

Инфрақызыл спектрін түсіру

Қажетті реактивтер, ыдыстар мен аспаптар:

«Satellite-FTIR» спектрометрі (Mattson фирмасы)

Өнімнің ИҚ-спектрін «Satellite-FTIR» (Mattson фирмасы) спектрометрінде Фурье-қайта түзілуімен 400-2500 см⁻¹ аймағында түсіріледі. Өнімнің функционалдық топтарына тән сіңіру жолақтарын анықтайды. Алынған спектрді әдебиеттік мәліметтермен салыстырады.

Реакция өнімдерін газды-сұйық хроматографиялық (ГСХ) анализдеу

Қажетті реактивтер, ыдыстар мен аспаптар:

ГС-хроматограф ЛХМ-72

Микрошприц (0,5 мкл)

Диэтил эфири

Хроматографиялау жағдайы. Жалында иондану детекторы. Тот баспайтын болаттан жасалған 260x0,3 см бағана, ол 3% ортофосфор қышқылының ерітіндісімен және 10% полиэтиленгликольадипинат ерітіндісімен ылғалданып, сіңірілген хромосорб-*W* (60-80 меш) қатты күйдегі тасымалдаушымен толтырылған. Термостат температурасын программалау 75-тен 160⁰С дейін 6⁰С/мин жылдамдықпен, газ-тасымалдаушы (гелий) жылдамдығы 50 мл/мин, қоспалар үшін сезімталдығы 1:1, α-бромизовалериан қышқылының этил эфири үшін 1:4. Буландырғыш температурасы 180⁰С. Енгізетін үлгі көлемі 0,2 мкл. Екіден кем емес хроматограммалар алады.

Қоспалар мөлшерін (X) пайызбен төмендегі формула бойынша есептейді:

$$X = \frac{\sum S_n \cdot 100}{\sum S_i},$$

мұндағы, $\sum S_n$ – препараттағы барлық қоспалар шыңдарының аудандарының қосындысы, мм²;

$\sum S_i$ – препараттың барлық компоненттерінің шыңдарының аудандарының қосындысы, мм².

Әрбір компоненттің шыңының ауданы мм²-пен мына формула бойынша есептеледі:

$$S = h \cdot v \cdot \mu$$

мұндағы, *h* – шың биіктігі, мм;

v – шыңның биіктігінің жартысымен өлшенетін, шыңның ені, мм;

μ – шың сигналын жазу масштабы (анализдеу процесіндегі аспаптың сезімталдығын өзгерту кезінде ескеріледі).

3.2. Палладийдің фосфинді комплекстері негізіндегі гомогенді катализаторлар қатысында изобутиленді көміртек моноксиді және