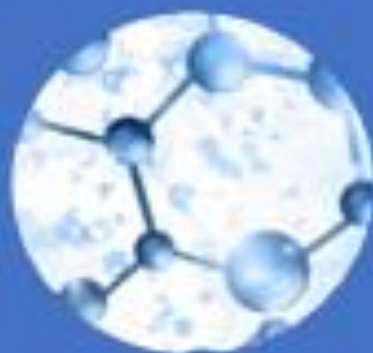


**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ
ҲУЗУРИДАГИ ПЕДАГОГ КАДРЛАРНИ ҚАЙТА
ТАЙЁРЛАШ ВА МАЛАКАСИНИ ОШИРИШ ТАРМОҚ
МАРКАЗИ**



КИМЁВИЙ ТЕХНОЛОГИЯ
(органик моддалар ишлаб
чиқариш бўйича)
йўналиши

**TOSHKENT
KIMYO-TEKNOLOGIYA
INSTITUTI**

**« ОРГАНИК МАҲСУЛОТЛАР СИФАТИНИ НАЗОРАТ
ҚИЛИШДАГИ ЗАМОНАВИЙ УСУЛЛАР »**
модули бўйича

ЎҚУВ – УСЛУБИЙ МАЖМУА

Мазкур ўқув-услубий мажмуа Олий ва ўрта махсус таълим вазирлигининг 2019 йил 18 октябрдаги 5-сонли буйруғи билан тасдиқланган ўқув режа ва дастур асосида тайёрланди.

Тузувчилар: **Д.Н.Исмамов** - Тошкент кимё-технология институти, “Нефт ва газни қайта ишлаш кимёвий технологияси” кафедраси профессори в в б, т.ф.д.;

**Ўқув-услубий мажмуа Тошкент кимё-технология институти
Кенгашининг 20__ йил __ _____даги __-сонли қарори билан
нашрга тавсия қилинган.**

МУНДАРИЖА

I. ИШЧИ ДАСТУР	3
II. МОДУЛНИ ЎҚИТИШДА ФОЙДАЛАНИЛАДИГАН ИНТЕРФАОЛ ТАЪЛИМ МЕТОДЛАРИ	9
III. НАЗАРИЙ МАТЕРИАЛЛАР	1919
IV. АМАЛИЙ МАШҒУЛОТ МАТЕРИАЛЛАРИ.....	800
V. КЕЙСЛАР БАНКИ.....	10404
VI. МУСТАҚИЛ ТАЪЛИМ МАВЗУЛАРИ.....	1067
VII. ГЛОССАРИЙ.....	10808
VIII. АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ.....	1111
IX. ИЛОВАЛАР	1122

Ў.ИШЧИ ДАСТУР

Кириш

Дастур ривожланган мамлакатлардаги хорижий тажрибалар асосида “Кимёвий технология (органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш турлари бўйича)” қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналиши бўйича ишлаб чиқилган ўқув режа ва дастур мазмунидан келиб чиққан ҳолда тузилган бўлиб, у замонавий талаблар асосида қайта тайёрлаш ва малака ошириш жараёнларининг мазмунини такомиллаштириш ҳамда олий таълим муассасалари педагог кадрларининг билимини ва касбий компетентлигини мунтазам ошириб боришни мақсад қилади. Дастур мазмуни кимёвий ишлаб чиқаришда маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий инструментал физик-кимёвий таҳлил усулларини илмий ва амалий ахамияти, технологик тараққиёт ва технологик жараёнларни ташкил этишнинг замонавий услублари бўйича сўнгги ютуқлар бўйича янги билим, кўникма ва малакаларини шакллантиришни назарда тутади.

Ушбу дастурда кимёвий ишлаб чиқаришда замонавий инструментал физик-кимёвий таҳлил усуллари, усулда қўлланиладиган асбоб ускуналар, физик-кимёвий таҳлил усуллари турлари ва уларнинг ишлаб чиқаришдаги ўрни, усулни бажариш тартиби ва имкониятлари, моддаларнинг таркибий тузилиши, сифат ва миқдорини аниқлаш, макро ва микро тузилишини ўрганишда қўлланиладиган усуллар ҳақида баён этилган.

Модулнинг мақсади ва вазифалари

Кимёвий технология (органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш турлари бўйича) қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Кимёвий технология (органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш турлари бўйича)” мутахассислиги ўқув режасида махсус фанлар блокига киритилган “Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” фани ўқув дастурининг **мақсади** – Органик кимё саноати маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усуллари, материалларда керакли структура ва хоссаларни таъминлашда замонавий физик кимёвий усулларни ўрни ва моҳияти, асосий асбоб ускуналари тўғрисида назарий ва касбий тайёргарликни таъминлаш ва янгилаш, касбий компетентликни ривожлантириш асосида таълим-тарбия жараёнларини самарали ташкил этиш ва бошқариш бўйича билим, кўникма ва малакаларни такомиллаштиришга қаратилган. “Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” фанининг **вазифаси** – замонавий физик

кимёвий таҳлил усулларининг назарий ва амалий принциплари, Органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш кимёвий технологиясида хом ашё ва маҳсулотларнинг кимёвий, сифат ва миқдорий таркибини, структура тузилишларини, ҳарорат таъсирида намоён бўладиган жараёнларни аниқловчи микроскоп, рентген, электрон микроскоп, ИК-спектрометр, дериватограф ва хроматографлар каби жихозларни яратилиш тарихи ва ривожининг тенденцияси, замонавий физик кимёвий таҳлил усулларида ишлатиладиган аппаратура ва жихозларининг таснифи, тузилиши, ҳудудий муаммоларнинг кимё маҳсулотлар ишлаб чиқаришга таъсирини билиши даркор ва улардан самарали фойдаланиш усулларини ўрганишга йўналтиришдан иборат.

Модул бўйича тингловчиларнинг билими, кўникмаси, малакаси ва компетенцияларига қўйиладиган талаблар

“Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” фани бўйича тингловчилар қуйидаги янги билим, кўникма, малака ҳамда компетенцияларга эга бўлишлари талаб этилади:

Тингловчи:

- органик бирикмалар ишлаб чиқариш технологияси муаммоларини;
- органик бирикмалар технологиясидаги инновацияларни;
- органик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлил қилиш принципларини;
- органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усулларни;
- турли органик боғловчиларни;
- органик боғловчилар асосидаги композицион материалларни *билиши керак*.

Тингловчи:

- органик моддалар ишлаб чиқариш турларини қиёслаш;
 - ишлаб чиқариш тури бўйича инновацияларни қиёслаш;
 - ишлаб чиқариш тури бўйича маҳсулотлар сифатини назорат қилишнинг замонавий усулларини қиёслаш;
 - ишлаб чиқариш тури бўйича маҳсулотлар сифатини назорат қилишнинг замонавий усулларини танлаш;
 - композицион материаллар таркибини аниқлаш;
 - соҳа бўйича самарали композицион материалларни излаш
- кўникмаларига* эга бўлиши лозим.

Тингловчи:

- махсус фанга оид инновацияларни излаш;

- махсус фанга оид инновациялар асосида ўқув материални тайёрлаш;
- маҳсулотлар сифатини назорат қилиш учун тўғри усулни танлаш;
- маҳсулотлар сифатини назорат қилиш усулларида фойдаланиш;
- ишлаб чиқариш тури бўйича композицион материалларнинг сифатини ошириш;
- соҳа бўйича самарали композицион материалларни танлаш *малакаларига* эга бўлиши зарур.

Тингловчи:

- махсус фанни ўқитишда самарали инновацияларни танлаш;
- соҳага оид инновацияларни баҳолаш;
- соҳага оид маҳсулотлар сифатини назорат қилиш усулларида таҳлил қилиш;
- соҳага оид маҳсулотлар сифатини назорат қилиш усулларида баҳолаш;
- муайян маҳсулот ишлаб чиқариш учун энг мақбул композицион материални тавсия қилиш;
- соҳа бўйича композицион материалларнинг сифат кўрсаткичларини баҳолаш *компетенцияларига эга бўлиши лозим.*

Модулни ташкил этиш ва ўтказиш бўйича тавсиялар

“Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” курси маъруза ва амалий машғулотлар шаклида олиб борилади.

Курсни ўқитиш жараёнида таълимнинг замонавий методлари, педагогик технологиялар ва ахборот-коммуникация технологиялари қўлланилиши назарда тутилган:

- маъруза дарсларида замонавий компьютар технологиялари ёрдамида презентацион ва электрон-дидактик технологиялардан;
- ўтказиладиган амалий машғулотларда техник воситалардан, тарқатма материаллар, экспресс-сўровлар, тест сўровлари, гуруҳли фикрлаш, кичик гуруҳлар билан ишлаш, ақлий хужум, кейслар ечиш, ва бошқа интерактив таълим усулларида қўллаш назарда тутилади.

Модулни ўқув режадаги бошқа модуллар билан боғлиқлиги ва узвийлиги

“Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” фани қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Кимёвий технология (органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш турлари бўйича)” мутахассислиги учун киритилган “Органик маҳсулотлар ишлаб чиқаришдаги инновацион технологиялар” ва “Органик маҳсулотлар асосидаги

композицион материаллар” фанлари билан узлуксиз боғлиқ бўлиб, ушбу фанларни ўзлаштиришда амалий ёрдам беради.

Модулнинг олий таълимдаги ўрни

“Органик маҳсулотлар сифатини назорат қилишдаги замонавий усуллар” фани қайта тайёрлаш ва малака ошириш йўналишини “Кимёвий технология (органик маҳсулотлар ишлаб чиқариш турлари бўйича)” мутахассислигига оид махсус фанлардан дарс берувчи профессор ўқитувчилар учун муҳим ўринни эгаллайди. Ушбу фан Олий таълим муассасаларида талаба ва педагоглар томонидан ўқув-илмий ишларини олиб бориш учун асосий назарий ва амалий билимларни беради.

Модул бўйича соатлар тақсимооти

№	Модул мавзулари	Тингловчининг ўқув юкلامаси, соат			
		Хаммаси	Аудитория ўқув юкلامаси		
			Жами	жумладан	
				Назарий	Амалий машғулот
1.	Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилни илмий ахамияти. Оптик изланиш асослари.	2	2	2	2
2.	Органик моддалар спектрал таҳлил қилиш усуллари. Инфрақизил (ИК) спектроскопия. Ядро магнит резонанси (ЯМР). Масс-спектрометрия. Хроматографик таҳлил усули.	4	4	2	2
3.	Органик маҳсулотларни таҳлил қилишнинг хроматография усули. Сифат ва миқдорий таҳлил қилиш. Асосий ускуналари.	2	2	-	2
	Жами:	10	10	4	6

НАЗАРИЙ МАШҒУЛОТЛАР МАЗМУНИ

1 –мавзу. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилни илмий аҳамияти. Оптик изланиш асослари.

Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилни илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий оптик изланиш асослари, имкониятлари.

2 – мавзу. Органик моддалар спектрал таҳлил қилиш усуллари. Инфрақизил (ИК) спектроскопия. Ядро магнит резонанси (ЯМР). Масс-спектрометрия. Хроматографик таҳлил усули.

Инфрақизил (ИК) спектроскопик таҳлил, физикавий асоси. Моддаларнинг инфрақизилспектрлари. Органик кимёда инфрақизил спектроскопияни қўллаш. Ядро магнит резонанси(ЯМР), усулнинг амалиётда кулланиши имкониятлари. Масс-спектрометрия. Органик бирикмаларни тузилишини ўрганишда масс-спектрометрияни қўллаш. Спектр аппаратлари-асбоблари, конструкциялари. Хроматография таҳлил қилиш усулининг вазифаси, афзалликлари. Хроматография ускунасининг оддий схемаси. Углеводород аралашмаларининг газ-суқлик хроматография усулида таҳлил қилиш. Юқори самарали суқлик хроматографияси. Сифат ва миқдорий таҳлил қилиш.

АМАЛИЙ МАШҒУЛОТ МАЗМУНИ

1 –мавзу. Материаллар сифат ва таркибини ўрганишда замонавий оптик таҳлил усуллари қўллаш.

Эритмада пикрин кислотасининг миқдорини спектрофотометрия усулида аниқлаш. Азобўёқ ҳосил бўлишида 4–нитроанилин миқдорини аниқлаш амалий машғулотлари ўрганилади.

2 –мавзу. Органик маҳсулотларини спектрал таҳлили, моддаларнинг спектрларини ўрганиш. Ядро магнит резонанси усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш. Масс-спектрометрик усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш

Моддаларнинг инфрақизил ва ультрабинафша нурларни ютиш ва қайтариш спектрларини ўрганиш, ютиш ва қайтариш спектрлари билан

модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқликни ўрганиш.

3 –мавзу. Углеводородлар аралашмаси таркибини газ-суюқликли хроматография усули билан аниқлаш. Газ-суюқликли хроматография усули билан углеводород газлари аралашмасини анализ қилиш.

Газ, суюқ ва кристал ҳолидаги органик моддаларни хроматограф ускунасидадан фойдаланиб сифат ва миқдорий таҳлил қилиш имкониятлари ўрганилади. Хром-5 хроматограф аппаратининг тузилиши, асосий қисмлари ва уларнинг вазибалари. Берилган намунанинг хроматографик таҳлили асосида фракция таркибини аниқлаш.

ЎҚИТИШ ШАКЛЛАРИ

Мазкур модул бўйича қуйидаги ўқитиш шаклларида фойдаланилади:

- маърузалар, амалий машғулотлар (маълумотлар ва технологияларни англаб олиш, ақлий қизиқишни ривожлантириш, назарий билимларни мустаҳкамлаш);
- давра суҳбатлари (ўрганилаётган муаммо ечимлари бўйича таклиф бериш қобилиятини ошириш, эшитиш, идрок қилиш ва мантиқий хулосалар чиқариш);
- баҳс ва мунозаралар (муаммолар ечими бўйича далиллар ва асосли аргументларни тақдим қилиш, эшитиш ва муаммолар ечимини топиш қобилиятини ривожлантириш).

II. МОДУЛНИ ЎҚИТИШДА ФОЙДАЛАНИЛАДИГАН ИНТЕРФАОЛ ТАЪЛИМ МЕТОДЛАРИ

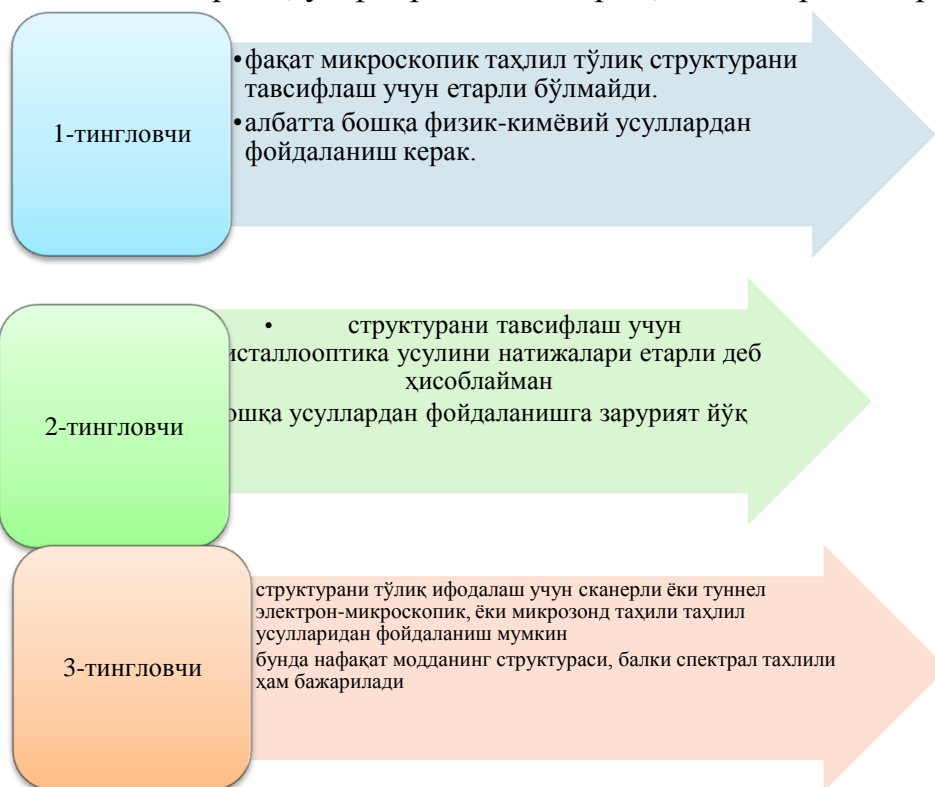
«Ақлий ҳужум» (брейнсторминг) методи

Методнинг мақсади: амалий ёки илмий муаммоларни ҳал этиш фикрларни жамоали генерация қилиш, ўқиб-ўрганиш фаолиятини фаоллаштириш, муаммони мустақил тушуниш ва ҳал этишга мотивлаштиришни ривожлантириш.

- Ақлий ҳужум вақтида иштирокчилар мураккаб муаммони биргаликда ҳал этишга интилишади: уларни ҳал этиш бўйича ўз фикрларини билдиради (генерация қилади) ва бу фикрлар танқид қилинмасдан улар орасидан энг мувофиқи, самаралиси, мақбули ва шу каби фикрлар танлаб олиниб, муҳокама қилинади, ривожлантирилади ва ушбу фикрларни асослаш ва рад этиш имкониятлари баҳоланади. Хар бир гурӯҳ ичида умумий муаммонинг бир жихати ҳал этилади.

Намуна: Моддалар структура тузилишини ўрганишда фақат микроскопик таҳлил усулдан фойдаланилса бўладими? Олинган натижалар структурани тўлиқ ифодалаб бера оладими?

Тўғридан-тўғри жамоали ақлий ҳужум – иложи борида кўпроқ фикрлар йиғилишини таъминлайди. Бутун ўқув гуруҳи (20 кишидан ортиқ бўлмаган) битта муаммони ҳал этади. Ўқув гуруҳидаги ҳар бир тингловчи ушбу муаммога жавоб беради, ўз фикрини билдириб, далиллар келтиради.



ХУЛОСА:

-Моддаларни оптик, рентгеногра-фик ва спектрал таҳлил усуллари қўлланилган ҳолда натижаларни тўлиқ деб ҳисоблаш мумкин.

- Аммо замонавий электрон-микроскопик рентген-структуравий (микрозонд) таҳлили комплекс усул ҳисобланиб, бир вақтни ўзида моддаларни микро-структураси, материалнинг спектрал таҳлили

“Венн диаграммаси” методи

Методнинг мақсади: Бу метод график тасвир орқали ўқитишни ташкил этиш шакли бўлиб, у иккита ўзаро кесишган айлана тасвири орқали ифодаланади. Мазкур метод турли тушунчалар, асослар, тасаввурларнинг анализ ва синтезини икки аспект орқали кўриб чиқиш, уларнинг умумий ва фарқловчи жиҳатларини аниқлаш, таққослаш имконини беради.

Методни амалга ошириш тартиби:

- иштирокчилар икки кишидан иборат жуфтликларга бирлаштириладилар ва уларга кўриб чиқиладиган тушунча ёки асоснинг

ўзига хос, фарқли жиҳатларини (ёки акси) доиралар ичига ёзиб чиқиш таклиф этилади;

- навбатдаги босқичда иштирокчилар тўрт кишидан иборат кичик гуруҳларга бирлаштирилади ва ҳар бир жуфтлик ўз таҳлили билан гуруҳ аъзоларини таништирадилар;
- жуфтликларнинг таҳлили эшитилгач, улар биргалашиб, кўриб чиқиладиган муаммо ёхуд тушунчаларнинг умумий жиҳатларини (ёки фарқли) излаб топадилар, умумлаштирадилар ва доирачаларнинг кесишган қисмига ёзадилар.

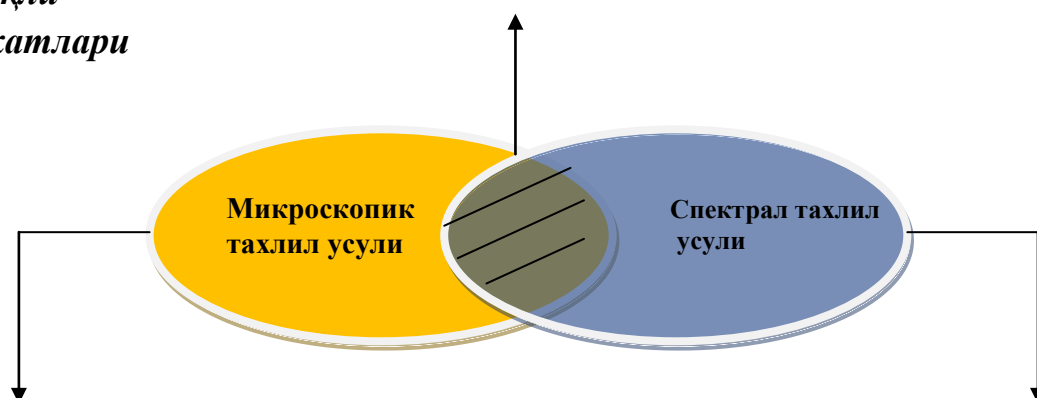
Намуна 1:

“Микроскопик таҳлил усули” ва “Спектр таҳлил усули” мавзулари бўйича “Венн диаграммаси”.

Умумий жиҳатлари:

1. Замонавий физик-кимёвий таҳлил усули ҳисобланади.
2. Усул далиллиги ва ишончилиги юқори.
3. Усул юқори технологик асбоблар ёрдамида бажарилади.
4. Натижалар документал (фотосурат, график) шаклида бўлади.

Фарқли Жиҳатлари



1. Моддаларни структураси ўрганилади.
2. Кристаллооптик усул ёрдамида катталаштириш даражаси 5 дан 1000 гачан ташкил этиши мумкин.
3. Электрон-микроскопик таҳлилда катталаштириш даражаси 5000-25000 ташкил этиши мумкин.

1. Моддаларнинг элемент ёки молекуляр таркиби ўрганилади.
2. Моддаларни юқори хароратда қиздириш натижасида эмиссион спектрлари олинади.
3. Моддаларни ютилиш, қайтарилиш спектрлари ўрганилади.
4. Спектр қўзғатувчилар сифатида разряд, учкун, лазерлар қўлланилади.

Намуна 2:

Физик-кимёвий ва кимёвий таҳлил усуллари бўйича “Венн диаграммаси”.



“КЕЙС – СТАДИ” методи

«Кейс-стади» инглизча сўз - (case – аниқ вазият, ҳодиса, study - ўқитиш). Бу метод аниқ вазият, ҳодисага асосланган ўқитиш методи ҳисобланади. Кейс- услуб (Case study) – бу реал иқтисодий ёки ижтимоий вазиятлар таърифини қўллайдиган таълим бериш техникасидир. Бунда *вазият* деганда бирон аниқ ҳодисанинг таърифи назарда тутилади. Гуруҳга ҳақиқий ахборот тақдим этилиб (у ҳақиқий ҳодисага асосланган ёки ўйлаб чиқилган бўлиши мумкин), муаммоларни муҳокама қилиш, вазиятни таҳлил этиш, муаммонинг моҳиятини ўрганиб чиқиш, уларнинг тахминий ечимларини таклиф қилиш ва бу ечимлар орасидан энг яхшисини танлаб олиш таклиф этилади.

«Кейс - стади» методи бўйича ишлаш:

1. Якка тартибда ишлаш (умумий вақтнинг 30% зи):

Вазият билан танишиш (матн бўйича ёки сўзлаб бериш орқали). Муаммоларни аниқлаш. Ахборотни умумлаштириш. Ахборот таҳлили.

2. Гуруҳда ишлаш (умумий вақтнинг 50% зи):

Муаммоларни ҳамда уларнинг долзарблиги бўйича кетма-кетлигини (иерархиясини) аниқлаш. Муқобил ечим йўллари ишлаб чиқиш. Ҳар бир ечимнинг афзал ва заиф жihatларини белгилаш. Муқобил ечимларни баҳолаш.

3. Якка тартибда ва гуруҳда ишлаш (умумий вақтнинг 20% зи):
Муқобил вариантларни қўллаш имкониятларини асослаш. Ҳисобот ҳамда натижалар тақдимотини тайёрлаш.

Кейс ҳаракатлари ўз ичига қуйидагиларни қамраб олади: Ким (Who), Қачон (When), Қерда (Where), Нима учун (Why), Қандай/ Қанақа (How), Нима-натижа (What).

“Кейс методи” ни амалга ошириш босқичлари

Иш босқичлари	Фаолият шакли ва мазмуни
1-босқич: Кейс ва унинг ахборот таъминоти билан таништириш	<ul style="list-style-type: none"> ✓ якка тартибдаги аудио-визуал иш; ✓ кейс билан танишиш (матнли, аудио ёки медиа шаклда); ✓ ахборотни умумлаштириш; ✓ ахборот таҳлили; ✓ муаммоларни аниқлаш
2-босқич: Кейсни аниқлаштириш ва ўқув топшириғни белгилаш	<ul style="list-style-type: none"> ✓ индивидуал ва гуруҳда ишлаш; ✓ муаммоларни долзарблик иерархиясини аниқлаш; ✓ асосий муаммоли вазиятни белгилаш
3-босқич: Кейсдаги асосий муаммони таҳлил этиш орқали ўқув топшириғининг ечимини излаш, ҳал этиш йўллари ишлаб чиқиш	<ul style="list-style-type: none"> ✓ индивидуал ва гуруҳда ишлаш; ✓ муқобил ечим йўллари ишлаб чиқиш; ✓ ҳар бир ечимнинг имкониятлари ва тўсиқларни таҳлил қилиш; ✓ муқобил ечимларни танлаш
4-босқич: Кейс ечимини ечимини шакллантириш ва асослаш, тақдимот.	<ul style="list-style-type: none"> ✓ якка ва гуруҳда ишлаш; ✓ муқобил вариантларни амалда қўллаш имкониятларини асослаш; ✓ ижодий-лойиҳа тақдимотини тайёрлаш; ✓ якуний хулоса ва вазият ечимининг амалий аспектларини ёритиш

Кейс 1

Материалларни структураси ва таркибини ўрганишда турли физик-кимёвий усуллардан фойдаланилади? Бу усуллар юқори технологик асбоб ускуналарда бажарилишини инobatга олиб, ушбу усуллардан ишлаб чиқариш (корхона) шароитида фойдаланиш самарадорлигини ифодалаб беринг.

Кейсни бажариш босқичлари ва топшириқлар:

- 1 • Материаллар структураси ва таркибини ўрганишда қўлланиладиган физик-кимёвий усулларини аниқланг (индивидуал ва кичик гуруҳларда)
- 2 • Усулда фойдаланиладиган асбоб ускуналарни аниқланг (жуфтликда ишлаш)
- 3 • Физик-кимёвий таҳлил усулларини афзалликларини келтиринг.
- 4 • Кейс натижаларини тақдимот қилинг.

“Тушунчалар таҳлили” методи

Методнинг мақсади: мазкур метод тингловчилар ёки қатнашчиларни мавзу бўйича таянч тушунчаларни ўзлаштириш даражасини аниқлаш, ўз билимларини мустақил равишда текшириш, баҳолаш, шунингдек, янги мавзу бўйича дастлабки билимлар даражасини ташҳис қилиш мақсадида қўлланилади.

Методни амалга ошириш тартиби:

- иштирокчилар машғулот қоидалари билан таништирилади;
- тингловчиларга мавзуга ёки бобга тегишли бўлган сўзлар, тушунчалар номи туширилган тарқатмалар берилади (индивидуал ёки гуруҳли тартибда);
 - тингловчилар мазкур тушунчалар қандай маъно англатиши, қачон, қандай ҳолатларда қўлланилиши ҳақида ёзма маълумот берадилар;
 - белгиланган вақт якунига етгач ўқитувчи берилган тушунчаларнинг тўғри ва тўлиқ изоҳини ўқиб эшиттиради ёки слайд орқали намойиш этади;
 - ҳар бир иштирокчи берилган тўғри жавоблар билан ўзининг шахсий муносабатини таққослайди, фарқларини аниқлайди ва ўз билим даражасини текшириб, баҳолайди.

Намуна: “Модулдаги таянч тушунчалар таҳлили”

Тушунчалар	Сизнингча бу тушунча қандай маънони англатади?	Қўшимча маълумот
Микроскоп	Майда объектларни кўрсатувчи асбоб.	
Кристаллооптика усули	Табиий ва сунъий кимёвий бирикмалар, хом-ашъё, материал ва буюмлар, минерал ва композицияларнинг оптик кўрсаткичларини уларнинг кристалл	

	шакллари, таркиби ва симметрия қонуниятларига боғлиқ ҳолда ўрганувчи фан.	
Катталаштирувчи мосламалар	Микроскопларда объектив ва окуляр орқали бажарилади.	Катталаштириш даражаси - 17,5 X дан то 1350 X гача.

Изоҳ: Иккинчи устунчага қатнашчилар томонидан фикр билдирилади. Мазкур тушунчалар ҳақида қўшимча маълумот глоссарийда келтирилган.

“SWOT-таҳлил” методи

Методнинг мақсади: мавжуд назарий билимлар ва амалий тажрибаларни таҳлил қилиш, таққослаш орқали муаммони ҳал этиш йўллари топиш, билимларни мустаҳкамлаш, такрорлаш, баҳолаш, мустақил, танқидий фикрлаш, ностандарт тафаккурни шакллантириш.

S – (strength)	• кучли томонлари
W – (weakness)	• заиф, кучсиз томонлари
O – (opportunity)	• имкониятлари
T – (threat)	• тўсиқлар

Намуна 1: Рентгенографик таҳлил усули учун SWO анализни ушбу жадвалга туширинг.

S	Рентгенографик таҳлилнинг кучли томонлари	Моддаларни структураси, улардаги фазалар таркибини ўрганишда асосий усул ҳисобланади.
W	Рентгенографик таҳлилнинг кучсиз томонлари	Аморф структурали моддаларни ўрганишда яхши натижа бермайди.
O	Замонавий комплекс таҳлил усуллари – рентген-спектрал таҳлили (имкониятлари)	Янги турдаги замонавий комплекс таҳлил усуллари структура ва таркибни ўрганиш имкониятларини кенгайтиради.
T	Тўсиқлар (ташки)	Рентгенографик таҳлил юқори технологик жихозлар – махсус шароитларда ишловчи

“Хулосалаш” (Резюме, Веер) методи

Методнинг мақсади: Бу метод мураккаб, кўптармоқли, мумкин қадар, муаммоли характердаги мавзуларни ўрганишга қаратилган. Методнинг моҳияти шундан иборатки, бунда мавзунинг турли тармоқлари бўйича бир хил ахборот берилади ва айтилган пайтда, уларнинг ҳар бири алоҳида аспектларда муҳокама этилади. Масалан, муаммо ижобий ва салбий томонлари, афзаллик, фазилат ва камчиликлари, фойда ва зарарлари бўйича ўрганилади. Бу интерфаол метод танқидий, таҳлилий, аниқ мантикий фикрлашни муваффақиятли ривожлантиришга ҳамда ўқувчиларнинг мустақил ғоялари, фикрларини ёзма ва оғзаки шаклда тизимли баён этиш, ҳимоя қилишга имконият яратади. “Хулосалаш” методидан маъруза машғулотларида индивидуал ва жуфтликлардаги иш шаклида, амалий ва семинар машғулотларида кичик гуруҳлардаги иш шаклида мавзу юзасидан билимларни мустаҳкамлаш, таҳлил қилиш ва таққослаш мақсадида фойдаланиш мумкин.

Методни амалга ошириш тартиби:



тренер-ўқитувчи иштирокчиларни 5-6 кишидан иборат кичик гуруҳларга ажратади;



тренинг мақсади, шартлари ва тартиби билан иштирокчиларни таништиргач, ҳар бир гуруҳга умумий муаммони таҳлил қилиниши зарур бўлган қисмлари туширилган



ҳар бир гуруҳ ўзига берилган муаммони атрофлича таҳлил қилиб, ўз мулоҳазаларини тавсия этилаётган схема бўйича тарқатмага ёзма баён қилади;



навбатдаги босқичда барча гуруҳлар ўз тақдимотларини ўтказадилар. Шундан сўнг, тренер томонидан таҳлиллар умумлаштирилади, зарурий ахборотлар билан тўлдирилади ва мавзу

Намуна 1:

Кимёвий таҳлил усуллари					
Миқдорий таҳлил		Сифат таҳлили		Фотокалориметрия усули	
афзаллиги	камчилиги	афзаллиги	камчилиги	афзаллиги	камчилиги
Хулоса:					

«ФСМУ» методи

Технологиянинг мақсади: Мазкур технология иштирокчилардаги умумий фикрлардан хусусий хулосалар чиқариш, таққослаш, қийслаш орқали ахборотни ўзлаштириш, хулосалаш, шунингдек, мустақил ижодий фикрлаш кўникмаларини шакллантиришга хизмат қилади. Мазкур технологиядан маъруза машғулотларида ўтилган мавзуни сўрашда, билимни мустаҳкамлашда, уйга вазифа беришда ҳамда амалий машғулот натижаларини таҳлил этишда фойдаланиш тавсия этилади.

Технологияни амалга ошириш тартиби:

- қатнашчиларга мавзуга оид бўлган якуний хулоса ёки ғоя таклиф этилади;
- ҳар бир иштирокчига ФСМУ технологиясининг босқичлари ёзилган қоғозларни тарқатилади:

Ф	• фикрингизни баён этинг
С	• фикрингизни баёнига сабаб кўрсатинг
М	• кўрсатган сабабингизни исботлаб мисол келтиринг
У	• фикрингизни умумлаштиринг

- иштирокчиларнинг муносабатлари индивидуал ёки гуруҳий тартибда тақдимот қилинади.

ФСМУ таҳлили қатнашчиларда касбий-назарий билимларни амалий машқлар ва мавжуд тажрибалар асосида тезроқ ва муваффақиятли ўзлаштирилишига асос бўлади.

Намуна 1.

Фикр: “*Замонавий физик-кимёвий таҳлил усуллари фақат илмий-текшириш мажмуаларида қўлланилиши мақсадга мувофиқ ҳисобланади*”.

Топшириқ: Мазкур фикрга нисбатан муносабатингизни ФСМУ орқали таҳлил қилинг.

Намуна 2:

Фикр: “*Замонавий физик-кимёвий таҳлил усуллари ишлаб чиқариш корхоналарида кенг қўлланилиши зарур*” фикрини ФСМУ орқали таҳлил қилинг.

Ф

• *Замонавий физик-кимёвий таҳлил усуллари ишлаб чиқариш корхоналарида кенг қўлланилиши зарур*

С

• *Замонавий физик-кимёвий таҳлил усуллари маҳсулотни сифатини таъминлашда ва таркибини назорат қилишда катта аҳамиятга эга*

М

• *Органик моддалардаги ёт қўшимчалар ва оптик нотекисликларни ўрганишда микроскопик усули қўлланилади*

У

• *Физик-кимёвий таҳлил усуллари ишлаб чиқариш корхоналарида кенг қўлланилиши маҳсулот сифатини таъминлашга ёрдам беради.*

“Синквейн” методи

“Синквейн” – тингловчини ижодий фаоллаштиришга, фаолиятни баҳолашига йўналтирилган таълим машқи ҳисобланади. Синквейн-французча сўздан олинган бўлиб, бешлик деган маънони билдиради. “Синквейн” методини амалга ошириш босқичлари:

1. Ўқитувчи тингловчиларга мавзуга оид тушунча, жараён ёки ҳодиса номини беради.
2. Тингловчилардан улар ҳақидаги фикрларини қисқа кўринишда ифодалашлари сўралади. Яъни, шеърга ўхшатиб 5 қатор маълумотлар ёзишлари керак бўлади.

У қўйидага қоидага асосан тузилиши керак:

- 1-қаторда мавзу бир сўз билан (одатда от билан) ифодаланади.
- 2-қаторда мавзуга жуда мос келадиган иккита сифат берилади.
- 3-қаторда мавзу 3та ҳаракатни билдирувчи феъл билан фойдаланилади.
- 4-қаторда темага доир муҳокама этувчиларнинг ҳиссиётини ифодаловчи жумла тузилади. У тўрт сўздан иборат бўлади.
- 5-қаторда мавзуни моҳиятини ифодаловчи битта сўз берилади. У мавзунинг синоними бўлади.

Намуна. “Микроскоп” сўзига синквейн тузинг.

1. Асбоб.
2. Катталаштирувчи мосламалар.
3. Майда жисмларни ўрганиш.
4. Моддаларни микро ва макро-тузилишини ўрганишда кенг қўлланилади.
5. МИН-8.

“Кластер” методи

Фикрларнинг тармоқланиши “Кластер” – бу педагогик стратегия бўлиб, у тингловчиларни бирон бир мавзунини чуқур ўрганишларига ёрдам бериб, тингловчиларни мавзуга тааллуқли тушунча ёки аниқ фикрнинг эркин ва очиқ равишда кетма-кетлик билан узвий боғлаган ҳолда тармоқланишларига ўргатади.

Фикрларни тармоқлаш қуйидагича ташкил этилади:

1. Ҳаёлга келган ҳар қандай фикр бир сўз билан ифода этиб кетма-кет ёзилади.

2. Фикрлар тугамагунча ёзишда давом этавериш керак.

3. Иложи борича фикрларнинг кетма-кетлиги ва ўзаро боғлиқлигини кўпайтириш.

Намуна. “Органик маҳсулотлар турлари” мавзусига “Кластер” график органайзерини тузинг.

III. НАЗАРИЙ МАТЕРИАЛЛАР

1-маъруза. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилнинг илмий аҳамияти. Оптик изланиш асослари.

Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилнинг илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий оптик изланиш асослари, имкониятлари.

Режа:

1. Кимёвий технология жараёнидаги органик маҳсулотларини тадқиқ қилишда оптик, ультрабинафша, инфрақизил спектроскопик усуллари турлари. Физик- кимёвий, физикавий-механикавий ва термик жараёнларни ўрганишда бошқа усуллар.

2. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилнинг илмий аҳамияти. Материаллар структурасини ўрганишда замонавий оптик изланиш асослари, имкониятлари.

Таянч иборалар: кимёвий технология, тегиши усуллари, физикавий, кимёвий таркиб, физик-кимёвий, фотокалориметрик, оптика, ультрабинафша, спектр, ютилиш чизиги, оптик таҳлил, нур синдириш кўрсаткичи, симметрия, маҳсулот таркиби, молекуланинг тузилиши, микротўлқинли спектроскопия, электромагнит нурлар, нурларнинг тарқалиши ва ютилиш энергиялари, квантлар, кимёвий боғлар, тебранувчан, айланувчан, электрон, қутбланиш, электромагнит тўлқинлар.

1. Материалларни тадқиқ қилишда физик-кимёвий таҳлилни илмий аҳамияти. Оптик изланиш асослари.

Кимёвий технология йўналиши фанларидан дарс берувчи педагоглар малакасини ошириш курсининг ўқув режаси мутахасислик бўйича тайёргарлик фанлари блокига киритилган “Кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини замонавий таҳлил этиш усуллари” фани ўқув дастурининг *мақсади* – кимё саноати маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усуллари, материалларда керакли структура ва хоссаларни таъминлашда замонавий физик кимёвий усулларни ўрни ва моҳияти, асосий асбоб ускуналари тўғрисида назарий ва касбий тайёргарликни таъминлаш ва янгилаш, касбий компетентликни ривожлантириш асосида таълим-тарбия жараёнларини самарали ташкил этиш ва бошқариш бўйича билим, кўникма ва малакаларни такомиллаштиришга қаратилган.

Ушбу дастур кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотларини физик кимёвий таҳлил қилиш усулари, усулда ишлатиладиган аппаратуралар ва жихозларининг таснифи, тузилиши, органик хом ашё ва улардан олинган маҳсулотнинг кимёвий таркиби, структура тузилишлари, физик кимёвий хусусиятларини аниқловчи жихозларни яратилиш тарихи ва ривожининг тенденцияси, истиқболи ҳамда республикамиздаги ижтимоий - иқтисодий ислохотлар натижалари ва худудий муаммоларнинг кимёвий технология жараёнидаги кимё маҳсулотлари ишлаб чиқариш соҳасида ишлаб чиқариладиган буюмларнинг истиқболига таъсири масалаларини қамрайди.

Физик-кимёвий таҳлилнинг таърифи. Физик-кимёвий таҳлилнинг усуллари.

Физик-кимёвий таҳлил бу - тайёр маҳсулот олиш учун ишлаб чиқариш жараёнларида қўлланиладиган усул ва методлар (хом ашё, материал ёки ярим фабрикатларга ишлов бериш жараёнлари орқали уларнинг ҳолати, шакли ва хусусиятини ГОСТ, ТУ каби техник шароитлар талаблари бўйича ўзгартириш) мажмуини тўла таъминловчи ва шу билан бирга технологик жараёнларнинг турли босқичларидаги назоратни ҳам ўз ичига олган кимёвий, физик-кимёвий ва физикавий омиллар йиғиндиси.

Физик-кимёвий таҳлилда шу кунга қадар инсониятга маълум бўлган барча асосий анализ методлари группасидан, масалан, кимёвий (вазн, ҳажм, колориметрик, газ ҳажмий ва бошқа), физик-кимёвий (электровазний, потенциометрик, амперометрик, полярографик, фотоколориметрик, хроматографик ва бошқа) ва физикавий (рентгеноспектрал, аланга фотометрияси, масса спектроскопик, люминесцент, активацион, магнит каби)

анализ методларидан фойдаланилади.

Физик-кимёвий таҳлил кейинги вақтларда фан ва техниканинг турли соҳаларида кимёвий бирикма хом ашёлари, органик ва ноорганик ишлаб чиқариш маҳсулотларини текширишда кенг қўлланмоқда. Айниқса саноатда технологик жараёнлар назорати ва материаллар анализидида у жуда ҳам қўл келмоқда.

Кимё саноатида маҳсулотлар, табиий ва сунъий минераллар ҳамда кимёвий бирикмаларнинг структуралари, фазовий таркиблари, микротузилиши, иссиқлик таъсирида структураларини ўзгартиришлари физик-кимёвий текширишлар орқали аниқланади. Кимёвий ишлаб чиқаришда олинган барча органик маҳсулот турининг структура ва хоссалари ҳам физик-кимёвий усулда текшириш орқали амалга оширилади.

Текширилаётган органик модда ёки маҳсулотни чуқур таҳлил этишда фақат бир ёки икки параметр маълумотлари бўйича чекланиб қолмасдан, балки уни комплекс равишда таҳлил этиш лозим. Олинган натижалар бир-бирини тўлдириб, текширилаётган объект ҳақида тўлиқ бир хулоса чиқаришга имкон беради. Илмий таҳлилни саноатда қўллаш орқали ишлаб чиқарилаётган маҳсулот сифати яхшиланади ва таннархининг арзонлашишига эришилади.

Физик-кимёвий таҳлилнинг асосий усуллари. Кимёвий модда, органик синтез маҳсулотлари, полимер ва пластмасса, композицион бирикмалар, сунъий маҳсулотлар жуда хилма-хил ва мураккаб. Шунинг учун уларнинг хусусиятлари ва таркиблари ҳам турличадир. Бундай материалларни текшириш усуллари ҳам турлича бўлиб, уларни икки катта группага ажратиш мумкин:

1. Оптика усуллари. Бу группага умумий номи кристаллооптика деб аталувчи иммерсион таҳлил, металлографик таҳлил, монокристаллар таҳлили кирган бўлиб, улар маҳсус оптика асбоблари - поляризацион ва металлографик микроскоплар орқали олиб борилади.

2. Кимёвий ва физик-кимёвий усуллар. Буларга петрографиянинг петрокимё, петрургия, петрофизика каби соҳалари киради. Бу усуллар ёрдамида материалларининг таркибини мукамал ўрганиш ва уларнинг пайдо бўлиши, хосса-хусусиятларини физик-кимёвий қонунлар нуқтаи назаридан талқин этиш мумкин. Ҳозирги вақтда минералогик-геокимёвий текшириш усули номи билан аталувчи тадқиқотларни ўтказишда спектрал, рентген спектрал ва радиометрик анализ усулларида фойдаланилади. Рентгеноэлектрон микроанализ методи ёрдамида эса минералларнинг таркиби тез ва сифатли аниқланади. Петрургия усулида сунъий маҳсулотлар ўрганилиб, уларнинг табиий минераллар генезисига

ўхшаш-ўхшамаслиги аниқланади.

Кимёвий ишлаб чиқариш маҳсулотларини физик-кимёвий тахлилининг асосий усуллари қаторига киради: микроскопия; электрон микроскопия; рентгенография; термография; ИҚ спектроскопия; ядро магнит резонанси (ЯМР); электрон парамагнит резонанси (ЭПР); электронография; хроматография; магнетохимия; изотропия; кимёвий анализ; спектрал анализ; бошқа усуллар ёрдамида ўрганилади.

Намуналарни фотокалориметрик усулда аниқлаш. Фотокалориметрик тахлилни ФЭКН-57 типигаги жихозда олиб борилади. Бу экспресс тахлил усули бўлиб, тортиш усулига қараганда турли хил кимё саноати маҳсулотлардаги муҳим компонентларни топишда қисқа вақтни олади. Компонентларни аниқловчи фотокалориметрик усул эритмадан ўтадиган интенсив нурни камайиши даражасини моддадаги бўялган комплекс кўринишида аниқлашга асосланган.

Фотокалориметрик усулда эритманинг қалинлиги ўзгармас ҳолатда бўлади, шунинг учун фақат оптик зичлик, яъни ундан чиқаётган интенсив нурни логарифми нисбати аниқланади. Ҳар хил концентрациясидаги (стандарт ва аниқланаётган) иккита бўялган эритмани ҳолати қуйидаги тенглама асосида ифодаланиши мумкин:

$$\frac{D_1}{D_2} = \frac{C_1}{C_2}$$

Бу ерда D_1 – ва D_2 - стандарт ва аниқланаётган эритманинг оптик зичлиги;

C_1 ва C_2 - стандарт ва аниқланаётган эритманинг концентрацияси.

D_1 ва D_2 аниқланиб C_1 ни концентрациясини билган ҳолда C_2 ни концентрациясини ҳисоблаб топиш мумкин. Шундай қилиб, стандарт (эталон эритма) эритмани концентрациясини билган ҳолда, текширилаётган эритманинг миқдорини аниқлаш мумкин.

Бунинг моҳияти концентрацияси аниқ бўлган текширилаётган стандарт эритмаларнинг концентрацияси билан оптик зичлиги орасидаги боғланиш графигини мг/л ёки % ҳисобида таъсирлашдан иборат. Эритманинг оптик зичлигини аниқлангандан сўнг, шу график ёрдамида текширилаётган эритма концентрациясини топилади.

Оптик изланиш асослари.

Органик моддаларнинг тузилиши ва реакцияга киришиш фаолиятини синтез килинган маҳсулот таркибини ўрганишда физик-кимёвий тадқиқот

усуллари энг мухим маълумотларни беради. Молекуланинг тузилиши, фазовий ҳолати, физикавий доимийликлари ва бошқа кўрсаткичларни аниқлашда физикавий тадқиқот усулларининг бир қанча турлари ишлатилади. Айрим усуллар кенг тарқалмаган бўлиб, аммо улардан олинadиган натижа кимё фани учунжуда аҳамиятлидир. Масалан, газ электронографияси ва микротўлкинли спектроскопия усуллари шулар жумласидандир.

Кимёвий тадқиқотларда кенг тарқалган ва амалий жихатдан муҳима ҳамиятга эга бўлган усуллардан оптик (ультрабинафша, инфракизил), радиоспектроскопия (ядромагнитрезонанси, электрон парамагнит резонанси) ва масс-спектрометрия ҳисобланади. Молекуланинг тузилиши, фазовий тадқиқот усулларини икки қисмга бўлиш мумкин. Биринчи қисмга оптик ва радиоскоп усуллар, иккинчи қисмга эса молекуланинг геометрик тузилишини ва фазовий ҳолатини аниқловчи усуллар киради.

Электромагнит нурларнинг ютилиши молекулаларнинг умумий хоссаи ҳисобланади, аммо ютилиш ходисаи танланиш хусусиятига эгадир, яъни маълум тўлқин узунлигидаги нурлар молекула томонидан кучли ютилиши мумкин, бошқа тўлқин узунлигидаги нурлар эса кучсиз ёки бутунлай ютилмаслиги мумкин. Ютилиш доираси спектр чизиги дейилади. Маълум молекуланинг ютилиш спектри ушбу молекула учун хактерли бўлади ва бошқа молекула томонидан (тузилиш жихатидан яқин бўлган тақдирда ҳам) қайд этилмайди. Аммо органик бирикмаларда бутун молекуладан фақат маълум гуруҳ атомлар электромагнит нурларни ютиши, молекуланинг бошқа қисмида эса нурларни ютмаслиги мумкин. Бир хил гуруҳларнинг нурни ютиши эса, ҳар хил молекулалар таркибида жойлашишига қарамасдан, кескин фарқ қилмайди. Шунинг учун ҳам номаълум моддаларнинг тузилишини ўрганишда унинг спектрини маълум тузилишга эга молекуланинг спектри билан таққослаш керак.

Электромагнит нурлар икки хил табиатга - тўлқин ва заррача хусусиятларига эгадир, уларнинг тарқалиши тўлқин узунлиги ва частотаси билан белгилланади. Нурларнинг тарқалиш ва ютилиш энергиялари квантлардан иборат бўлади ва куйидаги тенглама билан ифодаланади:

$$\Delta E = h\nu = h(c / \lambda)$$

h -Планк доимийси ($6,5 \times 10^{-27}$ эрг.с);

ν -тебраниш частотаси;

c -ёруғликнинг бўшлиқдаги тезлиги (3×10^{10} см/сек);

λ -тўлқин узунлиги.

Тенгламада ифодаланганидек, квант энергияси тебранишчастотасига тўғри пропорционал, тўлқин узунлигига эса тескари пропорционалдир. Атом ва молекулаларнинг энергетик ҳолатларни ўрганиш учун маълум частотада энергия даражасининг фарқини аниқлаш керак:

$$\nu = (E_1 - E_2) \qquad h = \Delta E_{1,2} / h$$

Модданинг ташқаридан берилган энергияни қабул қилиши натижасида жадаллиги ошади, яъни биринчи навбатда молекуланинг симметрияси, геометрияси, электр хоссалари ва бошқа хусусиятлари ўзгаради. Энергия ўзгаришнинг чегараси ҳар хил усуллар учун ҳар хил бўлиб, бир-биридан бир қанча даражага фарқ қилади. Бу эса кимёвий боғларда бўладиган ҳар хил ўзгаришларни - тебранувчан, айланувчан, электрон, қутбланиш ва бошқа ўзгаришларни фарқлашга имкон беради.

Тўлқинлар сони асосан см^{-1} ўлчам бирлигига эга бўлиб, частота ва энергия қийматига тўғри пропорционалдир, шунинг учун ҳам мутлоқ частотага нисбатан кўп ишлатилади. 2-жадвал.

Хосил қилиш усулларига қараб спектрлар уч хилга бўлинади ютилиш, тарқатиш, сочиш. Уларнинг спектр чизиқларини жадаллиги молекулалар сонига ва квант механикаси қоидалари асосида бўладиган ўтишлар эҳтимолига боғлиқ бўлади. Спектр чизиқларнинг кенглик шакли молекула кўрсаткичларининг йиғиндисига ва мос хусусиятларига боғлиқ бўлади.

Тўлқин узунлиги	10^{-3} нм	10 нм	400 нм	800 нм-300 мк	300 мм	200 мм
Спектрал соҳа	Рентген нурлар	Ультрабинафша нурлар	Кўзга кўринадиган нурлар	Инфракизил нурлар	Микротўлқинли нур	Қисқа радио тўлқинлар
Кузатилаётган ютилиш спектр		Электрон спектр		ИҚ-спектр		ЯМР, ЭПР спектр

1-жадвал

Электромагнит тўлқинларининг муҳим бирликлари.

Спектрлар	Частоталар, Гц	Тўлқин узунликлари	Ўлчам бирликлари
Ядро гамма резонанси	10^{18} - 10^{21}	3 нм	мм/с
Рентген нурлари	10^{17} - 10^{18}	3 нм-30 нм	эВ
Фотоэлектрон	10^{14} - 10^{16}	3 нм -700 нм	эВ

Электрон	$10^{14} - 10^{16}$	3 нм - 700 нм	нм
Тебранувчан	$10^{12} - 10^{14}$	3 мнм-3 мм	см
Айланувчан	$10^{10} - 10^{12}$	3 см- 0,03 мм	МГц
Эпр	$10^9 - 10^{11}$	- 3 см	МГц
ЯМР	$10^7 - 10^8$	-5 м	МГц
ЯКР	$10^6 - 10^9$	30 - 300 м	МГц

2-жадвал

Тўлқин узунлиги ва частотани ўлчашда ишлатиладиган бирликлар

Тавсиф	Ўлчам бирлиги	Қисқартирилган белгиси	Таърифи
Тўлқин узунлиги	микрон	мк	$1\text{мк}=10^{-6}\text{м}$
	миллимикрон	ммк	$1\text{ммк}=1\text{нм}=10^{-7}\text{см}=10^{-9}\text{м}$
	Ангстрем	А^0	$1\text{А}^0=10^{-10}\text{м}$
Частота,		сек^{-1}	1секундаги тебранишлар сони
Тўлқинлар сони		см^{-1}	1см даги тўлқинлар сони

Бугер-Ламберт-Бер Қонуни

Электромагнит тўлқинларининг эритмада тарқалишдаги асосий хусусиятларидан бири интенсивлик бўлиб, вақт бирлигида майдондан ўтаётган квантлар сонига боғлиқ катталиқдир. Ёруғликнинг ютилиши танлаш хусусиятига эга бўлганлиги учун, ёруғлик модданинг рангсиз эритмасидан ўтганида маълум тўлқин узунлигига эга бўлган нурлар ютилади, бошқа тўлқин узунлигига эга бўлган нурлар эса ютилмасдан эритмадан ўтиб кетади. Ушбу жараён миқдорий жihatдан оддий ёруғлик нурларининг ўрнига монохроматик (бир хил квант энергияларига, ёки бир хил тўлқин узунликларига эга бўлган) нурлардан фойдаланиш керак. Бу ҳолда ютилиш биринчи тартибли оддий тенглама асосида бўлади:

$$\lg \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot c \cdot l$$

$\lg I_0/I$ – Эритманинг ёки ютилишнинг оптик зичлиги (D)

$$D = \epsilon \cdot c \cdot l$$

ϵ - экстракциянинг молли коэффициенти

Агар $C=1$ моль/л, $l=1$ см бўлса, ϵ эритманинг оптик зичлигига тенг бўлади

$$\epsilon = \lg I_0 / I = D$$

$$\epsilon = D$$

Доимийлик қиймати тўлқин узунлигига боғлиқ бўлади. Моддалар эритмаларининг концентрациясини кўрсатувчи n - идишчадаги эритманинг моляр концентрацияси C ва эритма қалинлиги l - га пропорционал бўлади (Ламберт-Бер қонуни).

Тенгламанинг чап томонидаги қисми эритманинг нур ютиш қобилиятини кўрсатади ва оптик зичлик деб номланади. Пропорционаллик коэффициенти ютилишининг моляр коэффициенти дейилади ва 1 см қалинликдаги, концентрацияси 1 моль/л бўлган эритмадан ўтган нурнинг ютилишини кўрсатади. Ютилиш ўлчамсиз катталиқ бўлганлигига учун қиймати S_x га тескари катталиқ қийматига эга бўлиши керак. Агар концентрацияни (C) моль/л, эритма қалинлигини см-да ўлчанса, ϵ -нинг қиймати Dx моль x см. билан ифодаланади. Эритма Ламберт-Бер қонунига бўйсунганида, маълум қалинликдаги қаватнинг оптик зичлиги модда концентрациясига тўғри чизиқ билан боғлиқ равишда ўзгаради. Бу эса миқдор жihatдан тахлил олиб боришга имкон беради. Эритманинг Ламберт-Бер қонунига бўйсунмаслиги қуйидги ҳолларда содир бўлиши мумкин: а) молекула эритмада ҳар хил таутомер шаклда бўлганида; б) модда молекулалари ўзаро ёки эритувчи молекулалари билан таъсирлашганида масалан, водород боғ ёки ассоциатлар ҳосил қилганида; в) асосий ва танланган ҳолатлар ўртасида, иссиқдик мувозанати ҳолатида термохромизм ходисаси амалда эриган модданинг эритувчи молекуласи билан таъсирлашиш: кенг тарқалган ходисаларидан ҳисобланади. Ламберт-Бер қонунида фақат монохроматик нурлар амалга ошишини ҳисобга олиш керак. Молекулалардаги энергетик ҳолатларнинг ўзгариши маълумтебранишлар частотасида содир бўлади. Органик моддаларни тузилишини ўрганишда квант энергиялари билан фарқ қилувчи қуйидаги соҳалар ўрганилади:

1. Электронларни қўзгалган ҳолатга келтириш учун кўп миқдорда энергия талаб қилинади, бу эса ултрабинафша (УБ) кўринадиган нурлар таъсирида амалга оширилади (Электроспектроскопияси).

2. Молекулалардаги тебранувчан ҳолат энергиясини ўзгартирш учун зарур бўлган энергия. Бу энергия таъсирида молекулада кимёвий боғлар узунлигидаги ўзгаришлар ва валент боғлар орасида бурчакнинг ўзгариши содир бўлади. Ушбу ўзгаришлар инфрақизил соҳада намоён бўлади.

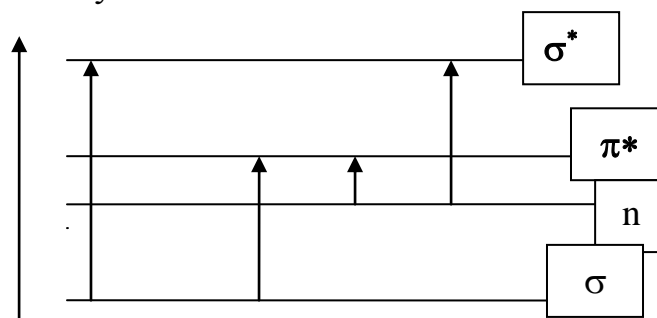
3. Ядро сонларининг йўналишини ўзгартиршга сарф бўладиган миқдордаги энергия ўзгаришлар радиотўлқинли энергияквартлари таъсирида амалга оширилиши мумкин.

Молекуладаги энергетик ўтишлар жихатидан ултрабинафша кўринувчан соха ўртасида асосан фарқ килади. Шундай килиб, органик кимё ва технологияда кенг ишлатиладиган спектрал усуллар сифатида ултрабинафша (УБ), инфракизил (ИК), ядромагнит резонанс (ЯМР) спектроскопиялари ва масс-спектрометрия ишлатилади. Энди юқорида кўрсатилган физикавий усулларнинг назарий асосларини ва органик молекулалар тузилишини ўрганишда тадбиқ этиш мумкин бўлган усулларини келтирамиз.

Ултрабинафша (Электрон) спектроскопия

Ултрабинафша (УБ) соха кўринувчан нурлардан бошланиб, қисқа тўлқин узунлигидаги рентген нурлари (50 нм) сохасигача давом этади. Органик моддалар (УБ) ва кўринувчан нурларни ўтиши натижасида электронлар (валент боғини хосил қилишда иштирок этувчи электронлар) бириктирувчи орбитадан бўшашган орбиталарга ўтиши молекуланинг ушбу ҳолати кўзғалган ҳолат дейилади. Электронлар ядрога тортишиб турганлиги сабабли, уларни ғалаёнлаштириш учун кўпроқ миқдорда энергия талаб қилинади. УБ нурларни хосил қилувчи: электромагнит нурларнинг тўлқин узунлиги 120-180 нм ташкил этади. Органик бирикмалар УБ сохада нурларни ютиш қобилиятидан кам бўлган соха узоқ ёки вакуум УБ соха дейилади ва яқин УБ соха 200 нм дан юқори бўлган соха. Узоқ УБ сохадаги моддаларнинг ютилишини ўрганиш мураккаб ускуналарни талаб қилади. Аввало бу сохада ҳаво таркибидаги кислород ва азот УБ нурларни ютади. Шунинг учун, ушбу сохада ишлайдиган асбоблар вакуум қурилмага эга бўлиши керак. Турлихилдаги асбоблар мураккаблиги туфайли лаборатория машғулотларидакам ишлатилади. Яқин УБ соха ўлчаш учун анча қулайликларига эга бўлган, амалда кўп тарқалган усуллардан ҳисобланади. Бу сохада кварц шаффофлик хусусиятига эга бўлганлиги учун ундан призмалар ва ўлчаш идишларини тайёрланади. Текшириш учун керак бўладиган модда миқдори 0,1 мг ни ташкил этади. Шу афзалликлар туфайли УБ спектроскопия кимёвий моддаларнинг тузилишини ўрганишда ишлатиладиган физикавий тадқиқот усулларининг энг кўптарқалган турини ташкил этади. Атом ва молекулада электронлар жуда аниқ энергияга эга бўлган орбиталарни эгаллайди. Атом орбиталарининг энергиялари квант сонларининг йиғиндиси билан ифодаланади. Молекула орбиталари атом орбиталарининг чизиқли тўплами деб қаралиши мумкин. Бу тўплам, электронларнинг спини антипараллел йўналишга эга бўлган боғловчи орбитал (нормал ҳолат) ва электрон спинлари параллел йўналишга эга бўлган бўшашган орбита (кўзғалган ҳолат) дан ташкил топган. Органик молекулалар

ва боғларни ҳосил қилувчи электронлар ҳамда таркибида жуфтлашмаган электронлар тутган гетероатомлардан электронлар ташкил топади. Молекулаларда кўзғалган ҳолатда рўй берадиган электрон ўтишларини куйидагича ифодалаш мумкин:



Энергияси юқори квант $\sigma \rightarrow \sigma^*$ учун зарурдир, яъни оддий боғларни кўзғалган ҳолатга келтириш учун ёруғлик квантининг тўлқин узунлиги кичик бўлиши керак, ўтишларини содир қилиш учун керакли энергия кам миқдорда талаб қилинади, n-ҳолатдаги электронларнинг энергияси π -ҳолатдагидан ҳам юқоридир ва уларни кўзғатиш учун энг кам миқдорда сарф қилинмоғи керак. Бу ҳолдаги ўтишлар яқин УБ соҳада содир бўлганлиги учун амалий ишларда катта аҳамиятга эгадир.

Молекула таркибидаги УБ соҳадаги электромагнит нурларни танлаб ютадиган гуруҳларга хромофорлар дейилади. Хромофорларга таркибида кўшбоғ ёки гетероатом тутган моддалар мисол бўлади. Хромофор гуруҳлар органик модда таркибида ҳар хил ҳолатда жойлашиш мумкин, лекин хромофорнинг УБ соҳада ютиши оддий молекулада ёки тузилиши жихатдан мураккаб бўлган молекулаларда ҳам амалда бир-бирига яқин бўлган тўлқин узунликларида электромагнит нурларини ютади. Хромофор гуруҳларининг ҳар хил кимёвий тасирлашувига қараб УБ соҳада ҳосил қиладиган ютиш максимумлари ўзгариши мумкин. Ютиш максимумининг тўлқин узунлиги узун соҳага силжиши батаҳром силжиш дейилади, қисқа соҳага силжиши эса гипсохром силжиш деб аталади. Айрим хромофорларнинг УБ соҳада ютилиши 3-жадвалда келтирилган.

3-жадвал

Алоҳида жойлашган айрим хромофорларнинг УБ соҳада ютилиши

Хромофор гуруҳ	Мак*нм	Макс.	Ўтишлар	Эритувчи
Этилен $\text{CH}_2 = \text{CH}_2$	165	15000	$\pi - \pi$	Газ
	193	10000		
$\text{RCH} = \text{CH}_3$	177			
$\text{RCH} = \text{CH-транс}$	180			

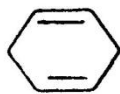
-цис	183			
Ацетилен $\text{HC} \equiv \text{CH}$	173	6000	$n - \pi^*$	Газ
Карбонил $(\text{CH}_2)_2\text{C} = \text{O}$	190	1900	$n - \pi^*$	Н-гексан
	280	15	$n - \pi^*$	
$\text{CH}_3\text{CH} = \text{O}$	290	16	$n - \pi^*$	Гептан
Карбоксил CH_3COOH	204	80	$n - \pi^*$	
Азотин $\text{C} =$ Н/ацетоксим/	190	8000	$n - \pi^*$	сув
Нитрил $-\text{C} =$ Н/ацетонитрил/	180	-	-	-
Азо - /азотин/	347	45	$n - \pi^*$	Диоксан
Нитрозо - - О/нитрозобутан/	300	100		эфир
	665	20		
Нитрат - C О ₂ /этилнитрат/	270	12	$n - \pi^*$	Диоксан
Нитро - O_2 /нитрометан/	271	19	$n - \pi^*$	Спирт
Нитрит - C O /амилнитрат/	218x5	1120	$n - \pi^*$	Петролейнў й
	346x5	/кенг/	$n - \pi^*$	Эфир
Сульфоксид (циклогексилметилсу льфоксид)	210	1800		Спирт
Сульфон (диметилсульфон)	180	-	-	-

Кимёвий бирикмаларнинг ултрабинафша спектри

Тузилиши текширилаётган модда УБ сохада (200-800 нм) ютилиш максимумига эга бўлмаса, модда таркибида диен, полие системаларининг, ароматик ва карбонил гуруҳ йўқлигидан далолат беради.

Диен системалари. Туташиган диенлар учун $\pi - \pi^*$ ўтишга хос бўлган ютиш 215-270 нм да содир бўлади. Спектр чизиғининг ҳолати ва интенсивлиги диеннинг тузилишигагина боғлиқ бўлади. Диеннинг УБ сохада ютиши конформациясига боғлиқ бўлади. Транс конформацияли диеннинг ютиши конформациясига боғлиқ бўлади. Транс конформацияли диеннинг ютиш максимуми цис-диендан пастроқ сохада мавжуд бўлади (3-жадвал).

Молекулада қўшбоғларнинг жойлашишига қараб изомер бирикмаларни бир-бирдан фарқ қилиш мумкин.



$$\lambda_{\text{макс.}} = 200 \text{ нм}$$



$$\lambda_{\text{макс.}} = 258 \text{ нм} \quad \epsilon = 7200/\text{л}$$

Диен бирикмаларнинг УБ соҳада ютишга молекуладаги алкил радикалининг миқдори, қўшни циклик гуруҳларнинг сони таъсир қилади. Ушбу таъсирларнинг қиймати Вудворд формулалари билан аниқланади:

$$\lambda_{\text{макс}} = 217 + 5 \times A + 30 \times B + 5 \times C$$

- Формуладаги 217- бутадиенининг ютилиш максимуми;
- А - алкил гуруҳларнинг сони;
- В - туташган қўшбоғлар миқдори;
- С-экзоциклик боғларнинг сони.

Вудворд формуласи Вудворд қонидаси асосида ишлатилади: қўшбоғдан алоҳида жойлашган алкил гуруҳи модданинг УБ соҳадаги ютишига таъсир қилмайди; диен системасига бир ёки тўрт ҳолатда жойлашган алкил гуруҳ батаҳром силжиш хосил қилади (7-10 нм гача), икки ёки уч ҳолатдагиси эса 3-4 нм гача. Вудворд формуласи асосида диенлар учун ҳисоблаб топилган ютилиш максимуми амалда топилганидан -5 нм га фарқ қилади.

Полиенлар. Молекулада туташган қўшбоғлар сонининг ошиши УБ соҳада батаҳром силжишга олиб келади. Қўшимча қўшбоғлар учун ютилиш максимум тахминан 50,40,30,25 ва 20 нм қийматлар янги киритилган ҳар қўшбоғ учун қўшилади.

4-жадвал

Органик моддаларнинг УБ спектри (200-800 нм) маълумотлари

Максимумлар сони	Максимумларнинг тавсифи	Молекула тузилиши тўғрисида хулоса
1	2	3
0		Молекула таркибида хромофор гуруҳлар йўқ қўшбоғлар, ароматик халқа тутган бирикмалар ва карбонил, нитро гуруҳлари

1	200-225 нм ($\epsilon = 10000-15000$)	α , β -Тўйинмаган карбон кислоталари ва уларнинг хосилалари
	215-235 нм	Циклик ва ациклик диен бирикмалар (қўшбоғ мустахкамланган транс конфигурацияга эга)
	240-270 нм ($\epsilon = 3000-8000$)	Цис конфигурацияли циклик диен
	275-290 нм ($\epsilon = 15-25$)	Тўйинган альдегид ёки кетон
	270-370 нм ($\epsilon = 50000-150000$)	Таркибида 3-6 туташган қўшбоғ тутган полиен
	400-470 нм ($\epsilon = 50000-180000$)	Таркибида 7-12 туташган қўшбоғ тутган полиен
2	200-230 нм ($\epsilon = 7000-9000$)	Бензол хосилалари
	260-280 нм ($\epsilon = 200$)	
	200 нм ($\epsilon = 500$)	
	276-280 ($\epsilon = 20$)	α , β -Тўйинмаган альдегид ёки кетон
	200-230 нм ($\epsilon = 12000-20000$)	
	320-340 нм ($\epsilon = 20-40$)	Нитробирикмалар
3	Уч максимумга эга бўлган системалар	Хромофорлар билан туташган ароматик халқа, кўп халқали ароматик бирикмалар

5-жадвал

Диен ва полиенларни УБ соҳада ютилиш максимумини ҳисоблаш усули билан аниқлаш

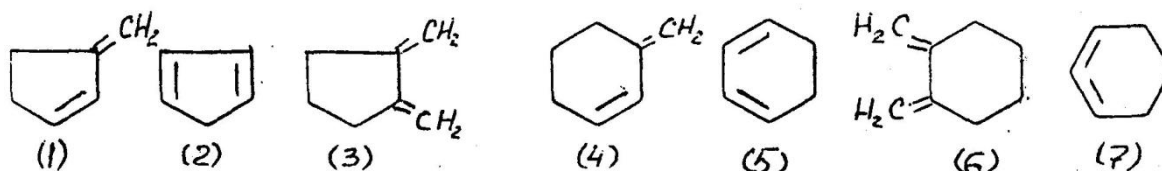
(транс), λ_0 -217 нм (цис), λ_0 -253 нм					
Ўрин алмашган гуруҳи	нм		Ўрин алмашган гуруҳ	нм	
	Гуруҳ охирида			Гуруҳ охирида	
	Жой-лашса	Жойлаш-маса		Жой-лашса	Жойлаш-маса
Br, Cl	10	5	C – C боғи		

C-CO-CH ₃	0	0	Занжирни узайтирса	30	-
C-P	25	5			
S-P	30	-	Алkil радикали	5	-
N (N) ₂	60	-	Охирги кўшбоғда цис-алмашса экзоциклик боғ	5	5

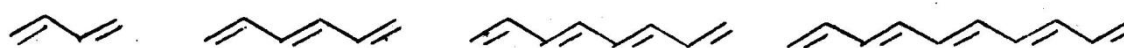
6-жадвал

Асосий диен системаларининг УБ сохада ютилиш максимумлари

№	Хромофор	Макс /нм/	ε
1.	3-Метиленциклопентен-1	234	14000
2.	Циклопентадиен -1,3	240	3400
3.	1,2-диметилендициклопентан	243	12000
4.	3-метиленциклогексен-1	231	19800
5.	Циклогексадиен -1,3	258	7200
6.	1,2-диметиленциклогексен	243	12000
7.	Циклогептадиен -1,3	248	76000

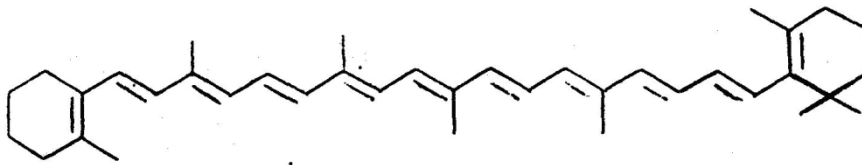


Масалан:



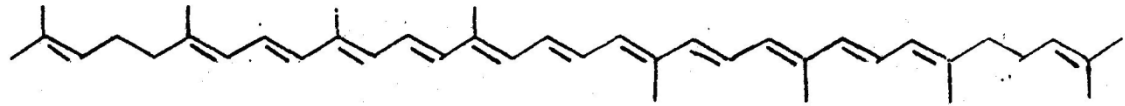
$\lambda_{\text{макс}}$ 217 нм / ϵ 21000/
 $\lambda_{\text{макс}}$ 267 нм / ϵ 34600/
 $\lambda_{\text{макс}}$ 307 нм / ϵ 58000/
 $\lambda_{\text{макс}}$ 364 нм / ϵ 138000/

Молекулада туташган кўш боғларнинг ошиши ютилиш максимумини кўринувчан сохагача силжитади, натижада модда рангли табиатга эга бўлади. Масалан: δ -каротинва ликопинтузилишларни кўриб чиқамиз.



Сарик рангли
II туташган қўш боғ

$\lambda_{\text{макс}}$ 452 нм / ϵ 140000/



Кизил рангли
II туташган қўш боғ

$\lambda_{\text{макс}}$ 474 нм / ϵ 186000/

Моддаларнинг УБ сохада ютиш максимуми асосида молекула таркибида полиен система иштирок қилишини ва туташган қўшбоғларнинг сонини аниқлаш мумкин.

Карбонил гуруҳи. Таркибда карбонил гуруҳи тутган моддалар: альдегидлар, кетонлар, карбон кислоталари ва уларнинг хосилалари табиатда ва синтетик кимёда кенг тарқалган бирикмалар ҳисобланади.

Тўйинган альдегид ва кетонлар учун макс 275-290 нм ни ташкил этади ва ютилиш $n-\pi^*$ ўтишга мос келади. Бу ўтиш симметри бўйича тақиқланган бўлганлиги учун максимум кучсиз бўлади ($E = 15-20$). Альдегид ва кетонлар учун ютиш чизиғининг ҳолатига эритувчининг табиати таъсир қилади. Карбонил гуруҳ билан водород боғ хосил қилувчи эритувчилар ютилиш максимумини гипсохром силжишга олиб келади. Бунга сабаб, водород боғининг-орбиталнинг энергетик ҳолатини пасайтиришидадир. Хар хил табиатга эга бўлган эритувчиларни ишлатганимизда $\lambda_{\text{макс}}$ қуйидаги қийматларга эга бўлади: эталон (0), сув (-7), углеводородлар (-11), диоксан (-5). Карбонил гуруҳи таркибидаги кислород атомида икки жуфтлашмаган электронлар мавжуд. Кислотали мухитда альдегид ва кетонларнинг УБ сохада ютилиш максимуми йўқолади, чунки кислород атоми протонланиш ходисасига учрайди. Бу хол ютилиш чизиғининг $n-\pi^*$ тезликлигидан далолат беради. Тўйинган альдегидлар ва кетонлар таркибидаги карбонил гуруҳ ютилиш интенсивлигининг кичиклиги айрим холларда спектрда аниқлаш пайтида қийинчилик туғдиради.

α, β - тўйинмаган альдегидлар ва кетонлар. УБ сохада бу бирикмалар учун юқори интенсивликка эга $n-\pi^*$ ва кам интенсивли ўтишлар содир бўлади. Карбонил гуруҳга хос бўлган ўтиш тўйинган альдегид ва кетонларга нисбатан тўлқин узунлиги юқори бўлган сохада намоён бўлади.

Қўшбоғга алкил гуруҳи жойлаштирилса, ютилиш максимумини ~10 нм юқори қийматли сохага силжитади.

7-жадвал

УБ спектроскопияда ишлатиладиган айрим эритувчиларнинг кўрсаткичлари

Эритувчи	λ нм	589,3 нм	ϵ (20- 25)	Суюқ ланиш харора ти, °С	Кайна ш харор ати	Зичлиг и г/см ³ (2 0°С)
Сув	196	1,3330	78,5	0	100	0,9982
Метил спирти	210	1,3288	32,6	-97,8	64,6	0,7918
Этил спирти	207	1,3610	24,3	-117,3	78,3	0,7893
Хлороформ	246	1,4460	4,8	-63,5	61,2	1,4890
Ацетон	331	1,3591	20,7	-94,8	56,2	0,7910
Диоксан	215	1,4224	2,2	11,8	101,3	1,0337
Бензол	280	1,5011	2,3	5,5	80,1	0,8790
Гексан	199	1,3749	1,9	-95,3	68,7	0,6490
Циклогексан	211	1,4263	2,0	66	89	0,7787

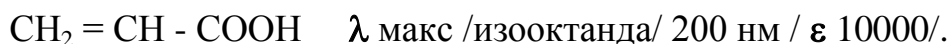
8-жадвал

Жуфтлашмаган электронли атом тутган тўйинган бирикмаларнинг УБ спектридаги маълумотлар

Бирикма	$\lambda_{\text{макс}}$, нм	$\epsilon_{\text{макс}}$
>N (CH ₃) ₃ N	199	3950
Пиперидин	200	4000
>O CH ₃ CH	210	200
>S (C ₂ H ₆) ₂ S ⁸	194,215	4600,1600
-S-S-(C ₂ H ₅) ₂ S ₂ ⁸	250,194	5500
-Cl CH ₃ Cl	273	3800
-Br C ₃ H ₇ Br ⁸	208	300
-I C ₃ H ₇ I ⁸	259	400

α -эритувчи гексан ёки гептан, бошқалари пар ҳолатида олинган спектрлар. α, β -тўйинмаган карбон кислоталар. Карбон кислоталарида ўтишга хос бўлган (карбонил гуруҳи учун хос бўлган) кучсиз интенсивликдаги, 200 нм да

максимум бўлиб, кучли интенсивликка эга бўлган $\pi \rightarrow \pi^*$ ўтишга тегишли бўлган максимум содир бўлади:



Қўшбоғга нисбатан α -ҳолатда жойлашган углерод β -ҳолатда эса, 5нм тўлқин узунлиги юқори соҳадаги максимум пайдо бўлади. Бирикмаларнинг УБ соҳада ютишига қараб, уларнинг α , β -тўйинмаган карбон кислоталарга ёки уларнинг хосилаларига тегишли эканини ҳамда қўшбоғдаги ўринбосарларнинг табиатини аниқлаш мумкин.

Нитрогурух . - NO_2 $\pi \rightarrow \pi^*$ ўтишга хос бўлган юқори интенсивликка эга бўлган ютилиш содир бўлади ($\lambda_{\text{макс}}$ 200нм, $\epsilon = 5000\text{-NO}_2$ га хос ўтиш кучсиз интенсивликка эга λ макс 276 - 280 нм, $\epsilon = 15\text{-}35$). Таркибида карбонил гуруҳи тутган моддаларга хос бўлган ютилишдек, нитрогуруҳлар учун иккинчи электрон ўтишнинг ютилиш максимуми эритувчиларнинг табиатига боғлиқ бўлади; кутбли эритувчиларда ютилиш максимум тўлқин узунлиги қисқа соҳага (гипсохром) силжийди. Умуман, нитрогуруҳнинг УБ спектри моддаларнинг тузилиши тўғрисида кам маълумот беради.

Ароматик бирикмалар. Юқорида кўрсатилган моддаларнинг УБ соҳадаги спектрларда ароматик бирикмаларнинг УБ спектри мураккаблиги ва ўзига хослиги билан ажралиб туради. Бензол УБ соҳада қуйидаги максимумларни хосил қилади ($\lambda_{\text{макс}}$ 200нм, $\epsilon 8000$ нм, 255 нм, $\epsilon 200$ нм): Ароматик бирикмаларнинг УБ спектри: А-бензол, Б-фенол, В-анилин.

	λ Макс /гексан/	
Фуран	2000	/ ϵ 10000/, 252 / ϵ 1/
Тиофен		235/ ϵ 4500/
Пиррол	210	/ ϵ 15000/, 350/ ϵ 300/
Пиридин	195	/ ϵ 7500/, 250/ ϵ 2000/

Келтирилган маълумотлар тўйинмаган гетероҳалкали бирикмаларнинг УБ соҳада ютиши бензол молекуласининг ютишига яқинлигидан далолат беради.

Фойдаланиладиган адабиётлар рўйхати

1. Физические методы исследования в химии. Ю.А.Пентин, Л.В.Вилков. Мир, ООО «Издательство АСТ», 2003. – 683с.
2. Первоначальные сведения о методах ЯМР, масс-спектрометрии и ИК спектроскопии. учеб. пособие/ Б.Н.Тарасевич. 2014.
3. Определение строения органических соединений/ Э.Преч, Ф.Бюльманн, К.Аффольтер. 2006.
4. Идентификация органических соединений. Н.А.Анисимова. Горно-Алтайск: РИО. ГАГУ, 2009. 118с.

5. Применение УФ-, ИК-, ЯМР – спектроскопии в органической химии. ЛюА.Казицина, Рипол Классик.
6. Введение в стереохимию органических соединений: от метана до макромолекул / Ш.Р.Бакстон, М.Стенли – Москва: Мир, 2009, - 311с.
7. Компьютерная идентификация органических соединений / В.И.Вершинин, Б.Г.Дерендяев, К.С.Лебедев – Москва. Академкнига, 2002 - 197с.
8. Спектральная идентификация органических соединений: метод. указания / О.В.Гришаева – Кемерово: КемГМА, 2010-60с. .
9. Методы УФ, ИК и ЯМР спектроскопии и их применения в органической химии; учеб. пособие/Дормитонтов. – Перм :ПГУ, 2001. -79с.
10. Спектральные методы определения строения органических соединений:учеб.пособие / Н.М.Имашева. – Москва: КНОРУС; АстраханьАГУ, 2016. 83с.
11. Ильичев И.С., Лазарев М.А., Щепалов А.А. Основы физико-химического анализа продуктов нефтепереработки и нефтехимического синтеза. Электронный учебно-методический комплекс. – Нижний Новгород: Нижегородский университет, 2010. – 163 с
12. Сапрыкин, А.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография/ А.В. Сапрыкин. – Харьков: Оригинал, 2007.
13. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – М.: Бином, 2003. – 493с.
14. <http://www.texhology.ru>
15. <http://www.iconstel.net>
16. <http://www.depositfiles.com>

2-маъруза: Органик моддалар спектрал тахлил қилиш усуллари. Инфрақизил (ИК) спектроскопия. Ядро магнит резонанси (ЯМР). Масс-спектрометрия. Хроматографик тахлил усули.

Режа:

1. Инфрақизил (ИК)спектроскопик тахлил, физикавий асоси.
2. Моддаларнинг инфрақизилспектрлари.
3. Инфрақизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқлик.
4. Ядро магнит резонанси (ЯМР).
5. Масс-спектрометрия.

6. Органик бирикмаларни тузилишини ўрганишда инфрақизил, ядро магнит резонанси ва масс-спектрометрияни усуллари қўллаш.
7. Хроматография таҳлил қилиш усулининг вазифаси афзалликлари.
8. Хроматография ускунасининг оддий схемаси.

Таянч иборалар: *Спектр, қўзғатувчи, разряд, учқун, инфрақизил, ултрабинафша, ютиш спектри, қайтариш спектри, ёруғлик нури, поляризация, интерференция, комплекс группа, тўлқин узунлиги, спектрометр, спектрофотомет, ИҚС . Ядро магнит резонанси (ЯМР), спин квант сони, Масс-спектрометрия, метостабил ионлар, қайта гуруҳланувчи ионлар, бўлакли ион қолдиги. гел хроматография, газ-суюқлик хроматографияси, юқори самарали суюқлик-суюқлик хроматографияси.*

Инфрақизил нурларининг табиати.

ИҚ нурланиш биринчи марта 1800 йилда инглиз олими **Уильям Гершель** томонидан очилган. У термометрни қуёш спектри бўйлаб ҳаракат қилдирганда 0.86 мкм дан юқорироқда симоб столбининг юқорилаб кетганлигини аниқлаган. Бу ҳодиса рўй берган область инфрақизил нурланишнинг пастки чегараси эди холос.

«**Инфрақизил**» термини Стокс томонидан 1852 йили киритилган «**ультрабинафша**» терминидан фарқли равишда Беккерель томонидан 1869 йили киритилади.

1834 йили Меллона томонидан ўтказилган тадқиқотлар натижасида инфрақизил нурларининг қайтарилиш ва синиш табиати ёруғлик нурларининг табиатига ўхшаш эканлиги тасдиқланди. Бундан биров кейинроқ Ампер ва Кноблаух томонидан янги кашф этилган нурларининг тарқалиши, қайтарилиши, поляризация ва интерференцияси худди ёруғлик нурларидек кечиши, аммо улардан тўлқин узунлигининг катталиги билан фарқланиши исботланди.

Инфрақизил нурланиш спектрининг юқори чегарасига етиб бориш узок давом этган тадқиқотлар натижасида рўй берди. Бунинг учун жуда кўп нурланиш манбаалари текширилди, турли материаллардан ясалган призмалар ўрганилди. Натижада бу рақам 350 мкм атрофида бўлиб, у радиотўлқинлари билан чегарадош эканлиги тасдиқ топди.

Электромагнит майдон билан муҳитнинг ўзаро таъсири нурланиш тўлқин узунликларида кучли тарзда ўзгаради.

Масалан, ультрабинафша нурланиш фотохимёвий таъсирга, рентген ва γ-нурланиш- катта сингиш (кириб кетиш) хусусиятига эга.

ИК нурланиш фақат молекула ёки молекуладаги атомларнинг алоҳида группалари билан мулоқотда бўлади, ҳамда моддадаги кучсиз боғланган ёки “озод” ташувчи зарядлар билан ўзаро таъсирлашади.

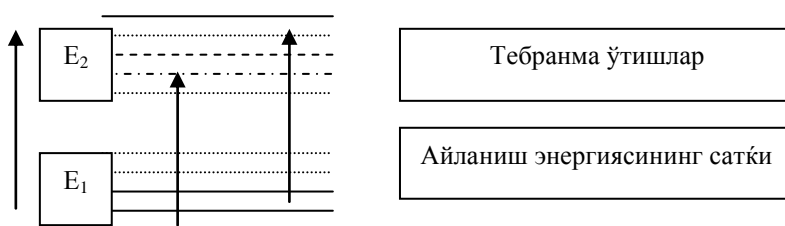
Юқоридагиларга асосланган ҳолда ИҚС усули асосида турли органик модда ва материлларнинг хоссаларини аниқлаш, нур ютилиши ёки нур қайтиши полосаларининг аниқ характеристикасини бериш устида ишлар олиб борилди. Характерли полосалар группаларнинг энергетик ўзгаришида тебранма ёки айланма даража орасидаги энергия ҳамда электронларнинг кузатилган ҳолатидаги валент ўзгаришига боғлиқлиги аниқланди.

Молекуладаги атомларни кузгатиш учун етарли энергия миқдори электромагнит тўлқинларнинг ИҚ соҳасига мос келади. Молекуладаги тебранма сатхлар квантланган бўлиб, маълум бир катталиқдаги тебраниш частотаси ёки энергия қийматида содир бўлади. Ёруғлик квантини қабул қилиш натижасида молекуладаги тебранма ҳаракат асосий энергетик ҳолатдан кўзланган ҳолатга ўтади. Кейинчалик эса тебранма энергия айланма энергия сатхларининг ўзгаришига сарфланади. Молекуланинг умумий энергиясини қуйидагича ифодалаш мумкин:

$$E = E \text{ /Электрон/} + E \text{ /айланма/} + E \text{ /тебранма/}$$

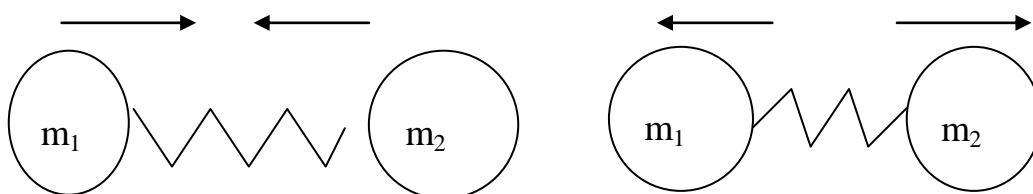
Молекулада айланма энергетик сатхлар узаро яқин жойлашади ва жуда оз миқдордаги энергия молекула айланишини ўзгартиришга етарлидир. Аксинча тебранма ҳаракат энергияси анча юқори қийматни ташкил этади /расмга қараганг/ Молекуладаги тебранишлар икки хил спектрларда намоён бўлади -ютилиш спектрлари /ИК спектри/ ва нурнинг комбинацион сочилиш /КС спектри/. Нурнинг комбинацион сочилиш спектри молекуланинг енгил фотонларни забт этиш натижасида фотонлар энергиясининг кўпайиш ва камайиш натижасида молекулада бўладган тебранма ёки айланма ҳолат энергия сатхининг ўзгаришига асосланади. Кейинчалик забт этилган фотонлар ёруғлик сочилиш тарзида нурланади.

Энергия тебранма ва айланма сатхларнинг тасвири.



Органик моддаларнинг ИҚ спектри нозик ютилиш чизиқларини ҳосил қилмайди. Бунга асосий сабаб, айланиш энергиясининг ўзгариши молекулани

тебраниш энергиясининг ўзгариши билан бир вақтда содир бўлишидир. Расмда кўрсатилганидек, E1 ва E2 тебранма сатхларига ёнма-ён жойлашган айланиш сатхлари боғлиқ бўлади. Бу ҳолда тебраниш энергияси ўзгаришининг ҳар бир ҳолатига зич жойлашган спектр чизиқлари ҳосил бўлиши керак. Кўп атомли молекулалар мураккаб тебранишга ҳослиги билан белгиланади. Шу сабабли, ҳисоблар икки атомдан иборат бўлган молекулалар учун ишлаб чиқилган. ИК спектрдаги ютилиш сохаларини аниқлаш тажриба асосида олинган маълумотларга асосланган. Молекула учун ИК сохада асосий тебранишлар валент ва деформацион тебранишлардир. Молекуладаги атомларнинг боғ бўйлаб тебранишига валент тебраниш дейилади ва у ν харфи билан белгиланади. Валент тебранишнинг механик модели сифатида икки шартдан иборат системани фараз қилиш мумкин. Шарлар молекуладаги атомларни, пружина эса кимёвий боғни ифодалайди



Пружина чузилганида ёки сиқилганида шарлар гармоник тебранишлар билан ҳаракат қилади. Бу қуйидаги формула билан ифодаланади: $\nu =$

$$\frac{1}{2} \pi$$

Формуладаги ν - тебраниш частотаси, F-боғ мустаҳкамлигини ифодаловчи куч доимийлиги, m_1 -шарларнинг массаси, m_r эса қуйидаги формула асосида ҳисобланади:

$$1/m_r = 1/m_1 + 1/m_2 \text{ ёки } m_r = m_1 \times m_2 / (m_1 + m_2)$$

Валент тебраниш частотаси атом масалалари ва боғ мустаҳкамлиги билан аниқланади. Масса юқори бўлса, частота кичик бўлади, яъни:

$$\nu_{C-C} = 1000 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C-H} = 3000 \text{ см}^{-1}$$

Кимёвий боғ мустаҳкам бўлса, тебраниш частотаси шунчалик юқори бўлади. Масалан:

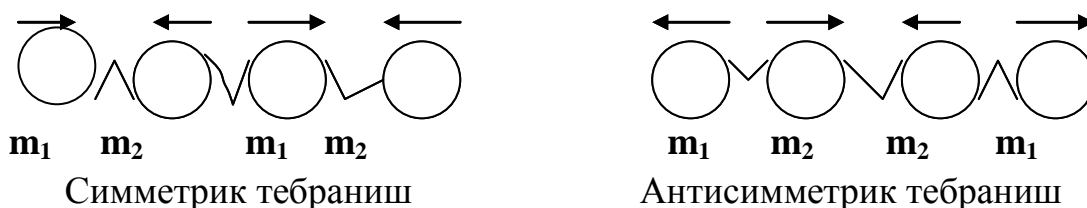
$$\nu_{C-C} = 1000 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C-O} = 1100 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C-N} = 1050 \text{ см}^{-1}$$

$$\nu_{C-C} = 1600 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C-O} = 1700 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C=N} = 1650 \text{ см}^{-1}$$

$$\nu_{C-C} = 2200 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{C=N} = 2260 \text{ см}^{-1}$$

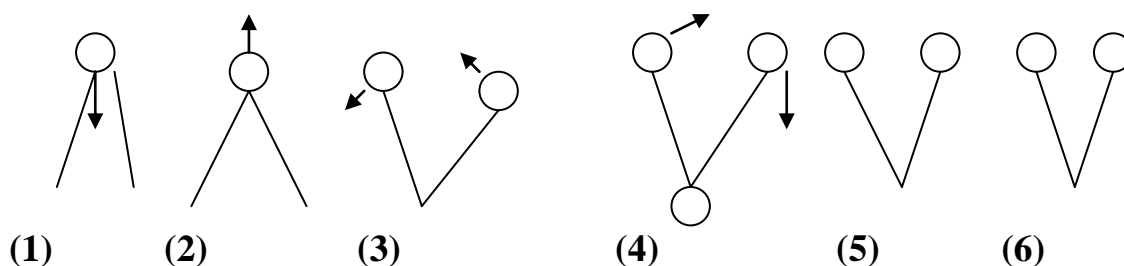
Молекуладаги атомлар сонининг кўпайиши валент тебраниши мураккаблантиришга олиб келади 3 ва 4 атомдан ташкил топган молекулада

2 хил валент тебранишлар бўлади: симметрик ва антисимметрик



Антисимметрик тебраниш частотасининг қиймати симметрик тебраниш частотаси қийматидан доимо юқори бўлади.

Молекула валент бурчаклари қийматининг ўзгариши деформацион тебраниш деб айтилади. Деформацион тебранишни хосил қилиш учун валент тебранишига нисбатан кам энергия сарф қилинади ва кам частотада намоён бўлади.



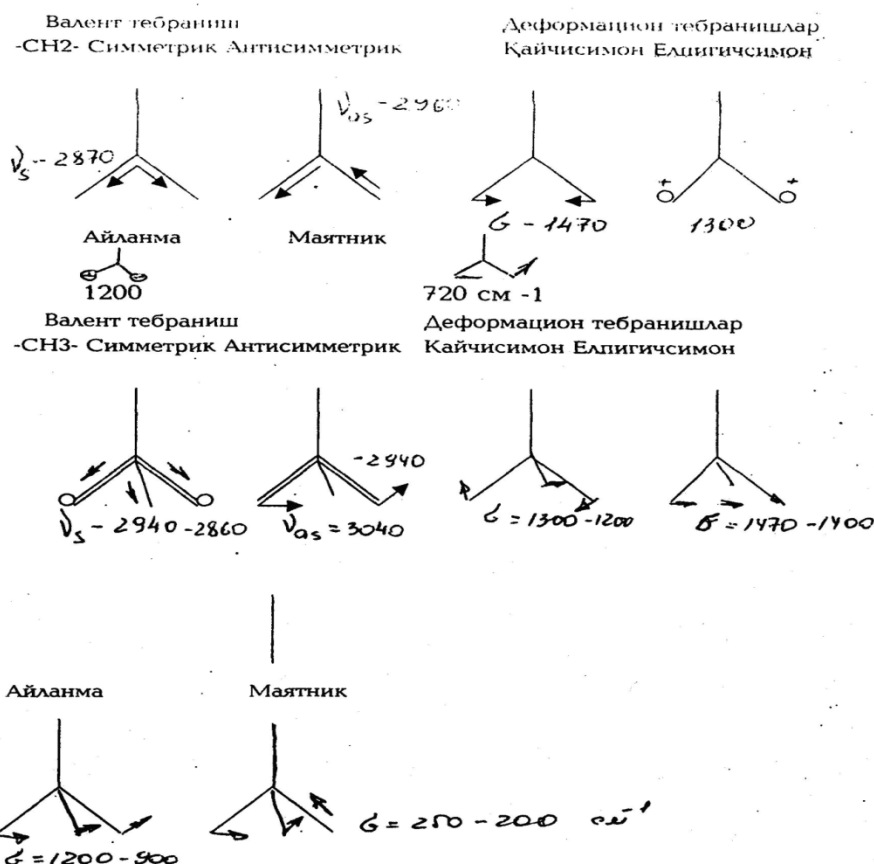
Атомларнинг молекулада хосил қиладиган деформацион тебранишлари: 1,2- қайчисимон, 3,4 - маятниксимон, 5 - айланма, 6 - ярим доира бўйлаб (текисликка перпендикуляр йўналишда илгарилама ҳаракат, - тесқари йўналишдаги ҳаракат).

ИК спектрометрларнинг оптик қисмларидан бўлган эритма солинадиган идиш, нурларни бўлувчи призмалар тузлардан тайёрланади, чунки шиша ИК нурлар таъсирида шаффофлигини йўқотади. Асосан учта призма ишлатилади: LiF(2000-3800 см^{-1}); NaCl (700-2000 см^{-1}) ва KBr (400-700 см^{-1}). Бошқа ораликда призмалар шаффофлик хусусиятига эга эмас.

ИК спектри олиниши керак бўлган намуналар эритма, таблеткаларда, вазелинда эмульсия хосил қилиб ёки газ ҳолатида ишлатилиши мумкин.

Асосий гуруҳларнинг тебраниш турлари

С-Н. Тўйинмаган, тўйинган ва ациклик углеводородларда валент тебраниш 2800-3000 см^{-1} да намоён бўлади. $-\text{CH}_2^-$ ва $-\text{CH}_3$ гуруҳларнинг тебраниш турлари ва уларга мос келувчи частоталарни қуйидагича ифодалаш мумкин:

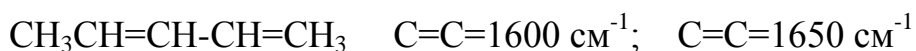


С-Н боғига хос ютилиш характерлидир, аммо молекула тузилиши тўғрисида кам ахборот беради. Бунга асосий сабаб: 1) С-Н боғига хос бўлган ютилишлар ўзаро таъсирлашиши мумкин; 2) айрим ютилиш частоталари бир-бирининг «устига» тушиши натижасида кучсиз максимумлар таркибида С-Н боғи йўқлигидан далолат беради.

Полиметилен занжирининг тутashiши натижасида хосил бўлган циклопарафинларда ИК соҳасидаги ютилиши С-Н Тўйинган углеводородларнинг ютиш соҳасида яқин бўлади. Олти аъзолик циклопарафинлардаги CH₂ нинг ютиши 1470 см⁻¹ дан 1452 см⁻¹ га сурилиб чиқади. Асосий ўзгариш халқада кучланиш бўлганида (масалан, 5 аъзоли халқада содир бўлади) ва натижада валент тебраниш частотаси 3040 см⁻¹ да намоён бўлади. Бу қиймат орқали мураккаб моддалар таркибида беш аъзолик халқа борлигини билиш мумкин.

Алоҳида жойлашган кўшбоғнинг валент тебраниш частотаси С=C = 1600-1680 см⁻¹ да содир бўлади. Симметрик тузилишга эга бўлган алканларнинг валент тебраниш интенсивлиги кучсиз бўлади. Кўшбоғ тўғрисида маълумот =СН = 3000-3100 см⁻¹ содир бўладиган частота билан ҳам ифодаланади. Деформацион тебранишлардан =СН гуруҳларнинг фазовий жойлашишни аниқлашда фойдаланиш мумкин; цис-изомерлар 650-750 см⁻¹, транс изомерлар эса 960-970 см⁻¹ да намоён бўлади.

Тутушган диен системалар. $1500-1650 \text{ см}^{-1}$ оралигида иккита ютилиш чизигини хосил қилади, булар симметрик валент тебранишларга мос келади. Масалан:



Алохида жойлашган қўшбоғларга нисбатан туташган диен системаларининг ИК сохада ютиш интенсивлиги бирмунча юқори бўлади, бу эса диен конфигурацияси транс ҳолатга эга бўлганда яккол намоён бўлади. Алкил гуруҳларининг диен системасига жойлашиши валент тебранишлар частотасининг юқори сохага сурилишига олиб келади. Умуман, туташган қўшбоғларнинг молекулада бўлиши ИК спектр усули билан осон аниқланади. Уч боғ ИК спектри ёрдамида осон аниқланади, чунки бу боғ ютадиган сохада ($\text{C}=\text{O}=2100-2250 \text{ см}^{-1}$) бошқа гуруҳлар амалда ютилиш частотаси хосил қилмайди. Ацетилендаги водород атомнинг алкил радикалларга алмашиши ИК сохадаги ютишга таъсир қилади: алкин-1- $2100-2140 \text{ см}^{-1}$, алкин -1,2 да эса $2190-2250 \text{ см}^{-1}$ C-C боғга хос бўлган ютишнинг ИК сохада интенсивлиги кучсиз бўлади.

С-Х. Углерод-галоген боғига хос ютилиш паст частотали сохада намоён бўлади ($780-490 \text{ см}^{-1}$), юқори интенсивликка эга бўлганлиги учун осон аниқланади.

$\nu_{\text{C-Cl}}$	$\nu_{\text{C-Br}}$	$\nu_{\text{C-I}}$
550-850 см^{-1}	515-690 см^{-1}	500-600 см^{-1}

C-F боғига хос бўлган ютилиш $\nu_{\text{C-F}} = 730-1350 \text{ см}^{-1}$ да намоён бўлади ва C-O боғга хос бўлган ютилиш билан бир сохада хосил бўлади. Шу сабабли, бу иккала гуруҳ бир вақтда молекула таркибида бўлса, спектрдан уларни ажратиб олиш аниқлаш кийин. Спиртлар, кислоталар ва уларнинг хосилалари ўз таркибида гидроксил гуруҳ тутати.

ИК сохада $3200-3600 \text{ см}^{-1}$ интенсив ютилиш боради. Гидроксил гуруҳ углеводород радикали табиатига қараб, ИК нурларини хар хил сохада ютади. Бирламчи ОН - 3640 см^{-1} Фенолдаги ОН - 3810 см^{-1}
 Иккиламчи ОН - 3630 см^{-1} Полимерлардаги ОН - $3400-3200 \text{ см}^{-1}$
 Учламчи ОН - 3820 см^{-1}

Икки, уч ва кўп атомли спиртлар ўзаромолекулалараро ва молекулалар ичра водород боғи хосил қилади. Бир атомли спиртлардан фарқли ўларок, Кўп атомли спиртларнинг суюлтирилган эритмаларида водород боғлар узилмайди ва ИК сохада интенсивлиги кам ва ажралмаган кенг чизиқли кўринишда частота хосил қилади.

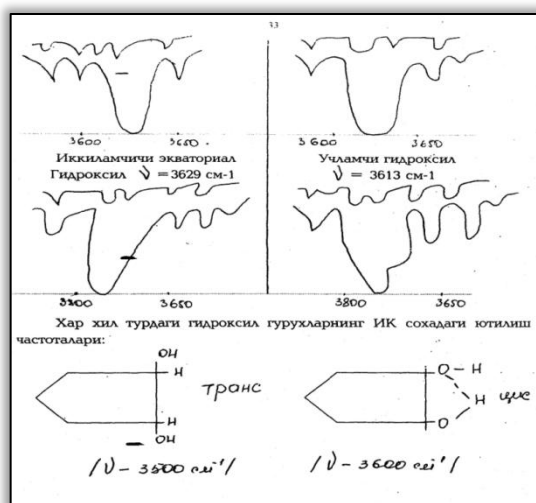
О-Н боғининг деформацион тебраниши қуйидагича бўлади :

Бирламчи - 1050 см^{-1}	Учламчи - 1150 см^{-1}
-----------------------------------	----------------------------------

Иккиламчи - 1100 см^{-1} Фенол - 1200 см^{-1}

Хулоса қилиб шуни кўрсатиш керакки, О-Н боғини ИК сохада осон топиш мумкин ва суюлтирилган эритмасининг спектрини олиб, молекулалар ёки молекулалар ичра водород боғ хосил қилишда илгарирок зтишни аниқлаб бериш мумкин. Бу эса уз навбатида мойекулшшнг-фазоветг тузилишини аниқлашга имконият-беради.

Бирламчи гидроксил $\nu = 3641 \text{ см}^{-1}$	Иккиламчичи аксиал гидроксил $\nu = 3635 \text{ см}^{-1}$
---	---



Димер хосил қилувчи карбон кислоталари ν_{OH} ютилиш чизиғини $2500\text{-}3000 \text{ см}^{-1}$ да хосил қилади ва $\nu_{\text{C-H}}$ билан бир сохада жойлашади. Кислота димерларининг деформацион тебраниши ($\nu_{\text{OH}} = 1200\text{-}1400 \text{ см}^{-1}$) кенг шаклдаги ютилиш чизиғидан иборат бўлади.

С-О. Ушбу боғ спиртлар ва эфирларда бўлиб, ИК сохада юқори интенсивли ютиш чизиқларини хосил қилади ($\nu_{\text{C-O}} 1000\text{-}1275 \text{ см}^{-1}$)

Ютилиш сохаси молекула тузилишига боғлиқ бўлади, яъни кўшбоғ ва ароматик халқа борлиги таъсир қилади. Мураккаб эфирларда иккта ютилиш частотаси содир бўлади: $\nu^{\text{s}}_{\text{COC}} 1025\text{-}1075 \text{ см}^{-1}$ ва $\nu^{\text{as}}_{\text{COC}} 1200\text{-}1275 \text{ см}^{-1}$. Бу сохада бошқа функционал гуруҳлар ИК нурлари ютилиша мумкин, бу эса спектрни ўрганишда қийинчилик туғдиради. Юқори интенсивликка эга бўлган учун бу сохадаги ютилишни С-О-С боғи учун хос дейиш мумкин.

С-О. Карбонил гуруҳнинг валент тебраниши ушбу гуруҳ қандай молекула таркибида бўлишидан катъий назар, юқори интенсивликка эга бўлган максимум хосил қилади $\nu_{\text{C=O}} 1650\text{-}1850 \text{ см}^{-1}$. Бу сохада бошқа гуруҳлар ютиш чизиғини хосил қилмайди. Хар хил моддалар учун C=O гуруҳнинг частоталари бир-биридан фарқ қилади. Масалан:

Альдегид ва кетонлар 1710-1750 см^{-1}

Карбон кислоталар 1750-1770 см^{-1} (мономер)

Мураккаб эфирлар 1706-1720 см^{-1} (димер)

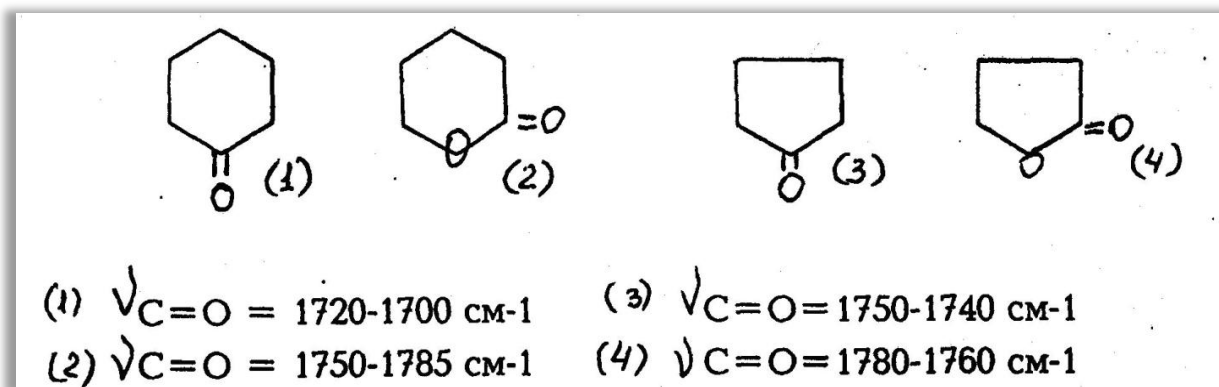
Кислота амидлари 1735-1750 см^{-1}

Кислота хлорангидридлари 1650-1695 см^{-1}

Кислота фторангидридлари 1765-1815 см^{-1}

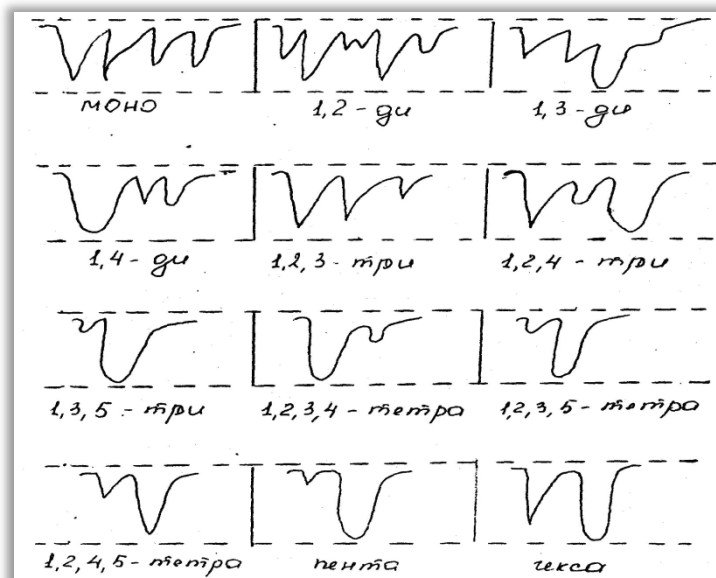
Кислота ангидридлари 1865-1875 см^{-1}

1740-1790 ва 1800-1850 см^{-1}



Карбонил гуруҳга қўшбоғ ёки ароматик халқа жойлашса, масалан $\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$ ёки $\text{C}_6\text{H}_5-\text{C}=\text{O}$, $\nu_{\text{C=O}}=1665-1685 \text{ см}^{-1}$ ташкил этади. Демак, карбонил гуруҳининг частотасини билиб, унга хос келувчи функционал гуруҳ табиатини аниқлаш мумкин. Карбонил гуруҳнинг ютилиши асосида модданинг миқдор тахлилини ишлаб чиқиш мумкин. Кето-енол таутомерия ҳолатларида ИК спектрга асосланиб, таутометр турларининг миқдорини аниқлаш мумкин.

Ароматик бирикмалар. Бензол халқасидаги $\text{C}-\text{C}$ боғининг валент тебраниши кам интенсивликка эга бўлиб, $1585-1600 \text{ см}^{-1}$ ва $1400-1500 \text{ см}^{-1}$ да намоён бўлади ва тўйинмаган углеводородлардаги $\text{C}-\text{C}$ боғининг тебраниш частотаси қийматлари билан яқин туради. Ароматик бирикмаларнинг ИК спектрларида $\text{C}-\text{H}$ боғининг деформацион тебранишига хос бўлган частоталар $650-900 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлади. Бу соҳадаги ютилиш ароматик халқада жойлашган радикаллар табиатини уларни бир-бирига нисбатан орта, пара ёки мета ҳолда жойлашишини аниқлашга имкон беради. Ушбу соҳада ютилишнинг бўлмаслиги модда таркибида ароматик халқа йўқлигидан далолат беради. Ароматик халқадаги хар хил ўрин алмашинишлар ИК соҳадаги ютилишга таъсир қилади. Буни билиш учун $1650-2000 \text{ см}^{-1}$ соҳадаги ютилиш частоталаридан фойдаланилади (қуйидаги расмга қаранг).



Кўп халқали ароматик углеводородлар ИК соҳадаги ютилиши бензолга ўхшаб кетади. Бу бирикмалар ҳам $3100-1600 \text{ см}^{-1}$ ва $650-500 \text{ см}^{-1}$ соҳаларида ИК нурларни ютади. Халқада ўринбосарларнинг бўлиши ютилиш частоталарининг қийматига таъсир қилади.

Бензол халқасидаги хар хил ўрин алмашилишларга хос бўлган ИК соҳадаги ютилишлар ($1650 \dots 2000 \text{ см}^{-1}$ соҳада).

Тўйинмаган гетерохалқали бириикмаларнинг ИК спектри кўп жихатдан ароматик бирикмаларнинг спектрларига ўхшаб кетади: С-Н фуран, пиррол, тиофен ва пиридинларда $3010-3080 \text{ см}^{-1}$ ва $\text{C}=\text{C}$ $1300-1600 \text{ см}^{-1}$ да намоён бўлади. Кенг тарқалган гетерохалқали бирикмаларнинг асосий частоталари қуйидаги қийматлардан иборат (см^{-1}):

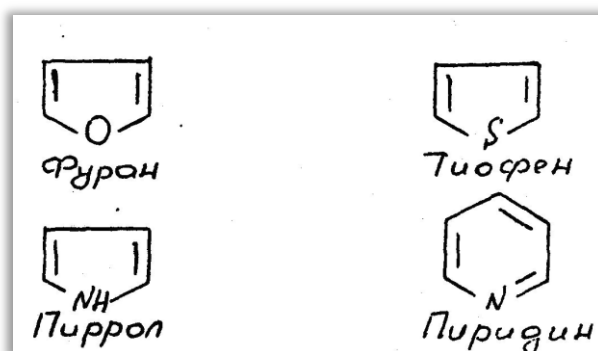
Фуран 3125-3185 1500-1565

Тиофен 3050-3125 1040-1520

Пиррол 3400-3440 1555-1565

Пиридин 3020-3070 1430-1650

Гетерохалқали бирикмаларда С-Н боғнинг деформацион тебраниши ароматик бирикмалардек ўзига хос бўлиб, С-Н $600-800 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлади.



N-H. Таркибида N-H боғ тутган моддалар табиатда кенг тарқалган бирикмалардан ҳисобланади. Боғнинг валент тебраниши $\nu_{N-H} = 100-3500 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлиб, интенсивлиги жихатидан ОН дан анча паст бўлади. Аминларнинг тебраниш частоталари молекулада водород боғ бор ёки йўқлигига ҳамбоғлиқ бўлади: $\nu_{N-H} = 3300-3500 \text{ см}^{-1}$ (озол), $3100-3300 \text{ см}^{-1}$ (боғланган). Бирламчи аминогуруҳ учун характерли ютилиш частотаси иккита қийматдан иборат бўлиб, улар ёнма-ён жойлашади ва суолтирилган эритмаларда аниқ намоён бўлади ($\nu_{N-H_2}^s = \nu_{N-H_2}^{as} 3400 \text{ см}^{-1}$, $\nu_{N-H} 3500 \text{ см}^{-1}$). Иккиламчи аминогуруҳ эса битта ютилиш частотасига эга. Аминогуруҳнинг деформацион тебраниши кучсиз интенсивликдаги ютилиш частотасидан иборат: бирламчи аминогуруҳ учун $\nu = \text{NH}_2 1500-1625 \text{ см}^{-1}$, иккиламчи аминогуруҳ учун эса $\nu = 1500-1600 \text{ см}^{-1}$.

C=N₂. Азаметинлар $1690-1615 \text{ см}^{-1}$ да интенсивлиги юқори бўлган чизигини намоён қилади ва ўрин олувчи гуруҳлар спектр ҳолатига таъсис қилади. Ароматик халқабилан туташ жойлашиш тебраниш частоталанини $1657-1641 \text{ см}^{-1}$ га ўзгартиради, ароматик халқалар сони иккита бўлганида, тебраниш частоталари $1615-1630 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлади. **COOH.** Карбон кислоталарнинг ИК спектирида аминогуруҳга хос ютилиш содир бўлади ($\nu_{N-H} - 3400 \text{ см}^{-1}$ ва $\nu_{N-H} - 3500 \text{ см}^{-1}$). Ушбу частоталар қиймати жихатидан тўйинган углеводородлардаги амино гуруҳ ютилиш частотасига мос келади. Қаттиқ холдаги моддада водород боғлар карбон кислоталари амидларнинг валетни тебранишига таъсир қилади - $\nu_{N-H}^s - 3200 \text{ см}^{-1}$ ва $\nu_{N-H}^{as} - 3350 \text{ см}^{-1}$ да намоён бўлади.

C=N. Нитрил гуруҳининг валент тебраниши $\nu_{C=N} - 2240-2260 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлади. Ушбу сохада бошқа гуруҳлар ютилиш частотасини мос келади. Қаттиқ холдаги моддада водород боғлар карбон кислоталари амидларнинг валент тебранишга таъсир қилади $\nu - 3200 \text{ см}^{-1}$ ва $\nu - 3350 \text{ см}^{-1}$ да намоён бўлади.

NO₂. Нитрогуруҳнинг валент тебранишларни $\nu_{NO_2}^s = 1370-1390 \text{ см}^{-1}$ да содир бўлади. Нитрогуруҳдаги симметрик ва асимметрик тебранишлари қуйдагича кўринишда ифодалаш мумкин:



Симметрик тебраниш

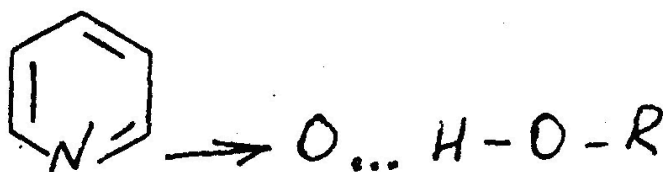
Асимметрик тебраниш

N÷O. Алифатик ва ароматик оксидлар МК сохада ўзига хос ютилиш частотасига эга.

Алифатик N÷O 970-950 см⁻¹

Ароматик N÷O 1300-1200 см⁻¹

Оксид эритмаси кутбли эритувчиларда (масалан, спиртлар) тайёрланса, оксид гуруҳи эритувчи билан водород боғ хосил қилгани учун ютилиш частотасининг қиймати бироз камаяди.



Бу боғ ИК спектрда 2550-2600 см⁻¹ сохада тебраниш частотасини намоён қилади. Ушбу ИК сохада бошқа функционал гуруҳларнинг ютилиш частотаси бўлмагани учун бу гуруҳ молекулада борлигини аниқлаш мункин, лекин унинг интензивлиги унча юқори эмас (9 жадвал).

9-жадвал

Мухим моддаларнинг тебраниш частоталари жадвали

Частота, см ⁻¹	Интензивлиги	Тебраниш табиати	Бириклар
1	2	3	4
3620-3600	К-ли, ур.	ν_{OH} (озод)	Спиртларнинг суюлтирилган эритмалари
3600-3500	К-ли, ур.	ν_{OH} (согл.)	Спиртлардаги молекулалар ичра водород боғи
3500	ур	$\nu_{NH_2}^{as}$ (озод)	Бирламчи амидларнинг суюлтирилган эритмаси
3400-3350	ур	ν_{NH} (озод)	Иккиламчи аминлар, амидлар
3350-3520	К-ли, ур.	ν_{OH} (озод)	Кислоталарнинг суюлтирилган эритмалари
3500-3400	К-ли, ур	ν_{NH} (озод)	Бирламчи аминалар амидлар
3400	К-ли, ур.	$\nu_{NH_2}^s$ (озод)	Амидлар Суюлтирилган эритмаси
3330-3260	ур.	ν_{CH}	Ўрин алмашган

			ацитенлар
3300-3280	ур	ν_{NH} (боғл)	Алмашилган амидлар
3200-2500	ур	ν_{NH} (боғл)	Кислоталарнинг димери
3100-3020	ур., к-сиз	ν_{CH}	Аренлар
2962	К-ли	$\nu^{\text{as}} \text{CH}_3$	Алканлар
2930-2910	ур	$\nu^{\text{as}} \text{CH}_3$	Бензол халқасидаги - CH ₃
2926	К-сиз	$\nu^{\text{as}} \text{CH}_2$	Алканлар
2890	К-сиз	$\nu^{\text{as}} \text{C-H}$	Алканлар
2880-2860	ур., к-сиз	$\nu^{\text{as}} \text{CH}_3$	Алканлар, бензол халқасидаги-CH ₃
2860-2850	Ур	$\nu^{\text{as}} \text{CH}_2$	Алканлар
2695-2830	к-сиз	$\nu^{\text{as}} \text{C(O)H}$	Альдегидлар
2250-2100	к-сиз	$\nu^{\text{as}} \text{C=C}$	Алкинлар
2240-2260	ур		Нитриллар
1850-1650	жуда к-ли	C=O	Карбонилли бирикмалар, кислота ва уларнинг хосилалари
1680-1600	ур.,	к-сиз C=C	Алкенлар
1600-1585	ур.,	к-сиз C-C аром	Аренлар
1500-1400	ур.,	к-сиз C-C	Аренлар
1550-1580	ур.,	к-сиз	Нитробирикмалар
1460	ур		Алканлар
1450-1300	ур	к-сиз	Урин алмашган этиленлар
1410-1390	ур.,	к-сиз CH	Учламчи бутил гуруҳ
1420-1330	ур	ОН	Спиртлар, феноллар, кислоталар
1385-1370	ур.	CH ₃	Геминал диметил гуруҳ
1385-1375	ур.	CH ₃	Метилбензоллар
1380-1370	к-сиз	CH ₃	Алканлар
1370-1390	ур.,	к-сиз	Нитробирикмалар
1280-1200	ур.	C-O-C	Мураккаб эфирлар
1220-1185	ур.	C-O	Иккиламчи ва учламчи спиртлар
1145-1105	ур.к-сиз	C-O	Кеталлар ва ацеталлар
1150-1050	ур.	СОС	Эфирлар
1025-1060	ур.,к-сиз	C-O	Спиртлар
970-950	ур.	CH	Транс-алканлар
900-650	ур.	CH	Аренлар
860-550	ур.	CH	Алкилхлоридлар
750-650	ур.	C-Cl	Цис-диенлар

700-500	ур.		Алкилбромидлар
600-500	ур.		Алкилйодидлар
3100-3000	ур., к-сиз	=СН	Алкенлар

К-ли - кучли, к-сиз - кучсиз, ўр. - ўртача, боғл. - боғланган.

Инфрақизил спектроскопия усули аппаратлари.

Бу усулда қўлланадиган жихозлар спектрометр ёки спектрофотометр деб аталади. Ушбу приборлар ёрдамида нур чиқиш интенсивлиги ўлчанади ва улар детекторли курилмага фокусировка қилинади. Диспергирлашган элементнинг турига қараб улар уч асосий классларга ажралади:

1. Призмали; 2. Дифракцион; 3. Комбинировка призма-дифракцион.

Группа ёки радикалларга оид маълумотлар, катионларнинг анионлар билан берадиган валент тебранишларини аниқлашда инфрақизил спектроскопик тахлил яхши натижа беради. Инфрақизил нурларни ютиш ва қайтариш спектрлари билан қаттиқ модда таркибидаги комплекс группалар ва радикаллар тузилиши орасида назарий боғлиқлик бор. Шу боғлиқлик текшириладиган модда билан эталон инфрақизил спектрларини солиштириш ва бошқа усуллар орқали амалга ошади.

Текшириш учун ускуналар. ИҚ нурларини ўтказиш, нур қайтарилиши ва нур ютиши спектрлари 0,76÷25 мк тўлқинлари оралиғида махсус ИҚ спектро-фотометрларда олинади.



1- расм. Фурье-ИҚспектрометри Bruker Vertex 70.

Ҳозирги кунда ИҚС-12 (бир каналли, бир нурли), ИҚС-14 ва ИҚС-21 (икки каналли) жихозлари мавжуд.

Чет эл жихозларидан: UR лар, айниқса UR-20 (Германия) моделига оид Бекман спектрометрлари қўлланилади. Бу аппаратларининг ютуғи: 1) ёпик

система; 2) частоталарни тез беради.

Мавжуд жиҳозларнинг ҳаммаси маълум текшириш диапазонида, кўпинча 1-2 мк ($10000-5000 \text{ см}^{-1}$) дан 25-40 мк ($400-250 \text{ см}^{-1}$) гача ва 50 мк дан 300 мк ва ундан каттарок (200 см^{-1} ундан кичик)ларда ишлашга мослаштирилган.

Турли фирмаларнинг жиҳозлари бир-биридан ИҚ спектрларини аниқ тарзда бериши, ишининг стабиллиги, спектр олишдаги автоматик жараёнлари билан фарқ қилади. Турли жиҳозларда олинган ИҚ спектрларни фақат фотометр характеристикаси бир-хил бўлса ёки жиҳозий хатолар таъсири ҳисобга олинган бўлсагина таққослаш мумкин.

Усулнинг афзаллиги ва камчиликлари.

Афзаллиги:

1. Текширув учун жуда оз миқдорда (1-10 мг) модда олиш;
2. Қатлам қалинлиги бир неча микрондан иборат бўлиши;
3. Текширув учун олинган намунада йўқотишлар содир бўлмайди;
4. ИК нурланишдан текширилаётган моддада кимёвий ва физикавий ўзгаришлар содир бўлмайди;
5. Маълум группалардаги атомларнинг жойлашиши, фазавий ҳолати ва умуман жуда нозик структура тахлилини олиб бориш имконияти;
6. Тажриба натижаларининг автоматик равишда фотоқоғозга тушириш;
7. Тез парчаланиб кетувчи, ўзгарилишнинг кичиклигидан кристаллооптик ва рентгенографияда тутиб бўлмайдиган баъзи номаълум кристалларни топиш;
8. Моддаларни ИҚ спектрининг ҳамма тўлқин узунлигида нур синдириш кўрсаткичини аниқлашга имкон беради;

Усулнинг камчиликлари:

1. Жуда оз миқдордаги қўшимча (1-5 % дан кам) ва баъзи жуда ҳам кам группировкаларни намоён этмайди;
2. Миқдорий анализ натижаларининг юқори даражада эмаслиги;
3. ИҚ нурларини қайтариш спектрларини олишни бироз кийинлиги;
4. Решетканинг ички тебранишлари билан анионлар тебраниши ўрта-сидаги боғлиқликни кўрсата била олиши;
5. Кристаллнинг майдон кучланишини характерловчи коэффициентлар тўпламини етарли даражада ишончли эмаслиги;
6. Қиймати жиҳатидан яқин ва изоморф ўзгарувчан атомларнинг тебраниш частоталарини идентификациясидаги қийинчилик.
7. Моддаларни механик майдалашда ва КВг билан таблеткалар пресслашда структура ўзгариши эҳтимолдан ҳоли эмас. Яна текширилаётган

модда кристалларининг KBr билан аралашиб кетиши;

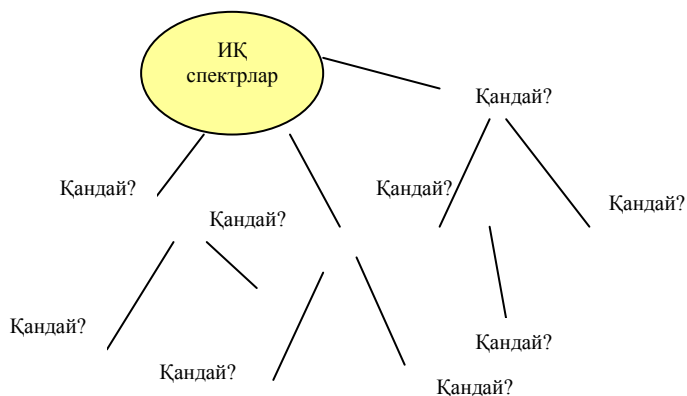
8. Кукуннинг баъзи қисмларида нурланишнинг ҳар хил ўтириши натижасида нур қайтариш ва ютилишида ноаниқ эффектларнинг пайдо бўлиши.

Мавзуга оид назорат саволлар.

1. ИҚ нури ким томонидан ва қачон кашф этилган?
2. Инфрақизил нурларининг тўлқин узунлигини ўлчов бирликларида келтиринг.
3. Моддаларнинг инфрақизил спектрлари нима билан характерланади?
4. ИҚ нурларни ютиш, ўтказиш ва қайтариш спектрлари қандай ифодаланади?
5. Нур ютиш полосалари ҳақида тушунча беринг.

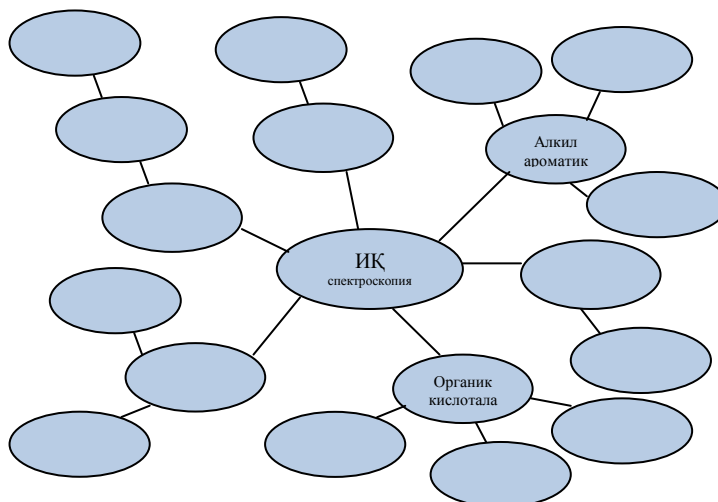
5-илова

“Инфрақизил спектрлар” турларини “Қандай” диаграммаси ёрдамида тушунтириб беринг.



“Органик маҳсулотларни таҳлил қилишда инфрақизил спектроскопия усулининг имкониятлари” мавзусига “Кластер” диаграммасини тузинг.

6 илова



Ядро магнит резонанси (ЯМР)

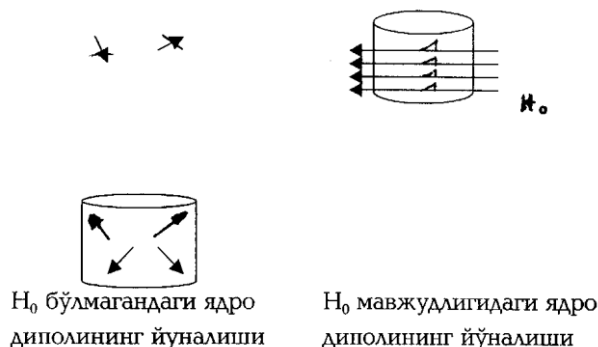
Ядро магнит резонанси ходисасини биринчи марта 1946 йилда АКШ да Перселл ва Блох, Англияда Роллин кузатган эдилар. Бу кашфиётни очганликлари учун Перселл ва Блохлар Нобел мукофотиغا сазовор бўлганлар. Органик кимёда бу усулнинг қўлланилиши 1953 йилга тўғри келади. Хозирги вақтда эса спектроскопия усуллари ичида Қаттиқ ва суюқ моддаларни ўрганишда энг муҳим ахборот берувчи усул ҳисобланади, у «магнитли атом ядроларини» ўрганади(масалан, водород атом ядроси-протонлар).

Энергиянинг ўзгариш бу ҳолатда атом ядроларининг магнит хоссалари билан боғланган. Атом ядроларининг магнитизми уларнинг ўз Ядро магнит резонанси асосида, бошқа спектроскопия усуллариغا ўхшаб, Бор нисбийлиги ётади.

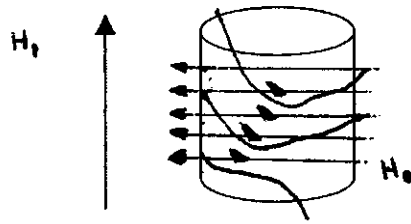
$$\Delta E = h\nu \cdot (\Delta E = E_1 - E_2)$$

Ядроларни ўз ўқи атрофида айланиши билан тушунтирилади(ядроларининг бу хусусиятлари спинлар деб айтилади). Ядролар электр зарядига эга бўлиб, уларнинг айланиши айланма ток ҳам ядроларни митти магнитчаларга (диполларга) таққослаш мумкин.

Агар водород атомларидан ташкил топган қандайдир моддани кучли магнит майдонига жойлаштирадик, ундан магнит диполлари компас милининг Ернинг магнит майдонига қараб мосланишга ўхшаб йўналади.



Мос келувчи юқори частотали кучли импульс таъсир этиб, ядро диполларини магнит майдонининг йўналишига нисбатан буриш мумкин. Ядро магнитларининг ўзига хослиги шундан иборатки, юқори частотали импульсдан кейин тезда бошлангич ҳолатига кайтмайди ва магнит майдони атрофида пилдиروقқа ўхшаб айланади.



Кўп миқдордаги магнит диполларининг биргаликдаги ҳаракат и майдон йўналишига перпендикуляр жойлашган юқори частотали ғалтакда ўзгарувчан магнит майдони ҳосил қилади. Шундай қилиб, маълум кучланиш пайдо бўлиб, унинг частотаси ядро диполларининг айланishiга тегишли бўлади. Юқори частотали кучланишни пайдо бўлиши ЯМР сигнали бўлиб, у атом ядроларининг сон ўлчови ҳисобланади.

Ядроларнинг магнит хусусияти ҳаракат миқдор моменти билан белгиланиб, яъни спинлар бўлиб, квант кимёси назариясига кўра, ядроларнинг энг Кўп ҳаракат миқдор моменти яхлит ва ярим қийматларда бўлиши мумкин. Спин квант сонини J деб белгиласак, ядро $2J + 1$ ҳолатда бўлиши мумкин.

Агар $J = 0$ бўлса, магнит моменти ҳам нолга тенг бўлади, агар $J \neq 0$ бўлмаса, у ҳодда магнит момент ҳаракат моментининг векторига доим параллел ҳолда бўлади. Агар магнит моментининг қийматини M билан белгиласак, бутун ўлчанадиган магнит моментлари қиймати mMJ ҳолда ифода қилинади, бунда M -магнит квант сони бўлиб, қуйидаги қийматларга эга бўлади:

$$M = J, J-1, J-2, \dots, J+1, \dots, -1, -J$$

Ҳаракатнинг миқдор моменти ва магнит момент векторлари параллел бўлгани учун ядронинг магнит моменти хусусиятини қиймат билан белгилаб, қуйидаги нисбийлик билан ифода қилаемиз:

$$\mathbf{M} = \gamma(\mathbf{J} \cdot \mathbf{h})$$

γ -гидромагнит нисбийлиги;

M -магнит моменти;

J -спин квант сони;

h -планк доимийси;

γ -ўлчов бирлиги радиан гаусс⁻¹, сек⁻¹.

Ядро магнит моментининг қийматини бошқа усул билан ифода этиш мумкин, яъни протоннинг магнит моменти спини $J = 1/2$ бўйича олинса, унинг магнит магнетони $eh/2$ шр*С га тенг, бунда шр-протон массаси, e -

протон заряди, С-ёруғлик тезлиги.

Ядронинг хақиқий ядро моменти спини J га тенг бўлса, уни ядро магнетони орқали қуйидагича ифодалаш мумкин:

$$M = g \frac{eh}{2\pi c}$$

ch - ўлчовсиз доимийлик бўлиб, ядро (geh) - омил деб айтилади.

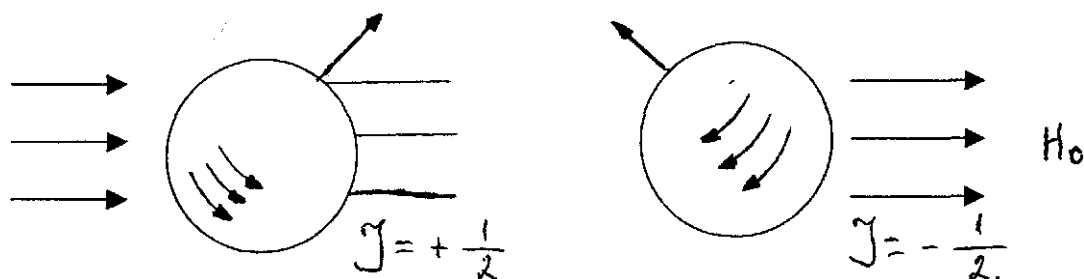
Маълум ядро спинларининг тўлиқ мундарижасида маълум қонуниятни, яъни тартиб номери Z ва масса сони A ёрдамида ифодалаш мумкин.

Агар масса сони A тоқ сонлардан иборат бўлса, ядро спини $J=Z$ га тенг, масса сони A ва тартиб номери жуфт, тартиб номери тоқ сонлардан иборат бўлса, спинлар яхлит сонлардан ташкил топган бўлади.

Спин квант сони $J = 0$ бўлса, ядро магнит моментига эга эмас, шунинг учун бу атом ядролари магнит резонанс спектри бермайди. Органик молекулалар C, H ва O лардан ташкил топган учун, уларни фақат водород атом ядроси (протон) бўйича ўрганилгани учун, бу ЯМР усули протон магнит резонанси деб айтилади /ПМР/. Спин сони I ва ундан юқори яхлит сонлардан иборат бўлган ядролар магнит моментидан ташқари, электр квадрупол моментига ҳам эга, уларнинг хоссаларини ядро квадрупол моментига ҳам эга, уларнинг хоссаларини ядро квадрупол резонанси (ЯКР) ёрдамида ўрганиш мумкин.

Спинга эга бўлган магнит заррача кучланганлиги H бўлган магнит майдонига киритилса, протоннинг магнит майдони ташқи магнит майдон H_0 билан таъсирланиб, шу майдонга нисбатан турли ҳолатларни эгалайди. Магнит майдонига ядрони эгаллаб оладиган ҳолатлар сони спин квант сонига боғлиқ ҳолатда бўлади.

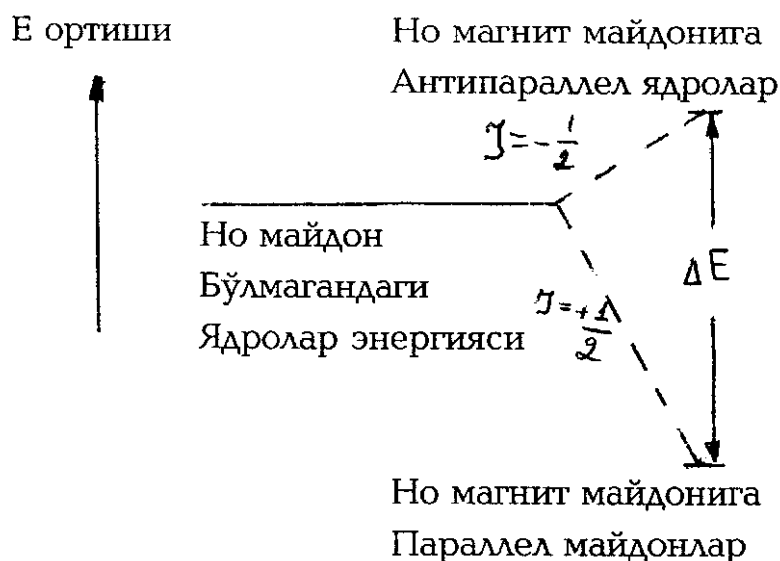
Протоннинг митти магнит майдони куч чизиқлари ташқи майдон куч чизиқлари бўйича ёки унга қарама-қарши йўналган бўлиши мумкин.



Ядро спинини магнит майдонидаги икки ҳолат

Магнит майдони, ташқи магнит майдон H_0 бўйича йўналган ядролар (уларнинг спини S га тенг) ташқи майдон кучланганлиги H_0 ни ортишига сабаб бўлса, тесқари спинга эга бўлган ядролар аксинча, ташқи

магнит майдон кучланишини камайтиради. Натижада ядроларнинг айна холда протонларнинг энергетик поғонаси магнит майдонида иккига ажралади.



Шундай қилиб, ядроларнинг бир қисми пастки поғонада, қолган қисми эса юқори поғонада жойлашади. Поғоналар энергияларнинг фарқи E га тенг. Табиғики, пастки поғона энергияси кичик бўлгани учун унда юқори поғонага нисбатан Кўпроқ ядролар жойлашади. Бошқача айтганда, спинлари Но майдон йўналишга мос келган $J = -I$ ядролар спинлари Но майдонга қарши йўналган ядроларга нисбатан Кўпроқ бўлади. Лекин ташқи магнит майдон Но га нисбатан ядролар энергиясининг фарқи E жуда кичик бўлганлиги сабабли, юқори ва қуйи поғонадаги ядролар сони ҳам бир-бирига яқин бўлган. Одатдаги температурада юқори ва қуйи поғоналар зичлигидаги фарқ умумий ядроларнинг 0,0001 қисмидан ошмайди. Масалан, юқори поғонада 1000000 та ядро жойлашган бўлса, қуйи поғонада 1000010 та ядро, яъни миллиондан унтагина ядро ортиқ бўлади, ҳолос. Мувозанатда турган ана шу системага электромагнит тўлқинлар билан таъсир этирилса, бу тўлқинлар энергияси поғоналар фарқи E га мос келган вақтда резонанс ходисаси кузатилади. Резонанс натижасида энергия ютилиши қуйи поғонадаги ядролар ΔE га баробар энергияни ютиб, юқори поғонага ўтадилар яъни майдон бўйлаб йўналган спинлар / $J = +1/2$ / тесқари томонга ағдарилади.

Резонанс иккала поғонада ядролар сони баробарлашгунча давом этади ва электромагнит нур таъсири тўхтатилгач, ядролар тақсимооти яна илгариги мувозанат ҳолатига қайтади. Резонансда иштирок этадиган ядролар сони кам, поғоналар ўртасида энергетик фарқ E кичик бўлгани сабабли, ядроларни кузатиш учун (катта тўлқин узунлик ва кичик частотали) радио тўлқинлари билан таъсир этиш кифоя.

Поғоналар энергияларининг фарқи ташқи кучланишга тўғри

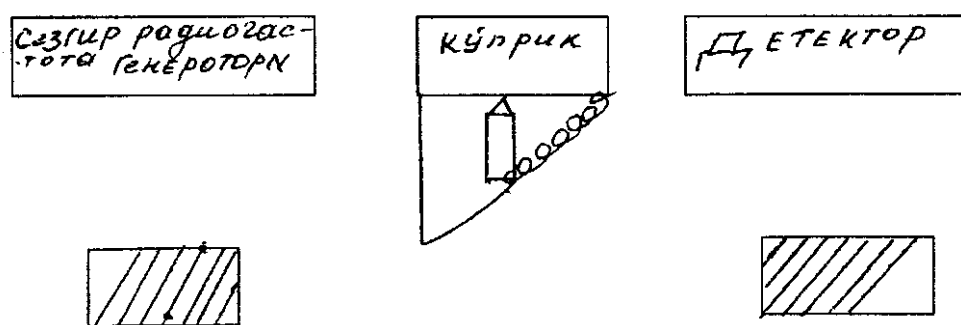
$$\text{пропорционалдир: } \Delta E = \frac{h \cdot \gamma \cdot H_0}{2\pi}$$

Бунда h Планк доимийси, H гидромагнит нисбийлиги, ўзгармас пропорционаллик коэффициенти, H_0 ташқи майдон кучланганлиги бўлгани учун қуйидаги кўриниш олади:

$$h\nu = \frac{h \cdot \gamma \cdot H_0}{2\pi} \quad \text{ёки} \quad \nu = \frac{\gamma \cdot H_0}{2\pi}$$

Ушбу тенглама ядро магнит резонанси (ЯМР) нинг асосий тенгласидир.

Ядро магнит резонансини кузатиш учун аниқланаётган модданинг 5-20%лик эритмаси диаметри 5мм бўлган ампулага солиниб, юқори кучланшли магнит майдонига киритилади (2-расм).



2-расм. ЯМР спектрометрнинг оддий чизмаси.

Ампула атрофидаги ғалтакдан радиочастотали ўзгарувчан ток ўтказилади ва унинг частотаси генератордан ўзгартириб турилади. Ғалтакдаги ток ядроларни кўзғатувчи энергия манбаи вазифасини бажаради, ўзгарувчан ток частотаси резонанс частота ҳисобланиб унинг энергиясига тенгдир. Резонанс ходисаси содир бўлади ва J энергиянинг ютилиши ҳисобига ғалтак занжирида ток асл ҳолига қайтади. Ғалтакдаги ток қийматининг камайиши кучайтиргич орқали автоматик ёзув асбобида тик чўққисимон чизиқ кўринишида (сигаал) ёзиб олинади (3-расм).



3-расм. ЯМР спектри /сигнали/

Шундай қилиб, ЯМР спектрометр ёрдамида бирикма таркибидаги водород ядролари протонларга оид сигналлар ёзиб олинади. Табиийки, қўлланиладиган эритувчилар таркибида протонлар бўлмаслиги керак, чунки эритувчи протонларнинг сигналлари аниқланаётган модда сигналларини коплаб(беркитиб) қўйиши мумкин. Шунинг учун, аниқланаётган модданинг 25-30 мг миқдори протонлари дейтерийга алмашган дейтеро-эритувчилар(CDCl_3 -дейтерохлороформ) да эритилади.

ЯМР-спектр учта катталиқ(параметр) билан тавсифланади.

Сигнал(чоққиларнинг) ўрни ёки кимёвий силжиш.

Сигналлар сони ва уларнинг интенсивлиги.

Сигналларнинг ажралиб кетиш ёки спин-спин таъсири.

Масс – спектрометрия усуллари

Органик моддаларнинг тадқиқ қилишнинг масс-спектрометрия усуллари 50-йилларнинг ўрталарида бунёдга келиб, айниқса унинг кенг миқёсда ривожланиши 1960 йилдан бошланди.

Масс-спектроскопияни спектроскопик усулларнинг бири деб қаралади, аммо бундай қараш хато ҳисобланади. Оптик спектроскопияда нурланишидан кейин модда молекуласи бошлангич ҳолатга ўзгармасдан қайтади, аммо масс-спектрометрияда молекула қўзғалади, ионланади ва молекуляр ион парчланади. Бу парчаланган ионлардан бошлангич молекула ҳосил қилиш мумкин эмас. Шундай қилиб масс-спектрнинг ҳосил бўлишига сабабчи бўлган бир қанча моддаларнинг йиғиндисини молекуланинг бир ҳолатдан иккинчи ҳолатга ўтиш ходисаси деб қараш нотўғри ҳисобланади.

Масс-спектрометрия усулининг бошқа усуллардан устунликларидан бири, бу усул ёрдамида намунанинг миқдори пикограммлар (10 грамм) да бўлганда ҳам ўрганиш мумкин, бу эса жуда оз миқдордаги биологик фаол моддаларнинг таркибини аниқлашда катта ёрдам беради. Адабиётлардан маълумки, агар масс-спектрометр электрон ҳисоблаш машинаси (ЭХМ) билан жихозланган бўлса, жуда ҳам оз миқдордаги доривор моддаларни аниқлаш мумкин (масалан, гормонал препаратларни аниқлаш миқдори 200-300 пикограмм).

Масс-спектрокопиянинг энг мухим амалий ишларидан бири мураккаб органик бирикмалар, металлорганик бирикмалар ва пептидларнинг тузилишини аниқлашда берадиган маълумотларидир.

Органик моддаларнинг унинг ёрдамида ўрганиладиган сохалари куйидагича:

- 1) таббий газлар; 2) ҳаво; 3) саноат чиқиндилари; 4) ёниш натижасида ҳосил бўладиган газлар; 5) аэрозоллар.

АКШ даги масс-спектрометриянинг ҳамма турлари ташқи мухитни текширишда моддаларнинг концентрацияси 10^{-7} г бўлганда ҳам мухим ахборот беради. Шу нарса маълумки, масс-спектрометр ёрдамида ДДТ 30 га якин метаболитлар ҳосил қилиши аниқланган. Юқоридаги амалий ишлардан ташқари, бу усул ёрдамида мураккаб табиий бирикмаларнинг стереокимёси билан боғлиқ бўлган назарий масалаларни ҳал қилиш мумкин.

Масс-спектрометрия ходисасига учраган органик моддаларда руй берадиган ходисаларни кўриб чиқамиз.

Масс-спектрокопияда молекулада бўладиган ионланиш ва диссоциаланиш ходисалари электрон зарбаси, фотонлар ва кучли электр майдони таъсирида руй беради.

Ионланиш. Масс-спектрометрда парчаланган ионларнинг ҳосил бўлиш жараёни молекулани электронлар билан таъсирланишидан бошланади, унда энергия 100 эВ га тенг бўлса, тезлиги $5,9 \times 10^6$ м/сек бўлиб, молекула билан унинг тўқнашиш вақти тахминан 10^{-7} сек.га тенг бўлади .

Кучли электронлар оқими молекуланинг электрон қавати билан таъсирлашиб, молекуланинг электрон-қўзғалган ҳолати руй беради ва у куйидаги формула билан ифодаланади.

$$\tau = h / \epsilon$$

h -планк доимиси,

ϵ - қўзғалган ҳолат энергияси.

Оддий масс-спектрометрда 15эВ, 4×10^{-17} Га тенг, τ - ни қўзғалган молекуланинг ёки ионнинг ҳосил бўлиш вақти деб қараш мумкин.

Атом ва молекулаларнинг ионлантирувчи электронлар билан тўқнашувини шундай изохлаш мумкин: электрон ўзининг маълум энергиясини йўқотади, молекула эса қўзғалган ҳолатга ўтади. Молекуляр ион - электрон ΔE нинг энг кичик қийматида ионлар ҳосил бўлиш имкониятига эга бўлса бу ионланиш энергияси деб айтилади.

Органик моддаларнинг ионланишини бир қанча умумий усуллари мавжуд.

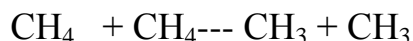
Фотонлар. Кўпгина органик моддаларнинг ионланиш потенциали 13 эВ.дан кичик қийматда бўлгани учун ионланишни потенциал олиб бориш

учун қисқа тўлқин узунликдаги нурланишдан фойдаланиш мумкин. Фотонларнинг қулай манбаси сифатида нурланиш энергияси 21 эВ га тенг бўлган гелийли асбобдан фойдаланиш мумкин. Ионланиш хонасида нурланиш интенсивлиги қанча юқори бўлса, бу хонадан ионларнинг чиқиши шунча кўп бўлади, яъни спектрометрнинг сезгирлиги шунча юқори бўлади.

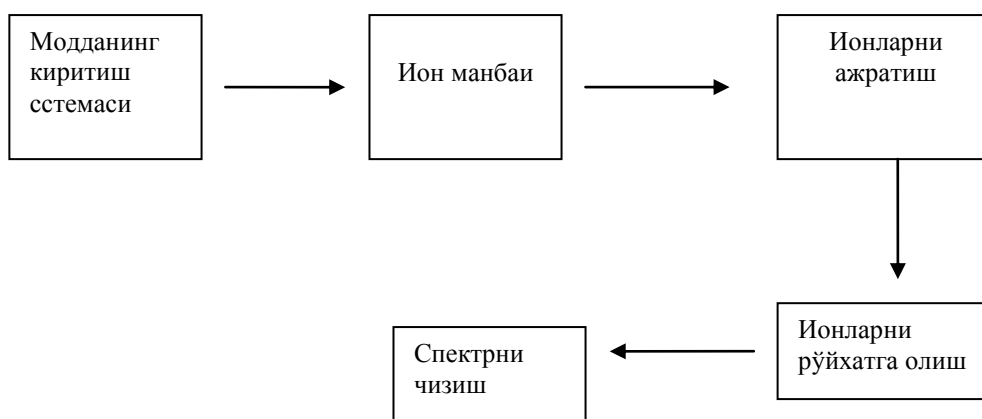
Вакуумда чўғланган симдан хосил бўлган электронлар айрим потенциал билан тезлашади ва ионланиш хонасига кириб боради. Шундай қилиб, электронлар қийматга эга бўлади. Потенциал 5 дан 100 эВ оралиғгача ўзгаради, аммо масс-спектр 70 эВ да ўлчанади, чунки бу кучланиш ионларнинг максимал тарзда хосил бўлишига етарли ҳисобланади.

Фотонлар ва электронлар ёрдамида ионланиш ишининг олиб борилганидан ион маъносидаги ионнинг сақланиш вақти тахминан 10^{-6} сек. га тенг.

Кимёвий ионланиш. Молекула ва ионлар тўқнашишганда янги зарядланган заррачаларнинг хосил бўлиш реакцияларини кузатиш мумкин. Масалан, метаннинг молекуляр иони нейтрал молекуласи билан реакцияга киришиб, мустақкам CH_3 ион хосил бўлиши мумкин:



Замонавий масс-спектрометрларда турли хил ионланиш ходисасидан фойдаланилади, бу ўз навбатида, айниқса аралашмалар ўрганилганда Кўп миқдордаги ахборотлар олишга имкон беради.



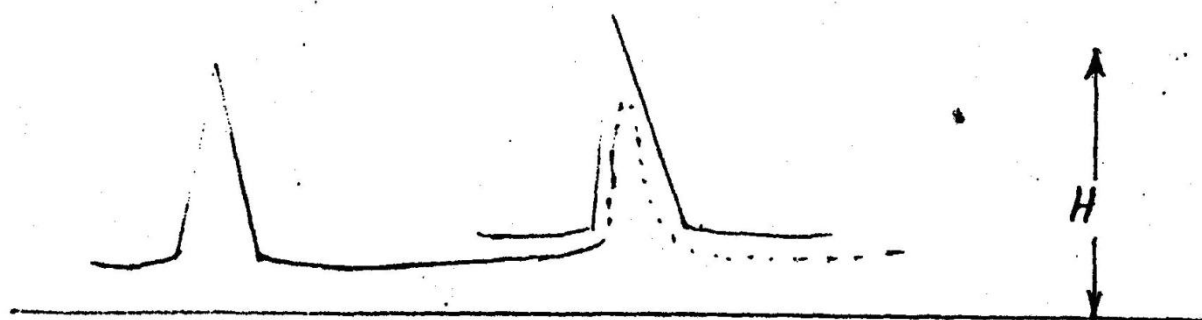
Масс-спектрометрларнинг турлари жуда кўп ва уларнинг ҳаммасида ҳам юқорида энг муҳим қисмлар келтирилган бир қанча усуллари бор. Масалан:

Совуқ ҳолда киритиш.. Бу усул газлар учун ҳамда уй хароратида ва 10^{-2} мм.сим. ус. босимида осон учадиган моддалар учун ишлатилади.

Иссиқ ҳолда киритиш. Органик моддаларнинг буғ ҳолатига келиш учун масс-спектрометр системаси 300°C гача қиздирилади.

Тўғридан-тўғри киритиш. Масс-спектр олиш учун системада чуқур

босим хосил қилиш (100^{-6} мм.сим.уст.га яқин) билан бирга қиздирилса, кўп бирикмалар осон парчаланиш ҳолатига келади, бу усул билан молекула оғирлиги 2000 гача бўлган бирикмаларнинг масс-спектрини олиш мумкин.



$$m_1 - m_2 = \Delta M$$

$$M_2 / \Delta M = 100 / 1 = 100, \text{ яни масалан } = 101 \\ = 100$$

$$\text{Агар } = 100,005$$

$$= 100$$

$$\Delta M = 0.005$$

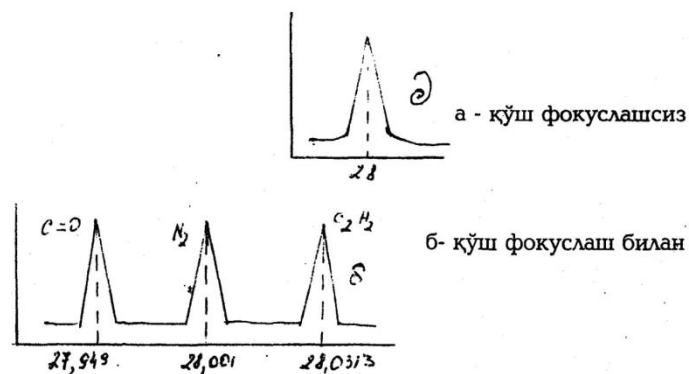
$$100 / 0.005 = 20000$$

Демак, массаларнинг фарқи жуда кам булса, асбобнинг ионларини ажратиш олиш қобилияти шунча юқори бўлади. Асбобларнинг ионларни ажратиш қобилияти кичик, ўртача ва юқори бўлиши мумкин. Юқори ажрата олиш қобилиятлиги - 6000 дан катта; ўртача ажрата олиш қобилиятлиги - 1000-5000 гача; кичик ажрата олиш қобилиятлиги - 1000 гача.

Агар магнит майдонида ажралган ионлар йўлига электр майдони хосил қилинса, бунда ионларнинг бир-биридан ажратиш қобилияти ошади (кўш фокуслаш).

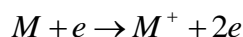


Электр майдони магнит майдонидан аввал ёки кейин қўйилиши мумкин.



Демак, иккинчи ҳолатда асбоб массалари бир-бирига яқин бўлганда ҳам бир-биридан ажралган молекуляр ионларини олиш мумкин.

Молекуляр ионлар. Молекуляр ионлар молекулага электронлар оқими таъсир этилганда ҳосил бўлади, бу жараёнинг юз бериши натижасида молекуладан битта ион чиқариб юборилади.



Молекуляр ионларнинг массалари намунанинг молекула оғирлигини ва эмпирик формуласини ифода этади. Молекуляр ионлар бошқа ионлардан спектрда ҳосил бўлиш ҳолати билан фарқ қилгани учун уни спектрдан осон топиш мумкин, аммо айрим ҳолларда уларнинг интенсивлиги жуда кичик бўлган учун аниқлаш қийинлик туғдиради.

Молекуляр ионларнинг барқарорлиги унинг миқдорининг парчаланган, ионларнинг миқдорига нисбати билан белгиланади. Агар молекуляр ионнинг ҳосил бўлиши спектрда кузатилмаса, бу шунини тасдиқлайдики, ионланиш натижасида ҳосил бўлган молекуляр ионнинг парчаланиш тезлиги юқори бўлади. Молекула ўлчами ватармоқланишининг ошиши ионларнинг парчаланиш тезлигини оширади. Пал турли хил органик моддаларнинг молекуляр иони барқарорлигини ўрганган. У молекуляр ионларнинг парчаланиш эҳтимоллигини қуйидаги нисбат орқали аниқлаган:

$$W_z = \frac{\sum J_f}{\sum (J_j + J_p)}$$

$\sum J_p$ -- парчаланмаган молекуляр ионнинг тўлиқ; интенсивлиги;

$\sum J_j$ - масс-спектрдаги бир зарядли бутун бошқа ион чўққилари интенсивлигининг йиғиндиси.

Молекуляр ионларнинг барқарорлигини шундай ифода ёрдамида аниқлаш мумкин:

$$W_p = 1 - W_z$$

Молекула огирлиги кичик бўлган углеводородларда қуйидагича ўзгаради:

Асетилен углеводородлари қиймати- 0,752;

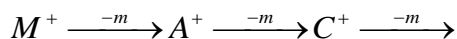
Олефинлар - 0,389; Парафинлар - 0,120.

Молекуляр ионларнинг барқарорлиги занжирнинг тармоқланиши билан пасаяди. Узун занжирли молекулаларга ароматик халқа киритилса, молекуляр ионнинг барқарорлиги ошади. Агар молекуляр ионнинг ички энергияси етарли бўлса, унинг парчаланиши натижасида ундаги нейтрал заррачалар чиқиб кетади ва парчаланган (бўлакли) ионлар ҳосил бўлади.

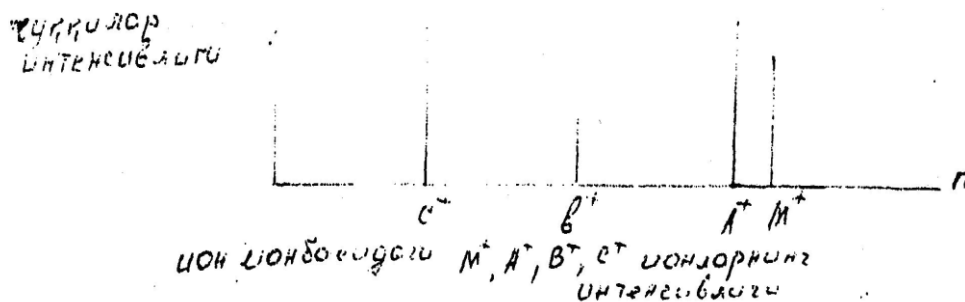
Бўлакли ионлар. Молекуляр иондан диссоциацияланиш жараёни натижасида бўлакли ионлар ҳосил бўлади. Нейтрал молекуладан ҳосил бўлган молекуляр ион катион радикали бўлиб, ундан ҳосил бўлган бўлак ионлар ёки катион- радикал бўлакли, молекуляр иондан ажралиб чиқаётган заррачарадикал ёки нейтрал молекула бўлиши мумкин.



Агар ҳосил бўлган A^{+} ионнинг ички энергияси етарли бўлса, у ўз навбатида парчаланиб турли ион бўлақларини ҳосил қилади, бу жараён охириги бўлакли ион энергияси кейинги парчаланишга етарли бўлмагунча давом этади.

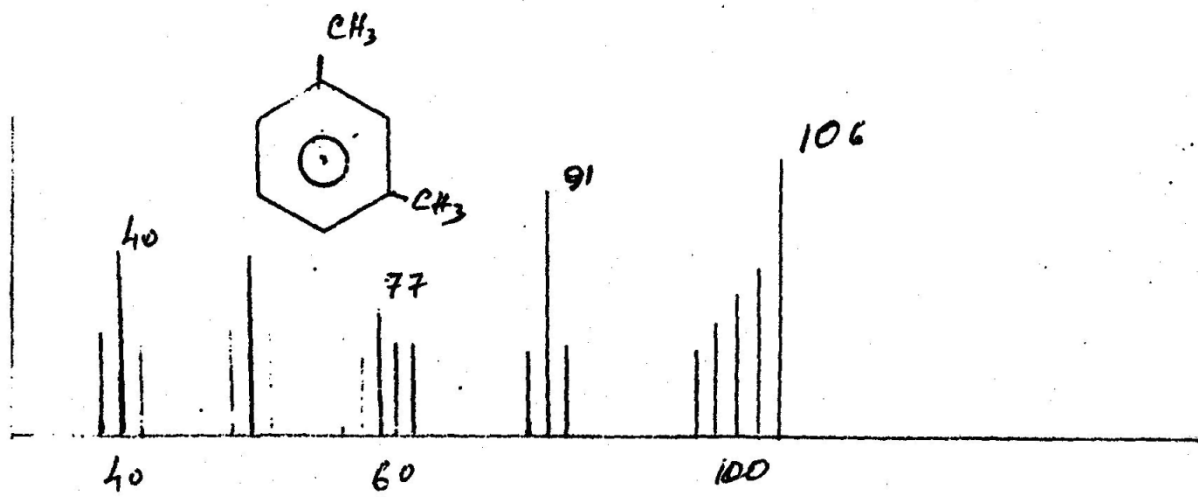


Масс-спектр бўйича мана шундай кетма кетликдаги парчаланишларни ўрганиш бўлақларнинг (фрагментларнинг) ҳосил бўлиш йўллари ёки йўналишлари деб айтилади. Молекуляр ион M ва хоҳлаган бўлакли ионлар (A, B, C) бир қанча йўналишлар бўйлаб парчаланиши мумкин. Парчаланишнинг турли хил йўналишларни бирлаштириб, бўлақчаларнинг ҳосил бўлиш схемаси тузилади. Бир йўналиш бўйича бўлақчаларнинг ҳосил бўлиш чегараси молекуляр ионнинг (M) белгиланиб ҳамда ионнинг ҳосил бўлиш ва унинг ёзилиш вақти билан аниқланади. Шунинг учун ҳам масс-спектр фақат бўлақчаларнинг ҳосил бўлишлиги деб билмай, балки маълум энергия ва вақти уларнинг кўриниши деб қараш мумкин.



Ион манбасидаги M+, A+, B+, C+ ионларнинг интенсивлиги

Масс-спектр максимал чўққига нисбатан бошқа ионларни ёки умумий токка нисбатан фоизларда ифода этишдир. Шунинг ҳам таъкидлаш зарурки, ҳар доим масс-спектрда молекуляр ион асосий ион бўлмаслиги мумкин.



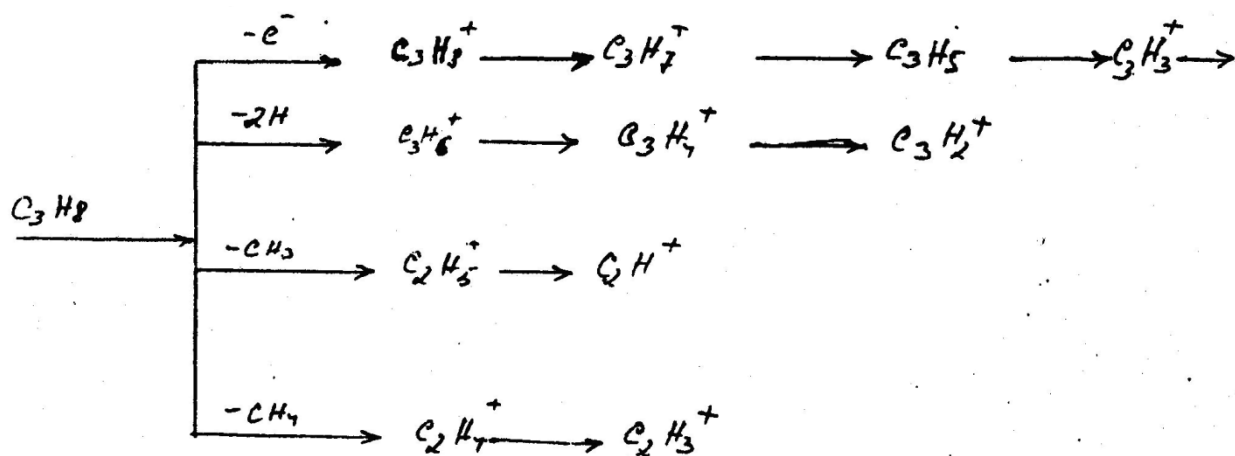
M-ксилолнинг масс-спектр $e = 91$ нинг интенсивлиги 100 бирликка тенг ёкиинтенсивлиги 100 фоиз.

Масс-спектр нейтрал молекулаларни ўрганмайди, шунинг учун ҳаммасс-спектрни таҳлил қилишда энг аввал қайси боғ узилади ва қайси бўлак мусбат зарядини ўзида сақлабқолади, шунинг билишимиз керак. Ионланиш жараёнида ҳамма боғлар ҳам кучсизланади, бунда бирбоғ бошқасига нисбатан кўпроқ кучсизланиши мумкин. Леннард-Джонсон ва Холл томонидан нейтрал молекуладаги молекула орбиталарини кўриб чиқиб, н-октаннинг молекуляр ионидаги мусбат зарядлар тақсимланишини ҳисоблаб чиққанлар. Молекуляр орбиталари бир хилбўлмагани учун бутун молекуладаги мусбат зарядлар ҳам бир хил эмас, асосан ОС ва С-Н орбиталар учун ҳисобланган зарядларнинг 23 % марказдаги С-С боғидаги, 40 % кўшни боғларда, кейинги боғларда 23 % ҳамда охириги С-С ва С-Н боғларда 7% да тақсимланган. Заряднинг тақсимланишига кўра энг кўп учрайдиган ионларнинг массаси молекуляр ион массасининг тенг ярмига тенг бўлиши мумкин. Ҳақиқатдан ҳам масс-спектрда ион чўққиларининг баландлиги шу вақтда ошиб, максимум бўлади, агар ионлар 3 ёки 4 углерод атоми ташкил этса, кейин бу баландлик камаяди.

Ионларнинг парчаланиши босқичма-босқич рўй бериб, улар асосан бошланғич бўлакли ионлардан диссоциацияланиш натижасида ҳосил бўлади.

Диссоциацияланишга боғ энергиясидан ташқари, ўринбосарлар ва ҳосил бўлган бўлакли ионнинг барқарорлиги ҳам таъсир этади.

Пропаннинг парчаланиши:

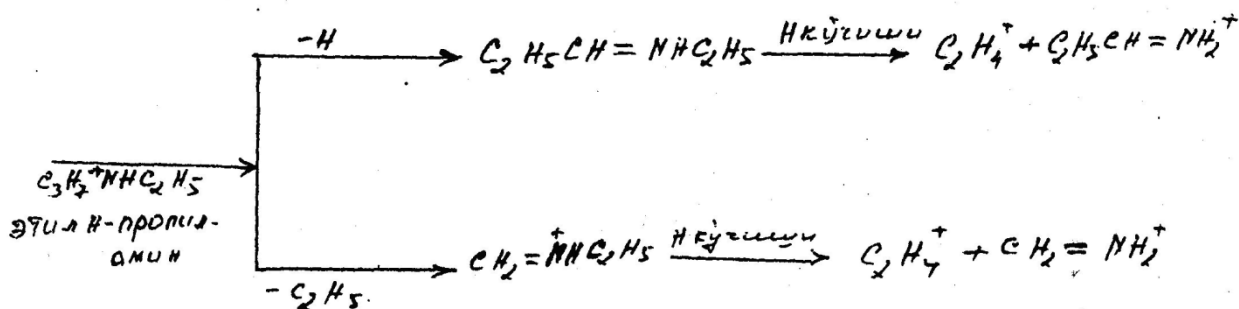


Метостабил ионлар. Ионланиш хонасида намунага электрон оқимининг кучли таъсир натижасида ҳосил бўлган айрим ионлар метастабил хусусиятига эга бўлиб қолади. Улар ионланиш хонасидан чиқиб кетишига анчагина қарорли бўлиб, бир хиллари коллекторга етмасдан ҳам диссоциацияланиши мумкин. Бу ионларнинг айримлари бошланғич массаси бўлган ҳолда коллекторга парчаланмасдан етиб олишимумкин, аммо бир хиллари ионланиш хонасидан чиқишдан олдин парчаланish хусусиятига эга. Шундай қилиб, масс-спектрда метастабил ўтишларга хос бўлган бошланғич ва охириги ионларнинг чўққилари намоён бўлади. Метастабил ионларнинг бошланғич ва охириги массаларини аниқлаш молекуланинг тузилиш тўғрисида хулоса қилишга имкон беради.

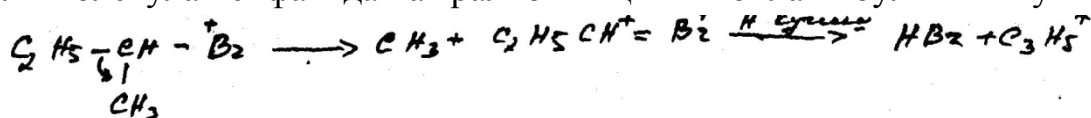
Агар массалион парчаланиб, массаси бўлган ион ҳосил килса, масс-спектрда метастабил ион намоён бўлиб, унинг массасига тенг келади. Шундай қилиб, массаси бўлган метастабил ионнинг спектрида топилиши бошланғич ион массаси ва ундан ҳосил бўлган ион массаси ва ундан ҳосил болган ион массасини аниқлашга имкон бўлади. Масалан, толуол масс-спектрида интенсив чўққилар намоён бўлади, шу билан биргаче метастабил ионнинг ҳосил бўлиши шуни тасдиқлайдики, массаси 65 га тенг бўлган ион массаси 91 га тенг бўлган иондан ҳосил бўлиши учун, бошланғич иондан C-H заррача чиқиб кетиши лозим экан.

Қайтадан гуруҳланувчи ионлар. Кўпгина бирикмалар масс-спектрида зарядланган ёки зарядланмаган бўлакчалар ҳосил қиладилар, аммо уларнинг пайдо бўлишини кўп ҳолларда боғларнинг оддий узилиши ёрдамида

тушунтириш қийинчилик туғдиради. Бундай ионлар диссоциацияланиши жараёнида атомларнинг қайта гуруҳланиши натижасида хосил бўлади. Қайта гуруҳланиш натижасида хосил бўлган, маълум хоссага эга бўлган ионлар айрим кимёвий гуруҳларга хосдир, масалан, спиртларга ион массаси 19 га тенг бўлган чўкки тегишлидир. Кўп молекулаларнинг спектрларида атомларнинг қайта гуруҳланиш натижасида хосил бўлган ионлар намоён бўлади. Кўп ҳолларда водород атомининг бир атомдан иккинчи атомга кўчиши кузатилади. Водород атомининг кўчиши гетероатомлар (O, C, N) га нисбатан ёки бошқа ҳолатларда бўлиши мумкин.



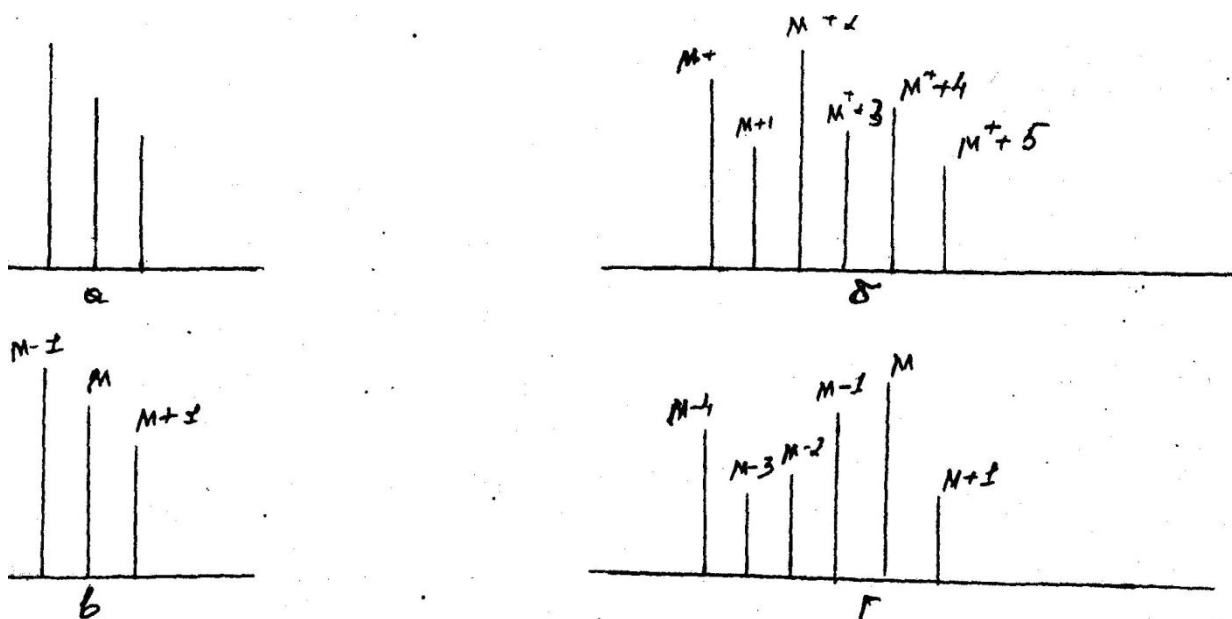
Водород атомининг кўчиши унинг гетероатом билан бирлашиб, нейтрал молекула сифатида ажралиб чиқиши билан бўлиши мумкин.



Туйинмаган углеводородларда қайта гуруҳланиш кўп учрайди. Ҳамма қайта гуруҳланишни осон учратиш мумкин эмас. Молекулярионнинг парчаланиши ва қайта гуруҳланиши натижасида хосил бўлган нейтрал заррачаларни топиш қийин, чунки бу жараёнда зарядланган заррачалар ҳам учраши мумкин. Иккита нейтрал бўлакчалар бир-бири билан бирикиб, барқарор молекула хосил қилиши мумкин, шунинг учун ҳам масс-спектрада нейтрал бўлакларнинг метастабил ионларини ўрганиш мақсадга мувофиқдир, чунки унинг ёрдамида қайта гуруҳланиш бўлган ёки бўлмаганлигини билиш мумкин.

Масс-спектрни таҳлил қилишда энг аввал қайсичукки молекуляр ионга мос келишини хал қилиш керак. Молекуляр ион чўкқиларни аниқлашда унга масса қиймати билан бирга, икки ёки бир неча бирликларга мос келувчи изотоп чўкқиларининг бор йўқлигини билиш керак. Ўзида хлор, бром ва олтингугурт тутган моддалар учун энг интенсив бўлган чўкқки тегишлидир. Расмда углероднинг (а), дигалоидли бирикманинг (б) кдеми масс-спектрлари берилган. Кўпинча спектрларда молекуляр иондан (М) водород атомининг

чикиб кетиши натижасида хосил бўлган $M-1$, $M-2$ ва $M-3$ ионлар ҳам кузатилади.



Стирилпиридин масс-спектрида энг интенсив чўкки молекуляр ион M_f га эмас, балки $MЖ -1$ га тўғри келади.

Спектрни тахлил қилишдаги кейинги босқич - энг асосий бўлакли ионлар борлигини аниқлаш ҳисобланади. Бўлакли ионлар қолдиғининг массаси жуфт қийматлардан иборат бўлса, бу қайта гуруҳланиш жараёни бўйича, агар ток қийматлардан иборат бўлса, боғларнинг оддий узилиши натижасида хосил бўлганини тасдиқлайди. Кейин спектрда метастабил ионлар мавжудлигини текшириш керак. Молекула оғирлигини аниқлаб ҳамда бўлакли ионларнинг хосил бўлиш йўллари чуқур ўрганиб номаълум модданинг тузилиш ҳақида маълум хулосага келиш мумкин.

Хроматографдан киритиш. Газ хроматограф колонкасида ўрганиладиган модда газ ташувчининг аралашмаси билан чиқади. Газ ташувчи оқимнинг тезлиги одатда 50 мл/мин. ни ташкил этади, аммо бундай газ хажмини ион манбасига киритиш мумкин эмас, шунинг учун ўрганиладиган модда миқдорини камайтирмасдан газ ташувчини ажратиб олиш керак. Замонавий масс-спектрометрлар ЭХМ ҳамда суюқлик ва газ хроматографлари билан биргаликда бошқарилади.

Хроматография тахлил қилиш усулининг вазифаси афзалликлари.

Органик моддаларни ажратиш, тахлил қилиш ва хоссаларини ўрганиш борасида кимёвий, физик ва физик-кимёвий усуллар орасида хроматография усули кўзга кўринган ўринлардан бири ҳисобланади.

Хроматография усулининг кенг тарқалганлиги унинг юқори самаралиги, тажрибанинг соддалиги, селективлиги, тезлиги, автоматлаштиришга қулайлиги ва бошқа физик-кимёвий усуллар билан бирга қўшиб олиб бориш мумкинлиги натижасидир.

Хроматография усулининг ўзига хос хусусиятларидан бири уни кенг концентрация орасидаги суюқ, қаттиқ ва газ холидаги ноорганик ва органик бирикмаларни ажратиш ва ўрганиш ҳисобланади.

Хусусиятлари бир-бирига жуда яқин бўлган моддаларни ажратиш имкониятини берганлиги учун бу усул юқори баҳоланади.

Хроматография ўрганилаётган объектларни сифати ва миқдорий таҳлил қилиш, моддаларни физик-кимёвий хусусиятларини ўрганиш, технологик жараёнларни автомат равишда бошқариш имкониятларини беради.

Кейинги пайтларда хроматография усули атроф муҳитни назорат қилишнинг асосий усулларида ҳисобланиб қолмоқда.

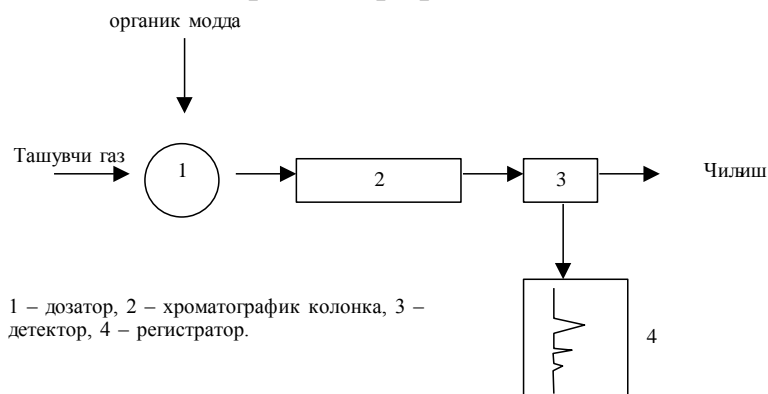
Хроматографиянинг илмий усул қаторига киритилиши М.С.Цвет (1872-1919) номи билан боғлиқ. У 1903 йилда хлорофил моддасини шиша колонкага жойланган адсорбентдан ўтказиб уларнинг рангига қараб индивидуал холида ажратиш хроматография назариясига асос солди.

Моддаларни ажратишнинг хроматография усули сорбция жараёнига асосланади. Бу ерда сорбция жараёни деб, газлар, буғлар ёки эриган моддаларни қаттиқ ёки суюқ ютувчиларда (сорбентларда) ютилиши тушунилади. Сорбция – умумий тушунча бўлиб, иккига бўлинади: адсорбция (қаттиқ фаза юзасидаги ютилиш) ва абсорбция (бутун фаза хажмида ютилиш).

Хроматография усулида аралашма моддаларни тоза холида ажратиш – сорбент қўзғалмас фаза қатлами орасидан суюқ ёки газ холидаги қўзғалувчан фаза билан биргаликда ажратилаётган моддалар турли хил сорбцияга эга бўлганлиги учун, ҳар хил тезликда сурилишига асосланади.

Органик ва нефт маҳсулотларини таҳлил қилишда хроматографик жараённи олиб бориш учун газли ёки газ-суюқлик хроматографидан фойдаланилади.

Хроматограф схемаси.



Дозатор: газ сууюклик ёки қаттиқ ҳолатдаги модда аралашмасини хроматографик колонкага йўналтириладиган оқимга киритиш учун хизмат қилади. Ўрганиладиган модда дозаторда микрошприцлар ёрдамида киритилади. Оқимга кирган моддалар аралашмаси хроматографик колонканинг ичидаги адсорбентлар орасидан сурилиши вақтида бир-биридан ажралиб кетма-кетликда колонкадан чиқа бошлайди.

Колонка. кўзқалмас фаза – адсорбентни жойлаш учун хизмат қилади. Ўлчам ва ичига тўлдириладиган кўзқалмас фазасига қараб икки турга бўлинади:

1. Насадкали колонка, узунлиги 0,5-10 м.
2. Капилляр колонка, узунлиги 25-100 м, диаметри 0,2-0,5 мм.

Газли хроматографияда анализ қилинадиган модда таркибини аниқлашнинг асосий усули сифатида чиқиш эгри чизиғи бўлгани учун колонкадан кейин детектор (3) ўрнатилади ва у колонкадан чиқаётган моддалар таркибини кўрсатади. Ташувчи газдаги компонентлар концентрациясини дифференциал детектор сезиб ёзувчи мослама (4) моддаҳақидаги маълумотни қоғозга туширади. Замонавий хроматографларда регистраторлар ҳисоблаш васиталари билан жихозланган.

Хроматографик жараён натижаларини детекторлашнинг хилма-хил кўринишлари мавжуд.

1. Элюат билан тоза элюент иссиқлик ўтказувчанликлар фарқини ўлчашга мосланган детекторлар (катарометр – иссиқлик ўтказувчанлик детектори).
2. Элюат билан тоза элюент зичликлари орасидаги фарқни ўлчашга мослашган детекторлар (плотномер).
3. Элюат молекулалари ионизацион ток кучини ўлчашга мослашган (ионизацион) детекторлар.
4. Элюат ёнадиган аланга хароратини ўлчашга мослашган (аланга ёки микроаланга) детекторлари.

5. Элюат ёниш иссиқлагини ўлчашга мосланган (термохимёвий) детекторлар.
6. Элюент ёнадиган алангада ионизация ток кучини ўлчашга мослашган (аланга-ионизацион) детекторлар.

Газли хроматографияда қўзқалувчи фаза сифатида гелий, аргон, водород, азот, CO_2 ва хаво ишлатилади.

Қўзқалмас фаза сифатида газ-суюқлик хроматографиясида, амалда қўлланиладиган колонка хароратида учмайдиган, қаттиқ ташувчи (адсорбент) юзасига шимдирилган суюқ мойсимон моддалар ишлатилади (фтал кислотасининг дибутил эфири, эластомер мойлар ва х.к.).

Қаттиқ ташувчи сифатида амалда инерт бўлган қаттиқ моддалар ишлатилади (майдаланган қишт, хромтон N-AW ва х.к.).

Хроматография тахлил қилиш натижаларини юқори самарали бўлиши ишлатиладиган ташувчи газ қўзқалмас фаза – адсорбент – суюқликларни уларга қўйилган талаблар асосида тўғри танлашга боғлиқдир.

Органик моддаларни тахлил қилишда ва шу қаторда таркиби турли бўлган нефт махсулотларини ўрганишда газ-суюқлик хроматографиясини қўллаш аниқ, муҳим ва юқори самарали натижаларни беради.

Углеводородлар аралашмаси таркибини газ-суюқликли хроматография усули билан аниқлаш

Углеводородлар аралашмасини анализ қилишда газли хроматография кенг қўлланилади. Хоссалари бир-бирига яқин бўлган углеводородлар аралашмасини одатдаги усулларда анализ кам самаралидир, улар селективлик нуқтаи-назаридан ёмондир, мობодо қўлланилиши мумкин бўлган тақдирда ҳам анализ учун кўп вақт талаб қилади.

Газли хроматография анализни юқори эффе́ктивлик ва тезликда олиб бориш кўрсатилган талабларига жавоб беради. Хозирги пайтда айрим компонентларга ва уларнинг гуруҳларига нисбатан селектив бўлган суюқ фазалар мавжуддир. Кўп сонли углеводородлардан таркиб топган аралашмаларни ажратиш услублари тадқиқ қилинган.

Стационар фазани танлаш аралашманинг сифат- ва миқдорий таркибига боғлиқдир. Нополяр суюқ фазада аралашма у таркиб топган компонентларнинг углерод атомлари сонига боғлиқ холда ажралади. Шу сабабли бундай фаза гомолитик қатор углеводородларини (масалан: метан, этан, пропан ва шу кабилар) ажратишда қулайдир. Ушбу типдаги фазаларда айрим углеводородлар гуруҳи қуйидаги тартибда чиқади: изопарафинлар, олефинлар, парафинлар, нафтенлар.

Поляр суюқ фазаларда аралашма моддаларидаги углерод-углерод боғи энергиясига боғлиқ холда компонентларга ажралади, бу эса изомерларни ажратишда қулайдир. Моддалар қуйидаги тартибда қайд қилинади: изопарафинлар, нафтенлар, олефинлар, ацетилен бирикмалар.

C₁-C₅ углеводородлар. Ёқилғи, нефт-кимёвий синтези хом ашёси ва бошқа кўпгина системалар учун керак бўлган енгил углеводородларни (C₁-C₃) таркибини анализ қилиш газ-адсорбцияли – ҳамда газ-уюқкликли хроматография усуллари билан амалга оширилиши мумкин.

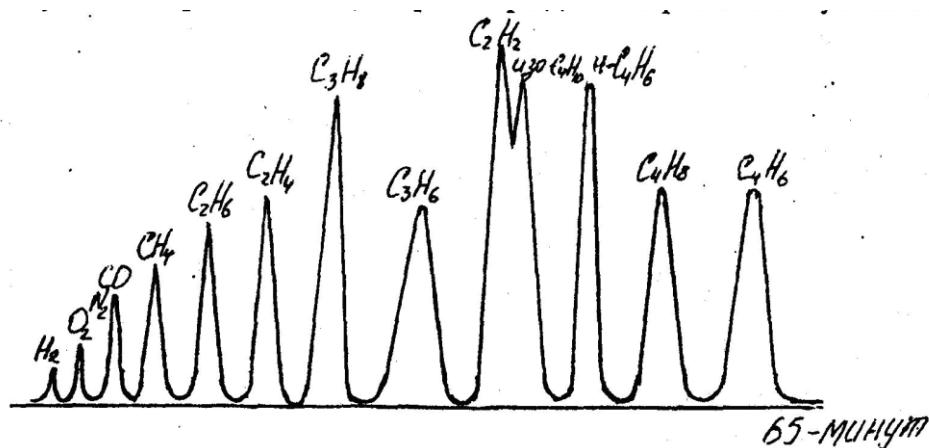
Перманент газлар билан енгил углеводородлар аралашмасини икки усул: икки босқичли схема йўли ёки хароратни дастурлаш йўли билан анализ қилинади.

Парафинлар аралашмасини 50 см ли колонкада хона хароратида силикагелда осонгина ажратиш мумкин. Бироқ, ушбу адсорбентда колонканинг узунлиги хатто 6,6 м бўлган тақдирда ҳам н-бутиен, изо-бетилен ва бутадиенлар ўзаро ажралмайдилар.

Тадқиқотчи Горн ўз ходимлари билан силикагел билан тўлдирилган 10м ли колонкада изо-бутиленни н-бутилендан тўла ажратишга эришган, бироқ, н-бутилен ва бўтадиенга алоқадор чўққилар бир-бири билан қўшилиб кетган эди. Бундан ташқари, изо-бутан билан аллен (пропаден) ва метан билан углерод оксидлар бир-биридан чала ажралганлар. Бутун анализ 2 соат давом этади. Ушбу анализнинг бошқа шароитлари қуйидагилар эди: 23⁰С харорат, силикагел заррачаларининг ўлчамлари 0,05мм дан 0,1мм гача, колонканинг диаметри 4 мм, водород оқимининг тезлиги 33 мл/мин.

Қуйи углеводородларни ажратишда алюмогел қулай адсорбентдир. Анализни худди силикагел мисолидагидек шароитда амалга оширилади.

6,6 м узунликдаги колонкада ацетилен билан изо-бутан ҳамда н-бутилен изо-бутиленларнинг аниқ бир-биридан ажралиши кузатилади (4-расм).



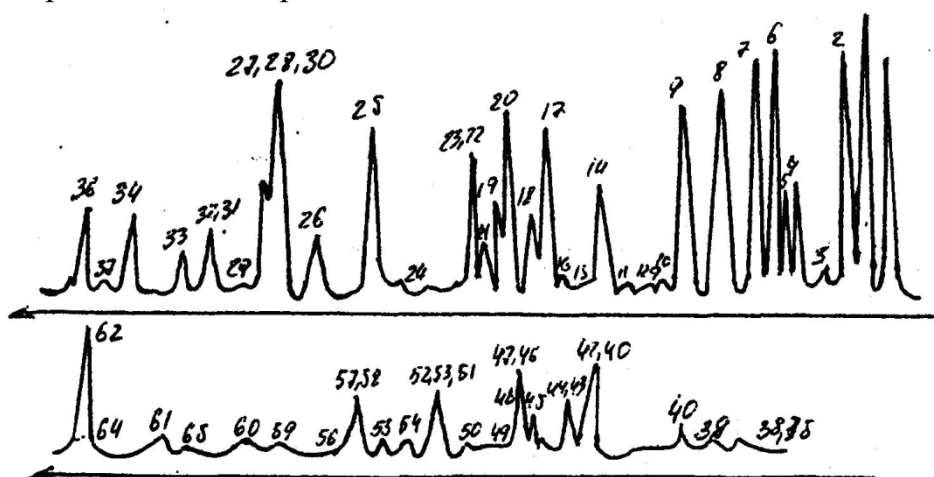
4-расм. қўйи углеводородларни алюмогелда ажралиши (колонканинг узунлиги – 6,6 м).

Ацетилен таркибидаги қўшимчаларни Рей активланган кўмир билан тўлатилган колонкада аниқлади.

Техник пропанни (колонка узунлиги 2 м, харорат 30⁰С, азот оқими тезлиги 25 мл/мин) ва пропан-пропилен техник аралашмасини узунлиги 1 м бўлган суюқ фазаси вазелин мойи (15%) ва диметилсулфофан (25%) дан иборат колонкада Ван де Каатс ажратган.

Техник бутадиенни анализи Янак ва Новаклар томонидан ишлаб чиқилган. Муаллифлар аралашмани аввал катта бўлмаган, узунлиги 30 см, диаметри 7 мм бўлган, малеин ангидридли силикагел билан тўлдирилган колонкадан ўтказдилар. Бунда бутадиен ютилиб қолади, қолган қўшимчалар диметилформаид (20%) шимдирилган силикагел ажратиш колонкаси (узунлиги 3 м, диаметри 7 мм) дан ўтадилар, ташувчи-газ сифатида углерод икки оксид (оқим тезлиги 42 мл/мин) хизмат қилади. Бутиленлардан ташқари ҳамма қўшимчалар ажраладилар. Уларни тўлиқ ажралишлари учун хароратни 0⁰С гача пасайтириш лозим.

Бензин типидagi аралашмалар. Бензин фракцияларини индивидуал таркибини етарлича аниқлаш имкониятини капилляр колонкаларда анализ қилиш орқали амалга оширилади. Қўзқалмас фазалар сифатида одатда сквалан, октадецен-1, фталатлар, вакуум сурков мойи ва бошқалар ишлатилади. шу билан биргаликда колонканинг эффективлиги 100000-200000 назарий ликопчадан иборат бўлиши керак. 5-расмда 30⁰С да узунлиги 150 м бўлган октадецен-1 фазали колонкада олинган бензин фракциясининг хроматограммаси келтирилган.



5-расм. Узунлиги 150 м бўлган октадесен-1 фазали, 30⁰С да ушланган 125⁰С гача хароратда қайнаб кетувчи бензин фракциясининг хроматограммаси.

- 1- изопентан;
- 2- н-пентан;
- 3- 2,2-диметилбутан;
- 4- циклопентан;
- 5- 2,3-диметилбутан;
- 6- 2-метилпентан;
- 7- 3-этилпентан;
- 8- н-гексан;
- 9- метилциклопентан;
- 10- 2,2-диметилпентан;
- 11- бензол;
- 12- 2,4-диметилпентан;
- 13- 2,2,3-триметилбутан;
- 14- циклогексан;
- 15- 3,3-диметилпентан;
- 16- 1,1-диметилциклопентан;
- 17- 2-метилгексан;
- 18- 2,3-диметилпентан;
- 19- цис-1,3-диметилциклопентан;
- 20- 3-метилгексан;
- 21- транс-1,3-диметилциклопентан;
- 22- транс-1,2-диметилциклопентан;
- 23- 3-этилпентан;
- 24- 2,2,4-триметилгексан;
- 25- н-гептан;
- 26- цис-1,2- диметилциклопентан;
- 27- метилциклогексан;
- 28- этилциклогексан;
- 29- 2,2,3,3-тетраметилбутан;
- 30- 2,2- диметилгексан;
- 31- этилциклопентан;
- 32- 2,5-диметилгексан;
- 33- 2,4-диметилгексан;
- 34- транс-, цис-1,2,4-триметилциклопентан;
- 35- толуол.
- 36- Транс-, цис-1,2,3- триметилциклопентан;
- 37- 3,3- диметилгексан;
- 38- 2,3,4- триметилпентан;
- 39-

- 40-
- 41- 2,3-метилпентан;
- 42- 2,3-диметилгексан;
- 43- цис, транс-1,2,4- триметилциклопентан;
- 44- цис, транс-1,2,3- триметилциклопентан;
- 45- 3,4-диметилгексан;
- 46- 2-метилгептан;
- 47- 4-метилгептан;
- 48- 3,3- метилэтилпентан;
- 49- цис, транс-1,2,4- триметилциклопентан;
- 50- 3-этилгексан;
- 51- 3-метилгептан;
- 52- 1,1-диметилциклогексан;
- 53- транс-1,4-диметилциклопентан;
- 54- транс-1,3-диметилциклогексан;
- 55- транс-1,3-этилметилциклопентан;
- 56- транс-1,2-этилметилциклопентан;
- 57- цис-1,3-этилметилциклопентан;
- 58- 1,1-этилметилциклопентан;
- 59- цис-, цис-1,2,3- диметилциклогексан;
- 60-
- 61-
- 62- н-октан;
- 63- цис-1,4-диметилциклогексан;
- 64- изопротилциклопентан.

Берилган хароратни қатъий ушлаб туриш лозим, чунки унинг катта бўлмаган ўзгариш оқибатида моддаларни бир-биридан тўлиқ ажралиши, хаттоки чўққиларнинг чиқиш тартиби ҳам ўзгариб кетиши мумкин. Бензин фракциялари компонентлари углеводородларнинг ушланиш индекслари қийматлари асосида идентификация қилинади.

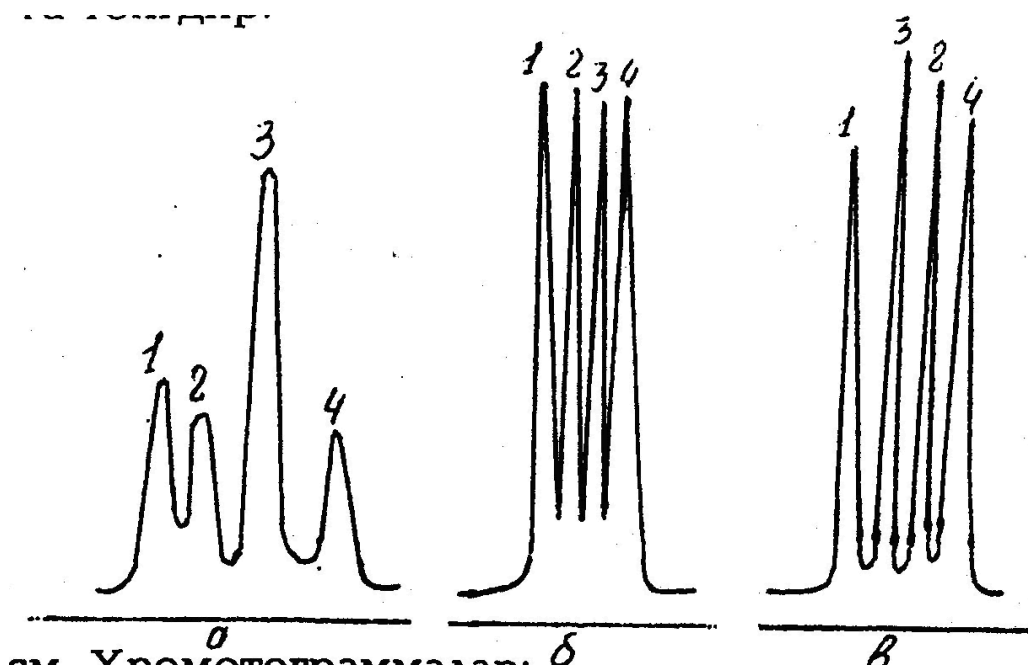
Ароматик углеводородлар.

Ксиллолар, этилтолуол ва бошқа ароматик углеводородларни насадкали колонкаларда ажратиш учун кўзгалмас фаза сифатида бентонитларни органик хосилалари (бентон) ёхуд суяқ кристалларни ишлатиш мақсадга мувофиқдир. Мортимер ва Джентлар кўрсатганидек 99,9% тозаликдаги м- ва п-ксиллоларни скваланли колонкада (76⁰С даги хажмлар ушланиш нисбати 1,015 га тенг) ажратиш учун эффективлиги 100000 назарий ликопчага тенг бўлган колонка талаб қилинади. 7,8-бензохинолинли (хажмлар ушланиш нисбати 1,080) колонкада эса зарур

бўлган эффективлик 8500 назарий ликопчадан иборат бўлади. Бентонит-34 солинган колонканинг эффективлиги (70°C даги келтирилган хажмлар ушланиш нисбати 1,265) шу вақтнинг ўзида фақат назарий ликопчадан таркиб топган бўлиши мумкин.

Бентонни камчиликлари сифатида м-ксилолни кучли ушлаб қолишини ва бунинг оқибатида уни о-ксилолдан ёмон ажралишига олиб келишини айтиб ўтиш жойиздир. Шу сабабли Монтимер ва Джентлар бентонни силикон мойи билан аралашмасини ишлатдилар. Ҳамма тўрттала C_8 -алкилароматик углеводородларни эквикритериал ажратиш учун қўзқалмас фаза сифатида 60 оқирлик % да бентон-34 ва 40 оқирлик % да динонилфталат ишлатиш тавсия этилади (ба-расм). Ароматик изомерларни ажратишда юқори селективликка эга бўлган бентон-245 ҳам кўрсатилган (бб-расм).

Суюқ кристаллик хусусиятга эга бўлган қўзқалмас фазалар юқори селективлик билан бир қаторда мета-пара C_8 -алкилбензолларни етарли даражада бир-текис ажралишларини таъминлайди ва шу боисдан яқка тартибдаги қўзқалмас фаза сифатида қўлланилиши мумкин. ба-расмда 20% ли п,п' -метоксиэтоксизоксибензолли хромсорб Р ли, узунлиги 3 метрли колонкада 93°C да олинган хроматограмма келтирилган. Азотнинг тезлиги 40 мл/ мин бўлгандаги анализ давомийлиги 15 минутга, п- ва м-ксилоллар ушланиш хажмлари нисбатлари 1,125-1,13 га тенгдир.



6-расм. Хроматограммалар:

а) 75⁰С да, бентон-34 ва динонилфталат аралашмаси билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада;

б) 75⁰С да, бентон-245 ва вазелин мойи аралашмаси билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада;

в) 93⁰С да, п,п`-метоксиэтоксизоксибензол билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада.

1 – этилбензол.

2 – пара-ксилол.

3 – мета-ксилол.

4 – орто-ксилол.

Бентонлар ва суюқ-кристаллик кўзғалмас фазаларни бициклик ароматик углеводородларни анализ қилишда ҳам ишлатиш мумкин.

Масалан, изомерли диметилнафталинларни ажратиш учун умумий узунлиги 7 м бўлган полиэтиленгликол-200 ва п,п`-азоксифенолли колонкалардан фойдаланилган.

Изомерли ароматик углеводородларнинг мураккаб аралашмалари капилляр колонкаларда ҳам анализ қилинади. Масалан, моно- ва бициклик ароматик углеводородларни анализ қилишда кўзғалмас фаза сифатида м-бис (м-феноксифеноксизбензол) олифенил эфири ҳам ишлатилади; сквалан ҳам ишлатилиши мумкин.

Юқори самарали суюқлик хроматографияси (ЮССХ)

Замонавий юқори самарали суюқлик хроматографияси (ЮССХ) (юқори босимли суюқлик хроматографияси) 70-йиллардан бошлаб ривожлана бошлади. Янги усулни ишлаб чиқилишига сабаб, биринчидан, юқори температурада қайнайдиган (>400⁰С) моддаларни анализ қилишнинг зарурлиги ёки турғун бўлмаган моддаларни газ хроматографияси ёрдамида ажратиб олиб бўлмагани учун, иккинчидан, ажратиш тезлигини ошириш ва колонкали суюқлик хроматографиясини самарадорлигини ошириш билан боғлиқ. Бунинг учун ички диаметри кичик (2-6 мм) бўлган колонка қўлланилган; масса алмашинувини тезлатиш учун сорбентнинг зарраларини диаметри (5-50 мкм) кичрайтирилди, бу эса ўз навбатида колонкага киришда босими 0,5-40 МПа гача ошишига олиб келди. Саноатда чиқарилаётган суюқлик хроматографлари 10⁻⁹-10⁻¹⁰ г моддани аниқлай оладиган юқори таъсирчан детекторлар билан таъминланган.

Анализнинг ўта юқори тезлиги, аниқлашнинг энг паст чегараси, колонканинг юқори самарадорлиги, (газдан ташқари) ҳар қандай моддани аниқлаш имконияти юқори самарали суюқлик хроматографияси тез ривожланишига олиб келди.

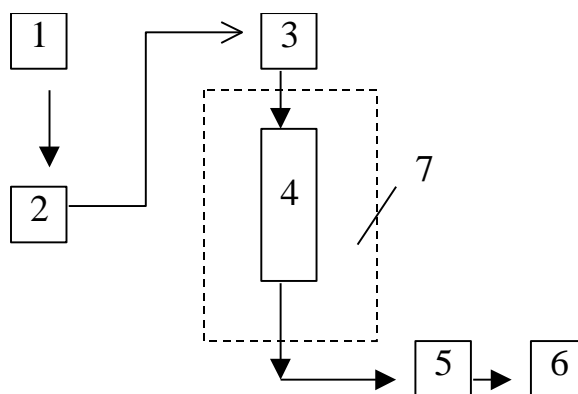
ЮССХ да газ хроматографиясидаги ҳамма механизмлар (адсорбция, ажралиш, ион алмашилиш ва бошқалар) иштирок этиши мумкин. Ажратиш механизмидан қатъий назар, ЮССХ да ҳаракатланувчи фаза – суюқлик. Икки вазиятда кенг ёритилган суюқлик-адсорбцион хроматографияси устида тўхталиб ўтамиз: Нормал-фаза (НФХ) ва юзланган фазали (ОФХ) – ҳаракатчанг ва ҳаракатсиз фазанинг кутблилигига боқлиқ ҳолда.

НФХ да кутбли адсорбент ишлатилади (масалан, силикагел), элюент – кутбланмаган (гексан), ажратиладиган моддалар – кутбли. ОФХ да адсорбент сифатида кутбланмаган адсорбент қўлланилади (юзасига алкил занжирили углеводород (C_6-C_{18}) киритилган силикагел), элюент кутбли (спиртлар – сув) ажратиладиган моддалар – хохлаган модда.

Амалий ажратиш учун текшириладиган модда колонкада ушлаб қолинмайдиган моддага нисбатан 2-10 марта кучлироқ ушланиб қолишини ўзи етарлидир.

Колонканинг назарий тарелкалар сонини $N=16(t_R/\mu)^2$ тенглама орқали ҳисобланади. ЮССХ да назарий тарелкалар сони 10^6 гача этиши мумкин, бу эса колонканинг юқори самарадорли бўлишига олиб келади.

Суюқлик хроматографиясининг принципиал схемаси еттита блоклар билан ифодаланган (расм 7).



7-расм. Юқори босимли суюқлик хроматографиясининг блок схемаси.
1. Элюент учун идиш. 2. Насос. 3. Дозатор. 4. Колонка. 5. Детектор. 6. Регистратор. 7. қоқоз устидаги хроматограмма – термостат.

Градиентли чиқаришни газ хроматографиясидаги температуранинг программалаштириш аналогини деб қараш мумкин.

Элюент таркиби детектор ёрдамида узлуксиз текшириб турилади.

Суюқлик хроматографларида детекторларни қуйидаги гуруҳларга бирлаштириш мумкин: 1) оптик детекторлар ҳамма қўлланиладиган детекторларни 92% ини ташкил этади. (абсорбцион, люминесцентли,

рефрактометрлар); 2) электрохимический детекторы (потенциометрические, электропроводность в основном, амперметр и в основном); 3) в основном детекторы (транспортные, газы, микроадсорбционные).

Хроматографические процессы и в основном режиме келтириш хар бир марка приборные условиямасына мувофиқ амалга оширилади. Прибор куйидагича ишлайди. Юқори босимли насос термостатга жойлаштирилган колонка орқали элюент оқимини бошқаради. Кран-дозалар орқали шприц билан элюент оқимига анализ қилинадиган (проба) ларда юборилади ва бу вақтда элюент оқими беркитилади (ёки беркитилмайди) прибор конструкциясига боғлиқ холда. Модда юборилганидан кейин элюент 12 МПа гача босим билан колонкага берилади ва аралашма компонентларга ажралади. Оқим колонкадан чиққандан сўнг детекторга тушади ва у ерда аралашманинг хар бир компонентини оптик зичлиги қайд этилади. Хроматография чўққилар электрон автоматик, электрон потенциаллар билан ёзилади.

Тақсимлайдиган хроматография.

Қоғозда тақсимловчи хроматографияда моддаларни ажралиши икки суюқ фаза орасидаги тақсимланишдаги фарқ туфайли амалга ошади. У фазалардан бири харакатчан (органик эритувчилар аралашмаси), бошқаси эса – харакатланмайдиган фаза бўлиб у хроматографик қоғоз толаларидаги сувдир.

Моддаларни ажралишини асосий характеристикаси бўлиб хроматографик қоғоз тасмасидаги модданинг зоналардаги хароратини кўрсатишидир: бу фактор R_f бўлиб, эритувчи ва доғнинг харакатланиши фронтлари (ёки масофа) тезлигининг бир-бирига бўлган нисбати орқали аниқланади:

$$R_f = l/L$$

бу ерда: l - старт чизиқидан зона ўртасигача бўлган масофаси, см;

L - эритувчининг старт чизиғидан фронт чизиғигача бўлган масофаси, см.

Ионалмашувчи хроматография

Ионалмашувчи хроматография сорбентларда ионлар аралашмасини ажратувчи динамик услубдир. Сорбентлар ионалмашувчи модда деб аталади.

Электролитнинг анализ қилинаётган эритмаси ионалмашувчи сорбент орқали ўтказилганда гетероген химический реакция натижасида ионалмашувчи сорбент таркибига кирувчи ионлар билан эритмадаги ўша хилдаги зарядлар стехиометрик эквивалент миқдорда ўрин алмашади.

Ионалмашиниш цикли ионларга сорбентда ютилиши (сорбция) (харакатланмайдиган фаза) ва ионларни сорбентдан ажратиб олиш (десорбция). Ионларни ажралиши ион алмашувчи сорбентга турли хил

мойиллиги туфайли ва колонкада компонентларнинг тезликларини фарқи хисобига тақсимланиш коэффициентларини миқдорларига монанд бўлади.

Ионалмашувчилар органик ва ноорганик моддалар, табиий ва синтетик моддалар бўлиши мумкин.

Хозирги вақтда синтетик органик ионалмашувчилар кенг қўлланилади. Ионалмашувчилар сунъий смолалар асосида олинади.

Бу сорбентлар сувда ва органик эритувчиларда эримайди ва юқори ион алмашувчи юзага, танлаб олиш, кимёвий, термик ва механик мустахкамликка эга. Ионалмашувчилар катион- ва анион алмашувчига бўлинади.

Гел-хроматография.

Гел-хроматография (ёки гел-ичига кирувчи хроматография) суюқлик хроматографиясининг бошқа вариантларидан биридир.

Бу усулда эриган модда гел гранулаларини атрофини қуршаган эркин эритувчи ва гранула ичидаги эритувчилар орасида тақсимланади. Гел структураланган бўккан системадир. У турли ўлчамдаги ёриқларга эга. Бу хроматографияда моддаларнинг ажралиши ажраладиган моддаларнинг молекулаларини размерларини нисбатига ва гел ёриқларининг ўлчамларига боғлиқ. Молекула ўлчамидан ташқари гел-хроматографияда молекуланинг шакли катта рол ўйнайди. Айниқса, бу фактор полимерларни эритмаларида катта аҳамиятга эга. Масалан бир хил молекуляр массага эга бўлган молекулалар турли хил шаклларни эгаллайди (сферик, глобуляр ва бошқа).

Гел тўлдирилган колонкалардан аралашма компонентлари ўтказилганда моддалар молекуляр массаларига қараб тақсимланади: биринчи бўлиб энг катта молекулалар ювилади, айниқса гел ёриқларидан катта ўлчамдаги молекулалар ювилади, чунки улар гел ёриқларига кира олмайди ва ташқарида қолади. Майда молекулалар гел ичига кириб ажралиш жараёни диффузия коэффициентига боқлиқ (\bar{D}).

Эйнштейн тенгламасига мувофиқ диффузия коэффициенти заррача радиусига тескари пропорционалдир:

$$\bar{D} = RT / (G\pi\eta N_A)$$

бу ерда: η - мухитнинг қовушқоқлиги.

N_A – Авогадро сони.

Гел-хроматография учун мақсадга мувофиқ холда гидрофил ва гидрофоб сорбентлар ишлатилади.

Гидрофил сорбент сифатида динитрил геллари (сефадекс ва молселектлар), полиакриламид геллар (биоделлар), оксиалкилметакрилат геллар (сеферонлар ва бошқалар).

Фойдаланиладиган адабиётлар рўйхати

1. Физические методы исследования в химии. Ю.А.Пентин, Л.В.Вилков. Мир, ООО «Издательство АСТ», 2003. – 683с.
2. Первоначальные сведения о методах ЯМР, масс-спектрометрии и ИК спектроскопии. учеб. пособие/ Б.Н.Тарасевич. 2014.
3. Определение строения органических соединений/ Э.Преч, Ф.Бюльманн, К.Аффольтер. 2006.
4. Идентификация органических соединений. Н.А.Анисимова. Горно-Алтайск: РИО. ГАГУ, 2009. 118с.
5. Применение УФ-, ИК-, ЯМР – спектроскопии в органической химии. ЛюА.Казицина, Рипол Классик.
6. Введение в стерохимию органических соединений: от метана до макромолекул / Ш.Р.Бакстон, М.Стенли – Москва: Мир, 2009, - 311с.
7. Компьютерная идентификация органических соединений / В.И.Вершинин, Б.Г.Дерендяев, К.С.Лебедев – Москва. Академкнига, 2002 -197с.
8. Спектральная идентификация органических соединений: метод. указания / О.В.Гришаева – Кемерово: КемГМА, 2010-60с. .
9. Методы УФ, ИК и ЯМР спектроскопии и их применения в органической химии; учеб. пособие/Дормитонтов. – Перм :ПГУ, 2001. -79с.
10. Спектральные методы определения строения органических соединений:учеб.пособие / Н.М.Имашева. – Москва: КНОРУС; АстраханьАГУ, 2016. 83с.
11. Ильичев И.С., Лазарев М.А., Щепалов А.А. Основы физико-химического анализа продуктов нефтепереработки и нефтехимического синтеза. Электронный учебно-методический комплекс. – Нижний Новгород: Нижегородский университет, 2010. – 163 с
12. Сапрыкин, А.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография/ А.В. Сапрыкин. – Харьков: Оригинал, 2007.
13. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – М.: Бином, 2003. – 493с.
14. <http://www.texhology.ru>
15. <http://www.iconstel.net>
16. <http://www.depositfiles.com>

IV. АМАЛИЙ МАШҒУЛОТ МАТЕРИАЛЛАРИ

1- амалий машғулот: Материаллар сифат ва таркибини ўрганишда замонавий оптик таҳлил усуллари қўллаш.

Ишнинг мақсади:

Эритмада пикрин кислотасининг миқдорини спектрофотометрия усулида аниқлаш. Азобўёқ ҳосил бўлишида 4–нитроанилин миқдорини аниқлаш амалий машғулотлари ўрганилади.

Кириш: Оптик анализ усуллари молекула атомларининг валент электронларини энергетик ҳолатини ўзгаришлар асосида вужудга келади. Фотометрик усул миқдорий жиҳатдан миқдорий анализга асосланган бўлиб, компонент аралашмаси ёки уларни аналитик шакллариини электромагнит нурланишини кўрсатади. Оптик анализнинг фотометрик анализи электромагнит спектрланиши УВ- ва ИҚ-спектр соҳаларига тўғри келади. Ютилаётган энергия физик қонунларга бўйсунди ва Бугер-Ламберт-Бер қонуни билан изоҳланади.

Фотометрик аниқлашни бажариш қуйидаги босқичлардан иборатдир:

1. Намуналарни тайёрлаш ва аниқланаётган моддани эритмага ўтказиш аналитик реакциянинг химизмига, шаклига ва реакция қобилятига боғлиқликни ҳисобга олиш;
2. Аниқланаётган модданинг рангли реакциясида оптимал шароитни ва уни саралаш ҳамда сезгирлигини рангли аналитик шаклини олиш.
3. Аналитик шаклни эритмасини нур ютилиши бўйича ўлчаш, яъни аниқланган шароитда юқори интенсивликда аналитик сигналларни регистрация қилиш.
4. Олинган натижаларни текшириш ва баҳолаш.

1- қисм: Пикрин кислотасини аниқлаш.

Ушбу усул пикрат ионларини глюкоза билан ишқорий шароитда қайтарилишига ва қизилқўнғир рангли қайтарилиш маҳсулоти қуйидаги реакция асосида олинади. Сарик рангли пикрин кислотаси 360 нм тўлқин узунлигида π -электрон зичлигини силжиши асосида 3 та электрон акцептор – NO_2 боғлар ҳисобига вужудга келади. Бир дона электроноакцепторли ўринбосарни ($-\text{NO}_2$) электронодонорли $-\text{NH}_2$ гуруҳига алмаштириш хром силжишга олиб келади ва рангни ўзгаришга олиб келади. Рангнинг интенсивлиги ишқорий шароитда кўтарилади. Чунки ишқорий шароитда элетродонорни ионланиши ҳисобига амалга ошади. Натрий пикраминат учун $\epsilon\lambda=455 \text{ мм}=8,5 \cdot 10^3$.

Приборлар ва реактивлар: Фотоэлектродориметр ФЭК-М, ФЭК-56М; 0,01 мг/мл концентрацияли пикрин кислотасининг ишчи эритмаси, глюкозанинг 1% ли эритмаси, NaOH ни 10% ли эритмаси.

Стандарт эритмаларни тайёрланиши: 0,02:0,04; 0,06:0,08:0,1 мг пикрин кислотасини 10 мл даги 5 та стандарт эритмалари тайёрланади. Ушбу ҳолат пипетка ёрдамида бажарилади.

Ишинг бажарилиши: светофилтрни танлаш. Ўлчашни ютилиш қавати 20 мм бўлган кюветада ўтказилади.

Градиуровка графигини қуриши: Светофилтрни танлаб ҳамма стандарт эритмалар фотометрия усулида ўлчанади. Ҳар бир ўлчаш 3 марта қайтарилади. Ўлчаш натижалари жадвалда ёзилиб координаталар бўйича график тайёрланади ва пикрин кислотасининг миқдори бўйича градиуровли график қурилади.

Эритмада пикрин кислотасининг миқдорини аниқлаш. Анализ қилинаётган, яъни таркибида пикрин кислота тутган эритма градиуровли пробиркага солиниб 10 млгача дистилланган сув билан суюлтирилади. 3 томчи NaOH эритмасидан томизилиб, 0,5 мл глюкоза эритмаси қўшилиб қайнаётган сув ҳаммомида 5 минут давомида ушланади. Уни совутиб фотоэлектродориметр кюветасига солиб фотометрик усулда эритмага нисбатан ўлчанади. Ўлчашни 5 марта қайтариб, градиуровкали графикдан фойдаланиб анализ қилинаётган эритмадан пикрин кислотасининг миқдори аниқланади.

Спектрофотометрик усули

Қуриши: Спектрофотометрик – ускунавий анализнинг оптик усули бўлиб, аниқланилаётган модда эритмаси томонидан ультрабинафша ёки кўринаётган монохроматик (айрим аниқ тўлқин узунлигидаги) нурни ютилишини ўлчашга асосланган. Нурнинг ютилиш миқдорини эритманинг антик зичлиги деб аталади. У А харфи билан белгиланади. Эритманинг антик зичлиги – А эритмадан ўтаётган нурнинг тўлқин узунлиги - лямбда ва эриган модда концентрациясига боғлиқдир.

Ёруғликнинг асосий ютилиш қонунига мувофиқ эритма концентрацияси ва унинг оптик зичлиги орасида тўғри мутаносиблик мавжуд:

$$C = \frac{A}{\Sigma l}$$

Бу ерда: С – эритманинг моляр концентрацияси

А – оптик зичлик

l – кювотанинг қалинлиги, яъни эритманинг қаватини қалинлиги (см) да.

Σ (эпсилон) – ютилишнинг моляр коэффиценти, яъни бирсм.лик кюветадаги

бир молярлик эритмада ютилган нурмикдори.

Процент концентрациялик эритмалар учун

$$C\% = \frac{A}{\Sigma I}$$

C – эритманинг процент концентрацияси

Σ – солиштирма ютилиш коэффиценти, яъни кюветадаги бир процентли эритмадаги ютилган нур микдори.

Модда молекулаларига ютилган нур энергияси ана шу молекула электронларини асосий поғонада қўзғалган (хаяжонланган) поғонага ғтишига сарф бўлади. Атом ядроти атрофидаги электронлар исталганча эмас, балки айрим (дискрет) поғоналарда айланганлиги сабабли хар қандай тўлқин узунликдаги нурлар модда томонидан энг қўп (максимал) даражада ютилади. Демак, хар қандай модданинг электрон тузилишига кўра унинг нурларни ютиш соҳаси хам фақат ўзига хос специфик тарзда содир бўлади.

Аниқланувчи модда эритмасидан бирин-кетин турли тўлқин узунликдаги нурларни ўтказиб, уларни ютилиши (яъни эритманинг оптик зичлиги) ўлчанса ва натижаларни A ва яъни оптик зичлик билан тушаётган нурнинг тўлқин узунлиги боғлиқликни график шаклида чизилса бир ёки бир неча экстримумлардан иборат чўққисимон эгри чизик ҳосил бўлади. Бундай график тасвир модданинг ютилиши электрон спектри деб аталади.

Хар қандай индивидуал, яъни кимёвий тоза модда спектрининг айрим соҳасини ёки соҳаларини максимал ютадиган бўлиши мумкин.

Ушбу ҳолатга асосан максимал ютилган нурнинг тўлқин узунлиги ва эриган модданинг нур ютиш моляр ёки солиштирма коэффиценти шу модда турига (электрон тузилишига) боғлиқ бўлиб, модданинг сифат анализига оид маълумотлар беради. Эритмадаги модда микдори эса ёруғликнинг асосий ютилиш қонунининг юқорида келтирилган математик ифодасига кўра ютилиш максимумига тўғри келган оптик зичлик – $A_{\text{макс}}$ – қийматида ҳисобланади.

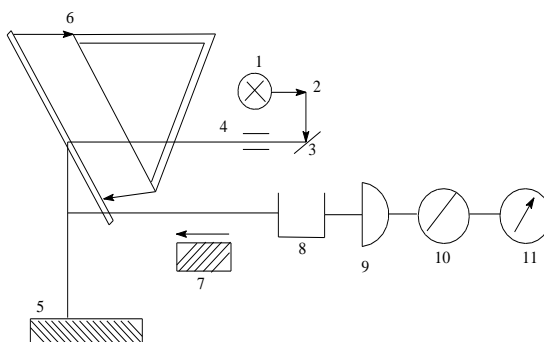
Юқоридаги формулага кўра эритма концентрацияси модданинг ютилиш моляр коэффицентиға тескари мутаносиб, шунинг учун ютилиш коэффиценти катта бўлган соҳада (ультрабинафша нурлар соҳасида 200-300 нм) оптик зичликни ўлчаш учун жуда суюлтирилган, яъни 10^{-5} мол.қм³ эритмалар тайёрланади.

Ўлчанадиган оптик зичлик қиймати спектрофотометр шкаласини аниқлик чегарасига 0,2 – 0,8 мос тушишиши учун аниқланаётган модданинг молярёки солиштирма ютилиш коэффицентиғи маълумотномадан билган ҳолда тайёрланиши керак бўлган эритмани оптимал, яъни меъёр концентрацияси ҳисобланади.

Спектрофотометрлар

Ютилиш спектрлари спектрофотометр деб аталувчи оптик ускуналарда ёзиб олинади. СФ-4, СФ-5, СФ-16, СФ-26, спектромом – 361 маркали спектрофотометрлар кўпчилик лабораторияларда ишлатилади. Спектрнинг автоматик тарзда ўзи ёзиб берувчи СФ-8, СФ-18 маркали спектрофотометрлар ҳам мавжуд.

Спектрофотометрнинг оптик схемаси қуйидаги расмда тасвирланган:



1. Ёруғлик манбаи (Дейтерий) лампаси – ультрабинафша нурлар манбаи пакал (чўлғам) лампаси – кўриндиган нурлар манбаи;
2. Кондерсор ойнаси;
3. Ясси ойна;
4. Нурнинг монограторга кириши тирқиши;
5. Кўзгу объектив;
6. Нурлар бойламини спектрга бўлиб берувчи кварц призма;
7. Нурнинг моногратордан чиқиш тирқиши;
- 8, 9. Кюветалар;
10. Линза;
11. Миллиамперметр.

Спектрофотометрнинг асосий қисми моногратордаги кварц, призмада ёруғлик манбаидан чиққан нурлар спектрга ажралади. Спектрофотометрнинг, фотометрик қисмида кюветадаги эритмадан ютилиб ўтган монохроматик (бир тўлқин) нур интенсивлиги (сезгирлиги) ўлчанади.

СФ-4, СФ-16 Спектрофотометрларда ишлаш қоидалари

Спектрофотометр қимматбаҳо ва ниҳоятда сезгир ускуна бўлиб, унда ишлаш талаблардан алоҳида хушёрлик ва эҳтиёткорликни талаб этади. Спектрофотометр тузилиши ва иш принципини ўзлаштирган талабларгагина унда ишлашга рухсат этилади. Кюветалар қимматбаҳо кварц ойнасидан ясалган бўлиб, ниҳоятда мўртдир. Уни ерга тушириб юбормасдик учун кюветаларни чайиш операциялари водопровод крани остида эмас, ускуна

ёнидаги стол устида Петри чашкасида бажарилади. Кюветанинг нур ўтадиган тиниқ ойнасига бармоқлар изи тушиб қолмаслик учун унинг ён томонидаги хира ойнасидан ушлаш керак. Кюветага эритма қуйилгач, унинг нур ўтадиган тиниқ ойнаси фильтр қоғоз билан артилади. Кювета тутқичга охиста қўйилади.

Кюветаларни тутқичга босиб киргизилса, улар синиши мумкин. Нуқта билан белгиланган тутқич уясига эритувчи тўлатилган кювета кейинги уячаларига текширилувчи эритма қуйилади. Кюветалар солинган тутқични нуқталик белгисини кювета камераси остидаги нуқталик белги томонига мослаб қоронғу камера кореткасига ўрнатилади.

Спектрофотометрни ток манбаига улаш ва ишлатиш тартиби

Ускунада иш бошладан 20 минут аввал, стабилизатордаги ишчи лампалар тегишли ҳолатга қўйилиб, стабилизатор разеткага уланади.

1. Ультрабинафша нурлар соҳаси учун стабилизатордаги разряд токи кнопкасига босиб дейтерий лампаси ёкилади. Дастлаб лампа чўлғамига максимал ток берилиб 1-2 минутдан сўнг ток кучи лампани иш режимига мос равишда камайтиради. Бунинг учун стабилизатордаги потенциометр мурватини аввал соат стрелкаси бўйича охиригача бураб, 1-2 минутдан сўнг уни соат стрелкасига 90 га бураш кифоя.

2. 20-30 минут давомида ускуна лампалари қизиб, иш режимига киргач тўлқин узунликлар шкаласидан керакли тўлқин танланди. Бунинг учун дастлаб тўлқин узунликлар мурватини секинлик билан соат стрелкаси бўйича бураб, тўлқин узунликлар шкаласи қизил чизиғи остига керакли тўлқин узунлиги келтирилади. Бу мурватни кескин бураш спектрофотометр градуировкасини (тўлқин узунлик аниқлигини) силжитиб юбориш мумкин:

3. (темной ток) қоронғулик токининг компенсациялаш. Нур йўлига эритувчи қўйилади ва фотоэлементлар дарчаси (шторка) берк ҳолида фотометрдаги “нольни ўрнатиш” мурватни бураб, стрелкаси ноль ҳолатига келтирилади.

4. Тирқишнинг эритма оптик зичлигини ўлчанади: нур йўлига эритма қуйилади. Бунинг учун кювета тутқичи кареткасини дастасини биринчи ҳолатдан иккинчи ҳолатга олинади. “Отсчет” калити “ХХІ” ҳолатига олинади, дарча очилади ва оптик зичликлар шкаласининг мурватини чап ва ўнг томонга бураб, миллиамперметр стрелкасини яна “ноль” ҳолатига келтирилади. Дарча ёпилиб оптик зичлиги қиймати “Отсчет” шкаласидан ёзиб олинди. Фотоэлементлар олдидаги ўлчашдан дарча тирқиш кенглигининг танлаш ва оптик зичликни ўлчашдан бошқа вақтларда доим берк туриши керак. Хусусан кювета камераси қопқоғини очишдан аввал

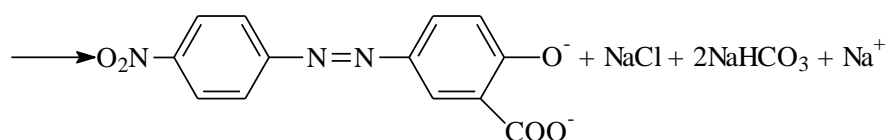
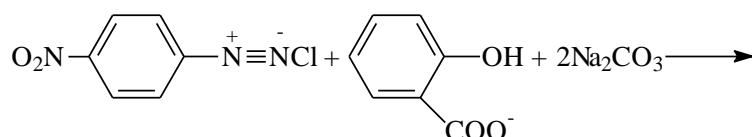
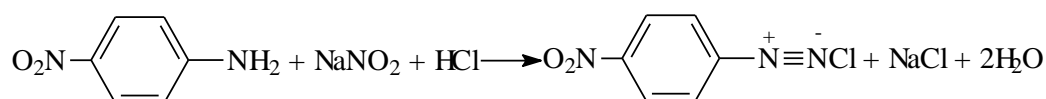
дарча берклигини назоратқилинг. Акс ҳолда фотоэлементга кучли ёруғлик тушиб, уни бевақт ишдан чиқариш мумкин.

5. Тирқишнинг меъёр кенглигини танлаш: Бунинг учун нур йўлида эритувчи турган ҳолда дарча очилади ва тирқиш кенглигини мурватини бураб (тегишли зичликда) миллиамперметр стрелкасини яна ноль ҳолатга келтирилади.

Мустақил иш бошлашдан аввал юқорида келтирилган операцияларни резорципни контрол эритмасида бажаринг. Резорципнинг контрол эритмаси оптик зичликларини 240-300нм оралиғида 5 нанометрлик кадам билан ўлчаб, ёзиб олинган натижалар асосида ютилиши соҳасини график тасвири ютилиш спекторини чизинг. Спектрдан максимал ютилаётган нур тўлқин узунлигини лямбда макс. га тўғри келган максимал оптик зичлик қиймати асосида моляр ва солиштирма ютилиш коэффицентини ҳисобланг.

2- қисм: Азобўёқ ҳосил бўлишида 4-нитроанилинни аниқлаш

Ушбу усул 4- нитроанилин азобўёқ ҳосил бўлиши асосида бажарилади. Реакция иккибосқичда кетади.



Ускуналар ва реактивлар

Спектрофотометр СФ – 14 Ишчи 4-нитроанилин эритмаси 0,1 мг/л сувдаги эритмаси 1 М ли Н қўшилган рН муҳити 1-2 бўлган. Натрий нитратни 0,5% эритмаси. 0,1 М концентрацияли салицил кислотасининг натрийли тузи, эритмаси. 0,3 М натрий корбонатини эритмаси.

Стандарт эритмаларни тайёрлаш: 50 мл.ли 20,40, 60, 80 ва 100 мкг миқдорида 4- нитроанилин тутган 5 та стандарт эритмалар тайёрланади. Уларни хар бирига 5 мл 0,5% ли натрий нитрат эритмаси қўшиб яхшилаб аралаштирилади ва 20 минут ўтгандан кейин 0,1 М ли натрий солицилатнинг эритмасидан 2 мл да қўшилади. Хар бир эритмага натрий корбонатини 0,3 М эритмасидан қўшилиб эритмани хажмини 50 мл га етказилади ва 20 минутдан сўнг ўлчашга киришилади. Ўлчашни 5 марта такрорлаб градуировик графикдан фойдаланиб, 4-нитроанилинни анализ қилинаётган

эритмадан миқдори топилади.

Математик ҳисоблашлар асосида натижаларни ишончли қийматлари, ораликлари ва стандарт четланиш қийматлари топилади.

Ультрабинафша спектрал усули

Электромагнит спектрларининг 10^{-6} - 10^{-4} см тўлқин оралигидаги ультрабинафша ва кўриш нурланишини ўз ичига олади. Бу нурларни ютган системадаги атомдаги валент электронларининг энергетик ҳолати ўзгаради. Бу ўзгаришларни электрон спектроскопия усулида ўрганилади.

Кимёгар ва физик олимларнинг ижодий ҳамкорлиги асосида бир қатор аниқ ускуналар яратилиб, бу ускуналар хом-ашёни сифат ва миқдорий анализ қилиш ундан тайёрланган маҳсулотни сифатини назорат қилиш ҳамда доривор ўсимликлардан олинган янги моддаларни аниқ таҳлил этишда кенг қўлланилмоқда.

Субъектив, яъни визуал сезги органларимиз ёрдамида бажариладиган анализ физик ва физик-кимёвий хоссаларни аниқ қайд этувчи ускуналар воситасида бажарилса, аналитик реакция сезгирлиги бир неча марта ортади. Кўпгина физик-кимёвий хоссалар специфик, яъни махсус фақат биргина моддага хос бўлиб, бу ҳол метод селективлигини, яъни аралашмадаги алоҳида бир моддани англай олиш хусусиятини оширади.

Кимёгарларни амалий иш фаолиятида инструментал , яъни ускунавий усулларни тобора кенг қўламда қўлланиши бўлажак мутахассислардан оптик, электрокимёвий ва хроматографик методлар асосларини ўзлаштириш ва тегишли ускуналарда ишлай билишни тақоза этади.

Моддаларни специфик физикавий хоссаларидан бири оптик диапазондаги нурларни танлаб ютиш ёки аксинча ўзидан нур тарқатиш ходисасидир.

Оптик анализ усулларни ўрганиш жараёнида талабалар физика курсидан олган маълумотларга асосланиб, спектрофотометрик ва фотоэлектроколориметрик флуометрик усуллар моҳиятини ўзлаштирадilar. ОФ-4, СФ-16 спектрофотометрикларида, бир нурлик-КФО, КФК-2, икки нурлик-ФЭК-56 фотоэлектрокалорометрларида ҳамда флуоресцирланувчи индикаторлар ёрдамида титрлаш қурилмасида ва флуориметрда ишлай билиш хусусида дастлабки амалий сабоқлар оладилар.

Ушбу темани ўзлаштиришда Ламберт-Бугер-Берлар томонидан кашф этилган ёруғликнинг ютилиш асосий қонуни муҳим аҳамиятга эга бўлиб, бу қонун диалектикадаги миқдорий ўзгаришларни сифат ўзгаришга олиб келиш категорияси билан чамбарчас боғлиқдир.

Ишдан мақсад. Анализнинг оптик методлари билан таништириш. Спектрофотометрик, фотокало риметрик ва флуориметрик усуллар

мохиятини ҳамда шу усулларга мансуб ускуналарда ишлаш қоидаларини ўргатиш асосида ҳар бир усулнинг ўзига хос имкониятларини тушунтириш.

Спектрофотометрия

Мақсадга оид қўйилган вазифалар:

1. Эритмадаги резорцин миқдорини аниқлаш.
2. УИРС (талабаларнинг ўқув-тадқиқот иши)-(В₁₂ - витамини) пианобаламинни препарат ёки ампуладаги миқдорини аниқлаш.

Вазифаларни ҳал этиш босқичлари:

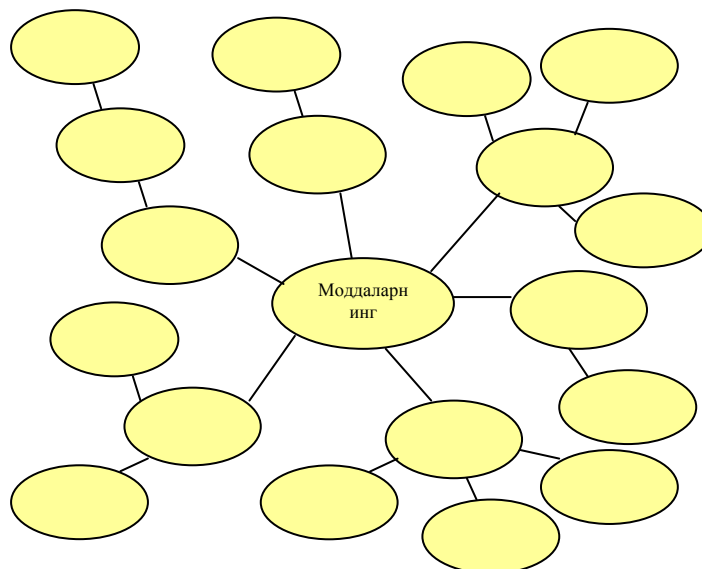
1. Тайёрланадиган эритманинг, оптик зичлигини аниқ ўлчаш оралиғига мос келадиган меъёр концентрациясини ҳисоблаш ва эритмани тайёрлаш.
2. спектрофотометрнинг схематик тузилишини ўрганиш.
3. Ўқитувчини назоратида кюветаларни эритма билан тўлатиш, уларни кювета тутқичига қўйиш, керакли тўлқин узунлигини танлаш ва оптик зичликни ўлчаш операцияларини бўшатиш.
4. резорцин контрол эритмасининг 240-300нм оралиғида оптик зичликларини ўлчаб нурларини ютилиш графикавий тасвирини чизиш.
5. Ёруғликни ютилиш қонунининг математик ифодасидан фойдаланиб препаратдаги резорциннинг процент миқдорини ҳисоблаш.
6. Спектрофотометрик анализига оид масалалар ишлаш.

3 –қисм. Углеводородлар аралашмаси таркибини газ-суюқликли хроматография усули билан аниқлаш.

Газ, суюқ ва кристал ҳолидаги органик моддаларни хроматограф ускунасидан фойдаланиб сифат ва миқдорий таҳлил қилиш имкониятлари ўрганилади. Хром-5 хроматограф аппаратининг тузилиши, асосий қисмлари ва уларнинг вазифалари. Берилган намунанинг хроматографик таҳлили асосида фракция таркибини аниқлаш.

Қўшимча вазифалар.

- 1 вазифа. “Моддаларнинг оптик хоссалари” мавзусига “Кластер” диаграммасини тузинг.



2 вазифа. “Габитус”, “Сингония”, “Микроскоп” сўзларига Синвейн тузиш керак.

1. Габитус
2.
3.
4.
5.

1. Сингония
2.
3.
4.
5.

2–амалий машгулот. Органик маҳсулотларини спектрал тахлили, моддаларнинг спектрларини ўрганиш. Ядро магнит резонанси усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш. Масс-спектрометрик усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш

1-қисм: Органик маҳсулотларини спектрал тахлили, моддаларнинг спектрларини ўрганиш.

Ишнинг мақсади. Моддаларнинг инфрақизил ва ультрабинафша нурларни ютиш ва қайтариш спектрларини ўрганиш, ютиш ва қайтариш спектрлари билан модда таркибидаги комплекс группа ва радикаллар тузилиши орасидаги назарий боғлиқликни ўрганиш.

Назарий қисм. Инфрақизил спектроскопия усули кимёвий бирикмлар спектрининг инфрақизил соҳасининг баъзи частоталарида танлаб ютиш хусусиятига эга эканлигига асослаган. Хар бир ютиш масаласи модда молекуласида атомларнинг маълум гуруҳи бирлигига боғлиқ. Молекуляр спектрларни характерлаш учун турли бирикмалардан фойдаланилади,

уларнинг энг асосийлари тўлқин узунлиги λ , тўлқин сонлари - γ ва тебраниш частоталаридир.

Инфрақизил нурлар – тўлқин узунлиги 0,76 дан 1000 мк гача (ёки тўлқин сонлари орқали ифодаланганда 13160 дан 10 см⁻¹гача) бўлган ораликда ётади. Қаттиқ моддага тушган ИК нурлар қисман қайтади, қисман модда орқали ўтиб кетади. Шу сабабли модданинг текис қилиб силлиқланган юзасига тушаётган нурлар оқими тегишли миқдорда камайиб қайтади. Бу ходисани қуйидаги формула ёрдамида ифодалаш мумкин:











$$I_p = P I_o$$







Бунда I_p – қайтган нурлар оқими, P – модданинг қайтариш коэффиценти, I_o – модда юзасига тушаётган нур оқими.

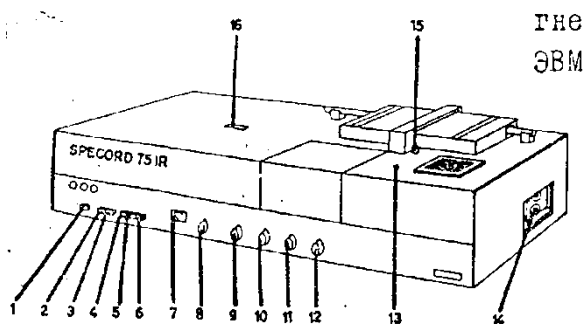
Тебранишлар характери ва частотаси модданинг табиатига молекулаларнинг жойлашишига, улар орасидаги масофага ва кимёвий боғланиш турига боғлиқ.

Валент боғлар бўйича содир бўладиган тебранишлар **валент тебранишлар**, уларга тик йўналишдагиларни эса **деформацион тебранишлар дейилади**. Агар модданинг кристалл панжарасида комплекс анион, катион ёки атомларнинг ўзаро мустаҳкам бириккан гуруҳи бўлса, частоталарни ёки уларга тўғри келадиган чизикларини интерпретация қилиш ва ҳисоблаш, ИҚ спектрлар бўйича моддаларнинг тузилишини ўрганиш осонлашади.

SPECORD 75 IR

1. Умумий прибор 
2. Тезлаштирилган олдинга юриш 
3. Тезлаштирилган орқага юриш 
4. Автоматик қайтариш стопори
5. Қўйиш 
6. Тўхтатиш 
7. Энергияни назорат қилиш
8. Тирқич дастури 
9. Кучайтиргич 
10. Кучайтиришни автоматик созлаш 
11. Самописцани торсини ўзгармас вақтга ўрнатиш 
12. Секинлаштиргич 
13. 100 фоизга ўрнатиш
14. Алмаштирувчи шестерналарни гитараси

15. Ёзиш блокининг боғланишини ўчирадиган клавиш
16. Тўлқин сонининг шкаласи
17. Призмати ҳарорат ишлови 
18. Қиздириш 
19. Сет 
20. Бир каналли ёзиш E
21. Автоматик кучайтиргич 
22. Қўл билан кучайтиргич 
23. Орқа томони
24. Ҳалқали ёзиш 



Инфрақизил спектроскопия спектрини ёзадиган ускуна Specord 75 IR

Ксилол изомерлари аралашмасини ИК-спектрини олиш.

Маълумки, ксилол – диметилбензол уч турли изомер ҳолатда бўлади, яъни диорта - , мета – ва параэтилбензолдир. Ушбу изомерларнинг эриш ҳароратлари мос ҳолда $-25,18$, $-47,87$ ва $+1326$ °С ни ташкил этади.

Ушбу изомерлар суюқ бўлганлиги туфайли уларни калий бромда олинмайди ва майда, яъни маслада олинади. Унинг таркибида С-Н боғи бўлганлиги туфайли ароматик бирикмаларнинг С-Н боғлиқлиги валент тебраниш соҳасига тўғри келади. Ушбу ҳолат С-Н боғининг текислик бўйича деформацион тебраниш ва текислик бўйича бўлмаган деформацион тебраниш соҳаларида ҳам халақит қилади.

Спектрал таҳлил афзалликлари:

1. Спектрал таҳлил металллар таркибини аниқлашда кенг қўлланилади. Кимёвий таҳлил билан солиштирганда, спектрал таҳлил юқори сезувчанлиги, аниқлиги, тезкорлиги, арзонлиги, бир таҳлил қилишни ўзида бир неча кимёвий элементни аниқлаш мумкинлиги билан ажралиб туради.

2. *Кимёвий таҳлил қотишмада элементнинг миқдори кўп бўлганда (5-10%) аниқлиги юқори бўлади. Спектрал таҳлил оз миқдордаги органикбирикмани аниқлашга имконият беради (мкг/грамм литрда ёки 0,001-0,005 %)*

3. *Гетеро органик бирикмани экспресс-таҳлил қилишида углерод миқдорини аниқлаш учун – ёндириш усули (аниқлиги 0,05%), олтингурут ва фосфорни аниқлаш учун – кимёвий таҳлил (аниқлиги 0,01%), кремний, марганец, хром, никел, молибден ва б. металларни аниқлаш учун – спектрал таҳлил (аниқлиги 0,1%) қўллаш мақсадга мувофиқдир.*

2-қисм: Ядро магнит резонанси усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш

Ишлатиладиган ускуналарнинг номланиши:

1. Радиоспектор 477 ВС. 60 мгц.
2. Магнит
3. Интегратор

Ишини бажариш тартиби:

Намуна моддани дейтро эритучисида эритилади. Эриган модданинг миқдорини 1% кам бўлмаслиги керак. Тайёрланган моддани филтраб капиллярга ўтказилади ва ускунага қўйилади. Олинган спектор герсларда ёки б, мил.дол. таҳлил қилинади: бошланиши яни м.д. кичик сонларда кучлий майдоннинг сигналлари ёзилади М.Д. катта қийматларида кучсиз майдондаги сигналлари ёзилади. Протон магнит резонанси спекторида МПР бензол халқасининг сигналлари 6-8 м.д. қийматларилда кузатилади. ПМР спекторида иккинчи чизик сигнал сезгирлиги бўлиб протонлар миқдорини бйлгилайди. Ушбу услубдан кимёвий силжис, сигнал сезгирлиги, спин-спин озоро тасир ва релаксация жараёни, яни алмашини вақти каби холотларни кузатиш мумкун.

3-қисм: Масс-спектрометрик усулдан фойдаланиб органик маҳсулотларни таркиби ва сифатини ўрганиш

Ишлатиладиган ускуналарнинг номлари:

1. HP GCIMS 6890/5973 маркалий масса селектив детекторли газ хроматографи:
2. Автосаиплер. Намунани автоматик равишда олади:

3. Инжектор. Маълум бир хароратда неча мкл намунадан колоннага автоматик равишда юборишини тaминлайди:
4. Ташқи қурилма. Калонкада чиқаётган фракцияларни детакторга совутмасдан ўтказиш:
5. Ион манбаи. Малекуляр ҳолатдаги гуруҳлар радикалларига айланади. (вакум асосида, 10^{-6} атмосферада):
6. Фотоэлемент. Радикалларни масса зарядга айлантиради:
7. Компютер. 150 минг маълумот структурали библиотик маълумотларга асосан чиқаётган масса зарядларни қайси ҳолатга тўғри келишини ҳисоблайди.

Ишни бажариш тартиби:

1. 40 паскалли гелий газлий балон очилади
2. Ускуна ёқилади а) Автосемплер, газ хроматограф қисми, детектор қисми ва компютер кетма-кетликда ёқилади
3. Керакий таланган услуб дастур орқалий ишга тушрилади
4. Органик эритувчилардан фойдаланиб намуна 50 мг/л концентрациядан амалга ҳолатда тайёрланади
5. Намунани автосемиер, намуна орқалий маълум услуб ёрдамида ускунада пик ҳолатида m/z бўйича библиотекa натижалари орқалий функционал гуруҳга эга моддаларни эҳтимоллик назарияси асосан неча структура ва улардан қанча фоиз борлиги аниқланилади.

3 – амалий машғулот . Углеводородлар аралашмаси таркибини газ-суюқликли хроматография усули билан аниқлаш. Газ-суюқликли хроматография усули билан углеводород газлари аралашмасини анализ қилиш.

1-қисм: Углеводородлар аралашмаси таркибини газ-суюқликли хроматография усули билан аниқлаш.

Ишнинг мақсади: Газ, суюқ ва кристал ҳолидаги органик моддаларни хроматограф ускунасида фойдаланиб сифат ва миқдорий таҳлил қилиш имкониятлари ўрганилади. Хром-5 хроматограф апаратининг тузилиши, асосий қисмлари ва уларнинг вазифалари. Берилган намунанинг хроматографик таҳлили асосида фракция таркибини аниқлаш.

Назарий қисм. Углеводородлар аралашмасини анализ қилишда газли хроматография кенг қўлланилади. Хоссалари бир-бирига яқин бўлган

углеводородлар аралашмасини одатдаги усулларда анализ кам эффективдир, улар селективлик нуқтаи-назардан ёмондир, мабодо қўлланилиши мумкин бўлган тақдирда ҳам анализ учун кўп вақт талаб қилади.

Газли хроматография анализни юқори эффективлик ва тезликда олиб бориш талабларига жавоб беради. Хозирги пайтда айрим компонентларга ва уларнинг гуруҳларига нисбатан селектив бўлган суяқ фазалар мавжуддир. Кўп ионли углеводородлардан таркиб топган аралашмаларни ажратиш усуллари тадқиқ қилинган.

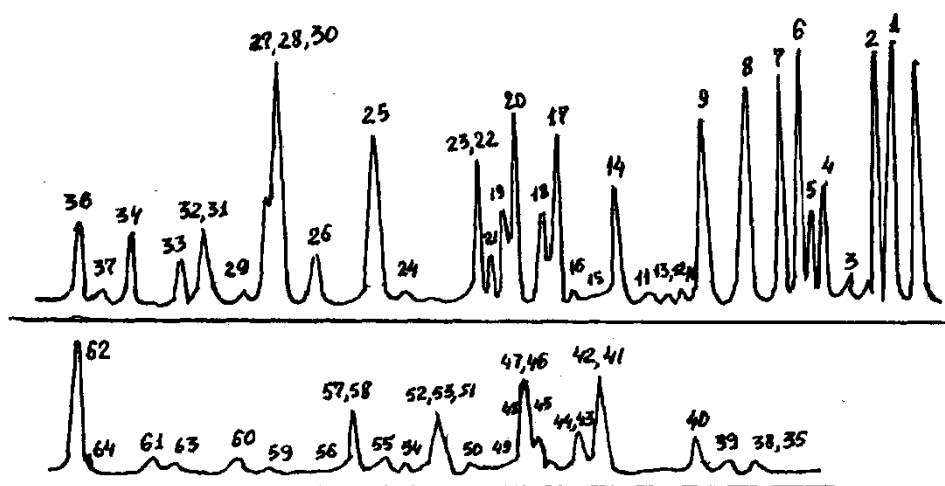
Стационар фазани танлаш аралашманинг сифат ва миқдорий таркибига боғлиқдир. Нополяр суяқ фазада аралашма у таркиб топган компонентларнинг углерод атомлари сонига боғлиқ ҳолда ажралади. Шу сабабли бундай фаза гомолитик қатор углеводородларини (масалан, метан, этан, пропан ва шу кабилар) ажратишда қулайдир. Ушбу типдаги фазалар айрим углеводородлар гуруҳи қуйидаги тартибда чиқади: изопарафинлар, олефинлар, парафинлар, нафтенлар.

Поляр суяқ фазаларда аралашма моддаларидаги углерод-углерод боғи энергиясига боғлиқ ҳолда компонентлар ажралади, бу эса изомерларни ажратишда қулайдир. Моддалар қуйидаги таркибда қайд қилинади: изопарафинлар, нафтенлар, олефинлар, ацетилен бирикмалар.

C_1-C_5 углеводородлар. Ёқилғи, нефт-кимёвий синтези ҳомашёси ва бошқа кўпгина системалар учун керак бўлган енгил углеводородларни (C_1-C_3) таркибини анализ қилиш газ-адсорбцияни ҳамда газ-суяқликли хроматография усуллари билан амалга оширилиши мумкин.

Парманент газлар билан енгил углеводородлар аралашмасини икки усул: икки босқичли схема йўли ёки ҳароратни дастурлаш йўли билан анализ қилинади.

Бензин типдаги аралашмалар. Бензин фракцияларини индивидуал таркибини етарлича аниқлаш имкониятини капилляр колонкаларда анализ қилиш орқали амалга оширилади. Қўзғалмас фазалар сифатида одатда сквалан, октадицен-1, фталатлар, вакуум сурков мойи ва бошқалар ишлатилади. Шу билан биргаликда колонканинг эффективлиги 100000–200000 назарий ликопчадан иборат бўлиши керак. 8-расмда 30°C да узунлиги 150 м бўлган октадицен-1 фазали колонкада олинган бензин фракциясининг хроматографияси келтирилган.



8-расм. Узунлиги 150 м бўлган октадецен-1 фазали, 30°C да ушланган 125°C гача ҳароратда қайнаб кетувчи бензин фракциясининг хроматографияси: 1-изопентан; 2-н-пентан; 3-2,2-диметилбутан; 4-циклопентан; 5-2,3-диметилбутан; 6-2-метилпентан; 7-3-метилпентан; 8-н-гексан; 9-метилциклопентан; 10-2,2-диметилпентан; 11-бензол; 12-2,4-диметилпентан; 13-2,2,3-триметилбутан; 14-циклогексан; 15-3,3-диметилпентан; 16-1,1-диметилциклопентан; 17-2-метилгексан; 18-2,3-диметилпентан; 19-цис-1,3-диметилциклопентан; 20-транс-1,2-диметилциклопентан; 23-3-этилпентан; 24-2,2,4-триметилпентан; 25-н-гептан; 26-цис-1,2-диметилциклопентан; 27-метилциклогексан; 28-этилциклогексан; 29-2,2,3,3-тетраметилбутан; 30-2,2-диметилгексан; 31-этилциклопентан; 32-2,5-диметилгексан; 33-2,4-диметилгексан; 34-транс-, цис-1,2,4-триметилциклопентан; 35-толуол; 36-транс-, цис-1,2,3-триметилциклопентан; 37-3,3-диметилгексан; 38-2,3,4-триметилпентан; 41-2,3-метилэтилпентан; 42-2,3-диметилгексан; 43-цис-, транс-1,2,4-триметилциклопентан; 44-цис-, транс-1,2,3-триметилциклопентан; 45-3,4-диметилгексан; 46-2-метилгептан; 47-4-метилгептан; 48-3,3-метилэтилпентан; 49-цис-, цис-1,2,4-триметилциклометан; 50-3-этилгексан; 51-3-метилгептан; 52-1,1-диметилциклогексан; 53-транс-1,4-диметилциклогексан; 54-цис-1,3-диметилциклогексан; 55-транс-1,3-этилметилциклопентан; 58-1,1-этилметилциклопентан; 59-цис-, цис-1,2,3-диметилциклогексан; 62-н-октан; 63-цис-1,4-диметилциклогексан; 64-изопропилциклопентан.

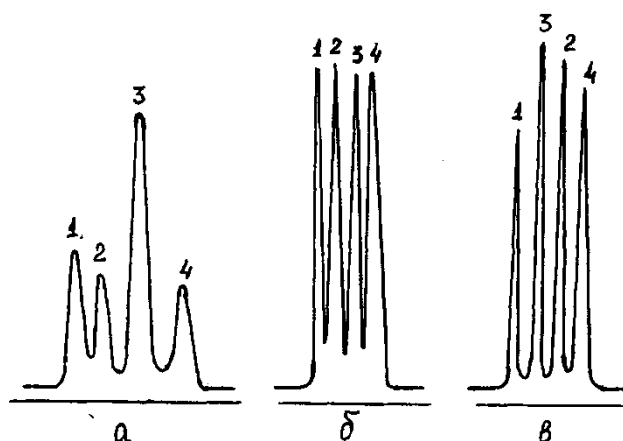
Берилган ҳароратни қатъий ушлаб туриш лозим, чунки унинг катта бўлмаган ўзгариши оқибатида моддаларни бир-биридан тўлиқ ажратиши, ҳаттоки чўққиларнинг чиқиш тартиби ҳам ўзгариб кетиши мумкин. Бензин фракциялари компонентлари углеводородларнинг ушланиш индекслари қийматлари асосида идентификация қилинади.

Ароматик углеводородлар, ксилоллар, этилтолуол ва бошқа ароматик углеводородларни насадкали колонкаларда ажратиш учун кўзғалмас фаза сифатида бентонилларни органик ҳосилалари (бентон/ни ёхуд суяқ кристалларни ишлатиш мақсадга мувофиқдир. Мортимер ва Джентлар кўрсатганидек 99,9% тозаликдаги м–ва п–ксилолларни скваланли колонкада (78°C даги ҳажмлар ушланиш нисбати 1,015 га тенг) ажратиш учун эффективлиги 10000 назарий ликопчага тенг бўлган колонка талаб қилинади. 7,8–Бензохинолинли (ҳажмлари ушланиш нисбати 1,0 ГО) колонкада эса зарур бўлган эффективлик 8500 назарий ликопчадан иборат бўлади. Бентонид–34 солинган колонканинг эффективлиги (70°C даги келтирилган ҳажмлар ушланиш нисбати 1,265) шу вақтнинг ўзида фақат назарий ликопчадан таркиб топган бўлиши мумкин.

Бентонии камчиликлари сифатида м–ксилолни кучли ушлаб қолишини ва бунинг оқибатида уни о–ксилолдан ёмон ажралишига олиб келишини айтиб ўтиш жойиздир. Шу сабабли Монтимер ва Джентлар бентонни силикон мойи билан аралашмасини ишлатдилар. Ҳамма тўртала C₈–алкилароматик углеводородларни эквикритериал ажратиш учун кўзғалмас фаза сифатида 60 оғирлик % да бентон–34 ва 40 оғирлик % да динонилфталат ишлатиш тавсия этилади (9а - расм).

Ароматик изомерларни ажратишда юқори селективлиги эга бўлган ватанимиз маҳсулоти бўлмиш бентон–245 ҳам кўрсатилган (9б - расм).

Суяқ кристаллик кўзғалмас фазалар юқори мета–пара селективликлари билан бир қаторда C₈–алкилбензолларни етарли даражада бир–текис ажралишларини таъминлайди ва шу боисдан яқка тартибдаги кўзғалмас фаза сифатида қўлланилиши мумкин. 9а–расмда 20% ли п,п–метоксиэтоксизоксибензолли хромосорб Р ли, узунлиги 3 метрли колонкали 93°C да олинган хроматаграмма келтирилган. Азотнинг тезлиги 40 мл/мин. Бўлгандаги анализ давомийлиги 15 минутга, п-ва м–ксилоллар ушланиб ҳажмлари нисбатлари 1,125–1,13 га тенгдир.



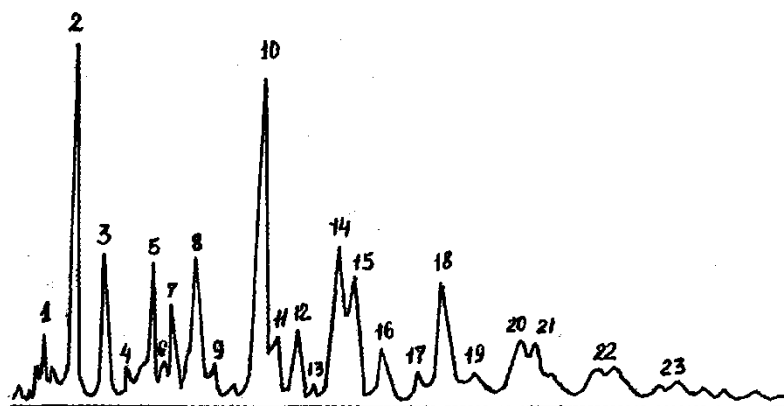
9-расм. Хроматограммалар: а) - 75°С да, бентон-34 ва динонилфталат аралашмаси билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада; б) - 75°С да бентон-245 ва вазелин мойи аралашмаси билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада; в) - 93°С да п,п'-метоксиэтоксизоксибензол билан модификация қилинган хромосорб тўлдирилган колонкада.

1-этилбензол; 2-пара-ксилол; 3-метаксилол; 4-орто-ксилол.

Бентонлар ва суюқ-кристаллик кўзгалмас фазаларни бициклик ароматик углеводородларни анализ қилишда ҳам ишлатиш мумкин.

Масалан, изомерли диметилнафталинларни ажратиш учун умумий узунлиги 7 м бўлган полиэтиленгликоль-2000 ва п,п'-азоксифенетолли колонкалардан фойдаланилган. Изомерли ароматик углеводородларнинг мураккаб аралашмалари капиляр колонкаларда ҳам анализ қилинади. Масалан, моно-ва бициклик ароматик углеводородларни анализ қилишда кўзгалмас фаза сифатида м-бис (м - феноксифенокси) (бензол) сифатида эфири ҳам ишлатилади; сквалан ҳам ишлатилиши мумкин.

Тошкўмир мойини Зауэрланд анализ қилган. 10-расмда ҳам мойни ярим метрли силикон эластомери-30 (20% хромосорбда) да ҳарорат 90 дан 315°С гача дастурланганда олинган хроматограммаси берилган.



10 расм. Тошкўмир мойи хроматограммаси: 1-инден; 2-нафталин; 3-метилнафталин; 4-дифенил; 5-диметилнафталин; 6-аценафтен; 7-дифениленоксид; 8-флуорен; 9-метилфлуорен; 13-2-фенилнафталин; 14-флуорантетрацен; 20-бензофлуорантен; 21-бензофирен ÷ перилен; 22-пицен; 23-коронен.

Торроқ фракцияларни апиезон, полиэтиленгликол, дульцит ва силикон эластомерилик изотермик режимда ва дастурланган ҳароратли колонкаларда анализ қилинган.

Ҳаво таркибидаги углеводородларни аниқлашда аввал улар адсорбентга ёки диметилсульфоланган паст ҳароратда ютирилади, сўнгра совутишни тўхтатиб, иситилади ва ташувчи-газ ёрдамида ажратиш колонкасига

юборилади.

Газ–суюқликли хроматография усули билан газлар (модда буғлари) аралашмасини (намунани) ажралиши ташувчи–газ оқими воситасида колонкага жойланган қўзғалмас ҳолатдаги сорбент орқали ҳаракатланиши оқибатида амалга ошади. Газ фазадаги модда концентрацияси сорбент–ташувчи–газ системасида тақсимланиши билан ифодаланиб, Генри коэффициентлари қийматига боғлиқ бўлади.

Мавжуд модда учун Генри коэффициентлари қиймати нисбат билан ифодаланади:

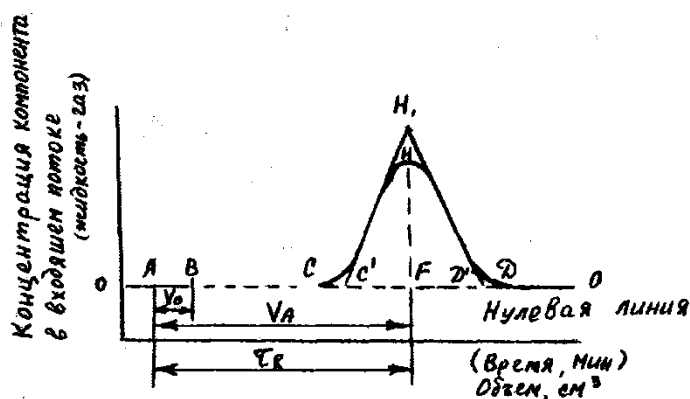
$$\Gamma = \frac{C}{C_r}$$

Бу ерда: Γ –генри коэффициентлари;

C –сорбентнинг бирлик ҳажмдаги модда миқдори;

C_r –ташувчи–газ бирлик ҳажмдаги модда миқдори.

Ўзи ёзиб олувчи қурилма томонидан ёзиб олинган хроматограмма колонкадан чиқаётган аниқланаётган компонент миқдори билан намуна киритилган вақтдан бошлаб колонка орқали ўтказилган аралашма ҳажми орасидаги боғлиқликни кўрсатувчи эгри чизиқни ифодалайди (11 - расм).



11–расм. Бир компонент учун анализнинг кўринадиган чиқиши эгри чизиғи.

Калибрлаш коэффициентларини аралашманинг бир компонентига $K=1,0$ деб қабул қилиб, қолганларини унга нисбатан аниқланади. Бунинг учун бири стандарт, иккинчиси K қиймати топилиши лозим бўлган бинар аралашма хроматограммаси ёзиб олинади. Бунда анализ қилинаётган аралашмадаги моддаларга мос хроматографик чўққи юзалари нисбатларига монанд ҳолдаги маълум оғирлик нисбатлардаги бинар компонентли аралашма бўлиши керак. Калибрлаш коэффициентлари қиймати қуйидаги формула билан ҳисобланади:

$$K_i = \frac{g_i \cdot S_{CM}}{g_{CM} \cdot S_i}$$

Бу ерда: g_i ва g_{cm} —бинар аралашма тайёрланаётгандаги анализ қилинаётган ва стандарт моддаларнинг граммларда ифодаланган миқдори.

Аниқлаш усули: Узунлиги 170 см, ички диаметри 6 мм бўлган колонка 0,25–0,50мм донаторликка эга бўлган қаттиқ ташувчи–ИНЗ–600 маркали ғишт билан тўлатилади. Ушбу ташувчи колонкага жойлангунча ўз оғирлигини 10%-м миқдорида полиэтиленгликольадипинат ёки динонилфталат билан шимдирилади ва хроматограф термостатига ўрнатилади. Термостат ҳароратини 80°C гача кўтарилади ва бутун тажриба давомида бирдай ушлаб турилади. Бутун системани гелий (водород) билан шамоллатилган сўнг ҳамда топшириқ бўйича қурилмани режимга чиқарилгандан сўнг “” чизиғини доимилигига эришилади. Ташувчи–газ гелий (водород) нинг хажмий тезлиги 100 см³/мин. атрофида бўлиши керак.

Хроматографга модда намунаси микрошприц ёрдамида 1-5 мкл миқдорда киритилади. Намунанинг хажмини чиқаётган ҳамма чўққилар диаграмма қоғозига сиға олишини эътиборига олган ҳолда танлаб оладилар.

Индивидуал углеводородлар хроматограммаларини олиб, циклогексан бўйича уларнинг нисбий ушланиш хажмларини ҳисоблаб топилади. Олинган натижаларни қуйидаги 10–жадвалга жойлаштирилади.

10–жадвал.

Модда	L, мм	V _R нисб.
Циклогексан Бензол Толуол Этилбензол		1

Тадқиқот қилинаётган аралашма хроматограммаси ёзиб олинади ва маълумотлар жадвалга киритилади.

11–жадвал.

Чўққи тартиб рақами	L, мм	V _R нисб.	Модда	h мм	M 0,5	S	K	K x	Аралашмадаги модда миқдори, %

Аралашма компонентлари нисбий ушланиш хажмларини углеводородларнинг нисбий ушланиш хажмлари билан таққослаб, аралашма компонентларини индентификация қиладилар.

Стандартизация коэффиценти K ни олдиндан калибровка қилиб аниқлаш

Тадқиқот қилинаётган аралашма хроматограммасидаги мос компонентлар юзалар: нисбатлари яқин бўлган бинар калиблаш аралашмаларини тайёрланади. Асбоб (хроматограф) ни калибрланади.

Бензолнинг калибрлаш коэффициентини 1 га тенг деб қабул қилинади. Олинган натижалар 12–жадвалга киритилади.

12–жадвал.

Аралашма	Олинган миқдори, г	h, мм	M 0,5	S	K
Бензол					
Толуол					

Тадқиқ қилинаётган аралашма таркиби ҳисобланади.

Изоҳлар: 1. Хроматографни топшириқ бўйича кўрсатилган режимга чиқариш ўқитувчи (ёки масъул ходим) назорати остида амалга оширилади. Хроматограф уни чиқарган завод йўл–йўриғи (қўлланмаси) асосида ишлатилади. Асосий эътиборни ташувчи-газ келиш магистралларини герметиклигига қаратиш керак.

2. Ташувчи-газ сифатида водород ишлатилганда ёнувчи газлар билан ишлаш техника хавфсизлиги ҳамма қоидаларига риоя қилиниши керак. Хроматографдан чиқаётган водород маҳсус магистрал орқали атмосферага чиқариб юборилади.

2-қисм: Газ-суюқликли хроматография усули билан углеводород газлари аралашмасини анализ қилиш

Ишдан мақсад: Газ–суюқликли хроматография усули бўйича углеводород газлари аралашмаси таркибини аниқлаш.

Кириш: C₁-C₄ углеводородлар аралашмасини бир неча усуллар билан ажратиш мумкин: газ–адсорбцияли ёки газ-суюқликли хроматографиялар ёхуд модификацияланган адсорбентлар ёрдамида.

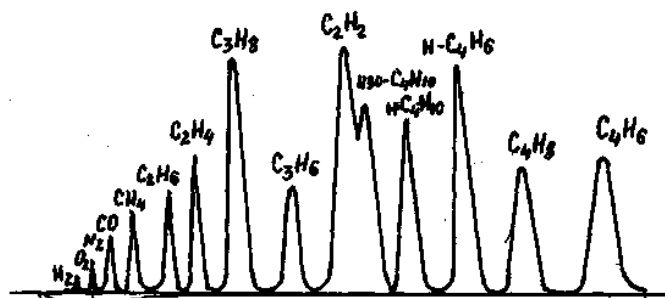
Парафинлар аралашмасини 50 см ли колонкада хона ҳароратида селикогелда осонгина ажратиш мумкин. Бироқ, ушбу адсорбентда колонканинг узунлиги хатто 6,6 м бўлган тақдирда ҳам н-бутилен, изо-бутилен ва бутадиенлар ўзаро ажралмайдилар.

Горн ўз ходимлари билан силикагель билан тўлдирилган 10 м ли колонкада изо-бутиленни н-бутилендан тўла ажратишга эришилган, бироқ, н-бутилен ва бутадиенга алоқадор чўққилар бир- бири билан кўшилиб кетган эди. Бундан ташқари, изо–бутан билан аллен (пропаден) ва метан билан углерод оксидлар бир–биридан чала ажралганлар. Бутун анализ 2 соат давом этади. Ушбу анализнинг бошқа шароитлари қуйидагилар эди: 23°C ҳарорат; силикашель заррачаларининг ўлчамлари 0,05 дан 0,1 мм гача, колнканинг диаметри 4 мм, водород оқимининг тезлиги 33 мл/мин.

Қуйи углеводородларни ажратишда алюмогель қулай адсорбентдир.

Анализни худди силикагель мисолидагидек шароитда амалга оширилади.

6,6 м узунлигидаги колонкада ацетилен билан изо-бутан ҳамда н-бутилен изо-бутиленларнинг аниқ бир-биридан ажратиши ажралиши кузатилади (12-расм)



12-расм. Қуйи углеводородларни алюмогельда ажралиши (колонканинг узунлиги—6,6м).

Бутиленлар ва бутадиенни ушланиш вақтини пасайтириш мақсадида адсорбент ҳароратини анализ бошдаги 20°С дан унинг охирида 155°С гача кўтариладилар.

Энг оддий углеводородларни ёки унга мураккаб бўлмаган аралашмаларни ажратишда активланган кўмир қулай адсорбентдир. Ушбу ҳолда узунлиги 35 см бўлган қисқа колонкалар етарлидир. Бундай углеводородларни модификацияланган адсорбентларда ажратиш қулайроқдир ва нисбатан калта колонкаларда деярли ҳамма углеводородларни ажралишига эришиш мумкиндир.

C₁-C₄ углеводородларни ишқор билан ишлов берилган алюмосиликат-дибутилфталат (3-5%) шимдирилган алюмосил тўлатилган диаметри 6мм, узунлиги 4 м колонкада ажратиш мумкин. Тўлатилган бу модда ўрнига себацин кислотанинг диоктил эфири (1,5 оғирлик %) шимдирилган силикагель ишлатиш ҳам мумкин.

Ацетилен углеводородларни диоктилфталат (40%) шимдирилган алюмогель солинган 2 м узунлиқдаги колонкаларда, ташувчи-газ азотда 25°С да ажратадилар.

Метандан бутиленларга бўлган углеводород газлар аралашмасини ажратишнинг усули-бу стационар фаза сифатида диметилсульфелен ишлатилишидир. Колонканинг узунлиги 16,5 м, диметилсульфолан (40%), колонка ҳарорати 0°С, ташувчи-газ сифатида 110 мл/мин. Оқим тезлигига эга бўлган гелий (азот ҳам ишлатилиши мумкин).

Углеводородларни тўлиқ ажратишда ишлатиладиган қулай суюқ фаза-диметилформамид (100 қисм ташувчига 40 қисм) дир. Колонка узунлиги—4 м, ҳарорат 0°С, ташувчигаз-гелий, оқим тезлиги 60 мл/мин. Кучли поляр суюқ фазада пропилен изо-бутилендан, ацетилен бутиленлардан кейин чиқади, метилацетилен эса ацетиленга нисбатан 2 баробар катта ушланиш вақти

билан чиқади. Бир бутилен 16,5 м узунликда колонкада пропилен–карбонат яхши ажралади.

Этил спиртини дегидротацияси жараёнида тозаланмаган этил спиртини ишлаб–чиқариш назоратида газохроматография усулнинг қўлланилиши эътиборга лойиқдир. Анализ шароитлари куйдагичадир: колонканинг узунлиги 2 м, динонилфталат (31%), ҳарорат 26°C, ташувчи газ–водород, оқим тезлиги 40 мл/мин.

Этанни саноатда олиш яна оралиқ маҳсулотларни активланган кўмир тўлатилган 22 см узунли колонкада ташувчи–газ сифатида углерод (II) оксидини 0,7 мл/мин. Оқимидан, фойдаланиб, 22°C да ажратади.

Ацетилен таркибидаги қўшимчаларни рей активланган кўмир билан тўлатилган колонкада аниқлади.

Техник пропанни (колонка узунлиги 2 м, ҳарорат 30°C, азот оқим тезлиги 25 мл/мин) ва пропан–пропилен техник аралашмасини узунлиги 1 м бўлган суюқ фазаси вазелин мойи (15%) ва диметилсульфоан (25%) дан иборат колонкада Ван де Каатс ажратган.

Техник бутадиенни анализи Янак ва Новаклар томонидан ишлаб чиқилган Муаллифлар аралашмани аввал катта бўлмаган, узунлиги 30 см, диаметр 7 мм бўлган, малеин ангидридли силикагель билан тўлдирилган колонкадан ўтказдилар. Бунда бутадиен ютилиб қолади, қолган қўшимчалар диметилформамид (20%) шимдирилган силикагель ажратиш колонкаси (узунлиги 3 м, диаметри 7 мм) ни ўтадилар, ташувчи–газ сифатида углерод (II) оксид (оқим тезлиги 42 мл/мин) ҳизмат қилди. Бутиленлардан ташқари ҳамма қўшимчалар ажраландилар. Уларни тўлиқ ажралишлари учун ҳароратни 0°C гача пасайтириш лозим.

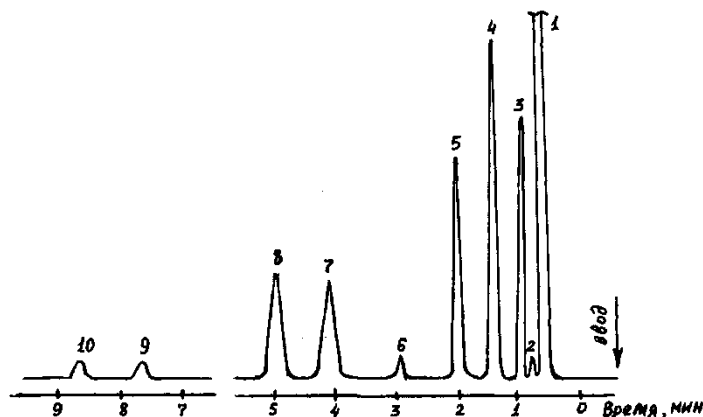
Сувда эриган углеводородларни аниқлаш мақсадида Янак ва Параловлар асбоб ясадилар ва унда анализ қилиш усулини ишлаб чиқдилар. Водород сульфид, карбонат ангидриди ва метанол Сақлаган табиий газни анализ қилиш усули. Кўпчиликка маълум бўлган адсорбентлардан фарқли ўларок ғовак сорбентлар поляри бирикмаларни кучсиз адсорбиланади. Поляри бирикмалар бўлган сув; спиртлар, гликолар катта бўлмаган ушланиш вақти билан ва симметрик чўққилар бериши билан характерланадилар (ушланиш кўрсаткичлари юқори доимийликка эгаликлари билан фарқланади). Бу эса уларни ўта сезгир гелийли детектор ва ҳароратни дастурлаш режимли аланга–ионизацион детекторлар билан бирга ишлатиш имкониятини беради. Бундай адсорбентларга стиролнинг ғовак сополимери бўлмиш поропақ ва полисорбларни кўрсатиш мумкин.

Тадқиқот ХЛ-4 газли хроматография олиб борилган. Асбобнинг қисмлари зангламайдиган пўлатдан тайёрланган. Ажралишнинг оптимал

шароитлари танлаш учун индивидуал компонентларни ушланиш вақти билан ҳарорат ва колонканинг узунлиги орасидаги боғлиқ аниқланган. Компонентлар ушланиш вақти ташувчи-газ 50 мл/мин. Сарф бўлганда полисорб–1 да қуйида келтирилган:

	мин. - сек.		мин. - сек.
CH_4	- - 46	CH_3OH	2 - 42
CO_2	- - 54	и- C_4H_{10}	4 - 20
H_2	1 - 30	н- C_4H_{10}	4 - 56
C_2H_6	1 - 7	и- C_5H_{12}	7 - 40
C_3H_8	2 - 3	н- C_5H_{12}	8 - 50

Бу боғлиқликни ўрганиш натижасида қуйидаги ажралиш шароитлари танлаб олинган: 0,25–0,5 мм фракцияли полисорб–1, ички диаметри 4 мм бўлган 6 м узунликдаги колонка, ҳарорат 120°C, ташувчи-газ тезлиги 3 л/соат, детектор токи 140 ма. Аралашма компонентлари 10 минут давомида қуйидаги тартибда колонкадан чиқадилар: метан, карбонат ангидрид, этан, водород сульфид, пропан, метанол, и-, н-бутан, и-, н-пентан (13–расмга қаранг).



13-расм. Таркибида водород сульфид, карбонат ангидрид, метаноли бўлган табиий газни компонентларга ажралиш: 1-метан; 2-карбонат ангидрид; 3-этан; 4-водород сульфид; 5-пропан; 6-метанол; 7-и-бутан; 8-н-бутан; 9-и-пентан; 10-н-пентан.

C_1 – C_5 углеводород газлари арашмаси таркибини миқдорини аниқлаш усули. 0,25–0,50 мм донадорликкача майдаланган диатомит суюқ диизоамилфталат билан қаттиқ фазанинг 15% оғирлиги миқдорида шимдирилади ва шу йўсинда тайёрлангач диаметри 6 мм бўлган, узунлиги 6 м колонкага жойланади.

Колонка УХ–1 ёки Хром–5 хроматографага ўрнатилиб, герметиклиги текширилгач, баллондан ташувчи–газ (водородни уланади).

Колонка термостати ҳароратини 50°C қилиб белгилаб, ташувчи-газни колонкадаги тезлигини 3 л/соат қилиб системасида ўтказилади. Ўзи ёзиш қурилмасида “ноль” чизиғи оғиш бурчагисиз тўғри чизиқ ҳолига келгандан

сўнг, асбоб анализга тайёр деб ҳисобланади.

Ҳар қандай таркибига эга бўлган C_1-C_5 газлар аралашмаси шприц ёрдамида 0,3 мл ҳажмда дозаторга киритилади. Анализ учун намунани киритилиши автоматик тарзда ўзи ёзиб олиш қурилмасида белгиланади. Колонка орқали ташувчи–газ ўтиши оқибатида аралашманинг компонентларга ажралиши 20–25 минут давом этади.

Тажриба тугагандан сўнг ташувчи-газ тўхтатилади, асбоб электр тармоғидан узилади, ўзи ёзиш қурилмаси қоғоз тасмасини қирқиб олиб, уни расшифровка қилинади ва аралашмани миқдорий таркиби шароитида компонентларнинг чиқим тартиби қуйидагича бўлади: метан, этан, этилен, пропан, пропилен, изо-бутан, н-бутан, изо-бутилен -бутилен–1, транс–бутан–2, цис–бутан–2, изо- пентан, 3–мтеилбутен–1, н–пентан, пентан–1, 2–метилбутен–1, пентан–2, 2–метилбутен–2.

Фойдаланиладиган адабиётлар рўйхати

1. Физические методы исследования в химии. Ю.А.Пентин, Л.В.Вилков. Мир, ООО «Издательство АСТ», 2003. – 683с.
2. Первоначальные сведения о методах ЯМР, масс-спектрометрии и ИК спектроскопии. учеб. пособие/ Б.Н.Тарасевич. 2014.
3. Определение строения органических соединений/ Э.Преч, Ф.Бюльманн, К.Аффольтер. 2006.
4. Идентификация органических соединений. Н.А.Анисимова. Горно-Алтайск: РИО. ГАГУ, 2009. 118с.
5. Применение УФ-, ИК-, ЯМР – спектроскопии в органической химии. ЛюА.Казицина, Рипол Классик.
6. Введение в стерохимию органических соединений: от метана до макромолекул / Ш.Р.Бакстон, М.Стенли – Москва: Мир, 2009, - 311с.
7. Компьютерная идентификация органических соединений / В.И.Вершинин, Б.Г.Дерендяев, К.С.Лебедев – Москва. Академкнига, 2002 -197с.
8. Спектральная идентификация органических соединений: метод. указания / О.В.Гришаева – Кемерово: КемГМА, 2010-60с. .
9. Методы УФ, ИК и ЯМР спектроскопии и их применения в органической химии; учеб. пособие/Дормитонтов. – Перм :ПГУ, 2001. - 79с.
10. Спектральные методы определения строения органических соединений: учеб. пособие / Н.М.Имашева. – Москва: КНОРУС; АстраханьАГУ, 2016. 83с.
11. Ильичев И.С., Лазарев М.А., Щепалов А.А. Основы физико-

химического анализа продуктов нефтепереработки и нефтехимического синтеза. Электронный учебно-методический комплекс. – Нижний Новгород: Нижегородский университет, 2010. – 163 с

12. Сапрыкин, А.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография/ А.В. Сапрыкин. – Харьков: Оригинал, 2007.

13. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – М.: Бином, 2003. – 493с.

14. <http://www.texhology.ru>

15. <http://www.iconstel.net>

16. <http://www.depozitfiles.com>

V. КЕЙСЛАР БАНКИ

1-КЕЙС

Муаммоли вазият: Шўртонгаз кимё мажмуасида табиий газни нордон газлардан тозалаб, унинг таркибидаги этан фракциясини ажратиб олиш ва уни пиролизлаш ҳамда хосил бўлган этилендан полиэтилен ишлаб чиқариш жорий этилган. Республикамиздаги бу корхонада ишлаб чиқарилаётган полиэтиленнинг сифати кўшни давлатларда ишлаб чиқарилаётган полиэтиленларнинг сифатидан юқори даражада бўлганлиги сабабли экспортбобдир. Технологиянинг узлуксиз ишлаши ва чиқарилаётган маҳсулотнинг сифати албатта унга берилаётган хом ашё таркиби, сифати ва ҳар бир технология босқичлардан олинаётган оралик ва кўшимча маҳсулотларни ўз вақтида, тезкор, физик кимёвий таҳлил усулларида оқилона фойдаланган ҳолда амалга оширишга боғлиқ. Шуртонгаз кимёси корхонасига берилаётган табиий газ таркибида этаннинг миқдори 2,0-2,2% ни ташкил қилиши ўрганилган. Демак, полиэтилен ишлаб чиқариш қуввати корхонага берилаётган хом ашё таркибидаги этаннинг миқдорига ва уни пирлиз қилиш жараёни аралашмасида этилен қаторида хосил бўлаётган кўшимча миқдордаги ацетиленнинг улушига боғлиқ. Республикамининг айрим конларида олинаётган табиий газ таркибида этаннинг миқдори 1,5 % дан ошмаслиги аниқланган. Шуларни ҳисобга олган ҳолда Шўртонгаз кимё мажмуасини узлуксиз ишлаши учун қандай имкониятлар мавжуд? Этан, этилен қайси корхоналарда ва қандай миқдорда мавжуд ва уларни қандай усуллар ёрдамида аниқланиши мумкин? Ўз таклифларингизни изоҳланг.

Умумий маълумотлар: Полиэтилен ишлаб чиқариш тараққиёти жамият тараққиёти билан узвий боғлиқ. Унинг асосий хусусиятларидан бири пишиқлигидир. Полиэтилендан турли хил уй рўзғор, безак буюмлари, техника асбоблари, иссиқлик ва товуш изоляция материаллар ясалади.

Полиэтиленнинг кашф этилиши турли-туман шакллардаги буюмлар, ҳар хил идишлар, полимер қувурлар қисқаси, турмуш учун зарур буюмларни кўплаб ишлаб чиқарилишига имконият яратди.

Йигирманчи аср давомида Ўзбекистонга полиэтилен гранулалари россиядан келтирилиб, улардан полимер маҳсулотлари тайёрланиб келинган. Хозирга қадар россияда олинадиган полиэтилен ва полипропилен гранулалари нефтнинг ёқилғи фракцияларини приолиз қилиш натижасида ҳосил бўлган сифати паст этилен ва пропилендан тайёланади. Мустақиллик даврида Республикамизда Шуртон ва Муборак газни қайта ишлаш заводлари қайта жихозланди. Улар ҳозирги даврга қадар газ конларидан олинаётган табиий газлар тозаланиб қувурлар орқали истемолчиларга ёқилғи сифатида етказилишига хизмат қилмоқдалар. Бундан ташқари МДХ давлатлари ичида биринчи бўлиб табиий газдан полиэтилен (Шуртон ГКМ) ва полиэтилен ва полипропилен (Устюрт ГКМ) ишлаб чиқариш корхоналари ишга туширилди.

Кейси бажариш босқичлари ва топшириқлар:

Бу кейс стади усулида кўзланган мақсад – полиэтилен ишлаб чиқаришдаги хом ашёларда этанни миқдори ва жараён босқичларидаги этилен, ацетиленларни аниқлаш учун инструментал усулларни ўрганиш.

Этилен нефтни қайта ишлашнинг қандай босқичлари газларининг таркибида учраши мумкин?

Ацетилен кўп бўлган пиролиз аралашмаси асосида сифатли полиэтилен материал ишлаб чиқаришдаги муаммоларни аниқланг ва ечимини таклиф этинг. Кейс ечимини жадвал шаклида келтиринг:

Муаммо тури	Келиб чиқиш сабаблари	Ҳал этиш йўллари

2-КЕЙС

Нефт маҳсулотлари ичидан ажратиб олинган алкилбензоллар таркибида физик кимёвий хусусиятлари бир бирига жуда яқин бўлган изомер ҳолидаги углеводородлар кенг учрайди. Уларнинг айримларини қайнаш ҳароратлари

бир-биридан ҳатто 1⁰С га ҳам фарқ қилмайди (метил-, этил-, пропил-, ва триэтилбензоллар, тетраэтилбензоллар). Шу сабабли уларни сифат ва миқдорий таркибини аниқлашда газ-суюқлик хроматография усулларидан фойдаланган ҳолда амалга оширилади. Аммо бу усулда бўлувчи колонка сифатида 50-150 м узунликдаги капилляр колонкалар қўлланилганлиги сабабли, намунани таҳлил қилиш вақти жуда чўзилиб кетади.

Нефт фракцияларидаги моно-, ди-, три-, тетра-, пента-, гексаалкил углеводородларини гуруҳлар бўйича миқдорий таҳлил қилиш учун дастлаб уларни аралашма ҳолида оксидлаш жараёни амалга оширилади. Алкилбензолларнинг оксидланиш жараёнидан моноалкилбензоллардан бензой кислотаси, диалкилбензоллардан о-, м-, п-фтал кислоталари в.х.к. лар ҳосил бўлади ва кимёвий таркиб шу ҳолатида аниқланади. Аммо бу кислоталар қандай изомерлар таркибига киришини аниқлаш учун инструментал физик-кимёвий таҳлил усуллари қўлланилади. Бунда инфрақизил (ИҚ) спектроскопия усули қўлланилиши мумкин.

Бензой кислотаси ишлаб чиқаришда қўлланиладиган толуолнинг таркибида қандай алкилбензол аралашмалари (ксилоллар) борлигини ИҚ спектрлари асосида аниқлаш мумкинми? Хом ашё таркибидаги механик қўшимчаларни қандай физик-кимёвий таҳлил усуллари ёрдамида аниқланиши мумкин?

Кейсни бажариш босқичлари ва топшириқлар:

Бу кейс стади усулида кўзланган мақсад – моддаларни ИҚ спектрлари асосида изо тузилишга эга бўлган бирикмаларни қандай аниқлаш мумкин? Хом ашё таркибидаги механик қўшимчаларни қандай физик-кимёвий таҳлил усуллари ёрдамида аниқланиши мумкин?

ИҚ спектрларни таҳлил этишда мавжуд муаммоларни аниқланг ва ечимини таклиф этинг. Кейс ечимини жадвал шаклида келтиринг:

Муаммо тури	Келиб чиқиш сабаблари	Ҳал этиш йўллари

VI. МУСТАҚИЛ ТАЪЛИМ МАВЗУЛАРИ

Мустақил таълимни ташкил этишнинг шакли ва мазмуни

Тингловчининг мустақил таълим иши муайян модулни хусусиятларини ҳисобга олган ҳолда қуйидаги шакллардан фойдаланиб тайёрлаши тавсия этилади:

- меъерий ҳужжатлардан, ўқув ва илмий адабиётлардан фойдаланиш асосида модул мавзуларини ўрганиш;
- тарқатма материаллар бўйича маърузалар қисмини ўзлаштириш;
- махсус адабиётлар ва интернет маълумотлар ёрдамида модул бўлимлари ёки мавзулари устида ишлаш;
- тингловчининг касбий фаолияти билан боғлиқ бўлган модул бўлимлари ва мавзуларни чуқур ўрганиш;
- танланган мустақил таълим мавзуси бўйича материал тўплаш ва тақдимот тайёрлаш (рус, ўзбек ёки инглиз тилида);
- махсус автоматлаштирилган дастурлар (МАТСН!) ёрдамида материал рентгенфазовий таҳлини бажариш.

Мустақил таълим мавзулари

1. Органик моддалар структурасини ва таркибини ўрганишда замонавий физик кимёвий таҳлил қилиш усуллари.
2. Кимё маҳсулотлари ва кимёвий ишлаб чиқаришдаги хом ашёларни замонавий таҳлил қилиш усуллари.
3. Органик маҳсулотларини замонавий инфрақизил спектрал таҳлил қилиш усули, унинг афзалликлари ва камчиликлари, усул аппаратлари.
4. Органик маҳсулотларини замонавий ядро магнит резонанси таҳлил қилиш усули.
5. Органик маҳсулотларини масс-спектроскопик таҳлил қилиш усули.
6. Органик маҳсулотлар (кислород, азот ва олтингугурт сақловчи органик бирикмалар) нинг инфрақизил спектрлари.
7. Кимё ва фармацевтика маҳсулотларини таҳлил қилишда замонавий инфрақизил спектроскопия усулини қўллаш.
8. Кристалл материаллар структурасини ўрганишда рентген таҳлилнинг ўрни ва ахамияти.
9. Органик кимё саноати маҳсулотларини ўрганишда хроматографик таҳлил усулларидан фойдаланиш имкониятлари.
10. Газ ва суюқ ҳолатдаги углеводород аралашмаларини газ-суюқлик хроматографияси усулида сифат ва миқдорий таҳлил қилиш.
11. Органик моддаларни ўрганишда юқори самарали суюқлик-суюқлик хроматография таҳлил қилиш усули.

12. Органик кимё саноати маҳсулотларини ўрганишда спектрал таҳлил усулларидан фойдаланиш имкониятлари.

VII. ГЛОССАРИЙ

Термин	Ўзбек тилидаги шарҳи
Физик-кимёвий таҳлил	тайёр маҳсулот олиш учун ишлаб чиқариш жараёнларида қўлланиладиган усул ва методлар мажмуини тўла таъминловчи ва шу билан бирга технологик жараёнларнинг турли босқичларидаги назоратни ҳам ўз ичига олган кимёвий, физик-кимёвий ва физикавий усуллар йиғиндиси.
Фотокалориметрик усул	- компонентларни аниқловчи фотокалориметрик усул эритмадан ўтадиган интенсив нурни камайиши даражасини моддадаги бўялган комплекс кўринишида аниқлашга асосланган.
Оптика усуллари	Бу гуруҳга умумий номи кристаллооптика деб аталувчи иммерсион таҳлил, металлографик таҳлил, монокристаллар таҳлили кирган бўлиб, улар маҳсус оптика асбоблари - поляризация ва металлографик микроскоплар орқали олиб борилади.
Органик маҳсулотларни физик-кимёвий таҳлилининг асосий усуллари	-микроскопия; электрон микроскопия; рентгенография; термография; ИҚ спектроскопия; ядро магнит резонанси (ЯМР); электрон парамагнит резонанси (ЭПР); электронография; хромотография; магнетохимия; изотропия; кимёвий анализ; спектрал анализ; бошқа усуллар.
Микроскопик усул	- илмий-текшириш ишлари олиб боришда микроскопни қўллаш ва микроскопик препаратлар ёрдамида жуда кичик, майда, фақат микроскоп билангина кўринадиган зарарчаларнинг специфик хусусиятларини аниқлашга қаратилган усулдир. У аниқ кимёвий усуллардан фойдаланиб, жуда оз миқдордаги моддаларни анализ қилиш

	имконини беради.
Микроскоп -	майда объектларни кўрсатувчи асбоб.
Инфрақизил нурланиш-	бу 0,76 дан 1000 мк гача тўлқин узунлигидаги (ёки тўлқин сонлари $13160-10\text{ см}^{-1}$) электромагнит нурланиш бўлиб - ёруғлик спектрлари (0,40 - 0,76 мк) ва радиотўлқинлар [$\lambda > 1\text{ см}^{-1}$ (1000мк)] оралиғидаги нурланишдир. Ҳозирги вақтда силикатларни ўрганишда кўпинча ИҚ нурланишнинг 2 дан 25-40 мк гача бўлган областлари қўлланилади. Нормал ИҚ нур оқими силлиқланган, ясси модда юзасига тушганда: а) ундан қайтади; б) модда заррачаларида ютилади ва ёйилади; в) нур ўтказилади.
Инфрақизилспектроскопик таҳлилнинг қўлланилиши -	а) органик бирикмалар; б) углеводородлар; в) полимер маҳсулотлар; г) органик сирт фаол моддалар; д) газ, суюқ ва кристалл ҳолдаги соф органик маҳсулотлар ва гетероорганик бирикмалар таҳлили.
Спектрометр ёки спектрофотометр	– ИҚ спектроскопия усулида қўлланадиган жихозлар ёрдамида нур чиқиш интенсивлиги ўлчанади ва улар детекторли қурилмага фокусировка қилинади.
ИҚС-12 (бир каналли, бир нурли), ИҚС-14 ва ИҚС-21 (икки каналли) ИҚ спектрофотометрлар	ИҚ нурларини ўтказиш, нур қайтарилиши ва нур ютиши спектрлари $0,76 \div 25$ мк тўлқинлари оралиғида махсус ИҚ спектрофотометрларда олинади.
Спектрал анализ	– Моддаларнинг кимёвий таркибини уларнинг оптикавий спектри бўйича аниқлаш спектрал анализ деб аталади. Бу анализ юқори температура таъсирида кўзғатилган атомларнинг ўзидан нур чиқариш интенсивлигини ўлчашга асосланган.
Спектрал сифат анализ -	моддаларни спектрлар ёрдамида сифат анализ қилишда текширилаётган модда

	берган спектр чизиқлари билан солиштириб кўрилади.
Миқдорий спектрал анализи	- тегишли спектр чизиқларининг интенсивлигини микрофотометрлар ёрдамида баҳолашга асосланган.

VIII. АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

Махсус адабиётлар

17. Физические методы исследования в химии. Ю.А.Пентин, Л.В.Вилков. Мир, ООО «Издательство АСТ», 2003. – 683с.
18. Первоначальные сведения о методах ЯМР, масс-спектрометрии и ИК спектроскопии. учеб. пособие/ Б.Н.Тарасевич. 2014.
19. Определение строения органических соединений/ Э.Преч, Ф.Бюльманн, К.Аффольтер. 2006.
20. Идентификация органических соединений. Н.А.Анисимова. Горно-Алтайск: РИО. ГАГУ, 2009. 118с.
21. Применение УФ-, ИК-, ЯМР – спектроскопии в органической химии. ЛюА.Казицина, Рипол Классик.
22. Введение в стереохимию органических соединений: от метана до макромолекул / Ш.Р.Бакстон, М.Стенли – Москва: Мир, 2009, - 311с.
23. Компьютерная идентификация органических соединений / В.И.Вершинин, Б.Г.Дерендяев, К.С.Лебедев – Москва. Академкнига, 2002 - 197с.
24. Спектральная идентификация органических соединений: метод. указания / О.В.Гришаева – Кемерово: КемГМА, 2010-60с. .
25. Методы УФ, ИК и ЯМР спектроскопии и их применения в органической химии; учеб. пособие/Дормитонтов. – Перм :ПГУ, 2001. -79с.
26. Спектральные методы определения строения органических соединений: учеб. пособие / Н.М.Имашева. – Москва: КНОРУС; Астрахань АГУ, 2016. 83с.
27. Ильичев И.С., Лазарев М.А., Щепалов А.А. Основы физико-химического анализа продуктов нефтепереработки и нефтехимического синтеза. Электронный учебно-методический комплекс. – Нижний Новгород: Нижегородский университет, 2010. – 163 с
28. Сапрыкин, А.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография/ А.В. Сапрыкин. – Харьков: Оригинал, 2007.
29. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – М.: Бином, 2003. – 493с.
30. <http://www.texhology.ru>
31. <http://www.iconstel.net>
32. <http://www.depositfiles.com>

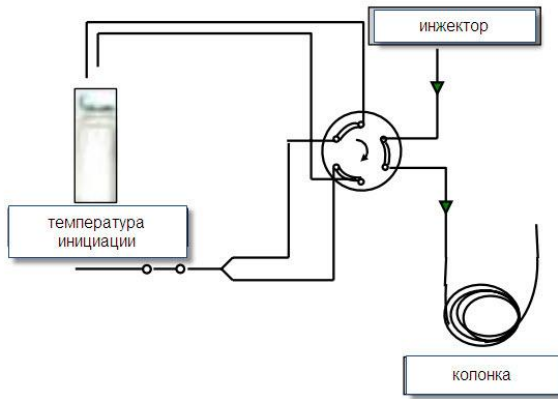
IX. ИЛОВАЛАР

ИЛОВА 1

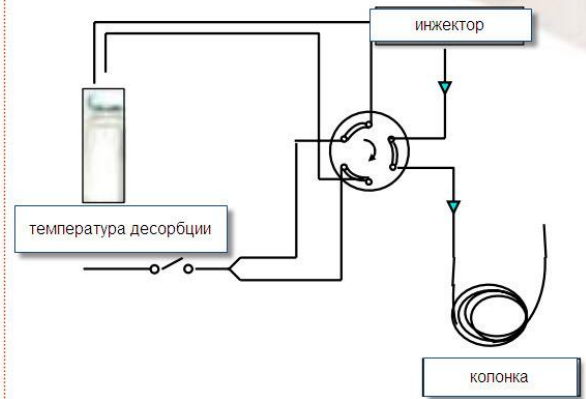
Gazxromotografyasi
Konik 5000B



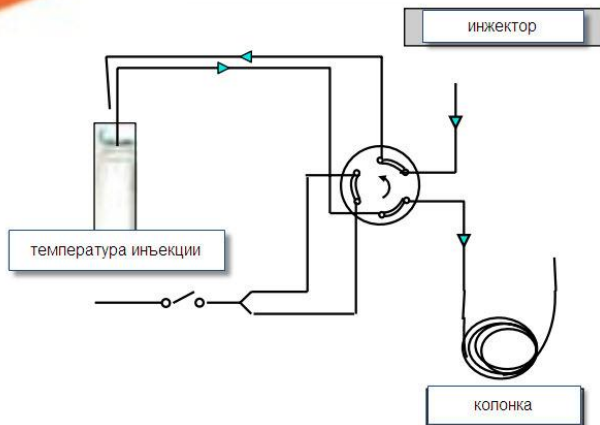
1. Инициация



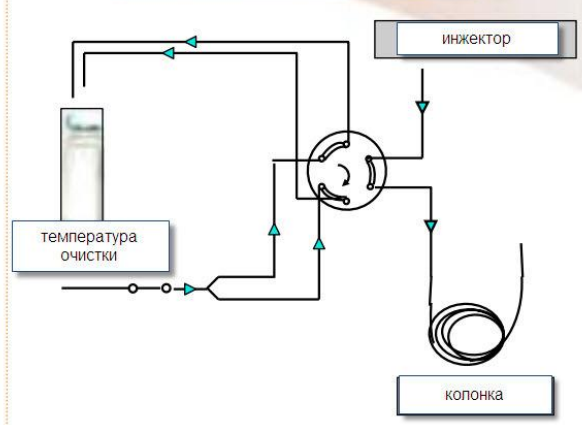
2. Десорбция



3. Инъекция



4. Очистка



Agilent Technologies
EVOLUTION of EXCELLENCE

1958 First Microprocessor Controlled GC
1973 5830GC
1976 5880GC
1979 First Fused Silica Capillary Column
1984 5890GC
2004 6890GC
7890A GC First Capillary Flow Device (u-clean switch)

ALS Overlapping
5th Generation EPC Control to 1/1000 psi
Extra Flow Control Options
Back Pressure Regulation
3 Detectors Simultaneous Detection
Easy to Maintain Turn Top Inlet
Faster Oven Cool Down
CAPILLARY FLOW TECHNOLOGY SUITE
• Union Connector
• Quick Swap for MSD
• Back Flush
• Splitters
• Deans Switch
• GC x GC
LAB MONITOR & DIAGNOSTIC SW
Cooperative Support, Intelligent Service
Performance Enhancement on GC/MS, TID, SIM/SCAN, DRS
Low-Bleed J&W Columns
Non-stick Plasma Treatment inlet supplies

ALL THE ELEMENTS for
Perfect Chemistry

ZMG, Hewlett-Packard, Agilent, and the Agilent logo are trademarks of Agilent Technologies, Inc. © 2004 Agilent Technologies, Inc.











Молекулярное и кристаллическое строение дихлатазола (1-фенил-4,5-бис-(дихлорбензоилоксиметил)-1,2,3-триазол)

В данном приложении приводятся результаты изучения молекулярного и кристаллического строения дихлатазола методом рентгеноструктурного анализа. Кристаллы дихлатазола были получены из раствора в этиловом спирте при комнатной температуре с медленным испарением в течении 2 суток. Кристаллы дихлатазола имеют следующие кристаллографические параметры: кристаллы моноклинные, $C_{24}H_{15}N_3O_4Cl_4$, $a=8.908(5) \text{ \AA}$, $b=19.567(5) \text{ \AA}$, $c=13.908(5) \text{ \AA}$, $\beta=104.010(5)^\circ$, $V=2352.1(17) \text{ \AA}^3$, $M=530.36$, $Z=4$, $D_{\text{выч.}} = 1.498 \text{ г/см}^3$ и кристаллизуются в пространственной группе $P2_1/n$.

В кристаллической структуре молекула дихлатазола располагается в общей позиции. Конформация и нумерация атомов молекуле дихлатазола показана в рис.1. Значения длин связей C5—N1 и C4—N2 в триазольном кольце соответственно равны 1.352(3) и 1.361(3) \AA . Значения этих расстояний значительно короче чем длины ординарной связи (1.443 \AA) и длиннее чем длины двойной связи (1.269 \AA) (Jinetal., 2004). Остальные значения валентных углов и межатомных расстояний в молекуле дихлатазола (табл) мало отличаются от стандартных величин [PoulingL.Theatureofthechemicalbond.N.Y.: Cornel Univ. Press, -1960. –644 p.]

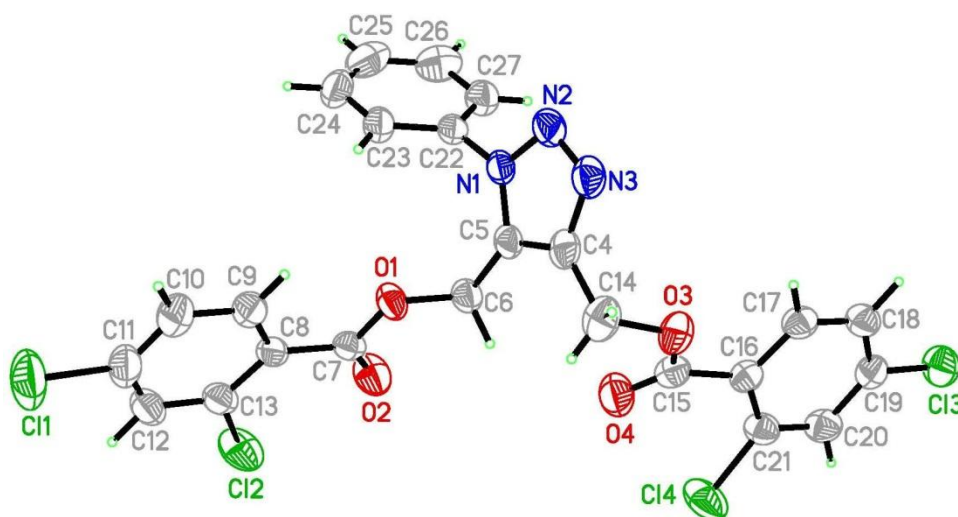


Рис. 1. Конформация и нумерация атомов молекуле дихлатазола.

В молекуле дихлатазоле триазольное кольцо (N1/N2/N3/C4/C5) имеет идеальную плоскую конформацию (с наибольшим отклонением от средней

плоскости 0.0037 (12) Å (атом N3)) и бензольные циклы дихлорбензоилокси- заместителей (C8/C9/C10/C11/C12/C13 и C16/C17/C18/C19/C20/C21) также имеют плоскую конформацию (с наибольшим отклонением от средней плоскости 0.0100 (13) Å (атом C11) и 0.0245(13) Å (атом C16)) и наклонены к плоскости триазольного кольца 81.58(8)° и 73.82(8)° соответственно. Диэдральные углы между бензольными циклами и соответствующими им карбоксильными фрагментами (O1/C7/O2 и O3/C15/O4) равны 5.92(0.39)° и 26.89(0.28)° соответственно. Диэдральный угол между триазольным и фенильным (C22/C23/C24/C25/C26/C27) циклом равен 72.04(7)°.

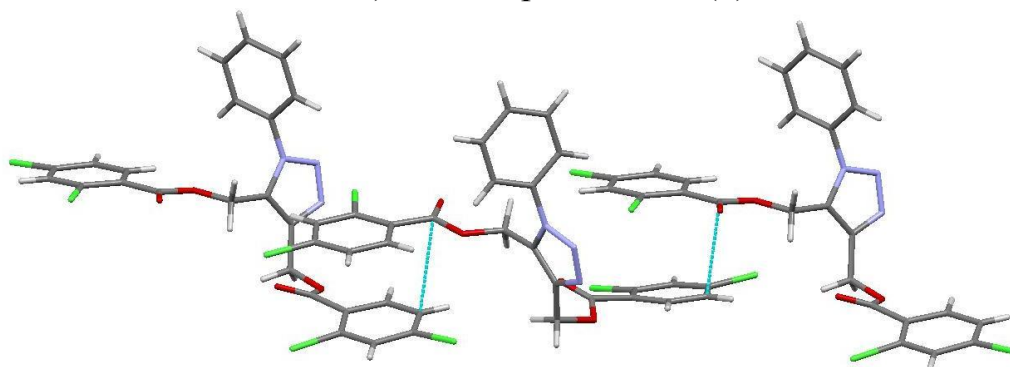


рис.2. Ассоциаты образующих π-π стэкинг взаимодействиями в кристаллической структуре дихлатазола

Кристаллическое строение дихлатазола характеризуется отсутствием типичных водородных связей, но оно стабилизируется π-π стэкинг взаимодействиями $Cg1 \cdots Cg2(x - 1/2, 1/2 - y, z + 1/2)$ 3.390 (1) Å посредством винтовой оси второго порядка (рис. ч). $Cg1$ $Cg2$ являются центроидами из атомов O1/O2/C7/C8/C9/C10/C11/C12/C13/C11/C12 и O3/O4/C15/C16/C17/C18/C19/C20/C21 C13/C14 соответственно. Итак, кристаллическая структура дихлатазола (рис. Цц) образуется с коэффициентом упаковки 69,2% и характеризуется π-π и вандерваалсовыми взаимодействиями.

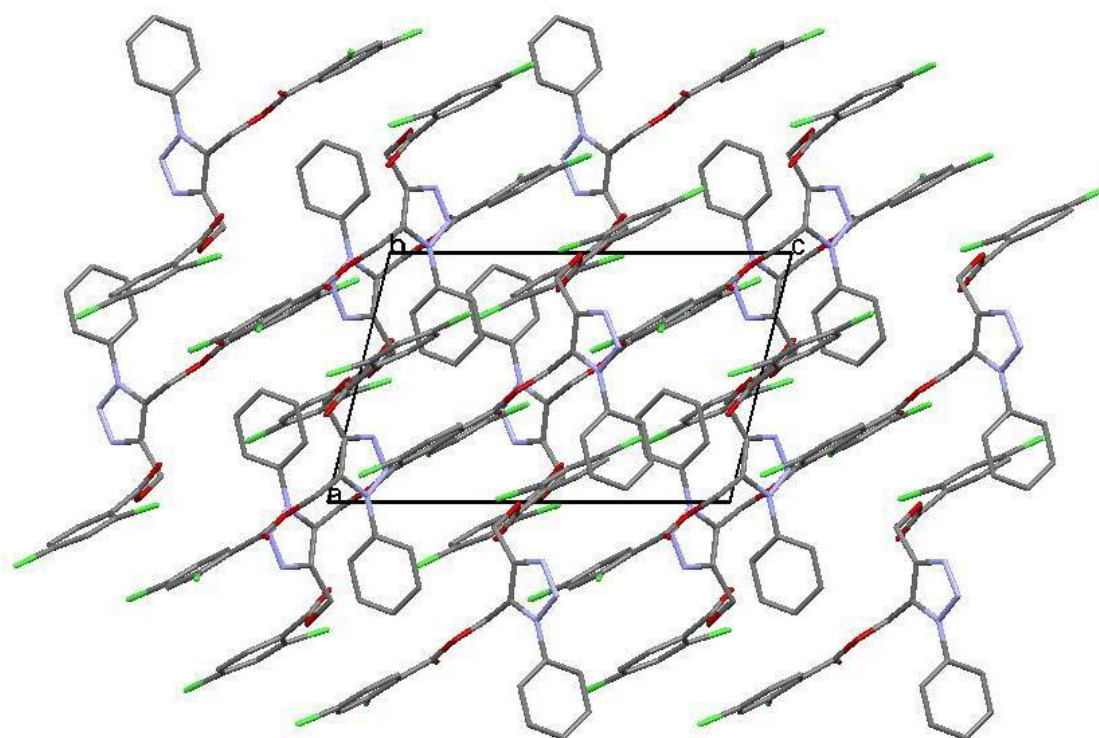


рис.3. Кристаллическое строение дихлатазола (атомы водорода спущены для четкости)

TableS5 – Длины связей в структуре дихлатазола

Атомы	Длины связей, Å	Атомы	Длины связей, Å
C11-C11	1.739(3)	C16-C21	1.396(3)
C12-C13	1.733(3)	C17-C18	1.379(3)
C13-C19	1.739(2)	C18-C19	1.380(3)
C14-C21	1.730(3)	C19-C20	1.376(3)
O1-C6	1.449(3)	C20-C21	1.381(3)
O1-C7	1.351(3)	C22-C23	1.379(3)
O2-C7	1.191(3)	C22-C27	1.383(3)
O3-C14	1.457(3)	C23-C24	1.382(4)
O3-C15	1.344(3)	C24-C25	1.365(5)
O4-C15	1.197(3)	C25-C26	1.379(4)
N1-N2	1.350(3)	C26-C27	1.377(4)
N1-C5	1.352(3)	C6-H6A	0.94(3)
N1-C22	1.438(3)	C6-H6B	0.97(2)
N2-N3	1.305(3)	C9-H9	0.95(3)
N3-C4	1.361(3)	C10-H10	0.94(3)
C4-C5	1.372(3)	C12-H12	1.00(3)
C4-C14	1.481(3)	C14-H14A	0.87(3)
C5-C6	1.491(3)	C14-H14B	0.94(3)
C7-C8	1.494(3)	C17-H17	0.92(2)
C8-C9	1.394(3)	C18-H18	0.96(3)

C8-C13	1.398(3)	C20-H20	0.98(3)
C9-C10	1.377(4)	C23-H23	0.93(3)
C10-C11	1.374(4)	C24-H24	0.93(3)
C11-C12	1.378(4)	C25-H25	0.92(4)
C12-C13	1.387(3)	C26-H26	0.97(3)
C15-C16	1.492(3)	C27-H27	0.88(3)
C16-C17	1.394(3)		

TableS6 – валентные углы в структуре дихлатазола

Атомы	Угол, в град.	Атомы	Угол, в град.
C6-O1-C7	114.41(15)	C8-C13-C12	121.4(2)
C14-O3-C15	115.75(17)	O3-C14-C4	112.0(2)
N2-N1-C5	110.64(17)	O3-C15-O4	123.38(19)
N2-N1-C22	119.67(16)	O3-C15-C16	111.29(16)
C5-N1-C22	129.68(17)	O4-C15-C16	125.3(2)
N1-N2-N3	107.12(18)	C15-C16-C17	120.07(18)
N2-N3-C4	109.52(17)	C15-C16-C21	122.47(19)
N3-C4-C5	107.98(17)	C17-C16-C21	117.31(19)
N3-C4-C14	120.32(19)	C16-C17-C18	122.0(2)
C5-C4-C14	131.7(2)	C17-C18-C19	118.7(2)
N1-C5-C4	104.72(17)	C13-C19-C18	120.44(17)
N1-C5-C6	122.60(18)	C13-C19-C20	118.34(17)
C4-C5-C6	132.53(19)	C18-C19-C20	121.2(2)
O1-C6-C5	108.15(16)	C19-C20-C21	119.3(2)
O1-C7-O2	122.26(18)	C14-C21-C16	122.21(18)
O1-C7-C8	110.73(16)	C14-C21-C20	116.42(17)
O2-C7-C8	127.00(19)	C16-C21-C20	121.4(2)
C7-C8-C9	119.94(18)	N1-C22-C23	119.61(19)
C7-C8-C13	122.80(18)	N1-C22-C27	119.13(19)
C9-C8-C13	117.22(19)	C23-C22-C27	121.3(2)
C8-C9-C10	122.2(2)	C22-C23-C24	118.6(2)
C9-C10-C11	118.8(2)	C23-C24-C25	120.6(3)
C11-C11-C10	119.9(2)	C24-C25-C26	120.5(3)
C11-C11-C12	118.5(2)	C25-C26-C27	119.9(3)
C10-C11-C12	121.6(2)	C22-C27-C26	119.1(2)
C11-C12-C13	118.9(2)	O1-C6-H6A	110.7(17)
C12-C13-C8	122.32(16)	O1-C6-H6B	109.6(14)
C12-C13-C12	116.29(18)	C5-C6-H6A	110.7(16)

Table S6 - Bond Angles (Degrees) (continued)
for: dil4 R = 0.04

C5 -C6 -H6B 111.0(15) C17 -C18 -H18 120.2(16)

H6A	-C6	-H6B	107(2)	C19	-C18	-H18	121.1(16)
C8	-C9	-H9	120.2(15)	C19	-C20	-H20	122.4(16)
C10	-C9	-H9	117.6(15)	C21	-C20	-H20	118.3(16)
C9	-C10	-H10	122.0(16)	C22	-C23	-H23	118.4(17)
C11	-C10	-H10	119.2(15)	C24	-C23	-H23	122.9(17)
C11	-C12	-H12	120.1(16)	C23	-C24	-H24	116.2(17)
C13	-C12	-H12	121.0(16)	C25	-C24	-H24	123.3(17)
O3	-C14	-H14A	110.9(18)	C24	-C25	-H25	123(2)
O3	-C14	-H14B	105.7(17)	C26	-C25	-H25	117(2)
C4	-C14	-H14A	110.8(18)	C25	-C26	-H26	124(2)
C4	-C14	-H14B	110.0(17)	C27	-C26	-H26	117(2)
H14A	-C14	-H14B	107(2)	C22	-C27	-H27	119.8(17)
C16	-C17	-H17	120.8(16)	C26	-C27	-H27	121.2(17)
C18	-C17	-H17	117.3(16)				

ИЛОВА 3

Рентгеноструктурный анализ производных бензолкетодикарбоновых кислот

Результаты изучения молекулярного и кристаллического строения диметилового эфира 1,3-бензолмонокетодикарбоновой кислоты (IXб)

Кристаллы получены из раствора в изопропанол. Кристаллы IXб имеют следующие кристаллографические параметры: кристаллы триклинные, $C_{11}H_{10}O_5$, $a=3.964(4)\text{\AA}$, $b=11.157(5)\text{\AA}$, $c=12.069(5)\text{\AA}$, $\alpha=88.36(5)^\circ$, $\beta=80.72(5)^\circ$, $\gamma=89.23(5)^\circ$, $V=526.5(7)\text{\AA}^3$, $M=222.19$, $Z=2$, $D_{\text{выч.}}=1.401\text{ г/см}^3$ и кристаллизуются в пространственной группе P-1. Координаты атомов водорода вставлены геометрически и уточнены с фиксированными параметрами изотропного смещения $U_{iso}=nU_{eq}$, где $n=1.2$, а U_{eq} – эквивалентный изотропный параметр смещения соответствующих атомов углерода. Окончательные факторы расходимости (R) равны по 900 отражениям $[I>2\sigma(I)]$ 0.077 и по всем 1837 отражениям 0.144.

В молекуле (рис.1) фрагмент состоящих из бензольного цикла, метоксикарбонильной группы при С(1) и карбонильной группы С(9)=О(3) имеет плоскую конформацию с среднеквадратичным отклонением 0.0263Å. Вторая метоксикарбонильная группа при атоме С(9) повернута на 60.5° относительно этого фрагмента. Значения валентных углов и межатомных расстояний в молекуле мало отличаются от стандартных величин (Табл. 1). Анализ упаковке молекул (рис.2) показывает, что стабилизация данной кристаллической структуре осуществляется за счет стекинг-взаимодействия между бензольными ядрами молекул IXб вдоль оси *a* (3.964 Å), а также посредством слабого С-Н...О-взаимодействия (табл.2).

Таблица 1

Длины связей и валентные углы в молекуле IXб

Атомы	Длины связей, Å	Атомы	Угол, в град.
O1- C7	1.184(5)	C7- O2 -C8	116.9(4)
O2- C7	1.340(5)	C10- O5 -C11	116.5(4)
O2- C8	1.450(5)	C6- C1 -C2	119.2(4)
O3- C9	1.220(5)	C6- C1 -C7	117.8(4)
O4 -C10	1.182(5)	C2 -C1 -C7)	123.0(4)
O5 -C10	1.305(5)	C3 -C2 -C1	120.5(4)
O5 -C11	1.454(5)	C2 -C3 -C4	120.4(4)
C1 -C6	1.384(6)	C3 -C4 -C5	119.0(4)
C1 -C2	1.385(6)	C3 -C4 -C9	119.8(4)
C1 -C7	1.494(6)	C5 -C4 -C9	121.2(4)
C2 -C3	1.380(6)	C6 -C5 -C4	120.2(4)
C3 -C4	1.390(5)	C5 -C6 -C1	120.7(4)
C4 -C5	1.392(6)	O1 -C7 -O2	122.4(4)
C4 -C9	1.470(6)	O1 -C7 -C1	124.6(4)
C5 -C6	1.382(6)	O2 -C7 -C1	112.9(4)
C9 -C10	1.528(6)	O3 -C9 -C4	123.2(4)
		O3 -C9 -C10	117.9(4)
		C4 -C9 -C10	118.8(4)
		O4 -C10- O5	125.6(4)
		O4 -C10- C9	122.4(5)
		O5 -C10- C9	111.9(4)

Геометрия водородных связей в изученной структуре: расстояния (Å) и углы(град.)

Н-связь	симметрия	D...A, (Å)	D-H, (Å)	H..A, (Å)	Угол, (град)
C6-H6a .. O4		3.394	0.93	2.61	130
C8-H8b .. O5		3.599	0.96	2.64	175
C11-H11a .. O1		3.598	0.96	2.71	152

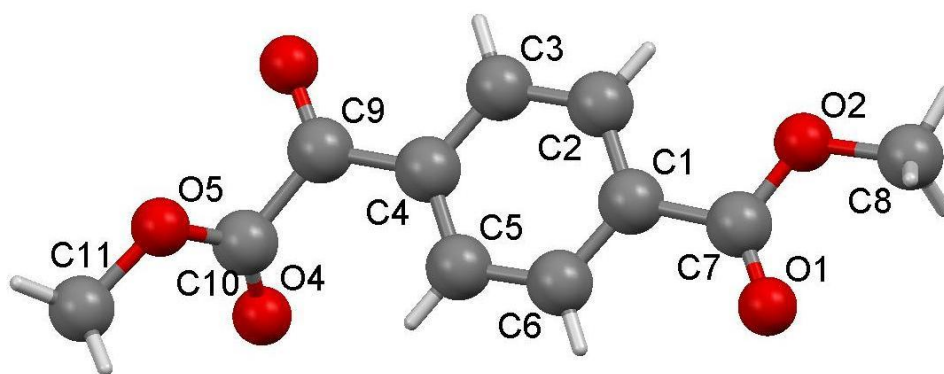


Рис. 1. Конформация и нумерация атомов в молекуле IXб.

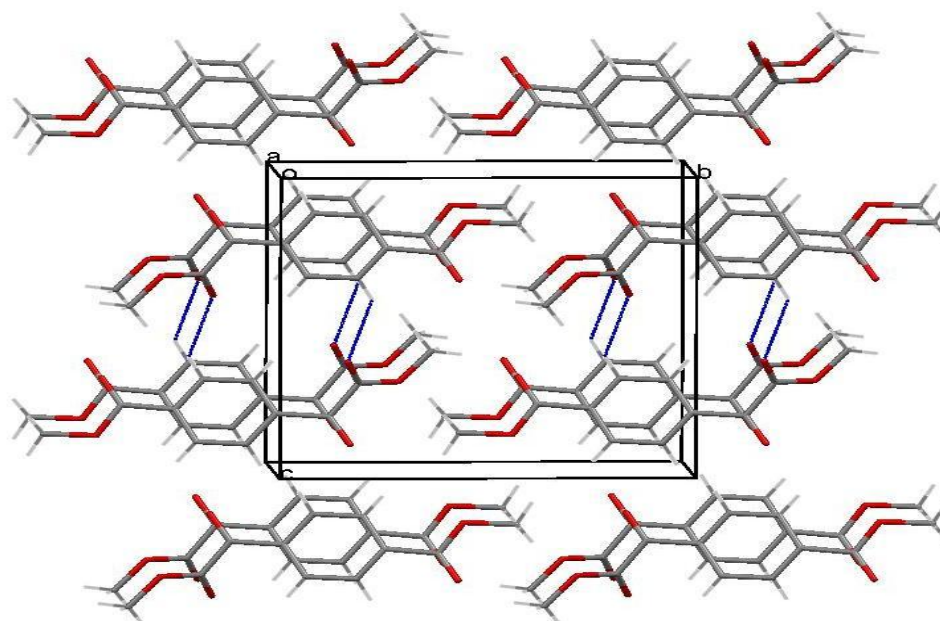


Рис.2. Кристаллическая структура IXб.

**Результаты рентгеноструктурного анализа моногидрата сольвата
дисемикарбазона диметилового эфира 1,3
бензолдикетодикарбоновой кислоты с этанолом**

Кристаллы моногидрата сольвата дисемикарбазона диметилового эфира 1,3 бензолдикетодикарбоновой кислоты с этанолом получены из раствора в этаноле. Кристаллы имеют следующие кристаллографические параметры: моноклинные, $C_{14}H_{16}N_6O_6 \cdot C_2H_6O \cdot H_2O$, $a=7.5802(4)\text{Å}$, $b=12.1259(7)\text{Å}$, $c=23.029(2)\text{Å}$, $\beta=97.234(8)^\circ$, $V=2099.9(4)\text{Å}^3$, $M=428.41$, $Z=4$, $D_{\text{выч.}}=1.355\text{ г/см}^3$ и кристаллизуются в пространственной группе $P2_1/c$. Температура плавления кристаллов равна $120-121^\circ\text{C}$. Координаты всех атомов водорода найдены экспериментально. Окончательные факторы расходимости (R) равны по 2927 отражениям [$I > 2\sigma(I)$] 0.042 и по всем 4317 отражениям 0.063.

Независимая часть элементарной ячейки состоит из одной молекулы дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты, одной молекулы этанола и одной молекулы воды (рис.3). Бензольное кольцо в молекуле дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты (C1/C2/C3/C4/C5/C6) имеет плоскую конформацию с наибольшим отклонением от среднеквадратичной плоскости $0.0101(11)\text{ Å}$ (атом C3), плоскости двух мета-замещенных фрагментов C1/C7/C8/N1/N2/O1/O2 и C3/C11/C12/N4/N5/O4/O5) образуют двухгранный угол с плоскостью бензольного ядра $64.48(4)^\circ$ и $70.08(5)^\circ$ соответственно. Значения валентных углов и межатомных расстояний в молекуле мало отличаются от стандартных величин (табл.3).

В кристаллической структуре, молекулы дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты образуют centrosymmetric пары ассоциатов с помощью N2-H...O3 и N5-H...O3 водородных связей (рис.4). Эти ассоциаты H-связаны с молекулами воды (O1W-H1...O5, O1W-H2...O6, N6-H...O1W) и этанола (N6-H...O7, N3-H3...O7, O7-H7...O2) (табл.16). Следует отметить, что каждая молекула становится донорами или акцепторами водородных связей в межмолекулярных взаимодействиях. Следовательно, этими водородными связями в кристаллической структуре образуются двумерно-связанные каркасы параллельные к кристаллической плоскости $\{100\}$.

Таблица 3.

Длины связи и валентные углы в структуре моногидрата сольвата
дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой
кислоты с этанолом

АТОМЫ	Длины связей, Å	АТОМЫ	Угол, в град.
O1- C8	1.3229(19)	C8 -O1- C9	116.45(14)
O1 -C9	1.453(2)	C12- O4- C13	116.6(2)
O2 -C8	1.207(2)	C7 -N1 -N2	118.48(13)
O3 -C10	1.2343(19)	N1 -N2 -C10	119.72(13)
O4 -C12	1.327(3)	C11 -N4 -N5	119.37(15)
O4 -C13	1.454(3)	N4 -N5 -C14	119.03(17)
O5 -C12	1.210(2)	C6 -C1 -C2	119.51(15)
O6 -C14	1.222(2)	C6 --C1 -C7	120.62(14)
N1 -C7	1.2900(19)	C2 -C1 -C7	119.84(14)
N1 -N2	1.3468(18)	C1 -C2 -C3	120.40(16)
N2 -C10	1.377(2)	C4 -C3 -C2	119.64(15)
N3 -C10	1.326(2)	C4 -C3 -C11	122.83(15)
N4 -C11	1.285(2)	C2 -C3 -C11	117.51(15)
N4 -N5	1.354(2)	C3 -C4 -C5	120.02(16)
N5 -C14	1.389(3)	C6 -C5 -C4	120.47(18)
N6 -C14	1.332(3)	C5 -C6 -C1	119.93(16)
C1 -C6	1.390(2)	N1 -C7 -C1	125.37(14)
C1 -C2	1.392(2)	N1 -C7 -C8	113.15(13)
C1 -C7	1.484(2)	C1 -C7 -C8	121.47(13)
C2 -C3	1.394(2)	O2 -C8 -O1	123.55(15)
C3 -C4	1.384(3)	O2 -C8 -C7	125.05(15)
C3 -C11	1.489(2)	O1 -C8 -C7	111.40(13)
C4 -C5	1.386(3)	O3 -C10- N3	124.40(15)
C5 -C6	1.387(3)	O3 -C10 -N2	118.56(14)
C7 -C8	1.497(2)	N3 -C10 -N2	117.04(15)
		N4 -C11 -C3	124.70(15)
C11 -C12	1.497(2)	N4 -C11 -C12	113.37(16)
O1E -C1E	1.412(3)	C3 -C11 -C12	121.85(17)
C2E C-1E	1.450(5)	O5 -C12 -O4	124.12(17)
		O5 -C12 -C11	124.6(2)
		O4 -C12 -C11	111.23(16)
		O6 -C14 -N6	125.4(2)
		O6 -C14 -N5	118.48(19)
		N6 -C14 -N5	116.1(2)
		O1E-C1E-C2E	112.9(2)

Таблица 4.

Геометрия водородных связей в структуре моногидрата сольвата дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты с этанолом: расстояния (Å) и углы (град.)

D-H...A*	Симметрия	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	∠ D-H...A (град)
O1e -- H1e .. O2	x,1/2-y,1/2+z	0.92(3)	1.92(3)	2.800(2)	158(2)
O1e -- H1e .. N1		0.92(3)	2.50(3)	3.068(2)	120.0(18)
N3 -- H3B .. O1e		0.90(2)	2.09(2)	2.980(2)	170(3)
N6 -- H6B .. O1e		0.88(2)	2.01(2)	2.870(3)	168(2)
O1w -- H1w .. O5	x,1/2-y,-1/2+z	0.96(3)	2.42(3)	2.949(4)	115(2)
O1w -- H2w .. O6	-x,-y,1-z	0.93(5)	1.97(5)	2.881(3)	167(4)
N6 -- H6A .. O1w	x,1/2-y,1/2+z	0.84(3)	2.32(3)	3.120(4)	158(3)
N2 -- H2A .. O3	-x,-y,1-z	0.838(19)	2.149(18)	2.9532(19)	161(2)
N5 -- H5A .. O3	-x,-y,1-z	0.88(2)	2.14(2)	3.012(2)	170(2)

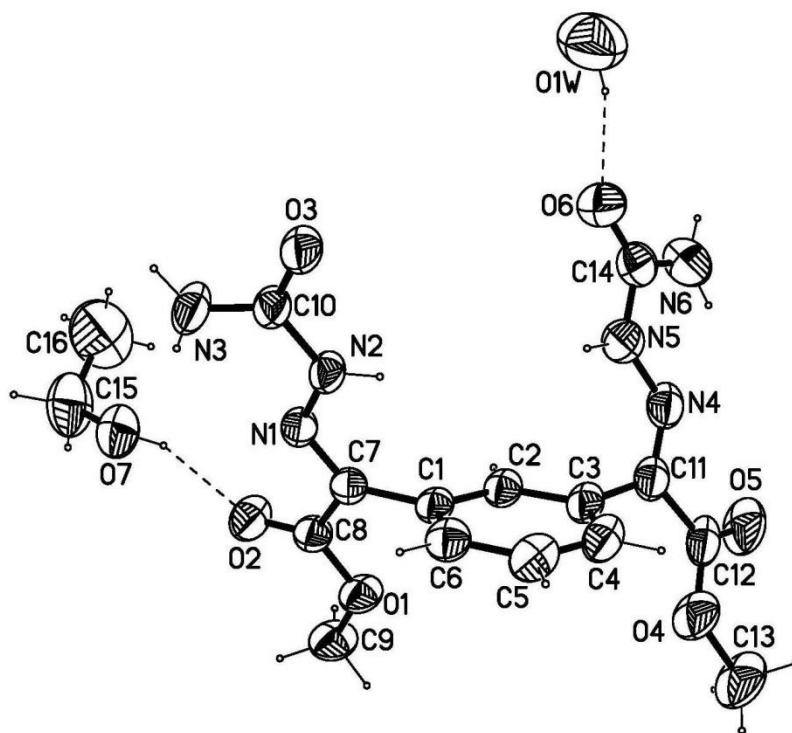


Рис.3. Конформация и нумерация атомов в структуре моногидрата сольвата дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты с этанолом

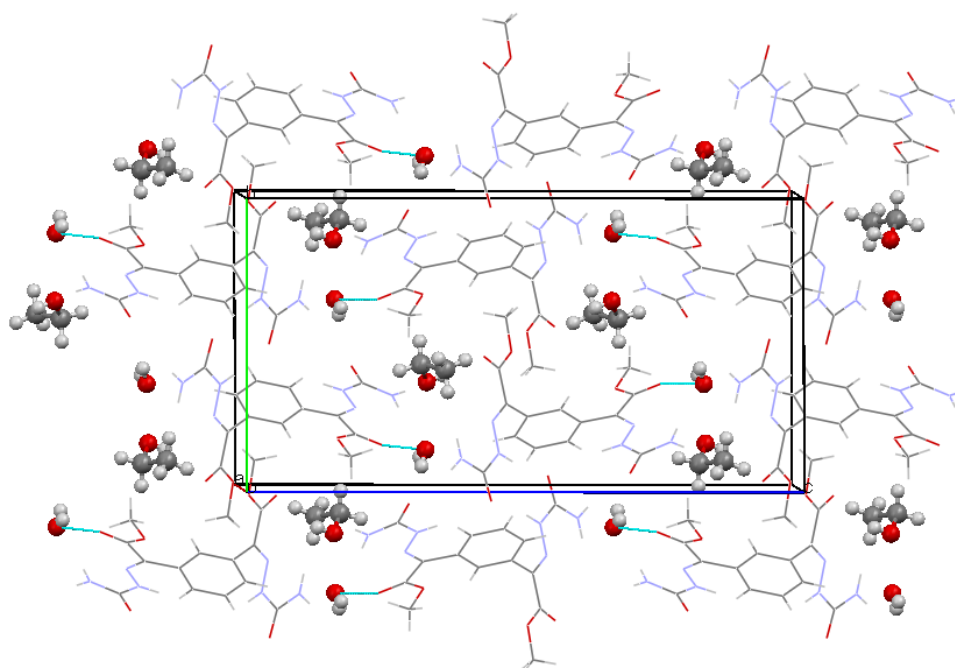


Рис.4. Кристаллическая структура моногидрата сольвата дисемикарбазона диметилового эфира 1,3-бензолдикетодикарбоновой кислоты с этанолом

Дериватограф Q-1500D (Паулик и Эрдеи фирмаси)

- Хорошо известный надежный дериватограф Q-1500D венгерской фирмы Паулик и Эрдеи дополнен компьютерным интерфейсом для накопления данных термического анализа.
- В сочетании с качественными тепловыми узлами и прецизионными методами оценки кинетики процессов диссоциации это делает прибор вполне современным средством физико-химического анализа в интервале температур до 1500 С.



Дериватограф Q 1500 D

ЗАМОНАВИЙ ДЕРИВАТОГРАФ (NETZSCH ФИРМАСИ)



Дериватограф, предназначенный для синхронного термоанализа твердых тел и анализа газов. Это устройство помогает исследователям осуществить анализ органических и неорганических материалов при разработке новых и инновационных энергетических конденсаторов, проводников и приборов для хранения энергии.

