

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

**ABU RAYHON BERUNIY NOMIDAGI
TOSHKENT DAVLAT TEXNIKA UNIVERSITETI**

GAZKIMYO FANIDAN

Laboratoriya ishlarini bajarishga o‘quv-uslubiy qo‘llanma

“5321300–Neft va gazni qayta ishlash texnologiyasi”

yo‘nalishi talabalari uchun

TOSHKENT 2015

UDK 622. 276. 53

**Azimov O.G‘., Eshmuhamedov M.A., Yusupxodjayeva E.N.,
Bozorov O.N. Gazkimyo fanidan o‘quv-uslubiy qo‘llanma. – T.:
ToshDTU, 2015. –154 b.**

Uslubiy qo‘llanmada 9 ta laboratoriya ishlarini bajarish metodikasi “Gazkimyo” kursining uglevodorod gazlarni birlamchi qayta ishlash va uglevodorod gazlarni kimyoviy qayta ishlash qismlari bo‘yicha berilgan. Unda har bir laboratoriya ishi mavzusi bo‘yicha qisqacha nazariy ma‘lumotlar keltirilgan hamda kursning ikkala qismlari bo‘yicha kollokviumlar dasturi berilgan.

Qo‘llanma Oliy ta‘limning “5321300–Neft va gazni qayta ishlash texnologiyasi” yo‘nalishi talabalari uchun mo‘ljallangan. Shuningdek, ilmiy tekshirish va zavodlarning kimyoviy laboratoriya ishchi-xodimlari uchun ham foydadan xoli emas.

Karimov R. O‘zR FA O‘MKITI laboratoriyasi mudiri, k.f.n.,
katta ilmiy xodim

Muhamedgaliyev B. ToshDTU, t.f.d., professor

SO‘Z BOSHI

Uslubiy qo‘llanmada “Gazkimyo” kursining ikki qismi: uglevodorod gazlar texnologiyasi va uglevodorod gazlarni kimyoviy qayta ishlashdan 9 ta laboratoriya ishlarini olib borish metodikalari keltirilgan.

Laboratoriya ishlari mavzulari bo‘yicha qisqacha nazariy ma’lumotlar bayon etilgan, hamda kursning ikkala qismi bo‘yicha kollokviumlar dasturi ham keltirilgan.

Gazkimyodan praktikum bakalavriatning 5321300 “Neft va gazni qayta ishlash texnologiyasi” yo‘nalishi bo‘yicha ta’lim olayotgan talabalarga mo‘ljallangan.

Uslubiy qo‘llanma tabiiy va boshqa uglevodorod gazlarni qayta ishlash muammolari bilan mashg‘ul bo‘lgan muhandis-texnik va ilmiy xodimlar uchun foydadan xoli emas.

KIRISH

Gazkimyodan praktikum Toshkent davlat texnika universiteti Neft va gaz fakultetining «Neft va gazni qayta ishlash texnologiyasi» kafedrasida «Gazkimyo» kursini o'rganuvchi hamda yakka tartibda o'quv ilmiy tadqiqot ishi bajaruvchi talabalarga mo'ljallangan; u talabalar ilmiy jamiyati ishida qatnashuvchilar uchun ham foydadan xoli emas.

Laboratoriya ishlari talabalar tomonidan III va VII semestrlarda bajariladi. Laboratoriya ishlarini bajarishga texnika xavfsizligi bo'yicha instruktaj o'tgan va praktikumda bayon qilingan laboratoriyada ishlash qoidalarini o'rgangan talabalar ruxsat etiladi.

O'quv qo'llanmada har bir bo'lim uchun kollokvium ko'rinishida nazariy kurs savollari keltirilgan; talabalar ushbu kollokviumlarni laboratoriya praktikumini bajarish vaqtida o'qituvchiga topshiradilar.

Laboratoriya ishlarining o'ziga metodik ko'rsatmalari talabalarni uglevodorod xomashyoni qayta ishlash asosiy jarayonlari bilan tanishtiradi.

Laboratoriya ishlari talabalarni gazni qayta ishlash jarayonlari bilan keng tanishtirishga, ishni va tadqiqotni olib borish, reaksiya mahsulot-larini yig'ish va undan keyingi tahlili hamda olingan natijalarni interpretatsiyasi ko'nikmalarini hosil qilishga mo'ljallangan.

Laboratoriya ishlariga avvaldan tayyorgarlik ko'riladi. Talaba kelgusi laboratoriya ishini mazmuni bilan e'tibor qilib tanishishi va konspekt rasmiylash-tirishi lozim.

O'quv qo'llanmada kimyoviy adabiyotlar bilan ishlash usullari, tajri-bani o'tkazish qoidasi ham o'z ifodasini topgan; talaba laboratoriya qurilmasi va apparaturasini, tajribaga ilk reagentlar va reaktivlarni tahlil olib borishga qanday tayyorlashni bilib oladi.

O'quv qo'llanmada kimyoviy birikmalarni tozalash va ajratib olish asosiy usullari, organik moddalarni eng oddiy fizik doimiylklarini aniqlashlar yoritiladi. Talaba olingan tajriba ma'lumotlarini qanday tahlil qilish, hisobotni rasmiylashtirish, olib borilgan ilmiy tadqiqot natijalari bo'yicha dokladni tayyorlashlar bilan tanishadi.

UMUMIY NIZOMLAR

Laboratoriya ishini o'tkazishga tayyorgarlik talaba mustaqil ishining bir ko'rinishi bo'lib, u avvaldan bajariladi va quyidagi bosqichlardan tashkil topadi:

1. Laboratoriya ishi mavzusi bo'yicha nazariy savollarni o'rganish: asosiy va yonaki reaksiyalar mexanizmi, turli faktorlarni jarayonga ta'siri, olinadigan mahsulotlarni qo'llanilish oblastlari va boshqalar.

2. Laboratoriya ishi mazmuni bilan tanishish: ishdan maqsad, tajriba sharoitlari, olingan mahsulotlarni tahlili metodikasi. Talaba avvaldan daftarda laboratoriya ishi mazmunini, tajriba o'tkazish vaqtidagi kuzatishlar, hisoblashlar va xulosalarni yozish uchun joy qoldirib rasmiylashtirishi lozim.

3. Lozim bo'lganida, laboratoriya ishini olib boish uchun kerak bo'lgan hisoblarni qilish.

Laboratoriya ishi talaba tomonidan o'qituvchidan olingan topshiriqqa binoan mustaqil olib boriladi. Ishni bajarishda operatsiyalar ketma-ketligi, metodikada ko'rsatilgan moddalarning miqdoriy nisbatlari saqlanishi lozim, jarayon parametrlari kuzatilishi lozim. Tajriba mobaynida barcha kuzatishlar, oraliq va yakuniy hisoblar daftarda o'z ifodasini topishi darkor.

Bajarilgan laboratoriya ishi haqidagi hisobot daftarda rasmiylashtiriladi; u qisqa, aniq va batartib rasmiylashtirilgan bo'lishi kerak. Tajriba natijalarini jadval ko'rinishida yoki goho, yaqqol bo'lishi uchun, grafik ko'rinishida ifodalash lozim.

Hisobot quyidagi ma'lumotlarni o'z ichiga olishi lozim:

- tajribani bajarish sanasi, ishning raqami va nomi;
- ishdan maqsad;
- jarayon kimyosi;
- qurilma sxemasini o'z ichiga olgan laboratoriya ishining bayoni;
- kuzatish natijalari va lozim bo'lgan hisoblar;
- xulosalar.

To'liq rasmiylashtirilgan hisobotlar tekshirish uchun o'qituvchiga topshiriladi.

Tajriba laboratoriya ishlarini bajarish bilan parallel holda, mos bo'limlar bo'yicha o'qituvchiga kollokviumlarni topshiradi.

TEXNIKA XAVFSIZLIGI ASOSIY QOIDALARI

1. Xavfsizlik asosiy talablari

1.1. Laboratoriya qurilmalarida mustaqil ishlash uchun 18 yoshdan kichik bo'lmagan barcha sog'lom talabalar; texnika xavfsizligi va yong'inga qarshi xavfsizlik instruktajidan va ushbu laboratoriya qurilmalarida ishlash bo'yicha texnika xavfsizligi instruksiyasidan o'tganlar; o'qituvchilar tomonidan talab qilingan bilimlarni tekshirishdan o'tganlar; jarayonlar nazariy asoslarini va laboratoriya sharoitlarida realizatsiya qiluvchi amaliy harakatlar ketma-ketligini bilgan talabalar ruxsat etiladi.

1.2. Talabalarni ishga ruxsat berilishi laboratoriya ishini olib boruvchi o'qituvchi nazorat varag'iga yozish bilan amalga oshiriladi.

1.3. Talabalarining laboratoriya praktikumida ishlovchilar ichki tartibda belgilangan qoidalarga rioya qilishlari lozim.

1.4. Laboratoriyada qurilmalarda ishlovchi talabalar xavfli va zararli faktorlar ta'siriga uchrashlari mumkin. Ushbu faktorlar qo'llanilayotgan moddalar yoki olingan mahsulotlar xossalari bilan, bajarilayotgan ishlarni aniq o'ziga xosliklari bilan belgilanishi mumkin. Masalan, katalitik va termik piroliz uglevodorod gazi – toksik, yong'inga xavfli, havo bilan aralashmalarda esa portlashga xavflidir. Uning tarkibi anchagina darajada katalitik va termik piroliz rejimlariga, katalizatorga, laboratoriya qurilmalarining holatiga, xususan, uning germetikligiga bog'liq holda o'zgaradi. Yuqori miqdorda vodorodi bo'lgan gaz va havo bilan suyultirilgan gaz eng ko'p xavf tug'diradi.

1-jadvalda vodorod va ayrim uglevodorodlarni havo bilan 20°C harorat va 760 mm.sm.ust.dagi portlash chegaralari keltirilgan.

Vodorod va ayrim uglevodorodlarning havo bilan aralashmalarini portlash chegaralari (20⁰C, 700 mm.sm.ust.).

Tartib nomeri	Modda nomi	Quyi chegara, % hajmiy	YUqori chegara, % hajmiy
1	Vodorod	4,0	75,0
2	Metan	5,0	14,9
3	Etan	3,22	12,45
4	Etilen	2,8	28,6
5	Propan	2,37	9,5
6	Propilen	2,0	11,0
7	Butan	1,9	8,4
8	Butenlar	1,7	9,0

Laboratoriya ishlarini bajarishda asosiy xavflar yonib ketish va yong'in, portlash, jarohatlanish, zaharlanish, termik kuyish va elektr toki bilan shikastlanish imkoniyatlari (ehtimolliklari) bilan aloqadordir.

2-Jadval

Gazlarni xossalari va ularni inson organizmiga ta'siri

Gaz moddas i	Qaynas h harora-ti ⁰ C	Havoga nisbatan zichligi (0 ⁰ C va 0,1 MPa da)	Havo bilan aralashmala-rini portlash chegaralari, % (hajmiy)		Havoda ruxsat etilgan konsen-tratsiya-si (PDK), mg/l	Gazni tavsifi va uni inson organizmiga ta'siri
			Quyi	Yuq ori		
1	2	3	4	5	6	7
Atsetilen C ₂ H ₂	-83,6*	0,9107	2,5	80,0	0,5	Rangsiz, xidsiz (tozalanmagan atsetilen nox-ush xidga ega); narkotik ta'sir etadi.
			Urilish, haro-rat va bosim-larni ortishi-da juda oson portlaydi			
1	2	3	4	5	6	7
Vodoro	-66,5	2,8190	-	-	-	Ransiz, teri va

d bromid HBr						shilliq parda- sini qichitadi; zaharli
Buten-1 C ₄ H ₈	-6,25	1,9336	1,7	9,0	0,1	Rangsiz, o'ziga xos hidli; narkotik ta'sir etadi.
Vodorod H ₂	-252,8	0,0695	4,0	75,0	-	Rangsiz, hidsiz, yuqori konsen- tratsiyalarda bo'g'ilishni chaqiradi.
Azot dioksidi NO ₂	-21,3	-	-	-	0,005**	Qizil-qo'ng'ir rangli o'tkir hidli; kuchli zaharli
Oltin- gu-gurt dioksidi SO ₂	-10,0	2,2635	-	-	0,02	Rangsiz, hidsiz; narko- tik ta'sir etadi
Metan CH ₄	-161,6	0,5543	4,9	16,0	5,3	Rangsiz, hid- siz; narkotik ta'sir etadi
Uglerod dioksidi CO ₂	078,5	1,5291	-	-	2,0	Rangsiz, hid- siz; narkotik ta'sir etadi
Uglerod oksidi CO	-191,5	0,9670	12,5	74,2	0,03	Rangsiz, hid- siz; bosh ayla- nishi, holsiz- lik, ko'ngil aynashini chaqiradi, zaharli
Propilen C ₃ H ₆	-47,8	1,4504	2,0	11,1	0,5	Rangsiz, o'ziga xos hidli; narkotik ta'sir etadi.
1	2	3	4	5	6	7
Vodo rod	-60,7	1,1906	4,3	45,5	0,01	Rangsiz, noxush hidli;

sulfid H_2S						bosh aylanish, ko'ngil aynashni chaqi-radi; zaharli.
Xlor Cl_2	-33,6	3,214	-	-	0,001	Sarg'ish- yashilroq rangli; nafas yo'llarini qichishtirdi, o'pka shilliq pardalarini qichitadi, zaharli.
Vodo rod xlorid HCl	-84,8	1,2686	-	-	0,005	Rangsiz; shil- liq pardalarni qichitadi, za- harli.
Etilen C_2H_4	-103,7	0,9740	2,7	34,0	-	Rangsiz, kuch- li shirinsimon (yoqimli) hid- li; narkotik ta'sir etadi.

* haydaladi; ** N_2O_5 -ga hisob qilinsin.

3-Jadval

Ballonlarda suyultirilgan holatdagi gazlarning tavsilotlari

Gaz	Harorat, $^{\circ}C$		20 $^{\circ}C$ da ballon- dagi bosim, MPa
	Qaynash	Kritik	
Uglerod dioksidi CO_2	-78,5	31,1	5,65
Propilen	-478	91,0	1,40
Ammiak	-33,4	132,4	0,85
Xlor	-33,8	144,0	0,66
Oltingugurt dioksidi	-10,0	157,5	0,33

4-Jadval

Ballonlarni standart rangi, yozuvlari va farqlanuvchi belgilari

Ballonni belgilangan maqsadi	Bo'yoq rangi	Yozuv matni	Yozuv rangi	Chiziq (tasma) rangi
Azot	Qora	Azot	Sariq	Jigarrang
Atsetilen	Oq	Atsetilen	Qizil	-
Vodorod	To'q yashil	Vodorod	Qizil	-
Kislorod	Ko'k	Kislorod	Qora	Qora
Uglerod dioksidi	Qora	Uglerod dioksidi	Sariq	-
Etilen	Binafsha rang	Etilen	Qizil	-
Qolgan yonuvchi gazlar	Qizil	Gazni nomi	Oq	-

1.5. Laboratoriya qurilmalari ish joylari toza holda tutilishi, boshqa predmetlar tiqishtirilgan bo'lmashligi lozim. Ishlash uchun kerakli bo'lgan reagentlar (ayniqsa yong'inga xavflilarni) qurilmalarda minimal miqdorda bo'lishi kerak. Qurilma jihozlarining hamma asosiy elementlari ishga yaroqli bo'lishi, elektroulanmalar mustahkam, chaqnashsiz; ochiq elektr o'tkazgichlardan holi bo'lishi kerak. Elektrophechlarning tanasi (korpusi) metallik reaktorlar va metallik panjaralarda o'rnatilgan boshqa qurilmalar erga mustahkam ulangan bo'lishi lozim. Qurilmalar yaqinida qumli qutilar, asbest adyol, karbonat kislotali yoki kukunli o't-o'chirgichlar, ko'z oynak yoki niqob joylashgan bo'lishi lozim. Ishlovchilar uglevodorodlar va neft mahsulotlarini to'kilib ketishini va reaksiyaning gaz holdagi mahsulotlarini laboratoriya havosiga qo'shilib ketishini oldini olish choralarini ko'rishlari lozim.

1.6. Laboratoriya qurilmalari jihozlaridagi nosozlikni paykagan talabalar praktikum laborantlari va dars olib borayotgan o'qituvchini ushbu haqida ogoh qilishlari shart.

1.7. Ish qiluvchi talabalar jarohatlanish, zaharlanish, kuyishlar, elektr toki urish va shu kabi barcha hollar haqida dars olib boruvchi o'qituvchini o'sha zahotiyoq habardor qilishi shart.

1.8. Laboratoriya qurilmasida ishlayotgan talabalar aziyat chekkanlarga birinchi (shifokorgacha) yordamni berishni bilishlari lozim.

1.9. Talabalar ishni bajarishda emish qabul qilishlari va hattoki emish mahsulotlarni (buterbrod va shu kabilarni) kimyoviy modda oldida ushlab turishlari, ularni laboratoriya kimyoviy stoliga qo'yishlari taqiqlanadi. Talabalar ish tugagach, qo'llarini sovun bilan yaxshilab yuvishlari lozim.

1.10. Laboratoriya ishini olib borayotgan talaba xalat kiygan bo'lishi, tinchlik saqlashi, to'polon qilmasligi lozim, idish, asbob va jihozlarga ehtiyotkor va batartib munosabatda bo'lishi lozim.

1.11. Talabalar kimyoviy laboratoriyada ishlash vaqtida texnika xavfsizligi bo'yicha yo'riqlarga amal qilmagani va uni buzganligi uchun u administrativ liniya bo'yicha javobgarlikka tortiladilar.

2. Ishni boshlashdan avvalgi xavfsizlik talablari

2.1. Talaba ishni boshlashdan avval ish joyidan barcha ortiqcha narsalarni olib tashlashi lozim, yong'inga qarshi vositalar mavjudligi va sozligiga ishonch hosil qilishi; laboratoriya qurilmalari jihozlarini sozligini ko'zi bilan ko'rib, o'zida ishonch hosil qilishi (elektrokontaktlarni ishonchliligi, yalang'och o'tkazgichlarning mavjud emasligi, himoyaviy yerga ulashning mavjudligi hakida); havoni kirish-tortib olish shamollatgichini ishga tushirishi va zarur bo'lganida shu joyning yoritgichini ham ulaydi.

2.2. Dozalovchi sistema (byuretk va shpris)ni xomashyo bilan to'latish, reaktor va xomashyo hamda suvni elektroisitish tizimlari, yonish va yong'inni oldini olish maqsadida o'chiq holatda ruxsat etiladi.

2.3. Reaktor va bug'latgichlar elektroisitish tizimini ishga tushirishdan avval qurilmani germetiklikka tekshirish lozim. Buning uchun xomashyo va suvni bug'latgichlarga yuborish chizig'idan jo'mraklarni qabul kolbasidagi suyuq mahsulotlarni to'kib tashlash jo'mragini yopish kerak, suvli sovutgichdan chiqishdagi rezina shlangni gazometrning gaz jo'mragini birlashtirish (ulash) lozim. Agarda qurilma germetik bo'lsa, gazometr dan bir qancha suvni

to‘kish amalga oshirilsa, keyinchalik suvning oqib chiqishini to‘xtashi kuzatiladi. Agarda suv gazometrdan uzluksiz oqib chiqaversa, nogermetiklik sababini topish va uni yo‘kotish lozim. Nogermetik qurilmada ishlash portlashga va yong‘inga xavflidir.

2.4. Qurilmani qizdirishdan avval suvli sovutgichga va suv bilan sovutishni toblash zmeyevikiga suv berishni amalga oshirish kerak; reaktor va bug‘latgichlar elektr isitish tizimlarini ulash va qurilmani berilgan haroratli rejimga chiqarish lozim.

2.5. Qurilmani 2.3-punkt bo‘yicha yana germetiklikka tekshirish kerak.

3. Ish vaqtidagi xavfsizlik talablari

3.1. Portlashga xavfsizlik maqsadida xomashyoni bug‘latgichga tushirishdan ilgari reaktor suv bug‘i bilan 5-10 minut davomida puflab yuborilishi kerak, buning uchun suvni bug‘latgichga yuborish dozatori ulanadi. Faqat shunday avvaldan bajarilgan operatsiyadan so‘ng xomashyoni bug‘latgichga va undan keyin reaktorga yo‘naltirishga ruxsat etiladi.

3.2. Reaktorga kirayotgan barcha reagentlar hisoblashdagiga qat’iy mos kelishi shart.

3.3. Reaktor va bug‘latgichlarning berilgan haroratli ish rejimini o‘zboshimchalik bilan o‘zgartirish (buzish) va qurilmaning gazli chizig‘idagi bosim hosil qilish (shlanglarni qisib qo‘yish yoki ishlab turgan dozatorlarni jo‘mraklarini yopib qo‘yish) man etiladi.

3.4. Qurilmada ishlovchilar, termik kuyishni oldini olish maqsadida elektropechlar ustiga teginmasliklari darkor.

3.5. Ishlab turgan qurilmada elektr toki dan shikastlanishning oldini olish maqsadida tuzatish bilan bog‘liq bo‘lgan barcha operatsiyalar man qilinadi, shu jumladan, ishonchsiz kontaktlarni tuzatish, sistemaning ayrim bloklarini montaj, demontaj yoki qayta sozlashlar. Bunday harakatlar (amallar) butun qurilmani elektr tarmog‘idan to‘la o‘chirilgach ruxsat etiladi.

3.5. Ishlab turgan laboratoriya qurilmasi oldida xomashyo yoki boshqa yonilg‘i moddalar solingan idish (sklyanka) larni ushlab turish

hamda gaz gorelkalarini yoqish, yong'in bo'lishini oldini olish maqsadida man qilinadi.

3.6. Ish davomida talaba jarayon parametrlarini kuzatib va ularni sozlab doimo ish o'rnida bo'lishi lozim. Hattoki qurilma o'chirilgach, reaktordagi harorat 300°C dan pastga tushmagunicha u ish joyini tashlab ketmasligi darkor.

3.7. Koksni yoqib yuborish maqsadida reaktorga qavo berishdan avval reaktor 5-10 minut davomida suv bug'i bilan yoki inert gaz bilan puflanishi lozim. Aks holda portlash amalga oshishi mumkin.

3.8. Koksni yoqib yuborish operatsiyasini so'ngida reaktorga havo berish o'chirilgach, uni suv bug'i yoki inert gaz bilan 5-10 minut davomida puflab yuboriladi.

3.9. Talabalarga xomashyo yoki havoni reaktorga yuborish oldidan o'z harakatlarining to'g'riligiga qat'iy ishonsalarda himoya ko'zoynagini yoki maska (niqob) taqib olish tavsiya etiladi.

4. Avariya holatlarida xavfsizlik talablar

4.1. Xomashyo sistemasida yoki reaksiya mahsulotlarini sirqib chiqib ketishi xoli yuzaga kelganida qurilma ishi zudlik bilan to'xtatilishi. bug'latkichlar va reaktor elektroisitgichlari o'chirilishi lozim, sirqib chiqib ketish sabablari aniqlanishi lozim,

4.2. Laboratoriya xonasida medikamentlarni belgilangan muddati doimo yangilanib turuvchi tibbiyot yordami ko'rsatish vositalari (aptechka, dezinfeksiya vositalari) bo'lishi lozim.

4.3. Yong'in vujudga kelgan holda o'z kuch- g'ayratlari bilan va mavjud qo'l ostidagi yong'inni o'chirish vositalari (qum, namat) bilan uni o'chirish uchun barcha choralarni darhol ko'rish lozim. Agarda yong'inni tarqalishini cheklash va uni yo'qotishni ilojisi bo'lmasa darhol o't o'chirish bo'limining komandasini chaqirish lozim. Uglevodorod xomashyo yoki reaksiya suyuq mahsulotlari yonganidi olovga suv quyish mumkin emas. Ushbu holda elektroenergiyani o'chirish va so'ng alangani asbestli kigiz bilan yopish yoki yonayotgan joyga qum sepish (agarda yong'in yuzada bo'lsa) yoki karbonat kislotali o't o'chirish vositasini qo'llash kerak.

Laboratoriya qurilmasida uglevodorodlar alangalansa u faqat karbonat kislotasi o't o'chirish vositasi yordamida o'chiriladi, chunki ushbu holda qumdan foydalanish samara bermaydi, asbestli kigizni qo'llash qurilmalar jihozlari shishali qismlarini sinib ketishi mumkinligi bois va buning natijasida yong'inning ikkinchi o'chog'i vujudga kelishi mumkin.

4.4. Elektroenergiya o'chib qolgan vaqtda barcha elektr asboblari va qurilmalar darhol o'chirilishi lozim.

4.4. Kimyoviy laboratoriyada ishlayotgan talabalar jabr ko'rganlarga birinchi (vrachgacha) yordam berishni bilishlari lozim.

4.5. Zaharlangan jabr-diydalarni zudlik bilan gaz bosgan muhitdan sof havoga olib chiqish lozim, so'ng medpunktga jo'natish yoki vrachni chaqirish lozim. Vrach kelgunicha jabrlanuvchi qiyinchilik bilan nafas olganida uni tortilib turuvchi kiyimdan ozod qilishi kerak va unga kislorod berish, issiq qilib turish lozim. Hushidan ketib nafas olishi to'xtab qolsa jabrlanuvchini sun'iy nafas oldirish lozim.

4.7. Birinchi va ikkinchi darajali termik kuyishlarda kuygan joy etil spirti yoki kaliy permanganat (margansovka) eritmasi bilan ho'llash yoki kuyishga qarshi malham dorili bog'ich bilan bog'lash lozim. Og'ir kuyishlarda tibbiyot xodimi tomonidan yordam ko'rsatilishi lozim. Agarda kiyim-kechak yongan bo'lsa, avval jabrlanuvchiga junli yoki asbest to'qima mato yopib yoki unga suv quyib alanga o'chirilishi, so'ng esa undan kiyim-kechagi yechib olinishi va zudlik bilan vrach chaqirilishi kerak.

4.8. Kimyoviy kuyishlarga birinchi navbatda kuyishga sabab bo'lgan moddani mos holdagi erituvchi bilan yo'qotish, so'ng esa badanning kuygan yeri etil spirti bilan yuvib tashlanishi lozim. Suvda eruvchi yuvuvchi moddalar (kislotalar, inqorlar) bilan kuyganda tezda kuygan joy suv bilan yuvib tashlanishi, so'ng esa uni neytrallovchi vositalar bilan ishlov berilishi kerak.

4.9. Ko'zga tushgan turli kimyoviy reagentlar zudlik bilan mo'l suv bilan 3-5 minut davomida yuvib tashlanishi lozim, so'ng ularni natriy bikarbonat eritmasi bilan (ishqoriy reagentlar tushgan holda) yuvib tashlanadi va darhol vrachga uchrashiladi.

4.10. Elektr toki bilan shikastlanganda, agarda odam tok o'tkazuvchi qismlarga tekkan holda bo'lsa, zudlik bilan elektr

energiyasi uzatilishi yoki tok o'tkazuvchi sim izolyatsiyalangan vosita bilan kesib tashlanishi lozim. Agarda elektr tokini tezda o'chirishning iloji bo'lmasa, yordam beruvchi o'z qo'llarini rezina qo'lqop, quruq lattalar bilan izolyatsiyalab, rezina gilamcha, quruq taxtaga turib olib, jabrlanuvchini tok o'tayotgan qismlardan ajratishi lozim. Tok ostida turgan jabrlanuvchiga himoyalanmagan qo'l bilan tegish mumkin emas. Agarda jabrlanuvchi xushini yo'qotgan bo'lsa, zudlik bilan shifokor kelishini kutmasdan, sun'iy nafas oldirishni qo'llash lozim.

4.11. YAralanishlarda yaraga tegish va suv bilan yuvib tashlash mumkin emas. Yara chekkalariga yod damlamasi surtiladi va steril bog'ich qo'yiladi. Qo'l-oyoqlardagi yaralardan kuchli qon oqishi kuzatilganida jgut yaraning yuqorisidan bog'lanadi (jgutni bevosita ochiq teriga qo'yilmasligi lozim).

4.12. Barcha hollardagi travmalar, kuyishlar va zaxarlanishlar birinchi yordam ko'rsatilgach, vrachga murojaat qilinishi darkor.

5. Ish tugashidagi xavfsizlik talablari

5.1. Katalitik va temik piroliz, metanning bugli konversiyasi ishlari tugashi bilan avval xomashyo dozatori, 5-10 minut uttanidan sung esa suv yuborish dozatori ham o'chiriladi. Gazometrning gaz jo'mragi va gazometrdan suv chiqib ketish tarmog'idagi jo'mrak yopiladi. Qabul kolbasidagi suyuq mahsulotlar dekantatsiya usulida to'kiladi.

5.2. Ish yakunlangach, zaharlanish, yong'in yoki portlashlarning oldini olish maqsadida gazni gazometrdan laboratoriya xonasiga chiqarib yuborishga ruxsat etilmaydi. Gazni tashlab yuborish havosi so'riladigan shkafda amalga oshirilishi kerak.

5.3. Qurilmani sovutishda (reaktor va bug'latgichlarni elektroisitish o'chirib qo'yilgach) suvni suvli sovutgich va suvli sovutish zmeevigiga berishni to'xtatish reaktoridagi harorat faqat 300°C dan oshmaganda va qabul kolbasi bo'sh bo'lgan shartda ruxsat etiladi.

5.4. Maishiy kanalizatsiyaga uglevodorodlar, erituvchilar, chiqindilar va boshka organik maxsulotlarnitukish mann etiladi. Ushbu moddalarni to'kish maxsus ajratilgan sig'implarga praktikum laboranti ko'rsatmasi bilan to'kiladi.

5.5. Laboratoriya qurilmasi ish joyi ish yakunida yig'ishtirilib, praktikum laborantiga topshirilishi lozim. Talaba laboratoriya praktikumini faqat dars olib borgan o'qituvchi va laborantlar ruxsati bilan tashlab chiqib ketishi mumkin.

5.6. Talaba, laboratoriyadan chikib ketishidan avval, qo'lini sovun **bilan yuvishi lozim va uni** yo'qotishni **ilojisi bo'lmasa** darhol o't o'chirish bo'limining komandasini chaqirish lozim.

Uglevodorod xomashyo yoki reaksiya suyuq mahsulotlari yonganida olovga suv quyish mumkin emas, Ushbu xolla elektroenergiyani o'chirish va so'ng alangani asbestli kigiz bilan yopish yoki yonayotgan joyga qum sepish (agarda yong'in yuzada bo'lsa) yoki karbonat kislotali o't o'chirish vositasini qo'llash kerak. Laboratoriya qurilmasida uglevodorodlar alangalansa u faqat karbonat kislotasi o't o'chirish vositasi yordamida o'chiriladi, chunki ushbu holda qumdan foydalanish samara bermaydi, asbestli kigizni qo'llash qurilmalar jihozlarini shishali qismlarini sinib ketishi mumkinligi bois va buning natijasida yong'inning ikkinchi o'chogi vujudga kelishi mumkin.

1–laboratoriya ishi

1. UGLEVODOROD GAZLARNI KIMYOVIY QAYTA ISHLASH

1.1. Dastlabki mahsulotlar

Neft va gazni qayta ishlash uchun dastlabki mahsulotlar sifatida parafin, olefin, naften va aromatik uglevodorodlar, atsetilen, uglerod oksidi va vodoroddan foydalaniladi.

Bu mahsulotlarni to'g'ridan-to'g'ri neftning alohida fraksiyalaridan, tabiiy va yo'ldosh gazlardan olinadi yoki qattiq, suyuq va gazsimon uglerod tarkibli xomashyolarni destruktiv qayta ishlash bilan hosil qilinadi.

Tabiiy va yo'ldosh gazlardan individual quyimolekulyar parafinlar ajratib olinadi, neftning ma'lum bir fraksiyalaridan esa yuqorimolekulyar parafinlar aralashmalari ajratib olinadi. Izomerizatsiya jarayonlari normal parafinlarni izoparafintlarga aylantirish imkonini beradi.

Individual moddalar: aromatik va olefin uglevodorodlarni, atsetilenni, uglerod oksidini va vodorodni olish uchun piroliz, katalitik kreking, katalitik riforming va konversiya jarayonlaridan foydalaniladi.

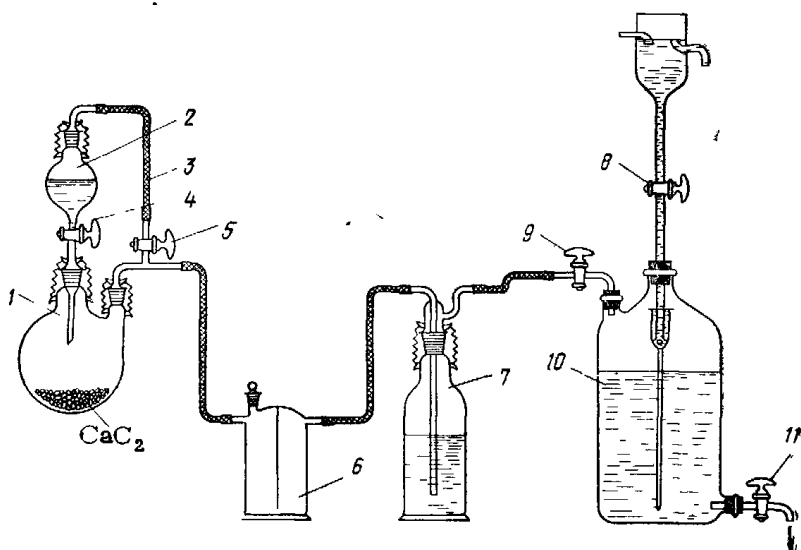
Uglevodorodlarni destruktiv qayta ishlash usulini tanlash dastlabki uglevodorodlarning tarkibiga va ushbu uglevodorodlardan olish mumkin bo'lgan mahsulotlar tarkiblariga bog'liqdir. 10-jadvalda eng muhim bo'lgan uglevodorodlarni destruktiv qayta ishlash usullarining tavsiflari (xomashyo, sharoitlar va asosiy mahsulotlar) keltirilgan. Jadvaldan ko'rinib turibdiki, uglevodorodlarni destruktiv qayta ishlashning barcha usullarida yuqori haroratlar qo'llanishi talab qilinadi.

Bunday sharoitlarda uglevodorodlar turlicha va juda murakkab kimyoviy o'zgarishlarga uchraydilar. Dastlabki uglevodorodlarning parchalanish chuqurligi va mos ravishda parchalanish mahsulotlarining tarkibi ularning berilgan haroratlarda termik barqarorligiga, ta'sirlashuv vaqtiga va boshqa faktorlarga bog'liq.

A. Atsetilenning olinishi

Atsetilenni 1-rasmda keltirilgan qurilmada olinadi. Ushbu qurilma 1- atsetilen generatoridan, 2-tomizgich voronkasidan, 6-himoya sklyankasidan, 7-Dreksel sklyankasidan va 10-doimiy bosimli gazometrdan tashkil topgan.

Ishni bajarishdan avval qurilmani tashkil etgan jihozlarning toʻgʻri va germetik holatda yigʻilganligi tekshiriladi. Sigʻimi 15 litr boʻlgan gazometrni suv bilan toʻldiriladi; atsetilenni aralashmalardan tozalash uchun 250 ml eritma (quyiroqqa qarang!), 300 ml natriy xloridning toʻyingan eritmasi va 90 g kalsiy karbid tayyorlanadi. Atsetilenni tozalash uchun kerakli eritma issiqqa bardoshli 500 ml hajmli stakanga 200 ml suv quyiladi, 44 g kalsiy bixromat solinib, aralashtirib turgan holda astalik bilan tomchilatib turib 35 ml konsentrlangan sulfat kislotasi solinadi. Kaliy bixromat tuzi erib ketganidan soʻng eritmani aralashtirgach astalik bilan Dreksel sklyankasiga quyiladi.



1-Rasm. Atsetilen olish qurilmasi:

1-atsetilen generatori; 2-tomizgich voronka; 3-tenglashtiruvchi tarmoq; 4,5,8,9,11-joʻmraklar; 6-himoya sklyankasi; 7-Dreksel sklyankasi; 10-doimiy bosimli gazometr.

Kalsiy karbidni 10x10mm oʻlchamli qilib maydalanadi va atsetilen generatoriga joylashtiriladi.

Diqqat!

Atsetilenni tozalash uchun eritmani tayyorlash hamda kalsiy karbid bilan bajariladigan ishlarni moʻrili shkaf ostida, himoya koʻzoynagini taqqan holda qoʻlga rezina qoʻlqop kiyib olib bajariladi.

Natriy xloridning toʻyingan eritmasi tayyorlanadi va uni tomizgich voronkaga solinadi va unga 3-tenglashtiruvchi tarmoq ulanadi, hamda 5-joʻmrakni ochiladi. Gazometrdan atsetilen tarmogʻi uzib qoʻyiladi va kalsiy karbidga natriy xloridning toʻyingan eritmasini astalik bilan oz-ozdan quyiladi.

Tomizgich voronka orqali eritma quyishni shunday tezlikka moslanadiki, bunda Dreksel sklyankasidan gazning pufakchalari toʻxtovsiz oʻtib turishini taʼminlash kerak boʻladi.

Gazning ajralib chiqishi boshlanganidan uch minut oʻtgach, atsetilen tarmogʻi gazometrga ulanadi va unga 12 litr atsetilen yigʻiladi. Kalsiy karbidning parchalanishini oxirigacha yetkazib, gazning chiqishi tugaganidan soʻng atsetilenning ortiqcha miqdori moʻrili shkaf orqali chiqarib yuboriladi.

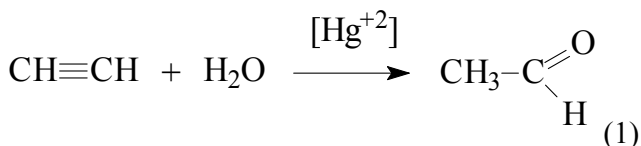
Diqqat!

Atsetilen olish ishida va u bilan ishni bajarishda atsetilen gazini yonish va portlashga juda xavfli ekanligini esdan chiqarmaslik kerak (20- betga qarang!).

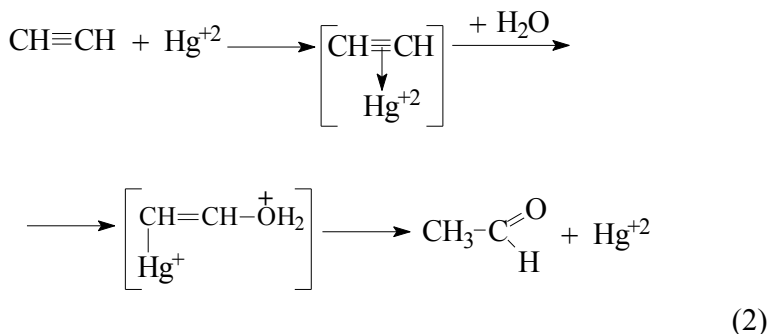
Atsetilen bilan barcha ishlar moʻrili shkafda, yonayotgan gaz gorelkasidan, ochiq holatdagi spiralli elektroisitgichlardan uzoqda bajariladi (iloji boricha barcha yongʻinga olib keluvchi manbalarni oʻchirib qoʻyish tavsiya etiladi!).

B. Atsetilenni gidratatsiyasi [atsetaldegid olish]

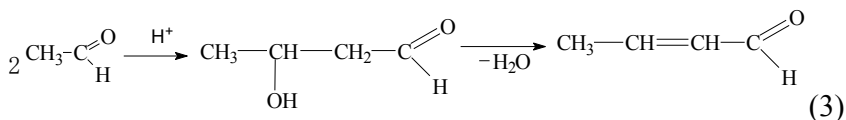
Shu vaqtgacha atsetaldegidni ishlab chiqarishning turli sanoat usullari orasida 1881 yilda M.G. Kucheroov reaksiyasi asosida atsetilenni suyuq fazada gidratlash jarayoni ham oʻz ahamiyatini yoʻqotgan emas. Ushbu reaksiya orqali atsetaldegidni suyultirilgan sulfat kislotada eritmasida simobning (II) valentli birikmasi ishtirokida atsetilenni gidratlash bilan olinadi:



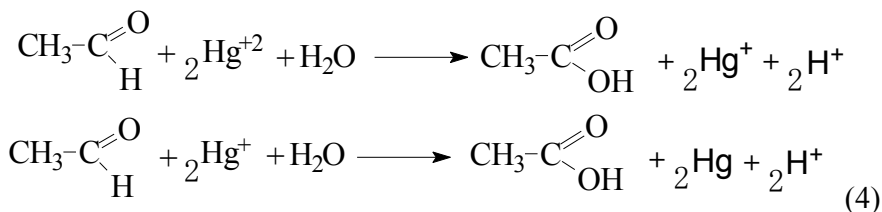
Reaksiya quyidagi sxema bo'yicha atsetilenni simob bilan kompleks hosil qilishi orqali ketadi:



Atsetilenni gidratlash tezligi katalizatorli eritmadagi sulfat kislotasining konsentratsiyasini va reaksiya haroratini ko'tarilishi bilan oshib boradi, lekin shu bilan birga bir vaqtda qo'shimcha mahsulotlar hosil bo'lishi jarayoni ham kuchayadi. Reaksiya jarayonida hosil bo'layotgan atsetaldegidga sulfat kislotasi kondensatlovchi bo'lib ta'sir qilgani uchun aldol, kroton aldegid va boshqa birikmalar hosil bo'ladi:



Reaksiya davrida jarayonga salbiy ta'sir qiluvchi reaksiya ham sodir bo'ladi. Bu esa atsetaldegid bilan Hg^{+2} ni HgO gacha qaytarilish reaksiyasi bo'lib, buning natijasida katalizator o'z faolligini yo'qotadi (dezaktivlanadi):



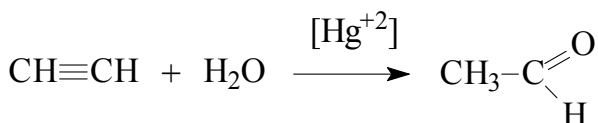
Shu sabablarga ko'ra hosil bo'layotgan atsetaldegidni reaksiya muhitidan tez-tez chiqarib turish kerak. Bunda reaksiya suyuqlikdan hosil bo'layotgan atsetaldegidni purkab chiqarib olish uchun reaksiyaga kirmay qolgan atsetilen gazini ma'lum ortiqcha miqdorda reaksiya zonaga uzatish usulidan foydalaniladi. Simobli katalizatorning ta'sir vaqtini oshirishga reaksiya massaga temirning (III)- valentli tuzlarini qo'shish ham ijobiy natija beradi. Uch valentli temir ikki valentli simobdan kuchliroq oksidlovchi bo'lgani uchun (I)-valentli simobni oksidlaydi va katalizatorning faol shaklini qayta tiklaydi:



Sanoatda atsetilenni gidratlash jarayonini 75-95°C haroratlarda, sulfat kislotaning 10-20% (mass.) birligidagi va ikki valentli simobning (HgO ga hisob qilinganida) katalizatorning eritmadagi 0,5-1% (mass.) konsentratsiyalarida amalga oshiriladi.

Atsetilenni gidratatsiyasi (atsetaldegid olish)

Atsetilenni gidratlash M.G. Kucherov reaksiyasi bilan amalga oshiriladi:



Bu reaksiyani 70-95°C oralig'ida atsetilenni 0,02 – 0,04 mol/l HgSO₄ (katalizator) – simob sulfatning 10-20% li sulfat kislotasi eritmasida barbotirlash yo'li bilan amalga oshiriladi.

Bunday sharoitlarda yuqoridagi reaksiya bilan birga qo'shimcha kondensatsiya reaksiyasi ketib kroton aldegid va smola hosil bo'ladi:



Shuningdek, atsetaldegid bilan simob tuzlari qaytarilib faol bo'lmagan shaklga ega bo'ladi:



Shunday qo'shimcha reaksiyalarni reaktorga atsetaldegidni reaksiya zonadan olib chiqib ketib turish uchun atsetilenni me'yorida

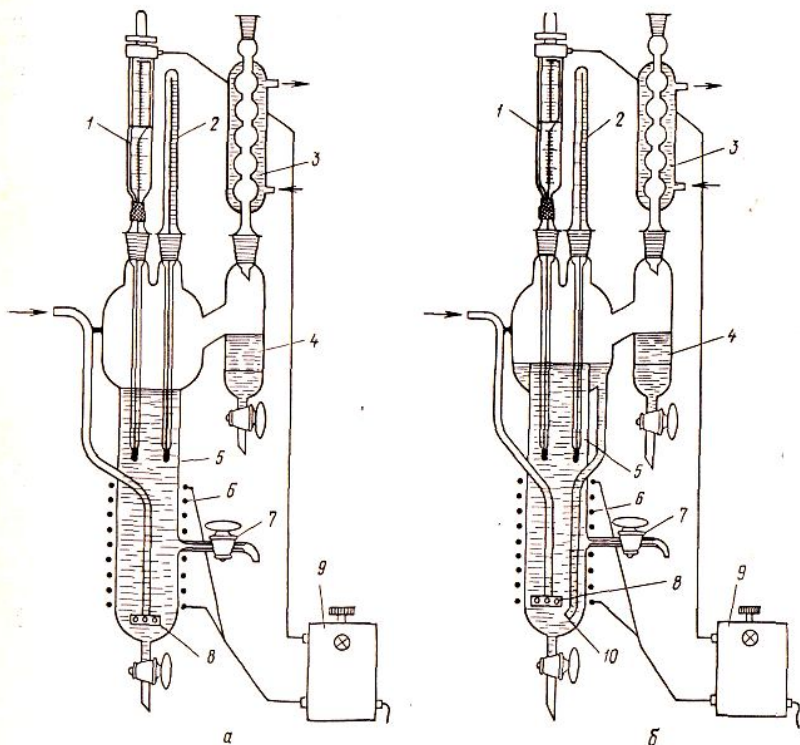
ortiqroq berish va simob tuzlariga nisbatan uch valentli temir sulfat tuzini $Fe_2(SO_4)_3$ bir oz ortiqcha (10-20%) miqdorda qo'shish bilan minimumga yetkazish mumkin. $Fe(III)$ -tuzi simobning qaytarilgan shaklini regenerirlaydi:



1 –reaksiya kinetikasi barbotajli reaktorda tadqiq etiladi (2, b-rasmga qarang). Rasmda tasvirlangan yig'ib qoluvchi moslama ishlatilmaydi, yoki uni to'kilgunga qadar suv bilan to'ldirib qo'yiladi. Atsetilenni sarfini reometr bilan o'lchagan holda gazometrdan yoki ballondan uzatiladi.

Reaktordan chiqqan reaksiya gazlarni kalsiy xloridli quritgich kolonkasidan o'tkaziladi. Quruq muzli atseton bilan sovitib turilgan yig'gichda hosil bo'layotgan atsetaldegid kondensatlanadi.

Katalizator eritmasini tayyorlash uchun tubi yassi kolbaga simob(II) oksidi, temir(III)-valentli tuzini ($Fe_2(SO_4)_3$) va suvning kerakli miqdori solinadi. Aralashtirib turgan holda aralashmaga konsentrlangan sulfat kislotasini asta qo'shiladi. Simob oksidi va temir sulfat to'liq erigach, katalizator eritmasini reaktorga quyiladi.



2-rasm. Geterofazali reaksiyalarni o'tkazish uchun laboratoriya yarimdavriy reaktorlari qurilmalari: gaz –suyuqlik sirkulyasiyasiz (a) va reaksiyon massaning sirkulyasiyasi bilan (b): 1 – kontaktli termometr; 2 – termometr; 3 – qaytarma sovutgich; 4 – kondensat yig'gich; 5 – reaktor; 6 – elektrli isitgichning g'altagi; 7 – namuna olish jo'mragi; 8 – barboter; 9 –termoregulyator; 10 – sirkulyatsion quvurcha.

Sovituvchi aralashma tayyorlash uchun 1 l sig'imli Dyuar idishi-ga 700 ml atseton solinadi va ehtiyotkorlik bilan quruq muz bo'laklarini (himoya ko'zoynagini taqqan holda) atseton ko'pirishi to'xtaguncha oz-ozdan qo'shiladi.

Hosil bo'lgan sig'imga dastlab tortib olingan og'zi berk yig'gichni joylanadi va tushirilgach berkitgich qismlarni olib tashlab qurilmaga ulab qo'yiladi.

Diqqat!!! Sovituvchi aralashma va katalizator tayyorlash ishlari ni mo‘rili shkada rezina qo‘lqop kiyib va himoya ko‘zoynagini taqib olib bajariladi.

Qurilmani ishga tushirish uchun reaktorni qizdirish boshlanadi va haroratni $70-95^{\circ}\text{C}$ oralig‘ida o‘rnatiladi.

Atsetilenni berilgan $0,3-3,0$ minut⁻¹ hajmiy tezlikda uzatishni boshlanadi. Tajriba davomida atsetilenning berilgan tezlikdagi sarflinishini doimiyligi ta‘minlanadi.

Atsetilen berib bo‘lingach, reaktorni qizdirish tizimi ishga tushiriladi va darhol barbotyerdan atsetilen tarmog‘ini unga katalizator eritmasi so‘rilib ketishini oldini olish uchun uzib qo‘yiladi.

Keyin qurilmadan yig‘gich ajratiladi, tirqishlari berkitiladi va Dyuar idishidan chiqarib olib, yig‘gichning sirtida namlikni kondensatlanishi tugagunicha xona haroratida ushlab turiladi.

Shundan so‘ng, yig‘gichni filtr qog‘oz bilan qurigunicha artiladi va $0,01$ g aniqlikda tarozida tortilib, olingan atsetaldegid massasi aniqlanadi.

Individual vazifa variantlari:

-reaksiya tezligining atsetilen uzatish tezligiga bog‘liqligidan berilgan tarkibli katalizator va haroratdagi reaksiyaning ketishining kineetik oblasti aniqlansin;

-yuqorida berilgan drajalarda o‘zgartirgan holda reaksiya tezligining katalizatorli eritma komponentlari konsentratsiyasiga bog‘liqligi topilsin;

-katalizatorning berilgan tarkibi uchun reaksiya tezligining haroratga bog‘liqligi topilsin.

Ishning maqsadi

Suyuq fazada atsetilenni simobning (II) valentli birikmasi ishtirokida atsetaldegidga gidratlanish reaksiyasini va atsetaldegidni paraldegid bilan metaldegid aralashmasiga aylantirishni o‘rganish;

Mahsulotlarning birinchi va ikkinchi bosqichlaridagi unumlarini aniqlash va tajribaning material balansini tuzish.

Ishni bajarish tartibi.

Reaktivlar: atsetilen (gazometrdan olinadi) 9 l.;

konsentrlangan sulfat kislotasi ($d_4^{20} = 1,836 \text{ g/cm}^3$) 15 ml;

simob oksidi 1,8 g;

temir sulfat 3 g;

distillangan suv 150 ml;

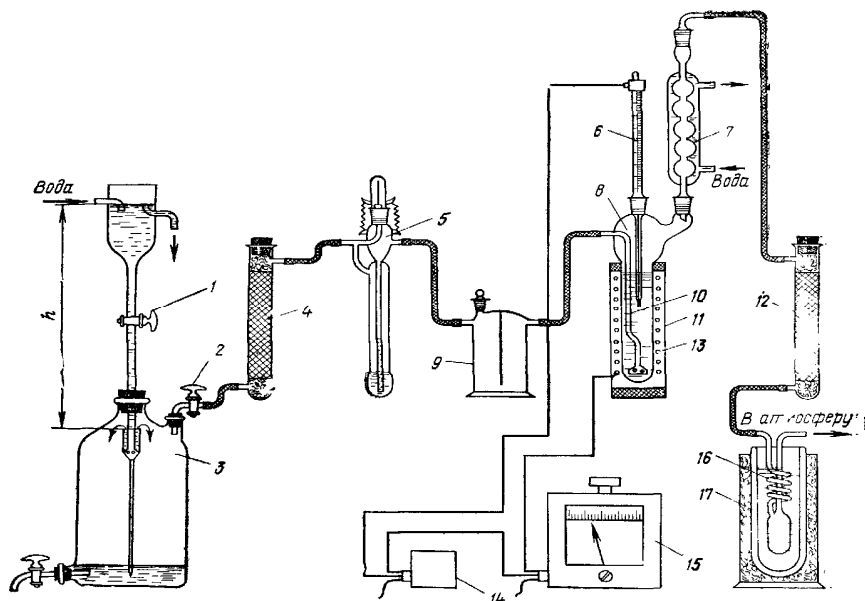
atseton 700 ml;

quruq muz.

Atsetilenni atsetaldegidga gidratlashni 3-rasmda ko'rsatilgan qurilmada amalga oshiriladi.

Ushbu qurilma doimiy bosimli 3-gazometr; 4 va 12-suvsiz kalsiy xloridi solingan shisha quvurlar; 5-reometr; 6-kontakt termometr; 7-qaytarma sovutgich; 8-reaktor; 9-dastlabki himoya sklyankasi; 14-rele-regulyatorning himoya qobig'i; 15- avtotransformator; 16- yig'gich va 17- sovituvchi aarlashmali Dyuar idishi kabilar bilan jihozlangan.

Tajribani bajarishdan avval barcha qurilmalarning germetikliligi va to'g'ri ketma-ketlikda ulanganligi tekshiriladi. Agarda avval reometr graduirlanmagan bo'lsa uni albatta ishdan oldin graduirlanadi. Reaktorda berilgan haroratni ushlab turish uchun sistemaning ishlash ishonchliligi tekshiriladi.



3-Rasm. Atsetilenni gidratlash qurilmasi.

1,2 - joʻmraklar; 3-gazometr; 4,12-suvsiz kalsiy xlorid toʻldirilgan shisha quvurchalar; 5- reometr; 6-kontakt termometr; 7-qaytarma sovitgich; 8-reaktor; 9- dastlabki himoyalash sklyankasi; 10-barboter; 11-gʻilof; 13- elektrosiral; 14-rele-sozlagich; 15-avtotransformator; 16-yigʻgich; 17-Dyuar idishi.

Reaktor issiqbardosh shisha idishdan yasalgan boʻlab, reaksiya qismi diametri 35 mm va balandligi 180 mm boʻlgan kolonka koʻrinishga ega. U atsetilenni uzatib beruvchi 10-barboter, reaksiya massani qizdirish uchun 13- elektr spirali va 6- kontakt termometr bilan qaytarma sovitgini oʻrnatish uchun ikkita jilvirlangan shisha ogʻizlar bilan jihozlangan. Reaksiya uchun zarur boʻlgan miqdorda atsetilen olinadi (189 bet, Odobashyan G.V., 1982 y.ga qarang) va katalizatorli eritma hamda yigʻgich asbobini sovitib turish uchun aralashma tayyorlanadi. Katalizatorli eritma tayyorlash uchun 500 ml sigʻimli issiqlikka bardoshli tubi tekis shisha kolbaga $1,8 \pm 0,001$ g ikki valentli simob oksidi, $3,0 \pm 0,01$ uch valentli temir sulfat va 150 ml distillangan suvni solinadi hamda ehtiyotkorlik bilan aralashtirib

turgan holda 15 ml konsentrlangan sulfat kislotasini tomchilatib qoʻshiladi. Simob oksidi va temir sulfat erib boʻlgach, katalizatorli eritmani reaktorga asta quyiladi, suvni qaytarma sovutgichga beriladi va qizdirish boshlanadi.

Reaksiyon haroratgacha katalizatorli eritmani qizdirish jarayonida yigʻichni sovitish uchun aralashma tayyorlanadi. Buning uchun 1 l sigʻimli D'yuar idishiga 700 ml atseton solinadi va ehtiyotkorlik bilan muzning kichik boʻlaklarini (himoya koʻzoynagini taqib ish bajariladi) atsetonning koʻpirishi toʻliq toʻxtagunicha asta-sekin qoʻshiladi. Hosil boʻlgan aralashmaga dastavval tayyorlab olingan ogʻzi berkitilgan yigʻichni tushiriladi va ogʻzi ochibyu tashlanib yigʻichni qurilmaga ulanadi.

Diqqat!!!! Katalizator eritmasi va sovituvchi aralashmani tayyorlash ishini moʻrili shkafda rezina qoʻlqop va himoya koʻzoynagini taqqan holatda amalga oshiriladi (bajariladi).

Katalizator eritmasi harorati 95⁰C ga etganida reaktorga 8 litr atsetilen gazini 70 ml/min tezlikda beriladi. Atsetilenni uzatish tezligini 1-joʻmrakni toʻliq ochgan holda va 2-joʻmrakni asta burash bilan boshqarib turiladi.

Kerakli tezlikda atsetilenni reaktorga uzatilib turishini bir maromda ushlab turish uchun gazometrning napor qurilmasidagi ustun balandligi $h=800$ mm dan kam boʻlmasligi kerak.

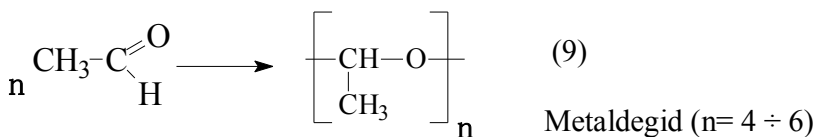
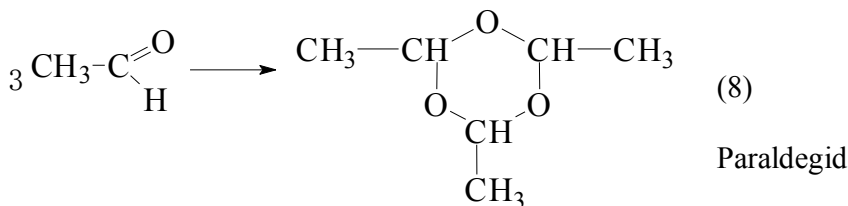
Atsetilan uzatish tugagach, reaktorni qizdirish boshlanadi va reaktordagi katalizator aralashmasi atsetilan yoʻnalishiga soʻrilib ketmasligi uchun darhol barbotyerdan atsetilen yoʻnalishi uzib qoʻyiladi.

Keyin qurilmadan yigʻichni ajratib olinadi, uning tirqishlari berkitilib Dyuar idishidan chiqarib olingach, yigʻichning sirtida namlikni kondensatlanishi toʻxtagunicha xona haroratida ushlab turiladi. Shundan soʻng, yigʻichni filtr qogʻoz bilan artiladi va 0,01 g aniqlikda tortiladi va olingan atsetaldegidning massasi aniqlanadi.

Laboratoriyachda quruq muz boʻlmagan taqdirda atsetaldegidni boshqa yoʻl bilan ajratib olish mumkin (189 bet, Odobashyan G.V., 1982 y.ga qarang).

Ajratib olingan atsetaldegidni paraldegid va metaldegid aarlashmasiga aylantirish uchun yigʻichni Dyuar idishiga na 20 minut tushuriladi. texnik tarozi bir vaqtning oʻzida 1 tomchi H_2SO_4 – konsentrlanganidan solingan 25 ml tubi tekis konussimon ogʻzi berk kolbani tortib

olinadi va chinni kosachada muz bilan sovutiladi. Keyin tezlik va ogohlik bilan yig'gichdagi atsetaldegidni konussimon kolbaga solib chayqatiladi. So'ngra muzli idishda yana 20 daqiqa ushlab turiladi. Shu vaqtda kolbada quyidagi reaksiyalar ketadi:



20 minutdan so'ng kolbani muzli idishdan olinadi va xona haroratigacha isishga ushlab turiladi. Keyin kolbani filtr qog'ozi bilan namlangan yerlarini artib quritiladi. So'ngra kolbani reaksiyon massa bilan tarozida tortib paraldegid va metaldegid aralashmasi massasi aniqlanadi.

Reaksiya uchun olingan atsetilen miqdoriga nisbatan hosil bo'lgan atsetaldegidi unumi hisoblab topiladi. Keyin paraldegid va metaldegid unumi hisoblanib, atsetaldegidning yo'qotilgan unumi hisoblanadi.

Tajriba natijalari va hisoblashlar quyidagi tartibda yoziladi:

Reaksiya uchun olingan atsetilen, litr.

Olingan moddalar grammlarda:

Atsetaldegid

Metaldegid va paraldegid aralashmasi

Atsetilenning konversiyalanish darajasi, %:

Unum, % (mol):

-atsetaldegidni

-atsetaldegidga asosan paraldegid va metaldegid aralashmasini

Oligomerlanish jarayonida atsetaldegidning yo'qotilgan miqdori:

Grammda

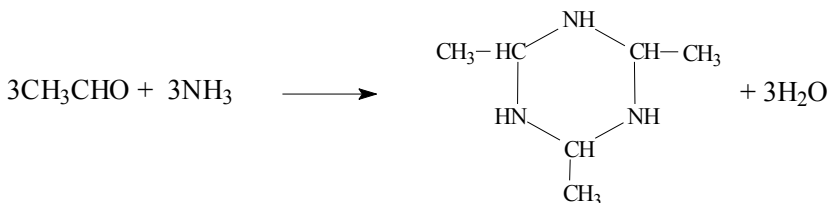
% (mass.) da

Tajriba natijalari tahlil qilinadi va o‘zi bajargan ishning xulosalarini daftarga yoziladi.

Atsetaldegidni aldegidammiak ko‘rinishda ajratib olish

Reaksiyaga kirishmagan atsetilen bilan atsetaldegid bug‘lari 12-suvsiz CaCl_2 solingan nay orqali o‘tgach (3-rasmga qarang), muzli tuz bilan sovutilib turilgan 150 ml quruq dietil efiri bo‘lgan Dreksel idishdan o‘tkaziladi.

Atsetilen uzatilib bo‘lingach, Dreksel idishi qurilmadan echib olinadi va idishdagi atsetaldegidning efirli eritmasi orqali idishni sovutib turgan holda 40 minut davomida quruq ammiak beriladi. Ammiak eritmasini shunday tezlikda oppoq kristallari efirdan ajratiladi.



filtr qog‘ozining bir nechta qavati bilan quritilgach, tortiladi. Aldegidammiakning massasini bilgan holda hosil bo‘lgan atsetaldegidning massasi (G, g) quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

$$G = 1,023 \text{ g};$$

bu yerda, g- aldegidammiakning 1 massasi, gramda; 1,023 – paraldegid va aldegidammiaklarning molekulyar massalari nisbati.

Nazorat savollari

1. Uglevodorodli gazlarni va kondensatlarni kimyoviy qayta ishlash, uni O‘zbekiston va xorijdagi ahvoli va istiqboliy rivoji.
2. Sanoatga realizatsiya qilingan uglevodorod gazlarni kimyoviy qayta ishlash jarayonlari. Uglevodorod gazlarni qayta ishlashning istiqboliy yo‘nalishlari.
3. “O‘zbekneftgaz” XK korxonalarida gazkimyo, uning holati va kelajagi.

4. Atsetilen olish maqsadida metanni pirolizi. Tabiiy gazni pirolizi bilan atsetilen olish jarayonini issiqlik olib kelish usuliga bog'liq holdagi turli ko'rinishlari: qo'zg'almas nasadkali regenerativ tipli reaktorlarda, gaz holatdagi issiqlik tashuvchi oqimida piroliz, oksidlab piroliz, elektrokreking, quyi haroratli plazma oqimidagi piroliz. Pirogaz tarkibi.
5. Piroliz gazlaridan atsetilenni ajratib olish, atsetilenni qo'llanilish hududlari, vodorod va uglerod oksidini ishlatilish yo'llari.
6. Tabiiy gazdan texnik uglerod (qurum) ishlab chiqarish texnologiyasi. Qurum ishlab chiqarish uchun xomashyo, tarkibi va xossalari. Qurumni sinflanishi. Qurumni tuzilishi va xossalari.
7. Atsetilen uglevodorodlarini laboratoriya va sanoat usullarida olish usullari.
8. Uchbog' tutgan alkinlarning kimyoviy o'zgarish reaksiyalari: suvning birikishi, Kucherov reaksiyasi. Atsetilendan kimyoviy o'zgarish orqali olinadigan mahsulotlar.
9. Qurum zarrachalarini hosil bo'lish mexanizmi.
10. Turli uslublar bilan qurum ishlab chiqarish texnologiyasining asoslari. Havosiz termik parchalash bilan qurum ishlab chiqarish. Diffuzion alangadan cho'ktirib qurum olish.
11. Ishlab chiqarishning pechli uslublari. Pechli gaz qurum ishlab chiqarish texnologiyasi.
12. Qurumni ushlab qolish va tozalash usullari.
13. Qurumni rezina sanoatida va sanoatning boshqa sohalarida qo'llanilishi.

2–laboratoriya ishi
Uglevodorod xomashyosining termik va katalitik piroliz
jarayonlari
A. Uglevodorod xomashyoni termik piroliz qilib olefin
uglevodorodlar olish

Piroliz – yuqori haroratlar ($750 - 900^{\circ}\text{C}$) da ketuvchi uglevodorod xomashyoning parchalash jarayonidir, u turli xil mahsulotlarni, shu jumladan, birinchi navbatda etilen va propilenlarni organik va neftkimyoviy sintez sanoati uchun olishga mo'ljallangan.

Piroliz jarayoni uchun uglevodorod xomashyosi sifatida gaz holidagi uglevodorodlar: etan, propan, butan, hamda suyuq neft fraksiyalari, eng tez-tez - to'g'ridan-to'g'ri haydab olingan benzin fraksiyasi (Q.B. – 180°C) qo'llaniladi. Piroliz sharoitlarida yuqori haroratlarda turli – tuman reaksiyalar: kreking, degidirlash, kondensatsiya va boshqalar ketadi va oqibatda gaz holidagi to'yinmagan uglevodorodlarni, aromatik uglevodorodlari yuqori miqdorda bo'lgan suyuq mahsulotlar (piroliz smolalari) ni va piroliz pechi quvurlarining ichki yuzasida joylashuvchi koks hosil bo'lishiga olib keladi.

Piroliz uchun eng maqbul xomashyo bu n-parafin uglevodorodlardir, eng nomaqbuli – aromatik uglevodorodlardir. Ilk xomashyo molekulyar massasining ortib borishi bilan gaz holidagi mahsulotlarning chiqishi kamayadi va suyuqlik hamda koksning chiqish miqdorlari oshadi. Piroliz jarayoniga ta'sir etuvchi asosiy faktorlar – harorat, kontakt vaqti va bosimdir. Quyi olefinlar (etilen va propilen) ning chiqishini oshirish uchun piroliz jarayonini maksimal yuqori haroratlarda ($850 - 900^{\circ}\text{C}$), minimal mumkin bo'lgan kontakt vaqtda (0,01 – 0,8 s) va uglevodorod xomashyoning minimal mumkin bo'lgan bosimida olib borish lozim. So'nggi ko'rsatkichni pasaytirish uchun piroliz suv bug'i ishtirokida olib boriladi. Suv bug'ining miqdori qo'llanilayotgan xomashyoga bog'liq bo'lib, 30 – 40% ni (gaz holidagi xomashyo uchun) va 50 – 100% ni (suyuq uchun) tashkil qiladi.

Ishdan maqsad

I – Variant.

Piroliz jarayonini o'qituvchi tomonidan berilgan jarayon sharoitlarida (harorat, H_2O : xomashyo nisbati, tajriba olib borish vaqti) olib borish, material balansini tuzish.

II – Variant.

Jarayon parametrlari (harorat, H_2O : xomashyo nisbati, shartli kontakt vaqti) ni piroliz maqsadiy mahsulotlarining chiqishiga ta'sirini o'rganish. Ushbu holda ish o'zgaruvchi parametrlarning uch laboratoriya kuni davomida bajariladi. Shu bilan birga har bir tajriba material balansi tuziladi va piroliz maqsadiy mahsulotlarning chiqishlari bilan harorat, H_2O : xomashyo nisbatlari yoki shartli kontakt vaqti oralaridagi bog'liqlik grafigi quriladi.

Tajribani olib borish

Reaktivlar

Xomashyo: to'g'ridan – to'g'ri haydab olingan benzin 37 – $187^{\circ}C$ fraksiyasi;

Distillangan suv;

Sovituvchi aralashma – suyuq azotni izopropil spirti bilan aralashmasi (suyuq azot bo'lmaganda osh tuzili “ho'l muz”).

Talaba o'qituvchidan topshiriq olgandan so'ng quyidagilarni hisoblaydi:

1. Reaksiya zonasidagi xomashyo va suv bug'larining yig'ma hajmi Q_n ni:

$$Q_n = \frac{V_{z.p.} * K}{\tau}; \quad (10)$$

bu yerda: $V_{z.p.}$ – reaksiya zonasining hajmi

τ - shartli kontakt vaqti

K – g'ovaklilik (katalizator donalari orasidagi bo'sh hajm).

G'ovaklilik tajribada aniqlanadi.

2. Reaktorga bir soat mobaynida berilayotgan benzin va suv bug'ining umumiy miqdori, $\sum N_i$ (mol/soat)

$$\Sigma Ni = \frac{Qn * 273 * 3600}{22,4 * (273 + t) * 1000}; \quad (11)$$

bu yerda: t – reaksiya harorati, $^{\circ}\text{C}$.

3. Suv:xomashyo molli nisbati (n) – suv: xomashyo = 0,7 : 1 massaviy nisbatdan kelib chiqqan holda (olingan xomashyo uchun $M=100$ g/mol) :

$$n = \frac{0,7 \cdot M_{\text{бензин}}}{1 \cdot M_{\text{суг}}} = \frac{0,7 \cdot 100}{1 \cdot 18} = 3,88 \quad (12)$$

YA'ni, 3,88 mol suv uchun 1 mol benzin to'g'ri keladi.

4. Reaktorga berilayotgan xomashyo mollarining umumiy miqdori, Σ : $\Sigma N = 1 + 3,88 = 4,88$ mol

5. Reaktorga kirishdagi benzin va suvning sarfi

A) benzin sarfi (mol/soat):

$$N_{\text{бензин}} = \frac{\Sigma Ni \cdot n_{\text{бензин}}}{\Sigma N}; \quad (13)$$

B) suvning sarfi (mol/soat):

$$N_{\text{суг}} = \frac{\Sigma Ni \cdot n_{\text{суг}}}{\Sigma N}; \quad (14)$$

Reaktorga kirishdagi benzin va suvning sarfi (sm³/soat)

a) benzinni sarfi:

$$V_{\text{бензин}} = \frac{N_{\text{бензин}} \cdot M_{\text{бензин}}}{\rho_{\text{бензин}}}; \quad (15)$$

b) suvni sarfi:

$$V_{\text{суг}} = \frac{N_{\text{суг}} \cdot M_{\text{суг}}}{\rho_{\text{суг}}}; \quad (16)$$

Olib borilgan hisoblar asosida xomashyo va suv yuborish uchun shkiqlar 5 va 6 – jadval ma'lumotlaridan tanlab olinadi.

5-Jadval

Xomashyo yuborish tezligini shkiq diametriga bog'liqligi (shpris hajmi 100 sm³).

Shkiq yo'lakchalarini nomeri (shkiq diametri oshib borishi tartibida)	Benzin sarfi, ml/soat
1	25,8
2	36,6
3	40,8
4	52,8
5	64,2
6	90,6
7	122,4

6 – jadval

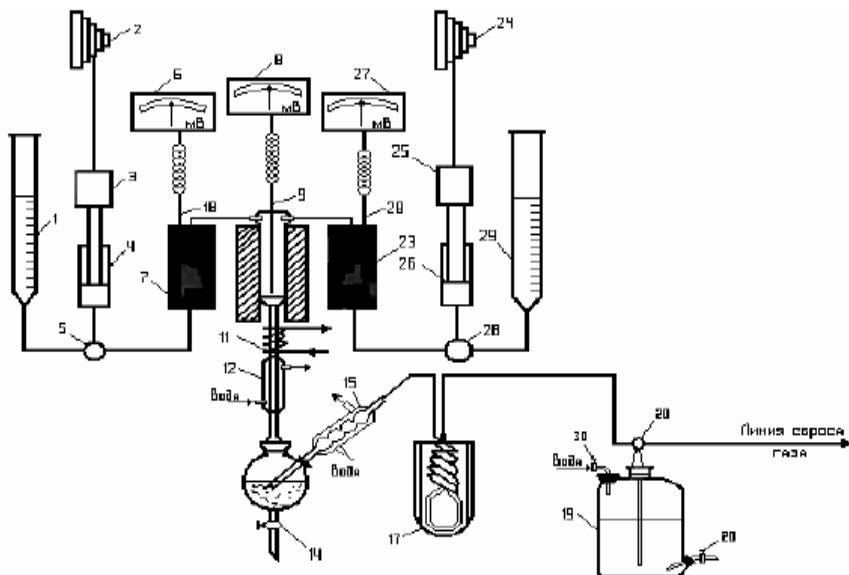
Suv yuborish tezligini shkiq diametriga bog'liqligi (shpris hajmi 50sm³)

Shkiq yo'lakchalarini nomeri	Suv sarfi, ml/soat
1	24,0
2	34,8
3	46,8
4	55,8
5	67,2
6	81,0

O'qituvchi barcha hisoblarni tekshirgach talabalar tajriba o'tkazishga kirishadilar.

Uglevodorod xomashyoni termik pirolizi qurilmasi

Uglevodorod xomashyoni termik pirolizi atmosfera bosimida kvarts reaktorli oqimli qurilmada amalga oshiriladi. Uglevodorod xomashyoni termik piroliz qurilmasi 3 – rasmda keltirilgan.



4 – Rasm. Uglevodorod xomashyoni pirolizi qurilmasi sxemasi:
1,29 – byuretkalar; 2,24 – shkivlar – dozatorlar; 3,25 - yuklar; 4,26 – shprislar; 5,14,21, 28, 30 – jo‘mraklar; 6, 8, 27 – o‘lchagichlar – sozlovchilar; 7 – benzin bug‘latgich; 9, 18, 22- termoparalar; 10 – reaktor; 11 – sovutgich; 12, 15 – suv bilan sovutgichlar; 13 – qabul kolbasi; 16 – ushlab qolgich; 17 – “Dyuar” idishi; 19 – gazometr; 20 – uch yo‘lli jo‘mrak; 23 – suv bug‘latgich.

7, 10 va 23– Pechlarni elektrisitgichiga, 12 va 15–sovutgichlarga esa suv ulanadi. Reaktor 10 dagi (500°C ga pirolizdagidan yuqori harorat), benzin bug‘latgich 7 dagi (400°C) va suv bug‘latgich 23 dagi (500°C) haroratlar o‘rnatiladi. Harorat harorat-o‘lchagichlar – sozlovchilar 6, 8, 27 va termoparalar 18, 9, 22 bilan o‘lchanadi.

Jo‘mraklar 5 va 28 ni burash bilan shpris 4 va 26 lar byuretkalar 1 va 29 bilan bog‘laydilar. Shkiv 1 – dozatorlar 2 va 24 ning to‘xtatgich – gaykalari bo‘shatiladi va ehtiyotkorlik bilan shprislar 4 va

26 mos holda xomashyo va suv bilan to'ldiriladi. Shprislar to'lg'azilgan shkivlarning to'xtatgich – gaykalari tortib qo'yiladi va jo'mraklar 5 va 28 buraladi. Gazometr 19 ning jo'mragi 21 yopiqqligiga ishonch hosil qilingach (uning o'zi esa suv bilan to'lgan), uch yo'lakchali jo'mrak 20 ni gazni tashlab yuborish holatiga o'tkaziladi va suvni berish dozatori ulanadi. Bu yyerda og'irlik kuchi ta'sirida yuk 25 pastga (tros noto'g'ri o'ralgan bo'lsa u ko'tariladi) tushishi va shpris 26 porshenini harakatga keltiradi. Qabul kolbasi 13 da kondensat ko'ringach xomashyoni berish dozatori ishga tushiradilar.

Xomashyo va suv yuborish amalga oshirilgach, odatda reaktorda belgilangan (o'rnatilgan) harorat doim pasayadi, piroliz gazini birinchi 5 – 15 minutda yig'maydilar, gaz tashlab yuborishga yo'naltiriladi. Ushbu vaqtda ushlab qolgich 7 Dyuar idishidan tashqarida bo'ladi. Rejim barqarorlashgach jo'mrak 14 ochiladi va qabul kolbasi 13 dagi suvli kondensat va smola to'kib tashlanadi, jo'mrak 21 ochiladi, jo'mrak 14 tezda yopiladi, sekundomer ishga tushiriladi, xomashyo va suvning boshlang'ich hajmlari shprislar 4 va 26da o'lchanadi va ushlab qolgich 16 sovituvchi aralashmali Dyuar idishiga tushiriladi. Tajriba vaqti davomida qurilma ish rejimi kuzatib turiladi.

Tajriba yakunlangach (davomiyligi 15 – 20 l piroliz gazini yig'ib olish uchun ketgan vaqt) dozator o'chiriladi, gazometr 20 jo'mragi gazni tashlab yuborish holatiga o'tkazib yopiladi. So'ng qabul qilgich 13 ga mahsulot shlifli kolbaga, suvli kondensatning asosiy massasi avvaldan to'kib tashlanib, qo'yiladi. Kolba va suyuq reaksiya mahsulotlari ushlab qolgich 16 (oldindan tortib olingan) tortiladi, ular massalarining tajribadan avval va undan so'nggi farqi bo'yicha hosil bo'lgan reaksiya suyuq mahsulotlarning yig'ma miqdori G_{suyuq} (kolba va ushlab qolgich 16 ga yig'iladi) aniqlanadi. Shprislar 4 va 26 dagi xomashyo va suvlarning qoldiq hajmlari va yig'ilgan gaz miqdori V o'lchanadi. Tajriba boshi va oxiridagi hajmlar farqi bo'yicha ml da o'tkazilgan xomashyo va suvning miqdorlari topiladi, shundan so'ng xomashyo va suvning grammdagi miqdorlari hisoblanadi:

$$G_{x,a} = Q_{x,a} \times d_{x,a}; \quad GH_2O = QH_2O \times dH_2O;$$

Olingan gaz hajmini normal sharoitlarga keltiriladi. Buning uchun tajriba jarayonida harorat va atrof-muhitning bosimi o'lchanishi lozim. Yig'ilgan piroliz gazi tahlil uchun bosimli sklyankali shisha byuretkaga olinadi. Buning uchun gazometr uchun gazometr 10 ga

moʻl bosim hosil qilish uchun joʻmrak 10 ni ochish bilan suv beriladi. Soʻng joʻmrak 20 gazni tashlab yuborish chizigʻiga burab oʻtkaziladi va gazni tashlab yuborish chizigʻiga bosimli sklyankali shisha byuretka tezlik bilan ulanadi. Bosimli sklyanka suv bilan, byuretk esa gaz bilan toʻlgach joʻmrak 20 ni neytral holatga oʻtkaziladi. Piroliz gazining qolgan qismi shkaf ostiga chiqarib yuboriladi, gazometr esa suv bilan toʻlatiladi. Reaktor devoridagilarni yoqib yuborish maqsadida suvni berish dozatori bugʻlatgich 4 ga ulanadi va suv bugʻi 10 minut davomida beriladi. Soʻng qaytarma joʻmrak orqali reaktorga 20 l/soat tezlikda 800°C dan yuqori boʻlmagan haroratda havo beriladi. Reaktordan chiqayotgan regeneratsiya gazlari 20l yigʻib olingach, regeneratsiyaning toʻliqligi tekshiriladi. Buning uchun gazni atmosferaga tashlash chizigʻidagi shlang boritni suvli eritmasiga tushirib qoʻyiladi. Agarda suv xiralashsa, regeneratsiya oʻtgan boʻladi. Suvni yuborish dozatori oʻchiriladi. Reaktorga havo yana 1 minut davomida berib turiladi. Bundan soʻng pechlarning elektroisitgichi oʻchiriladi va suvni sovitgichlar 5 ga berish toʻxtatiladi. Yigʻilgan regeneratsiya gazini tahlilga olish metodikasi piroliz gazlarniki kabidir.

Tajriba maʼlumotlariga ishlov berish misoli

Laboratoriya ishiga tayyorgarlikda talaba 7–jadvalni rasmiylashtiradi. Ushbu jadval tajriba vaqtida olinadigan maʼlumotlar bilan toʻldirib boriladi.

7–Jadval

Tajriba sharoitlari va kuzatish natijalari

Xomashyo	Toʻgʻridan – toʻgʻri haydab olingan benzin 37 – 187°C fraksiyasi
----------	---

Xomashyo molekulyar massasi	100
Xomashyoni 20 ⁰ C dagi zichligi, g/sm ³	702
Piroliz harorati, ⁰ C	800 – 850
Shartli kontakt vaqti, s	0,4
Suv: xomashyo massaviy nisbati	1:1
Reaksiya zona erkin hajmi, sm ³	20
Xomashyo sarfi, sm ³ /soat	
Suv sarfi, sm ³ /soat	
Tajriba davomiyligi, min	
Tajriba vaqtida yuborilgan xomashyo miqdori, g	
Tajriba vaqtida yuborilgan suv miqdori, g	
Piroliz gazi hajmi, l	
Tevarak – atrof harorati, ⁰ C	
Atmosfera bosimi, mm.sim.ust.	

To‘g‘ridan – to‘g‘ri haydab olingan benzin fraksiyasining pirolizi tajribasini material balansi 8 – jadvalda keltirilgan.

8 – Jadval

Benzinni termik pirolizi jarayonining material balansi

Keldi		Sarf bo‘ldi	
Modda	Miqdori, g	Modda	Miqdori, g
Benzin		Gaz holdagi mahsulotlar	
Suv		Suyuq kondensat Koks Suv Yo‘qotilishlar	
Jami		Jami	

Termik piroliz bilan olefin uglevodorodlar olish ishini bajarishda ahamiyatli bosqich – xromatografik tahlil usuli bilan amalga oshiriluvchi piroliz gazi tarkibining tahlilidir. Shu bois quyida gaz aralashmalarni tahlil qilishning xromatografik usulining fizik –

kimyoviy asosi bayon etildi, xromatografni tuzilishi, xromatogrammalarni hisoblashlar yoritiladi.

Gaz aralashmalarni xromatografik tahlili

Xromatografiyaning istalgan turli ko'rinishini ajratiluvchi komponentlarni ikki o'zaro aralashmovchi fazalar orasida taqsimlanishiga asoslangan fizik – kimyoviy usul deb aniqlash mumkin, bunda ushbu fazalardan biri qo'zg'almas, ikkinchisi esa harakatchandir.

Qo'zg'almas faza qattiq adsorbent, yoki adsorbentni suyuqlikdagi suspenziyasi, yoki qattiq yoyuvchi (tashuvchi) yuzasiga joylashtirilgan suyuqlikdir. Harakatchan faza (gaz yoki suyuqlik) qo'zg'almas faza qatlami bo'yicha oqib o'tadi (shamollatiladi).

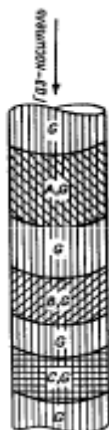
Gazli xromatografiya tushunchasi harakatchan faza gaz holatda (bo'g' yoki gaz holatida) bo'dgan xromatografiyani barcha metodik variantlarini birlashtiriladi.

Gazoadsorbsion xromatografiya (GAX) qo'zg'almas fazasi faol dispers jism (adsorbent): pista ko'mir, silikagel, seolit bo'lgan gazli xromatografiyaning barcha metodik variantlarini o'z ichiga oladi.

Gazsuyuqlikli xromotografiya (GJX) ga qo'zg'almas faza sifatida qattiq yoyuvchi (tashuvchi) yuzasiga joyolashtirilgan suyuqlik qatlami qullaniluvchi gazli xromatografiyaning barcha metodik variantlarikiradi.

Gazoxromatografik tahlil olib borishning eng tarqalgan variantini prinsipial sxemasi quyidagicha tushuntiriladi.

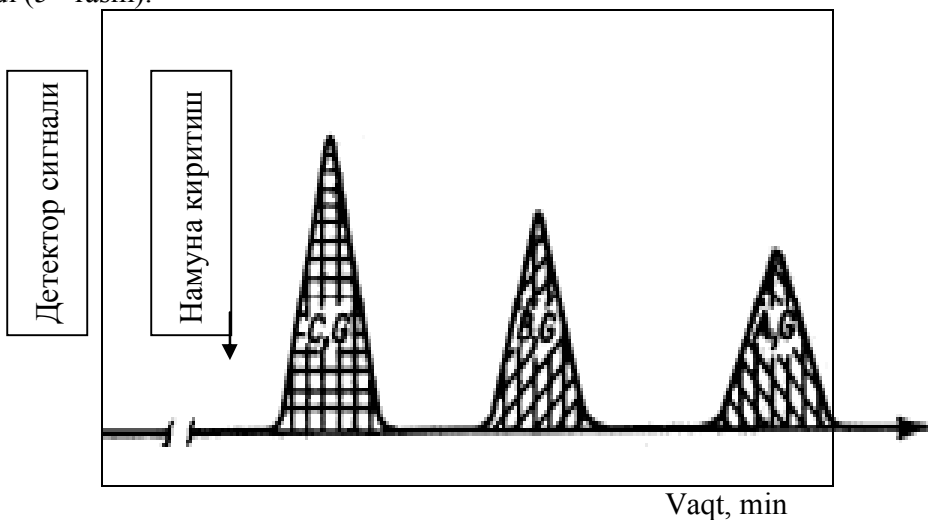
Tahlilni boshlashdan avval qo'zg'almas faza saqllovchi xromatografik kolonnani (4-rasm) uzlukchiz ushbu fazada amalda sorbilanmaydigan gaz (inert) bilan yuvib tashlanadi va ushbu tashuvchi – gazga kolonkaga kirishda tahlil qilinuvchi komponentlar aralashmasi, masalan A, V va S ning katta bo'lmagan muayyan bir miqdori (porsiya) kiritiladi.



Komponentlar
qo'zg'almas faza
qatlami bo'ylab
harakatda sorbsiya yoki
eruvchanlikdagi
spetsifik farqlanishlar
oqibatida bir – biridan
inert tashuvchi gaz
bilan ajratilgan
zonalarga guruhlanadi
(4 - rasm).

4 – rasm. Xromatografik kolonna.

Agarda kolonnadan chiqishda gaz oqimining qaysi bir fizik xossasini (differensirlangan detektirlash deb nomlangan) vaqt bo'yicha o'zgarishini ro'yxatga olinsa, xromatogramma deb ataluvchi chiqish xromatografik egri chizig'i nulli (bazaviy) chiziqdan qo'tarilib turuvchi ko'proq yoki kamroq o'tkir cho'qqi ko'rinishida yoziladi. Uning sathi tahlil so'ngida, odatda tahlil boshidagi uning holatiga mos keladi (5 - rasm).



5 – rasm. Xromatogramma ko'rinishi

Shunday qilib, kolonna bir tahlil so'ngida avtomatik tarzda keyingisini bajarishga tayyor bo'lib qoladi.

Namuna kiritish momentidan cho'qqi balandligini ro'yxatga olish momentigacha bo'lgan komponentlarni chiqish vaqti – tahlil qilinayotgan moddalarni sifat xarakteristikasini beradi.

Xromatografik cho'qqilar yuzalarini (yoki balandliklarini) solishtirish yuqori aniqlik bilan miqdoriy aniqlashlarni olib borish imkonini beradi.

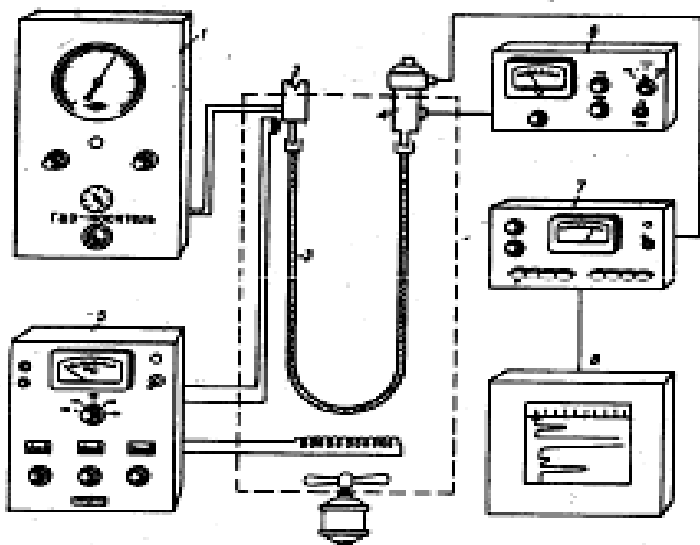
Xromatografning asosiy sistemalari va tugunlari

Gazli tahliliy xromatograf o'zaro ta'sirlashuvchi sistemalar jamlanmasidan iborat bo'lib, tarkibini aniqlash maqsadida izlanilayotgan aralashmaning optimal xromatografik ajralish rejimida tahlilni olib borishga mo'ljallangan.

Tahliliy gaz laboratoriya xromatografining prinsipial sxemasi 6 – rasmda keltirilgan.

Gazli funksional aloqalar ikkilangan chiziqlar bilan, elektriklar – bir chiziq bilan, termostatlanuvchi elementlar punktir (uzuq-yuluq) li kontur ichiga olingan.

Tashuvchi–gaz va qo'shimcha gazlar (agarda ular detektorni sug'orish uchun lozim bo'lsa) oqimlarini o'rnatish, barqarorlashtirish va tozalash gazlarni tayyorlash sistemasi tomonidan bajariladi. Dozalovchi tuzilma tashuvchi– gaz oqimiga bevosita kolonka oldidan gaz holdagi tahlil qilinuvchi aralashmaning ma'lum miqdorini kiritish imkonini beradi.



6 – rasm. Tahliliy gaz laboratoriya xromatografini sxemasi:

1 – gazlarni tayyorlab olish sistemasi; 2 – dozalovchi tuzilma;
3 – kolonka; 4 – detektor; 5 – termoregulyator; 6 – detektorni sugʻorish bloki; 7 – kuchaytirgich; 8 – registrator.

Tashuvchi-gaz oqimi aralashmani alohida tashkil qiluvchi komponentlarga ajratish amalga oshiriluvchi kolonnaga tahlil qiluvchi namunani olib kiradi. Komponentlar tashuvchi-gaz bilan detektorga beriladi va u binar aralashmalar (komponent - tashuvchi-gaz ni toza tashuvchi-gazga taqqoslab) fizik yoki fizik – kimyoviy xossalarini mos holdagi oʻzgarishlarini elektr signalga aylantiradi. Signalning kattaligi nafaqat komponentning tabiatiga, uning tahlil qilinayotgan aralashmadagi miqdoriga ham bogʻliqdir. Detektor mos ravishdagi sugʻorish bloki bilan detektorlash sistemasini tashkil qiladi. Kolonka, detektor va dozalovchi tuzilmalarni lozim boʻlgan haroratij rejimlari, termoregulyator bilan boshqariluvchi mos holdagi termostatlariga joylashtirish bilan amalga oshiriladi. Tahlil jarayonida kolonka haroratini koʻtarish lozim boʻlsa, haroratni programmalash qoʻllaniladi. Termostatlar va programmalashli termoregulyator

termostatlash sistemasini tashkil etadi. Uning tarkibiga haroratni o'lchash tuzilmasi ham kirishi mumkin.

Kuchaytirgich bilan aylantirilgan detektor signali avtomatik potensiometr bilan xromatogramma ko'rinishida yozib olinadi. Ayrim detektorlar uchun signal avvaldan kuchaytirilmasdan yozib olinishi mumkin.

Xromatogramмага miqdoran ishlov berish qo'lda yoki cho'qqi yuzasi va uning chiqish vaqtini avtomatik belgilovchi integrator yordamida amalga oshirilishi mumkin.

Xromatografning barcha funksional sistemalari o'zaro bog'liqdir, shuning uchun asbobning ishi, agarda alohida – alohida har bir sistemaning aniq va to'g'ri ishlash sharti bilan qoniqarli bo'lishi mumkin.

Xromatogrammani integratorlar va EHM lar bilan ishlov berish

Hozirgi vaqtda eng keng tarqalgan va xromatogrammalarga ishlov berish uchun nisbatan oddiy tuzilmalar – xromatografik cho'qqilar yuzalarini va ularning ushlanish vaqtini o'lchashga mo'ljallangan elektron integratorlardir. Integratorlarda detektor signali chastotali analogli filtr orqali o'tkaziladi va u berilgan chastotali barcha signallarga ezib tashlaydi (yo'qotadi). SHunday qilib shovqin va xalaqit beruvchi signallarning anchagina qismi olib tashlanadi. So'ng analog – raqamli o'zgartirgichlar (ATSP) yordamida signal impulslar ketma – ketligiga o'zgartiriladi.

“Uglevodorod xomashyoni termik va katalitik pirolizi” laboratoriya ishlari xromatogrammalarini hisoblash

Tajriba yo'li bilan olinadigan gaz “Kristallyuks – 4000” va “LXM – 80” xromatograflarida (yoki boshqalarda) tahlil qilinadi.

“LXM – 80” xromatografida pirogaz vodorod miqdoriga tahlil qilinadi.

Tahlil sharoitlari:

Detektor – katarometr;

Kolonka – metalik, 3m x 3mm, qo'zg'almas faza seolit CaX;

Tashuvchi–gaz – azot;

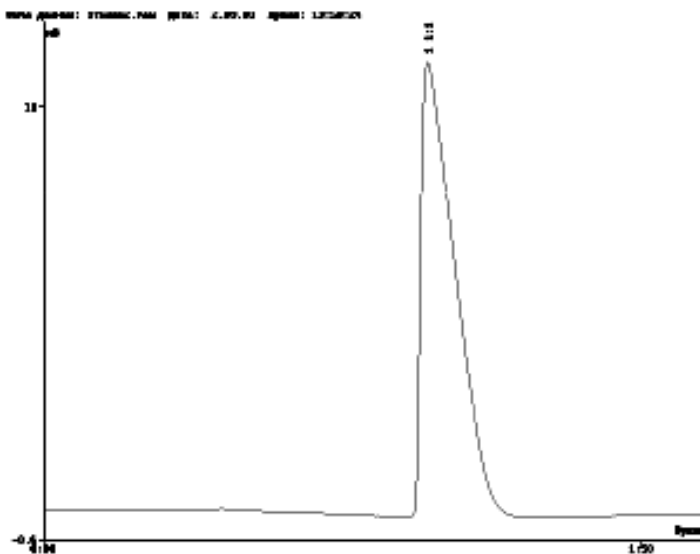
Tashuvchi–gaz tezligi 30ml/min;

Haroratiy rejim – izotermik, 30 – 35°C.

Pirogazni vodorodga tahlil qilish xromatogrammasi 7 – rasmda ko‘rsatilgan.

Talaba vodorodning miqdori haqidagi ma’lumotni raqamli qiymat ko‘rinishida oladi (vodorodni namunadagi miqdori hajmiy (molli) foizlarda).

Pirogazdagi CO, CO₂ va uglevodorodlar tarkibiy qismlarga “Kristallyuks - 4000” xromatografida tahlil qilinadi. Buning uchun ikki ketma–ket kolonka qo‘llaniladi.

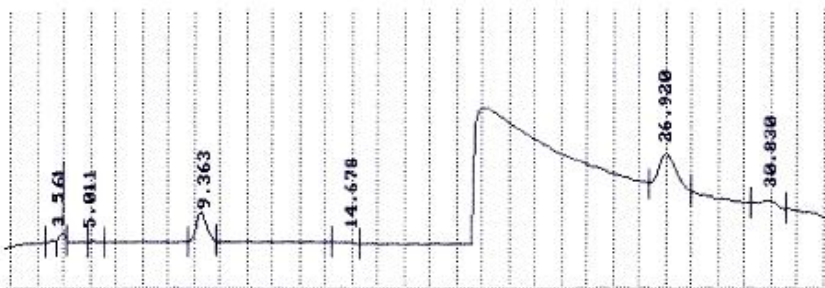


7 – rasm. Pirogazni vodorodga tahlil qilish xromatogrammasi

Tashuvchi gaz tezligi 30 ml/min;

Haroratiy dasturlangan rejim, 30 – 180°C, (isitish rejimi 7°C/min).

8 – rasmda pirogazni CO va CO₂ miqdorlariga tahlilining xromatogrammasi ko‘rsatilgan.



8 – rasm. Pirogazni CO va CO₂ miqdoriga tahlilining xromatogrammasi.

Choʻqqilarning chiqish tartibi: 1, 2 – havo (havo ikki choʻqqilar holida chiqadi, chunki u kolonkada kislorod va azotga ajraladi; 3 – CO; 4 – CO₂; 5 – etilen; 6 – etan.

9 – jadvalda pirogazdagi CO va CO₂ larning miqdorlari haqida maʼlumotlar keltirilgan, u laborant tomonidan maʼlumotlarning umumiy varagʻida olib beriladi.

9– Jadval

Pirogazlardagi CO va CO₂ miqdorlari maʼlumotlari

Hisoblash usuli – normallashtirish; Detektor – DTP							
№	Vaqt, min.	Balandlik, mV	Yuza, mV•min.	Balandlik, %	Yuza, %	Tip	Komponent Nomi
1	3,511	1,48	0,262	2,513	0,6787	B	
2	3,864	7,52	2,1800003	12,715	5,6404	B-B	Havo
3	5,011	0,33	0,088	0,561	0,2279	B-B	CO
4	9,363	15,46	11,904	26,138	30,7461	B-B	Metan
5	14,678	0,35	0,222	0,605	0,5754	B-B	CO ₂
6	26,920	30,02	21,421	50,747	55,3248	B-B	Etilen
7	30,830	3,97	2,635	6,721	6,8068	B-B	Etan
		59,16	38,719	100,000	100,0000		

Pirogazni uglevodorod qismini tahlili

Detektor – katarometr;

Kolonka – shishadan, 3m x 3mm, qo‘zg‘almas faza γ - Al_2O_3 ,

NaHCO_3 bilan promotorlangan;

Tashuvchi–gaz – vodorod;

Tashuvchi–gaz tezligi 30ml/min;

Haroratiy rejim dasturlangan 30 – 180°S (isitish tezligi 7o/min).

Pirogazdagi CO va CO_2 tarkibi bo‘yicha ma’lumotlar

Netchrom V1.5 Vaqt: 11:53:00. Sana: 04/21/04.

Xromatograya raqami 1

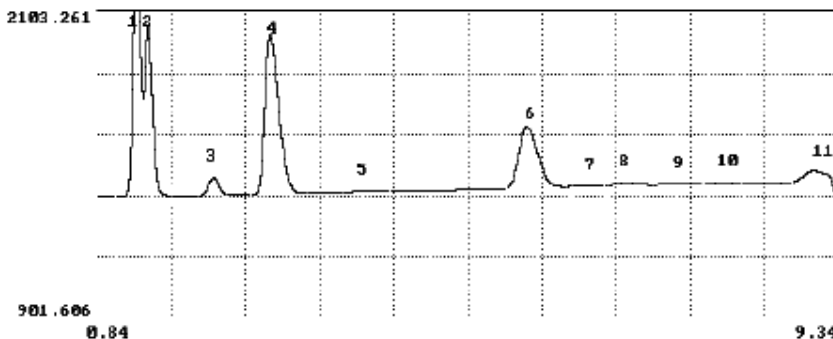
Xromatograf nomi 1

Xromatogramma faylini nomi CO 680. Chr

Hisoblash usuli Normallash

Detektor–DTP–1.

9 – rasmda pirogazning uglevodorodli qismi tahlilini xromatogrammasi ko‘rsatilgan.



9 – rasm. Pirogazning uglevodorod qismi tahlili xromatogrammasi. Cho‘qqillarning chiqish tartibi: 1 – havo (ushbu kolonkada havo komponentlari ajratilmaydi), 2 – metan, 3 – etan, 4 – etilen, 5 – propan, 6 – propilen, 7 – izo–butan, 8 – n–butan, 9 – izo–pentanlar, 10 – n–pentan, 11 – butadien.

10–Jadvalda pirogazdagi uglevodorodlarning miqdori ma’lumotlari berilgan, u laborant tomonidan ma’lumotlarning umumiy varag‘ida bosmalab beriladi.

Pirogazdagi uglevodorod miqdorlari haqida ma'lumotlar,
hisoblash usuli – normalizatsiya, detektor – DTP.

№	Vaqt, min	Baland- lik, mV	Yuza, mV• min	Baland- lik %	Yuza %	tip	Komponent nomi
1	1,508	71,34	6,716	6,496	3,348	B	Havo
2	1,684	327,14	49,490	29,79	24,6694	B-B	CH ₄ +CO
3	2,625	54,55	8,037	4,968	4,0062	B-B	Etan
4	3,562	338,80	66,797	30,851	33,2959	B-B	Etilen
5	4,581	8,29	1,621	0,755	0,8081	B-B	Propan
6	6,261	244,48	54,808	22,263	27,3199	B-B	Propilen
7	7,004	10,58	2,166	0,964	1,0798	B-B	i-Butan
8	7,540	0,03	0,001	0,0029	0,000836	B-B	n-Butan
9	7,884	0,13	0,029	0,012	0,0146	B-B	n-, i-Buten
10	8,478	15,13	1,764	1,378	0,8794	B-B	sis-Buten
11	8,662	7,88	0,909	0,718	0,4534	B-B	trans-Buten
12	8,996	5,57	0,623	0,508	0,3109	B-B	Σ n-C ₅
13	12,729	9,76	2,502	0,89	1,2475	B-B	Butadien
14	17,398	2,94	2,383	0,268	1,1879	B-B	Σ C ₅
15	21,398	0,83	0,916	0,076	0,457	B-B	1C ₆
16	29,640	0,66	1,848	0,061	0,9212	B-B	2C ₆
		1098,19	200,616	100,000	100,000		

Shunday qilib, piroliz gazi tarkibini hisoblash uchun talabaga ikki jadvaldan iborat (10, 11 va 12 -jadvallar) ma'lumotlar umumiy varag'i (11-jadval) va hajmiy (molli) foizlarda vodorodning miqdori (raqamli qiymati) beriladi. Birinchi jadvalda CO – xromatogramma uchun cho'qqilar yuzalari (EHMda ishlov berilgan), ikkinchisida – CH – xromatogramma uchun berilgan.

Hisoblash uchun quyidagi ma'lumotlarga ham ega bo'lish lozim:

Tajriba harorati (amalda reaktordagi harorat), °C

- T_{tajr}

Atmosfera bosimi, mm.sim.ust.

- R_{atm}

Xona harorati, °C

- t

Yuborilgan xomashyo miqdori, ml

- $V_{\text{x.a.}}$

Xomashyo zichligi, g/ml

- $\rho_{\text{x.a.}}$

Olingan piroliz miqdori, l

- V_{pg}

Pirogazdagi vodorod miqdori, % hajmiy

- UN_2

Hisoblash metodikasi

Piroliz tarkibi bo'yicha ma'lumotlarning umumiy varag'i
 Detektor – DTP-1. Hisoblash usuli – normalizatsiya

№	Vaqt min	Balandlik mV	YUza mV, min	Balandlik % mV	YUza % mV, min	Ti p	Komponentlar nomi
1	2	3	4	5	6	7	8
1	4,324	0,67	0,133	1,13	0,3992	B	Kislorod
2	4,630	1,62	0,399	2,707	1,1929	B	Azot
3	5,987	0,25	0,054	0,422	0,1638	B-B	CO
1	2	3	4	5	6	7	8
4	10,434	24,69	10,774	41,112	32,1679	B-B	Metan
5	14,678	0,35	0,222	0,605	0,5754		CO ₂
6	28,282	28,11	19,190	46,209	56,7214	B-B	Etilen
7	32,082	4,69	2,940	7,815	8,7793	B-B	Etan
8		60,41	33,515	100,00	100,00		Jami

1. Reaktorga berilgan xomashyo (xa) massasi, g:

$$M_{xa} = V_{xa} \times \rho_{xa}$$

2. Gazning normal sharoitlardagi hajmi, l:

$$V_{nz}^{H.u} = \frac{P_{amm} \cdot V_{nz} \cdot T_0}{P_0 \cdot (t + T_0)}, \quad (17)$$

Detektor – DTP-2. Hisoblash usuli – normalizatsiya

№	Vaqt min	Baland lik mV	YUza mV, min	Balandli k % mV	YUza % mV, min	Tip	Komponen tlar nomi
1	1,492	4,31	0,367	1,445	0,6111	B	Xavo
2	1,644	101,64	11,998	34,045	19,9308	B	Metan+CO
3	2,658	9,88	2,369	3,312	3,9413	B - B	Etan
4	3,566	73,83	19,764	24,728	32,8817	B - B	Etilen
5	4,510	3,02	0,567	1,012	0,9445	B - B	Propan
6	6,217	71,95	17,825	24,1	29,6555	B - B	Propilen
7	7,026	3,42	0,811	1,147	1,35	B - B	I – butan
8	7,461	0,16	0,026	0,054	0,0443	B - B	N – butan
9	7,940	0,29	0,050	0,1	0,0843	B - B	Trans– buten
10	8,483	11,67	3,388	3,911	5,6374	B–B x	Buten – 2
11	8,611	2,19	0,285	0,736	0,475	N	Sis – buten
12	9,004	5,49	1,031	1,84	1,7164	B - B	I – pentan
13	9,333	6,18	0,926	0,07	1,5416	B – B	N - pentan
14	9,696	4,47	0,694	1,498	1,1559	B – B	butadien
15		298,56	60,109	100,000	100,000		Jami

Vodorodning miqdori – 13%.

3. Cho‘qqilarning haqiqiy yuzasi.

Gaz tarkibini hajmiy foizlarda olish uchun komponentlar cho‘qqilarining haqiqiy yuzalarini hisoblash, ya’ni cho‘qqilar yuzalarini koeffitsiyentlar (har bir komponent uchun) ni hisobga olib:

$$S_i^I = S_i \cdot K_i \quad (18)$$

bu yerda, S_i^I – i – komponent cho‘qqisining haqiqiy yuzasi;

S_i – i – komponent cho‘qqisi yuzasi (ma’lumotnoma varag‘idan);

K_i - i – komponent uchun to‘g‘rilash koeffitsiyenti (15 – jadvalga qaralsin!).

Yaxshi ko‘rinish uchun, olingan ma’lumotlar 13 – jadvalga kiritilishi mumkin, bundan avval komponentlar yig‘ma holda: butanlar, butenlar,

C₅, C₆, C₇ (yig‘ma uchun koeffitsiyent – o‘rtacha arifmetik) yozib olinadi, biroq benzol va toluolni alohida yozamiz.

13 – Jadval

Gaz tarkibini hisoblash uchun olingan ma’lumotlar (natijalar)

Komponent	CHO‘qqi yuzasi Si, mV.min	To‘g‘rilash koeffitsiyenti, K	K hisobga olingan cho‘qqi yuzasi, Si’
-----------	---------------------------------	-------------------------------------	--

CO – xromatogramma

Havo			
CO			
CO ₂			
Metan			

CH – xromatogramma

Havo			
Metan			
Etan			
Etilen			
Propan			
Propilen			
Butanlar			
Butenlar			
Σ C ₅			
Σ C ₆			
Σ C ₇			
Benzol			
Toluol			

4. Bundan keyin ikki jadval ma’lumotlari (natijalar) umumiyashtiriladi (birlashtiriladi).

Buning uchun CO va CO₂ cho‘qqilarini haqiqiy yuzalari aniqlanadi.

$$S^{//}CO = (S'CO \text{ (xromatogrammadan)}) \times S'C_2H_4$$

$$(\text{CH – xromatogrammadan)}) / S C_2H_4 \text{ (CO - xromatogrammadan)}.$$

Bundan keyin CO – xromatogrammadan metanni cho‘qqisi o‘z ichiga CO cho‘qqisini ham olgan, ya’ni metan va CO bir cho‘qqi

holida chiqqan (xromatografik kolonnani oʻziga xosligi). Metanni miqdorini aniqlash uchun CO choʻqqisi yuzasini CH₄ choʻqqisi yuzasidan (CH – xromatogramma boʻyicha) olib tashlaymiz.

$$S_{CH_4}^{//} = S_{CH_4}^I - S_{CO}^{//} \quad (19)$$

bu yerda, $S_{CH_4}^{//}$ – metan choʻqqisi yuzasi (CO choʻqqi yuzasi hisobga olinmay);

$S_{CH_4}^I$ – metan choʻqqisi yuzasi, CN – xromatogrammadan; $S_{CO}^{//}$ – CO choʻqqining haqiqiy yuzasi.

Keyingi hisoblar qulay boʻlishi uchun 14 – jadval toʻldirilishi lozim.

14-Jadval

Pirogaz tarkibini tahlili natijalari

Tartib №	Komponent	Choʻqqi yuzasi, Sʻi	Gaz tarkibi, % hajm.			Komponent hajmi, l Vi	Komponent mas-sasi, g mi	Xomashyoga nisbatan chiqish miqdori, % mass.
			N ₂ -siz Y _i	Havosiz Y _i	H ₂ -ni Hisobga olib Y _i ʻʻi			
1	2	3	4	5	6	7	8	1
1	Havo			-	-			
2	H ₂		-	-	Yn2			
3	CO							
4	CO ₂							
5	Metan							
6	Etan							
7	Etilen							
8	Propan							
9	Propilen							
10	Butanlar							

1	2	3	4	5	6	7	8	9
11	Butenlar							
12	ΣC_5							
13	ΣC_6							
14	ΣC_7							
15	Benzol							
16	Toluol							

5. Har bir komponent hajmiy foizini hisoblaymiz (4 - ustun):

$$y_i = \frac{S_i^I}{\sum S_i^I} \cdot 100\% \quad (20)$$

6. Havo reaksiyada ishtirok etmagan, u namuna olishda kirib qolishi bois, havoni tushirib qolib, hajmiy foizlarni qayta hisoblab chiqamiz (5 - ustun).

$$y_i^I = \frac{y_i \cdot \sum y_i}{\sum y_i - y_{xabo}}; \quad (21)$$

7. Vodorodni hisobga olib hajmiy foizlarni hisoblaymiz (6 - ustun).

$$y_i^{II} = \frac{y_i^I \cdot (\sum y_i^I - y_{H_2})}{100}; \quad (22)$$

8. Har bir komponent hajmi, l (7 - ustun):

$$V_i = \frac{y_i^{II} \cdot V}{100}; \quad (23)$$

9. Har bir komponent massasi, g (8 – ustun, 15 – jadvalga qarang!):

$$m_i = V_i \cdot \rho_i \quad (24)$$

10. Xomashyoga hisob qilingandagi chiqish miqdori, massaviy foizlarda

(9 - ustun):

$$x_i = \frac{m_i}{m_C} \cdot 100\% \quad (25)$$

15 – jadval

To‘g‘rilash koeffitsiyentlari va zichliklar

Komponent	To‘g‘rilash koeffitsiyenti	Normal sharoitlardagi (0o va 760mm.simob ust.) zichlik, g/l
1	2	3
Havo	2,04	1,29
H ₂	–	0,0893
CO	2,02	1,25
CO ₂	1,77	1,9643
CH ₄	2,36	0,714
C ₂ H ₆	1,66	1,339
C ₂ H ₂	1,77	1,08
C ₂ H ₄	1,77	1,250
C ₃ H ₈	1,31	1,964
C ₃ H ₆	1,35	1,875
C ₄ H ₁₀	1,00	2,589
C ₄ H ₈	1,03	2,500
C ₄ H ₆	1,06	2,321
C ₅ H ₁₂	0,80	3,214
C ₅ H ₁₀	0,86	3,125
C ₆ H ₁₄	0,809	3,839
C ₆ H ₁₂	0,809	3,750
Benzol	0,85	3,482
Toluol	0,73	4,107

B. Uglevodorod xomashyoni katalitik piroliz bilan olefin uglevodorodlar olish

Katalitik piroliz termik piroliz jarayonining bir turidir. Xozirgi vaqtda sanoatda termik piroliz jarayoni qo'llaniladi, uning kamchiliklari:

- jarayonning quyi selektivligi;
- yuqori haroratlar ($900 - 950^{\circ}\text{C}$).

Shuning uchun piroliz jarayonining istiqboliy yo'nalishlaridan biri – geterogen katalizatorlarni qo'llashdir. Katalizator ilk uglevodorodlarni parchalanish reaksiyalari tezligini oshirishning va quyi olefinlarni, butadien – 1, 3 ni va boshqa qimmatli mahsulotlarni hosil bo'lishiga imkon beradi. Geterogen – katalitik piroliz sharoitlarida olefinlar bo'yicha jarayonning ko'tarinki selektivligiga va etilenni termik krekindagiga nisbatan yuqoriroq miqdorda chiqishiga (bir o'tishda) erishiladi. Undan tashqari, uglevodorodlarni parchalanish reaksiyalari tezligining tezlashishi hisobiga bir xil haroratlarda katalizatorlar qo'llanilganda nisbatan yuqoriroq o'zgarishlar darajasiga erishishga imkon beradi. Buning oqibatida energiya ning nisbiy iste'moli pasayadi.

Ko'pchilik ishlab chiqilgan va tavsiya etilgan piroliz katalizatorlari ichida eng ko'p tadqiqot qilingani va optimali – quyidagi katalitik sistemalaridir: kaliy metavanadat, indiy, kalsiy va magniy oksidlari, ayrim seolitlar. Kaliy oksidi qo'shilgan temir – xrom katalizatorlari ham qiziqish uyg'otadi. Izlanish olib borilgan katalizatorlarda eng katta faollikni kaliy vanadati va indiy oksidi ko'rsatdi. To'g'ridan – to'g'ri haydab olingan benzina nisbatan 38 – 40% mass. ga etuvchi etilenni yuqori chiqish miqdori 780°C haroratda olinishi mumkin. Bunda $\text{C}_2 - \text{C}_4$ - quyi olefinlarni yig'ma chiqish miqdori 60 – 63% ni tashkil qiladi, qattiq sharoitlardagi (harorat $830 - 840^{\circ}\text{C}$) termik kreking esa etilen, propilen va butenlarni 52,9% yig'ma chiqish miqdorini olish imkonini beradi.

Ishdan maqsad

1 – variant.

Piroliz jarayonini o'qituvchi topshiriq holida bergan jarayon sharoitlarida (harorat, H_2O : xomashyo nisbatlari, tajriba olib borish vaqti - davomiyligi) olib borib, uni material balansini tuzish.

2 – variant.

Jarayon parametrlarini (harorat, H_2O : xomashyo nisbati, shartli kontakt vaqti) piroliz maqsadiy mahsulotlarining chiqish miqdoriga ta'sirini o'rganish. Ushbu holda ish o'zgaruvchi parametrlarning uch turli qiymatlarida va boshqa parametrlarning o'zgarish qiymatlarida uch laboratoriya kuni davomida bajariladi. Bunda har bir tajriba uchun material balanslar tuziladi va piroliz maqsadiy mahsulotlari chiqishlarining haroratga, H_2O : xomashyo ga yoki shartli kontakt vaqtiga bog'liqlik grafigi quriladi.

Tajribani o'tkazish

Reaktivlar: Xomashyo: $37 - 187^{\circ}C$ to'g'ridan to'g'ri haydab olingan benzin fraksiyasi; Distillangan suv; Katalizator: mullito–korunddagi kaliy vanadati; Sovituvchi aralashma – izopropil spirt bilan suyuq azot aralashmasi. (Suyuq azot yo'qligida “ho'l muz” osh tuzi bilan qo'llaniladi).

Talaba o'qituvchidan topshiriq olgach quyidagilarni hisoblaydi:

1. Reaksiya zonasidagi xomashyo va suv bug'larining yig'ma hajmini ($sm^3/s.$), g'ovaklik K ni (katalizator donalari orasidagi bo'sh hajm) hisobga olgan holda. G'ovaklik tajribada aniqlanadi. Ushbu holda $K=0,38$, reaksiya zonasi hajmi – $15sm^3$, shartli kontakt vaqti esa $0,15$ s.
- 2.Reaktorga berilayotgan benzin va suv bug'ini umumiy miqdori ($mol/soat$);
3. Suv : xomashyo (to'g'ridan–to'g'ri haydab olingan benzin fraksiyasi) molli nisbati va reaktorga berilayotgan suv va benzin mollarini umumiy miqdori;
4. Reaktorga kirishdagi benzin va suvni sarfi ($g-mol/soat$);
5. Reaktorga kirishdagi benzin va suvni sarfi ($ml/soat$).

Qilingan hisoblar asosida 16- va 17-jadval ma'lumotlaridan xomashyo va suvni yuborish shkiqlari tanlab olinadi.

16-Jadval

Xomashyoni berish tezligini shkiv diametriga bogʻliqligi (shpris hajmi 100 sm^3)

Shkiv yoʻlakchasining nomeri (shkiv diametri oshib borishi tartibida).	Benzinning sarfi, ml/soat
1	24,0
2	36,0
3	42,8
4	45,0
5	60,6
6	87,6
7	118,2

17 – jadval

Suvni berish tezligini shkiv diametriga bogʻliqligi

Suv yoʻlakchasining nomeri (shkiv diametri oshib borishi tartibida)	Suvni sarfi, ml/soat
1	22,6
2	27,6
3	40,2
4	50,0
5	59,1
6	81,0

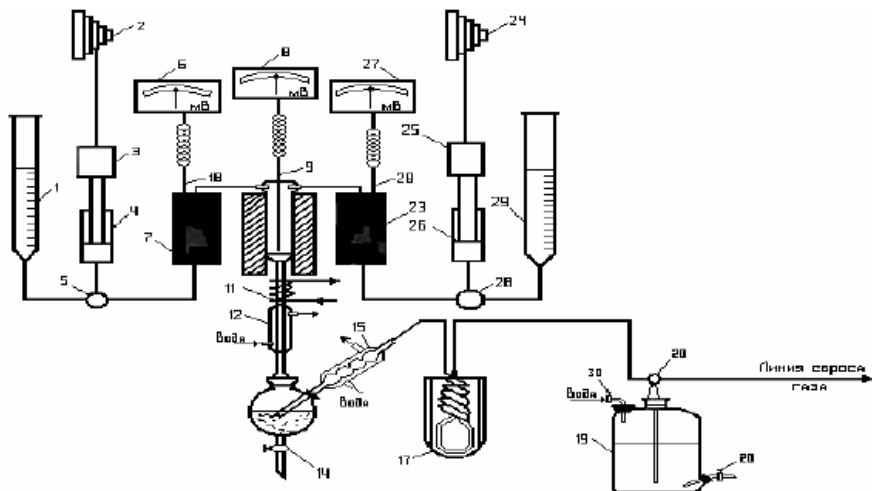
(shpris hajmi 50 sm^3)

Barcha hisoblashlar oʻqituvchi tomonidan tekshirilgach, talaba tajribani oʻtkazishga kirishadi.

Uglevodorod xomashyoning katalitik piroliz qilish qurilmasi

Uglevodorod xomashyoni katalitik piroliz qilish atmosfera bosimida kvarsdan tayyorlangan reaktorli qurilmada oqimda olib boriladi.

Uglevodorod xomashyoni katalitik piroliz qilish qurilmasining sxemasi termik piroliz qurilmasiniki kabi (10 - rasm).



10-Rasm. Uglevodorod xomashyosini piroliz qilmasining sxemasi
 1,29–byuretkalar; 2,24–shkiv-dozatorlar; 3,24–yuklamalar; 4,26–shprislar; 5,14,21,28,30–joʻmraklar; 6,8,27–oʻlchov-regulyatorlari; 7–benzinni bugʻla-tuvchi moslama; 9,18,22–termoparalar; 10–reaktor; 11–sovutgich; 12,15–suvli sovutgichlar; 13–yigʻgich kolbasi; 16–ushlab qoluvchi moslama; 17– Dyuar idishi; 19–gazometr; 20– uch tarmoqli joʻmrak; 23–suvni bugʻlatgich.

Kvars reaktori 10 ga 15sm³ 0,2–0,3 mm fraksion tarkibli katalizator joylanadi. 7, 10, 23 – pechlarni elektroisitgichga va sovutgichlar 12 va 15 ga suv ulanadi. 10 – Reaktorda (piroliz haroratidan 50⁰C yuqori), benzinni bugʻlatgich 7 da (400⁰C) va suv bugʻlatgich 23 da (500⁰C) berilgan haroratlar oʻrnatiladi.

Harorat oʻlchagich–sozlagichlar 6, 8, 27 bilan va termoparalar 18, 9, 22 bilan oʻlchanadi. Kranlar 5 va 28 ni burab shpris 4 va 26 lar ehtiyotlik bilan, mos holda xomashyo va suv bilan toʻldiriladi. SHkiv–dozatorlar 2 va 24 ning qotirish gaykalari boʻshatiladi va ehtiyotkorlik bilan shprislar 4 va 26 mos holda xomashyo va suv bilan toʻldiriladi. Shprislar toʻlatib boʻlingach shkivlarni qotirish gaykalari tortiladi va joʻmraklar 5 va 28 buraladi.

Gazometr 19 ning joʻmragi 21 yopiqqligiga ishonch hosil qilingach (uning oʻzi suv bilan toʻlatiladi) uch yoʻlli joʻmrak 20 ni

gazni tashlab yuborish holatiga o'tkaziladi va suvni berish dozatori ishga tushiriladi.

Bunda og'irlik kuchi ta'siri ostida yuk 25 pastga tusha boshlashi lozim (trosi noto'g'ri o'ralgan bo'lsa u ko'tarila boshlaydi) va shpris 26 ni porshenini harakatga keltiradi. Qabul kolbasi 13 da kondensat ko'rinishi bilan xomashyoni berish dozatori ishga tushiriladi.

Xomashyoni va suvni berish tizimi ishga tushirilgan reaktordagi harorat doimo pasayganligi bois, piroliz gazini birinchi 5 – 15 minut davomida yig'maydilar, u gazni tashlab yuborish liniyasiga yo'naltiriladi.

Ushbu vaqtda ushlabqolgich 15 Dyuar idishi 17 dan tashqarida turadi.

Rejim barqarorlashgach jo'mrak 14 ochiladi va qabul kolbasi 13 dagi suv kondensati va smola to'kib tashlanadi, do'mrak 21 ochiladi, jo'mrak 14 esa tezlik bilan yopiladi, sekundomer ishga tushiriladi, shprislar 4 va 26 dagi xomashyo va suvning boshlang'ich hajmlari o'lchanadi va ushlab qolgich 16 sovituvchi aralashmali Dyuar idishi 17 ga tushiriladi.

Tajriba so'ngida (bu esa 15 – 20 l piroliz gazi yig'ish uchun lozim bo'lgan vaqt bilan aniqlanadi) dozatorlar o'chiriladi, gazometr 20 jo'mragi gazni tashlab yuborish holatiga o'tkazib, yopiladi. So'ng qabul kilgich 13 dagi modda og'zi yaxshi yopiladigan kolbaga suvli kondensatning asosiy massasi to'kib tashlangach quyib olinadi.

Suyuq reaksiya mahsulotlarili kolba va ushlab qolgich (avvaldan tortib olingan) tarozida tortiladi, tajribadan keyingi va undan oldingi massalari farqi bo'yicha kolba va ushlab qolgich 16 da yig'ilgan hosil bo'lgan reaksiya suyuq mahsulotlarning yig'ma miqdori Gj aniqlanadi.

Shprislar 4 va 26 dagi xomashyo va suvning so'ngi hajmlari va yig'ilgan gazning hajmi o'lchanadi. Tajriba boshida va so'ngidagi hajmlar farqi bo'yicha o'tkazilgan xomashyo va suvlarning ml dagi miqdori topiladi, bundan so'ng xomashyo va suvlarning gramlardagi miqdorlari hisoblanadi:

$$G_c = Q_c \cdot d_c; \quad GH_2O = QH_2O \cdot dH_2O; \quad (25)$$

Olingan gazni hajmi normal sharoitlarga keltiriladi. Buning uchun tajriba jarayonida atrof-muhitning harorati va bosim o'lchanishi

lozim. Yigʻilgan piroliz gazi tahlil qilish uchun bosimli sklyankali shisha byuretkaga olinadi.

Buning uchun gazometr 19 ga joʻmrak 30 ni ochish yoʻli bilan suv kiritiladi. Soʻng joʻmrak 20 gazni tashlab yuborish liniyasiga oʻtkaziladi va u zudlik bilan gazni tashlab yuborish liniyasiga bosimli sklankali shisha byuretkaga ulanadi. Bosimli sklyanka suv bilan, byuretkaga ega gaz bilan toʻlgach joʻmrak 20 neytral holatga oʻtkaziladi. Piroliz gazining qolgan qismi moʻrili shkaftga chiqarib yuboriladi, gazometr esa suv bilan toʻlatiladi.

Katalizatorni regenerirlash va koksni yoqib yuborish maqsadida suvni berish dozatori bugʻlatgich 23 ga ulanadi, yondan chiqarib yuborish joʻmrangi 5 orqali esa reaktorga 20 l/soat (reometrdagi suyuqlik ustunining balandligi 10 sm) tezlikda 800⁰S dan yuqori boʻlmagan haroratda havo beriladi. Reaktordan chiqayotgan regeneratsiya gazlari piroliz gazlari yigʻilgan oʻsha gazometrda 20 l miqdorda yigʻiladi. Regeneratsiya gazlari 20 l miqdorda yigʻilgach, dozator oʻchiriladi. Reaktorga havo berish yana 1 minut davomida amalga oshiriladi.

Soʻng pechlarni elektoroisitish tizimi va suvni sovutgichlar 12 va 15 ga berish toʻxtatiladi. Regeneratsiya gazlarini tahlil uchun bosimli sklyankali byuretkaga olinadi. Regeneratsiya gazlarini tahlil uchun olish metodikasi ayni piroliz gazlariniki kabi.

Olingan piroskola oʻlchagich – menzurkaga quyiladi, suvli va ogʻir qismlar oʻlchanadi, soʻng ajratgich voronkaga oʻtkaziladi va suvli qism uglevodorodlikdan ajratiladi. Uglevodorodli qism CaCl₂ bilan quritiladi va material bilansni tuzish uchun tarozida tortiladi.

Tajriba maʼlumotlarga ishlov berish misoli

Talaba laboratoriya ishiga tayyorlanishda 18 – jadvalni rasmiylashtiradi, uni tajriba davomida olingan maʼlumotlar bilan toʻlatadi.

18–jadval

Tajriba sharoitlari va kuzatish natijalari

Xomashyo	Toʻgʻridan – toʻgʻri haydalgan benzin 37 – 187 ⁰ C fraksiyasi.
----------	---

Xomashyoning molekulyar massasi	100
Xomashyoning 20°C dagi zichligi, °C	
Shartli kontakt vaqti	760 – 780
Suv: xomashyo massaviy nisbati	
Reaksiya zonasini erkin hajmi	0,15
Xomashyoni sarfi, sm ³ /soat	1:0,7
Tajriba davomiyligi, min	
Tajriba vaqtida yuborilgan suvni miqdori, g	15
Piroliz gazini hajmi, l	
Atrof–muhit harorati, °C	
Atmosfera bosimi, mm.sim.ust.	

Pirogaz tarkibi hisoblangach tajriba material balansini hisoblashga o‘tiladi (19 - jadval).

19 – jadval

Benzinni katalitik piroliz qilish jarayonini material balansi.

Kiritish	Sarflanish
Modda miqdori, g	Modda miqdori, g
Benzin	Gazsimon mahsulotlar
Suv	Suyuq konsdensat
	Koks
	Suv
	Yo‘qotishlar
Jami	Jami

Nazorat savollari

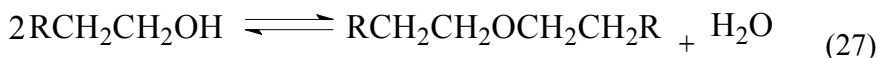
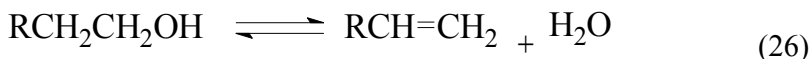
1. Gaz holidagi to‘yinmagan uglevodorodlarni ishlab chiqarish. Piroliz – quyi to‘yinmagan uglevodorodlarni asosiy ishlab chiqarish jarayoni.
2. Piroliz jarayoniga ta’sir etuvchi faktorlar. Jarayon ximizmi. Prinsipial texnologik sxema.
3. Piroliz gazini tozalash va ajratish oqimli sxemasi. Etilen va propilenni konsentrlash.

4. Pirolizning yangi ko‘rinishlari: geterogen katalizatorlar, initsiirlovchi qo‘shimchalar ishtirokida, gidropiroliz.
5. Termik va katalitik piroliz jarayonlarida olingadigan mahsulotlar.
6. Piroliz jarayonlarida hosil bo‘ladigan moddalarning tozaligini aniqlashning xromatografik usuli. Xromatogrammalarni aniqlash usuli.
7. Termik va katalitik piroliz jarayonlarining bir-biriga nisbatan kamchiliklari va qulayliklari.
8. Ochiq va yopiq zanjirli uglevodorodlarning termik va katalitik piroliz jarayonlarida hosil bo‘ladigan mahsulotlari.
9. Termik va katalitik piroliz jarayonlarining sanoat qurilmalari.

3–laboratoriya ishi. **Spirtlarni degidratatsiyasi**

Spirtlar degidratlanishi reaksiyasi ayrim monomerlar ishlab chiqarish jarayonlaridagi bosqichlarning biri hisoblanadi. Masalan, gazlarni krekinglash va pirolizlashning butan-butilen fraksiyalarni izobutilendan tozalash va ajratishda, dimetilfenilkarbinoldan stirol olishda, butandioldan esa butadien-1,3 olishda, dimetilvinilkarbinoldan izopren olishda, atsetotsiangidrinidan metakril kislotasi olish va hokazolar shunga misol bo‘ladi. Bundan tashqari, ayrim ikki atomli spirtlarni degidratlashda ham yaxshi erituvchi bo‘lgan siklik efirlar olinadi. Masalan, dietilenglikolni degidratlab dioksan, butandiol-1,4 ni degidratlab tetragidrofuran, dietanoamindan morfolinlar olinadi.

Spirtlar degidratlanishi ichki molekulyar yo‘nalishda ketganida olefinlar, molekulararo ketganida esa oddiy efirlar hosil bo‘lishi bilan ketadi:

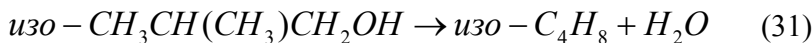
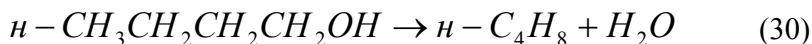
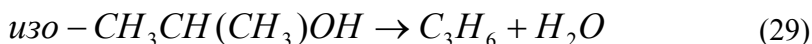
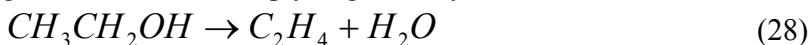


Reaksiyaning yo‘nalishi spirtning tuzilishiga va jarayon haroratiga bog‘liq. Ikkilamchi va uchlamchi spirtlar faqat olefinlarga

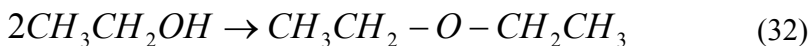
degidratlanadi. Birlamchi spirtlar ham molekulyar massasi va jarayon haroratining oshirilishi natijasida ko'p miqdorlarda olefinlar hosil qildilar. Bir atomli spirtlar oson degidratlanishiga ko'ra quyidagi qatorga ega:



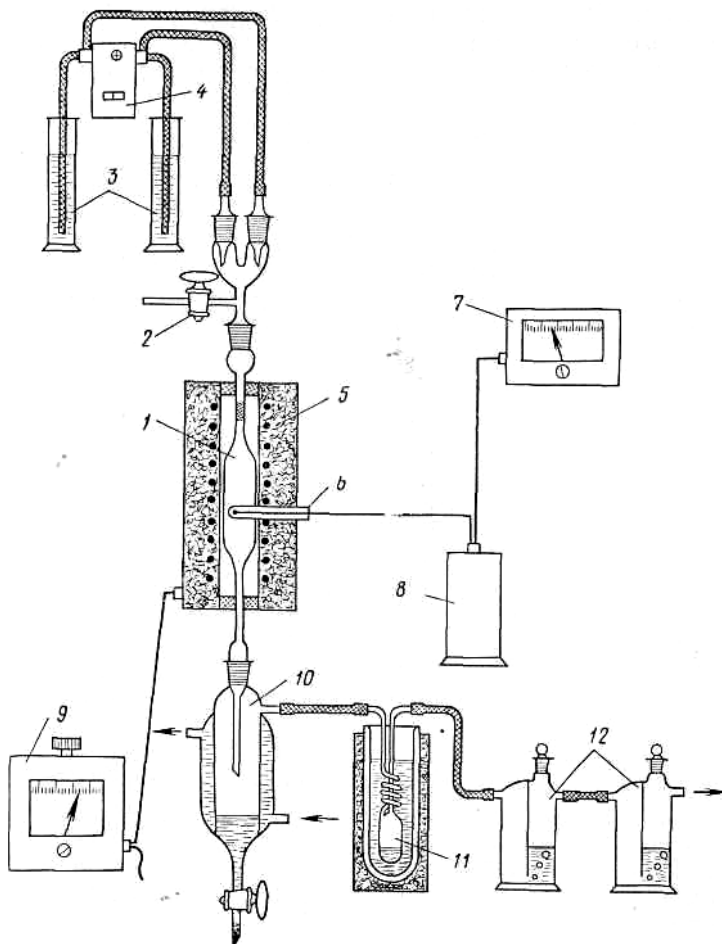
Spirtlar degidratlanishida ularni gidrolizi va gidratlanishidagi reaksiyalarida ishlatiladigan katalizatorlar ishtirokida (sulfat kislotasi, arilsulfonkislotalar, fosfatlar, kateonitlar, alyuminiy oksidi va h.k.) amalga oshiriladi. Shuning uchun spirtlarning degidratlanishi reaksiyasi ko'pincha ularning gidratlanishi va gidrolizi reaksiyalarining teskari yo'nalishidir (180 betga qarang.). Olefinlarni olish uchun tegishli spirtlarni degidrirlashni alyuminiy oksidida yoki yoyuvchida bo'lgan fosfor kislota katalizatorida amalga oshiriladi. Laboratoriya sharoitida gazsimon olefinlarni quyidagi reaksiyalar bilan olish mumkin:



Past haroratlarda spirtlarni degidratlash reaksiyasi oddiy efirlar hosil bo'lishi bilan ketishi mumkin:

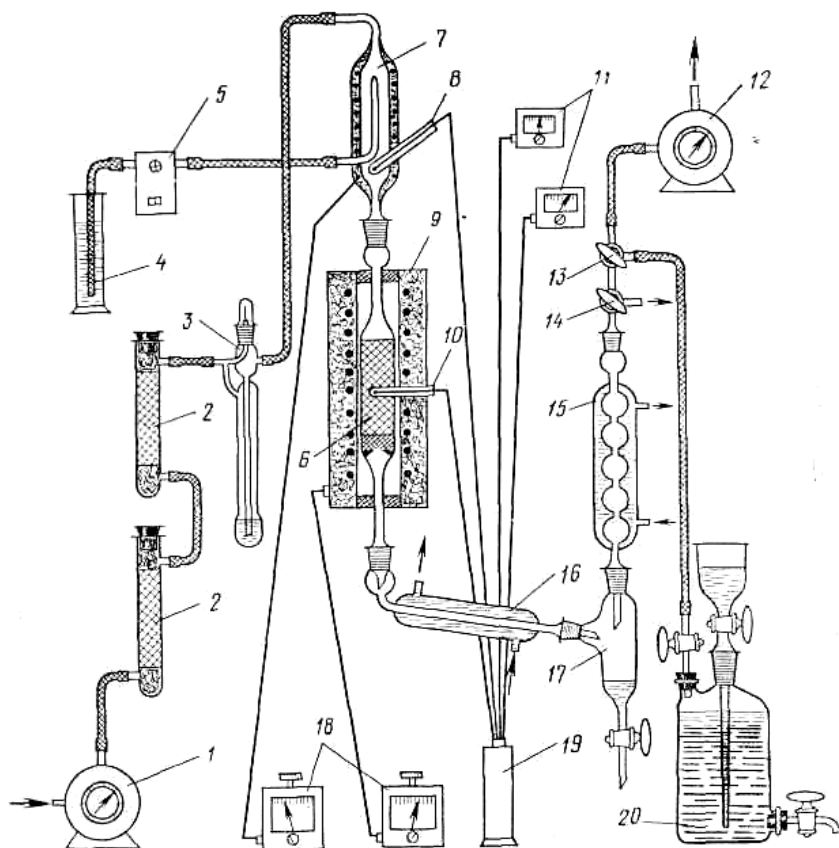


28–31 reaksiyalarning selektivligi va kinetikasini o'rganish uchun to'liq siqib chiqaruvchi reaktordan (11-13-rasmlarga qarang) yoki to'liq aralashtiruvchi oqimli – sirkulyasion reaktordan foydalaniladi.



11-rasm. To'liq siqib chiqaruvchi reaktorli va reaksiyaning engil uchuvchan mahsulotlarini ushlab qoluvchi moslamali laboratoriya qurilmasi.

1-reaktor; 2-jo'mrak; 3-suyuq reagentli o'lchov silindrlar; 4- ikki pozitsiyali nasos-me'yorlagich; 5-elektir pechi; 6- termometr; 7- millivoltmetr; 8-Dyuar idishi; 9-avtotransformator; 10-kondensat yig'gich; 11- yengil uchuvchan moddalarni ushlab qolgich; 12- Tishenko sklayankasi

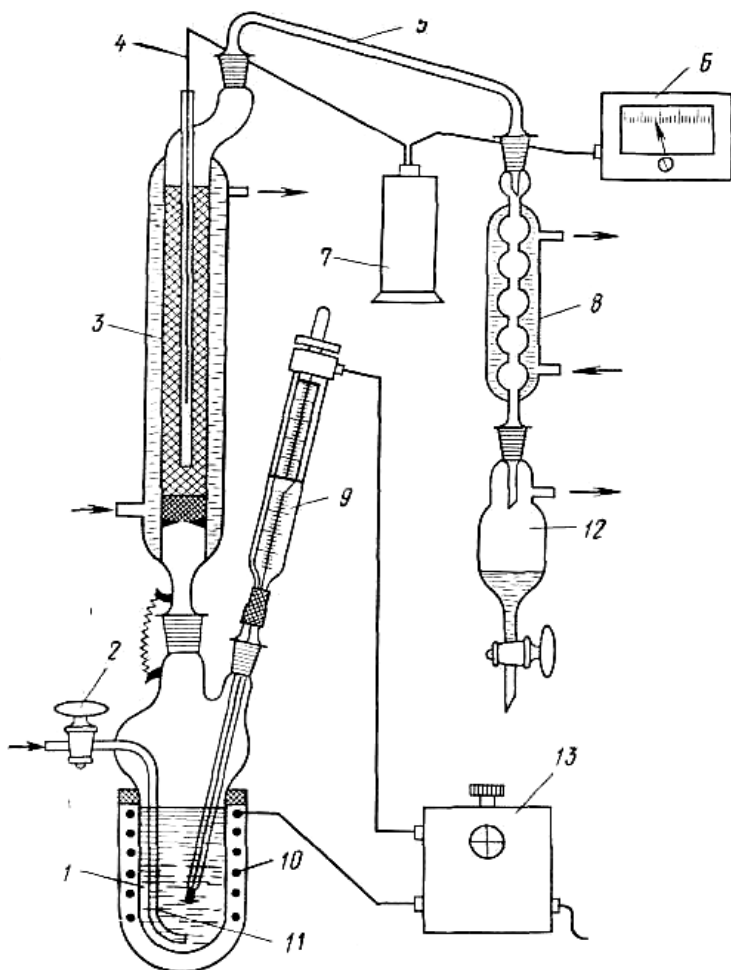


12-rasm. To'liq siqib chiqaruvchi reaktorli va reaksiyon gazlarni yig'uvchi gazometrli laboratoriya qurilmasi:

1,12-gaz soatlari; 2-adsorbentli kolonkalar; 3- reometr; 4-suyuq reagentli o'lchov silindri; 5- nasos-me'yorlagich; 6-katalizatorli reaktor; 7-bug'latgich-qizdirgich; 8, 10-termoparalar; 9-elektr pechi; 11-millivoltmetr; 13, 14-uch yo'nalishli jo'mraklar; 15-qaytarma sovutgich; 16-to'g'ri sovutgich; 17-kondensat sig'gich; 18-avtotransformatorlar; 19-Dyuar idishi; 20-gazometr.

Mos keluvchi gazlarga laboratoriya sharoitida ishlov berish uchun siqib chiqaruvchi reaktordan foydalaniladi. Katalizator sifatida Al_2O_3 ishlatiladi. Dastlabki spirt reaktorga dozatorli nasos yordamida, yoki tomizgich voronkasi bilan solinadi (11-rasmga qarang). Reaksiya

mahsulotlarini ushlab qoluvchi sistema degidratlanishda hosil boʻladigan suyuq kondensatni va gazsimon mahsulotning yigʻilishini taʼminlaydi (12-rasmga qarang).



13-rasm. Termostatorli toʻliq siqib chiqaruvchi reaktori boʻlgan laboratoriya qurilmasi:

1-bugʻlatgich; 2-barboter joʻmragi; 3-katalizatorli reaktor; 4-termopara; 5- oʻtkazgich; 6-millivoltmetr; 7-Dyuar idishi; 8- qaytarma sovutgich; 9-kontaktli termometr; 10-elektir isitgichininsh gʻaltagi; 11-barboter; 12- kondensat yigʻgichi; 13-termoregulyator.

Kinetik tajribani bajarishdan avval reaktor orqali ayni reaktordan suv chiqishi tugaguncha hajmiy tezligi 4 minut-1 bo'lgan va 350°C haroratda havoni suvli nasos bilan so'rib olinadi. SHundan so'ng, reaktorda berilgan harorat o'rnatiladi, suvli nasos o'chirib (to'xtatib) qo'yiladi va dastlabki spirtni uzatishga kirishiladi. Spirt berilishi boshlanganidan 5 minut o'tgach, yig'gichdagi kondensat to'kiladi va gazometrda gaz o'tkazishni boshlaydilar.

Reaktorga topshiriq miqdoridagi spirt berilib bo'lingach, gazometrda gazni yig'ish to'xtatiladi, gaz hajmi uulanadi va yig'gichdagi kondensat to'kib tashlanadi. Agar kondensat ikki qavatli bo'lsa organik va suv qavatlar massasi aniqlanib, GSX (gaz-suyuqlik xromatografiyasi) yordamida organik qavat tarkibi tahlil qilinadi. Gazometrdagi gazni esa GSX bilan tahlil qilinadi (Odobashyan G.V., 1982 y. 41 bet).

Vaqt birligi ichida hosil bo'lgan reaksiya mahsulotlari hamda tahlil natijalari va dastlabki spirtni o'lchangan qiymatlari natijalari bo'yicha konversiya bilan birga reaksiyon zonada shartli bo'lish vaqti hisoblanadi

Reaktordagi haroratni 220-450°C ga moslashtiriladi, shartli bo'lish ehtimolligini $mK/FA, O=1004 \div 800$ (c-kg-kat)/mol darajasida deb qabul qilinadi.

Sanoatda degidratlash jarayoni suyuq va gaz fazalarda olib boriladi. Agarda dastlabki va oxirgi mahsulotlar yuqori haroratlarda beqaror bo'lsa degidratlash reaksiyasini suyuq fazada olib boriladi (masalan, dioksan, morfolin, kroton aldegidi, mezitil oksidi va h.k. lar olishda). Jarayonni 100-200°C harorat oralig'ida va sulfat yoki fosfat kislotasi ishtirokida olib boriladi.

Gaz fazasida spirlarni degidratlash texnologiyasi sodda bo'lib, dastlabki va oxirgi mahsulotlar yuqori haroratlarga bardoshli bo'lgandagina (masalan, butadien-1,3, tetragidrofuran, stirol, dietil va difenil efirlar va boshqalarni olishda) bu usuldan foydalaniladi.

Bu jarayonni 225-450°C harorat oralig'ida va ko'pincha fosfat kislotasini alyuminiy oksidi va fosfatlar bilan birgalikda amalga oshiriladi.

Ishning maqsadi

Normal-butil spirtning degidratlanishi darajasiga va reaksiya mahsulotlari tarkibiga haroratning ta'sirini o'rganish.

Ishning bajarilishi

Reaktivlar: n-Butil spirti – 74,1 g; alyuminiy oksidi (tabletkalar holida yoki 3x4 mm o'lchamli silindrlar holida) 30 sm³.

n-Butil spirtini 14-rasmda ko'rsatilgan qurilmada degidratlanadi. Ushbu qurilma quyidagilar bilan jihozlangan: 1-tomizgich voronkasi (yoki mexanik dozator), 3-o'tkazuvchi moslama, 5-reaktor, 6-elektrli pech, 10-termoparalar, 12-harorat shkalasi bo'lgan millivoltmetr, 13-manometr, 14-uch yo'nalishli kran, 15-qaytarma sovutgich, 16-pastga og'gan sovutgich, 17-avtotransformator, 18-muzli sovutgich, 19-yig'gich va 21-graduirlangan gazometr.

Ishni bajarishdan avval barcha asboblarning to'g'ri yig'ilganligiga va zich-mustahkam ulanganligiga ishonchi hosil qilinadi.

Tomizgich voronkasini (yoki mexanik dozatorni) graduirlanadi, muzli hammomni tayyorlab olinadi, gazometrni suv bilan to'ldiriladi va gazometrdan oqib tushuvchi suyuqlikni yig'ib oluvchan sig'im-moslama (22-jo'mrak) o'rnatiladi.

Reaktor kvarts quvurchadan tayyorlangan bo'lib, reaksiya qismining diametri-20 mm va balandligi 100 mm o'lchamdadir. U termostata uchun 9-karman, 11- bo'rtiqlar esa 8-katalizator va 7-inert nasadkani ushlab turishga moslashtirilgan moslama kabilar bilan jihozlangan.

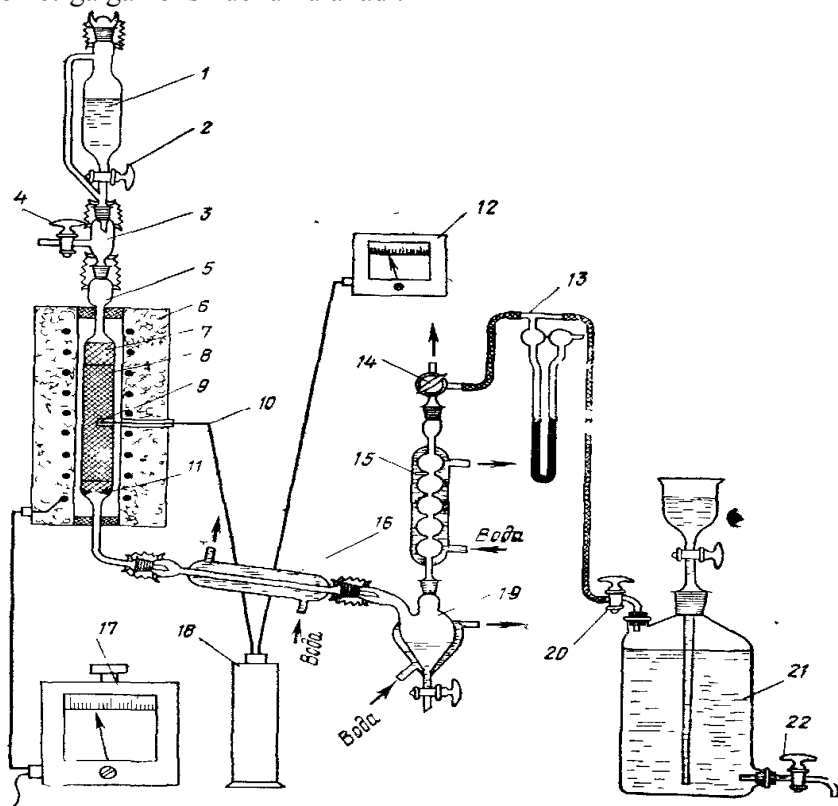
Spirtni hajmiy uzatish tezligi 1 soatga teg bo'lganida harorat 250, 300, 340 va 380°C larda to'rtta tajriba bajariladi. Har bir tajribada reaksiya uchun spirt sarfi 0,25 molga teng.

Tajribani bajarish tartibi quyidagicha:

Sovutgichlarga suv beriladi, uch yo'naltirgichli jo'mrakni gazni chiqarib yuborish tarmog'i bilan ulanadi. Reaktorni qizdirish boshlanadi va katalizator qavatidagi haroratni 350°C gacha ko'tariladi. SHa haroratda qurilmaga 4-jo'mrak orqali reaktordagi suv chiqishi to'xtatguncha havoni 100-120 ml/daqqa tezligida beriladi.

Shundan so'ng, reaktorda avtotransformator yordami bilan berilgan haroratlardan biri tiklab qo'yiladi hamda havo berish to'xtatiladi; 4-jo'mrak berkitilib, tomizgich voronkasidan spirtni berishni boshla-

nadi. Spirtni berish boshlanganidan 5 daqiqadan so'ng yig'gichdan kondensatni darhol quyib olinadi va tezda 3 yo'nalishli jo'mrakni gazometrga gaz olish uchun ulanadi.



14 -rasm. Spirtlarni degidratlash qurilmasi: (Odobashyan G.V., 1982 y 64 rasm. 192 betda)

1-tomizgich voronka; 2,4,20,22- jo'mraklar; 3-yo'naltirgich; 5-reaktor; 6-elekr pech; 7-inert nasadka; 8-katalizator; 9-termopara uchun cho'ntak; 10-termopara; 11-bo'rtiqlar; 12-millivoltmetr; 13-suvli manometr; 14-uch yo'lakli jo'mrak; 15-qaytarma sovutgich; 16-sovutgich; 17-avtotransformator; 18-muzli hammom; 19- yig'gich; 21-gazometr.

Gazometrda gazni berishni 22-jo'mrak bilan shunday sozlanadiki, bunda qurilmada uncha katta bo'lmagan vakuum (50 –

100 Pa yoki 5 – 10 mm. suv ustuni) oʻrnatilishi kerak. 14-kranni ulash momentini tajribaning boshlanishi deb olish mumkin. Reaktorga kerakli miqdor spirtni uzatish tugugi 2,22 va 20-joʻmraklar tartibga koʻra yopiladi va uch boʻlakli joʻmrakni yana gazni chiqarib yuborish tarmogʻiga ulanadi. 19-Yigʻichdagi kondensat agar ikki qavatli boʻlsa uni 20 ml sigʻimli ajratgich voronkasiga quyilib, organik qavatni suv qavatdan ajratiladi.

Ikkala qavatni ham alohida (dastlab tarozida tortib olingan) kolbalarga alohida-alohida solinib, ularning massasi aniqlanadi. Organik qavat xromatografda (Odobashyan G.V., 1982 y., 194 betga qarang) tahlil qilinadi.

Gazometrdagi berilgan harorat va bosimdagi gaz hajmi belgilab qoʻyiladi va uni normal sharoitga keltiriladi. Gaz pipetkasiga 100 ml gaz olib «Butilenlarni butadien-1,3 ga degidirlash» ishida yozilganidek, xromatografda tahlil qilinadi.

Tajriba natijalari quyidagi 20 jadvalga yoziladi:

20-Jadval

№	Koʻrsatkichlar	Tajriba harorati, °C.			
		260	300	340	380
1	Reaksiyaga berilgan spirt, grammda				
2	Reaksiyaga olindi: a) Kondensat, g b) Gazlar, l				
3	Kondensat tarkibiy qismi, g a) Suv b) Organik birikmalar				
4	Gazning tarkibiy qismi, % (mass.): a) n-Butilenlar b) Izobutilenlar				
5	n-Butilenlar chiqishi, 5 (mol)				
6	n-Butilen boʻyicha jarayon selektivligi, % (mol)				
7	n-Butanolning yoʻqotilishi: a) Grammlarda b) % (mass.)				

Olingan natijalar asosida quyidagi bogʻliqliklar grafigi chiziladi:
-spirtni konversiyalanish darajasi va degidratlanish mahsulotlari tarkibi – harorat.

Tajriba natijalari tahlil qilinadi va ishni bajarilishi boʻyicha oʻzining xulosalari shakllantiriladi.

Ushbu qurilmada keltirilgan metodika yordamida boshqa spir-
tlarni ham degidratlash mumkin.

Reaksiyaning suyuq mahsulotlarini tahlil qilish

Reaksiyaning suyuq mahsulotlari issiqlik oʻtkazuvchanlikka asoslangan detektorli xromatografda tahlil qilinadi. Xromatogrammani tahlil etish uchun toʻgʻrilik koeffitsiyenti bilan aniqlik kiritish metodi-
dan foydalaniladi (Odobashyan G.V., 1982 y 41 betga qarang).

Xromatografiya tahlili sharoiti:

Kolonna, mm	2000 x 4;
Qattiq faza – xromaton N-AW-HMDS, zarrachalari oʻlchami, mm	0,20 – 0,40;
suyuq faza – apiezon L, % (mass.)	15;
Harorat, T ⁰ C:	
Kolonkalar -	100;
Bugʻlatgich -	200.
Detektor toki, mA -	120.
Tashuvchi gaz tezligi (geliy), ml/min -	50;
Diagramma lentasi tezligi, mm/min -	15;
Qolgan parametrlarni ishni bajarish jarayonida tanlanadi.	

Individual topshiriq:

Balansli tajribani bajarish, 28–31 reaksiyalarning biri uchun reaktorda toʻliq aralashishni va toʻliq ajralishga sababchi boʻladigan shartli boʻlish ehtimolligining konversiya va selektivlikka bogʻliqligini hosil qilish, konversiya bilan shartli boʻlish vaqti bogʻliqligidan kinetik tenglamani tuzish va 28–31 reaksiyalardan biriga parametrlarni tanlash.

Nazorat savollari

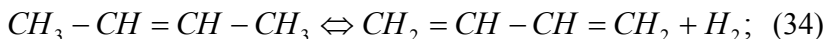
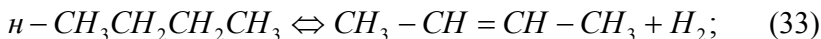
1. Gaz holidagi olefinlarni qo‘llanilish soxalari.
2. Quyi parafin uglevodorodlarni katalitik degidirlash. Etan va propanni degidirlash.
3. Izobutilen ishlab chiqarish va qo‘llanilishi. “Qaynar” qatlamli katalizatorida izobutanni degidirlash prinsipial texnologik sxemasi.
4. Uglevodorodlarning gidroksil guruhli hosilalarini olishning sanoat va laboratoriya usullari.
5. Birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi spirtlarni olish usullari. Ularning kimyoviy o‘zgarish reaksiyalari. Jarayonlarda ishlatiladigan katalizatorlar.
6. Spirtlar xomashyosi asosida sanoatda olinadigan mahsulot turlari.
7. Spirtlar va karbon kislotalarni reaksiyalari orqali murakkab efirlarni olishning sanoat usullari.

4–laboratoriya ishi.

n-Butilenlarni butadien-1,3 ga degidirlash

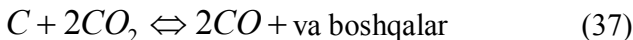
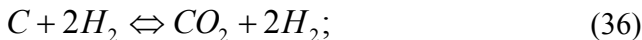
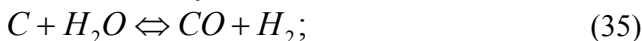
Hozirgi vaqtda sistetik kauchuk ishlab chiqarishda butadien-1,3 (divinil) asosiy monomer hisoblanadi. Uning asosida butadienli, butadien-stirolli-, butadiennitrilli va boshqa kauchuklar bilan birga latekslar ham olinadi.

n-Butandan butadien-1,3ni bir hamdaikki bosqichli degidirlash bilan olinadi. Ikki bosqichli degidirlashda dastavval n-butanni n-butilenlarga degidirlanadi, keyin esa n-butilenlar ajratib olinib, ikkinchi degidirlash bosqichiga yuboriladi:



n-Butilenlarni butadien-1,3 ga degidirlash statsionar katalizatorli adiabatik reaktorda n-butilen–suvning 1:20 nisbatidagi bug‘-gaz aralashmasining boshlang‘ich harorati 620–640°C bo‘lgan sharoitda amalga oshiriladi. Suv bug‘i faqatgina muvozanatni degidirlanish tomonga siljishiga sabab bo‘lmasdan, balki u yana issiqlik tashuvchilik

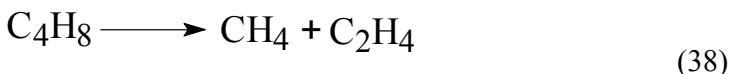
vazifasini ham bajaradi hamda smolasimon moddalar va koks bilan qisman qoplanib (qavatlanib) qolgan katalizatoorni qisman regeneratsiyalanishini ta'minlaydi:



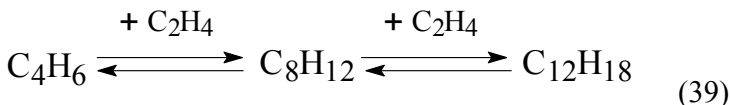
Katalizator sifatida MI-2206 markali $Cr - Ca - Ni - PO_4$; kontaktdan foydalaniladi. Bu katalizator avvalgisiga nisbatan yuqori faollikka va tanlovchanlikka ega.

Ushbu katalizatorida konversiyalanish darajasi butilenlarning uzatilish hajmiy tezligi 140-200 soat⁻¹ bo'lganda 40-45% ga etadi, tanlovchanlik esa 85-90 % ga etadi.

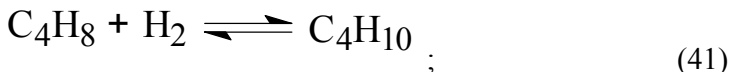
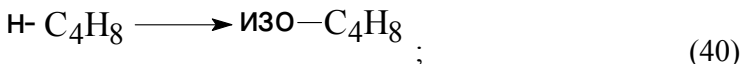
Asosiy qo'shimcha reaksiyalar bu normal-butilenlar va butadien-1,3 ning krekinglanishi, butadien-1,3 ning polimerlanishi, n-butilenlarni izomerlanish va gidrirlanish reaksiyalaridir:



va hokazo;



va boshqalar;



Haroratni ko'tarish muvozanatga v an-butilanlar konversiyasi darajasiga yaxshi ta'sir etsa ham bu holat ma'lum darajagacha bo'lib, undan yuqori ko'tarilishi butilenlar va butadien-1,3 ni termik parchalanishi reaksiyalarini tezlashtiradi, oqibatda jarayon selektivligi keskiy pasayib ketadi.

Ishdan maqsad:

n-Butilenlarni butadien-1,3ga degidirlash jarayonini o'rganish, butilenlarni konversiya darajasini, jarayonni selektivligi (butadien-1,3 bo'yicha) ni aniqlash va tajriba ash'yoviy balansini tuzish.

Ishning bajarilishi.

Reaktivlar: n-butilenlar fraksiyasi (ballonda yoki gazometrda*) 3 ml; sanoat katalizatori $Cr - Ca - Ni - PO_4$; (dona o'lchami 2x3 mm) 25 sm³; distillangan suv 100 ml; bromli xloroform-30% li eritmasi – 7 ml; NaOH – 30% li eritmasidan 50 ml. agar n-butilenlarni zavoddan olingan fraksiyasi bo'lmasa uni butanol-1 ni Al_2O_3 da 360-3700S haroratda degidratlanish reaksiyasi natijasida olinadi.

n-Butilenlarni butadien-1,3ga degidirlashni sxemasi 15-rasmda keltirilgan qurilmada bajariladi.

Bu qurilma quyidagi jihozlar bilan jihozlangan:

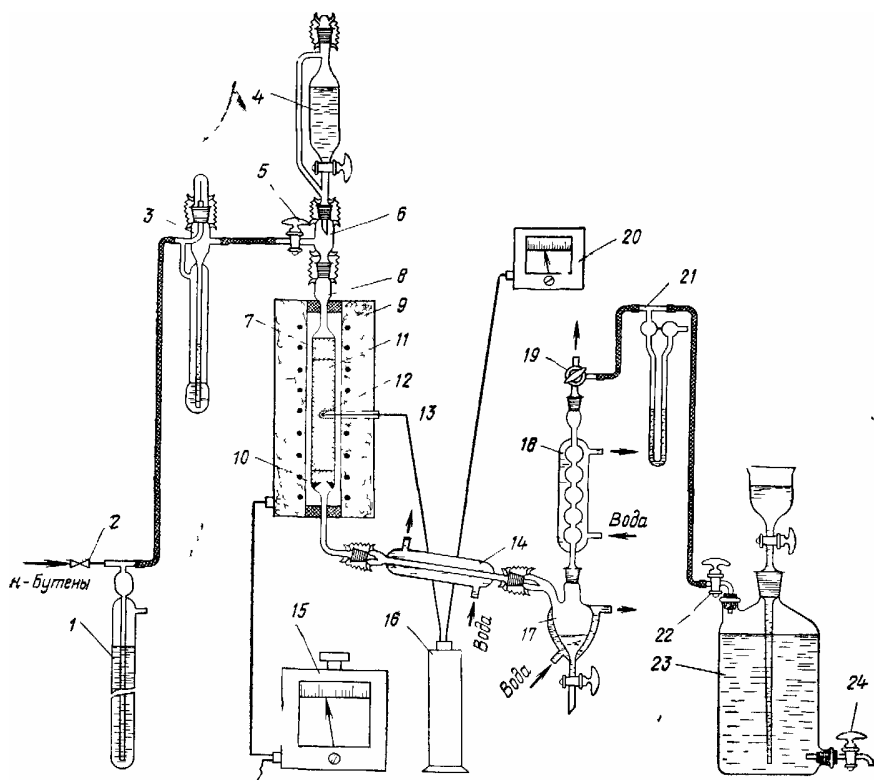
1-gidravlik zatvor; 2-jo'mrak; 3- reometr; 4- dozator; 6-o'tkazgich ulagich; 8-reaktor; 13- termopara; 14-kvars sovutgich; 15-avtotransformator; 16- muzli «hammom»; 17- yig'gich; 18-qaytarma sovutgich; 19- uch yo'lakli kran; 21- manometr; 23- gazometr (10 l sig'imli); 20- harorat shkalasi bo'lgan millivoltmetr.

Ishni bajarmasdan avval asbobni to'g'ri va germetik yig'ilganligini, reaktorni katalizator bilan qoidaga asosan to'ldirilganligini, termopara va millivoltmetrni ishga yaroqliligini tekshirilgach, suvni kerakli me'yorda uzatish uchun dozator sozlanadi.

Reaktor kvars nayli bo'lib, reaksiya zona quyidagi o'lchamga ega: ichki diametri 18 mm va balandligi 180 mm. U 12 – termopara uchun cho'ntak bilan jihozlangan, 11-katalizator va 7-inert nasadkani ushlab turuvchi 10-bo'rtiqlari ham mavjuddir.

Tajribani bajarish sharti quyidagicha:

Reaktor harorati 600°C, suvga nisbatan n-butilenlarni uzatish tarmog'i uziladi, 5-kran ochiladi, 19- uch o'tkazgichli kranga suv nasosi ulanib reaktordagi havoni 200-250 ml/minut tezligida so'rib olinadi.



15-rasm. n-Butilenlarni degidrlash qurilmasi:

1-gidravlik zatvor; 2-joʻmrak; 3-reometr; 4-dozator; 5,22,24-kranlar; 6-oʻtkazgich-ulagich; 7-inert nasadka; 8- reaktor; 9-elekt pechi; 10- boʻrtiqlar; 11-katalizator; 12-termopara uchun choʻntak; 13-termopara; 14-kvars sovutgich; 15- avtotransformator (LATR); 16-muzli «hammom»; 17- yigʻgich; 18- qaytarma sovutgich; 19- uch yoʻlakli kran; 20-millivoltmetr; 21- suvli manometr; 23- gazometr.

Sovutgichlarga suv beriladi, elektr pechi ulanadi va reaktorni 5–7°C/minut tezlikda qizdiriladi. Reaktor harorati 300°C ga yetgach, reaktorga suvni tajriba uchun kerakli qiymatdan uch marta sekin tezlikda beriladi.

Reaktorni qizdirish yana 600°C gacha davom ettiriladi va ushbu haroratda u yerdan havoni 15 minut davomida soʻrib olinadi.

Shundan soʻng, suv nasosi ishdan toʻxtatiladi, uni qurilmadan uzib tashlab 5-joʻmrak berkitiladi.

Keyin suvni uzatish tezligini tajriba uchun kerakli darajaga yetkaziladi va 15-avtotransformator yordamida reaktorga berilgan harorat ushlab turiladi.

6-Oʻtkazgich-ulagich yordamida n-butilenlar tarmogʻi ulanadi, 5-joʻmrak ochiladi va reaktorga n-butilenlar uzatiladi.

Uch yoʻnalishli krandan gazlar chiqishida olefinlarga xos xid paydo boʻlganida uch yoʻnalishli kranni chiqarib yuborish tarmogʻini gazometrga ulanadi va 22- joʻmrakni tezda ochib 24- joʻmrak bilan gazni gazometrga shunday tezlikda yigʻishni sozlanadiki, bunda 21-manometr qurilmada uncha katta boʻlmagan qiymatni koʻrsatishi (20-30 Pa yoki 2-3 mm.suv. ustuni) kerak.

Gazometrga uch yoʻnaltirgichli kranning ochilishi (ulanishi) momentini tajribaning boshlanishi deb olinadi. Tajriba ketayotganida qurilmaga berilgan parametr – koʻrsatkichlardan iborat ish rejimi qatʼiy ravishda ushlab turiladi.

Tajriba boshlangan vaqtdan boshlab 20 minut oʻtganidan soʻng reaktorga n-butilenlarni berish toʻxtatiladi, uch yoʻnaltirgichli kranni esa atmosfera holatiga oʻtkazishdan avval 24 va 22 kranlarni berkitiladi, soʻngra uni atmosfera holatiga oʻtkaziladi. 17-yigʻgichdan organik qavat kondensatini avvaldan texnik tarozisida tortib olingan massasi aniq kolbaga quyib olib ogʻirligi aniqlanadi. Qizdirishni toʻxtatiladi va reaktorga suv berishni ham toʻxtatiladi. Gazometrdagi kontakt gazlar hajmini yozib boriladi, ularni normal sharoitga keltiriladi va zichligi aniqlanadi. Kontakt gazlarini tarkibida n-butilenlar va butadien qancha miqdorda borligini tahlil qilinadi, n-butilenlarning dastlabki fraksiyasi tarkibidan esa n-butilenlarning miqdori aniqlanadi.

Tajriba natijalari va hisoblashlar quyidagi tartibda yoziladi:

Reaksiya uchun n-butilenlar berildi, l:

Shu jumladan n-butilenlar-

Olingan reaksiya mahsulotlari:

Gazsimon, l

Suyuq, g

Kontakt gazlardagi konsentratsiyasi, % (hajmiy):

n-butilenlar

butadien-1,3.

Konversiya darajasi, %:

Butadien-1,3 bo'yicha selektivlik, % (mol)

N-Butilenlar fraksiyasining yo'qotilgan qismi:

Gramm-

% (mass.) –

Kontakt gazlar zichligi, g/l

Tajriba natijalari tahlil qilinadi va bajarilgan ishlar haqida xulosalar shakllantiriladi.

Dastlabki n-butilenlar aralashmasi tahlili

n-Butilenlarning dastlabki fraksiyasi issiqlik o'tkazuvchanlikka asoslangan detektorli xromatografda tahlil qilinadi. Xromatogrammalarni echimini topish uchun oddiy me'yorlash metodidan foydalaniladi.

Xromatorafiyalash sharoiti:

Qattiq faza – Sferoxrom-2, zarracha o'lchami, mm - 0,16–0,32;

Kolonka, mm 3000 x 4;

Suyuq faza – trietilenglikoldibutirat, % (mass.) 20;

Kolonka harorati, °C 25;

Detektor toki, mA 200;

Gaz-tashuvchi (geliy) tezligi, ml/min 25;

Diagramma lentasi tezligi, mm/min 20.

Xromatografik tahlilning qolgan parametrlarini dastgohni tahlil qilish uchun tayyorlash jarayonida tanlab olinadi. Aralashmadan komponentlarning chiqish tartibi: propan, propilen, izobutan, butan, buten-1, trans-buten-2, chis-buten-2, butadien-1,3.

Keltirilgan sharoitlarda kontakt gazlarni ham tahlil etish mumkin. Bunday hollarda xromatogrammani o'qishda gaz aralashmasidagi komponentlarning quyidagi sezuvchanlik massaviy koeffitsiyentlarni hisobga olgan me'yorlash metodidan foydalaniladi (vodorodni alohida namunada aniqlanadi, 85 betga qarang):

Metan	0,64	n-Butan	1,00
Etan	0,86	Buten-1	1,00
Etilen	0,85	Izobuten	1,00

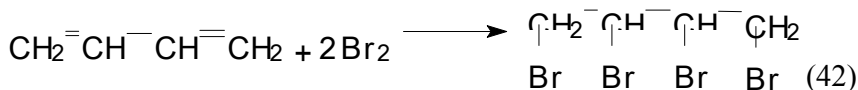
Propan	0,97	trans-Buten-2	1,00
Propilen	0,99	sis-Buten-2	1,00
Izobutan	1,03	Butadien-1,3	1,04

Keltirilgan sharoitlarda metan, etan va etilenlar xromatogrammada bita pik (cho‘qqi) holida namoyon bo‘ladi, ularni kontakt gazdagi massaviy tarkibi deyarli bir xil bo‘lib, ushbu aralashma uchun to‘g‘rilash kiritmasidan sezgirlikning massaviy koeffitsiyentini 0,78 ga teng deb olinadi.

Agar kontakt gazlardagi faqat butadien-1,3 tarkibini aniqlash kerak bo‘lsa, u holda bromli usuldan foydalanish mumkin.

Bromlash usuli bilan kontakt gazlardagi butadien-1,3 ni aniqlash.

Butadien-1,3 ni miqdoriy aniqlashning bromli metodini mohiyati shundaki, yumshoq sharoitlarda u ortiqcha brom bilan tetrabrom-butan (TBB) hosil qiladi:



Gaz aralashmasidagi boshqa dien uglevodorodlar bo‘lmaganida TBB yagona kristall modda bo‘lib, uni asoslar bilan reaksiya aralashmaning boshqa komponentlaridan ajratib olinadi.

Tahlil qilish ikki bosqichdan iborat. 1-bosqichda gaz aralashmasidan brom eritmasidagi barcha olefin uglevodorodlari va butadien-1,3 yutib olinadi. 2-bosqichda hosil bo‘lgan TBB ni boshqa moddalardan ajratiladi, massasi aniqlanadi va gaz aralashmasidagi butadien-1,3 miqdori hisoblanadi. 16-rasmda keltirilgan qurilmada kontakt gazlar bromlanadi.

Ushbu qurilma quyidagilar bilan jihozlangan:

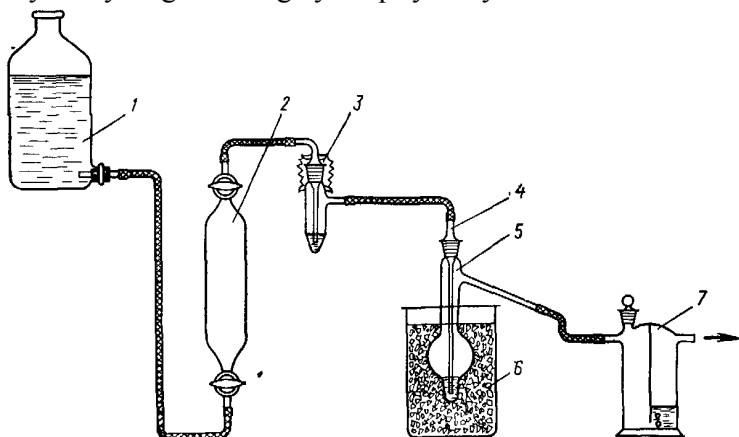
1-napor sklyankasi suyuqlik zatvori bilan; 2-gaz pipetkasi; 3-pufaklar hisoblagichi; 4-kapillyar naycha; 5-reaksiya kolba; 6-muzli «hammom» va 7-Tishenko sklyankasi – 30% li NaOH eritmasi bilan.

Reaksiyon kolba termik bardosh shishadan yasalgan bo‘lib, uning quyi silindrik qismi hajmi 2,0 ml va sferik qismi 40-50 ml dan iborat.

Analitik tarozisida tahlil etishdan avval toza kapillyar nayli reaksiyon kolbani 0,0005 g aniqlikda tortib olinadi. Kapillyar nayning quyi qismi kolbaning tagiga etmasdan (2–3 mm masofagacha) qoladigan holda o‘rnatilishi kerak.

Reaksiyon kolbaga xloroformdagi bromning 30% li eritmasidan 3 ml quyiladi ($0,5 \text{ ml Br}_2 + 2,5 \text{ ml CHCl}_3$) va kolbani muzli «hammom»ga botirib qo‘yiladi. Gazometrdan gaz pipetkasiga 200 ml kontakt gazi olinadi va pipetka qurilmaga ulanadi. Qurilmaning gaz pipetkasi qismidan kapillyargacha masofani bog‘lovchi rezina quvurlar uzunligi minimal bo‘lishi va uning ichki diametri 4 mm bo‘lishi kerak.

Zatvorli suyuqlik bo‘lgan napor (bosimli) sklyankasi gaz pipetkasidan 10-15 sm yuqoriroq o‘rnatiladi, gaz pipetkasining yuqori krani to‘liq ochiladi, uning pastki krani bilan esa reaktorga kontakt gaz 20-25 ml/min tezlikda uzatilishini sozlab olinadi. Gazni gaz pipetkasidan gaz tarmog‘i va pufakchalar hisoblagich zatvor suyuqligi bilan to‘liq to‘lgunicha siqib chiqariladi, lekin zatvor suyuqligini kapillyar naychaga o‘tishiga yo‘l qo‘yilmaydi.

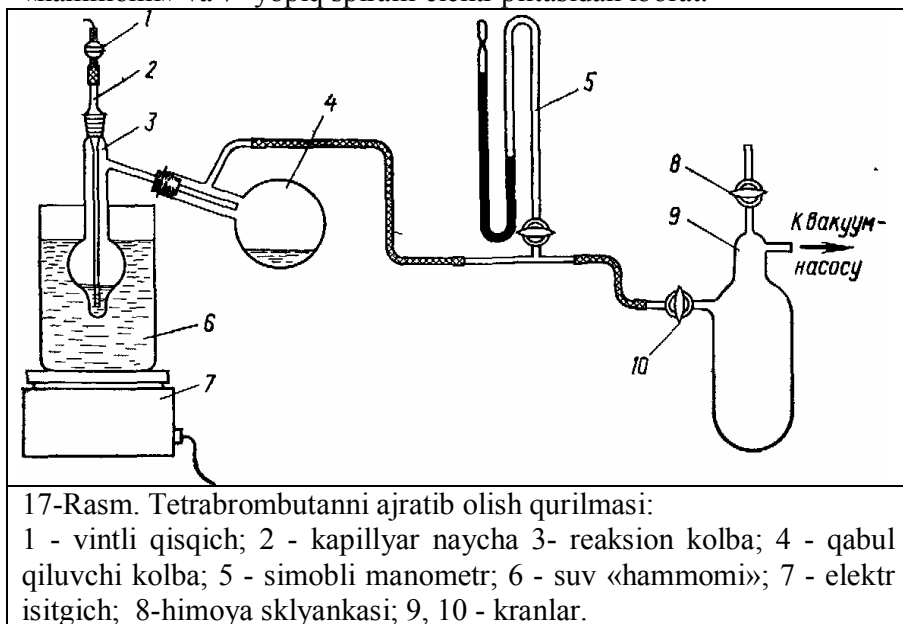


16-Rasm. Kontakt gazni bromlash qurilmasi: 1—napor (bosim hosil qiluvchi) sklyanka; 2 — gaz pipetkasi; 3 — pufakchalar hisoblagichi; 4 — kapillyar naycha; 5 — reaksiyon kolba; 6 — muzli «hammom» 7 —Tishenko sklyankasi.

Kontakt gazini uzatish tugagach, gaz pipetkasining kranlari berkitiladi, reaksiyon kolbani kapillyar kapillyar naycha bilan birga qurilmadan ajratiladi, keyin esa kapillyarning yuqori qismiga rezina nayni kiygaziladi va uning ichiga 0,2 – 0,3 mm diametrli mis sim o'tkaziladi hamda rezina nayni qisqich bilan qisib qo'yiladi.

Reaksiyon massali kolbani qurilmaga tarkibidagi tetrabrom butanni ajratish uchun ulanadi (17-rasmga qarang).

Qurilma 2-kapillyar naycha, 3-reaksiyon kolba, 4-qabul qiluvchi kolba, 5-manometr, 9-himoya sklyankasi, 6- suv «hammoni» va 7- yopiq spiralli elektr plitadan iborat.



Qurilmani 9-himoya sklyankasi orqali suv nasosiga ulanadi va uni 5 va 10-kranlarni ochgan holda ishga tushiriladi. Lekin suvli nasosni so'nggi quvvatigacha tushirilmaydi. Qurilmadagi vakuum chuqurligini 8-kran bilan shunday to'g'rilanadiki, bunda kolbadagi reaksiyon massa kuchli ko'pirishga va bu massani kolbaningsferik qismidan yuqori ko'tarilishiga yo'l qo'ymaslik kerak. Ortiqcha bromni haydash va tetrabrombutandan boshqa moddalarni haydash jarayonida reaksiyon massaning uzluksiz va tekis (shiddatli emas!) qaynashini esa

reaksion massaga kelayotgan havo pufakchalari bir xilda kelishi 1-vint qisqichi orqali sozlash bilan erishiladi.

Bromning ortiqcha miqdori yyo‘qotilgach, reaksiya kolbadagi reaksiya massa rangsizlangach 3-kolbani astslik bilan qaynar suv hammomiga tushiriladi (suvda kolbaning faqat sferik qismi botgan bo‘lishi kerak), qurilmadagi vakuumni chuqurroq qilib 20-30 gPa (15 – 122 mm.sm.ust.) ga etkaziladi va 4-qabul qiluvchi kolbaga suyuq bromidlar haydab olinadi. Haydashni tetrabrombutandagi barcha aralashmalar to‘liq yo‘qolgunicha, kolbani yuqori qismi va chiqish nay qismida tomchilar to‘liq yo‘qolgunicha davom ettiriladi.

Shundan so‘ng, suv hammomini olib qo‘yiladi, 10-kran yopiladi, 8-kran ochiladi (astalik bilan), suv nasosini ishdan to‘xtatiladi va 1-vintli qisqichni astalik bilan bo‘shatib sistemadagi bosimni atmosfera bosimiga tenglashtiriladi. So‘ngra, kolbani havo haroratigacha sovutiladi, qurilmadan yechib olinadi va vintli qisqich ulangan rezina nayni olib qo‘yiladi (ajratiladi).

Kolbani filtr qog‘oz bilan artiladi va analitik tarozda avvalgi aniqlikda tortiladi hamda olingan tetrabrombutan (TBB) massasi topiladi.

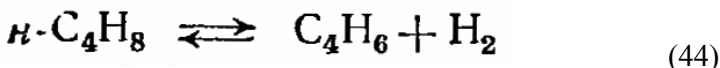
Kontakt gazlardagi butadien-1,3 konsentratsiyasi – C (% mass.) quyidagi formula bilan topiladi:

$$C = \frac{a \cdot 1,013 \cdot 10^5 \cdot (273 + t) \cdot 100}{6,91 \cdot 2,41 \cdot 273 \cdot (P - h) \cdot V} \quad (43)$$

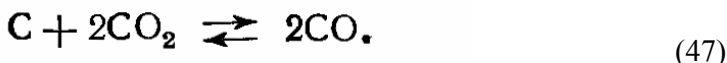
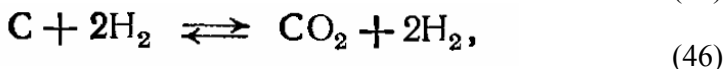
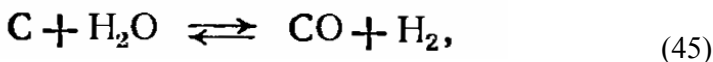
bu yerda, a-TBB massasi, g; t= tahlilga olingan kontakt gazlarning harorati, °C; 6,91 – butadien-1,3 molekulyar massasining TBB molekulyar massasiga nisbati; 2,41- 1 litr butadien-1,3 massasi, gramm; R-tahlil uchun kontakt gazlarni olish vaqtidagi atmosfera bosimi, Pa; V-tahlil uchun olingan kontakt gazlari hajmi, litr.

n-Butilenlarni butadien-1,3 gacha degidirlash

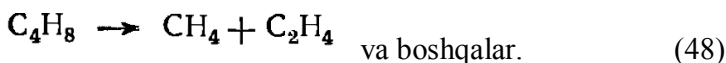
n-Butilenlarni butadien-1,3 ga (divinil) degidirlashni Cr–Ca–Ni-fosfatli katalizatorida 620-640°C haroratlarda olib boriladi (44).



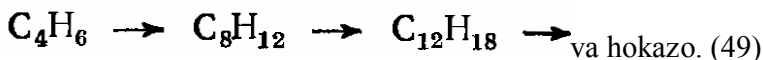
Degidrlashda suv bug'i ortiqcha miqdorda olinadi va bu bilan muvozanat degidrlanish tomoniga surilishi bilan birga bir vaqtning o'zida ushbu suv bug'i ta'sirida katalizator yuzasida to'lib qolayotgan kokslar va smolasimon moddalar ta'sirlashib katalizatorida qisman regeneratsiyalanish jarayoni ham ketadi:



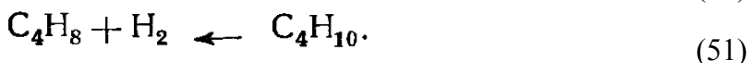
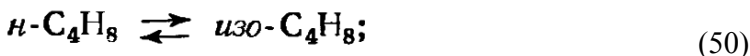
Asosiy yonaki reaksiyalar uglevodorodlarni krekinglanishidir:



Shuningdek, butadien-1,3 ni polimerlanishi:



n-Butilenlarni gidrlanishi va izomerlanishi:



44- Reaksiyaning selektivligi va kinetikasini o'rganish uchun to'liq sitib chiqaruvchi (12-rasmga qarang) reaktor yoki to'liq aralashtiruvchi oqimli-sirkulyatsion reaktordan foydalaniladi. 12-Rasmda ilk reagentlarni dozlash va reaksiya mahsulotlarini ushlab qolish sitemasi ko'rsatilgan.

Normal-butilenni degidrlash uchun sanoatda qo'llaniladigan Cr-Ca-Ni-fosfatli MI-2206 markali katalizatoridan foydalaniladi. Normal-butilenlar fraksiyasini ballondan yoki gazometrdan uzatiladi.

Agar, n-butilenlarning sanoat fraksiyasi bo'lmasa, uni n-butanoldan Al_2O_3 bilan 360-370°C da degidrlab olinadi. Suvni n-butilenga nisbatan 20-marta ko'p mol miqdorda beriladi.

Reaktor haroratini 580-620°C haroratga moslanadi. Reaktorda shartli bo'lish vaqtini $\frac{mk}{F_{A,O}} = 100 \div 800 \frac{C \cdot KГ}{\text{МОЛЬ}}$ intervaliga moslanadi.

To'liq aralashtiruvchi reaktordan foydalanilganida reaktorga butilenlar bilan butadien aralashmasini uzatish bilan ham tajribalarni olib boriladi. Kinetik tajribani bajarishdan avval, ushlab qolish sistemasidan chiqish qismiga suvli nasos ulanib reaktor orqali havoni 10 min-1 hajmiy tezlikda so'rib olinadi. Keyin esa sovutgichlarga suv beriladi, isitish yoqiladi va reaktorni 5-70°C/minut tezlikda qizdiriladi.

Harorat 300°C ga yetganida tajribadagiga nisbatan 3 marta kichik tezlikda reaktorga suv beriladi. Berilgan haroratda reaktorni qizdirish davom ettirilaveriladi vash u haroratning o'zida havoni yana 15 minut davomida so'rib olinadi. Shundan so'ng, nasosni to'xtatib reaktordan keyingi nazni chiqarish tarmog'ini ochiq qoldirgan holda qurilmadan ajratiladi. Keyin esa suvni berishni hisoblangan qiymatigacha oshiriladi, reaktordagi haroratni barqarorlashtiriladi va amaldagi tezlikda reaktorga beriladigan n-butilenlarni uzatish boshlanadi.

Normal-butilenlar sarfi reometr bilan nazorat qilib turiladi va gazometr yoki gaz soatlari yordamida uzatilgan (berilgan) umumiy gaz miqdori o'lchanadi. Reaktordan keyingi qismda chiqayotgan gazlarda uglevodorodlarga xos xid sezilganida uch yo'naltirgichli kranni gazometr holatiga buriladi va shu holat boshlangan vaqtni tajribaning boshlanishi deb olinadi.

Gaz yig'ishdan so'ng, 10-30 minut o'tgach, reaktorga n-butilenlarni berishni to'xtatiladi, lekin gazni yig'ish yana 5 minut davom ettiriladi. Keyin reaktordan chiqish erini atmosfera holatiga o'tkazib gazometrni berkitiladi. Yig'ichdagi kondensatning organik qavati –reaksiyaning polimerlanish mahsulotlari bo'lib, u ajratib olingach, massasi aniqlanadi.

Gazometrga yig'ilib olingan gaz hajmini belgilab (aniqlab) olinadi va unda n-butilenlar va butadien-1,3 mavjudligi (miqdoran) aniqlanadi (quyiroqqa qarang).

Bundan tashqari dastlabki n-butilenlar fraksiyasidan ham n-butilenlar tarkibi tahlil qilinadi. Tahlil natijalari asosida olingan va berilgan gaz miqdorlarini o'lchash orqali va shuningdek, suyuq reaksiya mahsulotlarini miqdorlarini bilgan holda konversiyalanishini,

shartli bo'lish vaqtini va reaksiyaning selektivligi (tanlanuvchanligi) hisoblaandi.

Yakka tartibdagi topshiriq:

- balanslovchi tajribani bajarish;
- konversiyalanishni va selektivlikning to'liq aralashtiruvchi yoki to'liq ajratib chiqaruvchi reaktorda shartli bo'lish vaqtiga bog'liqligini hosil qilish;
- selektivlikning konversiyaga bog'liqligi bo'yicha selektivlik tenglamasini va uning parametrlarini tanlash;
- konversiyalanishning shartli bo'lish vaqtiga bog'liqligi orqali kinetik tenglamani va uning parametrlarini tanlash.

Dastlabki –butilenlarning aralashmasini va reaksiya mahsulotlarini tahlil qilish

Normal-butilenlarning dastlabki fraksiyasini issiqlik o'tkazishga moslashtirilgan detektorli xromatografda tahlil qilinadi (2.6. bo'limga qarang).

Xromatografiyalash sharoiti:

Qattiq faza – Sferoxrom-2, zarracha o'lchami, mm	0,16–0,32;
Kolonka, mm	3000 x 4;
Suyuq faza – trietilenglikoldibutirat, % (mass.)	20;
Kolonka harorati, °C	25;
Detektor toki, mA	200;
Gaz-tashuvchi (geliy) tezligi, ml/min	25;
Diagramma lentasi tezligi, mm/min	20.

Xromatografik tahlilning qolgan parametrlarini dastgohni tahlil qilish uchun tayyorlash jarayonida tanlab olinadi. Aralashmadan komponentlarning chiqish tartibi: propan, propilen, izobutan, butan, buten-1, trans-buten-2, chis-buten-2, butadien-1,3.

Keltirilgan sharoitlarda kontakt gazlarni ham tahlil etish mumkin.

Bunday holatda xromatogrammani o'qishda «me'yorlash» metodidan foydalaniladi, lekin gaz aralashmasikomponentlarining quyidagi sezgirlikning massaviy koeffitsiyentlarini hisobga olish zarur bo'ladi

Metan	0,64	Buten-1	1,00
Etan	0,86	Izobuten	1,00
Etilen	0,85	trans-Buten-2	1,00
Propan	0,97	sis-Buten-2	1,00
Propilen	0,99	Izobutan	1,03
n-Butan	1,00	Butadien-1,3	1.04

chunki, keltirilgan sharoitlarda metan, etan va etilen xromatogrammada bita pik (cho‘qqi) hosil qiladi, ularning kontakt gazlaridagi massaviy tarkibi deyarli bir xil bo‘lib, ushbu aralashma uchun sezgirlikning massaviy koeffitsiyenti katta o‘zgarishlarsiz 0,78 ga teng deb qabul qilinadi.

Nazorat savollari

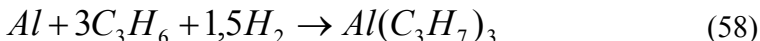
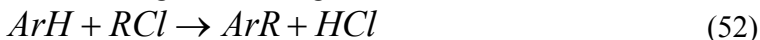
1. Uglevodorod zanjirida ikki va undan ko‘p qo‘shbog‘ bo‘lgan uglevodorodlar tuzilishi va nomlanishlari.
2. Dien, trien va polienlarni olishning sanoat usullari.
3. Butadien va izopren ishlab chiqarish. Butanni ikkibosqichli va birbosqichli degidirlash. Jarayonning texnologik sxemasi.
4. Izopentanni ikkibosqichli degidirlash. Izoprenni 2 – metilpropen va chumoli aldegiddan olish.
5. Dien uglevodorodlarni olish usullari.
6. Dien uglevodorodlari asosida polimer mahsulotlari olish texnologiyalari.
7. Izopren kauchugi ishlab chiqarish texnologiyasi.
8. Butadien-stirolli polimer ishlab chiqarish.

5—laboratoriya ishi

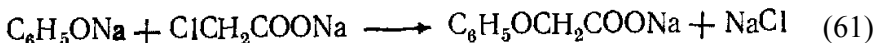
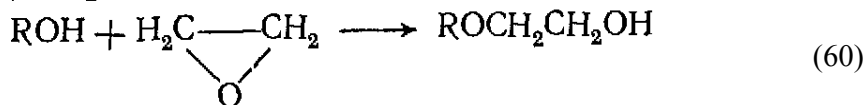
Alkillash jarayonlari

Alkillash reaksiyalari organik sintez orqali ko‘plab muxim mahsulotlarni ishlab chiqarish asosidir. Bu mahsulotlar keyingi sintezlar uchun faqatgina dastlabki moddalar bo‘libgina qolmay, balki ulardan keng miqyosda motor yoqilg‘ilari komponentlari, erituvchilar, plastifikatorlar, moylarga qo‘ndirmalar va boshqa maqsadlarda foydalaniladi.

Alkillash mahsulotlarining xilma-xilligi shu bilan bilinadiki, alkillash reaksiyasini faqatgina uglerod atomigagina emas, balki kislorod, oltingugurt, kremniy, qo‘rg‘oshin va boshqa ko‘plab boshqa elementlar atomlariga ham amalga oshirish mumkin:



Chunki alkillash jarayonlarida alkillanayotgan modda molekulasi-ga quyidagi turli funksional guruhlarni kiritish mumkin, masalan:

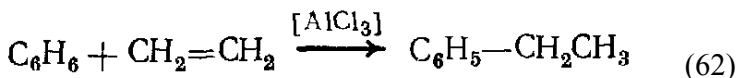


Sanoatda alkillash jarayonlarini turli alkillovchi reagentlardan va katalizatorlardan foydalanib haroratning (0 – 600⁰S) va bosimning (0,1 – 7 MPa) keng oralig‘ida suyuq va gaz fazalarda amalga oshiriladi. Ko‘pincha alkillovchi moddalar sifatida olefinlardan, atsetilendan,

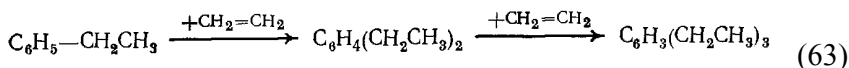
spirtlardan, etilen oksididan va alkilxloridlardan, katalizator sifatida mineral kislotalar (H_2SO_4 , HF) va aproton kislotalar ($AlCl_3$ va BF_3), ishqorlardan foydalaniladi.

A. Benzolni etilen bilan alkillash

Neftkimyoviy sintez mahsulotlari ichida etilbenzol asosiy o'rinni egallab, u sintetik kauchuk, plastik massalar va boshqa polimer materiallar ishlab chiqarishda qimmatbaho monomer bo'lgan stirol (vinilbenzol) ishlab chiqarishda oraliq mahsulotdir. Etilbenzolni ishlab chiqarishning asosiy sanoat metodi alyuminiy xloridi asosidagi katalizatorli kompleks ishtirokida benzolni suyuq fazada alkillash jarayoni hisoblanadi:

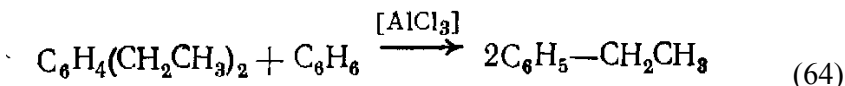


Shuningdek, izopropil benzol ham neftkimyoviy sintezda muxim mahsulot hisoblanadi. Uning asosida sanoatda sanoatda α -metilstirol va fenol hamda atsetonning asosiy miqdori olinadi. Benzolni propilen bilan alkillab izopropilbenzol olinadi. Benzolni etilen (propilen) bilan alkillanganda hosil bo'layotgan monoalkilbenzolni alkillashni yanada davom ettirish natijasida asosiy oraliq mahsulot sifatida di- va polialkilbenzollar hosil bo'ladi.:



va hokazo.

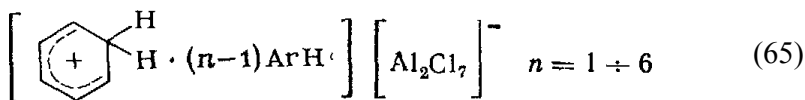
Polialkilbenzollarning chiqish miqdori olefinni benzolga mol nisbatiga bog'liq. Biroq shuni aytish muhimki, polialkilbenzollar alyuminiy xloridning benzol bilan hosil qilgan kompleksi ishtirokida teskari reaksiyaga uchrab, monoalkilbenzol (disproporsionirlanish yoki qayta alkillanish) hosil bo'ladi:



SHuning uchun benzolni alyuminiy xloridi ishtirokida alkillashda benzolning etilenga nisbatini 0,3 – 0,4 gacha etkaziladi, qo'shimcha hosil bo'layotgan polialkilbenzollarni esa (10-15% mass.) ajratib oli-

nib, jarayonga qaytariladi hamda u yerda ularni alyuminiy xloridi kompleksi va benzol ishtirokida dealkillantirilib yalpi mahsulot hosil qilinadi.

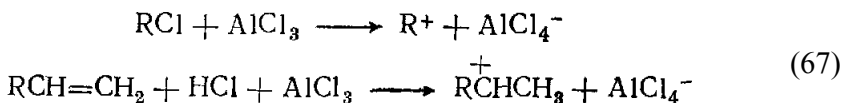
Qattiq quruq alyuminiy xloridi uglevodorodlarda amalda erimaydi, shuning uchun uning katalitik xossasi juda kuchsizdir. Biroq, alyuminiy xloridini alkil-aromatik uglevodorodlarda vodorod xloridi ishtirokida qizdirilsa, ortiqcha miqdor uglevodorodlarda erimaydigan to'q rangli suyuq modda (Gustavson kompleksi) hosil bo'lib, u yuqori katalitik faollikni namoyon qiladi:



Katalizatorli kompleksni olish uchun erkin vodorod xlorid o'rniga alyuminiy xloridi bilan ta'sirlashib vodorod xloridini generatsiyalaydigan alkilxloridlarni yoki ozgina suvni ishlatish mumkin. Biroq, suvni ishlatish shart emas, chunki u alyuminiy xloridini qisman dezaktivlaydi:

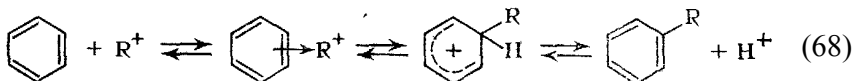


Alkillash reaksiyasi uchun zarur bo'lgan karboniy ionni turli yo'llar bilan hosil bo'lishi mumkin:



Yoki olefinning katalizatorli kompleks tarkibiga kiruvchi α -kompleksning protoni bilan ta'sirlashuvida.

Ushbu yo'llarning birida hosil bo'lgan karboniys ionni aromatik yadroga xujum qilib avval π -kompleks hosil qiladi, keyin esa σ -kompleksga (karboniy ionni) o'tadi, karboniy ionni (σ -kompleks) esa tezda alkilaromatik birikma va protonga parchalanadi:



Ishning maqsadi

Olefinni benzolga yutilgan moli nisbatini reaksiya massa tarkibiga va selektivlikka ta'sirini monoalkilbenzol bo'yicha alyuminiy xlorid katalizator kompleksi ishtirokida o'rganish [benzolni etilen (propilen) bilan alkilashda].

Ishning bajarilishi

Reaktivlar:

Azot (ballondan)

Benzol 97,5 g;

Etilen yoki propilen (ballondan) 23 l;

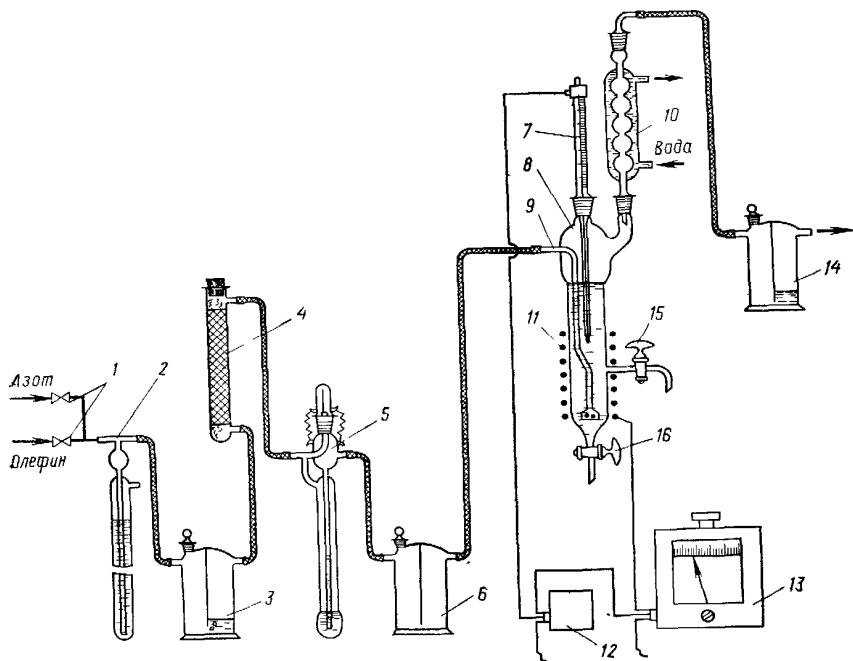
Alyuminiy xlorid kompleksi 28 ml;

Xlorid kislotasining - 5% -li eritmasi 200 ml;

Kalsiy xlorid suvsiz 60 g.

Qurilma ignasimon ventillar 1, 2 gidravlik zatvordan, konsentrlangan sulfat kislotasili Tishenko sklyankasi 3, qattiq quritgich to'ldirilgan quvurcha 4, 5 reometr, 6 muhofaza qiluvchi sklyankasi, 7 kontaktli termometr, 8 reaktor, qaytarma sovuqgich 10, 12 sozlovchi rele, 13 avtotransformator va pufakchalar sanagich 14 lardan tashkil topgan (18-rasm).

Tajribalarni boshlamasdan avval qurilma to'g'ri yig'ilganligi, barcha ulanishlarning germetikligini tekshiriladi. Sozlovchi- rele ishini ishonchlilik va gazni uni tashlab yuborish liniyasiga tashlash tizimiga erkin o'tib ketishigi ishonch hosil qilinadi



18-rasm. Benzolni alkillash uchun qurilma: 1 – ventily; 2 – gidravlik to‘siq; 3 – Tishenko sklyankasi; 4 – qurituvchili quvurcha; 5 – reometr; 6 – muhofaza qiluvchi sklyanka; 7 – kontaktli termometr; 8 – reaktor; 9 – barbotyor; 10 – qaytarma sovutgich; 11 – elektrospiral, 12 – sozlovchi-rele; 13 – avtotransformator, 14 – pufakchalar hisoblagichi; 15, 16 – ventillar.

Reaktor reaksiya zonasining diametri 30 mm va balandligi 200 mm bo‘lgan issiqqa chidamli shishadan tayyorlangan. U 9 barboter, 11 elektrospiral, 15 jo‘mrasi bo‘lgan chiqarib yuborish nayi va reaksiya massani chiqarib olish jo‘mrasi 16 bilan ta‘minlangan.

Alkillashni 70°C haroratda 4–5 soat davomida 23 litr olefin reaksiya massani yutib olinguncha davom ettiriladi.

Benzolni suyuq fazada etilen (propilen) bilan alkillash 53-sxemada ko‘rsatilgan qurilmada olib boriladi.

Kontaktli termometr o‘rniga voronka qo‘yiladi va reaktorga 97,5 gramm quruq benzol va 28 ml alyuminiy xloridi kompleksi yuklanadi.

Kontaktli termometrni o'z joyiga o'rnatiladi, qaytarma sovutgichga suv va qurilmaga 50 ml/minut tezligida azot beriladi va reaktor isitgichi yoqiladi.

Reaktor tegishli haroratga chiqqach, azotni berish to'xtatiladi va etilenni (propilen) berish boshlanadi. Olefinni berish bahyasi- tajribaning boshlanishi vaqti deb qabul qilinadi. Olefinni berish tezligini shunday sozlanadiki, butun tajriba davomida olefinni berish tezligi bilan yutilish o'rtasida tenglik ushlanib turilsin. Bu esa qoldiq gazni pufakchalar schetchigi orqali o'tishini (gazning bir pufakchasi har 3-5 soniyada) nazorat qilib turish orqali amalga oshiriladi.

Tajriba davomida har 30 minutda 2 ml reaksiyon massa tahlil qilib uchun olib turiladi. Namuna olishdan avval 15 kranli chiqarib yuborish nayi rezina nok yordamida havo bilan puflab yuboriladi. Namuna 10-15 ml li graduirlangan ajratgich voronkasiga olinadi, katalizator kompleksidan ajratiladi, teng hajmlardagi 5%-li xlorid kislota va suv bilan yuvib tashlanadi.

Organik qatlam kolbaga quyib olinadi, suvsiz kalsiy xloridi bilan quritiladi va xromatografda tahlil qilinadi.

Reaktorga 23 l olefinni berish tugaganiden so'ng tajribani to'xtatiladi. Reaktorni qizdirish bilan olefin berishni to'xtatiladi olefin liniyasi barbotyerdan, reaksiyon massani gaz liniyasiga so'rilishini oldini olish maqsadida uzib tashlanadi. Reaksiyon massani xona haroratigacha sovitiladi, katalizator massasidan ajratiladi, sig'imi 250 ml bo'lgan ajratgich voronkasiga quyib o'tkaziladi va navbat bilan teng hajmdagi 5%-li xlorid kislota eritmasi va suv bilan ishlov beriladi.

Organik qatlam toza kolbaga quyib olinadi, suvsiz kalsiy xlorid bilan quritiladi. Organik qavat qurigach, uni kalsiy xloriddan ajratiladi, massasi aniqlanadi, xromatografda tahlil qilinadi va haydab olinadi.

Rektifikatsiyada quyidagi fraksiyalar ajratib olinadi: harorat 78°C gacha-benzolning suv bilan azeotrop aralashmasi (yaxshi quritilishda ushbu fraksiya amalda bo'lmaydi); 78-81°C - benzol; 81-135°C - oraliq aralashma (benzolni etilbenzol bilan aralashmasi); 135-137°C - etilbenzol; 137°C dan yuqori - qoldiq massa (polialkilbenzollar deb qabul qiladilar) haydaladi.

Olingan etilbenzolning massasi va sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi. Haydash uchun olingan reaksiya mahsulotlaridagi

etilbenzolning miqdorini va mahsulotlar massasini bilgach, etilbenzolning rektifikatsiyalash jarayonida yo'qotilishi hisoblanadi.

Olingan natijalar asosida reaksiyon massaning tarkibi va jarayon selektivligi bilan benzolga yutilgan olefinning mol nisbati bog'liqliklarining grafigi tuziladi.

21-jadval

Reaksiyon massa namunalarining xromatografik tahlil natijalari quyidagi jadvalga yoziladi:

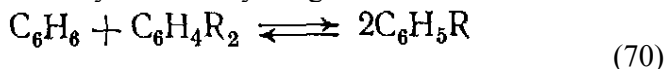
Namuna №	* Olefin-ni benzol-ga mol nisbati	Namuna tarkibi, % (mol)				Benzol-ni kon-versiya darajasi, % (mol)	Etil benzol bo'yicha jarayon selektivligi, % (mol)
		Ben zol	Etil ben zol	Di etil ben zol	Tri etil ben zol		

*)olefinning benzolga yutilgan mol nisbatini xromatografik tahlil ma'lumotlari quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$\beta = \frac{C_1 + 2C_2 + 3C_3}{100} \quad (69)$$

bu yerda, C_1 , C_2 , C_3 — mos ravishda etilbenzol, di- va trietilbenzola konsentratsiyalari, % (mol.). bu yerdagi 2 va 3 stexiometrik koeffitsiyentlar bo'lib, berilgan birikmani olishda mos olefinlarni zaruriy mollari sonini anglatadi.

Reaksiyon massani muvozanat tarkibiga erishiladi deb, bir necha nuqtalar bo'yicha reaksiyaning muvozanat konstantasini hisoblanadi:



$$K_p = \frac{[C_6H_5R]^2}{[C_6H_6] [C_6H_4R_2]} \quad (71)$$

Tajriba natijasida olingan natijalar muhokama qilinadi va bajarilgan ish bo'yicha o'z xulosalari shakllantiriladi.

Reaksiya mahsulotlari tahlili

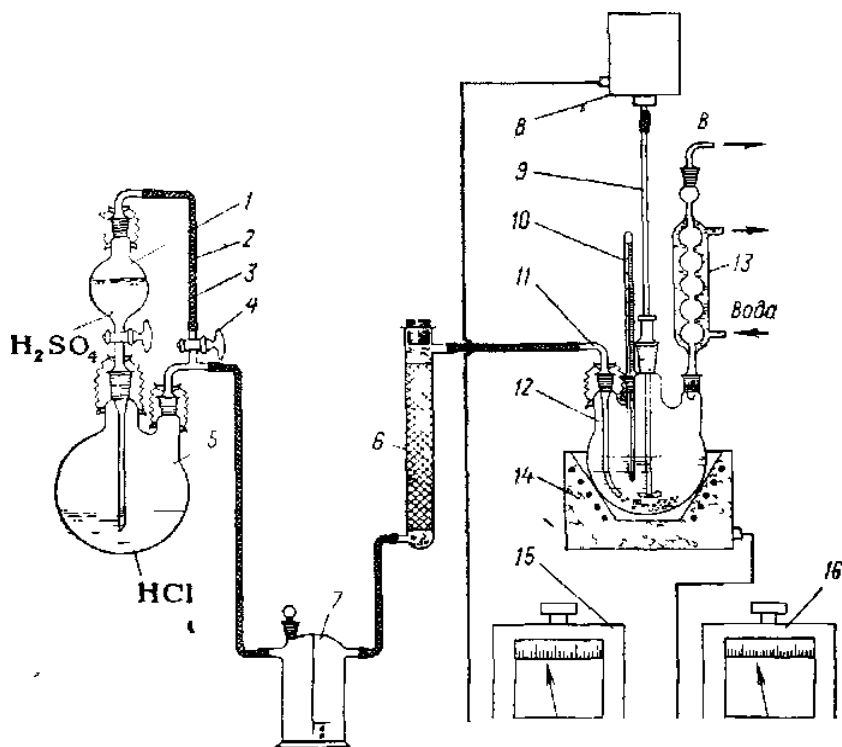
Reaksiyon massani issiqlik o'tkazuvchanlik detektorili xromatografda tahlil qilinadi. Xromatogrammalar rasshifrovka qilinayotganida to'g'rilash koeffitsiyentlari bilan ichki normallashtirish usulini qo'llaydilar. To'g'rilash koeffitsiyentlarini aniqlashda standart modda sifatida etilbenzol qabul qilinadi.

Xromatografiya sharoitlari:

Kolonka, mm	2000 x 4
Qattiq faza – xromaton-N, zarracha o'lchamlari, mm	0,20-0,25
Suyuq faza – apiezon-L, % (mass.)	15
Harorat, °C:	
Kolonkani	100
Bug'latgichni	250
Detektor toki, mA	100
Tashuvchi gaz (geliyning) tezligi, mm/min	40
Diagramma lentasi (qog'ozi) tezligi, mm/min	10

Xromatografik tahlilning qolgan parametrlari asbobni ishga tushirish jarayonida tanlab olinadi.

Alyuminiy xloridi asosidagi katalizatorli kompleksni sxemasi 19-rasmda keltirilgan qurilmada olinadi.



19-Rasm. Alyuminiy xlorid katalizator kompleksini olish qurilmasi:

1 — tomizgich voronkasi; 2 — tenglashtiruvchi liniya, 3, 4 — joʻmraklar, 5 — vodorod xlorid generatori, 6 — suvsiz kalsiy xloridli quvurcha, 7 — Tishenko sklyankasi; 8 — elektromotor; 9 — aralash-tirgich; 10 — termometr; 11 — barboter; 12 — reaktor; 13 — qaytar-ma sovitgich; 14 — elektr isitgich; 15, 16 — avtotransformatorlar.

Qurilma 1-tomchilash voronkasi, 2-tenglashtiruvchi liniya, 3 va 4-joʻmraklar, 5-vodorod xlorid generatori, 6 suvsiz kalsiy xloridli quvurcha, 7-konsentralangan sulfat kislotali Tishenko sklyankasi, 8-elektromotor, 9-aralash-tirgich, 10-termometr, 11-barboter, 12-kompleks olish reaktori, 13-qaytar-ma sovitgichdan, 14-elektroisitgich, 15 va 16-avtotransformatorlardan iborat.

Qurilma yaxshi ishlaydigan, amalda havosi soʻrib olinadigan shkaf ostida yigʻiladi. Ish boshlashdan avval qurilmaning barcha birikmalari qismlarini toʻgʻri va mustahkamliklari hamda germetikliklarini tekshirib chiqiladi. Mexanik aralashtirgichni holati sozlanadi (reaktor tubi bilan aralashtirgichning tugallangan quyi qismi orasidagi masofa 5-8 mm chegarasida boʻlishi lozim) va uning yaxshi ishlashi haqida ishonch hosil qilinadi.

Reaktor issiqqa chidamli shishadan tayyorlangan boʻlib, 300 ml hajmli toʻrt tomoqli yumaloq tubli kolbadan iborat. Vodorod xloridi generatori ham issiqqa chidamli shishadan tayyorlangan boʻlib, 800 ml hajmdagi ikki tomoqli yumaloq tubli kolbadir.

Vodorod xloridi generatoriga 150 ml konsentrlangan xlorid kislota ($d_4^{20} = 1,198$) quyiladi, tomizgich voronkasiga esa 50 ml konsentrlangan sulfat kislota ($d_4^{20} = 1,836$) quyiladi.

Diqqat! 3-Joʻmrak mustahkam va zich yopilgan boʻlishi kerak!

Reaktorga quritish sistemasi va barboter orqali azot beriladi, termometr oʻrniga voronka qoʻyiladi va reaktorga 40 g alyuminiy xloridi (yangi haydab olingan yoki chda markali), 106 g etilbenzol yoki mos miqdordagi izopropilbenzol yuklanadi (uni havo bilan minimal kontaktga erishilgan holda).

[Alyuminiy xloridni reaktorga solishdan va tarozida tortishdan avval uni havo bilan ozgina vaqt kontaktlanishi uchun ushlab turiladi].

Termometrni oʻz joyiga oʻrnatiladi, qaytarma sovutgichga suv yuboriladi, mexanik aralashtirgichni ishga tushiriladi va reaktorni isitgichi ulanadi. Mexanik aralashtirgichning aylanishlar soni shunday sozlanadiki, alyuminiy xlorid kolbaning tubiga choʻkib qolmasin. Buning uchun tenglashtiruvchi liinyani 1-tomizgich voronkasi bilan birlashtiriladi, joʻmrak-4 ni toʻliq ochadilar va ehtiyotkorlik bilan joʻmrak-3 ni shunday tomchilatib ochiladiki, sulfat kislotasini xlorid kislotasiga to to 7-Tishenko sklyankasi orqali oʻtuvchi havo pufakchalarni sanash imkoniyatini bersin.

Reaktor haroratini 60°C gacha koʻtariladi va shu haroratda alyuminiy xloridi toʻliq erib ketgunicha reaksiyani davom ettiriladi. Alyuminiy xlorid erigach, vodorod xloridi berishni toʻxtatiladi va reaktor-

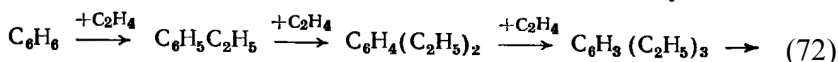
dan barboterni uzib qo'yiladi. Barboter bo'g'izi shisha tiqin bilan yopiladi.

Reaksiyon massani isitish va aralashtirish yana 30 minut davom ettiriladi. So'ng elektroisitish o'chiriladi va olib qo'yiladi. Reaksiyon massa xona haroratigacha sovutiladi, ajratgich voronkasiga quyib o'tkaziladi va yaxshi tindirish uchun oz vaqtga qoldiriladi.

Katalizator kompleksi tayyorlab olingan quruq va toza kolbaga quyib olinadi, og'zini tiqin bilan berkitiladi, tiqin va kolba bo'g'ziga barmoq rezinasi kiygazilib qorong'u xonada saqlanadi.

B. Benzolni olefinlar (etilen, propilen) bilan alkillash

Benzolni olefinlar bilan alyuminiy xloridi asosidagi kompleks bilan katalizida alkillash reaksiyasi quyidagi sxema bilan sodir bo'ladi:



-- va hokazo

Alkillash reaksiyasining asosiy mahsuloti qoidaga asosan monoalkilbenzol bo'lib, uning unumi benzolga almashinayotgan olefinning mol nisbatiga (β) bog'liqdir. Harorat 50-70°C olalig'ida va katalizator kompleksini itshlatilish miqdorida olinganida (72) reaksiyasi shiddat bilan ketadi va berilgan (β) kattaligida mahsulotlar tarkibi (73) tenglamaning muvozanati bilan aniqlanadi. Bu reaksiyani barbotajli kolonnali reaktorda yoki aralashtirgichli reaktorda olib boriladi. Etilenni (propilenni) sarflanishi reometr bilan o'lchagan holda ballondan yoki gazometrdan beriladi hamda uzatilgan gazni miqdorini gaz soati yoki gazometrdagi suyuqlik satxi o'zgarishi bo'yicha o'lchanadi. Qaytarma sovutgichdan keyin reaktordan chiqish qismiga reaktor orkali gazning o'tib ketishini nazorat qilib turish suv solingan uchun Tishenko sklyankasi o'rnatiladi. Reaktorga quruq (Na- metali bilan suvsizlantirilgan)benzol va anashu dastlabki benzolga nisbatan 25% (hajmiy ulushda) miqdorda alyuminiy xlorid kompleksidan solinadi. Mexanik aralashtirgichni ishga tushiriladi va kolonnasimon reaktorga azot berish boshlanadi hamda reaktorni berilgan haroratga (50-60°C) termostatlanadi.

Reaktorda berilgan haroratga erishilganida azotberish to'xtatiladi va etilen (propilen) uzatishni boshlanadi. Olefinni uzatish boshlangan vaqtini tajriba boshlangan vaqt deb qabul qilinadi. Olefinni berish tezligini shunday sozlanadiki, bunda tajribaning oxirigacha olefinning berilishi va yutilishi tezliklari orasida tenglik ushlab turilishi kerak. Bu tezlikni esa reaktordan chiqish qismiga o'rnatilgan Tishenko sklyankasi bilan (har 3–5 sekundda gazning bita pufakchasi o'tishi kerak) nazorta qilib turiladi. Reaktorda mexanik aralashtirgichning yaxshi aralashtirilishi ta'minlansa gazning pufakcha holatida o'tishi bo'lmasligi mumkin. Bunday holatda gazning sarf miqdorini tajribaning 4-5 soat davomiyligining va (β) ning berilgan oxirgi 0,2/0,5 qiymati bilan sozlanadi.

Tajriba davomida reaksiyon massadan tahlil uchun 7-10 martalab namuunani 2 ml dan olinadi. Reaktordan har bir namunani olishdan avval namuna olinadigan jo'mrakni grusha yordamida havo bilan puf-lab turish kerak. Namunani 10-15 ml ga gaudirlangan ajratgich voronkasiga olinadi, uni katalizatorli kompleksdan ajratiladi, teng hajmdagi xlorid kislotasining 5%-li eritmasi bilan yuviladi. Organik qavatni kolbaga quyib olinadi, suvsiz kalsiy xlorid bilan quritiladi va gaz-suyuq xromatografiyasi yordamida tahlil qilinadi.

Tahlil natijalari asosida reaksiyon massadagi benzol, etilbenzol va dietilbenzollar konsentratsiyalarining benzol bilan reaksiyaga kirishgan olefin miqdorining mol nisbati-(β) orasidagi bog'liqlik olinadi. Turli (β) qiymatlardagi muvozanat konstantalari hisoblanadi.

(β) qiymatining oxirgi berilgan qiymatiga erishilganidan so'ng reaktorni qizdirish va olefin berish to'xtatiladi, olefin tarmog'ini esa gaz tarmog'iga reaksiyon massaning so'rilib ketishini oldini olish maqsadida barbotyerdan uzib qo'yiladi. Reaksiyon massani hona haroratigacha sovutiladi, katalizatorli kompleksdan ajratiladi, ajratgich voronkasiga quyib olinib navbat bilan teng hajmda 5%-li xlorid kislotasi eritmasi va suv bilan ishlov beriladi. Organik qavatni toza kolbaga quyib olinadi, suvsiz kalsiy xlorid bilan quritiladi va haydab olinadi.

Rektifikatsiyalashda quyidagi fraksiyalar ajratib olinadi:

- 78°C haroratgacha, benzolning suv bilan azeotrop aralashmasi (agar organik qavat yaxshi quritilgan bo'lsa bu fraksiya amalda bo'lmasligi mumkin);

- 78–81⁰C haroratgacha, benzol;
- 81-135⁰C haroratgacha, orliq fraksiya (benzol, etilbenzol aralashmasi);
- 135-137⁰C haroratgacha, etilbenzol;
- 137⁰C dan yuqori haroratlarda polialkil benzollar.

Etilbenzolning nurni sindirish ko'rsatkichi va massasi aniqlanadi hamda reaksiyaning material balansi tuziladi.

Individual topshiriqlar variantlari:

- Berilgan haroratda reaksiya mahsulotlarining benzol bilan reaksiyaga

kirishgan olefin miqdorining mol nisbati o'rtasidagi bog'liqlik topilsin.

- Monoalkil benzolni ajratib olinsin va muvozanat konstantasining qiymatini hisoblansin.

Reaksiya mahsulotlarini tahlil qilish

Reakksion massani issiqlik o'tkazuvchanlikka asoslangan detektorli xromatografda tahlil qilinadi. Olingan xromtogrammani o'qishda to'g'riqlik koeffitsiyentidan foydalanib me'yorlash (metodidan) usulidan foydalaniladi.

To'g'riqlik kiritish koeffitsiyentini aniqlash uchun standart modda sifatida etilbenzoldan foydalaniladi.

Xromatogrammalash sharoiti:

Kolonka, mm	2000 x 4;
Qattiq faza-xromaton-N, zarracha o'lchami, mm	0,20-0,25;
Suyuq faza-apiezon-L, % (mass.)	15;
Harorat ko'rsatkichlari, ⁰ C:	
-kolonka harorati	100,
-bug'latgich harorati	250;
Detektor toki, mA	100;
Gaz-tashuvchisining (geliy) tezligi, ml/min	40;
Diagramma lentasining tezligi, mm/min	10.

Xromatografik tahlilning qolgan parametrlarini asbobni ishga tushirish jarayonida tanlanadi.

Katalizator kompleksini tayyorlanish

Alyuminiy xloridi asosidagi katalizator kompleksi 37-rasma ko'rsatilgan reaktorda olinadi. Sintez uchun kerakli bo'lgan vodorod

xloridi 42-rasmda keltirilgan qurilma yordamida olinadi, keyin esa olingan vodorod xloridi quritishdan so'ng 37-rasmdagi reaktorning barboteriga ulanadi.

Vodorod xlorid generatoriga 150 ml konsentrlangan ($d_4^{20} = 1,198$) vodorod xlorididan, tomizgich voronkasiga esa 50 ml konsentrlangan ($d_4^{20} = 1,836$) sulfat kislotasidan quyiladi.

Diqqat! 3-kran zich yopilgan bo'lishi kerak!

Quritish sistemasi va barboter orqali reaktorga azot beriladi, termometr o'rniga voronka o'rnatilib, reaktorga 40 gramm alyuminiy xlorid (yangi haydalgan yoki chda markalisidan), 106 g (1-mol) etilbenzol yoki mos keluvchi miqdorda izopropilbenzoldan solinadi.

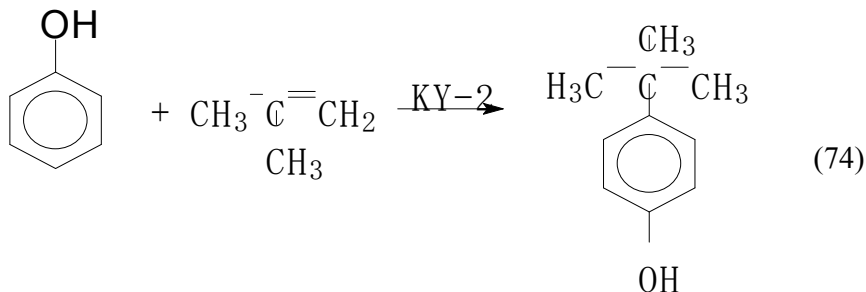
Alyuminiy xloridini tarozida tortish va reaktorga yuklashda uning havo bilan kontakti vaqti iloji boricha kamroq bo'lishiga erishish kerak (aks holda havo bilan uning faolligi pasayishi mumkin).

Termometrni o'z joyiga o'rnatilgach, qaytarma sovutgichga suv beriladi, mexanik aralashtirgichni ishga tushirib reaktorni qizdirishni boshlanadiyu mexanik aralashtirgichning aylanish tezligini shunday moslanadiki, bunda alyuminiy xloridi kolbaning tubiga cho'kib qolmasligi kerak. Shundan so'ng, azot berishni to'xtatiladi va vodorod xlorid berishni boshlanadi. Buning uchun esa tenglashtiruvchi tarmoqqa 2-tomizgich voronkasini ulanadi (42-rasmga qarang), 3-kranini to'liq ochiladi va astalik bilan tomizgich voronkasining kranini ochgan holda tomchilatib turib sulfat kislotasiga xlorid kislotasini shunday tezlikda tomiziladiki, bunda 4-Tishenko sklyankasidan o'tuvchi gaz py-fakchalarini sanash mumkin bo'lishi kerak.

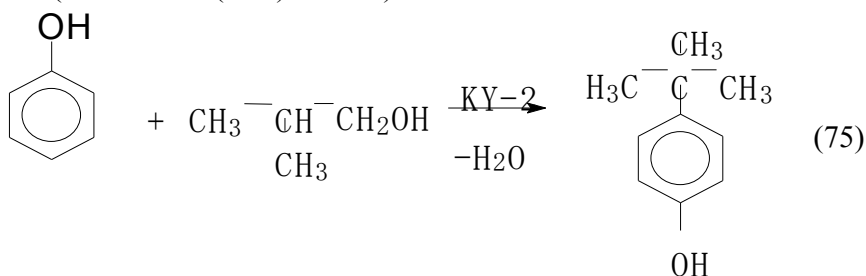
Reaktordagi haroratni 60°C gacha ko'tariladi va shu haroratda reaksiyani alyuminiy xlorid to'liq erib ketgunicha davom ettiriladi. Alyuminiy xlorid erib bo'lgach, xlorovodoro berishni to'xtatiladi va reaktordan barboterni ajratib tashlanadi. Barboterning og'zini shisha tiqin bilan yopib qo'yiladi. Reaksion massani qizdirish va aralashtirishni yana 30 minut davom ettiriladi. Keyin elektr isitgichni o'chirib olib qo'yiladi. Reaksion massani hona haroratigacha sovitiladi va ajratgich voronkasiga solib tindirish uchuun qoldiriladi. katalizatorli kompleksni quruq va toza kolbaga quyib olinib og'zini tiqin bilan berkitilib uning ustidan rezina barmoq kiygaziladi hamda qorong'u joyda saqlanadi.

V. Fenolni KU – 2 kationitida izobutilen (yoki izobutil spirti) bilan alkillash

Fenolni KU-2 kationitida izobutilen (yoki izobutil spirti bilan) bilan alkillab, para-uchlamchi-butilfenol olish:



(R = CH₃-CH(CH₃)CH₂OH):



Uchlamchi uglerod atomi bo'lgan alkil guruhli alkilfenollar polimerlar va surkov moylarining eng a'lo (stabilizatorlari) barqarorlashtir-gichlaridir, chunki ular ushbu materiallarda sodir bo'ladigan termooksidlanish jarayonlarini ingibirleydilar. C₅–C₈ qatori alkil guruhlaridan iborat monoalkil fenollar kuchli bakteritsidlik xossaga ega, C₅–C₈ lilari esa noionogen sirt faol moddalar ishlab chiqarishda qo'llaniladi va shu kabilar.

Sanoatda alkilfenollar (krezollar va ksilenollardan tashqari) faqat alkillash reaksiyasi bilan olinadi. Alkillovchi reagentlar sifatida izobutilen, diizobutilen, propilenning trimeri va tetrameri, quyi haroratli krekinglashning C₄–C₅ fraksiyali olefinlari va boshqalar qo'llaniladi. Fenol va uning hosilalarini alkillash jarayonida katalizatorlar bo'lib hammasidan ko'proq sulfat kislotasi, KU-2 kationiti va alyuminiy fenolyatlari xizmat qiladi.

Fenolni KU-2 kationitida alkillash boshqa katalizatorlar ishtirokidagiga nisbatan (sekin) kamroq tezlikda ketsa-da, jarayonda yuqori selektivlik saqlanadi va asosan monoalkillangan fenolning hosil bo'lishiga olib keladi. Reaksiya mahsulotlarining katalizatoridan oson ajratib olinishi ham ahamiyatlidir, alkilat esa suv bilan yuvishni talab qilmaydi.

Ishdan maqsad: Fenolni KU-2 katalizatorida izobutilen (izobutil spirti) bilan alkillash reaksiyasini o'rganish, maqsadiy mahsulotni ajratib olish va uning fizik doimiyliklarini (erish harorati, gidroksil soni) aniqlash va material balansni tuzish.

Ishning bajarilishi

Reaktivlar:

Fenol 33 g;

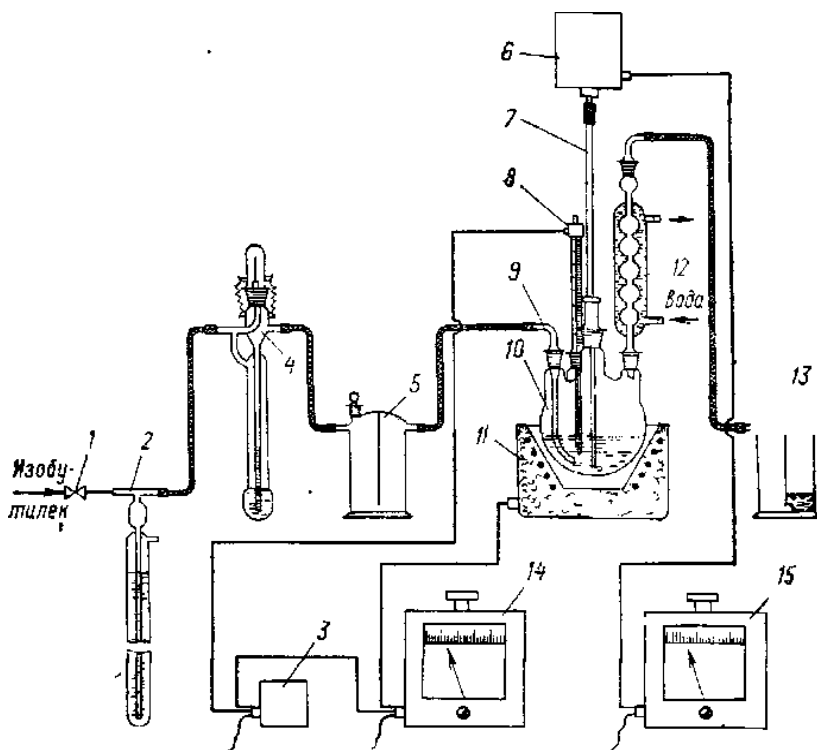
Izobutilen (ballondan yoki gazometrdan) 8 l;

Vodorod formadagi KU-2 katalizatori, suvsizlantirilgan 10 g.

Fenolni KU-2 kationitida izobutilen bilan alkillash reaksiyasining sxemasi 20-rasmda keltirilgan qurilmada olib boriladi.

Sozlovchi-rele reaktordagi haroratni 80°C qilib ushlab turishga to'g'rilab qo'yiladi.

Ushbu qurilma ignasimon jo'mrak-1, gidravlik zatvor-2, rele-rugelyator-3, reometr-4, himoya sklyankasi-5, elektromotor-6, aralashtirgich-7, kontakt termometr-8, barboter-9, reaktor-10, elektr isitgich-11, qaytarma sovutgich-12, Tishenko sklyankasi-13 va 14,15-avtotransformatorlardan iborat. izobutilenni gazometrdan uzatiladigan bo'lsa 1 va 2- bo'g'inlar bundan mustasnodir. Izobutil spirti bilan alkillanadigan bo'lsa qurilma yanada soddaroq bo'ladi, chunki gaz tarmog'iga barboter o'rniga faqatgina tomchilatish voronkasi o'rnatiladi. Lekin izobutil spirtini ishlatish esa katalizatorning yanada ko'proq sarf bo'lishini (uch marta ko'p) talab etadi.



20-Rasm. Fenolni alkillash uchun qurilma:

I - joʻmrak; 2 - gidravlik toʻsiq; 3 - sozlagich-rele, 4 - reometr; 5 - muhofaza qiluvchi sklyanka; 6 - elektromotor, 7 - aralashtirgich; 8 - kontaktli termometr; 9 - barboter; 10 - reaktor; 11 - elektroisitgichi; 12 - qaytarma sovutgich; 13 - Tishenko sklyankasi; 14, 15 - avtotransformatorlar.

Tajribani boshlamasdan avval uskunalarning toʻgʻri yigʻilganligini, qurilmaning barcha ulangan qismlarining germetikligini tekshiriladi va 3-rele-regulyatorning ishonchli ishlashiga va 14 hamda 15-mexanik aralashtirgichning ishonchli ishlashini tekshiriladi.

Reaktor termik barqaror shishadan tayyorlangan va u sigʻimi 200 ml boʻlgan toʻrt boʻgʻizli tubi yumaloq kolbadan iboratdir. Reaktorga 33 g fenol va 10 g KU-2 kationiti solinadi. KU-2 katinoiti dastlab vorodod formaga oʻtkaziladi va quritiladi. Qaytarma sovutgichga suv beriladi va reaktorni isitish ulanadi. Fenol erib ketishi bilan mexanik

aralashtirgich ulanadi. Reaksiyon massaning harorati 80°C ga etgach, izobutilenni berish boshlanadi. Reaksiyaga 8 litr izobutilen shunday tezlik bilan beriladiki, olefin reaksiyon massadan o'tib ketmasin, gaz pufakkchalari hisoblagichi orqali nazorat qilinadi.

Izobutilenni berish tamom bo'lganidan so'ng, reaksiyon massa aralashtirib turilgan holda yana 30 minut o'sha haroratda ushlab turiladi, so'ng 60°C gacha sovutiladi va Byuxner voronkasida suv oqimli nasosda so'rib tezda filtrlanadi. Filtratni esa avvaldan tortib olingan (texnik tarozida) Klyayzen kolbasiga quyib o'tkaziladi, massasi aniqlanadi hamda atmosfera bosimida yoki vakuumda haydaladi. Distillyat kristallizatsiyasini oldini olib, issiqlikka chidamli pastga engashgan oddiy shisha nayli sovutgich qo'llaniladi.

22-jadval

Haydashda quyidagi fraksiyalar ajratib olinadi va ularning massasi (grammlarda) yozib qo'yiladi:

№	Fraksiya	Atmosfera bosimida, $T^{\circ}\text{C}$	13 GPa vakuumda (10 mm.sim.ust.), $T^{\circ}\text{C}$
1	Fenol (asosan)	185 gacha	90 gacha
2	Oraliq fraksiya	185-220	90-105
3	Para-uchlamchi-butilfenol	220-245	105-116
4	Qoldiq	>245	>116

Para-uchlamchi-butilfenolni yuqoriroq tozalikdagisini olish uchun laboratoriya praktikumi rahbari ko'rsatmasiga binoan uni aromatik uglevodorodlari saqlamagan ligroindan qayta kristallanadi.

Kationit Byuxner voronkasidan toza kolbaga o'tkaziladi, kolbani og'zi tiqin bilan zich yopibladi va u qayta ishlatilish mumkin bo'lgani bois, saqlab qo'yiladi.

Olingan para-tret-butilfenolning erish haroratini va gidroksil sonini aniqlaydilar va tajriba material balansi tuziladi.

Tajriba va hisoblashlar natijalari quyidagi tartibda yozib oladilar:

Reaksiya uchun berildi:

Fenol, g.....

Izobutilen, l.....

Reaksiyon massa olindi, g.....

Reaksiyon massadan ajratib olindi, g:
 fenol-.....
 para-tret-butilfenol -.....
 fenol bo'yicha para-tret-butilfenolni chiqishi, % (mass.)....
 Yo'qotishlar:
 g.....
 % (mass.).....

23-jadval

Olingan mahsulotning xarakteristikasi:

Tajriba ma'lumotlari	Adabiyot (yoki hisobiy) ma'lumotlar
Erish harorati, °C.....	
Gidrosil soni.....	

Fenolni izobutil spirti bilan alkillashda ishning tartibi shundayligicha saqlanadi, faqat spirt qo'shilganidan so'ng haroratini 135°C gacha ko'targan holda isitishni yana 1 soat davom ettiriladi. ushbu haroratga erishilgach, reaksiyon massani isitish to'xtatiladi, uni 60°C gacha sovitiladi va yuqorida ko'rsatilganidek ishlov beriladi.

Tajriba natijalarini muhokama qiladilar va bajarilgan ish bo'yicha o'z xulosalarini shakllantiradilar.

KU-2 kationitni alkillashga tayyorlash.

KU-2 kationiti stirolning para-divinilbenzol bilan sopolimeri asosida ishlab chiqarilib, natriyli birikma shaklida ishlatiladi. Kationitni alkillash katalizatori sifatida itshlatish uchuun uni kislotali* (vodorodli) shakliga o'tkaziladi.

Kationitni kislotali shaklga o'tkazish uchun uni xona haroratida 10%-li xlorid kislotasi bilan yoki sulfat kislotasi bilan 21-rasmda ko'rsatilgan qurilma yordamida ishlov beriladi. Ushbu qurilma 1-napor kolbasi (bosim beruvchi), 2-sifonli naycha, 4-oqim o'tkazuvchi jo'mrakli naycha, 6-sig'imi 200 ml bo'lgan ajragich voronka va 9-qabul qiluvchi kolba bilan jihozlangan. Ajratgich voronkasining tubiga shisha tolasidan iborat «paxta» o'rnatiladi va unga 50 g kationit joylashtiriladi. Ajratgich voronkasini shtativga o'rnatiladi va 8-kran yopiq holatida kationitni kislotali eritmasini shunday quyiladiki, bunda kislotaning satxi kationit satxidan 15-20 mm gacha ko'tarilishi kerak. Keyin hajmi 700 ml bo'lgan napor kolbasigi 500 ml kislotani quyiladi va

rasmda ko'rsatilgan maxsus rezinagi o'rnatilgan shisha nayli tiqinni zich qilib kolbaga o'rnatiladi, ajratgich voronkani va napor kolasini bog'lab turgan 3 va 5 jo'mraklarni yopiladi hamda napor kolbasini 21-rasmda ko'rsatilganidek ajratgich voronkasining ustiga o'rnatiladi.

Diqqat! Kranli shisha nay kirgazilgan rezina tiqin napor kolbasiga shunday o'rnatilishi kerakki, uni tik holda o'rnatilganida va jo'mraklarni yopish yoki ochish chog'ida kolbadagi kislota tomchilamasligi kerak, 6-ajratgich voronkasining va 9-qabul qiluvchi kolbalarning rezina tiqinlariga havo o'tadigan teshikka shisha nay o'rnatilgan bo'lishi kerak. Kolbani shtativga o'rnatilgach, 3 va 5 kranlarni to'liq ochiladi va 8-jo'mrakni ozgina ochgan holda kislota katalizator qavatidan 60 ml/soat tezlikda o'tishini sozlanadi. Kationitga ishlov berishni esa kationit qavatidan o'tuvchi kislota konsentrat-siyasi doimiy bo'lgunicha davom ettiriladi. Kislota konsentrat-siyasini esa titrlash bilan aniqlab turiladi. Birinchi tekshiishni 56 soat o'tgach bajariladi, keyingi tekshirishlarni esa har bir soatda bajariladi.

Kationitga kislota bilan ishlov berib bo'lingach, 3 va 5-kranlarni yopib qo'yiladi, napor kolbasi ajratiladi, voronkadagi kislota boshqa idishga quyib olinadi va ajratgich voronkadagi kationitni esa distillangan suv bilan toki oqib tushayotgan yuvindi suv muxiti metiloranj bilan reaksiyada neytral bo'lguncha yuviladi.

Kationitni yuvib bo'lingach uni filtr qog'ozga tushiriladi, avval filtr qog'ozning bir necha qavati bilan va keyin quritish shkafida 105–110°C haroratda doimiy massaga kelgunicha quritiladi. Qurtilgan kationitni og'zi zich yopiladigan kolbaga solib saqlanadi.

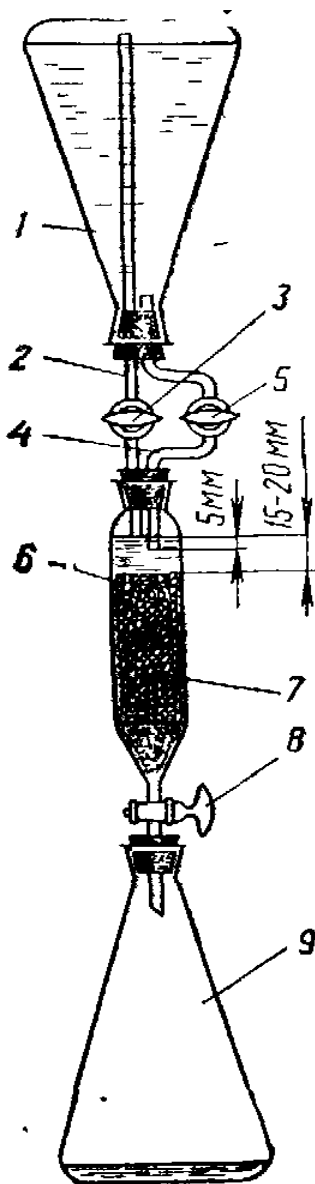
Olingan kationitning kaatlitik faolligini baholashning kriteriyasi bo'lib uning statik hajmiy sig'imi (COE) hisoblanadi, buni esa quyidagi usulda aniqlanadi.

21-rasm. Kationitni vodorod shaklga o'tkazish qurilmasi:

1-napor kolbasi; 2-sifon nay; 3,4,5-jo'mraklar; 4-suyuqlikni oqizib o'tkazuvchi nay; 6-ajratgich voronka; 7-kationit; 9- qabul qiluvchi kolba.

200 ml hajmli shliflangan og'izli kolbaga quruq kationitdan 1 gramm (0,01 g aniqlikda tortib olingan) solinadi, 100 ml 0,1 n. li natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi. Kolba og'zini yopib kamida 1 soat qoldiriladi. Bir soat o'tgach, kolbadagi eritmani astalik bilan og'zini ozgina ochgan holda bir necha marta chayqatiladi.

Keyin pipetka yordamida kolbadagi eritmadan 25 ml namuna olinadi va metil zarg'aldog'i ishtirokida xlorid kislotasining 0,1 n li eritmasi bilan titrlanadi.



Hosil bo'lgan katalitik modda - kationitning statik hajmiy sig'imi (COE) qiymati quyidagi formula yordamida (mekv/g) hisoblanadi:

$$COE = \frac{n \cdot (VNk - V_1 N_1 k_1)}{g}; \quad (75)$$

bu yerda, n- tahlil uchun olingan eritma hajmini tahlil qilinayotgan eritmaning umumiy hajmiga nisbati; V-tahlil uchun olingan eritmaning hajmi, ml; V₁- titrlash uchun sarflangan 0,1 n HCl eritmasining hajmi, ml; N va N₁- mos ravishda NaOH va HCl eritmalarining normalligi; k va k₁ – mos ravishda NaOH va HCl eritmaları uchun to'g'rilik kiritish koeffitsiyentlari; g- tahlil uchun olingan kationitning massasi.

Agar kationit yaxshi ishlov berilgan bo'lsa uning statik hajmiy sig'imi (COE) ni natriy gidroksidiga nisbatan qiymati 4,8–5,1 mekv/g oralig'ida bo'lishi kerak.

Nazorat savollari

1. Alkillash reaksiyalarida qo'llaniladigan katalizatorlar. Benzolni va uning gomologlarini hamda uning funksional hosilalarini galogenalkanlar hamda olefinlar bilan alkillash jarayonlari katalizatorlari.
2. Poliolefinlar va boshqa polimerlarni plastmassalar uchun ishlab chiqarish. Yuqori molekulyar birikmalar (YUMB yoki VMS) haqida umumiy ma'lumotlar. YUMB olish usullari: polimerizatsiya va polikondensatsiya.
3. Quyidagi mexanizmlar bo'yicha polimerizatsiya jarayonlarini sinflanishi: radikal polimerizatsiya, ionli polimerizatsiya (kationli, anionli, ion–koordinatsionli).
4. Polimerizatsiya tiplari: blokli, eritmada, erituvchida, emulsion polimerizatsiya, gazofazali polimerizatsiya.
5. Yuqori molekulyar birikmalar (YUMB) ishlab chiqarish jarayonini apparaturalar bilan rasmiylashtirilishi.
6. Yuqori bosimdagi quyi zichlikli va quyi bosimdagi yuqori zichlikli polietilenlar ishlab chiqarish.
7. Turli usullar bilan olingan polietilenlar xossalarini taqqoslash.

8. Propilenni polimerizatsiyalash sharoitlari, polipropilenni stereoregulyar formalari, ularni tavsiflari. Polipropilenni qo'llanilish oblastlari.
9. Polistirol ishlab chiqarish usullari: blokli, emulsion va suspensiyon polimerizatsiya. Polistirolni xossalari va qo'llanilishi.
10. Sintetik kauchuklar ishlab chiqarish. Sintetik kauchuklar haqida umumiy tasavvurlar.
11. Umumiy qo'llanilishli kauchuklar. Butadienstirol va butadien- α -metilstirol kauchuklar. Stereoregulyar sintetik kauchuklar. Butadien va izopren kauchuklar.
12. Maxsus qo'llanilishli kauchuklar. Xloropren kauchuklar (nairit), butadien – nitril va etilen – propilen kauchugi. Poliizobutilen va butilkauchuk.
13. Sintetik kauchuklarni qo'llanilish oblastlari.
14. Gazni qayta ishlash asosiy mahsulotlarini sifat qo'rsatkichlari.
15. GQIZ suyuq mahsulotlari: ungil uglevodorodlarning keng fraksiyasi(SHFLU), gaz kondensati, propan – butan fraksiyasi, qo'llanilish oblastlari

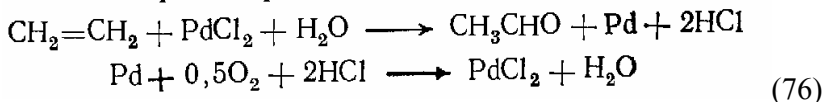
6–laboratoriya ishi.

Etilenni palladiy xlorid ishtirokida atsetaldegidga oksidlash

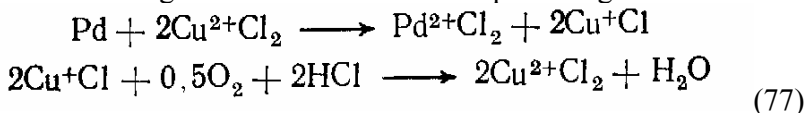
Olefinlarni palladiy katalizatori bilan oksidlash jarayonlari ba'zi karbonil va vinili birikmalarni olishdagi yangi dolzarb metodlarga mansubdir. Ushbu metodlardan biri etilenni atsetaldegidga oksidlash kata qiziqishga ega bo'lib, boshqa usullarga qaraganda shu metoda ishlab chiqarishning tannarxi eng arzonidir.

Atsetaldegidi juda yirik masshablardagi ishlab chiqarishlarda muxim oraliq mahsulot bo'lib, undan sirka kislotasi, sirka kislotasining angidridi, pentaeritrit va hokazolar olishda foydalaniladi.

Kislotali muxitda palladiy xloridining suvli eritmasida etilenni atsetaldegidgacha oksidlash ikki bosqichda ketadi:



Biroq, ikkinchi reaksiyaning tezligi uncha katta emas, shuning uchun oksidlashni PdCl_2 , CuCl_2 , HCl va CH_3COOH tarkibli katalitik eritmada olib boriladi. Bunday eritmada palladiy etarli darajada kata tezlikda oksidlanadi, chunki palladiydan kislorodga elektronlarning uzatilishi miss kationi orqali amalga oshiriladi:



Sirka kislotasining muxim vazifasi bo'lib, u mis xloridining cho'kmaga tushishiga xalaqit qiladi.

Sanoatda etilenni atsetaldegidiga oksidlashni tarkibida 0,3–0,5% PdCl_2 , 10–25% CuCl_2 , 2–3% $\text{Cu}(\text{OCOCH}_3)_2$ va HCl (kislotaning konsentratsiyasi katalizatorli eritmaning rN ko'rsatkichiga bog'liq bo'lib, u 1,5 oralig'ida bo'lishi kerak) bo'lgan katalizatorli eritmada 100–130°S haroratlarda va 0,3 – 1,1 MPa bosimlarda olib boriladi.

Ishning maqsadi

Atsetaldegidining unumiga va katalizatorli eritmaning solishtirma ishlab chiqaruvchanligiga etilen va havoning hajmiy uzatilish tezligining ta'sirini o'rganish.

Ishning bajarilishi tartibi.

Reaktivlar:

Suyultirilgan havo,

Etilen (ballondan) 60–70 l,

Katalizatorli eritma – 200 ml,

Gidroksilaminning vodorod xloridli tuzining 0,5 n suvli eritmasi – 500 ml,

Natriy gidroksidi, 0,1 n suvli eritmasi, 700 ml,

Indikator – 0,1% li bromfenil ko'ki 3 ml.

Tajribani bajarishdan avval qurilmaning to'g'ri yig'ilgan holati va barcha ulangan yerlarining germetikligi tekshirilib, sitemani nuqsonsiz va ishonchli ishlay olishiga hamda reaktorning ikkala seksiyasida haroratni boshqarish va me'yorida ushlab turishga ishonch xosil qilinadi.

Termik bardoshli shishadan yasalgan reaktor ikki seksiyadan iborat bo'lib, ularning hajmlari 100 ml, diametri 24 mm va balandligi 250 mm o'lchamlidir.

I- seksiya – katalizatorni regeneratsiyalash uchundir,

II –seksiyasi- etilenni oksidlash uchundir.

Absorberlar ham termik bardoshli shishadan yasalgan bo'lib, uning shisha qo'ndirma bilan to'ldirilgan qismi o'lchamlari quyidagichadir: hajmi 60 ml, diametri – 20 mm va balandligi 200 mm.

Absorberlarga suvni uzatuvchi tomizgich voronkalari gra-duirlanadi va shundan so'ng ishga kirishiladi.

22-Rasmdagi qurilmada etilenni atsetaldegidga oksidlash amalga oshiriladi.

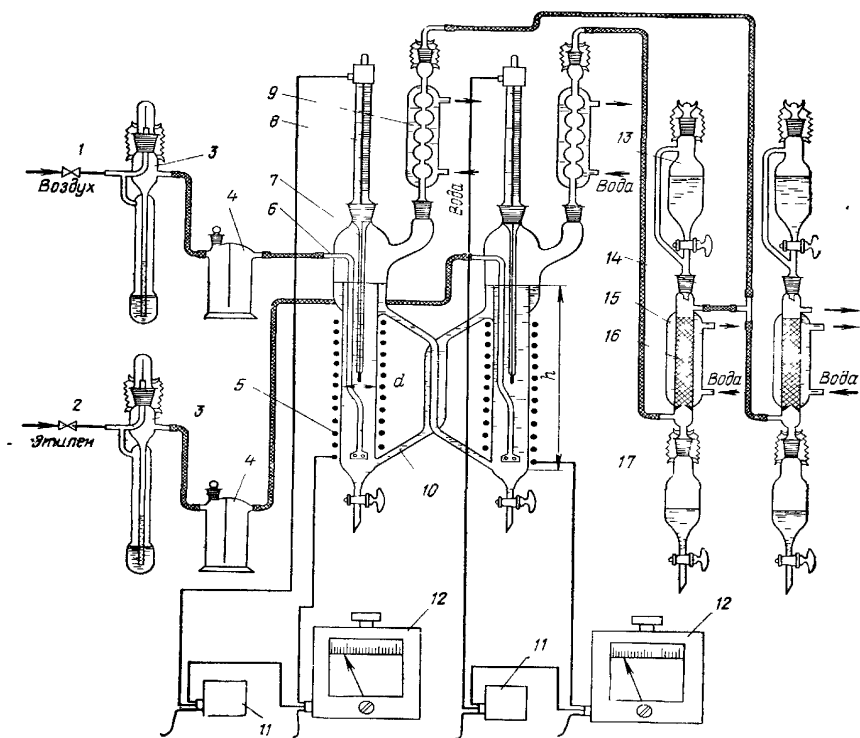
Tajribani ikki marta bajariladi.

Birinchi tajribada doimiy haroratda reaktorning ikala seksiyasida (85°C) va havoning doimiy uzatilish tezligida (60 ml/min) etilenni uzatilish tezligini 130, 150, 170 va 190 ml/min ga o'zgartiriladiyu

Ikkinchi tajribada reaktorning ikala seksiyasida doimiy 85°C harporatda va etilenni doimiy uzatilish (170 ml/min) tezligida havoni uzatish tezligi 100, 80, 60 va 40 ml/min larga o'zgartiriladi.

Har bir tajribaning davomiyligi 80 minutga teng.

Reaktorga avvaldan tayyorlab olingshan katalizator eritmasidan 200 ml quyiladi, absorberlar tashqi qoplamasiga va qaytarma sovutgichlarga suv beriladi, tomizgich voronkalariga suv quyiladi, reaktorning birinchi seksiyasiga havo berish jo'mragi ochiladi va 20 ml/min tezlikda reaktorning ikala seksiyasig beriladi. Reaktorning ikala seksiyasida harorat $85\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ ga etganida absorberlarga tomizgich voronkalaridan suvni 6 ml/min tezlikda uzatiladi. Reaktorning ikkinchi seksiyasiga etilenni uzatiladi va reaktorning birinchi seksiyasiga avvalgidan ko'ra kattaroq tezlikda havo uzatiladi.



22-Rasm. Etilenni atsetaldegidga oksidlash qurilmasi.

Qurilma ignasimon 1 va 2 joʻmraklardan, 3-reometrdan, 4-himoya sklyankasidan, 5-elektrspirallar bilan, 6-barboter, 8-tutashuvli termometr, 10-oqizib yuboruvchan nay, 9-samarali qaytarma sovutgichi bilan jihozlangan 7-ikki seksiyali reaktordan, 11-rele regulyator, 12-avtotrans-formatorlar, 13-tomizgichli voronkalar, 14-uch tomonlama yoʻnaltirgich, 16-shisha qoʻndirmalar va tashqi tomondan sovitish moslamasiga ega boʻlgan 15-absorberlar bilan, 17-yigʻgichlar bilan jihozlangandir.

Gazlarni uzatish shunday tezlikda va astalik bilan bajarilishi kerak, aks holda katalizator eritmasi bekorga toʻkilishi mumkin. Etilenni uzatish momenti tajribaning boshlanishi vaqti deb olinadi. Tajriba davomida qurilmaning barcha jihozlari toʻgʻri va xatosiz ishlashini kuzatib boriladiva berilgan qiymatlarda tajribaning olib borilish parametrlari ushlab turilishiga erishiladi. Davriy ravishda

tomizgich voronkasiga suv zaxiralarini solib boriladi va atsetaldegid eritmasini yig'gichlardan bo'shatib turiladi.

Reaktorning ikkinchi seksiyasidan reaksion gazlar 9-qaytarma sovutgichi orqali 15-birinchi absorbyerdan o'tadi va shu yerda atsetaldegidning asosiy miqdori yutiladi, keyin esa 14 uch tomonlama uzatgichda birinchi seksiya gazlari bilan aralashib ikkinchi absorbyerdan o'tadi va mo'rili shkafdan chiqarib yuboriladi.

Tajriba tugagach, birinchi absorberga suvni va etilenni uzatishni to'xtatiladi. Lekin havoni uzatishni yana 5 minut davom ettiriladi.

Keyin esa ikkinchi absorberga suv va havoni berish to'xtatiladi.

Birinchi va ikkinchi absorberlardan chiqqan atsetaldegidining suvli eritmalari birlashtiriladi, ularning umumiy hajmi aniqlanadi.

Mavjud metodikaga asosan ushbu eritmani atsetaldegidining tarkibiy miqdorga tekshiriladi.

Keyingi tajribani boshlashdan avval va ishnng oxirida reaktordagi katalizator eritmasining sathi va pH ko'rsatkichi tekshiriladi.

Agarda reaktordagi katalizator eritmasining satxi kamaygan bo'lsa uni tiklash uchun distillangan suv qo'shiladi. Agarda katalizator eritmasining pH qiymati 2 dan katta bo'lsa, unga konsentrlangan xlorid kislotasidan bir necha tomchi qushiladi va 85⁰C da eritma orqali bir soat davomida 20 ml/min tezlikda havo beriladi.

Ish tugagach va reaktor sovigach katalizator eritmasini shliflangan idishga quyib olinadi va uning og'zi yopilib, qorong'i xonada saqlanadi. Agarda katlizator eritmasi o'zining faolligini yo'qotgan bo'lsa quyida keltirilgan metodika asosida tayyorlangan yangi eritma bilan almashtiriladi, ishlatilgan katalizatorli eritmada esa palladiyni ajratib olinadi.

24-jadval

Ishni bajarish jarayonida olingan natijalarni quyidagi jadvalga yoziladi:

№ tajriba	Uzatish tezligi, ml/min		Berilgan etileni umumiy miqdori	Atsetaldegidning suvli eritmasi hajmi, l	Atsetaldegid konsentrat siyassi, g/ml	Hosil bo'lgan atsetaldegid massasi, g	Atsetaldegid unumi, % (mas)	Katalizatorning solishtirishga yoqotgan roqlili gi, g/(l.s)
	Etilen	Havo						

Ishni bajarishda olingan natijalar asosida atsetaldegidi unumi – etilen va havoni hajmiy uzatilish tezligi bog‘liqligi grafigi chiziladi. Olib borilgan ish yuzasidan o‘zining xulosalarini yoziladi.

Katalizatorli eritmani tayyorlash

Alohida kolbalarda ikkita eritma tayyorlanadi. Hajmi 500 va 300 ml bo‘lgan kolbalarda distillangan suvda aralashtirib turgan holda 3 gramm temir xloridini va 50 gramm mis xloridini (CuCl_2) eritmasini tayyorlanadi. Tayyorlangan eritmani bir sutka davomida tindirish uchun qoldiriladi. Ikkinchi kolbada (200 ml) 20 ml 10% li xlorid kislotasi va 25 ml sirka kislotasini aralashmasida 2 gramm PdCl_2 tuzi eritiladi va hosil bo‘lgan eritmani birinchi kolbaga quyiladi. Palladiy xloridi eritmasini aralashtirishdan avval tayyorlanadi.

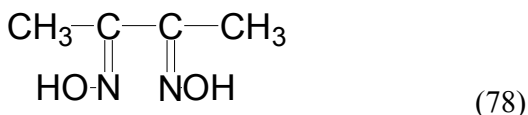
Hosil bo‘lgan eritmani 500 ml hajmli o‘lchov silindriga quyiladi va 400 ml gacha distillangan suv quyiladi, keyin esa shlifli kolbaga quyilib qorong‘i joyda saqlanadi.

Katalizatorli eritmani 12 soat turganidan keyin ishlatiladi va reaktorga solinishidan avval uning kislotasini ko‘rsatkichi pH 2 dan katta bo‘lishi kerak emas. Agar $\text{pH} > 2$ bo‘lsa u holda eritmaga konsentrlangan xlorid kislotasidan tomchilatib qo‘shilib uning pH qiymatini $\text{pH} = 1,5$ gacha etkaziladi.

Katalizatorli eritmani shlifli yaxshi yopiladigan idishda qorong‘i joyda uzoq vaqt faolligini yo‘qotmasdan saqlanishi mumkin.

Ishlatilgan katalizatorli eritmada palladiyni ajratish

Katalizatorli eritma ishlatilishi jarayonida katalizatorga yuqori haroratlarda qaynar organik birikmalar yig‘ilib qolishi hisobiga asta sekin o‘zining faolligini yo‘qotishi mumkin. Shuning uchun deyarli 80 soatdan ishlaganidan keyin katalizatorni yangisiga almashtirish kerak bo‘lib qoladi. Ishlatilgan katalizatorli eritmada palladiyni ajratish uchun katalizatorli eritmani barobar hajmdagi distillangan suv bilan suyultiriladi va hosil bo‘lgan aralashmaga dimetilglioksimni spirtli-suvli eritmasi qo‘shiladi.



Dimetilglioksim palladiy bilan reaksiya massada erimaydigan kompleks hosil qiladi va cho‘kmaga tushadi. Palladiyni to‘liq cho‘kmaga tushganligini tekshirilganidan so‘ng cho‘kmani Bunzen kolbas i va Byuxner voronkasidan iborat asbobda suvli nasosda kuchsiz vakuum hosil qilgan holda filtrlanadi va filtrning o‘zida distillangan suv bilan yuvilgach, vakuumli quritish shkafida quritiladi. Keyin esa quruq cho‘kmani chini tigelga solinadi va mufelpechida $900 \pm 10^0 \text{C}$ haroratda 1 soat davomida toblantiriladi. Bunday qayta ishlov berish natijasida palladiy metalining kukuni hosil bo‘ladi va uni yana palladiy xloridi olishda ishlatish mumkin bo‘ladi.

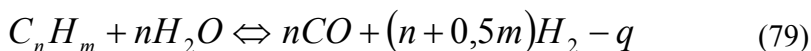
Nazorat savollari

1. Parafin uglevodorodlarni oksidlashning asosiy qonuniyatlari. Oksidlash - bamisoli zanjirli radikalli jarayon, jarayonni mexanizmi va asosiy bosqichlari. Uglevodorodlarni gaz fazada oksidlash mexanizmining o‘ziga xosligi.
2. Metanni gaz fazada to‘g‘ridan-to‘g‘ri oksidlash, jarayonni qisqacha bayoni, reaksiya mahsulotlarini ajratishning qiyinchiliklari.
3. C_2-C_3 -Uglevodorodlarni to‘g‘ridan-to‘g‘ri oksidlash qonuniyatlari, hosil bo‘ladigan mahsulotlar. Quyi parafin uglevodorodlarni gaz fazada oksidlab olinadigan kislorodsaqllovchi mahsulotlar, jarayonlarni sharoitlari va selektivligi.
4. Suyuq fazada quyi parafin uglevodorodlarni quyi molekulyar kislotalarga oksidlash. n-Butanni oksidlab sirka kislota ishlab chiqarish: jarayonni afzalliklari va kamchiliklari.
5. $\text{C}_2 - \text{C}_4$ - To‘yinmagan uglevodorodlarni oksidlash. Qo‘llaniladigan katalizatorlar, olinadigan mahsulotlar tavsiflari, ularni qo‘llanilish oblastlari.
6. Olefinlar oksidlarini olish. Etilen oksidi olish usullari xlogidrin va etilenni to‘g‘ridan-to‘g‘ri oksidlash. Propilen oksidni propilenni uglevodorod peroksidlari bilan oksidlab olish.
7. Olefinlarni palladiyli katalizatorlarda aldegidlarga va ketonlarga to‘g‘ridan-to‘g‘ri oksidlash, jarayon ximizmi.

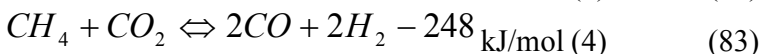
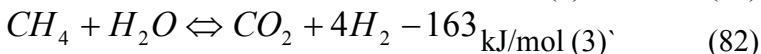
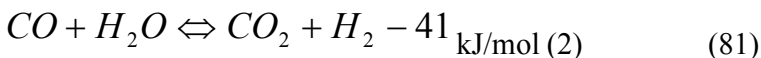
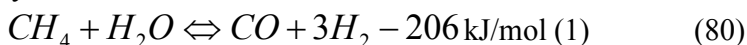
8. Olefinlarni metil guruhi bo'yicha oksidlash. Propilenni oksidlab akrolein ishlab chiqarish, katalizatorlar va jarayon sharoitlari. Akril kislota ishlab chiqarish.

7-laboratoriya ishi. **Metanni suv bug'i bilan konversiyalash**

Uglerod oksidining vodorod bilan aralashmasini mavjud sanoat usulida olishning muhim ahamiyati - bu metan va uning gomologlarini suv bug'i bilan, suv bug'i va kislorod aralashmasi bilan yoki suv bug'i, kislorod va uglerod dioksidining nikel katalizatori ustida konversiyasi jarayonlaridir. Uglevodorodli gazlarning suv bug'i bilan konversiyasi asosiy reaksiyasini umumiy ko'rinishda quyidagicha yozish mumkin:



Sanoatda asosiy tarkibiy qismi metan bo'lgan tabiiy gaz konversiyalanadi. Metan suv bug'i bilan konversiyalanganda quyidagi asosiy reaksiyalar ketadi:



Uglevodorodli gazlar konversiyasida qo'llaniladigan eng samarali sanoat katalizatorlaridan biri hozirgi vaqtda AL_2O_3 alyuminiy oksidiga surtilgan (yuttirilgan) nikel metali va faol qo'shimchalari bo'lgan metall oksidlari (MgO , Cr_2O_3 , ThO_2 va bosim) hisoblanadi.

Konversiya jarayonining optimal sharoitlari quyidagichadir: harorat $800-900^\circ C$, bosim 2 MPa gacha, gazni uzatishning hajmiy tezligi 600 soat^{-1} (dastlabki quruq gazga nisbatan) va $H_2O : CH_4$ larning (2-3) : 1 ga teng molli nisbati. Haroratni, bosimni va ortiqcha suv bug'ini tanlash termodinamik faktorlar bilan bog'liqdir.

Konversiyalanishga kiritilayotgan uglevodorodli gazlar oltingugurt birikmalaridan yaxshilab tozalangan bo'lishi kerak, chunki oltingugurt va uning birikmalari nikel katalizatorlari uchun kuchli kontakt zaharlari hisoblanadi. Uglevodorodli gazlarda oltingugurtli birikmalarning bo'lishi 1 m³ gaz hisobida 2–3 mg dan oshmasligi kerak.

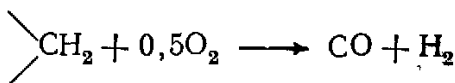
Konversiyalash usuli bilan uglerod oksidi va vodoroddan iborat sintez-gazni turli nisbatlarda olish mumkin, masalan, suyuq uglevodorodlarni konvertirlash bilan yoki uglerod dioksidiga suv bug'ini qo'shish bilan olish mumkin.

25-jadval

Uglevodorodlarni destruktiv qayta ishlashning muhim usullari

Jarayonlar	Dastlabki xomashyo	Jarayon harorati, °C	Jarayonning asosiy mahsulotlari
Konversiya	Gazsimon va suyuq uglevodorodlar	800-1400	Vodorod va uglerod oksidi (sintez-gaz)
Katalitik kreking	O'rta va og'ir distillatlar	500-550	Tarkibida propilen va butilenlar ko'p bo'lgan gazsimon uglevodorodlar
Riforming	60-200°C oralig'ida qaynaydigan suyuq neft mahsulotlari	500-550	Yuqori-aromatlashtirilgan suyuq mahsulotlar va vodorod
Piroliz	Uglevodorodli gazlar; suyuq, o'rta va og'ir neft mahsulotlari	600-1500	Olefinlar va aromatik uglevodorodlar; atsetilen

Oxirgi vaqtlarda katalitik konversiyalashdan tashqari kislorod bilan suv bug'i qo'shish bilan termik konversiya usulidan foydalanish ham yo'lga qo'yilgan:



Ishning maqsadi

Metanni konversiyalash darajasiga va reaksiya mahsulotlari tarkibiga haroratning, metanning suvga nisbatan molli nisbatning va metanni berish hajmiy tezligining ta'sirini o'rganish.

Ishning bajarilish tartibi

Reaktivlar:

metan (ballondan);)

katalizator $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (sanoatda qo'llaniladigan) 20 ml;

azot (ballondan);

askarit (asbestdagi qattiq NaOH) 300 sm^3 ;

distillangan suv;

metanni oltingugurt birikmalaridan tozalaydigan kontakt (sanoatda qo'llaniladigan) -300 sm^3 .

Metanni konversiyasi 23-rasmda ko'rsatilgan laboratoriya qurilmasida amalga oshiriladi. Qurilma 1-gidravlik zatvordan, 2-jo'mrakdan, 3-askaritli naychadan (quvurchadan), 4-kontakt massali quvurchadan, 5-millivoltmetrdan, 6-reometrdan, 7- va 12-termoparalardan, 8-tomizgich voronkasidan, 9-reaktordan, 10-elektropechdan, 11-o'ta qizdirib-bug'latgichdan, 13-o'tkazgichdan, 14-katalizatoridan, 15-inert nasadkadan, 16-termopara uchun cho'ntakdan, 17-muzli xammomdan, 18- va 19-avtotransforma-torlardan, 20-qaytarma sovutgichdan, 21- ajratgichdan, 22-uch yo'lakli krandan, 23-gaz soatidan iborat. Tajriba ishini boshlashdan avval qurilmaning to'g'ri yig'ilganligiga ishonch hosil qilinib, qurilmadagi barcha ulanishlarning mustahkamligi va germetikligi tekshiriladi.

Spundan so'ng 9-reaktorga 2-jo'mrak orqali vodorodni 50 ml/minut tezlikda beriladi. Reaktorni isitadigan 1-elekt pechi tokka ulanadi va reaktor harorati $380 \pm 5^\circ\text{C}$ gacha ko'tariladi. Shu haroratda vodorodni berilish tezligi 100 ml/minutgacha tezlashtiriladi va 14-katalizatorni qaytarishni reaktordan suv chiqishi tugaguncha davom ettiriladi. Qoldiq gazni 22-uch yo'lakli kran orqali 23-gaz soatiga ulamasdan mo'rili shkaf tagiga chiqarib yuboriladi.

Katalizatorni qaytarish tugatilgach, vodorod berish to'xtatiladi, reaktor qizdirishni kuchaytiriladi va 11-o'ta qizdirib-bug'latgichni ishga tushiriladi. 18- va 19-avtotransformatorlar (yoki

termoregulyatorlar) yordamida reaktorda konversiyalanishni berilgan haroratda $\pm 5^{\circ}\text{C}$ aniqlikkda va o'ta qizdirib-bug'latgichdagi harorat esa $450 \pm 5^{\circ}\text{C}$ oralig'ida ushlab turilishi kerak. SHundan so'ng, tajriba uchun oldindan hisoblangan tezliklarda konversiyalash uchun suv va metan berish boshlanadi. Suvni berilish tezligi 8-graduirlangan tomizgich voronkasi yordamida o'rnatiladi (yoki mexanik dozator bilan), metanni berilish tezligi esa 6-reometr bilan sozlanadi. Qurilmaning barqaror ishlash rejimiga erishilgach esa 21-ajratgichdan suv to'kib tashlanadi va konvertirlanayotgan gaz oqimi 22-uch yo'naltirgichli kran yordamida tezda gaz soati tomon yo'nalishiga burib qo'yiladi. Xuddi shu burib qo'yilgan laxzani tajribaning boshlanishi deb qaraladi. Masalaning shartiga ko'ra konversiya jarayonining uchta variantini bajarish ko'zda tutiladi, ayniqsa:

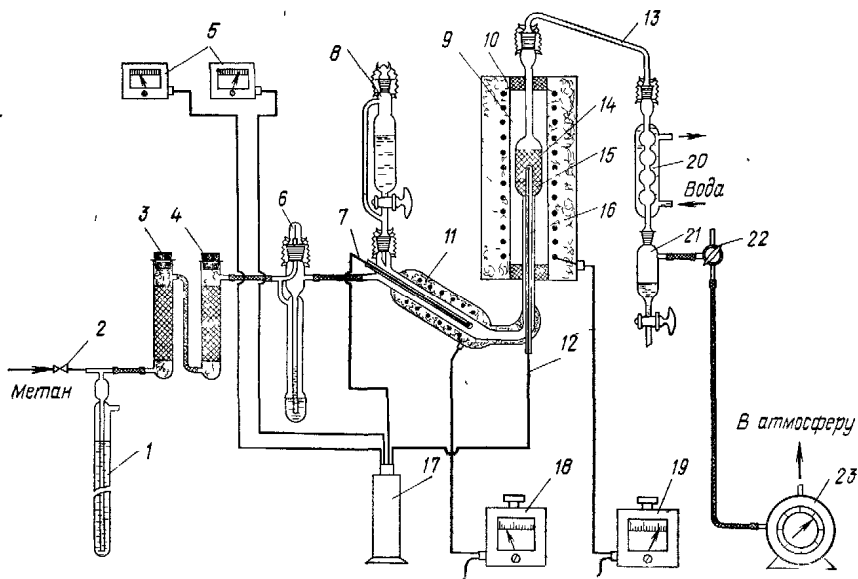
1) doimiy haroratda (800°C) metanning suvga nisbatan ikkita turli molli qiymatlarida (1:1,5 va 1:3) metanni berish hajmiy tezligi sozlanadi (400, 600 va 800 soat⁻¹) - jami 6 tajriba;

2) metanning suvga nisbatan doimiy molli nisbatida (1:2) har xil haroratlar uchun (500 va 700°C) metanning hajmiy berish tezligi sozlanadi (400, 600 va 800 soat⁻¹) - jami 6 ta tajriba;

3) haroratning 750 va 850°C oralig'idagi, metanni hajmiy berish tezligini (500 va 700 soat⁻¹) va metanning suvga bo'lgan molli nisbatlarini (1:1,5 va 1:3) tahlil qilib, jarayonni - tajribani rejalash usuli bilan tadqiq qilinadi, jami 8 ta tajriba.

Topshiriklardagi variantlarga bog'liq holda talabalar tajriba ishlarini boshlashlaridan avval reagentlarni minutiga berish tezligini hisoblaydilar, 3-variant bo'lganida esa tajribaning matritsasi tuziladi (75 betga qaralsin!).

Tajriba uchun hisoblangan tezlikda metan ballondan 3-askaritli quvurchadan quritilish uchun o'tadi, 4-kontakt massali quvurchadan oltingugurt birikmalaridan tozalanish uchun o'tadi, undan 6-reometr va 11-qizdirib-bug'lantirgichda suv bug'ining hisoblangan miqdorida aralashib 9-reaktorga beriladi. Reaktor kvars quvurchadan yasalgan bo'lib, yon tomonida termopara uchun 16-cho'ntak mavjud, uning markaziy qismi esa keng bo'lib, shu erga 14-katalizator solinadi.



23-rasm. Uglevodorodlarni konversiyalash qurilmasi:

1 – gidravlik zatvor; 2 – jo‘mrak; 3 – askaritli naycha (quvurcha); 4 – kontakt massali quvurcha (naycha); 5–millivoltmetrlar; 6– reometr; 7, 12 – termoparalar; 8 – tomizgich voronka; 9– reaktor; 10 – elektropech; 11 – o‘ta qizdiruvchi-bug‘latgich; 13 – o‘tkazgich; 14 – katalizator; 15 – inert nasadka; 16 – termopara uchun cho‘ntak; 7 – muzli hammom; 18, 19 – avtotransformatorlar; 20 – qaytarma sovutgich; 21 – ajratgich; 22 – uch yo‘lakli jo‘mrak; 23 –gaz soati.

Nazorat savollari

1. Sintez–gaz va u asosidagi kimyoviy mahsulotlar. Metanni suv bug‘i bilan konversiyalab sintez–gaz olish. Jarayonni sharoitlari, texnologik sxemasi.
2. Metanni karbonat kislotali konversiyasi, qo‘llaniladigan katalizatorlar. Metanni parsial oksidlash – gomogen- va katalizatorida. Sintez–gaz olish jarayonining yangi modifikatsiyalari.
3. Sintez–gazni kimyoviy qayta ishlash asosiy yo‘nalishlari.
4. Sintez–gaz asosida Fisher–Tropsh usuli bilan sintetik motor yonilg‘isini ishlab chiqarish. Reaksiya mahsulotlari tarkibini qo‘llanilgan katalizatorlarga, haroratga va bosimga bog‘liqligi.

Jarayonni texnologik bejalishi. Uglevodorod yonilgʻilarni olish mobil-jarayoni.

5. Sintez–gazdan metil spirt ishlab chiqarish. Jarayon ximizmi, katalizatorlari va yuqori hamda quyi bosimlarda olib borish sharoitlari, reaktor tuzilishlari, texnologik sxemasi. Metanolni qoʻllanilish oblastlari.

6. Metanolni oksidlab konversiyalab chumoli aldegid olish. Metalik va oksid katalizatorlar, jarayon sharoitlari. Chumoli aldegid olishning usullari: tabiiy gazni va boshqa quyi parafinlarni oksidlash, metanolni degidirlash.

7. CHumoli aldegidan foydalanishning asosiy yoʻnalishlari.

8. Metanolni karbonillab sirka kislota olish. Metiluchlamchi butil efirini metanolni izobutilen bilan oʻzaro taʼsirlab olish.

8–laboratoriya ishi.

Propilenni sulfat kislota

yordamida gidratatsiyalab izopropil spirtini olish

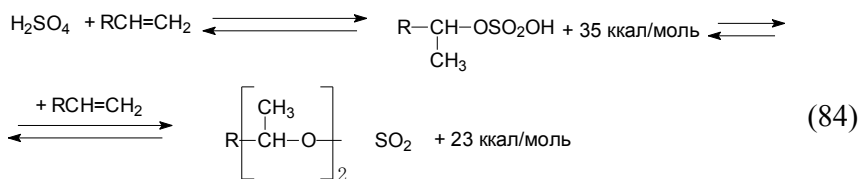
Spirtlar neftkimyoviy sanoatning eng ahamiyatli va yirik tonnali mahsulotlaridan biridir. Turli oblastlarda oʻziga xos qoʻllanilishiga bogʻliq holda keng turli-tumanligi – ularni ishlab chiqarish usullarini ham turli boʻlishini belgilaydi.

Hozirgi vaqtda etil-, izopropil-, izobutil- va uchlamchi-butil spirtlarni asosan sanoatda olish usullari quyidagilardir:

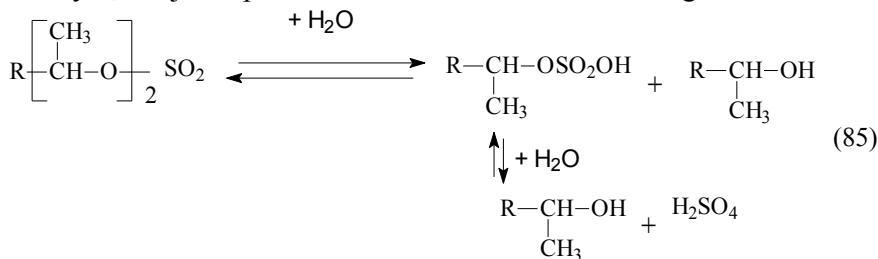
1. Olefinlarni toʻgʻridan-toʻgʻri gidratatsiyasi (etilenni va propilenni);
2. Olefinlarni sulfat kislota yordamida gidratatsiyasi (etilen, propilen, butilenlarni).

Hozirgi vaqtda etil spirti etilenni toʻgʻridan-toʻgʻri gidratatsiyalab, izopropil spirti esa – sulfat kislota uslubi bilan olinmoqda. Jarayon qaytar va ikki bosqichda boradi:

- sulfat kislota bilan olefinlarni absorbsiyasi va alkilsulfatlarni gidrolizi:

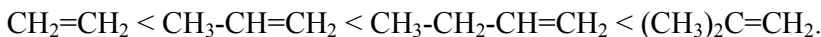


Ikkinchi bosqichda hosil bo'lgan alkil sulfatlar suv bilan gidrolizga uchraydi, natijada spirt hosil bo'ladi va sulfat kislota regenerirlanadi:



Birinchi bosqichda sulfat kislota olefinni absorbsiyasi 90°C gacha haroratda amalda qaytmas amalga oshadi, biroq mono- va dialkilsulfatlarning chiqish miqdorlari olefin:sulfat kislota ning molli nisbatlariga bog'liqdir. Ushbu nisbat birdan oshmaganda va sulfat kislota suv saqlasa, reaksiyaning asosiy mahsuloti monoalkilsulfat bo'ladi. Gaz holdagi olefinlar ichida sulfat kislota bilan etilen qiyinroq, propilen va butilen osonroq hamda izobutilen juda oson reaksiyaga kirishadi (propilen va n-butilenlarga nisbatan 500 marta tezroq kislotaga yutiladi).

Olefin molekulyar massasi oshishi bilan uni sulfat kislota bilan yutilish tezligi quyidagicha tartibda oshib boradi:



Xuddi shu tartibda olefinlarning polimerizatsiya reaksiyasidagi faolligi o'sib boradi.

Sulfatlanish reaksiyasi sharoitlarini tanlash nafaqat olefinlarni sulfat kislota bilan absorbsiyalash tezligi bilan bog'liq, balki yonaki reaksiyalar – olefinlar polimerizatsiyasining rivojlanishi bilan ham

bog‘liq. Shuning uchun har bir olefin uchun o‘z sharoitlari - sulfat kislota konsentratsiyasi, harorat va bosim tanlab olinadi.

Jarayon haroratining oshirilishi olefinlar polimerizatsiyasini ham ketishiga yo‘l ochib beradi. Shuning uchun absorbsiya sharoitlari turli olefinlar uchun turlichadir. Masalan, izoolefinlar 60% li sulfat kislota bilan 0-60⁰C gacha haroratlarda yutiladi, etilen esa 98% li sulfat kislota bilan 70-80⁰C da absorbsiyalanadi.

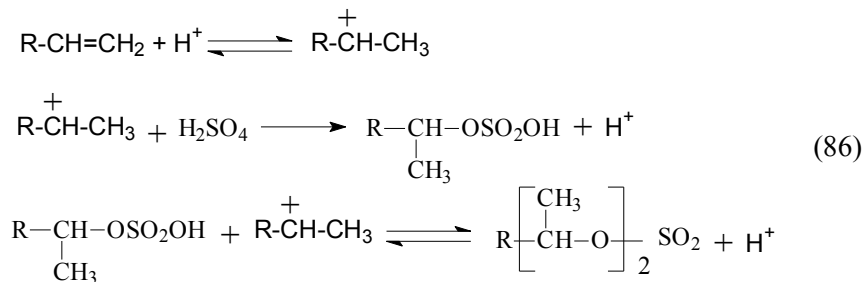
Olefin molekulyar massasining oshishi bilan absorbsiya harorati pasayadi. Masalan, etilen uchun absorbsiya harorati 65-75⁰C, propilen uchun 65-70⁰C, n-butilen uchun 45⁰C, izobutilen uchun 30⁰C dir;

O‘sha olefinlar uchun mos ravishda bosim ham pasayadi: 25, 0,8, 0,3 va 0,3 MPa.

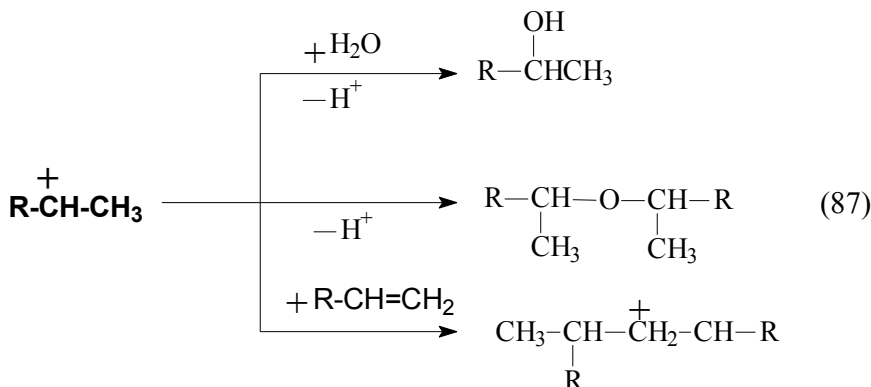
Boshqa ahamiyatli ko‘rsatkich – olefinni sulfat kislota bilan to‘yinish darajasidir. Mono- va dialkilsulfatlarni miqdori shunga bog‘liqdir. Olefin mo‘lligida dialkilsulfatlar miqdori ortadi, ammo kislota sarfi pasayadi. Bu ahamiyatlidir, chunki gidrolizdan so‘ng sulfat kislota eritma ko‘rinishida bo‘ladi va uning sarfini kamayishi ishlab chiqarish iqtisodiyotiga o‘z ta’sirini o‘tkazadi. Shuning uchun sulfat kislota:olefin nisbati odatda 1-1,2:1,4 ga teng qilib olinadi.

Olefinlarni sulfat kislota bilan absorbsiyasi tezligi bosimga bog‘liq. 50-60%- etilen saqllovchi etan-etilen fraksiyasi qo‘llanilganida sistemaning umumiy bosimi 2,5 – 3 MPa dir. Bosim etilenni sulfat kislota bilan yutilish tezligini oshishiga olib keladi. Absorbsiya vaqti - 3 soat.

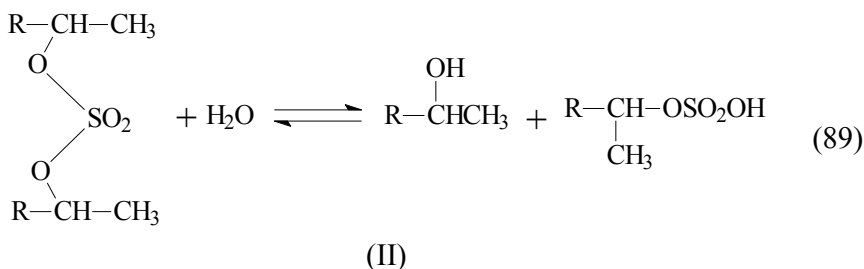
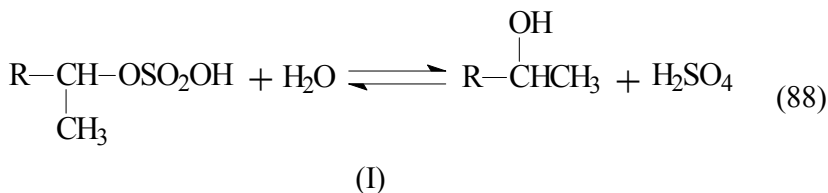
Olefinlarni sulfatlash reaksiyasi tipik elektrofil birikish reaksiyasidir. Sulfatlanish jarayonida sulfat kislota ham reagent, ham katalizator vazifasini o‘taydi. Reaksiya karboniy ionining oraliq hosil bo‘lishi orqali quyidagi sxema bo‘yicha ketadi:



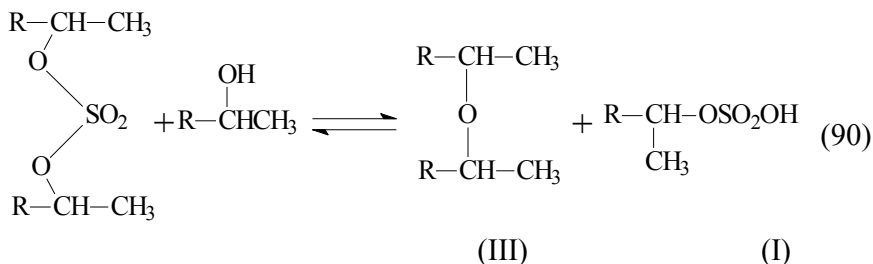
Karboniy ioni yonaki mahsulotlar hosil bo'lishi uchun ham javobgar:



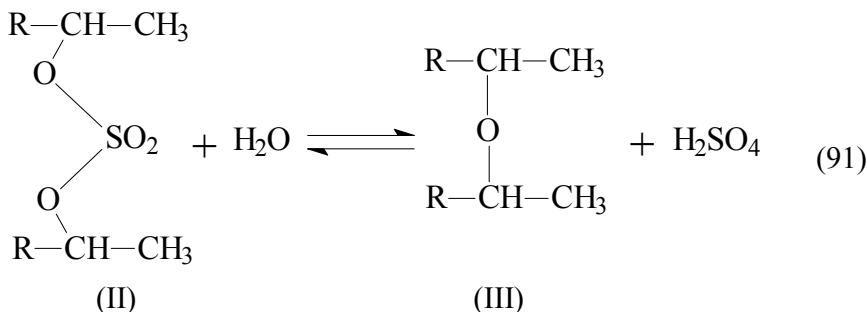
Ikkinchi bosqichda spirtni olish jarayoni alkil (I)- va dialkilsulfatlar (II) ni gidrolizidir. Gidrolizda quyidagi reaksiyalar ketadi:



Undan tashqari, (II) reaksiya zonasida hosil bo'lgan spirt bilan reaksiyaga kirishishi va oddiy efir (III) va alkilsulfat (I) hosil qilishi mumkin:



Oddiy efirning (III) hosil bo'lishi (II) ni suv bilan o'zaro ta'siri yo'li bilan ham bo'lishi mumkin:



Gidrolizni 0,4-0,5 MPa bosimda va 92-95°C haroratda olib boriladi. Efir (III)ni chiqish miqdorini kamaytirish uchun gidrolizni imkoni boricha tez olib boriladi va hosil bo'lgan spirtni aralashmadan tezda haydaydilar (eritmadagi konsentratsiya katta bo'lmasligi maqsadida). Boshqacha amal qilish ham mumkin: reaksiya aralashma suv bilan suyultiriladi, sulfat kislotasi va alkilsulfatlar eritmaga o'tadilar, dialkil-sulfat esa quyi qatlam ko'rinishida ajraladi. Spirtlarni chiqish miqdori 96-97%, oddiy efirniki 1-2%.

Sulfat kislotasi yordami bilan gidratlash usulining kamchiligi – jarayonda katta hajmdagi sulfat kislotaning ishtiroki, uning suyulishidir, buning oqibatida esa u bug'latilishi, katta hajmdagi suyuqlikni nasos bilan haydash zarurati va oqibatda apparatura korroziyasi, zavodni qurish uchun katta kapital sarf-xarajatlar talab qilinishi bilan bog'liqligidir.

Sulfat kislotasi yordamida olefinlarni gidratatsiya qilish reaksiyasi konsentrlangan olefinlar (tozalik darajasi 95-98%) bilan emas, konsentrlanmaganlari bilan olib borish imkoniyatini beradi (to'g'ridan-

to'g'ri gidratatsiyadan farqli o'laroq), reaksiyani olefinlari 30-50% bo'lgan fraksiyalar bilan o'tkazish amaliyotini beradi. Bu esa sulfat kislota yordamidagi gidratatsiya jarayonining asosiy afzalligidir.

Ishdan maqsad

Propilenni sulfat kislota yordamida gidratatsiyalab izopropil spirtini olish, propilen konversiyasini, spirt miqdorini o'tkazilgan propilen va reaksiyaga kirishgan propilenlarga nisbatan aniqlash.

Ishning olib borilish tartibi

Talaba laboratoriya ishiga tayyorlanishda 25-jadvalni rasmiylashtiradi, uni tajriba davomida olingan ma'lumotlar bilan to'latadi.

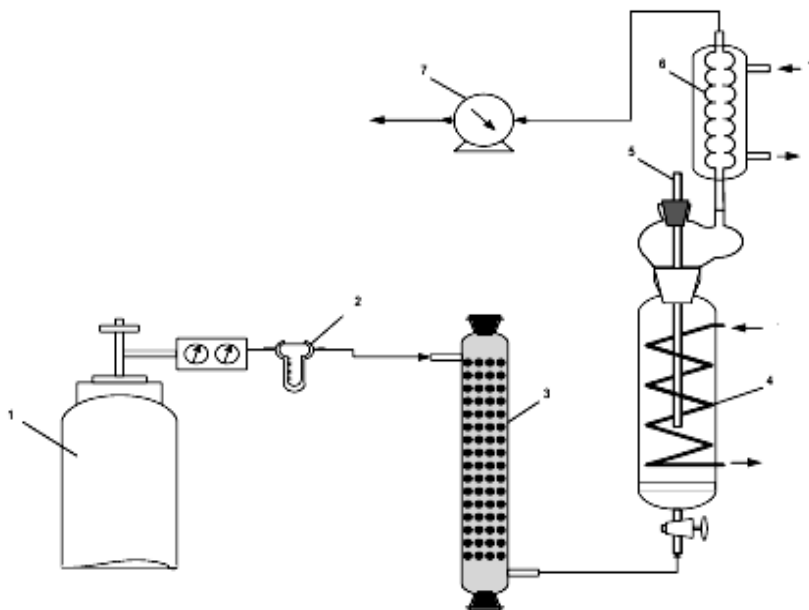
25-Jadval

Tajribani olib borish sharoitlari va kuzatish natijalari

Propilenni propilen saqlovchi gazdagi miqdori, % hajmiy	
Harorat, °C	
Tajriba davomiyligi, soat	
O'tkazilgan propilen miqdori, mol	
O'tkazilgan propilen saqlovchi gaz miqdori, litr	
Reaksiyaga kirishmay qolgan propilen saqlovchi gaz miqdori, litr	
Reaksiyaga kirishmay qolgan gazdagi propilen miqdori, % hajmiy	
Propilen saqlovchi gazning sarfi, ml/min.	

Izopropil spirti olish qurilmasi

Tajriba ishlari sxemasi 24-rasmda keltirilgan qurilmada olib boriladi.

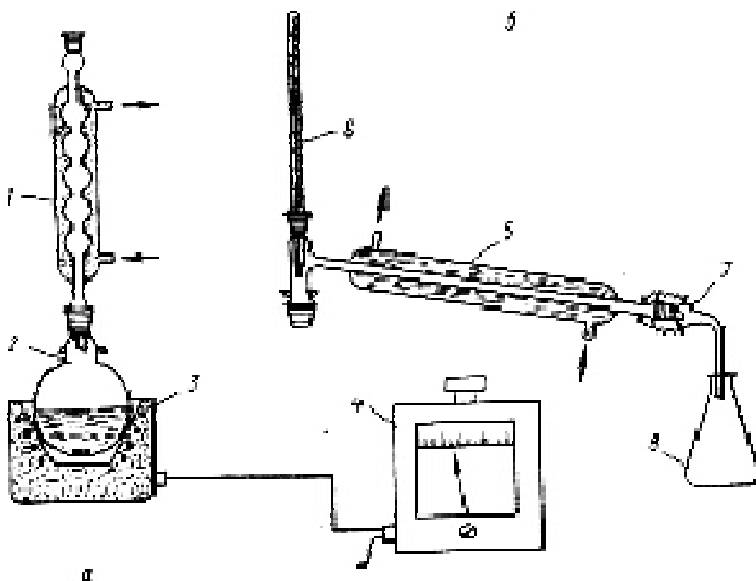


24-Rasm. Izopropil spirtini olish qurilmasining sxemasi:

1 - propilen saqlovchi ballon; 2- reometr; 3-quritgich; 4-reaktor; 5-termo-metr; 6-sovitgich; 7- gaz hisoblagich.

Propilen saqlovchi gaz ballonlardan reometr-2, quritgich-3 orqali reaktor-4 ga yuboriladi. Reaktor shisha silindrik idish bo'lib, pastki qismiga gazni tirqish bo'yicha bir tekis tarqatilishini ta'minlash uchun g'ovak plastina payka qilingan. Reaktor ichida reaksiya issiqligini olib chiqib ketish uchun ilon-izi quvurcha joylashgan.

Reaktor markaziga termometr-5 o'rnatilgan. Reaktordan chiqishda qaytarma sovitgich-6 va gazni yutilish to'liqligini nazorat qilish uchun gaz hisoblagich-7 o'rnatilgan. Reaksiyaga kirmagan gaz gazometrga yig'iladi.



25 rasm. Suv va spirtning azeotrop aralashmasini gidroliz qilish va haydash qurilmasi: 1-qaytar sovitgich; 2- reaktor; 3- elektroisitgich; 4-avtotransformator; 5- to'g'ri sovitgich; 6-termometr; 7-allonj; 8-konussimon kolba;

a-gidroliz uchun qurilma; b-azeotrop aralashmani haydash tuguni.

26-jadval

Barcha tajriba natijalari quyidagi jadvalga kiritiladi:

Ko'rsatkichlar	
Sulfat kislotaning ilk reaksiya massadagi miqdori, % (mass.).	
Propilen hajmi, l o'tkazilgan yutilgan	
Reaksiya davomiyligi, soat	
Reaksiya massaning tajriba oxiridagi: hajmi, ml massasi, g.	
Massasi, g: haydalgan aralashmani bosh fraksiyani	

olingan izopropil spirtini	
Izopropil spirtini absorbilangan propilenga nisbatan chiqish miqdori, % (mol.),	
Olingan izopropil spirtini tavsifi: qaynash harorati, °C tajribadagi adabiyot ma'lumotlari bo'yicha	
Sindirish ko'rsatkichi n_D^{20} : tajribadagi adabiyot ma'lumotlari bo'yicha	

Tajribani olib borish

Reaktorga 60 ml 87% li sulfat kislota quyiladi (24-rasm). Tubus orqali reaktor markaziga termometr 5 shunday o'rnatiladiki, simob sharchasi reaksion aralashmaga botib tursin va so'ng propilen saqllovchi gazni shunday tezlikda o'tkazish kerakki, u to'liq yutilib qolsin. Propilenni propilen saqllovchi gazdagi miqdorini bilgan holda propilen saqllovchi gazning lozim bo'lgan miqdorini hisoblaydilar va gaz sarfini ml/minut da aniqlaydilar. Gazning sarfini reometr 2 ko'rsatkichi bo'yicha o'rnatadilar. Reaktor 4 da harorat 15-20°C qilib ushlab turiladi, buning uchun ilon-izi quvurchaga suv berib turiladi.

Propilen saqllovchi gazning hisob qilingan miqdori o'tkazib bo'lingach, tajriba to'xtatiladi, o'tkazib yuborilgan va reaksiyaga kirishmay qolgan gaz miqdori yozib qo'yiladi. Reaksion massa esa gidroliz uchun dumaloq tubli kolbaga o'tkaziladi. Kolbadagi massaga 4 hajm suv qo'shiladi va aralashma qaytarma sovitgichli kolbada 30 minut qaynatiladi. So'ng qaytarma sovitgich to'g'risi bilan almashtiriladi va kolbadan 150 ml spirt va suv azeotrop aralashmasi haydaladi.

Aralashmaga 54 g osh tuzi qo'shib yana Vyurs kolbasidan haydaladi (21-rasm). Bunda 80-84°C fraksiya avvaldan tortib olingan kolbaga ajratib olinadi va spirtning sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi (toza izopropil spirti – xarakterli spirt hidili rangsiz suyuqlik, $t_{qayn}=82,4^{\circ}\text{C}$, $d_4^{20}=0,7887$, $n_D^{20}=1,3775$. Spirt suv bilan azeotrop aralashma hosil qiladi).

Olingan spirt tortiladi va o'tkazilgan va reaksiyaga kirishgan propilenga nisbatan uning chiqish miqdori hisoblanadi.

Propilenni reaksiyaga kirishmagan gazdagi miqdori xromatografik usul bilan aniqlanadi. Bu esa propilen konversiyasini aniqlash imkoniyatini beradi.

Olingan natijalarga ishlov berish

1. Tajriba uchun lozim bo'lgan propilen saqllovchi gazning hajmi (normal sharoitda):

$$V_0 = \frac{N \cdot 22,4}{y_1} \cdot 100 \text{ l.} \quad (92)$$

bu yerda, y_1 - propilenni ilk propilen saqllovchi gazdagi miqdori, % hajmiy;

N - tajriba sharoitlarida reaksiyaga berilishi lozim bo'lgan propilenning mollari soni.

2. Tajriba sharoitlaridagi propilen saqllovchi gazning hajmi:

$$V_1 = \frac{V_0 \cdot (273 + t)}{273} \text{ l.} \quad (93)$$

3. Butun tajriba davomida propilen saqllovchi gazning ushlanib turuvchi sarfi:

$$Q_1 = \frac{V_1}{\tau} \text{ ml/min} \quad (94)$$

bu yerda, τ - tajriba davomiyligi, minut.

4. Reaksiyaga kirishgan propilenning hajmi:

$$V_3^* = \frac{V_1 \cdot y_1 - V_2 \cdot y_2}{100} \quad (95)$$

bu yerda, V_1' , V_2' , V_3' , -mos holda o'tkazilgan, reaksiyaga kirishmay qolgan va reaksiyaga kirishgan propilenni hajmi, l.

y_1 va y_2 - mos ravishda ilk va reaksiyaga kirishmay qolgan propilen saqllovchi gazdagi propilenning miqdori, % hajmiy.

5. Reaksiyaga kirishgan propilen hajmi (normal sharoitlarda):

$$V_3 = \frac{V_3^* \cdot 273}{(273 + t)}, \text{ l.} \quad (96)$$

6. Reaksiyaga kirishgan propilen miqdori:

$$G_2 \approx \frac{V_3}{22,4} \cdot M, \text{ g.} \quad (97)$$

7. Propilenni konversiyasi:

$$K = \frac{G_2}{G_1} \cdot 100 \text{ \% massaviy} \quad (98)$$

bu yerda: G_1 – o‘tkazilgan propilen miqdori.

8. Izopropil spirtining chiqish miqdori:

A) o‘tkazilgan propilenga nisbatan:

$$B = \frac{G_3}{G_4} \cdot 100, \text{ \% massaviy}, \quad (99)$$

B) reaksiyaga kirishgan propilenga nisbatan:

$$G = \frac{G_2}{G_5} \cdot 100, \text{ \% massaviy}. \quad (100)$$

bu yerda, G_2 , G_3 , G_4 , G_5 – mos ravishda hosil bo‘lgan hamda o‘tkazilgan va reaksiyaga kirishgan propilenga nisbatan nazariy mumkin bo‘lgan izopropil spirtining miqdori, g.

Reaksiya mahsulotini tahlili

Reaksion massa tahlili alanga-ionizatsion detektorli xromatografda qilinadi. Xromatogrammalarni rasshifrovka qilish uchun ichki standart usuli qo‘llaniladi. Ichki standart sifatida n-propanol ishlatiladi.

Xromatografiyalash sharoitlari:

Kolonka, mm	1000x4
Qattiq faza – xromaton N, zarrachalari o‘lchami, mm	0,15 – 0,35
Suyuq faza – FFAR	5% (mass)
Kolonka harorati, °C	100
Bug‘latgich harorati, °C	100
Tashuvchi – gaz (azot) tezligi, ml/min	60

Nazorat savollari

1. Oksosintez usuli bilan aldegidlar va spirtlar ishlab chiqarish. Oksidlash bosqichi ximizmi, mexanizmi va termodinamikasi, qo'llaniladigan katalizatorlar. Jarayon sharoitlari va jarayonga ta'sir etuvchi texnologik faktorlar.
2. Hidroformillash bosqichini texnologik rasmiylashtirish variantlari.
3. Aldegidlarni spirtlarga gidrirlash, sharoitlar va katalizatorlar. Birlamchi spirtlarni qo'llanilish oblastlari.
4. Gaz holdagi olefinlarni gidratatsiyalab spirtlpr ishlab chiqarish.
5. Quyi olefinlarni sulfat kislotashtirokida gidratatsiyalash, jarayon kimyosi va mexanizmi. Jarayon sharoitlarini (harorat, bosim, kislotas konsentratsiyasi) ilk xomashyo xarakteriga bog'liq holda tanlash. Absorbsiya va gidroliz bosqichlarini olib borishning o'ziga xosliklari, jarayonlarni afzalliklari va kamchiliklari.
6. Olefinlarni to'g'ridan-to'g'ri gidratatsiyasi. Etilenni to'g'ridan-to'g'ri gidratatsiyalab etanol ishlab chiqarish, jarayonni ximizmi, termodinamikasi va mexanizmi. Jarayon katalizatorlari. Etanol ishlab chiqarish texnologik sxemasi.
7. Propilenni to'g'ridan-to'g'ri gidratatsiyalash, jarayon katalizatorlari va sharoitlari.

9—laboratoriya ishi

Etilenni xlrlash usullari

A. Etilenni xlrlash usulida dixlorethan olish

Galogenorganik birikmalar qimmatli polimer materiallar, erituvchilar, zaharli ximikatlar va boshqalarni katta miqdorlarda ishlab chiqarishda qo'llaniladi.

SHuning uchun galogenlash reaksiyalari asosiy organik sintezning eng ahamiyatli reaksiyalariga kiradi. Xlrlash jarayonlarini haroratning keng oraliqlarida ($20-500^{\circ}\text{C}$) katalizator va initsiatorlarning ishtirokida yoki yo'qligida amalga oshiriladi. Jarayon sharoitlari shunday tanlab olinadiki, bunda kerakli bo'lgan xlroorganik birikmalar berilgan ilk uglevodoroddan chiqish miqdori maksimal bo'lsin.

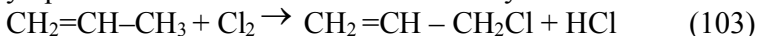
Parafin uglevodorodlar molekulyar xlor ta'sirida asosan o'rin olish reaksiyasiga kirishadi:



Olefin uglevodorodlar molekulyar xlor bilan o'rin olish reaksiyasiga ham, birikish reaksiyasiga ham o'zaro ta'sirlashuvga kiradi, bunda quyi haroratlarda birikish reaksiyalari afzalroq ketadi



yuqori haroratlarda esa o'rin olish reaksiyalari ketadi:



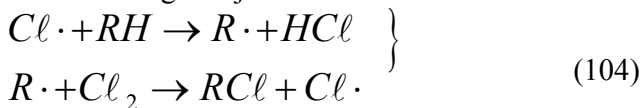
Uglevodorodlarni molekulyar xlor bilan barcha xlorlash reaksiyalari amalda ikki asosiy mexanizm bo'yicha ketadi: erkin radikal va elektrofil.

Erkin radikal reaksiyalarda parafin, olefin uglevodorodlardagi vodorod atomlarining xlor atomi bilan o'rin almashinish jarayonlari xarakterlidir.

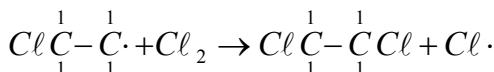
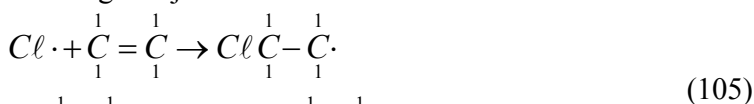
Ushbu reaksiyalar yorug'lik, yuqori harorat ta'sirida yoki radikal reaksiyalar initsiatorlari ishtirokida ketadi.

Organik birikmalarni molekulyar xlor bilan erkin radikal mexanizm bo'yicha xlorlash umumiy sxemasini quyidagi asosiy reaksiyalar bilan ifodalash mumkin:

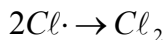
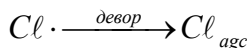
$Cl_2 \rightarrow 2Cl\cdot$ zanjirni paydo bo'lishi
o'rin almashinishdagi zanjirni davom etishi:



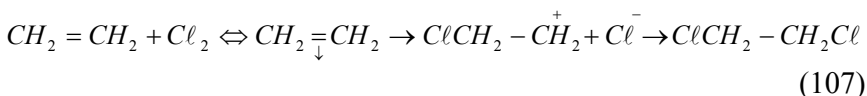
birikishdagi zanjirni davom etishi:



zanjirni uzilishi:



Olefinlarni to'yinmagan bog'i bo'yicha xlori birikish elektrofil reaksiyalari musbat zaryadlangan ionlarni va qutblangan molekullarni hosil bo'lishi orqali ketadi:



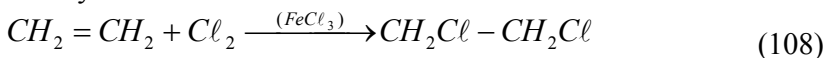
Ushbu reaksiyalar Lyuis kislotalari ($FeCl_3$, $AlCl_3$ va boshqalar) bilan katalizlanadi.

Organik birikmalarni xlorlab olib boriladigan tajribalarda ko'pchilik xlororganik birikmalar (1, 2-dixloretan, 1, 1, 2-trixloretan va boshq.) o'z toksikligi bo'yicha xlorga bo'sh kelmaydi. Undan tashqari, xlor kislorod kabi organik birikmalar bilan portlashga xavfli aralashmalar hosil qiladi. Parafinlar va olefinlarni xlor bilan hosil qilgan portlashga xavfli konsentratsiyalari 5 dan 60% (hajmiy) gachadir.

1,2 – Dixloretan olish

1,2 – Dixloretan yaxshi erituvchi bo'lgani holda, ushbu maqsad uchun o'z etarli yuqori toksikligi bois kam qo'llaniladi. U ahamiyatli birikmalar bo'lmish vinilxlorid, viniliden xlorid va boshqalarni katta miqdorlarda olish uchun ishlatiladi.

1,2 – Dixloretan etilenni 40-80°C da suyuq fazada reaksiya mahsuloti muhitida ko'p bo'lmagan temir (III) xlorid ishtirokida xlorlab olinadi. Bunday sharoitlar xlori etilenga elektrofil birikishini ta'minlaydi:



Reaktorga stexiometrikka nisbatan bir muncha (5%) ko‘proq etilen beriladi (qimmatroq bo‘lgan xlori mahsulotga aylanish darajasini ko‘tarish uchun).

Ishdan maqsad

Etilenni 1,2 – dixloretanga xlorlash jarayonini o‘rganish, material balansni tuzish va olingan 1,2 – dixloretan xarakteristikasini o‘rganish.

Ishning bajarilishi

Reaktivlar:

Etilen (ballondan)

Xlor (ballondan yoki xlor generatoridan, 129 betga qarang!)

1,2 – Dixloretan 70ml

Temir xlorid $FeCl_3$ 0,5g

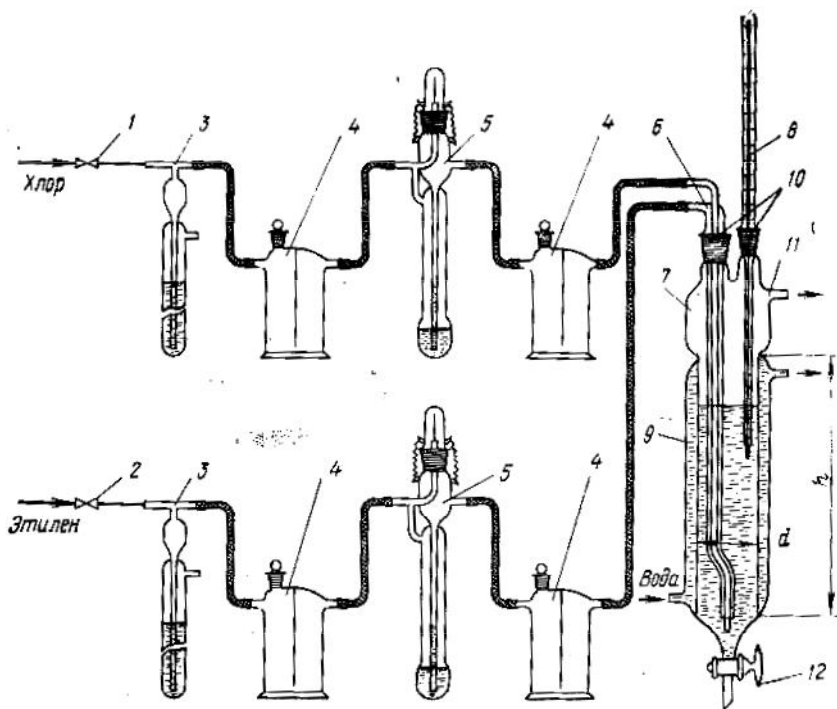
Natriy gidroksid, 5% -li suvli eritma 50ml

1,2 – Dixloretanni olish 26-rasmda keltirilgan qurilmada oshiriladi. Qurilma yaxshi tortishga ega bo‘lgan shkafda yig‘iladi.

Diqqat! 1,2 – Dixloretan kuchli toksik modda. U organizmga teri qoplama orqali engil kirib, jigar, buyrak va boshqa a‘zolarida qaytmas o‘zgarishlarni chaqiradi. Shuning uchun 1,2 – dixloretan bilan tajribalar o‘tkazishda zaharli moddalar bilan ishlash qoidalariga qat’iy rioya qilish lozim.

Tajribani boshlashdan ilgari qurilmaning barcha birikish elementlarining germetikligini, yig‘ilishining ishonchligini va to‘g‘riligini tekshiriladi.

Reaktor diametri 28 mm va balandligi 200 mm bo‘lgan shisha kolonkadan iborat. U issiqbardosh shishadan tayyorlangan bo‘lib, sovitishga mo‘ljallangan “ko‘ylak” 9 bilan, shlif birikma 10 ni ikki tomog‘i – biri barbotyor uchun, ikkinchisi termometr uchun mo‘ljallangan. Chiqarib yuborish quvurchasi 11 va reaksiya massani to‘kib olish uchun jo‘mrak 12 mavjud.



26-Rasm. 1,2 – Dixlorethan olish qurilmasi:

1, 2-ignasimon ventillar; 3-gidravlik zatvor; 4-ehtiyot sklyankalari; 5-reometrlar; 6-barbatyor; 7-reaktor; 8-termometr; 9-“ko‘ylak” ; 10-shlifli birikma; 11-chiqarib yuborish quvurchasi; 12-jo‘mrak.

Barbotyor o‘rniga o‘rnatilgan voronka orqali reaktorga 40ml 1,2 – dixlorethan quyiladi, suvsiz temir xloriddan 0,5 g yuklanadi va yana 30 ml 1,2 – dixlorethan solinadi. Barboterni o‘z o‘rniga o‘rnatiladi, etilenni 200 ml/min tezlikda berish ulanadi, so‘ng esa xlor 180 ml/min tezlikda beriladi. Xlorni berish bahyasini tajribani boshlanishi deb qabul qilinadi.

Reaksiyon massaning harorati 45°C ga yetishi bilan reaktor “ko‘ylagi” ga ehtiyotlik bilan suv beriladi. Suv berish tezligi shunday sozlanadiki, bunda reaktor harorati 40°C ga yaqin bo‘lib tursin. Tajriba davomida gazlarning tezligi va reaktordagi harorat qat’iy ushlab turilishi lozim. Tajribaning davomida (3-4soat) – reaktorda suyuqlik hajmi taxminan 40% (ko‘zda chamalab aniqlanadi) gacha ko‘tarilishi kerak. Tajriba tugagach avval xlor berilishi to‘xtatiladi, so‘ng esa etilenni va o‘sha zahoti reaktordan gaz tarmog‘i uzib qo‘yiladi (reaksiyon massani ushbu liniyalarga so‘rilishini oldini olib). Reaktor “ko‘ylagi” ga suv berish to‘xtatiladi, reaktordagi modda 150 ml sig‘imli o‘lchov silindriga quyib olinadi. Tajriba davomida yig‘ilgan 1,2-dixloretanni miqdori aniqlanadi (ml da yoki g da). O‘tkazilgan xlor va etilenni miqdori hisoblanadi. 1,2 – Dixloretanni chiqishi (xlor bo‘yicha) va etilenni konversiya darajasi hisoblanadi.

Reaksiyon massa 200 ml sig‘imli ajratgich-voronkaga quyib olinadi, birin-ketin 50ml sovuq suv bilan 50ml 5%-li NaOH eritmasi bilan va yana 50ml suv bilan yuviladi.

1,2 – Dixloretan suvdan ajratiladi, suvsiz kalsiy xlorid ustida 2-soatdan kam bo‘lmagan vaqtda quritiladi va shisha nasadkali rektifikatsion kolonnada haydaladi. Olingan toza 1,2 – dixloretanni massasi, sindirish ko‘rsatkichi, zichligi, molli refraksiyasi va tozalash jarayonida yo‘qotilgan 1,2 – dixloretanni miqdori aniqlanadi. Tajriba va hisoblash natijalari quyidagi tartibda yozib qo‘yiladi:

Reaksiyaga berildi

1,2 – dixloretan, g.....

xlor, l.....

etilen, l.....

Reaksiyon massa olindi (1,2 – dixloretan – “xom”), g.....

1,2 – Dixloretan ajratib olindi, g.....

Etilenni konversiya darajasi, %

1,2 – Dixloretanni chiqish miqdori (xlor bo‘yicha), % (mol.)....

1,2 – Dixloretanni tozalashdagi yo‘qotishlar:

g.....

% (mass.).....

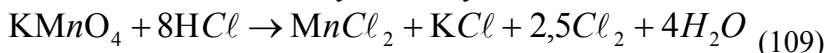
Olingan mahsulotning karakteristikasi

Ko'rsatkich	Tajriba ma'lumoti bo'yicha	Adabiyot(yo ki hisoblash) ma'lumotlari
Qaynash harorati, $^{\circ}\text{C}$ (MPa) d_4^{20} Nisbiy zichligi, Sindirish ko'rsatkichi, n_D^{20} Molli refraksiya MR_D		

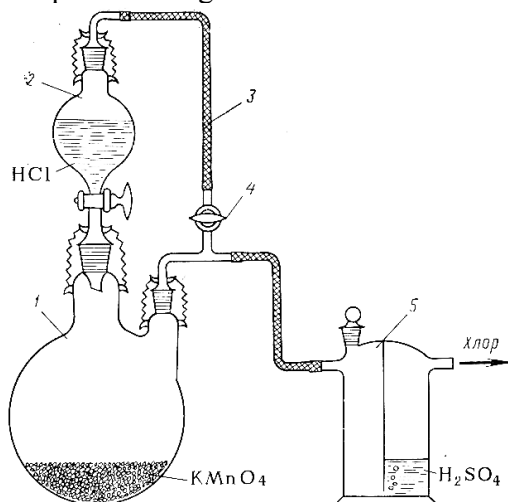
Tajriba natijalari tahlil qilinadi va bajarilgan ish bo'yicha o'z xulosalari shakllantiriladi.

XLOR OLISH QURILMASI

Laboratoriyada xlorli ballon yo'qligida kaliy permaganatni vodorod xlorid bilan reaksiyasidan foydalanib xlor olinishi mumkin:



Xlorli olish qurilmasining sxemasi 27-rasmda ko'rsatilgan.



27-Rasm. Xlor olish qurilmasi:

1-reaktor; 2-tomchilash voronkasi; 3-tenglashtirish tizimi; 4-uch yo'lakcha jo'mrak bilan; 5-Tishenko sklyankasi.

Qurilma reaktor 1, tomchilash voronkasi 2, tenglashtirish liniyasi, uch yo‘lakcha (jo‘mrak bilan) va Tishenko sklyankasi 5 dan tashkil topgan. Reaktor issiqbardosh shishadan tayyorlangan bo‘lib, hajmi 1 litr ikki bo‘g‘izli yumaloq tubli kolbadan iborat.

Xlor olish qurilmasini havoni amalda so‘rib oluvchi shkaf ostida etilenni xlorlash qurilmasi yonginasida yig‘iladi.

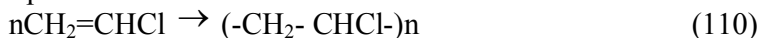
Diqqat! Tajribani rezina qo‘lqopda zaharli moddalar bilan ishlash qoidalariga qat’iy amal qilgan holatda bajariladi.

Qurilma barcha birikmalari yig‘ilishining to‘g‘riligi va germetikligi tekshirilgandan so‘ng, reaktorga quruq $KMnO_4$ ning hisob qilingan miqdori solinadi, tomchilash voronkasiga konsentralangan xlorid kislota quyiladi, himoyalash sklyankasiga esa-konsentrlangan sulfat kislota solinadi. Tenglashtiruvchi liniyani tomchilash voronkasi bilan xlor liniyasini – etilenni xlorlash qurilmasiga ulanadi va uch yo‘lkachali jo‘mrak ochiladi. Xlor ajralib chiqish tezligini xlorid kislotani kaliy permanganatga tushish tezligi bilan sozlanadi. Agarda tomchilash voronkasiga bir-bor joylangan xlorid kislotaning miqdori tajribani yakunlash uchun etmasa, uning miqdori zahira hisobiga tajriba vaqtida to‘latiladi. Buning uchun tomchilash voronkasi va uch yo‘lkachali jo‘mraklari yopiladi, so‘ng esa tomchilash voronkasiga xlorid kislota quyiladi.

B. Dixloreanni –1,2 ni termik parchalab vinilxlorid olish

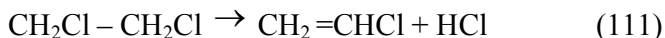
Vinilxlorid termoplastik polimer materiallar olish uchun eng zaruriy monomerlar qatoriga kiradi. U asosan polivinilxlorid olish uchun ishlatiladi. Polivinilxlorid asosida plyonkalar, varraq materiallar, quvurlar, terini almashtiruvchi sintetik mahsulotlar, plastinkalar, sintetik tolalar va boshqalar ishlab chiqariladi.

Vinil xlorid- $CH_2 = CHCl$ rangsiz gaz, kondensatlanish harorati minus $-13,9^{\circ}C$. Peroksidlar ishtirokida polimerizatsiyalanganida polivinilxloridni beradi:



U 1,1,2-trixlorean, vinilidenxlorid, metilxloroform sintezida oraliq mahsulot bo‘lib ham xizmat qiladi.

Xlor hosilali moddalarning parchalanish reaksiyalari yanada ahamiyat kasb etmoqda. Ulardan dixloretanni -1,2 ni degidroxlorlash eng yengil amalga oshadi:



Galogenorganik mahsulotlar ishlab chiqarish ko'lamida juda kattadir. Masalan, AQSH da yiliga dixloretan -1,2 6,5 mln.t. ga yaqin, vinilxlorid 3mln.t dan ortiq va tetraxlorometan, uch- va tetraxloretilen, tri-xloretan-1,1,1 (metilxloroform), dixlorometan (metilenxlorid) lar 200-400 ming t. dan ishlab chiqarilmoqda.

Galogenli hosilalar uch asosiy yo'llar bilan olinadi: o'rin olish, birikish va parchalash reaksiyalari bilan.

Xlor hosilali moddalarni parchalash, xususan 1,2-dixloretanni degidroxlorlab vinilxlorid olish termik yo'l bilan amalga oshiriladi. Vinilxlorid olishning boshqa usullari- atsetilenni gidroxlorlash, etilen va etan aralashmasini xlorlashning yangi kombinirlangan va o'zaro birlashtirilgan jarayonlari ishlab chiqilgan va ishlab chiqarishga joriy qilingan. So'nggi jarayon xlor hosilalarini termik yoki termokatalitik va oksidlab xlorlash reaksiyalariga asoslangan.

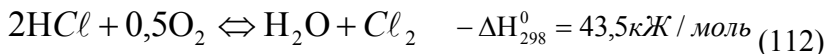
Ularning paydo bo'lishi olinayotgan mahsulotning quyidagi yo'llar bilan arzonlashtirilishini ko'zda tutgan:

1. Kimyoviy reagent (NaOH) yordamida HCl ni ajratishni termik degidroxlorlash bilan almashtirish;
2. Qimmatroq bo'lgan organik xomashyoni, masalan atsetilenni etilen va etanga almashtirish;
3. O'rin almashinishli xlorlash jarayonida hosil bo'ladigan HCl dan to'laqonli foydalanish (xlorning yarmi HCl holida ajralib chiqadi);
4. Yonaki hosil bo'ladigan polixloridlar va boshqa chiqindilarni qimmatli xlororganik mahsulotlarga aylantirish, bu esa atrof-muhit muhofazasi muammolarini ham bir vaqtning o'zida echadi;
5. Reaksiyalarni kombinirlab va o'zaro bog'lab kapital sarf-harajatlarni pasaytirish.

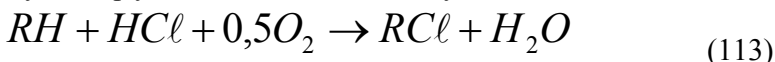
Yuqorida aytib o'tilgandek, organik moddalarning xlorli xosilalarini olishda ko'p va ortiqcha miqdorda HCl hosil bo'ladi. Yonaki NCl ning hosil bo'lishi xlororganik ishlab chiqarish iqtisodiyotiga salbiy ta'sir qilib, u oksidlab xlorlash (yoki oksixlorlash) reaksiyalari hisobiga ijobiy echiladi.

OKSIDLAB XLORLASH

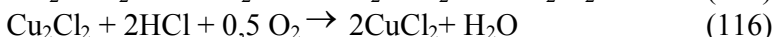
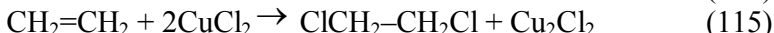
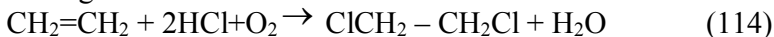
Ushbu jarayon asosida ma'lum Dikon reaksiyasi yotadi:



Reaksiya ekzotermikligi bois uning muvozanati harorat pasayganda o'ng tomonga siljiydi. Ammo hozircha mavjud $CuCl_2$ asosidagi katalizator faqat 200-400°C da ishlashga qodir. Ushbu sharoitlarda xlorldash reaksiyalari ketadi, ikkala jaryonni bir apparatda birga olib borish esa HCl va O_2 yordamida oksidlab xlorldash reaksiyasini qaytmas bo'lishini ta'minlaydi:



Ushbu jarayonni metan, etilen, benzollar uchun qo'llash mumkin. Etilenni 210-280°C da oksidlab xlorldashda xlorni qo'shbog' bo'yicha birikishi amalga oshadi (o'rin almashinish emas). Ushbu xol uchun xlorldash xlor bilan emas, HCl va O_2 ta'sirida regenerirlanuvchi $CuCl_2$ bilan amalga oshadi:



Ko'rinishdan kislorod Cu_2Cl_2 ni mis (II) oksixloridlarga oksidlaydi, HCl yordamida ular $CuCl_2$ ga o'tadilar.

Oksixlorlash katalizatorlari yoyuvchi (pemza, korund, alyumosilikat) ga tuzlarni shimdirib, ketidan quritib tayyorlanadi. Ularning asosiy komponenti mis (II) xlorid bo'lib, uchuvchanlikni pasaytirish uchun $CuCl_2$ bilan kompleks hosil qiluvchi KCl qo'shiladi. Turli modifikatorlar shu jumladan kamyob er elementlari taklif etilgan.

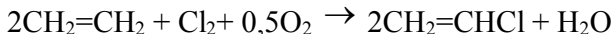
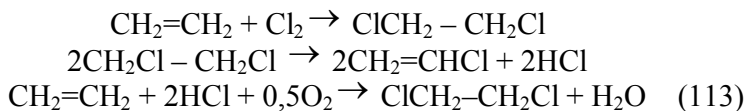
Jarayonning o'ziga xos ahamiyatli xislati – uning ekzotermikligidir, bu esa reaktorda kerakli issiqlik almashinishni tashkil qilishni talab qiladi. Eng ko'p qo'llaniladigan reaktor psevdosuyultirilgan katalizatorli; ularga sovuq reagentlar beriladi, ortiqcha issiqlik esa ichki issiqlik almashtirgich bilan yechib olinadi.

Statsionar qatlam katalizatorli reaktor (masalan, atsetilenni gidroxlorlashda ishlatiladigan qobiq-quvurli) ham qo'llaniladi.

Oksidlovchi sifatida odatda havo qo'llaniladi. Texnik kislorod ham qo'llash tavsiya etiladi. Odatda kislorod taxminan 5% mo'lroq olinadi (HCl ni oksidlashga lozim bo'lgan stexiometriyaga nisbatan). HCl va kislorodning konversiya darajasi 80-90% ga etadi. Ilk uglevodorodning 2-5% i CO₂ ga aylanib yonib ketadi.

V. Etilendan vinilxlorid sintezi texnologiyasi

Oksidlab xlorldashni o'z ichiga olgan jarayonlardan eng ahamiyatlisi - vinilxloridni etilendan ishlab chiqarish balanslangan usulidir. U quyidagi uch jarayonlarning kombinatsiyasidir: etilenni to'g'ridan -to'g'ri 1,2-dixloretanga additiv xlorldash; 1,2-dixloretanni vinilxloridga termik degidroxlorlash; degidroxlorlashda hosil bo'luvchi HCl yordamida etilenni 1,2-dixloretanga oksidlab xlorldash:



Natijada etilen, xlor va kisloroddan vinilxlorid hosil bo'ladi, bunda xlorning hammasi sarflanadi va HCl hosil bo'lmaydi. Ushbu usul qimmatbaho atsetilenni qo'llashni chetga chiqaradi va hozirgi vaqtda vinilxlorid sintezining eng iqtisodiyidir; olinadigan monomerning tannarxi atsetilenni gidroxlorirlash usulidagiga nisbatan 25-30% ga pasayadi.

Jarayonning texnologik sxemasi 28-rasmda qo'rsatilgan.

Etilenni to'g'ridan -to'g'ri 1,2-dixloretangacha xlorldash kolonna tipli xlorator 1 da olib boriladi: bu erga xlor va etilen mos holdagi barbotyorlar orqali beriladi. Kolonnada katalizator (FeCl₃) erigan suyuqlik sathi doimiy qilib saqlab turiladi. Reaksiya issiqligi 1,2-dixloretanni bug'lanishi hisobiga chiqarib yuboriladi; uning bug'lari kondensator-sovitgich 2 da kondensirlanadi. Kondensat yig'gich 3 ga tushadi, u yerdan uning bir qismi kolonnaga xloratorni normal issiqlik

rejimini ta'minlash uchun va suyuqlik sathini doimiy ushlab turish uchun qaytariladi, qolgan qismi esa rektifikatsiyaga jo'natiladi. Yig'ich 3 da qoldiq gazlar kondensatdan ajraladi va 1,2-dixloretni yo'qotilishlarini oldini olish maqsadida sovitgich 2 da tuz eritmasi bilan sovutiladi, tozalashga yuboriladi va so'ng atmosferaga chiqarib yuboriladi.

Oksidlash bosqichi 0,5 MPa bosim ostida 260-280°C da psevdosuyultirilgan qatlamli katalizatorli reaktor 5 da olib boriladi. Etilen, retsirkulyasiyalanuvchi gaz va vodorod xlorid avvaldan quvurda aralashtiriladi, so'ng aralashtirgich 4 da ularga texnik kislorod qo'shiladi. Reaktor 5 da ajralib chiqayotgan issiqlik bosim ostidagi suv kondensatini bug'lanishi hisobiga olib ketiladi; natijada texnologik suv bug'i olinadi. Reaksiyaga kirishmagan etilen, kislorod va vodorod xlorid hamda 1,2-dixloretni bug'lari va inert gaz qo'shimchalaridan tashkil topgan reaksiya gazlar sovitgich 6 da, sovitgich 7 orqali sirkulyasiyalanuvchi suv va 1,2-dixloretni aralashmasi bilan sovutiladi. Qisman sovutilgan gaz-bug' aralashmasi HCl va CO₂ dan qaynoq ishqorli skrubber 9 da tozalanadi va sovitgich 10 da tugal sovutiladi. Kondensatni gazdan ajratgich 11 da ajratiladi, so'ng retsirkulyasiyalanuvchi gaz (etilen, kislorod va inert moddalar) kompressor-13 bilan oksidlashga qaytariladi.

Ushbu gazning bir qismi inert qo'shimchalar yig'ilib qolmasligi uchun chiqib ketayotgan umumiy liniyasiga yo'naltiriladi va uchuvchan xlororganik moddalar ushlab qolingach va sanitar tozalangach atmosferaga chiqarib yuboriladi. Kondensat ajratgich 11dan ajratgich 12 ga boradi, bu yerda og'irroq 1,2-dixloretni suvdan ajraladi. Uni skrubber 9 dagi gazni tozalovchi NaOH ishqorini suyultirish uchun foydalaniladi, bu esa 1,2-dixloretni erishida yo'qotilishlardan qutildiradi.

Oksidlashda olingan 1,2-dixloretni suv bilan to'yingan bo'ladi, shuning uchun uni azeotrop quritish kolonnasi 14 da quritib olinadi (kolonna qaynatgich 15, kondensator-sovitgich 2 va ajratgich 12 bilan ta'minlangan).

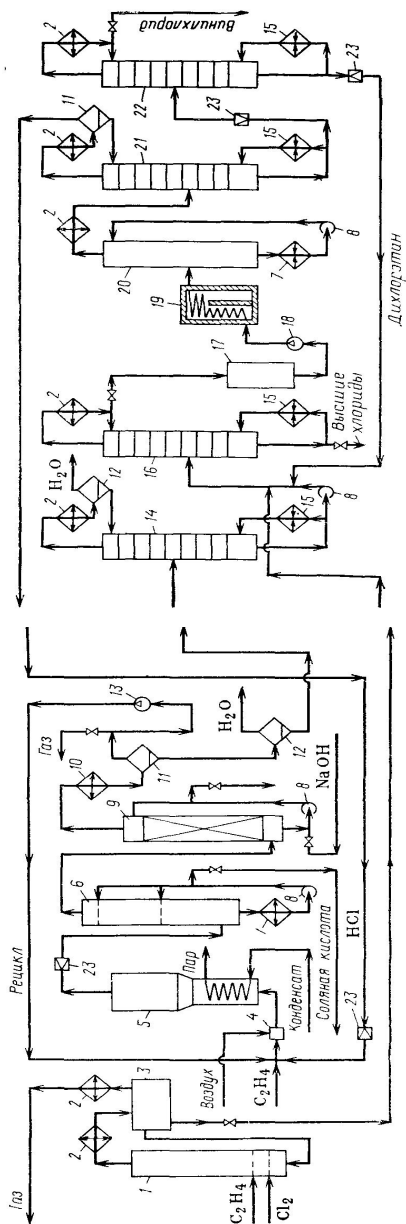
Bundan keyin 1,2-dixloretni ikkala oqimi to'g'ridan-to'g'ri oksidlash va oksidlash va pirolizda reaksiya kirishmagan bosqichlaridagilari birlashtirib yuboriladi. Rektifikatsion kolonna 16

da sig‘im 17 da yig‘iluvchi oliy xloridlardan yuqori tozalikdagi 1,2-dixloreten haydaladi.

1,2-Dixloreteni vinilxlorid va HCl ga pirolizi quvursimon pech 19 da 1,5-2,0 MPa va 500⁰C da olib boriladi. Reaksiya gazlar sovitgich 20 da sirkulyatsiyalanuvchi 1,2-dixloreten bilan so‘ng suv bilan kondensator-sovutgich 2 da sovitiladi, so‘ng aralashma qaynatgich, kondensator-sovutgich va ajragich 11 bilan jihozlangan rektifikatsion kolonna 21 ga kiradi. Kolonnadagi bosim HCl ni flegma holida kondensirlanishini, mahsulotni HCl dan samarali tozalashni ta‘minlaydi va mahsulotni quruq toza ko‘rinishda olinishi erishiladi. Ushbu gaz holidagi HCl so‘ng oksixlorlashga yo‘naltiriladi. Vinilxlorid va reaksiyaga kirishmay qolgan 1,2-dixloreten tarkib topgan kub suyuqligi kolonna 22 ga jo‘natiladi, bu yerda bosim ostidagi sharoit vinilxloridning kondensatsiyasini ta‘minlaydi. Uni reaksiyaga kirishmay qolgan haydab yuboriladi va rektifikatsiyaga qaytariladi.

Olingan vinilxlorid 99,9% tozalikka ega va keyingi polimerizatsiyaga yaroqlidir.

Oksixlorlash va xlorli hosilalarni parchalash birga amalga oshiriluvchi samarali jarayonlar ham ishlab chiqilgan.



28-Рasm. Винилхлоридни kombinirlangan sxema bo'yicha sintezi texnologik sxemasi:

1-xlorator; 2-kondensator-sovitgichlar; 3-yig'gich; 4-aralshirgich; 5-reaktor; 6,20-bevosita
 ralashtirish sovitgichlari; 7,10-sovitgichlar; 8-sirkulyasion nasos; 9-skrubber; 11,12-ajratgichlar; 13-
 compressor; 14-quritgich kolonna; 15-qaynatgichlar; 16,21,22-rektifikatsion kolonnalar; 17-sig'im;
 18-nasos; 19-quvursimon pech; 23-drosselli ventli.

Ftorlash jarayoni

Organik modda molekulariga fluor atomlarini kiritish reaksiyalari ichida sanoat ahamiyatiga egalari quyidagilar:

1. Molekulyar fluorini va oliy valentlik holatida bo'lgan ayrim metal fluoridlari (CoF_3 , AgF_2); bunda asosan organik birikmadagi vodorodni fluor bilan o'rin almashishi amalga oshadi.

2. Vodorod fluoridni metal atomi normal valentlik holatida bo'lgan o'z tuzlariga (AgF , HgF_2 , SbF_3) ta'siri; bunda asosan xlor atomlari fluorga almashadi va fluororganik birikmalar olishning oraliq bosqichlari xlororganik sintezdir.

Freonlar (xladonlar)

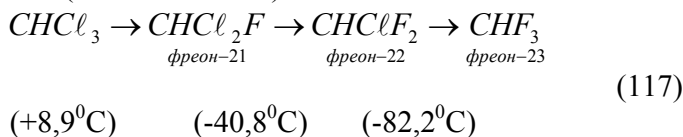
Freonlar deb metan va etanlarni fluorxlor xosilalariga aytiladi. Bular gaz holatdagi moddalar yoki kuchsiz xidga ega bo'lgan, juda kam toksik va mutlaqo yonmaydigan quyi qaynar suyuqliklardir. Bunday xususiyat ularga sovitish mashinalarida sovitish agenti sifatida keng qo'llanilishni ta'minladi. Freonlarni ahamiyatli qo'llanilish oblasti – ayrim moddalarni aerosol changitishdir. Freonlar fluorolefinlar ishlab chiqarishda oraliq mahsulotlar hamdirlar.

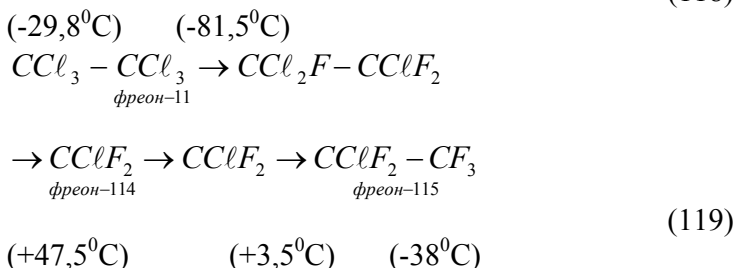
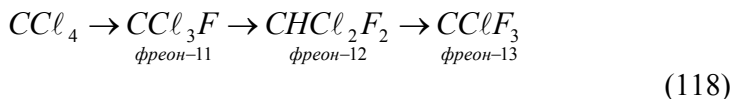
Freonlar uchun kimyoviy tarkibga mos keluvchi qiqartirma nomlar belgilangan (freon-12, freon -113 va shu kabilar).

So'ngi raqam fluor atomlari sonini ko'rsatadi, o'ngdan 2-raqam vodorod atomlari sonidan bitta ortiq sonni, chapdan birinchi raqam esa molekuladagi uglerod sonidan bitta kam sonni.

Masalan, freon-12 da ikkita fluor atomi bor, vodorod yo'q va bir uglerod atomi bor, bu esa CCl_2F_2 formulani beradi. Freon-113 etanni $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$ xosilasini ifodalaydi va shu kabilar.

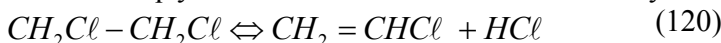
Ahamiyatli freonlar sanoatda xlorini fluor bilan quyidagi moddalar xloroform, tetra-xlorometan, tetra- penta- va geksaxloroetan va metilxloroform asosida oladilar. Quyida ayrim freonlarning nomi va qaynash (kondensatlanish) haroratlari atmosfera bosimida keltirilgan:





Texnikada eng katta ahamiyatga egalari freon-12, freon-22 va freon-113. Chuqur sovitishda quyi qaynovchi freon-13 va freon-23 lar qo'llaniladi.

Vinilxlorid olish turli uslublari ichida 1,2-dixloreanni termik parchalash usuli eng ko'p qiziqish uyg'otadi. 1,2-Dixloreanni termik parchalanishi qaytar muvozanatli va endotermik reaksiyadir:



400⁰C dan yuqori haroratlarida muvozanat to'liq vinilxlorid hosil bo'lish tomoniga siljigan va degidroxlorlash reaksiyasi amalda qaytmas bo'lib qoladi. 1,2-Dixloreanni termik parchalanish reaksiyasi mexanizmi radikal-zanjirdir:

Zanjirni uzilishi degidroxlorlash zanjirini o'sishiga javobgar bo'lgan radikallarni rekombinatsiyasi natijasida amalga oshadi.

Sanoatda 1,2-dixloreanni vinilxloridga termik parchalanishi yoqilg'i gazlar bilan 500⁰C ga yaqin haroratda va 1,5-2,0 MPa bosimda qizdiriluvchi quvursimon pechlarda amalga oshiriladi. Bosim jarayonni intensivlashtiradi va vinilxloridni reaksiya mahsulotlaridan ajratib olishni osonlashtiradi.

Ishdan maqsad

Harorat va kontakt vaqtini 1,2-dixloreanni konversiya darajasiga va jarayon selektivligiga ta'sirini o'rganish.

Ishning bajarilishi

Reaktivlar:

Azot (ballondan)

1,2-Dixloetan $\approx 260\text{g}$

Natriy gidroksid, 5% -li suvli eritma, 400ml

1,2-Dixloetanni vinilxloridga termik parchalash sxemasi 29-rasm ko'rsatilgan sxemada keltirilgan. Qurilmani yaxshi so'rishga ega bo'lgan shkaf ostida yig'iladi.

Diqqat! Zaharli moddalar bilan ishlash qoidalariga qat'iy rioya qilinsin.

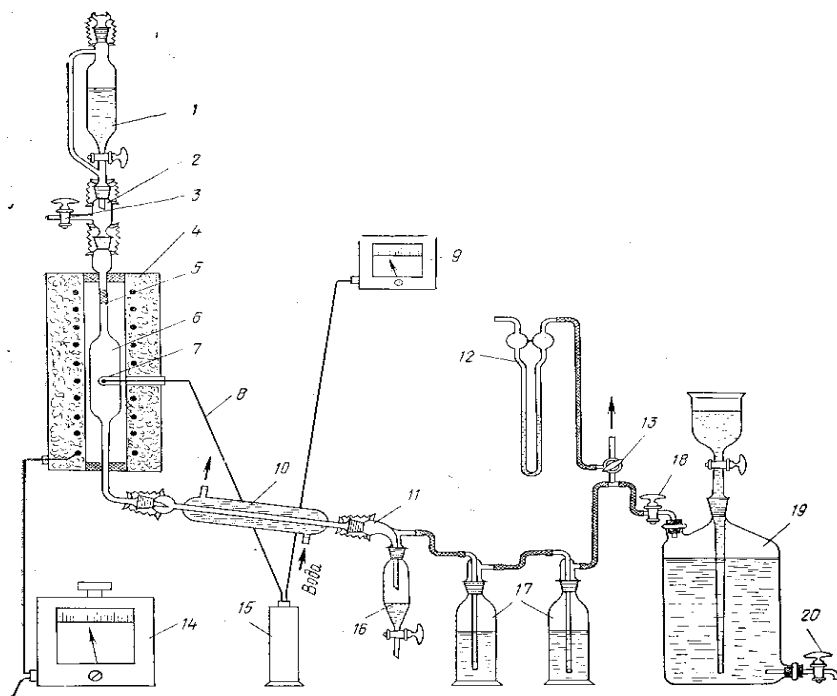
Qurilma tomchilash voronkasi (yoki mexanik dozator) 1, o'tkazgichlar 2 va 11, elektropech 4, reaktor 6, termopara 8, millivoltmetr 9, sovutgich 10, monometr 12, uch yo'lkali jo'mrak 13, avtotransformator 14, muzli "hammom", ajratgich 16, yutib qoluvchi sklyankalar 17 va gazometr 19 dan iborat. Tajriba oldidan yig'ish qurilmaning barcha ulanmalarini ishonchligi va germetikligi tekshiriladi.

Reaktor kengaytirilgan reaksiyon zonasi diametri 18mm va balandligi 70mm bo'lgan kvars quvurchadan iborat bo'lib, unga kirish quvurcha diametri 8mm, chiqishini 6mm dan iborat. Reaktor kvars nasadkani ushlab turish bo'rtiqlaridan va termopara "cho'ntak" 7 dan uchun iborat. Nasadka o'lchamlari 3x3mm, qatlamning balandligi - 15mm atrofida.

Haroratni va kontakt vaqtini konversiya darajasiga ta'sirini izlanishlarini olib borish uchun tajribalarni ikki seriyada o'tkazadilar. Birinchi seriyada doimiy harorat (560°C) da 1,2-dixloetanni berish hajmiy tezligini o'zgartiladi (5, 10, 20 va 30 soat⁻¹). Ikkinchi seriyada doimiy hajmiy tezlikda (15 soat⁻¹ da) reaksiya haroratini o'zgartidilar (540 , 560 va 580°C).

Reaktor kengaytirilgan reaksiyon zonasi diametri 18mm va balandligi 70mm bo'lgan kvars quvurchadan iborat bo'lib, unga kirish quvurcha diametri 8mm, chiqishini 6mm dan iborat. Reaktor kvars nasadkani ushlab turish bo'rtiqlaridan va termopara "cho'ntak" 7 dan uchun iborat. Nasadka o'lchamlari 3x3mm, qatlamning balandligi - 15mm atrofida.

Haroratni va kontakt vaqtini konversiya darajasiga ta'sirini izlanishlarini olib borish uchun tajribalarni ikki seriyada o'tkazadilar. Birinchi seriyada doimiy harorat (560°C) da 1,2-dixloreanni berish hajmiy tezligini o'zgartiladi ($5, 10, 20$ va 30 soat $^{-1}$). Ikkinchi seriyada doimiy hajmiy tezlikda (15 soat $^{-1}$ da) reaksiya haroratini o'zgartidilar ($540, 560$ va 580°C).



29-Rasm. 1,2-Dixloreanni termik parchalash qurilmasi:

1-tomchilash voronkasi; 2,11-o'tkazib yuborgichlar; 3,18,20-jo'mraklar; 4-elektropech; 5-ulagich; 6-reaktor; 7-termopara uchun "cho'ntak"; 8-termopara; 9-millivoltmetr; 10-sovitgich; 12-suvli monometr; 13-uch yo'lkali jo'mrak; 14-avtotransformator; 15-muzli "hammom"; 16-ajratgich; 17-yutuvchi sklyankalar; 19-gazometr.

Tomchilash voronkasini (yoki mexanik dozatorni) graduirlash 1,2-dixloreanni berilgan hajmiy tezliklarida va reaktoring hajmida (18

ml) amalga oshiriladi va o'lchash natijalarini quyidagi jadvalga (28-jadval) yozib qo'yiladi:

28-jadval

1,2-Dixloretanni berish hajmiy tezligini, soat ⁻¹	1,2-Dixloretanni berish tezligi, ml/min
5	
10	
15	
20	
30	

Gazometrni graduirlanadi va uni natriy xloridning to'yingan eritmasi bilan to'ldiriladi. Jo'mrak 20 ostiga zatvor suyuqligini yig'ish uchun stakan qo'yiladi. Yutib oluvchilar 17 ga 100 ml dan natriy gidrooksidning 5% -li suvli eritmasi quyiladi. Termoparaning sovuq uchi muz. "hammomi" 15 ga joylashtiriladi. Tomchilash voronkasida 200 ml xlor bilan to'yintirilgan 1,2-dixloretan quyiladi. Uch yo'lkali kran atmosfera bilan birlashtiriladi va kran 3orqali qurilma 10 minut mobaynida izot bilan puflanadi (200 ml/min tezlikda uni berib). So'ng reaktor isitishga ulanadi va suvni sovitgichga yuboriladi.

Reaktorda berilganharoratga erishilgach (avtotransformator bilan sozlab yoki termoregulyator bilan $\pm 5^{\circ}\text{C}$ anqlikda) uch yo'lakchali kran atmosferaga ochiq bo'lgan holatda hisob qilingan tezlikka 1,2-dixloretan berila boshlaydi. Barqaror ishlashning dastlabki 10 minutidan so'ng kran 20 biroz ochiladi, ajratgichdagi kondensat to'kib tashlanadi, uch yo'lkali kran gazometrga burab o'tkaziladi va kran 18 ochiladi. Kran 18 ochilishi bilan bir vaqtda sekundomer tugmasi bosiladi (reaksiyaning boshlanishi). Gazometrda oqib chiqayotgan zatvor suyuqligining tezligini kran 20 bilan shunday sozlanadiki, bunda qurilmadagi atmosferaga teng bo'lgan bosim doimiy bo'lib tursin.

Tajriba gazometrda 1,0-1,5l gaz yig'ilguncha olib boriladi. So'ng kondensat ajratgichdan avvaldan texnik tarozida tortib qo'yilgan 50ml hajmli kolbaga quyib olinadi. Bir vaqtning o'zida kran 20 yopiladi va sekundomer to'xtatiladi (reaksiya tugashi). Sistema uch yo'lkali kran orqali atmosfera bilan ulanadi, ajralib chiqqan gaz hajmi belgilanadi va o'sha zahoti keyingi tajribani bajarishga kirishiladi (qurilma ishini to'xtatmay).

Diqqat! Tajriba xatoliklarini minimumga olib kelish uchun kondensat olishni, gaz oqimini boshqa liniyaga o'tkazishni sekundomerni ishga tushirish va to'xtatishlar operatsiyalarini iloji boricha tezroq bajarish lozim.

Boshqa tajribalarni xuddi shunday metodika bo'yicha olib boriladi, faqat tajriba parametrlari o'zgartiriladi.

Har bir tajriba uchun qurilmadan o'tkazib yuborilgan 1,2-dixlorethan va uning reaksiyaga kirishmay qolgan hajmi xosil bo'lgan vinilxloridning hajmi aniqlandi. Ajratgichdagi kondensatni hisoblashlarda uni reaksiyaga kirishmay qolgan 1,2-dixlorethan deb qabul qilinadi, gazometrdagi gaz esa – vinilxlorid deb. Reaktordagi berilgan 1,2-dixlorethan mollari soni N quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$N = \frac{1,252V}{99} \quad (121)$$

bu yerda 1,252 – 1,2-dixlorethan zichligi; V –reaktorga berilgan 1,2-dixlorethaning hajmi (normal sharoitga keltirilgandagi), ml; 99 –1,2-dixlorethan molekulalar massasi.

Ajratib olingan vinilxloridning hajmini normal sharoitlarga keltiriladi va uning massasi aniqlanadi. Ishning bajarilishi davomida va hisoblashlar natijasida olingan natijalar quyidagi 29-jadvalga kiritiladi.

29-jadval

Harorat , °S	1,2-Dixloretanni berish hajmiy tezligi, soat ⁻¹	Tajriba davomiyligi, min.	1,2- dixloretanni massasi				Xosil boʻlgan vinilxloridni massasi		Konve rsiya darajasi, % (mol)
			oʻtkazilgan niki		Reaksiyaga kirishmay qolganniki				
			g	mol	g	mol	g	mol	
560	5								
560	10								
560	20								
560	30								
540	15								
560	15								
580	15								

Olingan ma'lumotlar asosida quyidagi bog'liqlik grafigi: 1,2-dixlorethan konversiya darajasi – harorat va uning berish hajmiy

tezligi quriladi. Tajribalar natijalari tahlil qilinadi va bajarilgan ish bo'yicha o'z xulosalari shakllantiriladi.

Nazorat savollari

1. Etilenni xlorldashni qanday usullarini bilasiz?
2. Organik birikmalarni xlorldash mexanizmi?
3. Etilen orqali dixlorethan olish.
4. Laboratoriyada xlor olish qurilmasining ishlash prinsipi.
5. Dixlorethan-1,2 dan vinil xlorid olish.
6. Etilenni oksidlab xlorldash jarayoni ximizmi.
7. Etilendan vinil xlorid sintez qilish texnologiyasi.
8. Sanoat ahamiyatiga ega bo'lgan ftorldash jarayonlari.
9. Freonlar haqida ma'lumot bering!

Adabiyotlar

1. Turobjonov S.M., Azimov O.G'., Obidov B.O. Neftkimyoviy sintez asoslari.-T.: ToshDTU, 2005. – 162 s.
2. Адельсон С.В., Вишнякова Т.П., Паушкин Я.М. Технология нефтехимического синтеза.- М.: Химия, 1985. – 608 с.
3. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза. – М.: Химия, 1998. – 592 с.
4. Арутюнов В.С., Крылов О.В. Окислительные превращения метана. –М.: Наука, 1998. -361 с.
5. Шелдон Р.А. Химические продукты на основе синтез-газа. –М.: Химия. 1987, - 248 с.
1. Брагинский О.Б., Шлихтер Э.Б. Перспективы химической переработки природных газов. Обзорная информация. – ЦНИИТЭнефтехим, 1991, вып.6. -62 с.
2. Новые процессы органического синтеза / Под ред. С.П. Черных. – М.: Химия, 1989. -400 с.
3. Газохимия в XXI веке. Проблемы и перспективы: Сборник научных трудов / Под ред. А.И. Владимирова, А.Л.Лапидуса. – М.: ГУП издательство “Нефть и газ” РГУ нефти и газа им. И.М. Губкина, 2003. -288 с.
4. Н.А. Плате, Е.В. Сливинский. Основы химии и технологии мономеров. Учебное пособие. – М.: Наука / Интерпериодика, 2002, - 696 с.

ILOVA.

Fizik – kimyoviy kattaliklar va xalqaro sistema (SI) birliklari

Kattalik	SI birligi
Atom massasi (nisbiy), A_r	Massaning atom birligi, a. e. m.
Ichki energiya,	Joul, J
To‘lqin soni, V	Metr minus birinchi darajada, m^{-1}
Vaqt, τ	Soniya, s
Bosim, r	Paskal Pa
Dipol momenti, μ	Kulon – metr, Kl*m
Dialektrik ... (nisbiy) ε_r	-
Uzunlik, l	Metr, m
To‘lqin uzunligi, λ	Metr, m
Impuls, ρ	Kilogramm – metr soniya, $kg \cdot m/s$
Modda miqdori, n	Mol, mol
Harakat miqdori (impulsga qarang)	-
Issiqlik miqdori, Q	Joul, J
Elektr miqdori, q	Kulon, Kl
Magnit momenti, μ	Amper – kvadrat metr, $A \cdot m^2$
Massa, m	Kilogramm, kg
Massaviy ulush, ω	-
Massaviy konsentratsiya, ρ	Kilogram kub metrغا, kg/m^3
Molekulyar massa (nisbiy), M_r	Massaning atom birligi, a. e. m.
Mol (molyar) ulush, χ	-
Mol (molyar) massa, M	Kilogramm molga, kg/mol
Molli (molyar hajm), V_m	Metr kub metr, m^3/mol
Molyal konsentratsiya, S_m	Mol kilogrammga, mol/kg
Molyar konsentratsiya, S	Mol metr kubaga, mol/m^3
Quvvat, R	Vatt, Vt
Hajm, V	Metr kuba, m^3
Hajmiy ulush, ν	-
Davr, T (vaqtga qarang)	-
Zichlik, ρ	Kilogramm metr kubga, kg/m^3

Nisbiy zichlik, d	-
YUza, A (S)	Metr kvadrat, m ²
Sirt taranglik, δ	Joul metr kvadratga, J/m ²
Ish, W (A)	Joul, J
1 sut (sutka)	8,64 * 10 ⁴ s,
1 yil (yil)	365,242 sut = 3,1557 * 10 ⁷ s.
Bosim birliklari: 1 atm (fizik atmosfera, belgilangan) 1mm.sim.ust (millimetr simob ustuni, belgilangan) 1 Torr (torr, belgilangan) 1 at (texnik atmosfera, bel) 1 kgs/m ² (kilogramm-kuch metr kvadratga, bel) 1mm.suv.ust. (millimetr suv ustuni, belg)	1,01325 * 10 ⁵ Pa, 1,33322 * 10 ² Pa, 1,33322 * 10 ² Pa, 9,80665 * 10 ⁴ Pa, 9,80665 Pa, 9,80665 Pa
Dipol momenti birliklari: 1 D (debay)	3,33564 * 10 ⁻³⁰ Kl*m.
Uzunlik birliklari: 1 mk (mikron, belg.) 1 A° (angstrem, belg.)	1 * 10 ⁻⁶ m, 1 * 10 ⁻¹⁰ m.
Massa birliklari: 1 t (tonna) 1 kar (karat)	1 * 10 ³ kg, 2 * 10 ⁻⁴ kg.
Hajm birliklari: 1l (litr)	1 * 10 ⁻³ m ³ .
Tekis burchak birliklari: 1° (gradus) 1 (minut) 1 (sekund)	(r/180) rad = 1,745329 * 10 ⁻² rad, (r/10800) rad = 2,908882 * 10 ⁻⁴ rad, (r/648000) rad = 4,848137 * 10 ⁻⁶ rad.
Kuch birliklari: 1 kgs (kilogramm kuch, belg.) 1 din (dina, belg.)	9,80665 N 1 * 10 ⁻⁵ N.

Energija birliklari: 1 eV (elektronvolt) 1 kal_{ix} (termokimyoviy koloriya, belg.) 1 erg (erg, belg.) 1 $\text{kgs} \cdot \text{m}$ (kilogramm-kuch- metr, belg.) 1l*atm (litr-atmosfera, belg.) 1 Vt*soat (vatt-soat, belg.)	1,60215 * 10 ⁻¹⁹ J, 4,1840 J, 1 * 10 ⁻⁷ J, 9,80665 J, 3,60 * 10 ² J, 3,60 * 10 ³ J.
Entropiya birliklik: 1 e.v. (entropiyaviy birlik, belg.)	4,1840 J/K.

MUNDARIJA

Kirish.....	4
Umumiy nizomlar	5
Texnika xavfsizligi bo'yicha asosiy qoidalar	6
1-laboratoriya ishi. Uglevodorodli gazlarni kimyoviy qayta ishlash. Dastlabki mahsulotlar.....	17
A. Atsetilenning olinishi.....	18
B. Atsetilenni gidratatsiyalash usulida atsetaldegid olish.....	19
2-laboratoriya ishi. Uglevodorod xomashyosining termik va katalitik piroliz jarayonlari.	31
A. Uglevodorod xomashyoni termik piroliz bilan olefin uglevodorodlar olish.....	31
B. Uglevodorod xomashyoni katalitik piroliz bilan olefin uglevodorodlar olish.....	54
3-laboratoriya ishi. Spirlarni degidratatsiyasi.....	61
4-laboratoriya ishi. n – Butilenlarni butadien – 1,3 ga degidrlash....	71
5-laboratoriya ishi. Alkillash jarayonlari.....	85
A. Benzolni etilen bilan alkillash.....	86
B. Benzolni olefinlar (etilen, propilen) bilan alkillash	95
V. Fenolni KU – 2 kationitida izobutilen (yoki izobutilen spirti) bilan alkillash.....	99
6-laboratoriya ishi. Etilenni palladiy xlorid ishtirokida sirka aldegidga oksidlash.....	107
7-laboratoriya ishi. Metanni suv bug'i bilan konversiyalash.....	114
8-laboratoriya ishi. Propilenni sulfat kislota yordamida gidratatsiyalab izopropil spirt olish.....	119
9-laboratoriya ishi. Etilenni xlrlash usullari.....	130
A. Etilenni xlrlash usulida dixloretan olish.....	130
B. Dixloretanni termik parachalash usulida vinil xlorid olish...	137
V. Etilendan vinilxlorid sintezi texnologiyasi.....	140
Adabiyotlar ro'yxati.....	150
Ilova.....	151
Mundarija.....	154

Muharrir: Sidikova K.