин шарикчесинин деңгээлинде эки жагына бекитүү керек. Мында бир учурда термометрдин шкаласы менен капилярдын ичиндеги зат көрүнүп туруш керек (4-сүрөттү кара).

Ысытуунун башында бат жүргүзөт, кийин термометрдин көрсөткүчү эрүү температурасынан 10-15^{0}С төмөн болгондо, ысытуунун ылдамдыгын 1-2^0/мин. менен жүргүзөт. Эрүүнү башталышы болуп заттын тышкы көрсөткүчтөрү: тыгыздыгы, бөлүкчөлөрдүн арасында абанын шарчалары пайда болуусу болуп саналат. Зат суюктукка толук өтүү температурасын белгилөө керек. Зат канчалык таза болсо, ошончолук эрүү температурасынын башталышы менен аягынын аралыгы жакын болот.

Практика учурунда заттын эрүү температурасы 1-2^{0}С тун ичинде жүрсө, анда ал зат жарактуу деп эсептелинет.

Так жыйынтыкты алуу үчүн кайрадан аныктоону жүргүзүү керек.

Эгерде заттын балкып эрүү температурасы жогору болсо (200^{0}С тан жогору), капилярды жез зымдын жардамы менен колбага бекитип алуу керек, колба суюктук менен толтурулбайт.

Тиле приборунда эрүү температураны аныктоо жогору жакта жүргүзгөндөй болот.

Изилдөөчү заттардын үлгүлөрү салынган капилярларды даярдоо керек (жогоруда көрсөтүлгөн) жазылыгы кенен болгон блоктун вертикалдуу каналына термометр коюлуп, туурасы ичке болгон жагына – заттар салынган капилярлар орнотулат. Бир убакытта 2-3 кошулманын балкып эрүү температурасын аныктоого болот.

Бул прибордун колдонуусу зарыл, эгерде заттардын балкып эрүү температурасы жогору болсо (>200^{0}С). Балкып эрүү температурасы жогору болгон заттарды, эрүү температурасынан 20^{0}С төмөн болгон учурда блокко салуу керек (алдын ала термометрдин шарикчесинде эрүү температурасын аныктоо керек).

Эрүү процессинин жүрүшүнүн жолун микроскоптун жардамы менен байкоо керек. Температуранын жогорулашынын ылдамдыгын жогору көрсөтүлгөндөй (ЛАТР-приборунун жардамы менен жүргүзүлөт). Өтө майда (микро) сандагы заттардын балкып эрүү температурасын аныктаган блок (кофлер прибору) эки бөлүкчөдөн турат. Ылдыйкы бөлүкчөнүн капталындагы каналга термометрди жайгаштырып, үлгүлөрдүн майдаланган кристаллдарын жука жабуучу айнектердин (өлчөмү 15•15 мм болгон, бир убакта 4-5 кошулманын анализин жүргүзүү) ортосуна салып, ылдыйкы бөлүкчөнүн жогору жагына жайгаштырып жабдыкты жабуу керек. Эрүү процессинин жүрүшүн микроскоп аркылуу байкоо керек (аныктоонун ыкмасы жогору жүргүзүлгөн иштикиндей).

Текшерүү суроолору

1. Заттардын кандай касиеттери тазалыктын критерийи болуп саналат?

2. Заттагы аралашмалар эрүү температурасына кандай таасир көрсөтөт?

3. Таза зат кандай температуранын аралыгында ээрийт?

4. Эки зат бир зат экендигин далилдөө үчүн (эгерде бир зат белгилүү болсо) кандай касиеттерин колдонуу керек?

5. Заттардын аралашмасынын эрүү температурасын кантип аныктоо керек?

6. Эрүү температуранын депрессиясы деген эмне?

7. Кандай кошулмалар эрүү температуранын депрессиясын көрсөтөт?

8. Термометрдин шарикчесинде эрүү температураны кандай аныктайт?

9. Заттын эрүү температурасын так аныктоо үчүн кандай ыкма колдонулат?

10. Эрүү температуранын кайра аныктоосу эмнеге жүргүзүлөт?

№ 7 Лабораториялык иш

Тема: «Аралашма сынак» ыкмасы аркылуу кошулмаларды идентификациялоо

Иштин максаты: «Аралашма сынак» ыкмасы аркылуу кошулмалардын идентификациялоону үйрөтүү.

Жабдылышы: Термометр, электр плиткасы, айнек капиллярлар, темир штативдин шакекчеси, лапкасы же торчосу, фильтр кагазы, скальпель лупа, изилдөөнүүчү заттын аралашмасы.

Теориялык бөлүгү

Заттын курамындагы кошулмалар эрүү температураны төмөндөтөт. Эрүү температуранын аралыгы да чоңоет. Ушул касиеттерди эки зат бир жеке зат экенин далилдөө үчүн колдонуп, аралашманын эрүү температурасын аныкташат. Эгерде аралашманын эрүү температурасы ар бир компоненттин эрүү тампературасынан өзгөрмөчүлүгү болбосо, анда эки зат бир жеке зат экен деп, жыйынтыктаса болот. Эгерде «аралашма сынактын» эрүү температурасы алынган компоненттердин эрүү температурасынан (эрүү температуранын депрессиясы) төмөн болуп чыкса, анда аралашмада эки башка зат бар деп санайбыз.

Бирок, изоморфдуу кошулмалар өзүлөрүнүн химиялык түзүлүшү боюнча айырмаланып турса да, эрүү температуранын депрессиясын көргөзбөгөнүн көңүлгө алуу керек.

Тажрыйбалык бөлүгү

Аралашманын тагы бар болгон кошулмалардын эрүү температурасы жеке заттын эрүү температурасынан дайым төмөн болот. Эгерде синтез жолу менен алынган затты белгилүү зат менен бирге бир жеке зат деп алуу үчүн, төмөнкү көрсөтүлгөн касиеттерин аныктоо керек.

Алынган затты таза зат менен бирдей көлөмдө алып, жакшы майдаланган аралашманы даярдоо керек;

Алынган зат, таза зат жана даярдалган аралашма менен даярдалган үч капиллярды толтуруу керек;

Бул даярдалган ар бир аныктоочу үлгүнүн эрүү температурасын аныктоо керек;

Эрүү температурасы бирдей болуп чыкса, анда кошулмалар бир жеке зат деп далилдеп алсак болот. Бул жерде изоморфдук гана кошулмалар жогорку касиети көргөзбөйт.

Текшерүү суроолору

1. «Аралашма сынак» ыкмасынын мааниси кандай?

2. Заттын составындагы кошулмалар эрүү температуранын өзгөрүшүнө кандай таасир берет?

3. Аралашманын тагы бар кошулмалардын эрүү температурасы жеке заттын эрүү температурасынан эмнеге төмөн болот?

4. Эки заттын бир жеке зат экенин далилдөө үчүн (эгерде бир зат белгилүү болсо) кандай касиеттерин колдонуу керек?

5. Заттардын аралашмасынын эрүү температурасын кантип аныктоого болот?

6. Эгерде синтез жолу менен алынган зат белгилүү кошулма менен бир жеке зат деп далилдөө үчүн кандай тыянактарды колдонуу зарыл?

7. Сорбентти тандап алууда кандай эрежелерди колдонуу зарыл?

8. Элюентти тандап алууда кандай эрежелерди колдонуу зарыл?

9. Ар бир даярдалган үлгүнүн эрүү температурасынын аныктоосу эмне зарылчылыгы бар?

10. Изоморфтуу кошулмалар хроматограмманын жыйынтыгына кандай таасир берет?

№ 8 Лабораториялык иш

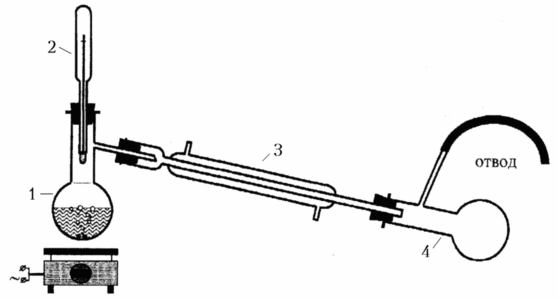
Темасы: Кайноо температурасын аныктоо

Иштин максаты: Суюк заттын кайноо температурасын аныктоонун үйрөтүү.

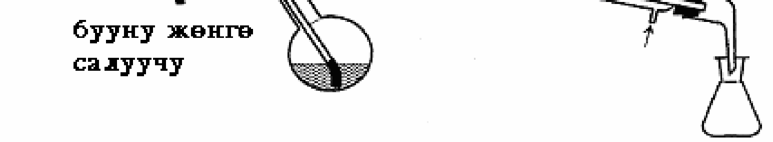
Жабдылышы: 250 мл Көлөмдөгү колба, туташтыргыч (переходник), муздаткыч, аллонж, тозуучу колба, электр плитасы, Эмих түтүкчөлөрү, диаметри 3-4 мм, жана узундугу 4-5 см, жана диаметри 0,2-0,5 мм, узундугу 7-10 см болгон капилляр, термометр, суу мончосу, бензол, этил спирти, этил эфири.

Теориялык бөлүгү

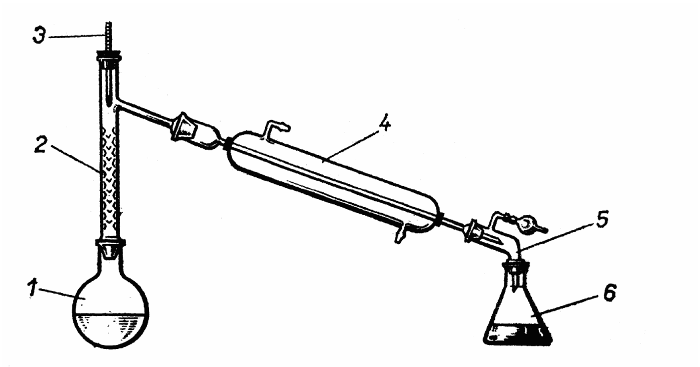
Кайноо температурасы суюк заттын негизги туруктуулугу болуп эсептелинет. Кайноо температураны аныктоо үчүн суюктукту температураны аныктоо үчүн суюктукту туура келген жабдык аркылуу алуу керек.



5-Сүр. Айдап чыгуучу жабдыктын схемасы:
1- айдап чыгуу колбасы; 2 - термометр; 3 -муздаткыч;
2- 4 - тозуучу колба



6-Сүр. Суу буусу менен буулантып айдоонун жабдуусунун түзүлүшү.



7-Сүр. Суюк заттардын фракциялоонун жабдуусунун түзүлүшү. 1 – айдап чыгуучу колба; 2 – дефлегматор; 3- термометр; 4 – муздаткыч; 5 – аллонж; 6 –кабыл алгыч.

Тажрыйбалык бөлүгү

Жогорку температурада кайноодогу заттардын кайноо температурасын аныктоо. Жогорку температурада кайноочу заттарды айдап чыгууда кээ бир учурда аныкталган кайноо температурасына түзөтүү киргизүү зарыл болот.

Эгерде айдап чыгуу процессинде, термометрдин сымап мамычасы толук суюктуктун буусунда болбой, бир нече жери сырттагы аба менен муздатылып турса, анда бул кубулуш ылдыйкы көрсөткүчтөгү жыйынтыкка алып келет. $250^{O}C$ да каталык $6\text{-}10^{O}C$ түзөт. Каталыка түзөтүү киргизүү бул ката оңдолуп чыгуусу мүмкүн. Тажрыйба аркылуу табылган кайноо температурасына түзөтүү төмөнкү формула аркылуу саналат:

$$\sim t=rn\ (t_1^0-t_2^0)$$

Бул жерде r – айнектеги сымаптын сызыктуу кеңейишинин коэффиценти (0° дан 150° кА чейин – 0,000158ди түзөт); n – суюктуктун буусу менен ысыбаган, чыгып турган сымап түтүкчөсүнүн узундугу; t_1^0- термометр көрсөткөн температура; t_2^0- чыгып турган сымап мамычасынын орточо температурасы. t_2 Температурасы бул негизги термометрге тыгыз жабышкан, ашыкча болуп чыгып турган түтүкчөнүн ортосуна орнотулган шарикчеси аркылуу аныкталат.

8.2. *Сиволобовдун ыкмасы боюнча заттын өтө майда болгон (микро) санда алынган заттын температурасын аныктоо*

Өтө майда сандагы заттар менен иштөөдө затты айдап чыгуу Эмих түтүкчөсү аркылуу жүргүзүлөт. (9-сүрөт), кайноо температурасы Сиволобов ыкмасы боюнча аныкталат.

Кенен капиллярга (бир жагы туюк болгон), диаметри 3-4 мм, узундугу 4-5 см болгон, айдалып алынган суюктуктун 2-3 тамчысын кую керек. Ага жогору жагы туюк болгон, диаметр 0,2-0,5мм, узундугу 7-10 см болгон, ичке капилярды жайгаштыруу керек (10-сүр.).

Кенен капилярды термометрге резина тегерекчеси аркылуу бекитүү керек, эрүү температурасын аныктоо жүргүзгөндөй.

Эрүү температурасын аныктоо үчүн термометрди бекитилген капилярлары менен приборго салуу керек. Эми приборду жай ысытуу керек. Бул учурда ички капилярда абанын шарикчеси пайда болгонун байкайбыз. Абанын шарикчеси катуу тынымсыз бөлүнүп чыккан температураны, кайноо температурасы деп санайбыз. Бул учурда ысытууну токтотуу керек. Кайноо температурасын дагы бир жолу белгилөө үчүн абанын шарикчелери бир учурда пайда болгону токтогону менен так белгилеп алуу керек.

Бул температура суюктуктун кайноо температурасы болуп саналат.

Кайноо температурасын аныктоодо, суюктукту катуу ысытып албай, ысытууну өтө жай жүргүзүү керегин белгилеп өтүү керек. Кайноо температурасына жакындаганда (10-15°C калганда) ысытууну өтө этияттык менен жай жүргүзүү керек.

Текшерүү суроолору

1. Кайноо температураны аныктаганда приборду кандай колдонуу керек?

2. Заттын тазалыгын айдап чыгууда баштапкы жана акыркы температуранын аралыгына кандай таасир этет?

3. Кайноо температурасына басым кандай таасир берет, жана аны эмне үчүн эсепке алуу зарыл?

4. Жогорку температурада кайнаган заттардын айдап чыгуусун жүргүзгөндө табылган кайноо температурасынын санына эмне үчүн түзөтүү санын киргизүү керек?

5. Айдап чыгууну жүргүзгөндө эмнеге сымап мамычасы суюктуктун буусунда болуш керек?

6. Эксперименталдуу жол менен алынган кайноо температурасына түзөтүүнү кайсы формула аркылуу алууга болот?

7. Өтө аз сандагы затты кандай прибор аркылуу айдап чыгууга болот?

8. Көп эмес сандагы затты айдап чыгуусун жүргүзүүдө кайсы температураны кайноо температурасы деп эсептөөгө болот?

9. Эмне үчүн кайноо температурасын аныктоодо ысытууну этияттык менен жай жүргүзүү керек?

10. Кайсы аралыкта ысытууну өтө жай жүргүзүү керек?

№ 9 Лабораториялык иш

Темасы: Сынуу көрсөткүчүн аныктоо

Иштин максаты: Студенттерди сынуу көрсөткүчүн аныктоону үйрөтүү.

Жабдылышы: Рефрактометр, айнек түтүкчөсү, дистирленген суусу бар жуугуч (промывалка), кебез, фильтр кагазы, этил эфири, глицерин.

Теориялык бөлүгү

Сынуу көрсөткүчүн аныктоо рефрактометрде жүргүзүлөт. Алар ар кандай конструкцияда болот, бирок экспериментти жүргүзүү жолу бардык приборлордо бирдей болот. Абанын чөйрөсүндөгү жарык нурунун түшүүшүнүн синусунун изилденүүчү суюктуктагы сынуу көрсөткүчтүн синусунун катышы рефракция коэффиценти деп аталат.

Температуранын туруктуулугун сактоо үчүн кээ бир рефрактометрлердин түрүндө өлчөөнү жүргүзгөн приборду (головка) термостатка бекитүү керек, ага $20^{O}C$ температураны коюу керек.

Молекулалык рефракцияны төмөнкү формула менен аныктоо керек:

$$MR= (n^2-1)\ M\backslash(n^2+2)d$$

Салыштырмалуу рефракция - бул формула менен:

$$R= (n^2-1)\ M\backslash(n^2+2)d$$

MR = *молекулалык рефракция;*

R = *салыштырмалуу рефракция;*

n = *рефракциянын коэффиценти (изилдөнүүчү заттын сынуу көрсөткүчү);*

d = *изилдөөнүчү заттын салыштырмалуу салмагы, (рефракциянын коэффиценти аныкталган температурада жүргүзүлөт);*

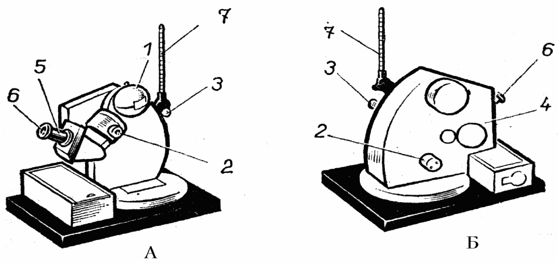
M = *аныкталуучу заттын молекулалык салмагы.*

Органикалык заттардын химиялык табияттын изилдөөдө молекулалык жана салыштырмалуу рефракциялар чоң мааниге ээ. Мисалы, салыштырмалуу рефракция нефтинин оор фракцияларынын углеводород молекулаларынын түзүлүшүн аныктоодо кеңири колдонулат.

Тажрыйбалык бөлүгү

Рефрактометрде иш жүргүзүү төмөнкү иретте жүрөт. Өлчөп алуучу прибордун жогорку жарым шаарчасынын 1 ачуу керек, (8 сүрөт), жана эфир менен сууланган кебез аркылуу жарык берүүчү гипотенузалык тегиздикте (А, 8 сүрөт) жана өлчөөчү призманы (Б, 8 сүрөт) сүртүү керек, андан кийин эфирдин бууланып кургашын күтүү керек.

Рефрактометр ИРФ-22 (8-сүрөт).



8 сүрөт: ИРФ-22 Рефрактометринин жалпы көрүнүшү.
1- өлчөп алуучу прибордун жогорку жарым шаарчасы;
2,9- маховиктер; 3- өлчөп алуучу прибордун ылдыйкы жарым шаарчасы;
4- жарык берүүчү күзгү; 5- шкалага жарык берүүчү күзгү;
6- кичине терезе; 7- байкоочу түтүкчө

Маховиктин-2 бурулушу аркылуу (8 сүр.) өлчөп алуучу приборду алып келүү менен ылдыйкы жарым шаарчанын тегиздигин-3 жана өлчөөчү призманын (Б) гипотенузалык тегиздикти горизонталдык абалда жайгаштыруу керек.

Өлчөөчү призманын тегиздигине капиллярдын жардамы менен аныкталуучу суюктуктун бир нече тамчысын коюп, өлчөп алуучу прибордун үстүнкү жарым шаарчасын (1) этияттык менен жабуу керек.

Жарык берүүчү күзгүнү жарык булагынан жарык берүүчү призмага тийип, бирдей жарык бергендей болуп орнотуу керек. Прибордун шкаласына жарык берүүчү терезеден (6) жарык жакшы тийиш үчүн күзгүнү (5) туура орнотуш керек. Байкоо түтүкчөсүнө (7) карап, прибордун шкаласы даана көрүнгөндөй, прибордун окулярын тура келтирүү керек.

Маховичокту (2) бурап, окуляр менен байкоо жүргүзүп, жарык жана көлөкөнүн бөлүнүү чегин табуу керек. Эгерде чеги так көрүнбөсө жана ар түстүү боекко боелгон болсо, маховичоктун жардамы менен, аны ар кандай жакка бурап, чектин даана чыгышына жетиш керек.

Маховичокдун (2) жардамы менен жарык жана көлкөнүн чеги торчонун чийимдеринин кесилишине даана туура келтирүү зарыл. Сынуу көрсөткүчүн шкала боюнча карап жазып алуу керек.

Сынуу көрсөткүчү үтүрдөн кийинки төртүнчү белгисине чейинки так болушуна чейин өлчөнөт (шкаланын белгилери горизонталдуу торчонун штрихинен эң жакын турган биринчи үч цифра - 1,45…). Үтүрдөн кийинки үчүнчү белги майда бөлүнгөн бөлүкчөлөрдүн санына тура келет. Алар торчонун горизонталдуу штрихи жана эң жакын турган белгиленген бөлүкчөлөрдүн аралыгында жайгашат.

Үтүрдөн кийинки төртүнчү белги көз өлчөм менен интерполяциялоодон алынат. Алынган сан торчонун горизонталдуу штрихи турган бөлүкчөнүн чегинде болот. Сынуу көрсөткүчү 1,4593 (n D^{20})га барабар болот. Өлчөөнүн сынуу көрсөткүчүн журналга жазып салу керек.

Сынуу көрсөткүч температурадан көз каранды ал 3+8 температура 1^0C жогору болсо 3+8 бирдиккеүтүрдөн кийинки төртүнчү белгинин 3-8 бирдикке төмөндөшүн берет.

Бирдей температурада өлчөп алынган жана сынуу көрсөткүчтөрдүн айырмасы, үтүрдөн 5 бирдиктен жогору болбошу керек.

Лабораториялык иштердин варианттары:

1. Бир нече эриткичтин сынуу көрсөткүчүн аныктоо, адабияттын берилиши менен салыштыруу, заттын тазалыгы жөнүндө жыйынтык чыгаруу.

2. Суюк заттардын аралашмасын айдап алуу аркылуу бөлүп алуу; өзүнчө фракциялардын сынуу көрсөткүчүн аныктоо; заттын тазалыгы жөнүндө жыйынтык чыгаруу.

Текшерүү суроолору

1. Рефракция коеффиценти деген эмне?

2. Рефрактометрдин жардамы менен рефракциялык коеффицентин кантип аныктоого болот?

3. Молекулалык жана салыштырмалуу рефракцияларды кайсы формула менен аныктоого болот?

4. Органикалык заттардын химиялык жаратылышын изилдөөдө молекулалык жана салыштырмалуу рефракция кандай рольду ойнойт?

5. Рефрактометрде иш жүргүзүү кандай иретте жүрөт? Тыгыздыкты ареометрдин жардамы менен аныктоого болот.

№ 10 Лабораториялык иш

Тема: Суюк заттардын тыгыздыктарын аныктоо

Цель: Студенттерге суюк заттардын тыгыздыктарын аныктоону үйрөтүү.

Жабдылышы:

Химическаялык идиштер: Пикнометр - көлөмү 1-2 мл, резиналык груша, капилляр түтүкчөсү менен туташтырылган, аналитикалык тараза, электр плиткасы.

Химиялык реактивдер: Ацетон, спирт, эфир, дистирленген суу, изилденип жаткан суюктук.

Теориялык бөлүгү

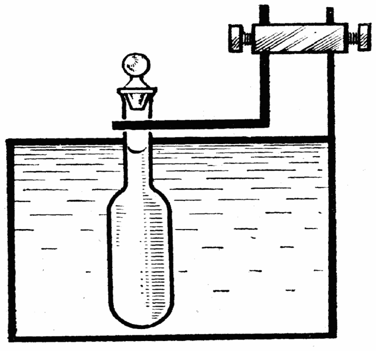
Тыгыздык таза заттардын мүнөздүү константасы. Анын чоңдугу температурадан көз каранды. Салыштырмалуу тыгыздык негизинен суу боюнча аныкталат, 4^oC тыгыздык 0.99997 г/см^3 барабар. Заттардын тыгыздыгы көлөмү 1-2 мл болгон пикнометр менен аныкталат. Иштин алдында пикнометрди тазалашат жана кургатышат.

Лабораториялык практикада заттардын тыгыздыгы көпчүлүк учурда ареометрдин түрлөрү менен аныкталат.

Тажрыйбалык бөлүгү

Тыгыздыкты көлөмү 1-2 мл болгон пикнометр аркылуу аныкташат. Алдын ала пикнометрди хромдун кошулмасы менен жууп, дистирленген суу менен жакшы чайкап кургатып алат. Таза, кургак жана бош пикнометрди аналитикалык таразага тартуу керек. 4^0C деги суунун салмагына келтирип, пикнометрдин көлөмүндөгү суунун салмагын аныкташат (суунун туруктуулугун, же пикнометрдин суудагы саны). Ал үчүн пикнометрге капиллярдуу пипетканын жардамы менен кайнатылган жана 20^0C чейин муздатылган дистирленген сууну кую керек.

Суунун деңгээли 0,3-0,5 см пикнометрдеги мойунчасынан жогору болуу керек. Суу менен толтурулган пикнометрди, атайын карматкычка бекитип 20^0C деги стакандагы сууга салуу керек. Пикнометрдеги суунун деңгээли стакандагы суунун деңгээлинен төмөн болуу керек.



9-Сүр. Пикнометр аркылуу суюктуктун тыгыздыгын аныктоо.

20-Минутадан кийин ашыкча сууну пипетканын жардамы менен алуу керек, суунун деңгээли пикнометрдин мойунчасындагы белгиси менен болу керек.

Пикнометрдин жогорку жагын жана шлифти фильтр кагазы менен сүрүп, 25-30 минутадан кийин аналитикалык таразага тартуу керек.

4^0C Суунун темпертурасына келтирилген пикнометрдин көлөмүндөгү суунун салмагын төмөнкү формула менен аныкташат:

$$\mathbf{X = m(20^0C) x\ m_1(4^0C)/m_1(20^0C),}$$

m(20^{0}C)- *20^{0}C пикнометрдин көлөмүндөгү суунун салмагы (бош жана суусу бар пикнометрдин массаларынын айырмасы);*

m_1(4^{0}C)- *4^{0}C 1м суунун салмагы (1,000гр);*

m_1(4^{0}C)- *20^{0}C 1мл суунун салмагы (0,9982г).*

«Суунун туруктуулугун» аныктагандан кийин пикнометрди кургатып, аныкталуучу зат менен толтуруп, жогору көрсөтүлгөн эрежени колдонуп таразага тартуу керек.

Салыштырмалуу тыгыздыкты формула менен аныктайт:

$$Д_4^{20} = m(зат)/X$$

m(зат)- *пикнометрдин көлөмүндөгү заттын салмагы; (бош жана аныкталуучу заты бар пикнометрдин массаларынын айырмасы),*

X- *суунун туруктуулугу жогоруну кара.*

Текшерүү суроолору

1. Тыгыздыктын чоңдугу темпертаурадан көз карандыбы?
2. Кайсы прибордун жардамы менен төгөздыкты аныктоого болот?
3. Эмне үчүн аналитикалык таразага таза, кургак жана бош пикнометрди тартып алуусу зарыл?
4. Берилген пикнометрдин көлөмүндөгү суунун салмагын кайсы формула менен аныкташат?
5. 4^{0}С Келтирилген пикнометрдеги суунун салмагын кайсы формула менен аныкташат?
6. 4^{0}С Келтирилген суу эмне үчүн стандарт катары колдонулат?
7. Эмне үчүн суунун салмагын аныкташ үчүн дистирленген сууну 10 минута кайнатуу керек?
8. Салыштырмалуу заттын тыгыздыгын кайсы формула менен аныктоого болот?
9. Бош пикнометрди алдын ала эмнеге таразага тартып алыш керек?
10. Суунун туруктуулугу деген эмне жана аны кантип аныктоого болот?

ВВЕДЕНИЕ
ЧАСТЬ I

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И АНАЛИЗА ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

В настоящее время широкое применение получил хроматографический метод разделения, очистки, выделения и идентификации органических соединений благодаря высокой эффективности и простоты эксперимента. Метод основан на различии в подвижности веществ, при прохождении их через двухфазную систему, что обусловлено различным взаимодействием их с компонентами фаз. Отличают три основных вида хроматографии: адсорбционную, распределительную, и ионообменную.

В зависимости от агрегатного состояния подвижной фазы различают:

1) газовую хроматографию, которуюделят на газоадсорбционную хроматографию и газожидкостную хроматографию;

2) жидкостную хроматографию.

По геометрии сорбционного слоя неподвижной фазы различают *колоночную и пластиночную хроматоргафию.*

К пластиночной относятся *тонкослойная хроматография и хроматография на бумаге*.

В колоночной обычно выделяют *капиллярную хроматографию.*

В зависимости от способа перемещения разделяемой смеси в колонке различают следующие варианты хроматоргафии:

- *проявительный;*
- *фронтальный;*
- *вытеснительный.*

В наиболее часто используемой появительной хроматографии анализируемую смесь периодически вводят в поток подвижной фазы; в колонке смесь разделяется на отдельные компоненты, между которыми находятся зоны подвижной фазы. Во фронтальном варианте подвижная фаза с разделяемыми веществами непрерывно поступает в колонку; при этом только первый, наименее сорбируемый компонент можно получить в чистом виде, вторая и последующие зоны содержат два и более компонентов. При вытеснительной хроматографии в колонку после разделяемой смеси вводят так называемы йвытеснитель, который сорбируется лучше любого из анализируемых компонентов, это приводит к образованию примыкающих друг к другу зон разделяемых веществ. Во фронтальном и вытеснительном вариантах необходима регенерация колонки перед следующим опытом.

Основные критерии, характеризубщие хроматографический процесс - удерживание, эффективность и степень разделения.

По физическим принципам хроматографические методы делятся на;

- *распределительные (разделение смеси между двумя растворителями);*
- *адсорбционные (разделение между растворителем и адсорбентом);*
- *вытеснительные (вытеснение вещества, захваченного адсорбентом, другим веществом).*

Хроматоргафически определяют физико-химические характеристики-веществ:

- *коэффициент распределения;*
- *теплоты растворения;*
- *адсорбции;*
- *константы устойчивости комплексных соединений;*
- *коэффициент диффузии в газовой и жидкой фазах;*
- *изучают кинетику гетерогенных каталитических и гомогенных реакций.*

Хроматография на бумаге (бумажная хроматография), основана на различии в скоростях перемещения компонентов анализируемой смеси по бумаге в потоке растворителя соответствующего состава.

Каплю анализируемого раствора (1-10 мкл) наносят на специальную бумагу, по которой под действием капиллярных и гравитационных сил перемещается растворитель. Эксперимент проводят обычно в герметичных сосудах, как правило в стеклянных. Бумага может быть инертным носителем неподвижной фазы (например, в распределительной и осадочной бумажной хроматоргнафии) либо активной неподвижной фазой (в адсорбционной и ионообменной бумажной хроматоргафии).

В распределительной бумажной хроматографии разделение осуществляется благодаря различию в скоростях движения компонентов при многократном повторении актов экстракции и сорбции. Обычно неподвижной фазой служит вода или водные растворы солей, подвижной – растворы кислот и комплексообразующих веществ в органических растворителях (спиртах, кетонах, эфирах и др.). В методе с обращенными фазами бумагу предварительно обрабатывают экстрагентами (например, трибутилфосфат, триоктиламин), а в качестве подвижной фазы используют водные растворы неорганических кислот и солей. Скорость перемещения компонентов зависит от их коэффициента распределения и соотношения объемов подвижной и неподвижной фаз. Метод распределительной бумажной хроматографии применяется для анализа и азделения смесей благородных металлов, фенолов, пептидов, пестицидов, синтетических ПАВ и т.д.

Осадочную бумажную хроматоргафию осуществляют на бумагах, импрегнированных растворами неорганических или органических осадителей, например, раствором $AgNO_3$ при разделении смесей галогенид- и

роданид-ионов. Скорость движения компонентов определяется произведением растворимости образующихся подуктов. Осадочная бумажная хроматоргафия применяется главным образом для анализа анионов в растворах.

В адсорбционной бумажной хроматоргафии в качестве подвижной фазы используют воду или водные растворы неорганических кислот, щелочей и солей. Этот вид бумажной хроматоргафии применяется главным образом при изучении гидролиза, гидролитической полимеризации и комплексообразования.

Ионообменную бумажную хроматоргафию осуществляют на специальных бумагах, которые получают пропиткой суспенхиями ионитов (в частности, ионообменных смол) или экстрагентами с ионообменными свойствами, например, ди(2-этилгексил) фосфатом, окислением и этерификацией целлюлозы и др. способами. Ионообменная бумажная хроматоргафия широко применяется для разделения радиоизотопов, разделения органических и неограничеcких веществ, способных образовывать ионы (в т.ч. благородных металлов и аминокислот) для изучения ионов в растворах.

Во всех вариантах бумажной хроматографии положение зон компонентов характеризуется величиной R_f, которая равна отношению пути, пройденному зоной вещества, к пути, пройденному фронтом растворителя. Величина R_f постоянна для каждого вещества и используется для его идентификации.

Хроматография преперативная, включает разработку и применение хроматографических методов и аппаратуры для получения чистых веществ (содержащих не более 0.1% примесей). Особенность препаративной хроматографии – использование хроматографических колон большого диаметра (1-30 см) и специальных устройств для выделения и сбора компонентов. В лабораториях на колонках диаметром 8-15 мм выделяют 0.1-10 г вещества, на полупромышленных установках с колоннами диаметром 10-20 см – несколько килограмм.

Большой диаметр колонн приводит к тому, что плотность сорбента по сечению неодинакова, влияние на разделение оказывают тепловые эффекты сорбции и десорбции, а большой объем пробы не удается вводить одновременно на весь верхний слой сорбента. Эти факторы снижают эффективность препаративных колонн, например, на полупромышленных установках высота не ниже 2-4 мм. Производительность преперативных колонн относительно невысока (до 10 $см^3$ $см^{-2}час^{-1}$) и зависит от природы разделяемых веществ и емкости сорбента.

Хромато-масс-спектрометрия, метод анализа смесей главным образом органических соединений. В основе хромато-масс-спектрометрии лежат колоночная газовая (или жидкостная) хроматоргафия и масс-спектрометрия. С помощью первого метода осуществляется разделение

смеси на отрельные компоненты, с помощью второго - количественный анализ, идентификация и установление строения веществ. Анализируемую смесь вводят в испаритель хроматографа, откуда она в виде пара вместе с газом-носителемпод давлением поступает в хроматоргафическую колонку, где происходит ее разделение.

Из колонки каждый компонент в токе газа-носителя поступает в молекулярный сепаратор, где из потока удаляется основная часть газа-носителя. При этом давление (обычно атмосферное) понижается до рабочего давления в масс-спектрометре (10^{-5} -10^{-3} Па). Принцип действия молекулярных сепараторов основан либо на различной подвижности молекул газа-носителя и анализируемого вещества, либо на их различной проницаемости через полупроницаемую мембрану.

После сепаратора вещество поступает в ионный источник масс-спектрометра. Ионизация осуществляется ускоренными электронами, неоднородным электрическим полем, ионами газа-реагента и др. Число образующихся при этом ионов пропорционально количеству поступающего вещества. С помощью установленного в масс-спектрометре датчика, реагирующего на изменение полного ионного тока, происходит запись хроматограммы. Таким образом, масс-спектрометр служит детектором хроматоргафа. Одновременно с записью хроматограммы в любой точке хроматографического пика может быть зарегистрирован масс-спектр, который позволяет устанавливать строение соответствующего компонента.

С помощью хромато-масс-спектрометрии можно анализировать как хорошо разделенные, так и неразделенные хроматоргафические пики. Чувствительность анализа определяется чувсивительностью масс-спектрометра 10^{-6} – 10^{-15} г.

№ 1 Лабораторная работа

Тема: Приготовление пластин для поведения тонкослойной хроматографии

Цель: Обучить студентов готовить пластины для поведения тонкослойной хроматографии.

Оборудование:

Химическая посуда: Капроновая ткань, стеклянная пластинка (размер примерно 9 x 12 см), валик, капилляр, кювета, эксикатор или кристаллизатор, оборудованный для тонкослойной хроматографии.

Химические реактивы: Оксид алюминия или силикагель, пробы стандартных азокрасителей, растворенных в бензоле (табл. 1), четыреххлористый углерод.

Теоретическая часть

Хроматография, используется прежде всего, для выделения сложных биохимических соединений. На практике совместно используют разные принципы. По используемой методике различают хроматографию колоночную, хроматографию на бумаге, тонкослойную, газовую, жидкостную, ионообменную, на молекулярных ситах или на гелях (гель-фильтрация).

Для разделения смесей органических соединений применяют различные методы хроматографии.

Хроматографические методы имеют разнообразное аналитическое, и практическое применение: контроль за ходом протекания реакции, проверка идентичности и чистоты реагентов и продуктов, разделение смесей веществ. Для получения хороших результатов необходимо учитывать силу адсорбции соединений различных классов на данном сорбенте, а также элюирующую способность различных растворителей по отношению к этому сорбенту. Для оксида алюминия, например, сила адсорбции изменяется в ряду RH < ROR' < RNO_2 < R_3N < RCOOR' < RNH_2 < RNHCOOR' < ROH < RCOOH, а элюирующая способность - в ряду петролейный эфир < циклогексан < CCl_4 << трихлорэтилен < CS_2 < PhMe < PhH < CH_2Cl_2 < $CHCl_3$ < Et_2O < EtOAc < Me_2CO < дихлорэтан < EtOH < MeOH < H_2O < пиридин < карбоновые кислоты.

Экспериментальная часть

1.1. Приготовление пластинки с незакрепленным слоем оксида алюминия.

Оксид алюминия поглощает влагу воздуха, поэтому адсорбент надо хранить в хорошо закрытой таре и периодически проверять его сорбционные свойства.

1. Просеять оксид алюминия (квалификации «для хроматографии») через два три слоя капроновой ткани.
2. Нанести слой просеянного адсорбента на тщательно вымытую стеклянную пластинку (размер примерно 9 x 12 см), вставленную в специальный станок (рис. 1). С помощью специального валика выравнять слой.
3. На расстоянии 1.5-2 см от нижнего края пластинки наносят пробы стандартных азокрасителей, растворенных в бензоле. Точки нанесения должны находиться строго на одной прямой (для этой цели удобно наметить линию нанесения, приложив к слою алюминия натянутую нитку) на расстоянии 1.5-2 см друг от друга. Каждый из красителей следует наносить своим капилляром, лишь слегка касаясь при этом слоя адсорбента, чтобы не нарушить этот слой.

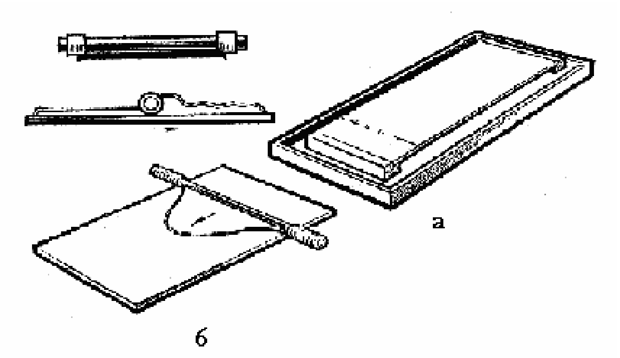


Рис. 1. Приспособление для закрепления незакрепленного слоя оксида алюминия на пластинку (а – станок, б – валик для разравнивания адсорбента).

4. Подготовленную пластинку ставят в наклонном положении в кювету, в которую предварительно наливают четыреххлористый углерод, высота слоя которого не должна превышать 1-1.5 см. Угол наклона может быть не более 20-30°С, иначе сорбент осыпается с пластинки. Ставить пластинку в кювету надо с максимальной осторожностью, не увеличивая угла наклона пластинки и избегая ударов ее о стенки кюветы.

Снаряженную кювету помещают в эксикатор или кристаллизатор (рис. 2), который затем закрывают пришлифованной крышкой, что позволяет избежать испарения растворителя.

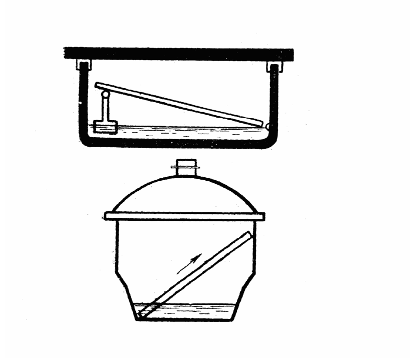


Рис. 2. Эксикатор, оборудованный для тонкослойной хроматографии.

После того, как элюент поднимется почти до верха пластинки, ее осторожно вынимают и отмечают положение фронта растворителя. После высушивания определяют функцию R_f (фактор замедления) компонентов смеси и свидетелей.

$$R_f = \frac{\text{Расстояние от точки старта до середины пятна вещества}}{\text{Расстояние, пройденное растворителем от старта до фронта}}$$

При хроматографировании бесцветных веществ после окончания процесса пластинку высушивают и помещают в атмосферу легко адсорбируемого вещества. При этом чистый сорбент на пластинке окрашивается, а пятна вещества остаются бесцветными. Иногда при таком «проявлении» хроматограммы окрашиваются как сорбент, так и вещества, но интенсив-

ность окраски различна. «Проявителем» могут служить пары йода. Прежде чем помещать пластинку в сосуд с «проявителем», необходимо, чтобы растворитель на пластинке испарился. Иначе йод растворяется на пластинке, и нарушается различие в адсорбции. Пластинку помещают в сосуд с кристаллическим йодом на 5-10 мин. Затем пластинку вынимают и оставляют на воздухе для испарения избытка йода. Постепенно ярко обозначаются контуры пятен веществ.

Таблица 1. Зависимость R_f красителя от активности оксида алюминия.

Краситель	Активность			
	I	II	III	IV
Азобензол	0.59	0.74	0.85	0.95
п-Метоксибензол	0.16	0.49	0.69	0.89
Судан I (1-(фенилазо)-2-нафтол	0.01	0.25	0.57	0.78

Для хроматографических исследований необходим оксид алюминия с активностью не ниже III-степени. Для увеличения активности адсорбента, его прокаливают 4 – 5 час, при 400-500°С, охлаждают и быстро переносят в склянку с хорошо подогнанной пробкой. После этого еще раз определяют активность алюминия.

Контрольные вопросы

1. Какие известны три основных вида хроматографии?
2. На чем основан метод хроматографии?
3. Какое применение имеют хроматографические методы разделения соединений?
4. Для чего необходимо учитывать силу адсорбции соединений различных классов на определенном сорбенте, а также элюирующую способность различных растворителей по отношению к этому сорбенту?
5. Почему адсорбент необходимо хранить в хорошо закрытой таре и периодически проверять его сорбционные свойства?
6. Последовательность приготовления пластинки с незакрепленным слоем оксида алюминия для проведения хроматографических исследований?
7. Зависит ли R_f красителя от активности оксида алюминия?
8. Что такое R_f и как ее определяют?
9. Какой оксид алюминия необходим для хроматографических исследований?
10. Какой эксикатор применяют для тонкослойной хроматографии?

№ 2 Лабораторная работа

Тема: Определение степени чистоты неизвестного вещества

Цель: Обучить студентов определять степень чистоты неизвестного вещества.

Оборудование:

Химическая посуда: Капроновая ткань, стеклянная пластинка (размер примерно 9 х 12 см), валик, капилляры, кювета, стеклянные стаканчики объемом 3 – 4 мл, эксикатор или кристаллизатор, оборудованный для тонкослойной хроматографии.

Химические реактивы: Оксид алюминия или силикагель, растворы исследуемых веществ, предварительно подобранные элюенты (петролейный эфир, циклогексан, CCl_4, трихлорэтилен, CS_2, PhMe, PhH, CH_2Cl_2, $CHCl_3$, Et_2O, EtOAc, Me_2CO, дихлорэтан, EtOH, MeOH, H_2O, пиридин, карбоновые кислоты).

Теоретическая часть

Для определения степени чистоты неизвестного нового синтезированного вещества необходимо сделать хроматограмму. Для этого небходимо выбрать соответствующий сорбент, подобрать растворитель (технику приготовления сорбента, подбора растворителя, нанесения пробы на пластинку см. лабораторную работу №1).

Положение пятен вещества после хроматографирования характеризуется значениями R_f (отношение фронтов) и вычисляется по формуле:

$$R_f = \frac{\text{Расстояние от точки старта до середины пятна вещества}}{\text{Расстояние, пройденное растворителем от старта до фронта}}$$

R_f Является характеристикой каждого вещества, но зависит от качества сорбента и элюента. Поэтому проводят сравнение величин R_f испытуемого вещества со «свидетелем», который наносится на ту же пластинку. «Свидетелем» служит предполагаемое чистое вещество, полученное другим методом. Вещество считается индивидуальным при наличии на хроматограмме только одного пятна.

В настоящее время для хроматографирования широко используют силуфоловые пластинки, представляющие собой алюминиевую фольгу, покрытую закрепленным слоем силикагеля и люминесцентного индикатора.

Экспериментальная часть

Работу выполняют на пластинках с незакрепленным или закрепленным слоем адсорбента. В последнем случае целесообразно использовать пластинки (длина не более 5 см, ширина определяется числом наносимых

проб) с силикагелем, нанесенным на стеклянную, полимерную или подложку из алюминиевой фольги.

1. В стаканчиках объемом 3 – 4 мл готовят раствор из 50 – 100 мг исследуемого вещества ≈ в 1 мл растворителя. Желательно избегать применения последнего с высокой температурой кипения.

2. Пробу наносят капилляром на расстоянии 0.8 – 1 см от нижнего и не ближе 2 – 3 мм от бокового края пластинки с закрепленным слоем сорбента. Оптимальный диаметр пятна составляет 2 – 4 мм. Количество нанесенного образца также должно быть оптимальным: недостаток затруднит проявление хроматограммы, при избытке разделение будет не эффективным.

После нанесения пробы на хроматограмму, необходимо ее подсушить, для удаления растворителя (особенно тщательно - для сильно адсорбируемых или высоко кипящих, например, уксусная кислота, диметилформамид и др.).

3. Хроматографирование проводят в нескольких чистых растворителях с разной элюирующей способностью (уровень элюента должен быть ниже точки нанесения!) и определяют R_f в каждом опыте.

Вещество считается индивидуальным при наличии на хроматограмме только одного пятна в области R_f в пределах 0.3 – 0.6. Если в чистых растворителях вещество элюируется с фронтом (2) или остается на старте (1), то необходимо использовать смеси с разными объемными соотношениями полярных и неполярных элюентов для достижения оптимального значения R_f.

Полярный элюент Малополярный элюент Смесь элюентов

4. Окрашенные соединения определяются визуально. Неокрашенные соединения проявляют в парах йода, прокаливанием (только для пластинок с металлической подложкой) или опрыскиванием специальными реагентами. Для пластинок с флуоресцентным индикатором обнаружение пятен веществ можно проводить при облучении УФ-светом с соответствующей длиной волны (обычно 254 нм).

Контрольные вопросы

1. Какими значениями характеризуется положение пятен вещества после хроматографирования?
2. При каком облучении проводят обнаружение пятен веществ с флуорисцентным индикатором?
3. Зависит ли R_f от качества сорбента и элюента?
4. Для чего проводят сравнение величин R_f испытуемого вещества со «свидетелем»?
5. Почему желательно избегать применения исследуемого вещества с высокой температурой кипения?

6. Как влияет количество нанесенного образца на поверхность сорбента при проявлении хроматограммы?
7. Почему хроматографирование проводят в нескольких чистых растворителях с разной элюирующей способностью?
8. В каком случае вещество считается индивидуальным?
9. В каком случае достигается оптимальное значение R_f?
10. Каким способом проявляют неокрашенные соединения?

№ 3 Лабораторная работа

Тема: Контроль за ходом протекания реакции. Определение наличия известных веществ в смеси соединений

Цель: Обучить контролировать ход протекания реакции, для предотвращения побочных процессов и определение наличия известных веществ в смеси соединений.

Оборудование:

Химическая посуда: Капроновая ткань, стеклянная пластинка (размер примерно 9 •12 см), валик, капилляры, кювета, стеклянные стаканчики объемом 3 – 4 мл, эксикатор или кристаллизатор оборудованный для тонкослойной хроматографии.

Химические реактивы: Оксид алюминия или силикагель, растворы исследуемых веществ, предварительно подобранные элюенты (см. работу № 2).

Теоретическая часть

Контроль за ходом проведения реакции: степени превращения исходных реагирующих веществ в продукты реакции, предотвращения образования побочных продуктов осуществляют с помощью хроматограммы. Для этого необходимо определиться с выбором вида хроматографии и оптимальных условий. Хроматографический контроль осуществляют периодически, до образования конечного продукта. О том, что реакция прошла до конца судят по одному пятну на хроматограмме. В случае неокрашенного пятна конечного продукта, хроматограмму обрабатывают соответствущим реагентом, дающим цветную реакцию с компонентами смеси. Распределительную хроматографию используют в качестве аналитического метода определения смеси или чистоты конечного продукта.

Экспериментальная часть

3.1. Контроль за ходом протекания реакции.

Предварительно подбирают оптимальный элюент для реагентов (см. работу № 2). На одну пластинку отдельно наносят пробы реагентов («свидетелей») взятую непосредственно из реакционной массы. Появление в ходе элюирования в оптимальном растворителе и проявление на хромато-

грамме дополнительного пятна (или пятен) в пробе из реакционной смеси свидетельствует об образовании в ходе реакции новых веществ. Через некоторое время вновь проводят хроматографический контроль со «свидетелями». Если в результате на хроматограмме в пробе реакционной массы пятна исходных веществ исчезают практически полностью, то реакция прошла до конца.

3.2. Определение наличия известных веществ в смеси соединений

По принципу данная работа аналогична работе № 3. Подготовка проб и элюирование – см. работу № 2.

Растворяют смесь и индивидуальные вещества в отдельных стаканчиках в подходящих растворителях (последние выбираются на основании справочных данных). Пробы наносят на одну пластинку. Хроматографирование проводят в различных растворителях или их смесях. Совпадение R_f известных веществ и соединение в смеси свидетельствует о возможном наличии первых в последней.

Контрольные вопросы

1. При разделении веществ на хроматограмме какую роль играет распределение и адсорбция?
2. С использованием каких жидкостей проводится распределительная хроматограмма?
3. На чем основано распределение компонентов смеси?
4. Какие соединения используют в качестве сорбентов?
5. Каким растворителем вытесняется адсорбированное органическое соединение на сорбенте?
6. Какое вещество должно быть неподвижной фазой (полярное или неполярное), чем растворитель, применяемый в качестве подвижной фазы?
7. Для чего необходимо контролировать за ходом протекания реакции?
8. О чем свидетельствует появление в ходе элюирования в оптимальном растворителе и проявления на хроматограмме дополнительного пятна?
9. Для чего периодически проводят хроматографический контроль со «свидетелями»?
10. Как по хроматограмме можно определить, что реакция прошла до конца?
11. Какие три основных вида хроматографии известны, и какой вид хроматографии применяется для определения наличия известных веществ в смеси соединений?
12. Каким значением характеризуется положение пятен после хроматографирования, и по какой формуле вычисляется?
13. Как можно определить чистоту определяемого вещества?
14. При разделении смеси веществ, какую роль играет адсорбция?

15. Для чего проводят сравнение величин R_f испытуемого вещества со «свидетелем»?

16. Каким способом проявляют хроматограммы бесцветных веществ?

17. Как проводят подготовку проб и элюирование?

18. На основании каких данных проводится подбор растворителей для растворения смеси исследуемых соединений и индивидуальных веществ?

19. О чем свидетельствует совпадение R_f известных веществ и соединений в смеси?

№ 4 Лабораторная работа

Тема: Препаративная тонкослойная хроматография

Цель: Целью данной работы обучение студентов препаративной тонкослойной хроматографии реакционной смеси.

Оборудование:

Химическая посуда: Стеклянная пластинка (размер примерно 9 х 12 см), валик, капилляры, кювета, стеклянные стаканчики объемом 3 – 4 мл, пипетки, эксикатор или кристаллизатор, оборудованный для тонкослойной хроматографии, фильтр Шота.

Химические реактивы: Раствор исследуемой смеси, соответствующая элюирующая система.

Теоретическая часть

Для успешного препаративного разделения смеси веществ необходимо предварительно с помощью аналитической ТСХ подобрать соответствующие адсорбент и элюирующую систему (см. работу № 4). Оптимальное значение R_f целевого компонента смеси составляет 0.30 – 0.35. Если необходимо выделить два или более компонента, то элюент подбирают для каждого. Разделение упрощается, если разница в R_f компонентов достаточно большая: в этом случае хроматографирование сначала проводят с использованием менее полярного растворителя, который затем меняют на более полярный. Полученные результаты являются необходимыми данными для адекватного перехода от аналитической ТСХ к препаративным методам.

Перед препаративным разделением определяют массу смеси.

Экспериментальная часть

4.1. Препаративное разделение смеси веществ (реакционной массы) методом ТСХ.

1. Подбирают оптимальные условия хроматографирования (см. выше), подготавливают пластинку с незакрепленным слоем как описано в ра-

боте № 2. Для наилучшего разделения целесообразно применять тот же самый сорбент, что и при выборе условий с размером частиц 0.005 – 0.04 мм. Его количество, а также размеры пластинки определяются массой разделяемой смеси.

2. Отмечают линию старта, слегка касаясь натянутой ниткой. Нанесение концентрированного раствора смеси проводят с помощью пипетки через некоторые интервалы вдоль линии старта так, чтобы пятна не сливались. Последующие пробы наносят в промежутки между первыми после их высыхания. Операцию можно повторить несколько раз, учитывая, что при избыточном нанесении разделение будет неэффективным. После этого проводят элюирование (см. работу № 2). Следует отметить, что повторное хроматографирование, осуществляемое после высушивания пластинки, может существенно улучшить разделение веществ, с близким значением R_f.

3. При использовании сорбента с УФ-индикатором в ходе прявления в УФ-свете одновременно отмечают скальпелем положение полос соединений. Если адсорбент не содержит индикатора, то с помощью перпендикулярно поставленной стеклянной пластинки отделяют участок шириной примерно 1 см от бокового края и проводят его проявление с помощью паров йода. Каждый выделенный участок сорбента собирают с помощью отдельного фильтра Шота (ПОР 40 и меньше), закрытого резиновой пробкой со вставленной в нее оттянутой на конце стеклянной трубкой. Другой конец фильтра подсоединяют к водоструйному насосу.

4. Вымывание адсорбированных соединений на фильтре проводят с использованием полярного растворителя, например, ацетона. Фильтраты еще раз фильтруют через плотный бумажный фильтр, затем проводят хроматографический контроль, после чего упаривают досуха. Определяют массу остатка для каждого компонента.

Если по данным ТСХ эффективного разделения не произошло, то либо уменьшают нагрузку по массе на пластинку, либо подбирают другие условия хроматографирования.

Контрольные вопросы

1. Какой адсорбент и элюирующая система необходимы для успешного препаративного разделения смеси веществ?
2. Чему равно оптимальное значение R_f целевого компонента смеси?
3. Каким образом подбирают элюент, если необходимо выделить два или более компонента?
4. Как следят за ходом элюирования при разделении смеси бесцветных веществ?
5. Подбор оптимальных условий для хроматографирования.

6. Какой сорбент необходимо применять для наилучшего разделения смеси?

7. Как можно разделить смеси соединений с близким значением R_f?

8. Как проводят вымывание адсорбированных соединений на фильтре?

9. Как проводят повторное хроматографирование, осуществляемое после высушивания пластинки?

10. Что необходимо сделать, если по данным ТСХ эффективного разделения не произошло?

№ 5 Лабораторная работа

Тема: Препаративное разделение смеси органических веществ (реакционной массы) методом колоночной хроматографии

Цель: Обучить студентов препаративному разделению смеси органических веществ (реакционной массы) методом колоночной хроматографии.

Оборудование:

Химическая посуда: Стеклянная пластинка (размер примерно 9 x 12 см), валик, капилляры, кювета, стеклянные стаканчики объемом 3 – 4 мл, пипетки, эксикатор или кристаллизатор, оборудованный для тонкослойной хроматографии.

Химические реактивы: Раствор исследуемой смеси, соответствующая элюирующая система.

Теоретическая часть

В колоночной хроматографии колонкой для хроматографирования может служить стеклянная бюретка диаметром от 8 до 12 мм и длиной 25-30 см. В колонку помещают адсорбент так, чтобы он образовал равномерно и плотно насыпанный столбик.

Для этого на дно колонки помещают кусочек ваты. Оксид алюминия (III) просеивают через сито и вносят в колонку в сухом виде или приготовляют суспензию в растворителе, который будет использован для хроматографирования.

В первом случае оксид алюминия (III) постепенно засыпают в колонку, наполненную растворителем. При этом все время постукивают по колонке (деревянной палочкой ил стеклянной с надетой на нее резиновой трубкой), чтобы адсорбент равномерно уплотнился (рис. 3).

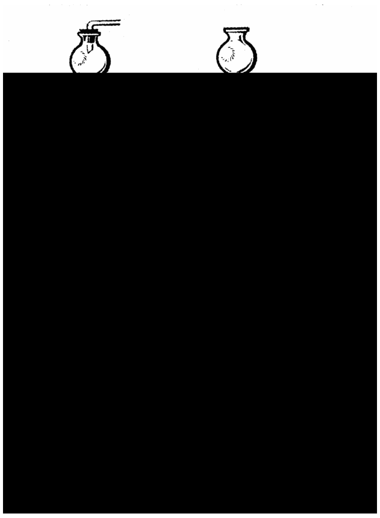


Рис.3. Хроматографические колонки: 1 – элюент;
2 – сорбент;3 –вата; а) зоны веществ.

При втором способе наполнения колонки оксид алюминия (III) сильно взмучивают в растворителе. Полученную суспензию вливают небольшими порциями в колонку при постукивании.

Верхнюю часть сорбента закрывают тампоном из ваты. Растворитель должен стекать со скоростью 15-20 капель в минуту.

Если скорость мен□ше, то в колонке□создают давление или вакуум. Для этого через верхнюю часть колонки подают сжатый воздух или герметично соединяют колонку с приемником и присоединяют водоструйный насос. Когда уровень растворителя достигнет верхней границы колонки, на верхнюю часть адсорбента осторожно наливают раствор так, чтобы над поверхностью адсорбента всегда оставался небольшой слой жидкости.

На верхнюю часть адсорбента осторожно наливают раствор так, чтобы над поверхностью адсорбента всегда оставался небольшой слой жидкости.

Когда раствор полностью протечет через колонку, небольшими порциями вливают чистый элюент, при пропускании которого происходит разделение вещества. За разделением окрашенных веществ, следят по образованию цветных зон.

При разделении смеси бесцветных веществ за ходом элюирования наблюдают, отбирая равные объемы фракций. Растворитель отгоняют и определяют константы оставшихся веществ после отгонки в каждой фракции.

Иногда за разделением веществ в колонке можно наблюдать по флуоресценции в ультрафиолетовом свете.

Экспериментальная часть

Проводят подбор оптимальных условий методом ТСХ, как указано выше. Подбор колонки (длина и диаметр) определяется тем, какое количе-

ство исходного вещества надо разделить и какова цель разделения. Для грубого разделения смеси веществ на группы или, если R_f целевого продукта сильно отличается от соответствующего показателя для примесей (> 0.6), пригодны колонки с большим внутренним диаметром; соотношение масс адсорбента и хроматографируемой пробы может быть небольшим (от 10: 1 до 30: 1). Размер частиц адсорбента в данном случае не имеет большого значения. Для разделения компонентов с близкими значениями R_f подбирают более узкие и более длинные колонки, а избыток адсорбента относительно массы разделяемой смеси должен быть большим (100 – 200: 1). Размер частиц адсорбента для этой цели обычно 0.015 – 0.06 мм. Перемещение элюента по колонке осуществляется либо под действием силы тяжести при атмосферном давлении, либо элюент подают под некоторым избыточным давлением. Менее эффективным является создание незначительного вакуума снизу колонки. Для колоночной хроматографии используют трубки с впаянной пористой стеклянной пластинкой, либо в нижнюю часть колонки помещают небольшой тампон из ваты (стекловаты), на которую насыпают слой песка толщиной 1 см.

Заполнение колонки («мокрый» метод). Наиболее оптимальные результаты получаются при использовании адсорбентов с размером частиц 0.04 – 0.08 мм. Колонку заполняют предварительно приготовленной густой суспензией сорбента в неполярном растворителе. По мере оседания адсорбента в колонку периодически подают некоторое количество растворителя, одновременно постукивая по стенке отрезком вакуумного шланга для более однородного заполнения. Если уровень сорбента остается неизменным, то заполнение можно считать законченным.

Ни в коем случае нельзя допускать высыхания адсорбента. Уровень элюента над сорбентом должен составлять 4 – 7 мм (в зависимости от диаметра колонки). Перед введением пробы в колонку помещают кружок из фильтровальной бумаги диаметром несколько меньшим внутреннего диаметра колонки.

Способы введения пробы.

1. Пробу растворяют в неполярном растворителе, чтобы получить концентрированный раствор, который затем пипеткой вводят в хроматографическую колонку. Сосуд, в котором была растворена проба, и пипетку споласкивают небольшим количеством растворителя, который также вводят в колонку. Когда введенный раствор впитается, начинают хроматографирование. Если объем раствора пробы достаточно большой, то ввод проводят по частям, но зона нанесенной смеси должна быть как можно более узкой.

2. Если проба только частично растворима или почти нерастворима в неполярном растворителе, то ее растворяют в минимальном количестве

полярного растворителя и полученный раствор разбавляют неполярным растворителем. Если при этом часть пробы выпадает в осадок, то в колонку вводят жидкий слой и повторяют операцию. Зона ввода также должна быть минимальной.

3. Если проба слишком вязкая или это смесь соединений самой различной полярности, то ее растворяют в возможно более летучем полярном растворителе, полученный раствор смешивают с адсорбентом, который использовался при заполнении колонки. После испарения растворителя в вакууме при комнатной температуре, остаток смешивают с сухим адсорбентом и вводят его сверху в колонку, тем способом, каким проводилось ее первоначальное заполнение.

Хроматографирование. Для лучшей сорбции после введения пробы в колонку подают некоторое количество растворителя. Операцию повторяют 2 – 3 раза. При разделении многокомпонентных смесей элюирование обычно начинают наименее полярным растворителем. Скорость отбора и объем фракций зависит от типа и масштаба хроматографического процесса. Отобранные в течении определенных интервалов фракции анализируют методом ТСХ и при необходимости объединяют. Из объединенных фракций отгоняют растворитель посредством обычной перегонки или на роторном испарителе в ваккуме. Процесс продолжают до тех пор, пока не перестает элюироваться хроматографируемая проба. После этого элюирующую способность смеси увеличивают, повышая содержание более полярного компонента системы, который подают или несколькими порциями или постепенно (градиентное элюирование, которое подавляет образование «хвостов» сильно адсорбируемых соединений). Сбор и дальнейшую обработку фракций проводят, как описано выше.

Описание хроматографического разделения в лабораторном журнале включает массу пробы, внутренний диаметр и длину колонки, для адсорбента – тип и фирму - производитель, массу, размер частиц, активность. Следует также указать, какие растворители использовались, число фракций, их объемы, массу остатков отдельных или объединенных фракций, их особенности (например, их окраска, способность к кристаллизации и т.п.).

Контрольные вопросы

1. Какие два способа хроматографиронания на колонке известны?
2. С какой скорость должен стекать растворитель из колонки?
3. Что необходимо сделать, если скорость стекания мала?
4. Почему на верхней части адсорбента всегда должен оставаться небольшой слой жидкости?
5. Каким образом прослеживают разделение окрашенных веществ?
6. Как контролируют ход элюирования, при разделении смеси бесцветных соединений?

7. Какие колонки необходимо использовать, если R_f целевого продукта сильно отличается от соответствующего показателя для примесей (>0.6)?

8. Какие колонки используют для разделения компонентов с близкими значениями R_f?

9. Почему нельзя допускать высыхания адсорбента?

10. Какие способы введения проб известны?

ЧАСТЬ II
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Каждое органическое соединение характеризуется постоянными физическими свойствами, которые чаще всего зависят от давления и температуры. Из этих физических свойств наиболее легко определяются температура плавления, температура кипения, показатель преломления и плотность; поэтому в химической литературе, в учебниках, справочниках и специальных таблицах при описании отдельных соединений всегда приводятся эти характерные физические свойства.

Наиболее простой способ доказательства чистоты данного вещества состоит в определении его физических констант и сравнении их с литературными данными. Чаще всего для выяснения степени чистоты кристаллического вещества достаточно определить температуру его плавления, а для жидкости определить – плотность, температуру кипения и показатель преломления.

Чистое вещество плавиться резко при определенной температуре. Примеси в веществе редко образуют с ним твердые растворы; обычно они распределяются неравномерно, вследствие чего плавление вещества происходит не сразу, а в интервале температур (до нескольких градусов) и полное плавление наблюдается при температуре более низкой, чем в случае чистого вещества. Для сопоставления результатов необходимо указывать растворитель, из которого проводили перекристаллизацию. Вещество можно считать достаточно чистым, если его константы не меняются при повторных очистках.

№ 6 Лабораторная работа

Тема: Определение температуры плавления органического вещества

Цель: Обучить студентов определять температуры плавления органического вещества.

Оборудование:

Химическая посуда: Термометр, электрическая плитка, стеклянные капилляры, железный штатив с кольцом, лапкой и сеткой, скальпель, лупа, фильтровальная бумага.

Химические реактивы: Парафин, стеариновая кислота.

Теоретическая часть

Для твердого вещества температура плавления является его характерной константой. Она может служить показателем чистоты препарата. Часто только знание молекулярной формулы, точки плавления, некоторых легко определимых химических констант (например, числа нейтрализации) в сочетании с внешними признаками и сведениями об источнике получения вещества позволяет с достаточной определенностью судить о ее химической природе.

Например, вещество имеет эмпирическую формулу $C_{16}H_{32}O_2$. По внешнему виду оно напоминает говяжий жир, является кислотой и содержит, судя по числу нейтрализации, одну карбоксильную группу; насыщенное; точка плавления 62°C. Можно предположить, что это пальмитиновая кислота. Чтобы убедиться в этом, надо определить температуру плавления этого вещества, смешанного с равным количеством чистой пальмитиновой кислоты. Если эта температура 62°C, то исследуемое вещество действительно пальмитиновая кислота.

Экспериментальная часть

6.1. Определение температуры плавления на шарике термометра.

Перед определением температуры плавления на шарик повернутого вверх шкалой термометра помещают небольшой кристаллик исследуемого вещества, после чего термометр осторожно помещают на некотором расстоянии (1 – 2 см) от нагретой электрической плитки (расстояние и степень нагрева определяется температурой плавления вещества; кроме того, вблизи точки плавления скорость подъема температуры должна составлять 3 – 4°/мин). Проба вещества плавится за счет тепла, поступающего от нагретого шарика термометра, и, так как ее масса достаточно мала, плавление наступает практически в момент достижения температуры плавления (иногда даже при более высокой скорости нагревания). Данный метод дает приблизительные результаты.

6.2. Определение температуры плавления в стеклянном капилляре.

Для более точного определения температуры плавления вещество помещают в стеклянный капилляр. Капилляр вытягивают из трубки из не тугоплавкого стекла диаметром 8 – 10 мм. Полученная капиллярная нить должна иметь внутренний диаметр 0.8 – 10 мм, которую нарезают на ку-

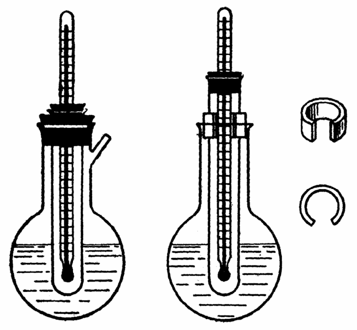
сочки 4 – 5 см, обращая внимание, чтобы линия отреза была ровной, так как иначе наполнение капилляра будет затруднено. После этого кусочки капилляра запаивают с одного конца, осторожно внося их в пламя горелки. Капилляр наполняют веществом так, чтобы ее плотный слой занимал около 4 мм. Для этого небольшое количество анализируемого вещества тонко измельчают на часовом стекле при помощи стеклянного «гвоздика», собирают его в кучку и погружают в нее открытый конец капилляра. При этом небольшое количество вещества попадает внутрь капилляра. Сместить это вещество вниз и утрамбовать его можно, бросая капилляр запаянным концом вниз в стеклянную трубку длиной 90 - 100 см, поставленную вертикально на пластинку из стекла. Таким способом наполняют два – три капилляра. Если анализируемое вещество легко возгоняется, является летучим или разлагается при плавлении, то необходимо запаять открытый конец капилляра. В последнем случае в лабораторном журнале указывается температура разложения.

Дальнейшее определение температуры плавления можно проводить с применением различных приборов.

Прибор Рота (рис. 4). Колбу прибора заполняют глицерином, концентрированной серной кислотой или высококипящим силиконовым маслом. Термометр закрепляют в резиновой пробке, которую вставляют в специальную пробирку, присоединяемую на шлифах к горлу колбы. Для сообщения внутренней части прибора с атмосферой необходимо совместить отверстия на пришлифованных частях колбы и пробирки. Если эти отверстия отсутствуют, то в резиновой пробке необходимо сделать продольный паз.

Приготовленные, как указано выше, капилляры закрепляют посредством резинового кольца по обе стороны термометра на уровне шарика так, чтобы было видно одновременно и шкалу термометра, и содержимое капилляра на просвет (см. рис. 4).

Нагрев осуществляют сначала быстро, а когда показания термометра достигнут величины на 10 – 15°C ниже температуры плавления, нагревание регулируют так, чтобы столбик ртути поднимался со скоростью не более 1 – 2°/мин. Началом плавления считают изменение внешнего вида вещества (уплотнение, появление пузырьков воздуха между кусочками и т.п.). Отмечают температуру, при которой все вещество превратится в жидкость. Интервал температур между началом и концом плавления тем меньше, чем чище вещество. На практике считается допустимым, если вещество плавится в пределах 1 – 2°C.



[redacted]

Рис. 4. Прибор для определения температуры плавления.

Для получения более точных результатов проводят повторное определение.

Если вещество имеет достаточно высокую температуру плавления (более 200°C), то капилляр закрепляют с помощью медной проволочки и колбу не заполняют жидкостью.

Аналогично определение температуры плавления проводят в *приборе Тиле.*

Блок для определения температуры плавления (рис. 4). Подготавливают капилляры с образцами анализируемых веществ как описано выше. В широкий вертикальный канал блока вставляется термометр, в узкие - капилляры с веществами. Одновременно можно определять температуру плавления двух – трех соединений (в зависимости от числа узких каналов). Применение данного прибора особенно целесообразно, если вещества имеют высокую (> 200°C) температуру плавления. В последнем случае для предупреждения разложения соединений капилляр следует помещать в блок после того, как он будет нагрет до температуры приблизительно на 20°C ниже предполагаемой температуры плавления (предварительно определяют температуру плавления на шарике термометра).

Наблюдение за ходом плавления проводят с помощью микроскопа. Скорость повышения температуры как описано выше (регулирование интенсивности нагревания встроенной нагревательной спирали – с помощью ЛАТРа).

Блок для *определения температуры плавления микроколичеств веществ* (прибор Кофлера) состоит из двух частей. В боковой канал нижней части вставляют термометр, растертые кристаллики образцов помещают между тонкими покровными стеклами (размер 15 • 15 мм, одновременно можно анализировать 4 – 5 соединений), которые располагают на верхней поверхности нижней части, после чего закрывают прибор. За ходом плавления наблюдают через объектив микроскопа. Методика определения аналогична предыдущему опыту.

Контрольные вопросы

1. Какие свойства веществ могут служить критерием чистоты?
2. Как влияет присутствие в веществе примесей на температуру плавления?
3. В каком интервале температур плавится чистое вещество?
4. Какими свойствами пользуются для установления идентичности двух веществ (если одно из веществ известно)?
5. Как определяют температуру плавления смеси веществ?
6. Что такое депрессия температуры плавления?
7. Какие соединения не обнаруживают депрессии температуры плавления?
8. Как определяют температуру плавления на шарике термометра?
9. Какой способ применяют для более точного определения температуры плавления вещества?
10. Для чего проводят повторное определение температуры плавления?

№ 7 Лабораторная работа

Тема: Идентификация соединений методом «пробы смещения»

Цель: Обучить студентов идентифицировать соединения методом «пробы смещения».

Оборудование:

Химическая посуда: Термометр, электрическая плитка, стеклянные капилляры, железный штатив с кольцом, лапкой и сеткой, скальпель, лупа, фильтровальная бумага.

Химические реактивы: Исследуемая смесь веществ.

Теоретическая часть

Присутствие в веществе примесей понижает температуру плавления. Кроме того, увеличивается и температурный интервал плавления. Этими свойствами пользуются для установления идентичности двух веществ (смешанная проба) и определяют температуру плавления смеси. Если температура плавления смеси не изменится по сравнению с температурами плавления каждого компонента, то делают заключение об идентичности двух веществ. Если температура плавления смешанной пробы ниже температуры плавления исходных компонентов (депрессия температуры плавления), то в смеси присутствуют два разных вещества. Однако надо иметь в виду, что изоморфные соединения, даже отличные по своему химическому строению, не обнаруживают депрессии температуры плавления.

Экспериментальная часть

Температура плавления соединений, содержащих следы примесей, всегда ниже температуры плавления чистого индивидуального вещества. Если при синтезе получается вещество, которое можно считать идентичным с уже известным соединением, то для доказательства этого необходимо:

• приготовить хорошо измельченную смесь полученного вещества с равным количеством заведомо чистого соединения;

• подготовить три капилляра и заполнить их этой смесью, исследуемым веществом и заведомо чистым соединением, соответственно;

• определить температуру плавления каждого образца;

При совпадении этих температур идентичность соединений можно считать доказанной.

Исключения встречаются только в случае изоморфных соединений.

Контрольные вопросы

1. В чем состоит суть метода «пробы смешения»?
2. Как влияет присутствие в веществе примесей на температуру плавления?
3. Почему температура плавления соединений, содержащих следы примесей, всегда ниже температуры плавления чистого индивидуального вещества?
4. Какими свойствами пользуются для установления идентичности двух веществ (если одно из веществ известно)?
5. Как определяют температуру плавления смеси веществ?
6. Какие критерии необходимы для доказательства чистоты вещества, если при синтезе получается вещество, которое можно считать идентичным с уже известным соединением?
7. Какие правила необходимо соблюдать при выборе сорбента?
8. Какие правила необходимо соблюдать при выборе элюента?
9. Для чего необходимо определять температуру плавления каждого образца?
10. Как влияют изоморфные соединения на результат хроматограммы?

№ 8 Лабораторная работа

Тема: Определение температуры кипения

Цель: Обучить студентов определенять температуры кипения жидкого вещества.

Оборудование:

Химическая посуда: Колба на 250 мл, переходник, холодильник, аллонж, приемник, электрическая плитка, трубки Эмиха, капилляры диаметром 3-4 мм и длиной 4-5 см, 7-10 см и диаметром 0.2-0.5 мм, термометр, водяная баня.

Химические реактивы: Бензол, этиловый спирт, этиловый эфир.

Теоретическая часть

Температура кипения является важнейшей константой жидкого вещества. Для определения температуры кипения жидкость перегоняют в соответствующем приборе для перегонки (рис. 5).

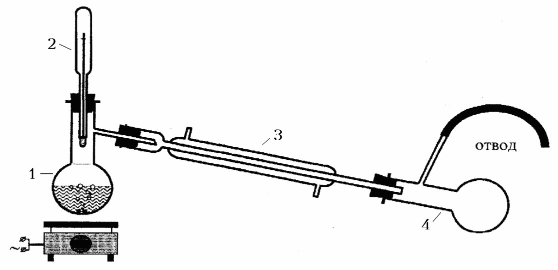


Рис. 5. Схема установки для перегонки: 1 – перегонная колба; 2 – термометр; 3 – холодильник; 4 – приемная колба

Чем вещество чище, тем уже интервал температур начала и конца перегонки. Индивидуальное вещество выкипает в узком температурном интервале, соответствующем 0.5-1°С. Температура кипения является функцией давления, т. е. отклонение от нормального давления влияет на величину температуры кипения, поэтому необходимо учитывать давление.

Перегонка с водяным паром

Перегонку с водяным паром применяют в тех случаях, когда жидкости не растворимы или частично смешиваются друг с другом. В этом случае закон Рауля неприменим и действует другое соотношение:

$$\mathbf{p} = \mathbf{p}_1 + \mathbf{p}_2$$

Таким образом, общая упругость паров **p** смеси больше, чем упругость паров каждого компонента, взятого в чистом виде, и величина $\mathbf{p}_{крит.}$, при которой начинается кипение наступает при более низкой температуре. Следовательно, смесь будет перегоняться при температуре ниже 100°С. Поэтому метод позволяет отделять жидкости, разлагающиеся при простой перегонке.

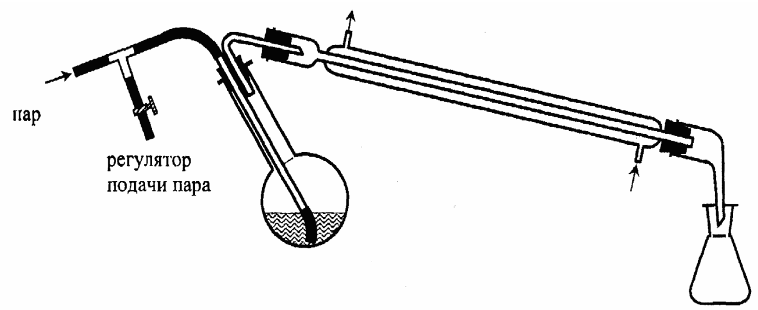


Рис. 6. Схема установки для перегонки с водяным паром.

Прибор для перегонки с водяным паром, изображенный на рис. 6, состоит из генератора пара, паропроводящей трубки, перегонной колбы, холодильника, аллонжа и приемника. Прибор имеет много общего с прибором для простой перегонки (рис. 5). Парогенератор (парообразователь) чаще всего представляет собой плоскодонную колбу большого объема, хотя для этой цели используют также металлические колбы и парообразователи специальных конструкций. Колба должна быть снабжена отводной трубкой и предохранительной трубкой, доходящей почти до дна колбы. Предохранительная трубка предназначена для уравновешивания давления в колбе. Пароотводящая трубка должна быть снабжена отводом с зажимом для регулирования подачи пара в реакционную смесь и для выравнивания давления в приборе. Пароотводящая трубка должна доходить почти до дна колбы для возможно более равномерного распределения пара в перегоняемой жидкости.

Перегонку обычно продолжают до тех пор, пока не прекратится отделение не растворимого в воде продукта в виде маслянистых пятен. Если малорастворимый продукт все же образует разбавленный раствор, окончание перегонки определяют по отсутствию в дистилянте органического соединения какими-либо качественными реакциями.

Для прекращения перегонки сначала отсоединяют парообразователь и только потом его отключают во избежание попадания реакционной массы в парогенератор.

Все изложенные выше методы выделения соединений не являются окончательной стадией получения вещества. Завершается длительный процесс синтеза очисткой продукта.

Дробная (фракционная) перегонка

Дробная (или фракционная) перегонка применяется для выделения в чистом виде компонентов смеси жидкостей, отличающихся по температурам кипения и не образующих друг с другом азеотропных смесей.

При разгонки смеси двух веществ, для того чтобы получить более или менее чистое вещество, необходимо отгоняемый дистиллят разделить по температурам кипения на несколько фракций. Полученные фракции подвергнуть дробной перегонке. Обычно собирают три фракции в зависимо-

сти от природы компонентов прибор нагревают на водяных банях, электроплиткой или горелкой на асбестовой сетке.

Смесь разгоняют в приборе (рис. 7).

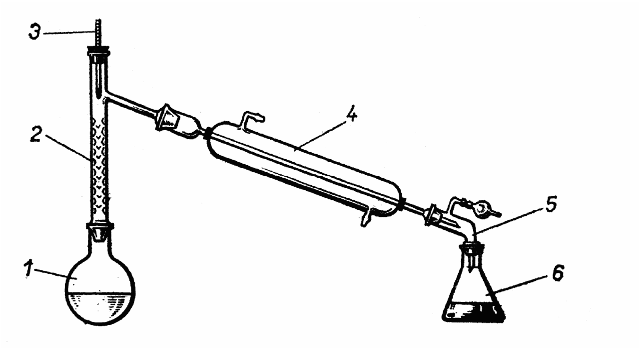


Рис. 7. Прибор для фракционной разгонки жидких веществ: 1 – перегонная колба; 2 – дефлегматор; 3- термометр; 4 – холодильник; 5 – аллонж; 6 – приемник

Экспериментальная часть

8.1. Определение температуры кипения высококипящих веществ.

При перегонке высококипящих веществ иногда требуется вводить поправку к найденной величине температуры кипения. Если при перегонке не весь ртутный столбик термометра находится в парах жидкости, а выступает наружу и постоянно охлаждается внешним воздухом, то это приводит к заниженным результатам. Ошибка может исчисляться в 6-10°C при 250°C. Ошибка может быть исправлена «поправкой на выступающий столбик ртути». Поправка к найденной опытным путем температуре кипения вычисляется по формуле:

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

где r – коэффициент линейного расширения ртути в стекле (0.000158 от 0 до 150°C); n – длина выступающего столбика ртути, не нагреваемого парами жидкости; t_1 – температура, показываемая термометром; t_2 – средняя температура выступающего столбика.

Температура t_2 определяется вспомогательным термометром, шарик которого плотно прилегает к основному термометру, посередине выступающего столбика.

8.2. Определение температуры кипения для микроколичеств вещества по Сиволобову.

При работе с небольшими количествами перегонку вещества проводят в трубке Эмиха (рис. 9), а затем температуру кипения определяют по Сиволобову. В широкий капилляр (запаянный с одного конца) диаметром 3-4 мм и длиной 4-5 см помещают 2-3 капли перегнанной жидкости. Затем вставляют тонкий капилляр, запаянный с верхнего конца, длиной 7-10 см и диаметром 0.2-0.5 мм (рис. 10). Широкий капилляр прикрепляют к термо-

метру резиновым колечком или проволокой подобно тому, как это делают при определении температуры плавления. Термометр с капиллярами помещают в прибор для определения температуры плавления. Затем прибор медленно нагревают. При этом наблюдается выделение пузырьков воздуха из внутреннего капилляра. Температура, при которой началось бурное непрерывное пузырьков, считается температурой кипения. В этот момент нагревание прекращается. Для более точного определения температуры кипения фиксируют тот момент, когда при охлаждении жидкости внезапно прекратится выделение пузырьков. Эта температура и является температурой кипения жидкости. Очень важно при проведении определения температуры кипения нагревание вести очень медленно, постепенно, не перегревая жидкость. В интервале, близком к температуре кипения (за 10-15°C), нагревание следует проводить особенно медленно.

Контрольные вопросы

1. В каком приборе проводят определение температуры кипения?
2. Как влияет чистота вещества на интервал температур начала и конца перегонки?
3. Как влияет давление на температуру кипения и почему ее необходимо учитывать?
4. Почему при перегонке высококипящих веществ, требуется водить поправку к найденной величине температуры кипения?
5. Почему при перегонке необходимо, чтобы весь ртутный столбик термометра находился в парах жидкости?
6. По какой формуле вычисляется поправка к найденным опытным путем температуры кипения?
7. В каком приборе проводят перегонку небольших количеств веществ?
8. Какая температура, считается температурой кипения в процессе перегонки небольших количеств веществ?
9. Почему важно при проведении определения температуры кипения нагревание вести очень медленно?
10. В каком интервале нагревание следует проводить особенно медленно?

№ 9 Лабораторная работа

Тема: Определения показателя преломления

Цель: Обучить студентов определелять показатель преломления (коэффициента рефракции).

Оборудование:

Химическая посуда: Рефрактометр, стеклянная палочка, промывалка с дистиллированной водой, вата, фильтровальная бумага.

Химические реактивы: Этиловый эфир, глицерин.

Теоретическая часть

Определение показателя преломления проводят в рефрактометрах, которые могут иметь разную конструкцию, однако принцип работы и порядок выполнения экспериментов является одинаковым для всех типов этих приборов.

Коэффициентом рефракции называется отношение синуса угла падения светового луча из воздушной среды к синусу угла преломления в исследуемой жидкости. Его определяют с помощью рефрактометра.

Для обеспечения постоянства температуры в некоторых типов рефрактометров измерительная головка подключается к термостату, на котором обычно устанавливают температуру 20°С.

Молекулярную рефракцию находят по формуле:

$$MR = \frac{(n^2-1)M}{(n^2+2)d}$$

удельную – по формуле:

$$R = \frac{(n^2-1)}{(n^2+2)d}$$

где:

MR – молекулярная рефракция;

R – удельная рефракция;

n – коэффициент рефракции (показатель преломления исследуемого вещества);

d – удельный вес исследуемого вещества при той же температуре при которой был определен коэффициент рефракции;

М – молекулярный вес исследуемого вещества.

Молекулярная рефракция и удельная рефракция часто оказывают неоценимую услугу при изучении химической природы органических веществ. Например, удельная рефракция широко используется для исследования строения молекул углеводорода тяжелых фракций нефти.

Экспериментальная часть

Работа на рефрактометре проводится в следующем порядке.

Открывают верхнее полушарие *1* измерительной головки (рис. 8) и протирают смоченной эфиром ватой гипотенузные плоскости осветительной (А, рис. 8) и измерительной призм (Б, рис. 8) и дают эфиру испариться.

Рефрактометр ИРФ – 22 (рис. 8).

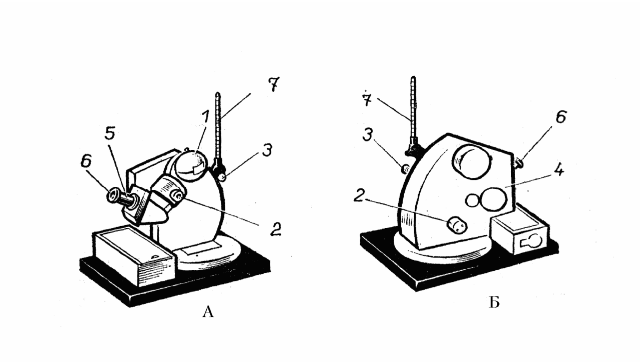


Рис. 8. Общий вид рефрактометра ИРФ – 22:
1 – верхнее полушарие измерительной головки; 2, 9 – маховички;
3 – нижнее полушарие измерительной головки; 4 – осветительное зеркало;
5 – зеркало для освещения шкалы; 6 – окошко; 7 – зрительная труба

Поворотом маховичка 2 (рис. 8.) приводят измерительную головку в такое положение, чтобы плоскость нижнего полушария 3 и гипотенузная плоскость измерительной призмы (Б) приняли горизонтальное положение.

На плоскость измерительной призмы посредством стеклянной палочки или капилляра наносят несколько капель анализируемой жидкости (палочка не должна касаться призмы) и осторожно закрывают верхнее полушарие *1* измерительной головки.

Осветительное зеркало (в некоторых приборах и лампочку подсветки) устанавливают так, чтобы свет от источника поступал к осветительной призме и равномерно освещал поле зрения.

Зеркало *5* ставят в такое положение, чтобы свет поступал в окошко *6* освещающее шкалу прибора.

Глядя в зрительную трубу *7,* фокусируют окуляр прибора так, чтобы шкала прибора была отчетливо видна. Вращая маховичок *2* и, наблюдая в окуляр, находят границу раздела света и тени. Если она размыта и имеет радужную окраску, надо при помощи маховичка *9,* вращая его в любом направлении, добиться, по возможности, более полного обесцвечивания этой границы (иногда может потребоваться дополнительная наводка на резкость).

При помощи маховичка *2* необходимо точно совместить границу раздела света и тени с перекрестителем сетки и снять отсчет по шкале показателей преломления.

Показатель преломления измеряется с точностью до четвертого знака после запятой. Первые три цифры (1, 45…) – это ближайшие, находящиеся ниже горизонтального штриха сетки цифры шкалы. Третий знак после запятой соответствует числу целых мелких делений, расположенных между ближайшим оцифрованным делением и горизонтальным штрихом сетки. Четвертый знак после запятой получается визуально интерполяцией в пределах того деления, в котором находится горизонтальный штрих сетки. Измеренный показатель преломления заносят в журнал.

Показатель преломления существенно зависит от температуры – он уменьшается на 3 – 8 единиц в четвертом знаке после запятой при повышении температуры на 1°С. При одной и той же температуре расхождение между измеренным показателем преломления и справочным (литературным) значением для известных веществ должно составлять не более пяти единиц в четвертом знаке.

Варианты лабораторных работ:

• определить показатель преломления нескольких растворителей, сравнить с литературными данными, сделать вывод о чистоте;

• разделить смеси жидких веществ перегонкой, определить показатели преломления отдельных фракций, сделать вывод о чистоте.

Контрольные вопросы

1. Что такое коэффициент рефракции?
2. Как определяют коэффициент рефракции с помощью рефрактометра?
3. По какой формуле определяют молекулярную и удельные рефракции?
4. Какую роль играют молекулярная и удельная рефракции, при изучении химической природы органических веществ?
5. В каком порядке проводится работа на рефрактометре?
6. До какого знака после запятой измеряется показатель преломления?
7. Как зависит от температуры показатель преломления?
8. Сколько единиц должно составлять расхождение между измеренным показателем преломления и справочным (литературным) значением для известных веществ?
9. Почему рефрактометр необходимо устанавливать по воде?
10. Что нужно сделать, если из-за дисперсии света граница тени нечеткая?

№ 10 Лабораторная работа

Тема: Определение плотностей жидкостей

Цель: Обучить студентов определять плотности жидкостей.

Оборудование:

Химическая посуда: Пикнометр емкостью 1-2 мл, резиновая груша, снабженная трубкой с капилляром, аналитические весы, электрическая плитка.

Химические реактивы: Ацетон, спирт, эфир, дистиллированная вода, исследуемая жидкость.

Теоретическая часть

Плотность относится к характерным константам чистого вещества. Величина ее зависит от температуры. Обычно определяют относительную плотность чаще всего по воде, плотность которой при 4°С почти равна единице (0.99997 г/см^3).

Плотность вещества определяют в пикнометре емкостью 1-2 мл. Перед работой ее чистиют и сушат.

В лабораторной практике плотность веществ часто измеряют с помощью набора ареометров, отградуированных при определенной температуре и на определенную величину плотности.

Экспериментальная часть

Плотность определяют посредством пикнометра емкостью 1 – 2 мл.

Предварительно пикнометр моют хромовой смесью, тщательно споласкивают дистиллированной водой и высушивают. Чистый, сухой и пустой пикнометр, взвешивают на аналитических весах. Определяют массу воды в объеме пикнометра, приведенную к массе воды при 4°С («водная константа» или «водное число пикнометра»). Для этого с помощью капиллярной пипетки наполняют пикнометр прокипяченной (для удаления растворенного воздуха) и охлажденной приблизительно до 20°С дистиллированной водой на 0.3 – 0.5 см выше метки, нанесенной на шейку пикнометра.

Наполненный водой пикнометр закрепляют в специальном держателе и погружают в термостатированный при 20°С стакан с водой так, чтобы уровень воды в шейке пикнометра был ниже уровня воды в стакане (рис.9).

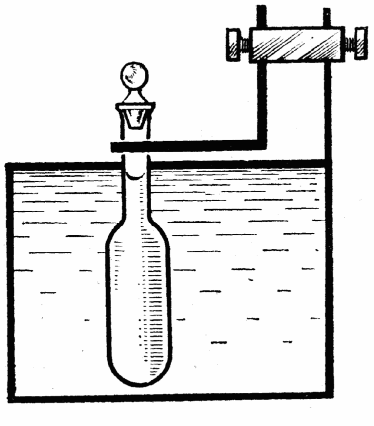


Рис. 9. Определение плотности жидкости с помощью пикнометра.

Через 20 мин уровень воды доводят до метки по нижнему обрезку мениска, отбирая лишнюю воду с помощью капилляра или тонко нарезанных и свернутых в трубочку листков фильтровальной бумаги. Верхнюю часть шейки пикнометра и шлиф следует тщательно протереть сухим листочком

фильтровальной бумаги. После этого пикнометр вынимают из стакана, тщательно вытирают снаружи фильтровальной бумагой и через 25 – 30 мин взвешивают на аналитических весах.

Массу воды в объеме пикнометра, приведенную к 4°С (x) вычисляют по формуле:

$$x = m(20^oC) \cdot m_1(4^oC)|/m_1(20^oC),$$

где $m(20^oC)$ – масса воды в объеме пикнометра при 20°С (определяется по разности масс пикнометра с водой и пустого); $m_1(4^oC)$ – масса 1 мл воды при 4°С (1.000 г); $m_1(20^oC)$ – масса 1 мл воды при 20°С (0.9982 г).

После определения «водной константы» пикнометр высушивают, наполняют исследуемым веществом и взвешивают с соблюдением всех приемов, указанных выше. Относительную плотность определяют по формуле:

$$D_4^{20} = m(\text{в-ва})/x,$$

где m (в-ва) – масса вещества в объеме пикнометра (определяется по разности масс пикнометра с анализируемым соединением и пустого), x – «водная константа» - см. выше.

Контрольные вопросы

1. Зависит ли величина плотности от температуры?
2. С помощью какого прибора определяют плотность?
3. Почему необходимо взвешивать на аналитических весах чистый, сухой и пустой пикнометр?
4. Для чего вычисляют массу воды в объеме данного пикнометра?
5. По какой формуле вычисляют массу воды в объеме пикнометра, приведенную к 4°С?
6. Почему в качестве стандарта служит вода при 4°С?
7. Почему при определении массы воды дистиллированную воду кипятят предварительно 10 мин?
8. По какой формуле определяют относительную плотность вещества?
9. Почему предварительно взвешивают пустой пикнометр?
10. Что такое «водная константа» и как ее определяют?

Адабияттар

1. Терней А. Органикалык химия. -М., 1981 т. 1, 2.

2. Днепровский А.С., Темникова Т.И. Органикалык химиянын теориялык негиздери. -М., 1979.

3. Волькенштейн М.В. Молекулалардын физикалык касиеттери жана түзүлүшү. -М., 1955.

4. Исаакс Н. Физикалык органикалык химиянын практикуму. М. 1971.

5. Белевский С.Ф., Каретников Г.С. Физико-химиялык анализ методдору боюнча практикуму. -М., 1968.

6. Титце Л., Айхер Т. Препаративдик органикалык химия. –М.: Мир, 1999.

7. Органикум. 2 Том. -М.: Мир, 1992. Т. 1, 2.

8. Хроматографиялык анализдердин методдору боюнча лабораториялык усулдук колдонмо. 2-Том. -М.: Мир. 1982. Т. 1, 2.

9. Васильева Л.Л., Пивницкий К.К. Жогорку эффективдүү флэш-хромато-графия. -М., 1986.

10. Воскресенский П.И. Лабораториялык иштердин техникасы. -М.: Химия, 1973.

11. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С. Органикалык практикумдагы лабораториялык иштер. М.: Химия, 1971.

12. Птицина О.А., Куплетская Н.В., Тимофеева В.К., Васильева Н.В., Смолина Т.А. Органикалык синтез боюнча лабораториялык иштер. -М., 1979.

Литература

1. Терней А. Современная органическая химия. -М., 1981 Т 1, 2.

2. Днепровский А.С. Темникова Т.И. Теоретические основы органической химии. -М., 1979.

3. Волькенштейн МВ. Строение и физические свойства молекул. -М., 1955.

4. Исаакс Н. Практикум по физической органической химии. -М., 1971.

5. Белевский С.Ф., Каретников Г.С. Практические работы по физико-химическим методам анализа. -М., 1968.

6. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия. -М.: Мир, 1999.

7. Органикум. В 2-х т. -М.: Мир. 1992. Т. 1, 2.

8. Лабораторное руководство по хроматографическим и смежным методам. В 2-х т. -М.: Мир. 1982. Т 1,2.

9. Васильева Л.Л., Пивницский К.К. Высокоэффективная флэш – хроматография. -М., 1986.

10. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. -М.: Химия. 1973.

11. Агрономов А.Е. Шабаров Ю.С. Лабораторные работы в органическом практикуме. -М.: Химия. 1971.

12. Птицина О.А., Куплетская Н.В., Тимофеева В.К., Васильева Н.В., Смолина Т.А. Лабораторные работы по органическому синтезу. -М., 1979.

МАЗМУНУ

КИРИШҮҮ……………………………………………………………….	5
I БӨЛҮМ. Хроматографиялык ажыратуу, тазалоо, ыкмалары жана органикалык заттардын анализи………………………………………	5
1. Жука катмарлуу хроматографияны жүргүзүү үчүн пластинкаларды даярдоо……………………………………………………………	8
2. Белгилүү эмес заттын тазалык даражасын аныктоо………………	11
3. Реакциянын жүрүү абалын көзөмөлгө алуу. Аралашмалардын бирикмесиндеги белгилүү заттардын аныктоосу………………………	13
4. Жука катмарлуу препаративдик хроматография…………………	15
5. Колонкалуу хроматография ыкмасы боюнча органикалык заттарды (реакциялык массаны) препаративдик бөлүп алуу………………..…	17
II БӨЛҮМ. Органикалык кошулмалардын физикалык-химиялык туруктуулуктарын аныкто………………………………………………..	20
6. Органикалык заттын балкып эрүү температурасын аныктоо………	20
7. «Аралашма сынак» ыкма аркылуу кошулмаларды идентификациялоо	23
8. Кайноо температурасын аныктоо………………………………………	24
9. Сынуу көрсөткүчүн аныктоо…………………………………………….	27
10.Суюк заттардын тыгыздыктарын аныктоо………………………	29

СОДЕРЖАНИЕ

Введение…………………………………………………………….	31
Часть I. Хроматографические методы разделения, очистки и анализа органических веществ………………………………………..	31
1. Приготовление пластин для поведения тонкослойной хроматографии………………………………………………………………	34
2. Определение степени чистоты неизвестного вещества…………	36
3. Контроль за ходом протекания реакции. Определение наличия известных веществ в смеси соединений……………………………	38
4. Препаративная тонкослойная хроматография…………………...	39
5. Препаративное разделение смеси органических веществ (реакционной массы) методом колоночной хроматографии……………	41
Часть II. Определение физико – химических констант органических соединений………………………………………………	44
6. Определение температуры плавления органического вещества	44
7. Идентификация соединений методом «пробы смещения»……...	47
8. Определение температуры кипения………………………………	48
9. Определения показателя преломления…………………………...	51
10. Определение плотностей жидкостей……………………………	53
Адабияттар………………………………………………………….	55
Литература………………………………………………………….	56