

## ОРГАНИКАЛЫҚ СИНТЕЗГЕ КІРІСПЕ. ОРГАНИКАЛЫҚ СИНТЕЗДІҢ ЖАЛПЫ ПРИНЦИПТЕРІ

Органикалық қосылыстардың синтезі келесі негізгі кезеңдерден өтеді:

Синтез - реагенттер қоспасына реакция өтуіне қолайлы жағдай жасайтын температура, жылдамдық пен реакция жүру ретін қосады. Алынатын өнімнің бөлінуі мен алынуытын кері әсер беретін заттардан, қалған реагенттерден, еріткіштерден тазарту, негізгі өнімді бөліп алып, тазарту үшін шикізат ретінде бөліп алу. Бөліну процесінің соңында бөлініп алынатын өнім шикізат деп аталады.

Өнімді тазарту - мақсатты өнімді таза түрде алу. Тазарту операциялары алынатын заттың агрегаттық күйлеріне, физикалық және химиялық қасиеттеріне байланысты болады.

Алынған өнімнің сәйкестігі (анализі) – алынған өнімнің құрылымын анализ жасау арқылы талдау, мінездемелік тұрақтылықтарын (қайнау, балқу температуралары, тығыздығы, сыну көрсеткіші және т.б.) анықтау. Алдын ала синтезделген қосылыстар үшін алынған заттың физикалық – химиялық қасиеттерін салыстыру жеткілікті болып табылады.

### **Синтез**

Синтездің негізгі операциялары: қыздыру, суыту, орын ауыстыру, сілкі, еріту және т.б. жатады. Көп жағдайда синтезді арнайы ыдыста (колбада) жүргізеді, себебі онда синтездің жүруіне қолайлы жағдайды жасау ыңғайлы. Онымен қоса колба ішінде шикізаттың бөлінуі стадиясында реакцияға түсетін массаны өңдеуге болады. Сондықтан органикалық синтезде қолданылатын реакциялық ыдыстардың барлық түрімен танысу маңызды болып табылады.

### **Реакциялық сосуд**

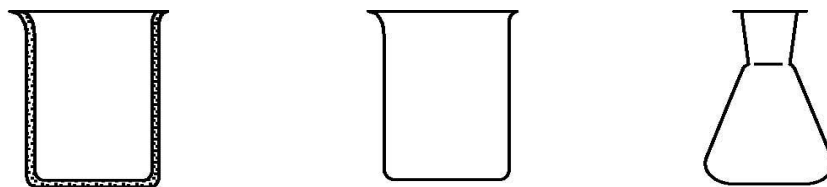
Әдетте реакцияны жүргізу үшін реагенттер салынатын, синтез жүргізілетін шыны ыдысты қолданады. Ол үшін келесі шарттарды ұстану керек:

а) ыдыстың көлемі реагент көлемінен көбірек болуы керек. Негізінен толтыру коэффициенті ( $\phi$ ) 0,5-0,7, ал араластырумен жүретін реакциялар үшін  $\phi$  мәні 0.4-0.5 болуы керек.

б) ыдыс жасалған материал температураға тұрақты болып, реактивпен реакцияға түспеуі керек.

в) ыдыс синтезге қажетті басқа приборлармен оңай жалғануы тиіс.

Қолдануға оңай және жиі қолданылатын ыдыстарға термотұрақты шыныдан не фарфордан жасалынған химиялық стакан жатады. Шыны стакандар фарфордан жасалынған стаканға қарағанда беріктігі төмен, алайда жылуды жақсы өткізеді және реакцияның жүруін бақылауға қолайлы жағдай жасайды.

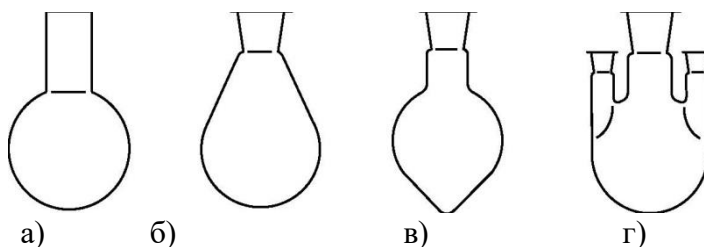


1.1-сурет. Химиялық стакандар

Шыны стакандардың қарапайымдылығы тек қарапайым синтезде қолданылады. Себебі стакандарды төмен температурада қайнайтын, оңай тұтанатын ерітінділер үшін қолдануға болмайды. Бұл жағдайда көбіне басқа құрылғыларды қосуға болатын Эрленмейрдің жалпақ түпті колбасын қолданады.

Барлық ыңғайлылығына қарамастан Эрленмейрдің колбасын жарылыстың алдын алу үшін вакуумде қолдануға болмайды. Онымен қоса араластыру кезінде және қайнаған суспензия тұнба ретінде колбаның қабырғаларына жиналып, реакцияға кері әсерін тигізеді.

Бірнеше тәжірибе жасауға мүмкіндік беретін реакциялық ыдыстың универсалды түріне сфералық немесе түбі дөңгелек, груша тәрізді колбалар жатады.



1.2-сурет - Колбалар

Колбаларды көбіне термотұрақты шынылардан жасайды, алайда кейбір жағдайда болаттан, мыстан, полиэтиленнен жасалған колбаларды да қолданады.

Қиын синтезді жүргізу барысында бірнеше операцияны өткізу қажеттілігі туған жағдайда бірнеше мойыны бар, көп жағдайда төрттен аспайтын арнайы колбалар қолданылады.

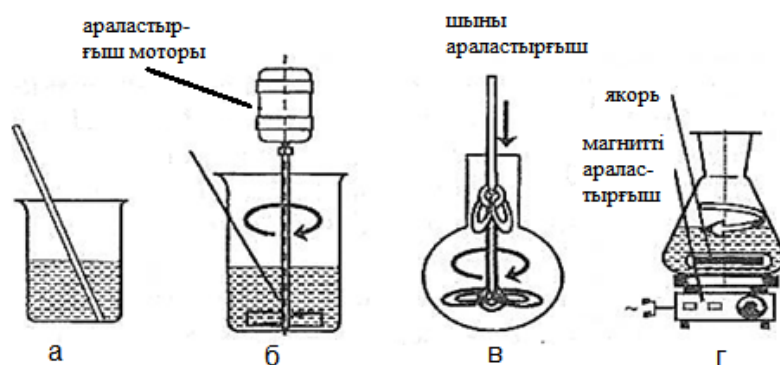
### Араластыру

Органикалық синтез колба ішіндегі заттарды араластыру фазалық және термиялық біртектілік үшін қолданылады. Көп жағдайда араластыру кезінде реакцияға түсетін заттарға реагенттерді қосу қажеттілігі туады, реагенттің концентрациясы реакциядан шыққан өнімге әсерін тигізеді. Араластыру реагентті реакцияға түсетін затқа бірқалыпты қосу үшін қолданылады. Органикалық синтезде температуралық өзгертуге алып келетін жергілікті қыздыру (немесе суыту) қолданылады. Осы кезде араластырудың әсерінен бірқалыпты массаға қол жеткізуге болады.

Араластырудың қарапайым тәсілі қайнау кезінде байқалады. Ортаның тұтқырлығы жоғары болмаған жағдайда қайнау араластырудың қанағаттанарлық мәніне қол жеткізуге мүмкіндік береді.

Сұйықтық пен газды ортада өткен реакция кезінде араластыру, өткен газдың ток күшіне де байланысты болады. Бұл әдіспен кейде реакционды массадан ауа тогын немесе инертті газды өткізу арқылы қолданады. Әдіс аппаратуралық әрлеу жағынан оңай және реакционды массаға газ тәріздес реагент қосқанда жиі қолданылады. Араластырудың негізгі әдісі ретінде шыны араластырғыштар қолданылса, жиі қолданылатын әдіс ретінде полиэтиленді, тефлонды, метал араластырғыштар қолданылады. Араластырғыштардың формалары реакциялық сосудтың ерекшелігіне байланысты әртүрлі болып келеді. Ең қарапайым араластырғыштар шыны таяқшалар (3,а-сурет), тиімділігі аз, тиімділігі жоғарылау пропеллерлі араластырғыштар (3,б -сурет), олар кең мойынды сосудтармен жұмыс жасауда қолданылады.

Жіңішке мойынды сосудтар үшін қалақты араластырғыштар (3,б,в-сурет) немесе сымнан жасалған араластырғыштар қолданылады, олардың да тиімділігі өте аз. Жұмыста ыңғайлы, тиімділігі жоғарысы тефлон трубкадан жасалған араластырғыштар.



1.3–сурет - Химиялық синтез араластырғыштары

- Магнитті араластырғыштар (3,г -сурет) негізінен жабық ыдыста араластыру кезінде және зертханалық синтезде өте жиі қолданады. Якорь металдан, шыныдан, полиэтиленнен немесе тефлоннан жасалған қабықшамен күшті тұрақты магниттің айналуымен қозғалысқа келтіріледі. Бұндай ретті араластырғыштар өте жайлы, алайда қуаттылығы аз және реакциялық тұтқыр ортада олар жиі тоқтайды.

Таяқшаның көмегімен қарапайым жағдайдағы араластыру қолмен атқарылады, бірақ ұзақ өтетін реакцияларға электрлік қозғалтқышты араластырғыштар қолданылады. Араласу жиілігін зертханалық автотрансформаторлар көмегімен реттейді.

Электрқозғалтқыштардың артықшылығы олар жерге тұйықталмаған және сол себептен ұшқын шашырауы мүмкін (мысалы, оңай жанғыш сұйықтықтармен жұмыс кезінде), судың немесе газдың қозғалу күшімен анықталатын турбинкаларды қозғалтқыштың сапасы ретінде қолданады.

### **Жылу алмастыру (қыздыру, суыту және конденсация)**

Қыздыру мен суыту синтезде жиі қолданылатын операцияларға жатады. Химиялық реакциялардың жылдамдығы мен нәтижесіне температура әсер етеді. Жылуды жеткізу және бұру кезінде заттардың агрегаттық құрамының өзгеруіне әкеледі (балқу, булану, айналдыру, конденсация және т.б.).

Жылу берілу конвекция мен сәулелену негізіндегі жылу өткізгіштік көмегімен жүзеге асырылады. Жылу өткізгіштік қозғалмайтын бөлшектердің жылу энергиясын алмастыру арқылы сипатталады, мысалы, шыны колбаның қабырғасында немесе газдың қозғалмайтын қабатында. Конвекция сұйықтықтар немесе газдардың жылу беруін қозғалыс пен ағындардың араласуымен және де ағындар мен қозғалмайтын бет арасындағы энергия алмасуымен сипатталады. Сәулелену деп 1-300 мкм диапазондағы толқын ұзындығындағы жылу беру сәулелерін атайды. Жылу мөлшерін ( $Q$ ) механизмдік жылу өткізгіштің негізгі факторларымен анықтайды:

$$Q = \lambda \cdot F \cdot (\Delta t / \delta),$$

мұндағы  $\lambda$  – материалдың жылу өткізгіштік коэффициенті;

$F$  – жылу алмастыру бетінің ауданы;

$\Delta t$  – температуралар айырмасы;

$\delta$  – жылу өткізілетін қабаттың (немесе қабырғаның) қалыңдығы.

Осылайша, жылу алмасудың көмегімен температуралар айырымы қозғалады, яғни жылу берудің әсері жоғары болған сайын  $\Delta t$  – да жоғарылайды. Берілген байланыста берілген жылу мөлшерінен ( $Q$ ) табиғатқа тәуелді материалдардың жылу өткізгіштерінің жылу өткізгіш коэффициентінің  $\lambda$  жоғарылауын байқаймыз. Ауа үшін  $\lambda = 5,8 \cdot 10^{-3}$ , су үшін –  $1,4 \cdot 10^{-3}$ , шыны үшін –  $2,0 \cdot 10^{-3}$ , мыс үшін  $-0,92$  кал/с·см·град.

Қозғалмайтын қатты бет пен сұйық немесе газ ағыны арасындағы жылу алмасу ағындардың табиғи қозғалуымен (табиғи конвекция) және де механикалық араластыру жолымен де (мәжбүрлі конвекция) жүзеге асады.

Конвективті жылу беруге келесі теңдеу қолданылады:

$$Q = \alpha \cdot F \cdot \Delta t$$

Жылу беру коэффициенті ( $\alpha$ ) көптеген факторларға тәуелді: қозғалған фазаның тығыздығы, ағындардың жылдамдығы және олардың жылу өткізгіштігі мен жылу сыйымдылығы. Табиғи конвекция кезінде суда  $\alpha = 2,0 \cdot 10^{-2}$  тең, ал мәжбүрлі түрінде –  $1,5 \cdot 10^{-1}$  кал/с·см<sup>2</sup>·град.

Негізінде жылу беру жылу алмастыру процесінде екі әдіспен де жүзеге асады. Сұйықтың немесе газдың қарқынды қозғалу барысында жылу беру жылу өткізгіштің көмегімен жүру кезінде қатты қабырғаға жұқа қозғалмайтын ортаның қабаты «жабысады» (ламинарлы деп аталады). Газдар мен көптеген сұйықтықтардың жылу өткізгіштігі төмен болса да, ламинарлы қабат өзара жылу алмасатын фазалар арасында жылу беруге кедергі келтіреді.

Сол себептен, қыздыру, суыту және де булардың конденсациясы кезіндегі жылу беру процесіне көптеген факторлар әсер етеді және бұл операцияның жүргізілуі жылу алмастырғыштың дұрыс режимінің таңдалуына, жылу тасығыштың табиғатына, олардың ағындарына, құралдардың конструкциясына байланысты.

Өндірістік процестерде материалдар мен энергияны үнемдеу негізгі болып табылатын, ал зертханалық синтездерде берілген температураға жету үшін анықтаушы фактор ретінде эффективтілік (жылдамдық және нақтылық) маңызды рөл атқарады.

## Қыздыру

Спирт шам жалынымен немесе газ жанарғысымен тікелей қыздыру тек қана термиялық төзімді материалдармен (металл, термиялық төзімді немесе кварцтық шыны) дайындалған ыдыстарды қолдануда ғана жүзеге асады. Ыдыстың барлық бетін бірдей қыздыру жарағымен үздіксіз қозғаған жағдайда орындалады.

Электрлік плитканы (әсіресе жабық элементпен) қолдану тікелей қыздырудың қауіпсіз түріне жатады. Алайда, тез жанғыш сұйықтарды қыздыру барысында, ол қолданылмайды. Қыздырудың тікелей әдісінің тиімділігі жылудың жылдам жойылуын қамтамасыз етеді (1.4-сурет).

Жергілікті қатты қызуды болдырмау үшін және температураны тұрақты реттеу үшін әртүрлі сулы қыздырғыштар қолданады.

Сулы қыздырғыштың ең қарапайым түрі - ауалық қыздырғыш болып табылады.

Ауа нашар және сенімсіз жылу өткізгіш (қолбадағы реакциялық массаның жергілікті қатты қызуы мүмкін), сол себептен ауа қыздырғышындағы температура мен оның реакциялық массаның ішіндегі шамасын реттеу қиындық туғызады. Реакциялық массаны  $100^{\circ}\text{C}$  температураға дейін қыздыратын ауа қыздырғышының жиі кездесетін түрі бу қыздырғышы болып табылады.

Құмды қыздырғыштарды қолдану – ұсақ құм толтырылған металдық ыдыс – органикалық синтезде жиі қолданылатын түрі, бұл қыздырғыш температураның барлық мөлшерінде қыздыруға мүмкіндік береді. Бірақ бұл түрде де жылуды реттеу оңай емес және кенеттен және орынсыз жергілікті қатты қызу байқалуы мүмкін.



## 1.4–сурет - Қыздыру кешені

Локальді қызуды болдырмау үшін сұйықтық қыздырғышын қолданады. 20 – 100<sup>0</sup>С аралығында жеңіл қыздыруды жүзеге асыратын су моншасы көп қолданылатын әдістердің бірі болып табылады. Температураны реттеу жылу реттегішке жалғанған контакталық термометрлермен жүргізіледі (1.4-сурет). Су (немесе бу) қыздырғышын қолдану барысында реакциялық массада сусыз жағдай болуын қамтамасыз ету қиынырақ болады. Сондықтан бұл қыздырғыштар сілтілік металдармен жұмыс барысында өте қауіпті.

Жылу тасымалдаушы ретінде май, парафин немесе глицерин (тиісінше майлы, парафинді немесе глицеринді деп аталады) қолданылатын қыздырғыштар реакциялық массаны 200 – 250<sup>0</sup>С-қа қыздыруға дейін мүмкіндік береді. Бірақ, тым жоғары температурада олар қатты бықсиды және өрт қауіптілігін туғызады, ал олардың беткі қабатына судың түсуі ішіндегіні шашыратып күйікке шалдығуға әкеп соқтырады.

80–100<sup>0</sup>С-қа дейін қыздыру жүргізудің негізгі құралына эвтектикалық қоспа жатады. Негізінен жиірек Вуд қоспасы (балқу температурасы 81<sup>0</sup>С; құрамы: Вi – 50, Рb – 25, Sn – 12.5, Cd – 12.5%) мен Роз қоспасы (балқу температурасы 98<sup>0</sup>С; Вi – 50, Рb – 25, Sn – 25%) қолданылады. Бұндай қыздырғыштыр жылуды оңай өткізіп, жылу реттеуге және өрт қауіпсіздігін сақтауға мүмкіншілік жасайды. Бірақ суыту кезінде оларды колбаларды және термометрлерді қалдыруға болмайды, себебі қоспа кристал түзіп шыныны құртады.

### **Суыту**

Реакциялық сосудты суыту тәсілі керекті температураға байланысты болады (1.5-сурет).

Бөлме температурасына дейін суыту негізінен колбаны немесе стаканды суық ағын сулы қыздырғышқы орналастыру арқылы жүзеге асады. Қалың қабатты немесе термотұрақты емес колбаларды суыту баяу жүреді: алдымен жылы сумен, сосын суды салқындатып керекті температураға ( $\Delta t$  суыту агенті мен сосуд қабырғасы 60-80<sup>0</sup>С тан аспауы керек) дейін түсіреді. Жылу мөлшерін тағы да төмен түсіру үшін мұз бөлшектерімен толтырылған мұзды қыздырғыш ыдысын қолданады. Мұзды қыздырғышты суыту үшін қолдана отырып температураны +5<sup>0</sup>С-қа дейін төмендетуге болады. Егер реакциялық массаны сумен араластыру мүмкіндігі туса, онда реакциялық массаға тікелей мұзды қосу арқылы қажетті нәтижеге тез қол жеткізуге болады.

Қоспаларды 0<sup>0</sup>С дейін суыту үшін мұз бен тұз қоспаларын қолданады. Мысалы, мұз бен NaCl қоспасы (моншада) -21<sup>0</sup>С температураға қол жеткізуге

мүмкіндік берсе, ал  $\text{NaNO}_3 = -18^\circ\text{C}$ ,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = -55^\circ\text{C}$ . Бірақ, қыздырғыш температурасы мұз бен тұз қатынасына, мұз бөлшектерінің көлеміне тәуелді болады.



1.5-сурет - Суытқыш қыздырғышы

Төмен температураға қол жеткізу үшін ацетонда ( $-80^\circ\text{C}$ ), этанолде ( $-75^\circ\text{C}$ ), эфирде ( $-99^\circ\text{C}$ ) құрғақ мұз пайдаланылады. Мұндай суытқыш моншалар үшін қыздырғыштың жылу алмастырғышын қадағалайтын, екі қабатты түбі бар арнайы сосудтар немесе вакуумделген Дьюар сосуды қолданылады.

Сұйық азотты ерітінділер де жақсы суыту қыздырғыштарын алуға мүмкіндік береді. Сұйық азоттың (қайнау  $t = -196^\circ\text{C}$ ) өзі көп жағдайда қолданыла бермейді. Құрғақ мұз бен сұйық азотты қыздырғышымен жұмыс істеу барысында сақтық шараларын сақтану керек.