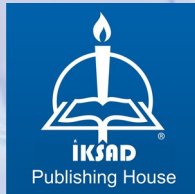


LİSANS ÖĞRENCİLERİ İÇİN ORGANİK KİMYA LABORATUVARI EL KİTABI

Dr. Seda ÇINAR
Dr. Dilek IŞIK TAŞGIN

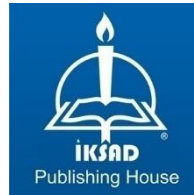


LİSANS ÖĞRENCİLERİ İÇİN
ORGANİK KİMYA LABORATUVARI
EL KİTABI

Dr. Seda ÇINAR
Dr. Dilek IŞIK TAŞGIN

2020

ANKARA



Copyright © 2020 by iksad publishing house
All rights reserved. No part of this publication may be reproduced,
distributed or transmitted in any form or by
any means, including photocopying, recording or other electronic or
mechanical methods, without the prior written permission of the publisher,
except in the case of
brief quotations embodied in critical reviews and certain other
noncommercial uses permitted by copyright law. Institution of Economic
Development and Social
Researches Publications®
(The Licence Number of Publicator: 2014/31220)
TURKEY TR: +90 342 606 06 75
USA: +1 631 685 0 853
E mail: iksadyayinevi@gmail.com
www.iksadyayinevi.com

It is responsibility of the author to abide by the publishing ethics rules.
Iksad Publications – 2020©

ISBN: 978-625-7139-61-8
Cover Design: İbrahim KAYA
October / 2020
Ankara / Turkey
Size = 16 x 24 cm

İÇİNDEKİLER

ÖN SÖZ.....	1
KAZA ANINDA	2
LABORATUVAR GÜVENLİK KURALLARI	4
LABORATUVAR TERMİNOLOJİSİ	6
LABORATUVARDA KULLANILAN ARAÇ GEREÇLER.....	7
CAM MALZEMELER	7
GENEL LABORATUVAR TEKNİKLERİ	12
VERİM HESABI.....	14
1. ERİME VE KAYNAMA NOKTASI TAYİNİ	18
1.1. Genel Bilgi	18
1.1.1. Basit Damıtma	21
1.1.2. Ayrımsal (Fraksiyonlu) Damıtma	21
1.1.3. Vakumda Damıtma.....	23
1.1.4. Su Buharı Damıtması.....	24
1.2. Deney: Erime Noktası Tayini	25
1.3. Deney: Kaynama Noktası Tayini (Damıtma)	27
2. EKSTRAKSİYON, KRİSTALLENDİRME VE ÇÖZÜCÜ	
UZAKLAŞTIRMA.....	29
2.1. Genel Bilgi	29
2.1.1. Ekstraksiyon	29
2.1.1.1. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyon	29
2.1.1.2. Katı-Sıvı Ekstraksiyon.....	32
2.1.2. Karışımların Ayrılması	32

2.1.3. Kristallendirme	35
2.1.4. Çözücü Uzaklaştırma.....	40
2.2. Deney: Sıvı-Sıvı Ekstraksiyon.....	41
2.3. Deney: Kristallendirme	42
2.4. Deney: Organik Çözücü Uzaklaştırma Yöntemleri	43
2.5. Deney: Asit – Baz Ekstraksiyonu	44
3. KOLON VE İNCE TABAKA KROMATOĞRAFİSİ	45
3.1. Genel Bilgi	45
3.1.1. Kolon Kromatografisi.....	50
3.1.2. İnce Tabaka Kromatografisi (İTK)	54
3.2. Deney: Kolon Kromatografisi	57
3.3. Deney: İnce Tabaka Kromatografisi.....	59
4. ALKOLLERDEN ALKEN SENTEZİ.....	60
4.1. Genel Bilgi	60
4.2. Deney: 2-Metil-2-Buten Eldesi.....	63
4.3. Deney: Siklohekzen Eldesi.....	65
5. ALKOLLERDEN ALKİL HALOJENÜR SENTEZİ	66
5.1. Genel Bilgi	66
5.2. Deney: <i>n</i> -Amil Klorür Eldesi.....	68
5.3. Deney: <i>tert</i> -Amil Klorür Eldesi.....	69
6. ALKOLLERİN YÜKSELTGENMESİ	70
6.1. Genel Bilgi	70
6.2. Deney: Benzoik Asit Sentezi	71
7. ESTERLEŞME TEPKİMELERİ.....	73
7.1. Genel Bilgi	73

7.2. Deney: <i>n</i> -Amil Asetat Sentezi	74
7.3. Deney: Etil Asetat Sentezi	76
8. ASPIRİN (O-ASETİLSALİSİLİK ASİT).....	77
8.1. Genel Bilgi	77
8.2. Deney: Aspirin Sentezi	78
9. İMİTLER.....	80
9.1. Genel Bilgi	80
9.2. Deney: Ftalimit Sentezi	80
10. CANNIZZARO TEPKİMESİ	82
10.1. Genel Bilgi	82
10.2. Deney: Cannizzaro Tepkimesinden Alkol ve Karboksilik Asit Eldesi	83
11. AÇİLLEME TEPKİMELERİ.....	86
11.1. Genel Bilgi	86
11.2. Deney: Asetanilit Sentezi	87
12. HALOFORM TEPKİMESİ.....	88
12.1. Genel Bilgi	88
12.2. Deney: İyodoform Sentezi.....	89
13. SABUNLAŞMA (SAPONİFİKASYON).....	91
13.1. Genel Bilgi	91
13.2. Deney: Sabun Sentezi.....	95
14. ALDOL KONDENZASYON TEPKİMESİ.....	96
14.1. Genel Bilgi	96
14.2. Deney: Dibenzalaseton Sentezi	97

15. İMİNLER – SCHIFF BAZI ELDESİ	99
15.1. Genel Bilgi	99
15.2. Deney: <i>n</i> -Benzilidenanilin Sentezi	100
16. ÇAPRAZ ALDOL TEPKİMESİ.....	101
16.1. Genel Bilgi	101
16.2. Deney: Benzalasetofenon Eldesi	102
17. EPOKSİDASYON TEPKİMESİ.....	103
17.1. Genel Bilgi	103
17.2. Deney: Benzalasetofenonun Epoksidasyonu	104
18. ELEMENT ANALİZİ.....	105
18.1. Genel Bilgi	105
18.2. Deney: Sodyum Eritişi	105
18.3. Eritiş Çözeltisinde Element Aranması	107
19. FONKSİYONEL GRUP TESTİ.....	108
19.1. Genel Bilgi	108
19.2. Deney: Fonksiyonel Grupların Taranması için Kimyasal Testler .	110
20. TÜREV HAZIRLAMA.....	126
20.1. Genel Bilgi	126
20.2. Deney: Fonksiyonel Gruplar için Türev Hazırlanması	128
20.2.1. Alkenler.....	128
20.2.2. Aldehit ve Ketonlar	128
20.2.3. Alkoller.....	129
20.2.4. Aminler.....	130
20.2.5. Arenler.....	131
20.2.6. Asitler	132

20.2.7. Esterler	132
20.2.8. Eterler	133
20.2.9. Fenoller.....	134
20.2.10. Nitro Bileşikleri	134
21. BİLİNMEYEN NUMUNE ANALİZİ	135
KAYNAKÇA	137

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Temel Laboratuvar Gereçleri.	7
Şekil 2. Genel Amaçlı Çeşitli Cam Malzemeler.	8
Şekil 3. Kaynatma Balonları.	9
Şekil 4. Damıtma Aparatı Kısımları.	9
Şekil 5. Kolon Çeşitleri.	10
Şekil 6. Vakum Filtrasyon Parçaları.	11
Şekil 7. HCl Tutucu Düzenek.	11
Şekil 8. Basit Damıtma Düzeneği.	21
Şekil 9. Ayrımsal Damıtma Düzeneği.	22
Şekil 10. Vakumda Damıtma Düzeneği.	23
Şekil 11. Su Buharı Damıtma Düzeneği.	25
Şekil 12. Fazların Ayrılması İşlemi.	31
Şekil 13. Soxhlet Düzeneği.	32
Şekil 14. Karışımların Ayrılması İçin Örnek Şema.	35
Şekil 15. Kromatografi Kolonu.	50
Şekil 16. Kolon Kromatografisi Uygulamasının Şematik Gösterimi.	53
Şekil 17. İTK yöntemi ve R_f değerinin hesaplanması.	55
Şekil 18. İnce Tabaka Kromatografisi Uygulamasının Şematik Gösterimi.	56

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1. Organik Bileşiklerin Adsorplanma Özellikleri	47
Tablo 2. Sabit Fazların Adsorplama Özellikleri.....	47
Tablo 3. Organik Çözücülerin Polariteleri	49

RESİMLER DİZİNİ

Resim 1. Erime Noktası Tayin Cihazı.....	19
Resim 2. Çalkalama İşlemi	31
Resim 3. Döner Buharlaştırıcı Cihazı.	41
Resim 4. Cam Tabaka Uygulaması.....	54
Resim 5. Alüminyum Tabaka Uygulaması	54

ÖN SÖZ

Bu kitap, organik kimya laboratuvarı derslerini alan lisans öğrencileri için hazırlanmıştır. Kitap, temel laboratuvar teknikleri, kullanılan araç gereçler, uyulması gereken güvenlik önlemleri, acil durum tedbirleri ve deney prosedürlerini içermektedir.

Her bir deney, temel organik kimya bilgisinin analiz ve sentez yönünden uygulanması amacıyla tasarlanmıştır. Bu doğrultuda, organik kimyada teorik bilgi sahibi olan öğrencinin pratikteki uygulama ile kazanımlarını pekiştirmesi hedeflenmiştir.

Bu kitap lisans eğitim öğretiminde laboratuvar föyü olarak kullanılabilir şekilde ve deneyler öğrencinin organik kimya dersinde aldığı teorik bilgilerle paralel olacak şekilde düzenlenmiştir. Kitabın diğer organik kimya ders kitaplarıyla birlikte kullanılması önerilmektedir. Kitabın, tüm öğrenci ve öğretim elemanlarına faydalı olması dileğiyle.

Hazırlayanlar

Dr. Seda ÇINAR

Dr. Dilek IŞIK TAŞGIN

KAZA ANINDA

Laboratuvar kazalarının büyük bir bölümü kişisel dikkatsizlik, tedbirsizlik veya kontrolsüz çalışmalardan kaynaklanmaktadır.

İLK YARDIM DOLABI: Her laboratuvarında kaza anında ilk müdahalenin yapılabilmesi için ilk yardım dolabı bulunması gerekmektedir.

İlk yardım ecza dolabında bulunması gerekenler:

Sargı bezleri (temiz/steril), plaster, yara bandı, vazelin, doygun sodyum bikarbonat çözeltisi, %1'lik asetik asit, yanık merhemleri, damıtık etil alkol, gliserin, antiseptik batikon, oksijenli su.

YANGIN: Organik kimya laboratuvarlarında aseton, dietil eter, etil alkol gibi çabuk alev alabilen uçucu çözücüler ile çalışıldığı için bu çözücülerle ateşten (bek alevi vb.) uzakta çalışılmalıdır. Ateşe yakın bir noktadan geçilecekse, çözücünün bulunduğu kabın ağzı mutlak suretle kapatılmalıdır. Yangın durumunda öncelikle tüm gaz vanaları kapatılır ve olay yeri yakınındaki yanıcı maddeler uzaklaştırılır ve yangına sadece yangın söndürme aleti ile müdahale edilir. Yangının üzeri nemli/ıslak havlu ya da bez ile de örtülebilir.

YANIK: Laboratuvarında en çok karşılaşılan kazalardan birisi yanıklardır. Yanıklara müdahale edilirken kazanın kaynağına uygun bir yöntem kullanılması gerekmektedir.

- Alev yanıkları öncelikle alkol ile yıkanmalı daha sonra yanık merhemi sürülüp açıkta bırakılmalıdır. (Ecza dolabını kontrol ediniz!)
- Asitler vücudun herhangi bir yerine döküldüğünde, temas eden deri bol su ile yıkanır ve sonra doygun bikarbonat çözeltisi ile muamele edilir.
- Bazik hidroksitler vücudun herhangi bir yerine döküldüğünde, temas eden deri bol su ile yıkanır ve sonra %1'lik asetik asit ile muamele edilir.
- Kimyasalların göze gelmesi durumunda göz kapağı geniş açılarak göz banyosu ile bolca yıkanır. (Göz banyosu solüsyonu için laboratuvar görevlisi öğretim elemanına başvurunuz!)









PATLAMA: Deney yapılırken karşılaşılabilecek patlamaların sebebi genellikle tepkimelerin hızlı veya ekzotermik olmalarındandır. Deneylerde kullanılan katı sodyum (Na) sulu ortamda hızlı tepkime verir ve yüksek miktarda ısı açığa çıkar. Bu sebeple, metalik sodyum ile çalışırken kullanılan cam malzemelerin kuru olduğundan emin olmak gerekir. Sodyum parçacıkları asla lavaboya atılmamalıdır! Bir miktar alkol içerisinde (izopropil alkol) tamamen bozunana kadar bekletilmelidir.

LABORATUVAR GÜVENLİK KURALLARI

1. Laboratuvarda mutlaka gözlükle çalışmalıdır. Herhangi bir kimyasal gözünüze geldiğinde göz bol su ile yıkanmalı ve laboratuvar görevlisi bilgilendirilmelidir.
2. Laboratuvar önlüğü gereklidir. Önlüksüz hiçbir öğrenci laboratuvara girmemelidir.
3. Kimyasallara dayanıklı eldiven takılmalıdır.
4. Laboratuvarda kimyasal buharıyla etkileşim yapabileceği için kontak lensler önerilmemektedir.
5. Laboratuvarda ucu açık ayakkabılar, sandaletler ve yüksek topuklu ayakkabılar giyilmemelidir.
6. Giyime dikkat edilmelidir. Diz üstü şortlar ve etekler önerilmemektedir.
7. Uzun saçlar arkada toplanmalıdır.
8. Laboratuvarda yiyecek ve içecek bulundurulmamalıdır.
9. Güvenlik önlemleri ve laboratuvarda yangın söndürücü, ilk yardım dolabı gibi ekipmanların yerleri bilinmelidir.
10. Laboratuvara deney föyü okunarak ve çalışılarak gelinmelidir.
11. Hiçbir kimyasal lavaboya dökülmemelidir. Laboratuvardaki atık bidonlarına dökülmelidir.
12. Herhangi bir sağlık sorunu olanlar bunu laboratuvar görevlisine önceden bildirmelidir.
13. Hiçbir kimyasal koklanmamalı ve tadına bakılmamalıdır.
14. Kimyasallar gerekli miktarlarda tartılarak alınmalı ve fazlası tekrar kutusuna konulmamalıdır.

15. Sıvı kimyasallar alınırken pipet ağızla kullanılmamalıdır.
16. Asitler ve bazlar suyun üstüne yavaşça dökülmelidir. Asidin ve bazın üstüne su dökülmemelidir.
17. Tepkime sonunda zararlı kimyasal buharı çıkıyorsa mutlaka çeker ocak kullanılmalıdır.
18. Cıvanın az miktarı bile çok zararlı ve toksik olduğu için, termometre kırıldığında mutlaka laboratuvar görevlisine haber verilmelidir.
19. Laboratuvardan çıkarken eldivenler çöp kutusuna atılarak, eller yıkanmalıdır.

LABORATUVAR TERMİNOLOJİSİ

	Toksik Canlı organizmaya zarar verebilir.		Patlayıcı Patlamaya sebep olabilir. Kullanırken ve saklarken ısıdan, sürtünme ve statik elektrikten sakınılmalıdır.
	Yanıcı Yangına sebep olur. Parlama noktası 37.8 °C veya daha düşüktür.		Kanserojen Kansere sebep olur.
	Aşındırıcı Asitler, bazlar ve diğer kimyasalları içerir. Gözlere, deriye ve deri altındaki dokuya zarar verir.		Tutuşucu Yangına sebep olur. Parlama noktası 37.8 °C veya daha düşüktür.
	Yükseltgeyici Perklorik ve nitrik asitleri, sodyum ve amonyum nitratları ve hidrojen peroksiti içerir. Organik malzemelerle yanmalı veya patlamalı reaksiyon verebilir.		Suya karşı reaktif Sodyum, potasyum gibi metaller, asit klorürler, çinko gibi metal tozları içerir. Suyu veya nemle karşılaştığında alev veya toksik gazlar oluşturur.

LABORATUVARDA KULLANILAN ARAÇ GEREÇLER

Deneye başlamadan önce,

- i) Önlük ve eldivenler giyinilir, maske (isteğe bağlı) ve gözlük takılır.
- ii) Şekil 1’de gösterilen piset, spor, kıskaç, bek alevi ya da ısıtıcı tabla gibi temel gereçleri hazır ve kullanılabilir hale getirilir.



Şekil 1. Temel Laboratuvar Gereçleri.

CAM MALZEMELER

Şekil 2’de organik kimya laboratuvarında kullanılan cam malzemeler bulunmaktadır. Bu malzemelerin kullanım amaçları aşağıdaki gibidir.

Erlen: Dibi geniş üst boynu dar olan konik şekillidir. Çözelti hazırlama, karıştırma, ısıtma gibi işlemler için kullanımı uygundur.

Beher: Erlenlerin kullanılmayacağı durumlarda geçici olarak kullanılan cam malzemelerdir.

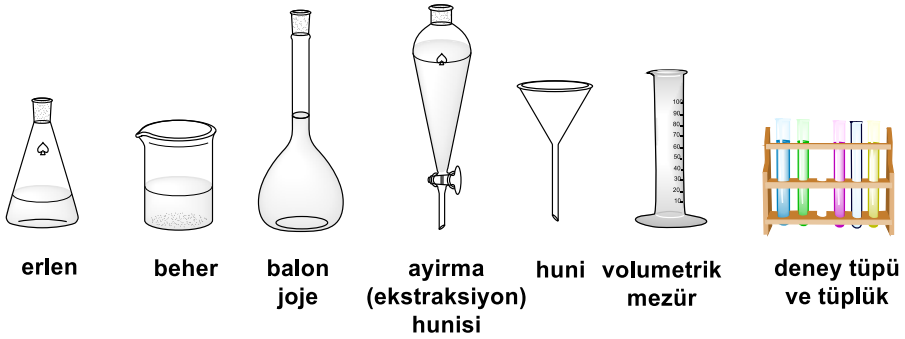
Balon Joje: Derişimi belli olan çözeltilerin hazırlanması ve saklanması için kullanılan belirli hacime sahip cam malzemelerdir.

Ekstraksiyon (Ayrırma) Hunisi: Sıvı-sıvı ekstraksiyon işlemlerinde kullanılır. Yoğunlukları farklı iki çözücü içinde çözünmüş olan organik-inorganik maddelerin birbirinden ayrılmasını sağlar.

Huni: Hazırlanan ya da tepkime sonunda elde edilen çözeltilerin içinde olabilecek çözünmemiş safsızlıkların uzaklaştırılması amacıyla kullanılır. Huninin içerisine süzgeç kağıdı konular ve safsızlık içeren çözelti huninin üzerinden dökülerek süzme işlemi gerçekleştirilir.

Volumetrik Mezür: Sıvı kimyasalların istenilen hacimdeki miktarlarının bir kaptan başka bir kaba aktarılmasında kullanılan farklı hacimlere sahip cam malzemelerdir.

Deney Tüpü ve Tüplük: Deney tüpleri kimyasal testlerin uygulanmasında ve basit analizinde kullanılır. Deney tüplerinin sağlam bir şekilde durması için tüplük denilen tahta ya da plastik gereçler kullanılır.



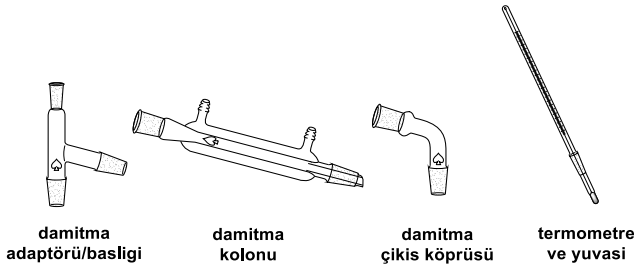
Şekil 2. Genel Amaçlı Çeşitli Cam Malzemeler.

Kaynatma Balonları: Isıtılacak ya da kaynatılacak tepkime çözeltilisinin konulacağı kaynatma balonları farklı hacimlere sahiptir ve genellikle dibi yuvarlaktır. Amaca uygun hacimde seçilen balonların tek, iki ve üç boyunlu olanları mevcuttur (Şekil 3).



Şekil 3. Kaynatma Balonları

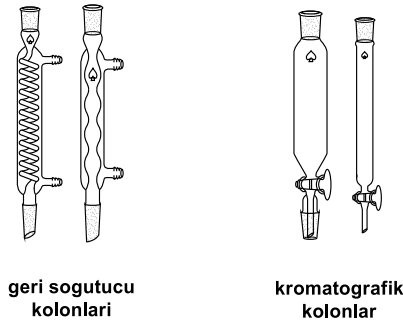
Damıtma Gereçleri: Damıtma düzeneğinde kullanılan gereçler Şekil 4’te verilmiştir. Damıtma aparatı temel olarak üç kısımdan oluşur. Bunlar, ısınarak yükseğe çıkan sıcak çözücü buharının yer aldığı damıtma başlığı, sıcak buharın soğuk yüzeyle karşılaşarak yoğunlaştığı damıtma kolonu ve yoğunlaşan çözücünün toplanmasını sağlayan çıkış köprüsüdür. Günümüzde, bu üç parçanın bir arada bulunduğu tek bir damıtma aparatı da mevcuttur. Şekil 4’te gösterilen termometre ise termometre yuvasına oturtulur ve damıtma başlığının üzerine yerleştirilerek sıcaklık takibi yapılabilir.



Şekil 4. Damıtma Aparatı Kısımları.

Geri Soğutucu Kolonlar: Yüksek sıcaklıklarda yapılacak tepkimelerin çözücülerinin buharlaşmaması için geri soğutucu kolonlar kullanılır. Şekil 5'te gösterildiği gibi geri soğutucu kolonlar, tepkimede kullanılan çözücünün özelliğine bağlı olarak bombeli ya da spiralli olabilir.

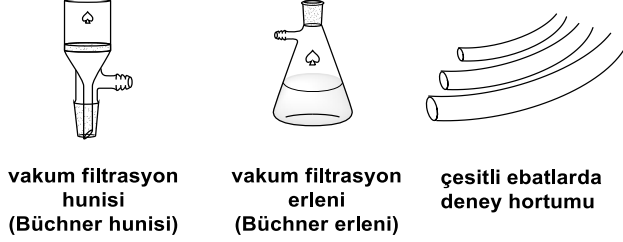
Kromatografi Kolonları: Tepkimelerin sonunda elde edilen tepkime karışımlarının saflaştırılması için kromatografi kolonları kullanılmaktadır (Şekil 5). Kromatografi kolonlarının çapları ve uzunlukları saflaştırılacak madde miktarına bağlı olarak farklılık göstermektedir.



Şekil 5. Kolon Çeşitleri.

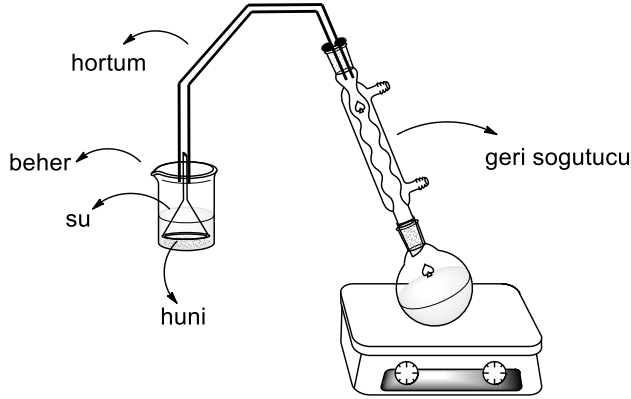
Vakum Filtrasyon Aparatları: Vakum filtrasyon, yüksek miktardaki katı maddeleri çözücü ortamından vakum yardımıyla hızlı bir şekilde süzmek ve ayırmak için kullanılır. Bu yöntemde vakum, musluktan akan su ile sağlanır. Bir trompun bağlı olduğu musluğa hortum takılır. Hortumun diğer ucu Şekil 6'da gösterilen filtrasyon erlenine takılır.

Filtrasyon erleninin üzerine filtrasyon hunisi oturtularak düzenek hazırlanmış olur.



Şekil 6. Vakum Filtrasyon Parçaları.

Gaz Tutucu Düzenek: Tepkime ortamından çıkabilecek uçucu ve zehirli gazların havaya karışmasını engelleyen bir düzenek Şekil 7’de gösterilmiştir. HCl tutucu düzenek olarak da bilinen bu düzenekte geri soğutucu kolonun tepesinden bir hortum çıkışı eklenir. Hortumun diğer ucunda yer alan huni su dolu behere daldırılır ve tepkime ortamından çıkan gazlar su fazında biriktirilir.



Şekil 7. HCl Tutucu Düzenek.

GENEL LABORATUVAR TEKNİKLERİ

Erime noktası tayini: Deneylerde elde edilen katı maddelerin saflığının kontrolü için veya ilk defa sentezlenmiş katı maddelerin erime noktasını tanımlamak için kullanılan yöntemdir. Katı madde kapiler tüp içerisine yerleştirilir. Erime noktası tayini cihazında kontrollü ısıtma ile takip edilerek erime noktası aralığı belirlenir.

Kristallendirme: Katı maddeleri saflaştırma işlemidir. Bu işlemde uygun bir çözücüye ihtiyaç vardır. Çözücü, katı maddeyi sıcakken çözmeli ancak soğukken çözmemelidir.

Kaynama noktası tayini: Sıvı maddelerin saflık kontrolü için kullanılan bir yöntemdir.

Damıtma (Destilasyon): Katı-Sıvı veya Sıvı-Sıvı karışımların ayrılması veya sıvı malzemelerin saflaştırılması için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde sıvı bileşenler ısı yardımıyla kaynama noktasına göre sırayla buhar fazına geçerler, buhar fazındaki moleküller soğuk bir yüzeye çarparak yoğunlaşırlar ve yoğunlaşan sıvı moleküller bir kaptan toplanarak saflaştırma işlemi gerçekleşir.

Renklilik giderme: Çoğu organik bileşiğin renksiz/beyaz olduğu bilinmektedir. Organik bileşikte renklilik gözlenmiş ise, renkliliği gidermek için madde uygun çözücüde çözülür ve içerisine aktif kömür ilave edilir. Renklilik organik madde içerisinde olabilecek safsızlıklardan kaynaklı olabilir. Bu safsızlıklar aktif kömür yüzeyine adsorbe olarak organik bileşikten ayrılır. Bu sayede organik bileşik saflaştırılmış olur. Bu yöntemde önemli olan bir nokta kullanılan aktif

kömür miktarıdır. Aktif kömür fazla miktarda eklenirse, çalışılan organik bileşikler yüzeye tutunabilir, dolayısıyla madde kaybı yaşanır. Genellikle az miktardaki aktif kömür renklilik giderilmesi için yeterlidir.

Ekstraksiyon: Bir maddenin bir ortamdan organik çözücülü bir ortama çekilmesi işlemidir. Ayırma hunisi kullanılarak gerçekleştirilir. Bu yöntemde genellikle su ile karışmayan organik bir çözücü kullanılır. Birbirine karışmayan sıvılar arasında göz ile görülebilen faz farkı oluşur. Sulu ortamda bulunan organik madde organik çözücü ile temas ettiğinde, çözünürlük farkından dolayı organik çözücü içerisine çekilir.

Isıtma: Deneylede çoğunlukla elektrikli ısıtıcı tablalar ya da sepet ısıtıcılar kullanılır. Bunların olmadığı durumda, istenilen sıcaklığa göre hava banyosu ya da su/yağ banyoları da kullanılabilir.

Süzme: Çözeltilerde çözünmeden kalan katı maddelerin uzaklaştırılması işlemidir. Huni ve filtre kağıdı kullanılarak yapılır.

Kurutma: Organik bir çözücü nem/su ile temas ettiğinde içerisinde göz ile görülemeyecek miktarda su molekülleri bulunur. Su molekülleri organik tepkimelerin ilerlemesini ve ürün oluşumunu engelleyebilir. Böyle durumlarla karşılaşmamak için çözücüler kurutulmalıdır. Kurutma işlemi için genellikle su tutucu özelliği olan inorganik tuz yapısındaki magnezyum sülfat ($MgSO_4$) veya sodyum sülfat (Na_2SO_4) bileşikleri kullanılmaktadır.

VERİM HESABI

Organik kimyada yapılan tepkimeler sonucunda elde edilen ürünün verimi her zaman %100 değildir ve %100'den düşüktür. Bunun sebepleri aşağıda açıklanmıştır.

1. Tepkimeler tersinir olabilir. Tersinir bir tepkimede oluşan ürünler parçalanarak yeniden başlangıç maddelerine dönüşebilir.
2. Tepkimelerdeki başlangıç bileşikleri yan tepkimeler vererek istenilen üründen başka yan ürünler oluşturabilir.
3. Tepkimede kullanılan başlangıç bileşikleri yeterince saf olmayabilir.
4. Tepkimelerde kullanılan reaktiflerin uçucu olması, tepkime ortamının yeterince izole edilememesinden kaynaklı olarak gaz fazına geçerek tepkime ortamından uzaklaşabilir.
5. Tepkime sonunda tek ürün oluşmuş olsa bile, ayırma ve saflaştırma işlemleri sırasında (ekstraksiyon, damıtma, kristallendirme, süzme) mekanik madde kaybı yaşanabilir.

Teorik Verim: Sentez tepkimesi sonunda, teorik olarak elde edilmesi gereken ürünün gram cinsinden miktarıdır.

Pratik (Gerçek) Verim: Sentez tepkimesi sonunda, elde edilen saf ve kuru ürünün gram cinsinden miktarıdır.

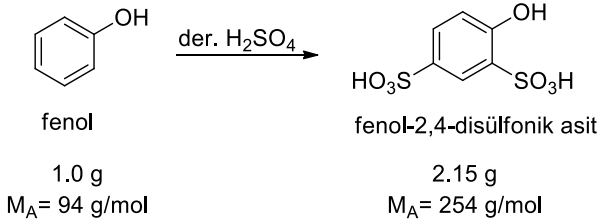
Yüzde Verim: Tepkime sonunda elde edilen madde miktarının (pratik verim), teorik olarak elde edilmesi gereken madde miktarına (teorik verim) oranının yüz ile çarpımı şeklindedir.

$$\% \text{ Verim} = \frac{\text{Pratik Verim}}{\text{Teorik Verim}} \times 100\%$$

Organik tepkimeler bir bileşenli ya da iki bileşenli olabilir. Verim hesabı yapılırken, başlangıç maddeleri arasında hangisinin temel madde (tamamen harcanan) olduğu tespit edilmelidir. Bir bileşenli tepkimelerde temel madde tek bileşendir. Ancak iki bileşenli tepkimelerde reaktiflerden bir tanesi tamamen harcanırken (sınırlayıcı reaktif), diğeri ortamda fazla miktarda bulunduğu için tamamen harcanmaz ve bir miktar kalır. Bu durumda iki veya daha fazla bileşenli tepkimelerde verim hesabı sınırlayıcı reaktif üzerinden yapılır. Aşağıda iki farklı tepkime türü için verim hesabı yapılmıştır. Dikkatle inceleyiniz!

NOT: Hesaplamalarınızda en az 3 anlamlı sayı olacak şekilde değer yazınız!

ÖRNEK 1. Tek bileşenli tepkime: Fenol bileşiğinin asidik ortamda sülfolanması tepkimesinde oluşan fenol-2,4-disülfonik asit bileşiğinin yüzde verimini hesaplayınız.



(tepkimede teorik olarak 1 tane fenol harcanırken 1 tane ürün oluşmaktadır!)

$$? \text{ mol fenol} = \frac{1 \text{ g fenol}}{94 \text{ g/mol fenol}} = 0.0106 \text{ mol fenol}$$

$$? \text{ mol ürün} = 0.0106 \text{ mol fenol} \times \frac{1 \text{ mol ürün}}{1 \text{ mol fenol}} = 0.0106 \text{ mol ürün}$$

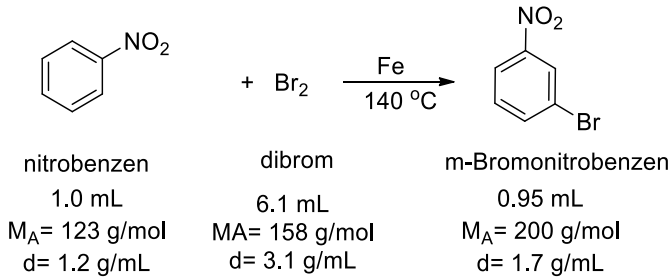
ÜRÜN TEORİK VERİMİ
(mol cinsinden)

$$? \text{ g ürün} = 0.0106 \text{ mol ürün} \times \frac{254 \text{ g}}{1 \text{ mol ürün}} = 2.69 \text{ g ürün}$$

ÜRÜN TEORİK VERİMİ
(gram cinsinden)

$$\begin{aligned} \% \text{ Verim} &= \frac{\text{ürünün pratik verimi (g)}}{\text{ürünün teorik verimi (g)}} \times \%100 \\ &= \frac{2.15 \text{ g}}{2.69 \text{ g}} \times \%100 = \% 79.9 \text{ verim} \end{aligned}$$

ÖRNEK 2. İki bileşenli tepkime: Nitrobenzen ve dibrom bileşiklerinin demir katalizörü varlığındaki tepkimesinden elde edilen *m*-bromonitrobenzen bileşiğinin yüzde verimini hesaplayınız.



$$? \text{ mol nitrobenzen} = 1.0 \text{ mL nitrobenzen} \times \frac{1.2 \text{ g nitrobenzen}}{1 \text{ mL nitrobenzen}} \times \frac{1 \text{ mol}}{123 \text{ g nitrobenzen}}$$

$$= 0.00976 \text{ mol nitrobenzen} \Rightarrow \text{SINIRLAYICI REAKTIF !}$$

$$? \text{ mol dibrom} = 6.1 \text{ mL dibrom} \times \frac{3.1 \text{ g dibrom}}{1 \text{ mL dibrom}} \times \frac{1 \text{ mol}}{158 \text{ g dibrom}} = 0.120 \text{ mol dibrom}$$

Bu aşamada sınırlayıcı reaktif belirlendikten sonra, sınırlayıcı reaktifin mol sayısı üzerinden teorik ve yüzde verim hesabı yapılır.

$$? \text{ mol ürün} = 0.00976 \text{ mol nitrobenzen} \times \frac{1 \text{ mol ürün}}{1 \text{ mol nitrobenzen}} = 0.00976 \text{ mol ürün}$$

ÜRÜN TEORİK VERİMİ
(mol cinsinden)

$$? \text{ mL ürün} = 0.00976 \text{ mol ürün} \times \frac{200 \text{ g}}{1 \text{ mol ürün}} \times \frac{1 \text{ mL ürün}}{1.7 \text{ g}} = 1.15 \text{ mL ürün}$$

ÜRÜN TEORİK VERİMİ
(mililitre cinsinden)

$$\% \text{ Verim} = \frac{\text{ürünün pratik verimi (mL)}}{\text{ürünün teorik verimi (mL)}} \times \%100$$

$$= \frac{0.95 \text{ mL}}{1.15 \text{ mL}} \times \%100 = \% 82.6 \text{ verim}$$

1. ERİME VE KAYNAMA NOKTASI TAYİNİ

1.1. Genel Bilgi

Organik kimyada bileşiklerin yapıları hakkında bilgi edinebilmek için öncelikle bu bileşiklerin fiziksel özellikleri tanımlanır. Laboratuvar koşullarında en çok kullanılan fiziksel sabitler katı maddeler için erime noktası ve sıvı maddeler için kaynama noktasıdır. Erime ve kaynama noktasının bilinmesi o maddenin saflığı ile ilgili bilgi vermektedir.

Erime Noktası: Katı bir maddenin erime noktası, o maddenin katı – sıvı fazlarının atmosferik basınç altında dengede olduğu sıcaklık olarak tanımlanmaktadır. Saf organik katı bir bileşiğin erime noktası genellikle keskindir ve cihazdan belirli bir sıcaklık değeri (örn. 105 °C) okunur. Safsızlık içeren organik katı bileşiklerin erime noktaları keskin değildir, genellikle saf bileşiğin erime noktasına göre düşüktür ve cihazdan sıcaklık değer aralığı (örn. 99-103 °C) okunur. Örnek bir erime noktası tayin cihazı Resim 1’de gösterilmiştir.

Saf organik katı bir bileşikte moleküller kristal yapıyı oluşturmak için belirli bir düzen içinde dizilmişlerdir. Kristal yapıda her bir molekülün belirli bir kinetik enerjisi vardır. Katı organik bileşik ısınmaya başladığında moleküllerin kinetik enerjisi artar, yüksek frekansta titreşmeye başlar, molekülleri kristal yapıda bir arada tutan kuvvetler kırılır, moleküller birbirinden uzaklaşır ve erime gerçekleşir. Saf kristallerin eridiği bu sıcaklık değeri o madde için karakteristiktir ve sabittir.

Bilinmeyen bir katının erime noktası tayin edildiğinde bulunan deęer o maddenin tanımlanması için tek başına yeterli deęildir. Çünkü aynı erime noktasına sahip başka bileşikler de mevcut olabilir. Bilinmeyen katının ne olduğunun bulunması için ileri testler yapılması gereklidir. (Bkz. Deney 18-20)



Resim 1. Erime Noktası Tayin Cihazı

Kaynama noktası: Sıvı bir maddenin kaynama noktası, o maddenin buhar basıncının dış (atmosferik) basınca eşit olduğu sıcaklık olarak tanımlanır. Maddenin kaynama noktası atmosfer basıncına baęlı olarak deęişiklik göstermektedir. Deniz seviyesinde atmosfer basıncı 1 atm iken, deniz seviyesinden yükseęe çıkıldıkça basınç düşer, dolayısıyla kaynama noktası düşer. Bu sebeple saf bir maddenin kaynama noktası belirtilirken dış basınç deęeri de mutlaka belirtilmelidir.

Saf organik sıvı bileşiğın kaynama noktası o bileşiğın kimyasal yapısı ve moleküller arası çekim kuvvetlerine baęlı olarak deęişir. Moleküller arası çekim kuvveti ne kadar fazlaysa, o kuvvetleri kırmak için gereken enerji artacak dolayısıyla kaynama noktası artacaktır. Dolayısıyla,

moleküller arası çekim kuvveti zayıf olan bileşiklerin kaynama noktası daha düşüktür.

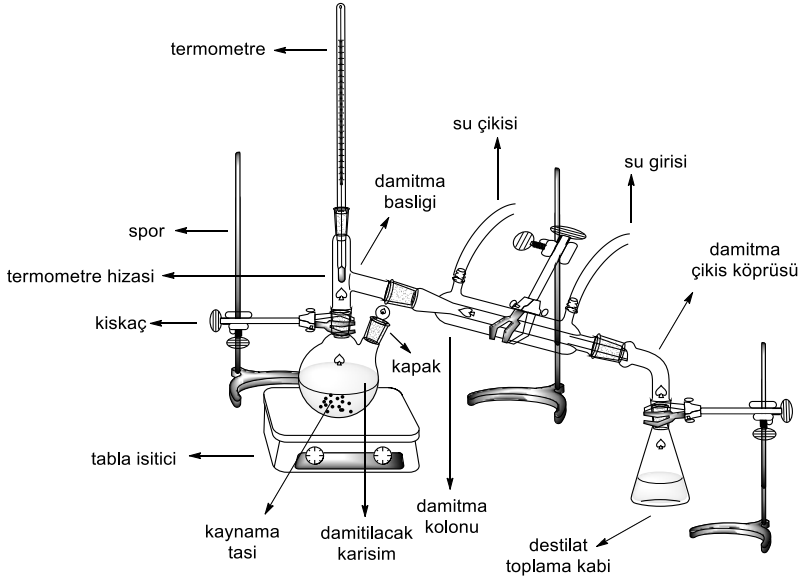
Kaynama noktası genellikle damıtma yoluyla tayin edilir. Damıtma; sıvı maddelerin ısıtılarak buhar fazına geçmesi ve buhar fazındaki moleküllerin tekrar yoğunlaşarak sıvı fazına dönmesi demektir. Damıtılan sıvıya “damıtık” ya da “destilat” isimleri verilir. Damıtma yöntemiyle sıvı karışımları oluşturan birçok sıvı madde birbirinden ayrılabilir. Maddelerin özelliklerine göre genellikle dört tip damıtma vardır:

- i. Basit Damıtma
- ii. Ayrımsal (Fraksiyonlu) Damıtma
- iii. Vakumda Damıtma
- iv. Su Buharı Damıtması

Şekil 8’de gösterilen basit damıtma düzeneğini dikkatli bir şekilde inceleyiniz. Buna göre, damıtma kolonu yere paralel değil eğimli yerleştirilmelidir. Termometre, damıtma başlığının damıtma kolonu ile bulunduğu noktaya yerleştirilmelidir. Homojen kaynamanın sağlanabilmesi için damıtma balonunun içerisine kaynatma taşı konulur. Bek alevi ile ısıtma yapılıyorsa amyant tel kullanılmalıdır. Isıtma işlemi, sepet ısıtıcılarla ya da ısıtıcı tabla üzerine hazırlanan hava banyosu veya yağ banyosunda da yapılabilir. Doğru damıtma yapılabilmesi için ısıtmanın hızlı değil yavaş olması gereklidir.

1.1.1. Basit Damıtma

- Safsızlık içeren organik sıvı bir maddenin safsızlıklardan uzaklaştırılması için kullanılır. (safsızlık kaynama balonunda kalırken, saf sıvı toplama kabında toplanır)
- Saf sıvının kaynama noktasının belirlenmesi için kullanılır. (kaynama noktasına yakın sıcaklıklarda bozunmayan maddeler)
- Sıvı-sıvı karışımların birbirinden ayrılması için kullanılır. Basit damıtma yöntemi ile saflaştırılacak sıvıların kaynama noktaları farkı en az 80 °C olmalıdır.

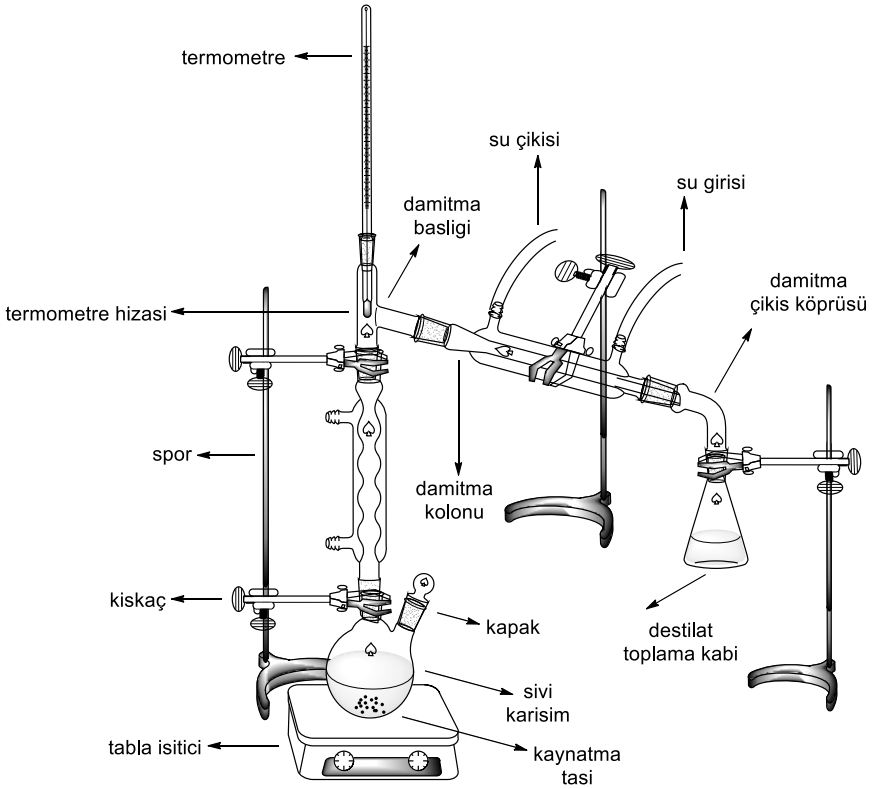


Şekil 8. Basit Damıtma Düzenegi

1.1.2. Ayrımsal (Fraksiyonlu) Damıtma

- Basit damıtma düzeneğinden farkı, damıtma başlığı ile damıtma balonunun arasına fraksiyon kolonu yerleştirilmiş olmasıdır (Şekil 9).

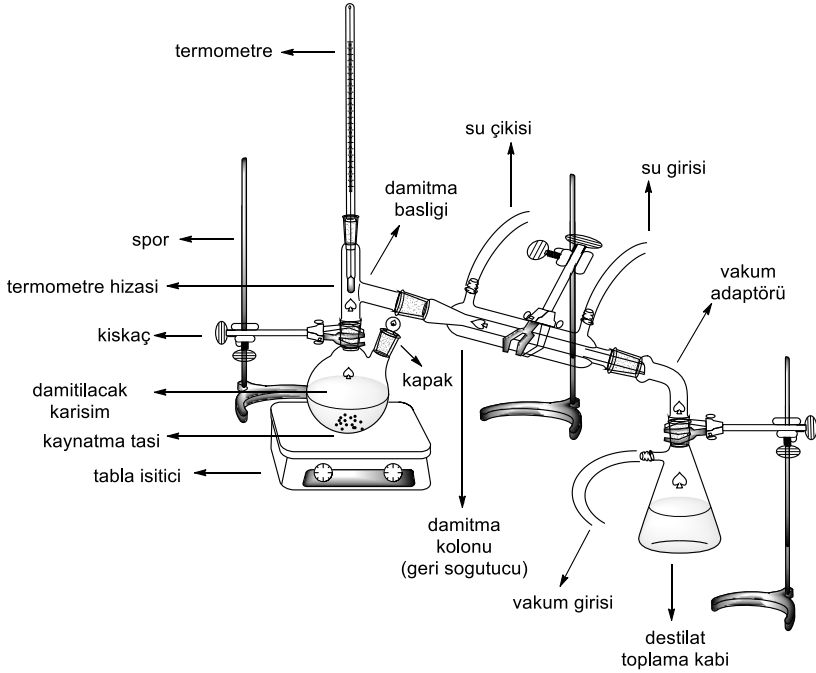
- İki veya daha fazla sayıda farklı sıvı içeren karışımların saflaştırılmasında kullanılır. (kaynama noktasına yakın sıcaklıklarda bozunmayan maddeler)
- Karışımı oluşturan sıvıların kaynama noktası farkı 80 °C'den az olabilir.
- Ayrımsal damıtma yapılırken kaynama noktaları dikkatle takip edilmelidir. Çünkü ilk örnek gelirken kaynama noktası sabit kalmalı, bu durumda örnek ayrı bir toplama kabına toplanmalıdır. Kaynama noktası artmaya başlayınca toplama kabı değiştirilerek ikinci maddenin gelmesi beklenmelidir.



Şekil 9. Ayrımsal Damıtma Düzenegi

1.1.3. Vakumda Damıtma

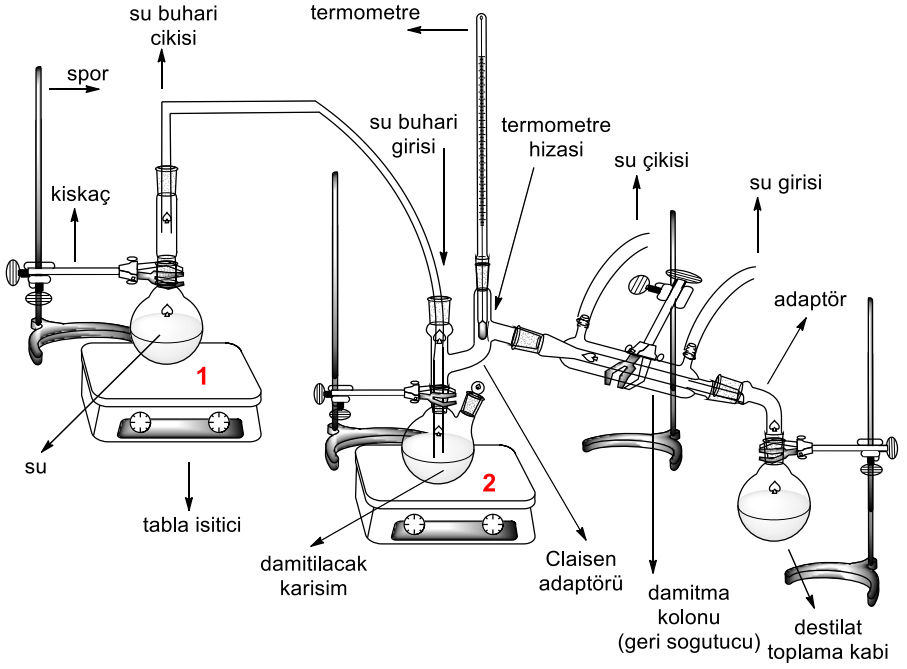
- Basit damıtma düzeneğinden farkı, damıtma çıkış köprüsünün yerine vakum adaptörü takılı olmasıdır (Şekil 10).
- Basit damıtma gibi yöntemlerle kaynama noktasında ısıtıldığında bozunan maddelerin damıtılmasında ya da saflaştırılmasında kullanılır.
- Vakum yapılarak normal atmosferik basınçtan daha düşük bir basınç yaratılır ve sıvı madde düşük kaynama noktasında damıtılır. Böylece, düşük kaynama noktasında damıtılan sıvı bozunmadan elde edilmiş olur.
- Kaynama noktası çok yüksek olan sıvı maddelerin damıtılmasında kullanılır.



Şekil 10. Vakumda Damıtma Düzeneği

1.1.4. Su Buharı Damıtması

- Uçucu yağlar gibi buhar basıncı düşük ve su ile karışmayan sıvıların kendi kaynama noktalarından daha düşük bir kaynama noktasında damıtılması yöntemidir.
- Molekül ağırlığı fazla olan ve su ile karışmayan organik maddelerin damıtılmasında kullanılır.
- Basit damıtma yöntemine ek olarak su buharı üretilen yan düzenek bulunur.
- 1 no.lu balonda kaynatma yapılarak su buharı üretilir (Şekil 11).
- Buhar fazındaki su molekülleri 2 no.lu balonda damıtılacak katı veya sıvı organik maddenin içerisine aktarılır.
- Su buharı ile damıtılacak karışımın buhar basıncı artırılır.
- 2 no.lu balona gelen su buharının yoğunlaşmaması için bu balon da ısıtılır. Su ile organik madde karışımının buhar basıncının atmosferik basınca eşit olduğu sıcaklıkta kaynama başlar ve destilat toplanır.
- Destilat genellikle su buharı ile karışık geldiği için, saflaştırılan sıvı bir kez de ayırma hunisiyle faz farkından yararlanılarak saflaştırılır.



Şekil 11. Su Buharı Damıtma Düzeneği

1.2. Deney: Erime Noktası Tayini

GEREKLİ MALZEMELER

Benzoik asit, üre, saat camı, kapiler boru, spatül, bek alevi, erime noktası tayin cihazı.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 3 adet saat camı alınır ve içerisine sırasıyla benzoik asit, üre ve benzoik asit-üre karışımından bir spatül ucu ile az miktarda konulur.
2. Katı maddelerin içerisindeki topaklanmaları gidermek için her bir madde spatül yardımıyla toz haline getirilir.

3. 3 adet kapiler boru alınır ve boruların renksiz uçları bek alevi üzerinde eriterek kapatılır.
4. Kapiler boruların açık olan ucundan toz halindeki maddeler doldurulur. (yaklaşık 0.5 cm yükseklik yeterlidir)
5. Bir zıplatma borusu kullanarak doldurulmuş kapiler borular yüksekten yere bırakılır (bu işlem en az 3-4 defa tekrar edilir). Maddelerin kapiler borunun dibinde sıkışması sağlanır.
6. Maddeleri sıkılaştırarak hazırlanan kapiler borular karışmamaları için etiketlenir.
7. Benzoik asit, üre ve karışım içeren üç kapiler boru erime noktası takibi için erime noktası tayin cihazına yerleştirilir ve ısıtmaya başlanır.
8. Erime noktasının başladığı ve bittiği sıcaklıklar kaydedilir.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Çalıştığınız kimyasalların teorik erime noktalarını araştırınız. Deney sonunda bulduğunuz değerler ile karşılaştırınız.
2. Karışımın erime noktasının ne olmasını beklersiniz? Benzoik asit ve ürenin erime noktalarından yüksek mi düşük mü? Nedenini açıklayınız.

1.3. Deney: Kaynama Noktası Tayini (Damıtma)

GEREKLİ MALZEMELER

Musluk suyu ya da saf su, sofrta tuzu, Őeker, boyar maddeler, tek boyunlu balon, basit damıtma aparatı, termometre, termometre yuvası, hortum, hava banyosu, spatül, bek alevi, spor, kısıkaç, üç ayak.

DENEYİN YAPILIŐI

1. Damıtma düzeneđi dikkatli bir Őekilde hazırlanır. Su giriŐ çıkıŐının dođru olduđundan emin olunur. Termometrenin uygun hizada yer alıp almadıđı kontrol edilir.
2. Tek boyunlu balona bir spatül sofrta tuzu konulur. Balona hacminin yarısı kadar su ilave edilir ve tuz çözüneneye kadar karıŐtırılır. (diđer gruplar aynı yöntemle Őekerli çözeltili veya renkli boyar madde içeren çözeltili hazırlayabilir!)
3. Tuzlu, Őekerli ya da boyar maddeli çözeltilinin yer aldıđı balon kısıkaçlar yardımıyla düzeneđe yerleŐtirilir.
4. Düzenekte hava boşluđu olup olmadıđı kontrol edilir ve emin olduktan sonra ısıtma başlatılır.
5. Destilatın toplama kabına geldiđi ilk andaki sıcaklık deđerini termometreden okunur ve kaydedilir.
6. Damıtma kuruluđu ulaŐmadan bitirilir.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Destilat için okuduğunuz kaynama noktası ile teorik kaynama noktasını karşılaştırınız. Kaydettiğiniz değerin farklı olma sebebini tartışınız.
2. Termometre hizası olması gereken yerden daha yukarıda olsaydı ne gibi bir durum ile karşılaşılırdı?

2. EKSTRAKSİYON, KRİSTALLENDİRME VE ÇÖZÜCÜ UZAKLAŞTIRMA

2.1. Genel Bilgi

2.1.1. Ekstraksiyon

“Özütleme” ya da “Çekme” olarak da isimlendirilir. Sıvı çözeltiler ya da katı karışımlar içerisinde yer alan bir maddeyi ayırmak için kullanılan saflaştırma yöntemidir. Bu yöntem çözünürlük farkına dayanarak maddelerin birbirinden ayrılmasını sağlar. Ekstraksiyon maddenin türüne göre iki tiptir:

- i. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyon
- ii. Katı-Sıvı Ekstraksiyon

2.1.1.1. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyon

Organik kimya laboratuvarında genellikle sıvı-sıvı ekstraksiyon yapılmaktadır. Sıvı-sıvı ekstraksiyon yönteminde, safsızlık içeren organik bir bileşik içinde bulunduğu çözelti ortamından, daha iyi çözüldüğü bir organik çözücü içerisine çekilir. Bu işlem için ayırma hunisi kullanılır (Şekil 2). Ayırma hunisi içerisinde birbirine karışmayan sıvıların temas yüzeyleri arasında gözle görülür bir çizgi oluşur. Bu çizginin alt ve üst kısmındaki çözeltiler “faz” olarak, temas yüzeyi de “faz çizgisi” olarak tanımlanır. Ekstraksiyonda fazlardan birisi genellikle su, diğeri ise su ile karışmayan organik çözücüdür. Organik çözücü olarak genellikle dietiler, kloroform, diklorometan ya da etil asetat kullanılmaktadır. Kullanılan organik çözücü yoğunluğuna bağlı olarak faz çizgisinin altında ya da üstünde yer alabilir. Buna göre

yoğunluğu suyun yoğunluğundan küçük olan çözücü üst fazda, büyük olan çözücü ise alt fazda yer alır.

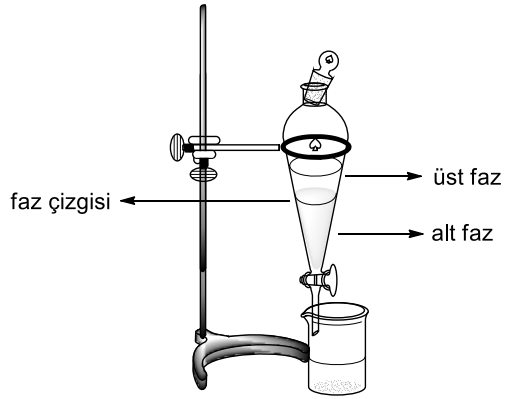
Ekstraksiyon yapılırken şu işlemler takip edilir:

- Safsızlık içerek organik madde su içerisinde ayırma hunisine alınır.
- Üzerine uygun bir organik ekstraksiyon çözücüsü ilave edilir.
- Ekstraksiyon yapılırken, ayırma hunisi çalkalanır ve sulu fazda yer alan organik bileşik daha iyi çözüldüğü organik çözücü içerisine çekilir.
- Çalkalama sırasında, uçucu özellikte olan organik çözücünün buharları çoğaldıkça ayırma hunisi içerisinde buhar basıncı artar. Artan buhar basıncı ayırma hunisinde çatlama ve patlamaya sebep olabileceği için kısa süreli çalkalamalar yapılır ve her çalkalamadan sonra ayırma hunisinin musluğu açılarak huni içerisindeki çözücü buharı dış atmosfere verilir. Çözücü buharı uzaklaştırılırken ayırma hunisinin musluğu yukarı doğru eğimli olacak şekilde tutulur (Resim 2).
- Musluk açıldığı anda çözücü buharı çıkarken ses duyulur. Çalkalama işlemine çözücü sesi duyulmayana kadar devam edilir.
- Burada dikkat edilmesi gereken husus organik çözücünün minimum miktarda kullanılması gerekliliğidir. Genellikle minimum çözücü ile üç kez çekme işlemi yapmak en uygundur.
- Çalkalama işlemleri bittikten sonra ayırma hunisinin kapağı bir miktar gevşetilerek çözücüler arası faz çizgisinin oluşması beklenir (Şekil 12).

- Dengeye ulaşan sistemde, sulu faz ve organik faz musluk yardımıyla birbirinden ayrılır.
- Minimum çözücüyle yapılan her çekme işleminden sonra organik faz aynı kap içerisinde biriktirilir.
- Ekstraksiyon sırasında ayrılan organik faz içerisinde gözle görülmeyecek miktarda su tanecikleri kalabilir. Buradaki suyun uzaklaştırılması için, kaptaki biriktirilen organik çözeltinin içerisine bir miktar susuz $MgSO_4$ ya da $NaSO_4$ katısı ilave edilir. ($MgSO_4$ ve $NaSO_4$ 'ün su tutma özelliğinden yararlanılır.) Çözelti çalkalanır ve katılardan süzülür.
- Çözücü uzaklaştırılır ve bileşik saflaştırılmış olur.



Resim 2. Çalkalama İşlemi

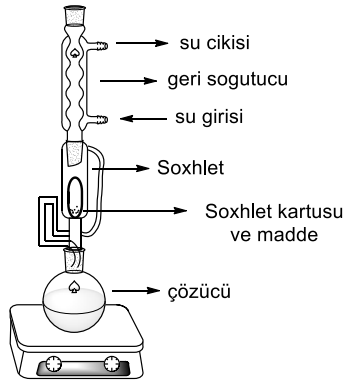


Şekil 12. Fazların Ayrılması İşlemi

Ekstraksiyon yapılırken kimi durumlarda faz farkı net olarak gözlenmeyebilir. Böyle bir durumda fazlardan birinin yoğunluğunun artırılması gerekir. Bunun için genellikle su fazının yoğunluğu $NaCl$ ile artırılır ve faz farkı gözlemlenir.

2.1.1.2. Katı-Sıvı Ekstraksiyon

Katı-sıvı ekstraksiyon yönteminde Şekil 13'te gösterilen Soxhlet düzeneği hazırlanır. Ekstrakte edilecek katı madde kartuşa yerleştirilir. Kartuş Soxhlet gövdesi içerisine yerleştirilir. Balondaki uygun organik çözücü kaynatılarak çözücünün buharı geri soğutucu yüzeyde yoğunlaştırılır ve kartuş üzerinde birikmesi sağlanır. Soxhlet gövdesinde kartuştaki madde ile etkileşime giren çözücü yeteri miktarda biriktiğinde gövdenin sağ ve solundaki ince borular yardımıyla sifonlanır. Bu aşamada gövdeden gelen çözücü kartuş içerisindeki katı maddeyi özütler ve madde balonda birikir. Bu işlemdeki kaynatma ve yoğunlaştırma sürekli olarak yapıldığında (1-2 saat ya da daha fazla) katı ekstraksiyon gerçekleştirilmiş olur.



Şekil 13. Soxhlet Düzeneği

2.1.2. Karışımların Ayrılması

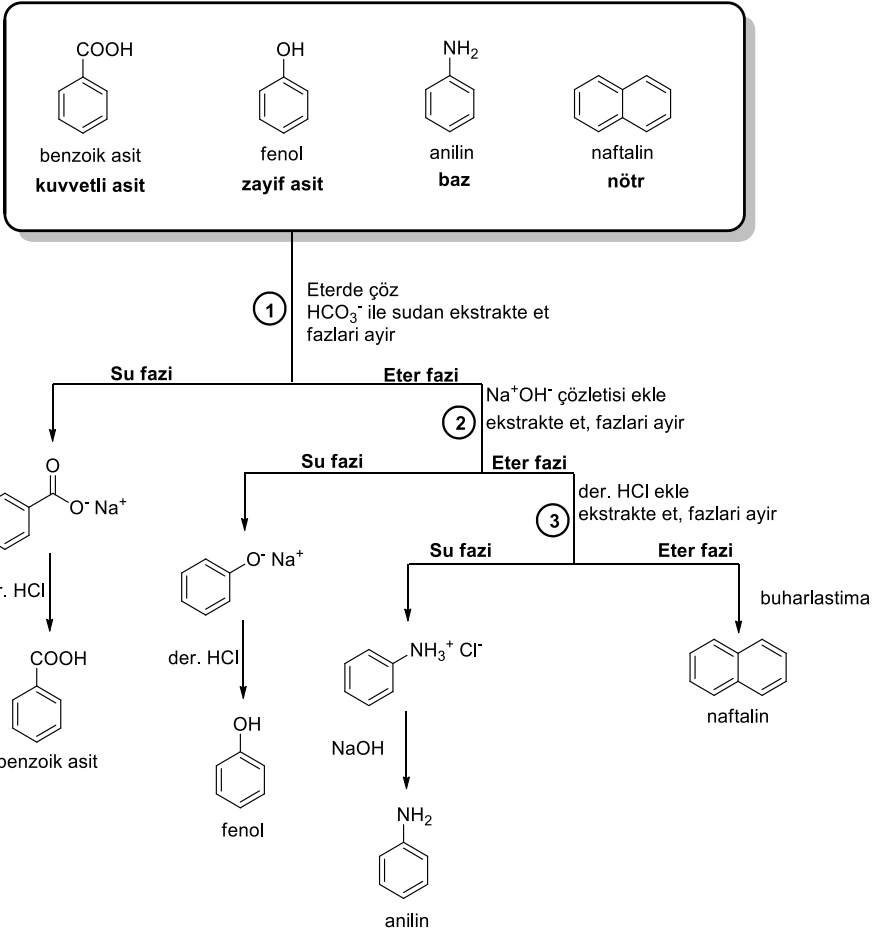
Organik kimya laboratuvarında çalışılan birçok bileşik içerdikleri fonksiyonel gruba göre asidik ya da bazik özellik göstermektedir. Organik karışımların saflaştırılmasında bu karışımı oluşturan

bileşenlerin asidik ve bazik özelliklerinden yararlanılır. Kuvvetli ya da zayıf asidik, bazik veya nötr özellik gösteren organik bileşiklerden oluşmuş karışımları saflaştırmak için asit-baz ekstraksiyonu yöntemi kullanılmaktadır. Yöntemin temeli asit-baz tepkimelerine dayanmaktadır. Organik asit ve baz karakterli bileşikler organik çözücüde çözünürken, asit-baz tepkimesi sonucu oluşan tuzlar suda çözünürler. Bu yöntemin uygulanışı Şekil 14’te verilen basamaklarla açıklanmıştır.

- Elimizde asidik, bazik ve nötr özellik gösteren benzoik asit, fenol, naftalin ve anilin bileşiklerinden oluşan bir karışım vardır ve bu karışım eter içerisinde çözünmüş haldedir.
- Bu karışımdaki bileşikleri birbirinden ayırmak için asidik bileşikler bazlar ile, bazik bileşikleri asitler ile tepkimeye sokulmalıdır.
- Buna göre, elimizdeki karışıma zayıf bazik özellikteki sodyum bikarbonatın sulu çözeltisi ilave edilir (basamak 1), sodyum bikarbonat kuvvetli asit olan benzoik asit ile tepkime verir ve benzoik asitin sodyum tuzu oluşur. Oluşan tuz artık eterde çözünmez ve suda çözünür hale gelir.
- Oluşan karışım ekstrakte edilir. Sulu fazda benzoik asitin sodyum tuzu, eter fazında ise fenol, anilin ve naftalin kalır. Buradan elde edilen sulu faz HCl ile asitlendirildiğinde benzoik asit katıları yeniden oluşur ve suyun dibine çöker.
- Basamak 2’de yer alan eter fazı ile devam edilir. Eter içerisindeki çözeltiliye kuvvetli bazik özellikteki sodyum hidroksitinin sulu

çözeltisi ilave edilir. Kuvvetli baz, zayıf asit olan fenol ile tepkime verir ve fenolün sodyum tuzu oluşur. Oluşan tuz artık eterde çözünmez ve suda çözünür hale gelir.

- Oluşan karışım ekstrakte edilir. Sulu fazda fenolün sodyum tuzu, eter fazında ise anilin ve naftalin kalır. Buradan elde edilen sulu faz HCl ile asitlendirildiğinde fenol bileşiği yeniden oluşur ve suyun dibine çöker.
- Basamak 3'te yer alan eter fazı ile devam edilir. Eter içerisindeki çözeltiliye asidik özellikteki HCl'in sulu çözeltisi ilave edilir. HCl, bazik özellikteki anilin ile tepkime verir ve anilinin hidroklorik asit tuzu oluşur. Oluşan tuz artık eterde çözünmez ve suda çözünür hale gelir.
- Oluşan karışım ekstrakte edilir. Sulu fazda anilinin hidroklorik asit tuzu, eter fazında naftalin kalır. Buradan elde edilen sulu faz NaOH ile bazikleştirildiğinde anilin bileşiği yeniden oluşur ve sudan ayrılır.
- Son basamakta elimizde kalan eter fazındaki nötr naftalin ise eter çözücüsünün uzaklaştırılması ile saflaştırılmış olur.



Şekil 14. Karışımların Ayrılması İçin Örnek Şema

2.1.3. Kristallendirme

Oda sıcaklığında katı olan ancak saf olmayan organik bileşiklerin saflaştırılmasında kullanılan bir yöntemdir. Kristallendirme yönteminin temeli saf olmayan katı maddenin az miktardaki uygun bir çözücünde ısıtıldığında iyi çözünmesi ve soğukta aynı çözücünde çözünmemesine dayanır.

Organik tepkimeler sonunda elde edilen organik bileşikler genellikle saf değildir. Saf olmayan organik katı bileşiklerin saflaştırılması uygun çözücü veya çözücü karışımlarından yapılır. Bir organik tepkime sonucu elde edilen madde doğrudan kristallendirme yöntemiyle saflaştırılmaz. Ürün eldesi için kullanılan tepkime bileşenlerinin tamamının harcanmadığı durumlarda, tepkime kabı içerisinde ürün ile birlikte giriş maddeleri de yer alabilir. Giriş maddeleriyle birlikte ürün kristallendirmeye tabi tutulursa giriş maddeleri de yeniden kristallenebileceği için ürün safsızlık içermiş olur. Bu problemleri en aza indirmek için, organik tepkimeler gerçekleştirildikten sonra genellikle sırasıyla ekstraksiyon, kolon kromatografisi, damıtma gibi ön saflaştırma işlemleri uygulanır. Bunlardan sonra kristallendirme yöntemi ile saflaştırma tamamlanır.

Kristallendirme İşlemi Basamakları

- i. Saf olmayan katı maddenin minimum miktardaki uygun çözücü içerisinde, çözücünün kaynama noktası veya kaynama noktasına yakın sıcaklıklarda çözülmesi.
- ii. Sıcak çözeltinin, içerisinde olabilecek çözünmemiş madde ya da tozların uzaklaştırılması için süzülmesi. (sıcak süzme)
- iii. Süzülen sıcak çözeltinin soğumaya bırakılması ve katı maddenin kristallerinin yeniden oluşumunun sağlanması.
- iv. Oluşan kristallerin çözücünden süzülerek ayrılması (soğuk süzme) ve kurutulması. (kurutulan katı maddenin saflığı erime noktası bakılarak kontrol edilir.)

Kristallendirme Yapılırken Dikkat Edilmesi Gereken Basamaklar

Kristallendirme basamakları uygulanırken şunlara dikkat etmek gerekir:

- a. Sıcak çözelti süzülürken kullanılan huninin geniş ve kısa boyunlu olmasına dikkat edilir. Kısa boyunlu huni kullanımı sıcak çözeltinin hızlı soğumasını ve kristallerin oluşarak boyunun tıkanmasını engeller. Huni ve süzgeç kağıdının düşük sıcaklıkta ısıtılarak kullanılması tıkanıklığı engelleyen başka bir yöntemdir.
- b. Süzme işleminden sonra oluşan kristallerin büyüklüğü soğutma işlemine bağlıdır. İyi kristallerin oluşması için süzütünün bulunduğu kap sarsılmamalıdır. Hızlı soğutma küçük kristallerin oluşumunu sağlar ve küçük kristaller safsızlıkları daha çok adsorplar. Yavaş soğutma büyük kristallerin oluşumunu sağlar ancak büyük kristaller, kristal yapı içerisinde çözücü molekülleri içerebilir. Bu durumlardan kaçınmak için kristallendirme düşük-orta ısıda yapılmalıdır.
- c. Elde edilen kristaller huni-süzgeç kağıdı kullanılarak ya da Buchner hunisi kullanılarak süzülebilir.
- d. Kurutma işlemi, kullanılan çözücünün özelliğine göre açık havada, etüvde ya da desikatörde yapılabilir.

Kristallendirmede Kullanılacak Çözücünün Özellikleri

- i. Saflaştırılacak katı maddeyi yüksek sıcaklıkta çok, oda sıcaklığı ve altındaki düşük sıcaklıklarda az çözmelidir.
- ii. Oda sıcaklığında safsızlıkları çok çözmelidir.
- iii. Saflaştırılacak katı maddenin iyi oluşan kristallerini vermelidir.
- iv. Saflaştırılacak katı madde ile tepkime vermemelidir.
- v. Saflaştırılan katı maddenin kristallerinden kolayca uzaklaşabilmelidir.
- vi. Aşırı uçucu, yanıcı veya zehirli olmamalı ancak kolay bulunur olmalıdır.

Kristallendirmede En Çok Kullanılan Çözücüler

ÇÖZÜCÜ	KAYNAMA NOKTASI (°C)	ÖZELLİK
Asetik asit	118	Keskin Kokulu
Aseton	56	Yanıcı
Damıtık Su	100	Uygun olan her yerde kullanılabilir
Dietileter	35	Yanıcı – Aşırı Uçucu
Etanol	78	Yanıcı – Uçucu
Etilasetat	78	Yanıcı – Uçucu
Karbondiklorür	77	Yanıcı Değil – Buharı Zehirli
Kloroform	61	Yanıcı Değil – Buharı Zehirli
Metanol	65	Yanıcı – Zehirli
Petrol eteri	40-60	Yanıcı

Kristallendirmede Karşılaşılabilecek Problemler ve Çözümleri

- i. Kristallenme Güçlüğü:** Kristallenmenin başlamadığı durumlarda çözelti içerisine aşırı kristali ilave edilebilir, cam baget yardımıyla çözelti kabına kaşıma yapılabilir, çözelti seyreltik ise çözücünün bir kısmı uçurulabilir.
- ii. Yağ Halinde Ayrılma:** Kristallendirilecek çözelti fazla derişik ya da çok hızlı soğutulmuş ise madde yağ şeklinde ayrılabilir. Bu problemi aşmak için çözelti yeniden ısıtılır ve yavaş soğutma yapılır. Bir başka yöntem ise çözeltinin hızlı karıştırılarak soğutulmasıdır. Hızlı karıştırma sayesinde çözeltilerde oluşabilecek yağ damlacıkları birbirinden uzaklaştırılır ve kristallenmenin başlaması sağlanır.
- iii. Renk Giderme:** Ürünün renkli safsızlıklar içermesi durumunda madde uygun çözücüde ısıtılarak çözülür. Sıcak çözelti içerisine aktif kömür atılır. Aktif kömürün adsorpsiyon yeteneği yüksek olduğu için maddedeki renkli safsızlıkları adsorbe eder ve süzülen çözeltilerde soğumayla birlikte saf kristallerin oluşumu başlar. Burada aktif kömürün miktarı saflaştırılacak ham maddenin %1-2'si kadar alınmalıdır. Aktif kömür fazla kullanıldığında saflaştırılacak madde de aktif kömür yüzeyine adsorbe olabilir dolayısıyla verim kaybı yaşanır.

2.1.4. Çözücü Uzaklaştırma

Organik tepkimelerde ya da saflaştırma işleminde kullanılan çözücülerin buldukları ortamdan uzaklaştırılması için en çok vakumlu döner buharlaştırıcı cihazlar (rotary evaporator) (Resim 3) kullanılmaktadır.

Vakumlu döner buharlaştırıcı cihazı şu bölümlerden oluşur:

- i. Vakum pompası
- ii. Isıtma banyosu
- iii. Çözücü toplama balonu
- iv. Çözeltilin yer aldığı balon
- v. Çözeltilin dönmesini sağlayacak döndürücü boyun
- vi. Geri soğutucu kolon
- vii. Kontrol paneli

Vakumlu döner buharlaştırıcı cihazlarının prensibi atmosfer basıncının altındaki düşük basınçlarda çözücüye vakum uygulayarak daha düşük sıcaklıklarda çözücünün buharlaşmasını sağlamaktır. Bu sayede daha kısa sürede daha fazla çözücü buharlaştırılabilir. Çözücünün kaynama noktasından bağımsız olarak vakum değeri ve ısıtma banyosunun sıcaklığı ayarlanarak istenilen çözücü buharlaştırılabilir. Buharlaştırma yapılırken çözeltilin yer aldığı balon döndürülür çünkü düşük basınç uygulanırken çözücü yüzeyinde vakum ile karşılaşan molekül sayısının fazla olması gerekir. Vakum altında döndürme yapılmadan buharlaştırma yapılırsa köpürme, taşma ya da çözücü balonunda çatlama gerçekleşebilir. Buharlaştırılan çözücü geri soğutucunun soğuk iç yüzeyinde yoğunlaşarak toplama kabında biriktirilir. Çözeltilin

bulunduđu kaptan kuruluđu kadar özücü uzaklaştırıldıđında kap içerisinde ham / saf madde kalır.



Resim 3. Döner Buharlaştırıcı Cihazı.

2.2. Deney: Sıvı-Sıvı Ekstraksiyon

GEREKLİ MALZEMELER

Benzil alkol, benzoik asit, NaOH (%10'luk), der. HCl, eter, su, beher, ayırma hunisi, ısıtıcı tabla, huni, süzgeç kağıdı, cam saati, baget, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir behere 2 mL benzil alkol ve 1 g benziok asit alınır.
2. Maddelerin üzerine 10 mL eter ilave edilir ve maddeler çözüne kadar karıştırılır. (Eter aşırı uçucu bir organik çözücüdür. Çeker ocakta çalışınız!)
3. Ayrı bir beherde 3 mL %10'luk NaOH çözeltisi hazırlanır.
4. NaOH çözeltisi maddelerin eterdeki çözeltisinin üzerine ilave edilir ve oluşan yeni karışım ayırma hunisine boşaltılır.
5. Ayırma hunisindeki çözelti ekstrakte edilir. Sulu faz ve organik çözücü fazı birbirinden ayrılarak ayrı beherlere konulur.
6. Organik çözücünün yer aldığı beher çözücünün uçması için çeker ocakta bekletilir. Çözücü tamamen uçtuktan sonra beherde kalan madde miktarın ölçülür ve verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Ayırma hunisinde yer alan fazların hangisinin sulu hangisinin organik faz olduğunu nasıl anlarsınız?
2. Yaptığınız deneyde alt ve üst fazın hangisi olduğunu tanımlayınız.

2.3. Deney: Kristallendirme

DENEYİN YAPILIŞI

1. Ekstraksiyon deneyinden ayrılan sulu fazın asitliği/bazlığı kontrol edilir! Bu çözelti üzerine damla damla der. HCl ilave edilir. (pH 4-5 olana kadar) HCl ilavesi ile benzoik asit katısının çökmeye başladığı gözlemlenir.

2. Çöken benzoik asit katıları süzülür. Soğuk su ile yıkanır.
3. Elde edilen benzoik asit spatül yardımıyla bir beher içine alınır.
4. Madde üzerine 10 mL su ilave edilir.
5. Beher ısıtıcı tabla üzerine konularak kontrollü bir şekilde ısıtılır.
6. Katılar tamamen çözünene kadar ısıtılır.
7. Berrak çözelti buz banyosuna yerleştirilir ve maddenin kristallenmesi sağlanır.
8. Kristallenme tamamlandıktan sonra madde süzülür, süzgeç kağıdı saat camı üzerine alınır, kurutulur ve verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Sulu faza der. HCl ilave edilmesinin sebebi nedir?
2. Ayırma prosedüründe gerçekleşen tepkimeleri gösteriniz.
3. Verim kaybının sebepleri ne olabilir?

2.4. Deney: Organik Çözücü Uzaklaştırma Yöntemleri

DENEYİN YAPILIŞI

1. Döner buharlaştırıcı cihazı çalıştırılır.
2. Tek boyunlu bir balona (balonun boş tartımını alınız!) kolon kromatografisi ile saflaştırılan metil oranj – etanol çözeltisi dökülür.
3. Etanol döner buharlaştırıcıda uzaklaştırılır.
4. Tek boyunlu balonda kalan katı madde kurutulur.
5. Verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Döner buharlaştırıcının çalışma prensibini araştırınız.
2. Döner buharlaştırıcıda etanolü kaç derecede buharlaştırmak uygundur? Araştırınız.
3. Elde ettiğiniz verimi, başlangıç miktarı ile karşılaştırınız.

2.5. Deney: Asit – Baz Ekstraksiyonu

GEREKLİ MALZEMELER

Benzoik asit, fenol, naftalin, anilin, dietileter, der. HCl, NaOH, NaHCO₃, ayırma hunisi, beher, erlen, huni, süzgeç kağıdı, baget, pens, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1.0 g benzoik asit, 1.0 g fenol, 1.0 g naftalin ve 1.0 mL anilini bir erlene alınır. Maddeler 10 mL eter içerisinde çözülür. Şekil 14'te anlatılan basamaklar takip edilerek her bir madde saflaştırılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Her bir basamakta gerçekleşen tepkimeyi yazınız.

3. KOLON VE İNCE TABAKA KROMATOĞRAFİSİ

3.1. Genel Bilgi

İnce tabaka ve Kolon kromatografi yöntemleri bu bölüme kadar anlatılan saflaştırma yöntemlerinin saf maddeyi elde etmede yeterli olmadığı durumlarda kullanılan ileri saflaştırma yöntemlerindedir. Kromatografinin temeli, karışımlarda yer alan maddelerin seçimli adsorplanması ile sabit faz ve hareketli fazlar üzerinden hareket etmelerine ve birbirlerinden uzaklaşmalarına dayanır.

Sabit Faz: Silikajel, alümina, selüloz ya da nişasta gibi farklı bağlama (adsorplama) kapasitesine sahip katı maddelerdir. Sabit faz olarak katı destek yüzeye tutturulmuş sıvı maddeler de kullanılabilir.

Hareketli Faz: Saflaştırılacak karışım bileşenlerini sabit faz üzerinden yürüterek ayrımsallık sağlayan genellikle sıvı veya gazlardan oluşan fazdır. Etanol, su, kloroform, etil asetat ya da hekzan gibi organik çözücüler hareketli faz olarak kullanılmaktadır.

Organik bileşiklerin kromatografik olarak saflaştırılmasında temel fiziksel ve kimyasal özellikler rol oynamaktadır. Kolon ve İnce Tabaka kromatografisinde sabit faz ile madde arasındaki adsorpsiyonun şiddeti şu etkileşimlere bağlıdır:


- i. Van der Waals kuvvetleri
- ii. Dipol-dipol etkileşimleri
- iii. Hidrojen bağı
- iv. İyonik bağlar
- v. Şelat bağları, koordinasyon kompleksi oluşumu

- vi. İyonik tuz oluşumu
- vii. Kovalent bağ (nadiren)


Bu etkileşimlerin kuvvetleri yukarıdan aşağı inildikçe artar. Bu etki organik bileşiklerin kimyasal yapıları ile uyum içerisindedir. Tablo 1’de verilen organik yapıların adsorplanma özellikleri verilmiştir. Buna göre, van der Waals etkileşimi gösteren alkan bileşikleri sabit faz yüzeyinde az adsorplanırken, aldehit, alkol ya da karboksilik asit grubu içeren bileşikler hidrojen bağı yapabilme özelliğinden dolayı sabit faza daha fazla adsorbe olur. Daha fazla adsorbe olan bileşik sabit faz yüzeyinde daha yavaş yürürken, daha az adsorbe olan bileşik sabit faz yüzeyinde daha hızlı yürür ve kolondan çıkarak saflaştırılmış olur.

Kromatografik saflaştırmalarda bir başka etken kullanılan sabit fazın adsorpsiyon yeteneğidir. Saflaştırılacak maddelerin özelliklerine göre Tablo 2’de verilen bilgilerle uygun sabit faz seçilebilir. Organik tepkimelerin saflaştırılmasında genellikle silika jel kullanılmaktadır.

Tablo 1. Organik Bileşiklerin Adsorplanma Özellikleri

ORGANİK BİLEŞİK	YAPI	HIZLI YÜRÜME
Alkanlar	$R-CH_2-CH_2-R'$	 Artan Adsorplanma
Alkenler	$R-CH=CH-R'$	
Dienler	$R-CH=CH-CH=CH-R'$	
Aromatik Bileşikler	Ar-H	
Halojenürler	$R-CH_2-X$ (X= F, Cl, Br, I)	
Eterler	$R-CH_2-O-CH_2-R'$	
Esterler	$R-(C=O)-O-R'$	
Amitler	$R-(C=O)-NR_2'$	
Ketonlar	$R-(C=O)-R'$	
Aldehitler	$R-(C=O)-H$	
Alkoller	$R-CH(OH)-R'$	
Aminler	$R-CH(NR_2')-CH_2-R'$	
Karboksilik Asitler	$R-(C=O)-OH$	

Tablo 2. Sabit Fazların Adsorplama Özellikleri


Selüloz (biyokimyasal bileşikler için uygundur)	 Arta Adsorplama Yeteneği
Nişasta	
Silika jel (nötr ve asidik yapıdaki bileşikler için uygundur)	
Alümina (nötr ve bazik yapıdaki bileşikler için uygundur)	

Kromatografik saflařtırmalarda ayrımsallığı etkileyen bir başka etken ise hareketli faz olarak kullanılacak olan çözücülerin özellikleridir. Polar çözücüler polar maddeleri, apolar çözücüler ise apolar maddeleri daha iyi yürütürler. Çözücü polaritesi arttıkça maddelerin sabit faz üzerinde yürümesi hızlanır. Sabit fazın adsorplama kapasitesi ve çözücünün yürütücü özelliđi maddelerin kolondan ayrılma hızını belirler. Polarite, maddenin dielektrik sabiti ile doğru orantılıdır. Tablo 3'te, kromatografide hareketli faz olarak kullanılan bazı çözücülerin polarite özellikleri verilmiştir.

Yürütücü faz olarak kullanılacak olan çözücülerde řu özellikler aranır:

- i. Sabit fazı çözmemelidir.
- ii. Sabit faz ve saflařtırılacak maddeler ile tepkime vermemelidir.
- iii. Saflařtırılacak maddelerin sabit faz üzerinden desorpsiyonu (yürütme) için seçici davranmalıdır.
- iv. Maddeleri sabit faz üzerinden yürütebilecek kadar çözebilmelidir.
- v. Saflařtırma işleminden sonra maddeden kolay uzaklařtırılabilmesi için düşük kaynama noktasına sahip olmalıdır.
- vi. Ucuz, kolay ulařılabilir olmalı ve zehirli olmamalıdır.

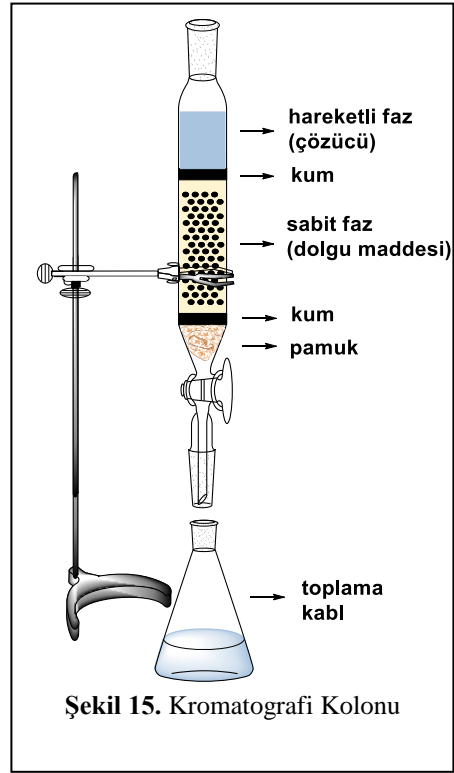
Tablo 3. Organik Çözücülerin Polariteleri

ÇÖZÜCÜ	YAPI	DİELEKTRİK SABİTİ	APOLAR	
n-Hekzan	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ - CH ₂ -CH ₃	1.89	 Artan Yürütme Kuvveti	
Heptan	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ - CH ₂ -CH ₂ -CH ₃	1.92		
Karbontetra klorür	CCl ₄	2.24		
Benzen	C ₆ H ₆	2.28		
Dietileter	CH ₃ -CH ₂ -O-CH ₂ - CH ₃	4.34		
Kloroform	CHCl ₃	4.80		
Etilasetat	CH ₃ -(C=O)-O- CH ₂ -CH ₃	6.02		
Diklorometan	CH ₂ Cl ₂	8.93		
Piridin	C ₆ H ₅ N	12.30		
Aseton	CH ₃ -(C=O)-CH ₃	20.70		
Etanol	CH ₃ -CH ₂ -OH	24.30		
Metanol	CH ₃ -OH	33.62		
Su	H ₂ O	80.35		POLAR

3.1.1. Kolon Kromatografisi

Kolon Kromatografisinin Hazırlanması: Bir kolon kromatografisinde teorik olarak Şekil 15'te gösterildiği gibi musluktan yukarı doğru pamuk, kum, sabit faz (dolgu maddesi), kum ve hareketli faz (çözücü) yer alır. Dolgu maddesinin alt ve üstündeki kum tanecikleri dolgu maddesinde oluşabilecek çatlama ve saflaştırılacak karışımın dolgu maddesi yüzeyine ekilirken yüzeyin bozulmasını engellemek için kullanılmaktadır. Pamuk, dolgu maddesinin kolon musluğundan akışını engellemek için kullanılmaktadır. Saflaştırmada kullanılacak kolon kuru ve yaş olmak üzere iki şekilde hazırlanabilmektedir.

Yaş Yöntem: Kullanılan kolonun büyüklüğüne göre bir miktar sabit faz (örn. Silika jel) behere alınır. Üzerine yürütücü faz olan çözücü ya da çözücü karışımı dökülür ve karıştırılır. Karıştırma işlemi, silika jel ve çözücü arasında hava kabarcıkları kalmayana kadar sürekli yapılır. Kolonun üstüne bir huni yerleştirilir ve karıştırmaya devam edilerek ıslanmış silika jel kolona dökülür. Silika jel taneciklerinin kolonun



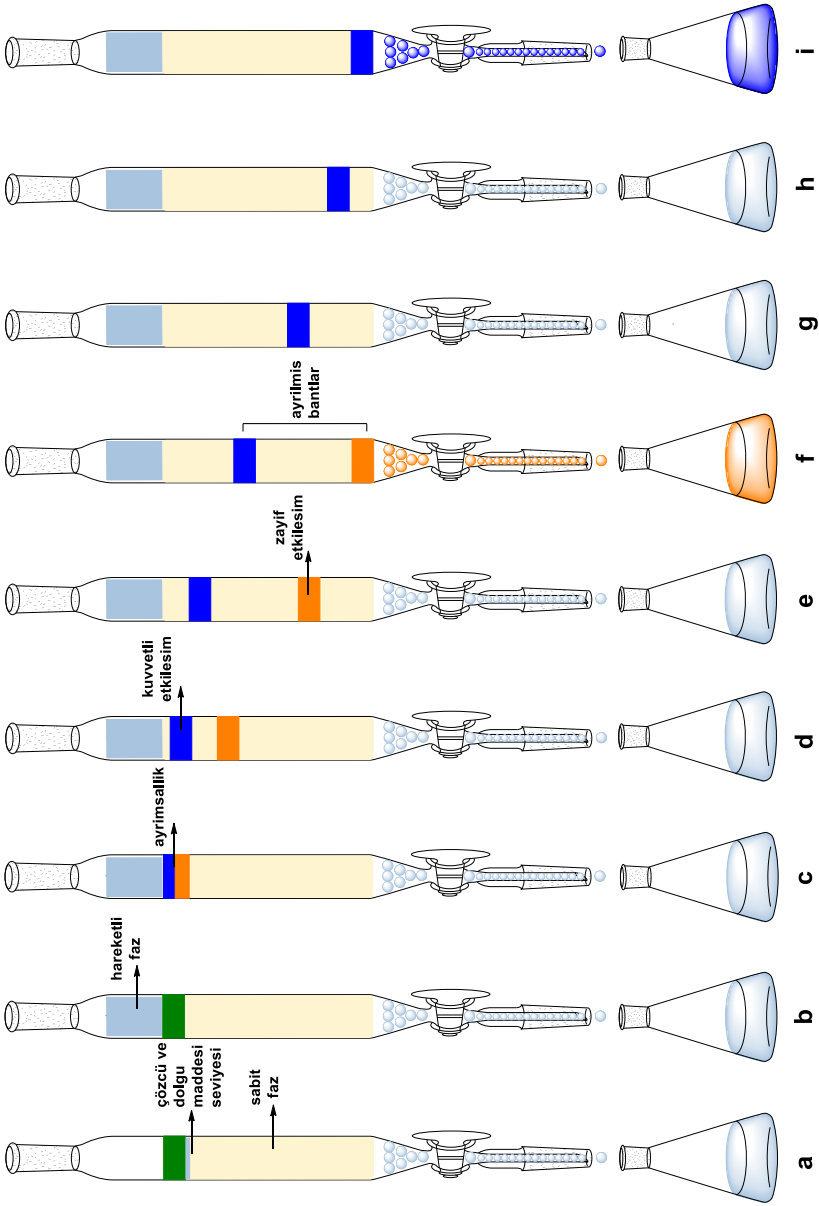
dibine yerleşmesi beklenir. Varsa, kolon çeperlerine bulaşmış olan silika jel tanecikleri çözücü ile yıkanarak dibe yerleşen silika jel yüzeyine gönderilir. Burada silika jel yüzeyindeki çözücünün bitmemesine dikkat edilmelidir. Kolon içerisinde yüzeyi kuruyan silika jel tabakaları arasında çatlama oluşur. Çatlamanın oluşması ayrımsallığı engeller ve saflaştırma yeterince iyi olmaz. Dibe yerleşen silika jel üzerinden birkaç kez çözücü eklenir ve çözücü toplama kabında toplanır. Bu sırada silika jel tanecikleri sık istiflenir ve iyi ayrımsallık için gerekli olan tabaka sayısına ulaşılır.

Kuru Yöntem: Yaş yöntemden farklı olarak, silika jel tanecikleri kolona kuru halde dökülür. Bunun üzerine çözücü ilave edilir ve silika jelin ıslanması beklenir. Islanan silika jelin tabaka oluşumu için yaş yöntemde anlatılan basamaklar uygulanır. Kuru yöntemde çatlama olasılığı daha yüksek olduğu için genellikle tercih edilen bir yöntem değildir.

Kolon Kromatografisinin Uygulanması

- i. Amaca uygun şekilde kolon hazırlanır. Dolgu maddesinin yüzü (en üst seviye) kurumadan musluk kapatılır. Burada çözücü seviyesi ile dolgu maddesinin seviyesi yaklaşık eşit aynı olmalıdır.
- ii. Çözücü ve dolgu maddesinin seviyesi Şekil 16a'da gösterildiği gibi aynı seviyede olduğu anda saflaştırılacak karışım dolgu maddesinin yüzeyine ekilir.

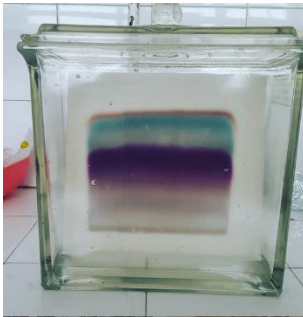
- iii. Ekme işlemi tamamlandıktan sonra karışımın çözücüsü dolgu maddesi ile aynı seviyeye geldiğinde kolonun üzerinden çözücü ilave edilir (Şekil 16b).
- iv. Çözücü ilave edildikçe açık musluktan çözücü toplanır. Bu sırada çözücü ile daha çok, dolgu maddesi ile daha az etkileşen bileşen karışımdan ayrılarak kolonda daha hızlı yürümeye başlar (Şekil 16c-e, turuncu bantlar).
- v. Kolonun üstünden sürekli çözücü ilave edilir ve alt kısımdan çözücü ile birlikte gelen diğer maddeler toplanır (Şekil 16f-i, mavi bantlar).
- vi. Maddeler renkli ise toplama kapları görülebilir şekilde ayırt edilebilir.
- vii. Maddeler renkli değilse toplama kaplarına teker teker İTK uygulanır.
- viii. İTK tabakaları UV-ışığı altında izlenir ve hangi kapta hangi maddenin olduğuna karar verilir.



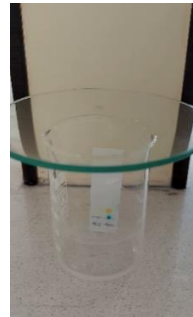
Şekil 16. Kolon Kromatografisi Uygulamasının Şematik Gösterimi

3.1.2. İnce Tabaka Kromatografisi (İTK)

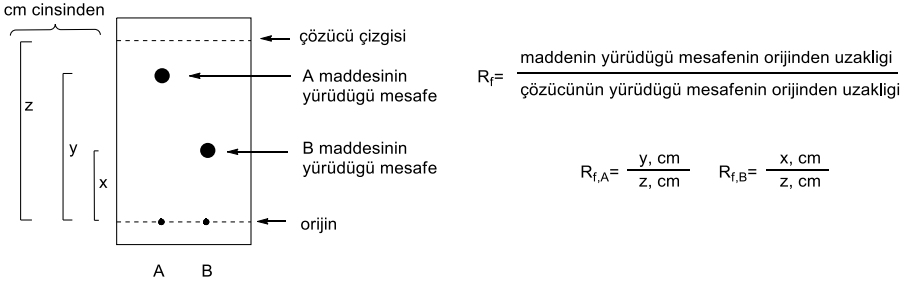
Bu yöntemde kolon kromatografisinde kullanılan dolgu maddeleri kullanılmaktadır. Ancak dolgu maddeler alüminyum ya da cam tabakaların yüzeyine oldukça ince bir şekilde kaplanmış haldedir. Tabakalar genellikle 20 x 20 cm boyutlarındadır. Cam tabakalarda saflaştırma, maddelerin yürüdüğü bantların tabaka yüzeyinden kazınarak alınması şeklinde olur (Resim 4). Alüminyum tabakalar kullanıldığında makas ile istenilen boyutlarda kesilerek de yöntem uygulanabilir (Resim 5). İTK'da kullanılan çözücüler ve özellikleri kolon kromatografisinde olduğu gibidir. Maddeler kolon kromatografisinde yukarıdan aşağı doğru yürürken İTK yönteminde aşağıdan yukarı doğru kapiler etkisi ile yürürler. İTK yönteminde maddelerin saflık kontrolü için alıkonma faktörü (R_f) değeri hesaplanır ve teorik değerler ile karşılaştırılır (Şekil 17). R_f değeri her bileşik için belirli koşullar altında (sıcaklık, basınç, çözücü polaritesi) karakteristiktir. Maddelerin birbirlerine göre adsorplanma özelliklerini açıklamada kullanılır.



Resim 4. Cam Tabaka Uygulaması



Resim 5. Alüminyum Tabaka Uygulaması

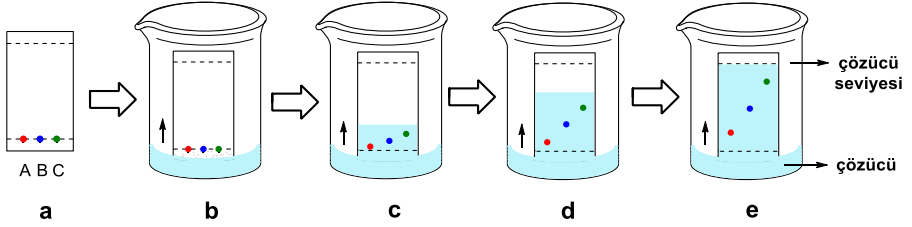


Şekil 17. İTK yöntemi ve R_f değerinin hesaplanması.

İnce Tabaka Kromatografisinin Uygulanması

- i. Tabakanın alt çizgisine yakın bir noktadan (yaklaşık 1 cm) kurşun kalem ile paralel çizgi çizilir (orijin noktası ya da uygulama noktası) (Şekil 18a).
- ii. Çizgi üzerinde belirli sayıda dikey noktalar işaretlenir (Şekil 18a).
- iii. Belirli derişimdeki madde çözeltilerinden kapiler tüplere örnekler alınır ve noktalar üzerine damlatılır/uygulanır (Şekil 18a). Çözelti derişimleri fazla olursa ayırmsallık düşer, seyreltik olursa gözlemlenmek güçleşir.
- iv. Yürütücü faz olarak uygun çözücü ya da çözücü karışımı seçilir ve İTK uygulama tankının içerisine koyulur, kapak kapatılır. Çözücü seviyesi tabakaya çizilen paralel çizginin altındaki bir seviyede olmalıdır (Şekil 18b). Ayırmsallığın daha iyi olması için tankın içerisi çözücü buharıyla dolana kadar bir süre beklenir.
- v. Tank içerisindeki çözücüye İTK tabakası dik bir şekilde yerleştirilir. Tankın kapağı kapatılır (Şekil 18b).
- vi. Maddeler çözücü ile etkileşimleri sayesinde polaritelerine göre daha hızlı yürüyerek birbirinden ayrılır (Şekil 18c,d).

- vii. Çözücü seviyesi ve yürüyen maddelerin yürüdükleri noktalar işaretlenir (Şekil 18e).
- viii. Saflaştırılan karışımdaki her bir bileşen için alıkonma faktörü (R_f) değerleri hesaplanır.



Şekil 18. İnce Tabaka Kromatografisi Uygulamasının Şematik Gösterimi

İTK'nın Avantajları

- i. Kolon kromatografisine göre hızlı ve ayırmsallık daha iyidir.
- ii. Basit ve ekonomiktir.
- iii. Tekrarlanabilir ve kesin sonuç verir.
- iv. Farklı dolgu maddesi kullanımı için uygundur.
- v. Düşük miktardaki karışımların saflaştırılmasında uygundur.
- vi. Birden fazla maddenin görüntülenmesinde ve tepkime takibinde kullanılabilir.
- vii. Maddelerin saflığının kontrolü için kullanılabilir.

3.2. Deney: Kolon Kromatografisi

GEREKLİ MALZEMELER

Metil oranj, metilen mavisi, etanol, su, silika jel, İTK tabakası, beher, huni, baget, kromatografik kolon, cam damlalık, pens, spor, kıskaç, döner buharlaştırıcı.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Spor ve kıskaç yardımıyla kromatografi kolonu dik bir şekilde kıskaçla tutturularak düzenek hazırlanır. (kolon sinterli değilse musluğun hemen üzerini pamuk ile tıkayınız!) Musluğun altına bir beher yerleştirilir.
2. Bir behere 20 g silika jel tartılır ve 50 mL etanol ilave edilerek karıştırılır. Silika jel partiküllerinin homojen bir şekilde karıştığından emin olduktan sonra karıştırma işlemine devam edilerek ıslak silika jel huni yardımıyla kolonun tepesinden boşaltılır. (kolon musluğunun kapalı olduğundan emin olunuz!)
3. Musluk açılarak kolondan birkaç tur çözücü (etanol) geçirilir ve tahta maşa yardımıyla kolonun iki yanından kolona vurulur. Bu şekilde silika jel taneciklerinin sıkışması sağlanır.
4. Çözücü ile silika jel yüzeyinin sıfırlandığı noktada kolon musluğu kapatılır ve çözücü akışı durdurulur. (kolon yüzeyinin kurumamasını sağlayınız!)
5. Bir behere 0.010 g metil oranj ve 0.010 g metilen mavisi tartılır.
6. Maddeler 2 mL etanolde çözülür.

7. Çözünen madde karışımı damlalık yardımıyla silika jel yüzeyine ekilir. Musluk açılır ve çözücü ile maddelerin yürümesi sağlanır. Maddeler silika jel yüzeyine tutunduğunda musluk kapatılır.
8. Yüzeydeki maddelerin çözünmesini engelleyecek şekilde kolonun üst kısmına yavaşça çözücü ilave edilir.
9. Musluk açılarak çözücü ile maddelerin yürümesi sağlanır. Etanol çözücüsü ile metil oranj maddesinin yürüyerek geldiği ancak metilen mavisinin silika jel yüzeyine tutunmuş olduğu gözlemlenir.
10. Metil oranjın toplandığı beher kenara alınarak kolon musluğunun altına başka bir beher yerleştirilir. (metil oranj içeren beheri atmayınız/dökmeyiniz! İTK deneyinde kullanılacak!)
11. Etanol çözücüsü bittikten sonra çözücü olarak su kullanılır. Kolonun tepesinden su ilavesi ile metilen mavisinin yürüyüp yürümediği gözlemlenir.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Yaptığınız deneyde sabit faz ve hareketli fazlar hangileridir?
2. Deneyde metil oranj yürüyerek kolondan ayrılırken, metilen mavisi silika jel yüzeyinde tutunmuş kalmıştır? Nedenini araştırınız.
3. Metil oranj ve metilen mavisinin molekül yapılarını inceleyiniz.

3.3. Deney: İnce Tabaka Kromatografisi

DENEYİN YAPILIŞI

1. İTK tabakasından 2x5 cm'lik bir parça kesilir. Tabakanın dar kısmından 1 cm yükseklikte paralel bir çizgi çizilir (kurşun kalem ile). Paralel çizgi üzerinde iki nokta işaretlenir.
2. Ayrı bir behere tepkime karışımının etanoldeki çözeltisi hazırlanır.
3. İTK yüzeyinde belirlenen noktalardan bir tanesine karışımdan, diğerine de metil oranj çözeltisinden gözle görülebilecek şekilde ekilir (spot oluşturulur) ve İTK tabakası analiz için hazır hale getirilir.
4. Bir beher içerisine 1 mL etanol çözücüsü konulur.
5. Hazırlanan İTK tabakası çözücü içerisine düşürülmeden dik şekilde behere yerleştirilir ve ağzı kapatılır.
6. Spotların zamanla yukarıya doğru hareket ettiği gözlemlenir.
7. Çözücü tabakanın üst seviyesine ulaşmadan İTK tabakası beherden çıkarılır ve çözücü seviyesi işaretlenir.
8. Maddelerin R_f değerleri hesaplanır.

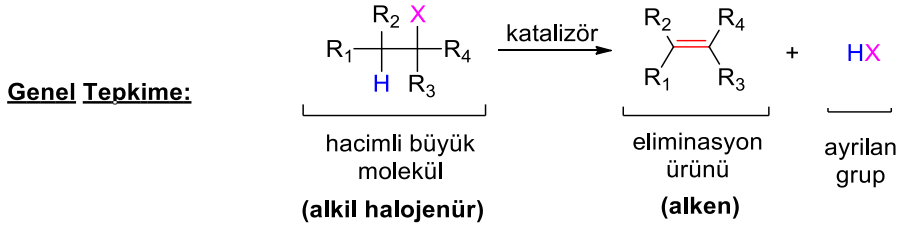
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Yaptığınız deneyde sabit faz ve hareketli fazlar hangileridir?
2. İnce tabaka ve kolon kromatografisinin temel farkı nedir?
3. İTK yüzeyindeki maddelerin yürüyüşü ile kolon kromatografisindeki maddelerin yürüyüş davranışları uyumlu mudur? Tartışınız.

4. ALKOLLERDEN ALKEN SENTEZİ

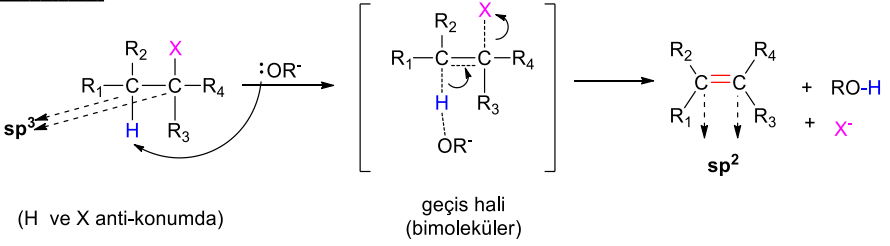
4.1. Genel Bilgi

Ayrılma (eliminasyon) tepkimesi, hacimli organik bir molekülden bir atom ya da bir grubun ayrıldığı organik tepkimelerdir. Küçük grubun ayrılması bir basamaklı ya da iki basamaklı mekanizma yoluyla gerçekleşebilir. Bir basamaklı mekanizma E2 tepkimesi, iki basamaklı mekanizma E1 tepkimesi olarak adlandırılır.



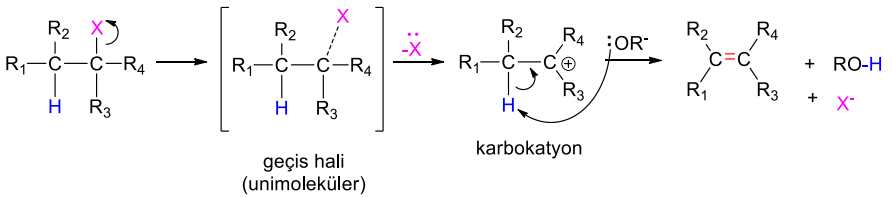
E2 Tepkimesi: Bir basamakta ilerleyen tepkimedir ve bir tane geçiş halinde 2 molekül içerir (bimoleküler). Genellikle primer alkil halojenürlerin ayrılma tepkimesi E2 mekanizması üzerinden yürür. Bazı sekonder alkil halojenürlerin ayrılma tepkimesinde de E2 mekanizması görülebilir. Geçiş halinde iki molekülün olması tepkime hızının ikinci dereceden olduğunu göstermektedir. Ayrılmanın gerçekleşmesi için ayrılan grupların birbirine göre anti-konumunda olması gereklidir. Tepkimede genellikle kuvvetli baz kullanılır. Kullanılan baz nükleofil olarak davrandığında, tepkimeden S_N2 mekanizması ile de ürün oluşabilir. Tepkime sonunda π-bağı oluştuğu için, tepkimenin gerçekleştiği karbon atomunun hibritleşmesi sp³'ten sp²'ye değişir.

Mekanizma:



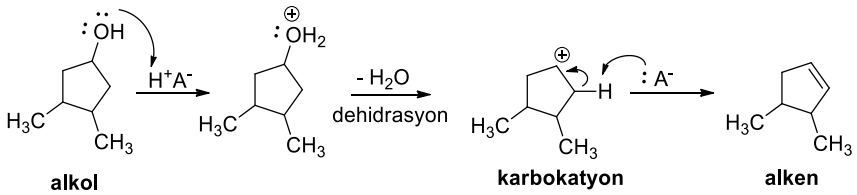
E1 Tepkimesi: İki basamakta ilerleyen tepkimedir ve hız belirleyen basamağın (yavaş basamak) geçiş halinde 1 molekül içerir (unimoleküler). Genellikle tersiyer alkil halojenürlerin ayrılma tepkimesi E1 mekanizması üzerinden yürür. Bazı sekonder alkil halojenürlerin ayrılma tepkimesinde de E1 mekanizması görülebilir. Hız belirleyen basamaktaki geçiş halinde bir tane molekülün olması tepkime hızının birinci dereceden olduğunu göstermektedir. Tepkimenin gerçekleşmesi için zayıf bazların kullanımı yeterli olmaktadır. Yavaş basamakta karbokatyon ara ürünü oluştuğu için, zayıf baz nükleofil olarak davrandığında, tepkimeden S_N1 mekanizması ile de yer değiştirme ürünü oluşabilir. Yavaş basamakta oluşan karbokatyon daha kararlı başka bir karbokatyona dönüşebiliyorsa yapıda çevrilme gerçekleşebilir. Çevrilme sonucu, tepkimede planlanan üründen farklı ürünler oluşabilir.

Mekanizma:



Alkollerin Eliminasyonu (Dehidrasyon): Organik tepkimelerde $-OH$ grubu iyi ayrılan grup değildir. Hidroksil (alkol) grubunu iyi ayrılan grup haline getirmek için tepkime ortamına kuvvetli asit ilavesi gerekir. Asitteki $-H$ atomları ile $-OH$ grubu birleşerek $-OH_2$ grubunu oluşturur. Oluşan $-OH_2$ grubu daha iyi ayrılan gruptur. $-OH_2$ grubunun kolayca ayrılması ile karbokatyon ara ürünü oluşur. Ayrılma mekanizması E1 tepkimesinde olduğu gibi devam eder.

Örnek Mekanizma:

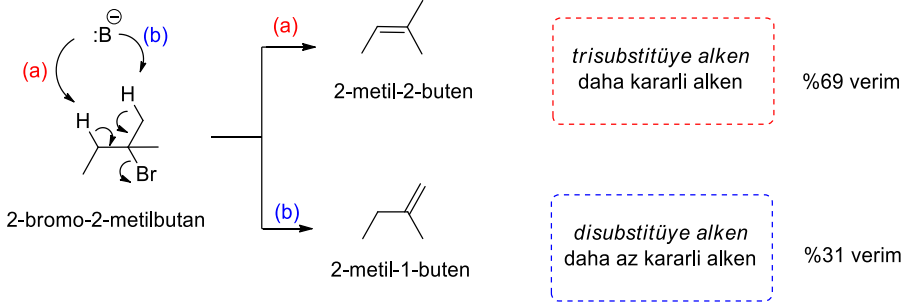


Zaitsev Kuralı: “Ayrılma tepkimelerinde oluşan ürünlerden yüksek verimle oluşan ürün, daha substitüye olan üründür.”

Primer alkol ya da alkil halojenürlerde ayrılma sonucu genellikle tek ürün oluşur. Sekonder ve tersiyer alkol ya da alkil halojenürlerde ayrılma sonucu 2 ayrı ürün oluşabilir. Bunun sebebi, iyi ayrılan grubun bağlı olduğu karbon atomunun komşu karbon atomlarında farklı kimyasal çevrelere sahip 2 ayrı H-atomunun bulunmasıdır. Baz, her iki H-atomuna da atak edeceği için H-atomlarının bulunduğu iki karbon merkezinde de ayrılma gerçekleşir ve iki ürün oluşur. Ancak, ürünlerden biri diğerine göre yüksek oranda oluşur. Çünkü, ayrılma sonucu oluşan C-C ikili bağına (alken) bağlı olan R-grubu sayısı ne

kadar fazla ise alken yapısı o kadar kararlıdır. Daha kararlı alken ürünü daha yüksek oranda oluşur.

Örnek Mekanizma:



4.2. Deney: 2-Metil-2-Buten Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

t-Amil alkol, H₂SO₄, H₂O, NaOH (%10'luk), dibi yuvarlak/düz balon, basit damıtma düzeneği, termometre ve yuvası, ayırma hunisi, erlen, beher, pastör pipet, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Basit damıtma düzeneği hazırlanır ve su giriş-çıkışı kontrol edilir.
2. 28 mL soğuk su 250 mL'lik dibi yuvarlak balona konulur.
3. Suyun üzerine 14 mL der. H₂SO₄ azar azar ilave edilir. (DİKKAT! H₂SO₄'ün suda çözünmesi ekzotermik bir tepkimedir. H₂SO₄'ün tamamını tek seferde ilave etmeyiniz! Her asit ilavesinde ısınma gerçekleşeceği için asiti az miktarlarda ekleyerek sulu çözeltiyi buz banyosunda soğutunuz ve asiti tekrar ekleyiniz!)
4. Su-asit karışımı hazır olduğunda, 27 mL *t*-amil alkol karışımının üzerine azar azar yavaşça ilave edilir. Bu esnada balon çalkalanır.

5. Balon düzeneğe takılır ve hava kaçırmadığından emin olunur. Hava banyosunda ısıtmaya başlanır.
6. Mümkünse, destilatın toplanacağı kap (balon ya da erlen) buz banyosuna oturtulur.
7. Destilatın gelmeye başladığı sıcaklık kaydedilir. (Sıcaklığın 40 °C üzerine çıkmaması sağlanır!)
8. Destilatın gelişi bittiğinde ısıtma kapatılır.
9. Soğuk destilat (ürün) ayırma hunisine alınır ve 10 mL %10'luk NaOH ile ekstrakte edilir. Ürün oldukça uçucu olduğu için çalkalama işlemi yavaş ve kısa süreli yapılır.
10. Ürün yeniden damıtılır.
11. Saflaştırılan ürünün tartımı alınır, bir şişeye boşaltılır ve verim hesabı yapılır.
12. Şişedeki ürünün bir alken olup olmadığından emin olmak için Baeyer Testi yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Asiti suyun üzerine değil de suyu asitin üzerine ilave etseydik ne olurdu?
2. Ekstraksiyon yapılırken neden NaOH çözeltisi kullanılmaktadır?
3. Ayırma hunisinde alttaki ve üstteki fazların ne olduğunu tanımlayınız.
4. Tepkime sonunda tek bir ürün mü yoksa ürünler karışımı mı oluşmuştur? Tartışınız.
5. Başlangıç maddesi ve ürünlerin teorik kaynama noktaları nedir? Bulduğunuz sonuç ile karşılaştırınız.

6. Deneyde *t*-amil alkol yerine *n*-amil alkol kullanılsaydı ne olurdu?
7. Baeyer testi nedir? Tepkimesi nedir?

4.3. Deney: Siklohekzen Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

Siklohekzanol, H_3PO_4 , doygun NaCl, dibi yuvarlak/düz balon, basit damıtma düzeneđi, termometre ve yuvası, ayırma hunisi, erlen, beher, pastör pipet, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Basit damıtma düzeneđi hazırlanır ve su giriş-çıkışı kontrol edilir.
2. 100 mL dibi yuvarlak balona 10 mL siklohekzanol konulur ve üzerine 4 mL der. H_3PO_4 ilave edilir. (DİKKAT! H_3PO_4 aşındırıcı bir asit olduđu için dikkatle çalışınız. Asit ilavesini azar azar yapınız.)
3. Balon düzeneđe takılır ve hava kaçırmadıđından emin olunur. Hava banyosunda ısıtmaya başlanır. (Kabarcıklı kaynama olmamasına dikkat ediniz!)
4. Destilatın gelmeye başladığı sıcaklık kaydedilir. (Sıcaklığın 90 °C üzerine çıkmamasını sağlayınız!)
5. Destilatın gelişi bittiğinde ısıtma kapatılır.
6. Soğuk destilat (ürün) bir ayırma hunisine alınır ve 5 mL doygun NaCl çözeltilisi ile ekstrakte edilir.
7. Ürün yeniden damıtılır.
8. Safılaştırılan ürünün tartımı alınır, bir şişeye boşaltılır ve verim hesabı yapılır.

9. Şişedeki ürünün bir alken olup olmadığından emin olmak için Baeyer Testi yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Asiti suyun üzerine değil de suyu asitin üzerine ilave etseydik ne olurdu?
2. Ekstraksiyon yapılırken neden doygun NaCl çözeltisi kullanılmaktadır?
3. Ayırma hunisinde alttaki ve üstteki fazların ne olduğunu tanımlayınız.
4. Tepkime sonunda tek bir ürün mü yoksa ürünler karışımı mı oluşmuştur? Tartışınız.
5. Başlangıç maddesi ve ürünlerin teorik kaynama noktaları nedir? Bulduğunuz sonuç ile karşılaştırınız.
6. Baeyer testi nedir? Tepkimesi nedir?

5. ALKOLLERDEN ALKİL HALOJENÜR SENTEZİ

5.1. Genel Bilgi

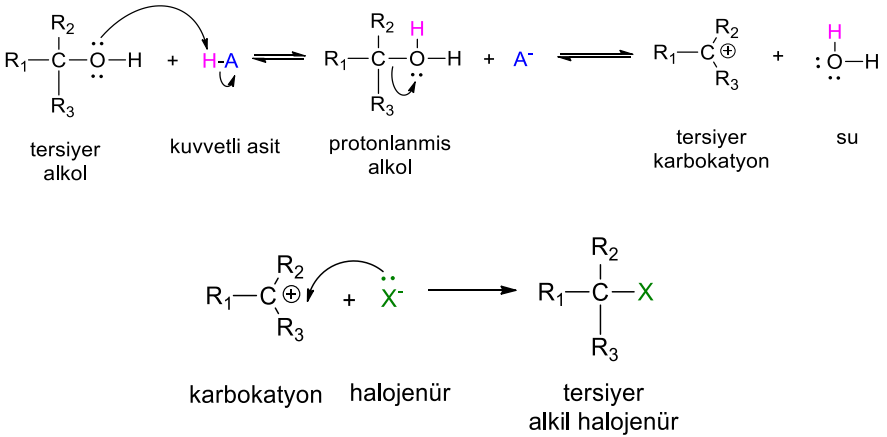
Alkollerin hidroksil grupları asit protonları ile iyi ayrılan gruplara çevrildiğinde, -OH grubunun bağlı olduğu karbon merkezi substitüsyon ya da ayrılma tepkimelerine uygun hale gelir. Hidroksil grubunun oksijen atomu bazik özellikte olduğu için tepkime ortamındaki kuvvetli asitin protonunu alır ve $-OH_2$ olarak iyi ayrılan grup haline dönüşür. Protonlanmış hidroksil grubu su olarak yapıdan ayrıldığında karbokatyon yapısı oluşur.

Oluşan karbokatyona iyi nükleofil olan halojenür anyonu atak ettiğinde substitüsyon gerçekleşir ve alkil halojenür yapısı oluşur. Tersiyer alkollerin tepkimesinde S_N1 mekanizması, primer alkollerin tepkimelerinde S_N2 mekanizması takip edilir.

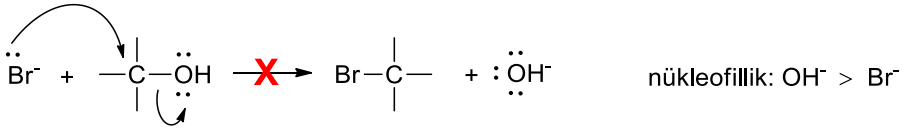
Alkollerin reaktivite sıralaması: 3° > 2° > 1° > metil

Hidrojen halojenürlerin reaktivite sıralaması: HI > HBr > HCl (HF genellikle reaktif değildir)

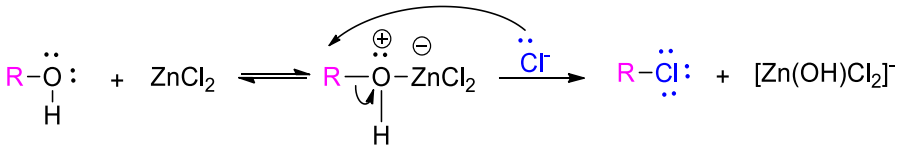
Mekanizma:



I⁻ ve Br⁻ iyonları kuvvetli nükleofil olmalarına rağmen alkollerden hidroksil iyonunu ayıracak kadar kuvvetli değildirler. Çünkü alkol yapısından ayrılan OH⁻ iyonu I⁻ ve Br⁻ iyonlarından daha kuvvetli bir nükleofildir. Daha kuvvetli nükleofil yapıdan ayrılmayı değil yapıda kalmayı tercih eder. Bunun için -OH grubunun asit varlığında protonlanmasına ihtiyaç vardır.



Cl⁻ iyonu, I⁻ ve Br⁻ iyonları kadar kuvvetli nükleofilik özelliğe sahip olmadığı için HCl molekülü primer ve sekonder alkollerle doğrudan tepkimeye giremez. Bunun için çinko klorür gibi bir Lewis asidine ihtiyaç vardır. Lewis asidi ile oluşan kompleks sayesinde alkol yapısındaki –OH grubunun ayrılması kolaylaşır.



5.2. Deney: *n*-Amil Klorür Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

n-Amil alkol, der. HCl, susuz ZnCl₂, dibi yuvarlak/düz balon, geri soğutucu düzenek, basit damıtma düzeneği, ayırma hunisi, erlen, beher, pastör pipet, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Geri soğutucu düzeneği HCl tutucu düzenek (Şekil 7) ile birlikte hazırlanır. Su giriş-çıkışı kontrol edilir.
2. 100 mL dibi yuvarlak balona 8 mL der. HCl ve 13.6 g susuz ZnCl₂ konulur (çeker ocakta çalışınız).
3. Karışımın üzerine 5.4 mL *n*-amil alkol ilave edilir.

4. Karışımı içeren balon, düzeneğe takılır ve hava banyosunda 1 saat ısıtılır.
5. Isıtma kapatılarak karışımın soğuması beklenir.
6. Soğuyan karışım basit damıtık düzeneğinde damıtılır.
7. Destilatın geldi sıcaklık not edilir. 110 °C'ye kadar destilat toplanır. (Kuruluğa kadar damıtma yapmayınız.)
8. Ürün tartılır, verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deneyde yaptığınız tepkimenin türü nedir? Mekanizmasını araştırınız.

5.3. Deney: *tert*-Amil Klorür Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

t-Amil alkol, der. HCl, susuz ZnCl₂, dibi yuvarlak/düz balon, geri soğutucu düzenek, basit damıtma düzeneği, ayırma hunisi, erlen, beher, pastör pipet, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. *n*-Amil klorür eldesi prosedüründe olduğu gibi aynı miktarlarda çalışılır.
2. Destilatın geldi sıcaklık not edilir. 100 °C'ye kadar destilat toplanır. (Kuruluğa kadar damıtma yapmayınız.)

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

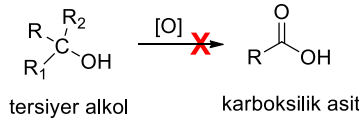
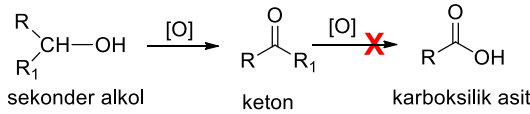
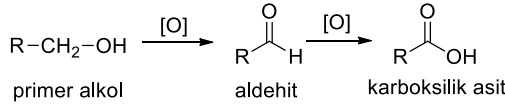
1. Deneyde yaptığınız tepkimenin türü nedir? Mekanizmasını araştırınız.

6. ALKOLLERİN YÜKSELTGENMESİ

6.1. Genel Bilgi

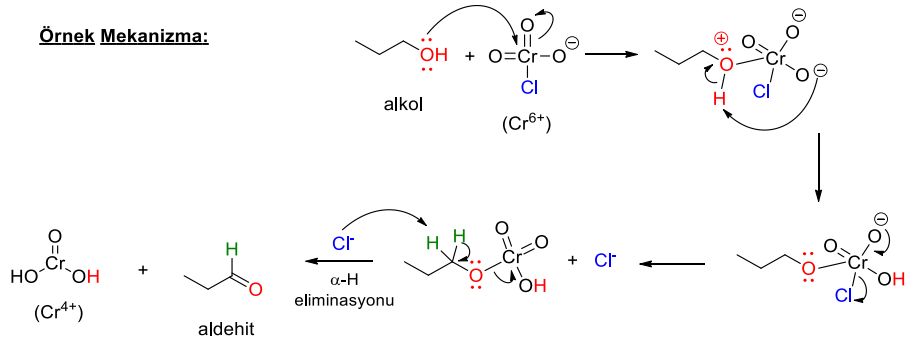
Bileşenler arasında elektron alış verişinin olduğu tepkimeler redoks ya da indirgenme-yükseltgenme tepkimeleri olarak adlandırılmaktadır. İndirgenme tepkimelerinde elektron alınırken, yükseltgenme tepkimelerinde elektron verilir. İndirgenme [H] ile, yükseltgenme [O] ile ifade edilir.

Alkollerin yükseltgenme tepkimeleri, -OH grubunun bağlı olduğu karbon atomunun elektron kaybetmesi sonucu oluşur. Alkolün karbon atomu bir elektron kaybettiğinde aldehit/ketonlar, ikinci bir elektron daha kaybettiğinde karboksilik asitler oluşur. En çok kullanılan yükseltgen reaktifler: $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$, CrO_3/H_2SO_4 , $KMnO_4/H_2SO_4$ ve der. HNO_3 .



Bu reaktiflerle primer alkollerden genellikle karboksilik asit elde edilir. Ara basamakta aldehitler oluşur ancak hızlı bir şekilde yükseltgenerek karboksilik asitlere dönüşürler. Primer alkollerin yükseltgenmesini

aldehit oluşumu basamağında durdurmak için özel bir reaktif olan piridinyum klorokromat (PCC, piridin/HCl/CrO₃) kullanılır. Bu reaktif varlığında alkollerden aldehitler elde edilebilir. Tepkimede krom atomu indirgenirken, -OH grubunun bağlı olduğu karbon atomu yükseltgenmektedir.



6.2. Deney: Benzoik Asit Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Benzil alkol, doymuş KMnO₄ çözeltisi, Na₂CO₃, HCl, doymuş Na₂SO₃, erlen, kırmızı/mavi turnusol kağıdı, mezür, pastör pipet, baget, termometre, kapiler boru.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir erlene 1 mL benzil alkol konulur.
2. Üzerine 0.5 g Na₂CO₃ ilave edilir.
3. Bunun üzerine 25 mL doymuş KMnO₄ çözeltisi ilave edilir. İyice çalkalanır.

4. Karışım sıcak su banyosunda 60 °C'yi aşmayacak şekilde 20 dk ısıtılır. (erlen ara sıra çalkalanır)
5. Sıcak çözelti oda sıcaklığına soğutulur. Kırmızı turnusol kağıdı ile pH kontrolü yapılır.
6. Bazik çözelti 8 mL der. HCl ile asitlendirilir. (Asit 2 mL'lik porsiyonlar halinde ilave edilir. Köpürme oluşabilir! Her ilaveden sonra pH kontrolü yapılır.) Her eklemede çalkalanır.
7. Asidik çözeltinin üzerine çözelti rengi beyazlaşana kadar azar azar doygun sodyum sülfid çözeltisi (10 mL) eklenir. Her eklemede çalkalanır.
8. Oluşan beyaz katı Buchner aparatı kullanarak süzülür. (huni ile de süzülebilir)
9. Oluşan katılar sudan kristallendirilir. Verim hesabı yapılır.
10. Erime noktası tayini yapılarak saflığı kontrol edilir.

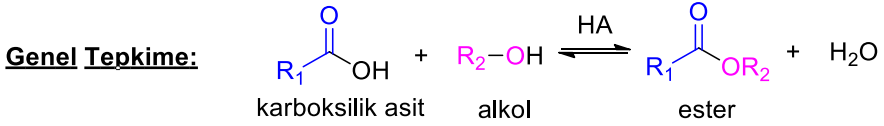
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesini ve mekanizmasını yazınız.
2. HCl ilavesi basamağındaki tepkimeyi araştırınız.
3. Sodyum sülfid ilavesi basamağındaki tepkimeyi araştırınız.
4. Tersiyer alkoller neden yükseltgenme tepkimesi vermezler?
5. Alkollerde –OH grubunun bağlı olduğu karbon atomunun yükseltgenme basamağını bulunuz. Aldehit ve karboksilik asit fonksiyonel gruplarındaki karbon atomlarının yükseltgenme basamaklarını bulunuz.

7. ESTERLEŞME TEPKİMELERİ

7.1. Genel Bilgi

Ester bileşikleri karboksilik asitlerin bir türevidir. Karboksilik asitlerin alkollerle asidik ortamdaki kondenzasyon tepkimesinden elde edilirler ve bu tepkimeler Fischer esterleşmesi olarak adlandırılır.

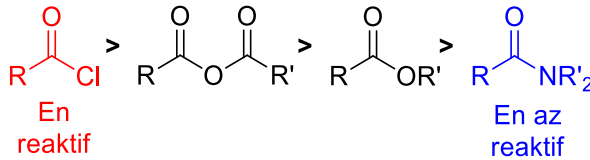


Ester bileşikleri için sentez yöntemleri:

- i. Fischer Tepkimesi
- ii. Açıl halojenürlerin bazik ortamda alkollerle olan tepkimeleri
- iii. Anhidritlerin alkollerle olan tepkimeleri

Laboratuvar koşullarında esterleşme tepkimelerinde anhidritlerin kullanımı daha basit ve daha uygundur. Açıl klorürlerin reaktivitesi anhidritlerden yüksek olmasına rağmen pahalı ve zararlı bileşiklerdir. Esterleşme tepkimelerinde derişik asit varlığı yan tepkimeler ile istenmeyen ürün oluşumuna sebep olabilir. Anhidritlerin yüksek reaktivliklerinden dolayı derişik asit kullanımı en aza indirgenmiş olur.

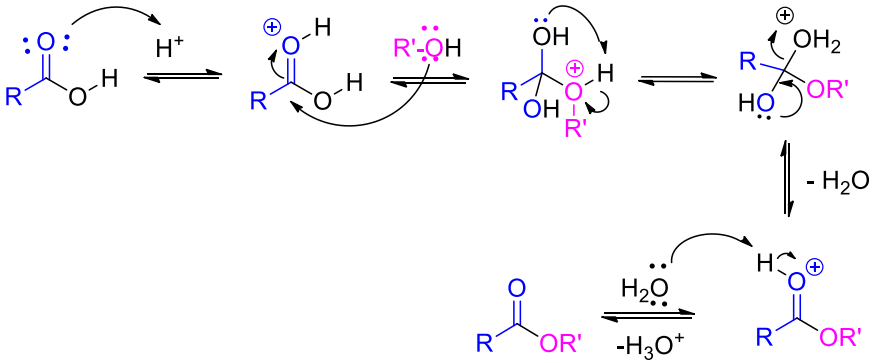
Açıl bileşiklerinin bağıl reaktivlikleri:



Birçok esterin kendine has kokusu vardır:

Benzil asetat	: Şeftali kokusu
İzoamil asetat	: Muz kokusu
n-Propil asetat	: Armut kokusu
Metil n-butirat	: Elma kokusu
Metil sinnamat	: Çilek kokusu

Asit Katalizli Esterleşme Mekanizması:



7.2. Deney: *n*-Amil Asetat Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

n-Amil alkol, asetik anhidrit, der. H₂SO₄, NaOH (% 10), geri soğutucu düzenek, dibi yuvarlak balon, erlen, ayırma hunisi, beher, pipet, turnusol kağıdı.

DENEYİN YAPILIŐI

1. Geri sođutucu dűzeneđi kurulur ve su giriŐ ıkıŐı kontrol edilir.
2. 100 mL dibi yuvarlak balona 3 mL *n*-amil alkol, 5 mL asetik anhidrit ve 1 mL der. H₂SO₄ ilave edilir ve alkalanır.
3. Balon geri sođutucu dűzeneđine takılır ve ısıtmaya baŐlanır.
4. Tepkime 1 saat boyunca geri sođutucu altında ısıtılır. (renk deđiŐimini kaydedilir)
5. Tepkime tamamlandıđında ısıtma kapatılır ve özeltinin oda sıcaklıđına gelmesi beklenir.
6. Oda sıcaklıđına gelen özelti bir behere dökülür. özeltinin pH kontrolű yapılır.
7. Asidik özelti %10'luk NaOH ile nűtrleŐtirilir. Her baz ilavesinde pH kontrolű yapılır. (turnusol kađıtlarının rengi deđiŐmediđi noktada baz ilavesini bitiriniz!)
8. özeltinin űzerine 20 mL su ilave edilir ve ayırma hunisinde ekstrakte edilir.
9. Organik fazda yer alan űrün basit damıtma ile damıtılır.
10. Destilatın geldiđi sıcaklık not edilir.
11. űrün tartılır ve verim hesabı yapılır.

SONU VE DEĐERLENDİRME

1. Deney tepkimesini yazınız. Tepkime mekanizmasını araŐtırınız.
2. Bu tepkimede asetik anhidrit yerine asetik asit kullanılsaydı ne olurdu?

7.3. Deney: Etil Asetat Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Etil alkol, asetik asit, der. H_2SO_4 , Na_2CO_3 , geri soğutucu düzeneç, dibi yuvarlak balon, ayırma hunisi, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Geri soğutucu düzeneği kurulur ve su giriş-çıkışı kontrol edilir.
2. 100 mL'lik dibi yuvarlak balona 10 mL etil alkol, 10 mL asetik asit ve 2 mL der. H_2SO_4 konulur ve çalkalanır.
3. Balon düzeneğe takılır ve 1 saat boyunca ısıtılır.
4. Isıtma kapatılır ve çözeltinin oda sıcaklığına gelmesi beklenir.
5. Oda sıcaklığına gelen çözelti azar azar sodyum karbonat ilavesi ile nötrleştirilir. (pH kontrolü yapınız)
6. Nötr çözeltinin üzerine 10 mL su ilave edilir ve oluşan karışım ayırma hunisiyle ekstrakte edilir.
7. Ürün basit damıtma düzeneğinde damıtılır.
8. Destilatın gelmeye başladığı sıcaklık not edilir.
9. Ürün tartılır ve verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

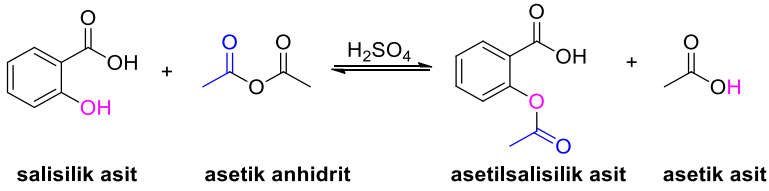
1. Deney tepkimesini yazınız. Tepkime mekanizmasını araştırınız.

8. ASPIRİN (o-ASETİLSALİSİLİK ASİT)

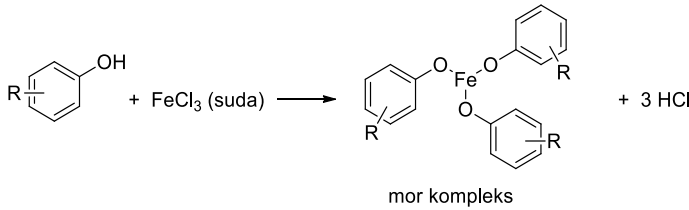
8.1. Genel Bilgi

Aspirin ağrı kesici olarak kullanılan kolay ulaşılabilir ve ucuz kimyasallardan biridir. Ticari olarak satılan aspirin tabletlerinin üretimi için ağrı kesici aktiviteye sahip asetilsalisilik asit ile birlikte hidrojenlenmiş bitkisel yağlar, mısır nişastası ve su gerekmektedir. Eski zamanlarda söğüt ağacının kabuklarından salisin (salisilik asidin glikoziti) maddesi izole edilmiştir. İlerleyen zamanlarda ise bu maddenin insan vücudunda metabolize olarak aspirinin aktif bileşeni olan salisilik asite dönüştüğü keşfedilmiştir. Salisilik asit, asidik özelliklerinden dolayı mide problemleri yaratmaktadır. Bu problemin aşılması için yapılan çalışmalarda Alman bilim insanı Felix Hoffman Jr. 1983 yılında salisilik asitin ester türevi olan asetilsalisilik asiti sentezlemiştir. Asetilsalisilik asit, salisilik asit gibi kötü tadı olmayan ve mide problemi yaratmayan bir bileşiktir. Vücuda alındıktan sonra barsaklardaki emilim ile yeniden salisilik asit formuna dönüşür ve ağrı olan bölgeye bağlanarak etkinleşir.

Aspirin sentezi temel olarak alkol ve asit anhidrit bileşiklerinin asidik ortamdaki esterleşme tepkimesinden elde edilmektedir. Bu tepkime denge tepkimesidir ve Le Chatelier prensibine göre ilerlemektedir. Tepkimenin ileri yönlü devam etmesi için anhidritin fazlası ile katalizör (sülfürik asit) kullanılır ve sıcaklık uygulanır. Tepkime sonunda ortamda kalan anhidritin fazlası su ile hidroliz edilir. Tepkimede fenol bileşiği olan salisilik asitten ester bileşiği olan asetilsalisilik asit elde edilir.



Laboratuvar sentezi ile elde edilen aspirinin saflığı erime noktası ile kontrol edilebilir. Bununla birlikte saflık kontrolü için fenolik grupları tanımda kullanılan ferrik klorür testi uygulanabilir. Testin sonunda fenol bileşikleri ile demir atomu mor renkli kompleks oluşturur. Yani, mor rengin görülmesi test edilen madde içerisinde fenol varlığını gösterir. Aspirin sentezi tepkimesinin çıkış bileşiği olan salisilik asit fenol yapısındadır. Sentez sonunda elde edilen katılardan bir miktar alınıp üzerine demir(III)klorür çözeltisi ilave edildiğinde mor renk görülüyorsa katı içerisinde fenol yapısı var demektir ve sentezlenen maddenin yeterince saf olmadığı anlaşılır. Mor rengin gözlenmemesi sentezlenen aspirin katılarının saf olduğunu gösterir.



8.2. Deney: Aspirin Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Salisilik asit, asetik anhidrit, der. H₂SO₄, FeCl₃ (%25), etanol, erlen, huni, termometre, deney tüpü, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŐI

1. Bir erlene 1.3 g salisilik asit ve 1.9 mL asetik anhidrit konulur ve yavaŐa alkalanır.
2. KarıŐımın zerine 4 damla der. H_2SO_4 ilave edilir, alkalanır ve sıcak su banyosunda sıcaklık $60\text{ }^\circ C$ 'yi aŐmayacak Őekilde 20 dk ısıtılır.
3. Isıtma kapatılarak sıcak zelti su banyosundan ıkarılır ve soĐumaya bırakılır. SoĐuk zeltinin zerine 20 mL su katılarak alkalanır.
4. Buz banyosunda katıların okmesi saĐlanır. (okme olmazsa baget yardımıyla zeltiyi kaŐıyınız)
5. OluŐan katılar szlr. Katılar spatl yardımıyla bir behere aktarılır ve su-etanol karıŐımında katılar znene kadar ısıtılır.
6. Sıcak zelti 10 mL oda sıcaklıĐındaki suya dklr ve buz banyosunda kristallendirilir. Kristaller szlr ve su ile yıkanır.
7. Kristaller kurutulur, tartım alınır ve verim hesabı yapılır.
8. rnn saflık kontrol iin $FeCl_3$ testi uygulanır.
9. Erime noktası tayin edilir.

SONU VE DEĐERLENDİRME

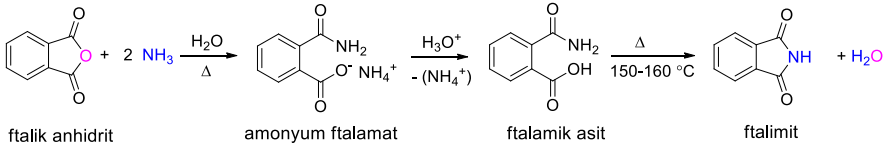
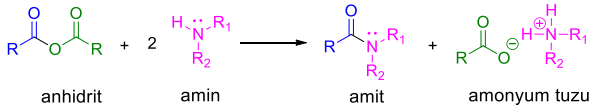
1. Deney tepkimesini yazınız. Mekanizmasını araŐtırınız.
2. Isıtma iŐlemi neden $60\text{ }^\circ C$ 'yi aŐmayacak Őekilde yapılmaktadır?
3. Kristallendirmedeki glkler nelerdir? Bu glkler nasıl giderilir? AraŐtırınız.

9. İMİTLER

9.1. Genel Bilgi

İmit bileşikleri karboksilik asitlerin bir türevidir ve azot atomuna iki açıl grubunun bağlı olduğu yapılardır. İmit bileşikleri karboksilik asitlerin, açıl klorürlerin, anhidritlerin ya da esterlerin aminlerle olan kondenzasyon tepkimelerinden elde edilirler. Amitlere benzer yöntemlerle sentezlenirler.

Asit anhidritlerin amonyak, primer ve sekonder aminlerle tepkimesinden amit bileşikleri elde edilir. Halkalı anhidrit bileşikleri de benzer şekilde amit yapısını oluştururlar. Oluşan amit yapısı yüksek sıcaklıkta halkalı imit yapısını verir.



9.2. Deney: Ftalimit Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Ftalik anhidrit, üre, su, dibi yuvarlak balon, geri soğutucu düzenek, beher, huni, kapiler boru, baget, spatül.

DENEYİN YAPILIŐI

1. Geri sođutucu dűzeneđi kurulur ve su giriŐ-çıkıŐı kontrol edilir.
2. 100 mL'lik dibi yuvarlak balona 3 g ftalik anhidrit ve 0.6 g űre konulur, homojen olacak Őekilde çalkalanarak karıŐtırılır.
3. Balon dűzeneđe takılır ve hava banyosunda ısıtmaya baŐlanır.
4. Maddeler eriyik hale geldikten kısa sűre sonra gaz çıkıŐı ile hacim artarak (yaklaŐık űç kat) katı űrűn oluŐur.
5. Tepkime tamamlandıktan sonra ısıtma kapatılır ve tepkimenin oda sıcaklıđına gelmesi beklenir.
6. Oda sıcaklıđına gelen űrűnűn űzerine 5 mL su ilave edilir ve balondaki katılar hızlı bir Őekilde parçalanır.
7. Katılar sűzűlűr ve 10 mL etanolden yeniden kristallendirilir.
8. OluŐan kristaller sűzűlűr, kurutulur, tartım alınır ve verim hesabı yapılır.
9. űrűnűn saflık kontrolű için erime noktası tayini yapılır.

SONUÇ VE DEĐERLENDİRME

1. Deney tepkimesini yazınız. Mekanizmasını araŐtırınız.
2. Isıtma iŐlemi su banyosunda yapılıseydi ne olurdu?
3. Maddelerin eriyik hale geldiđi sıcaklık nedir?
4. Tepkimede bahsedilen gaz çıkıŐımın sebebi nedir?

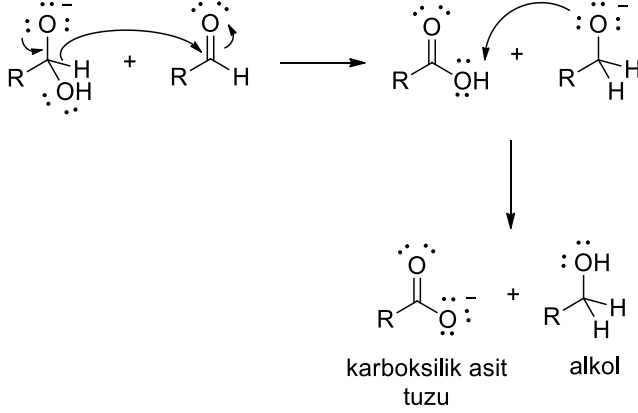
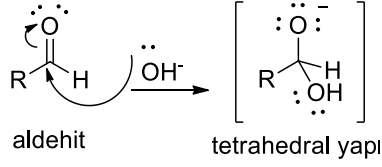
10. CANNIZZARO TEPKİMESİ

10.1. Genel Bilgi

Cannizzaro tepkimesi İtalyan bilim insanı Stanislao Cannizzaro tarafından yapılan çalışmalar sonucunda keşfedilmiştir. α -Hidrojen atomu bulunmayan aldehit bileşiklerinden bazik ortamda oluşan ara yapının indirgenmesi ve yükseltgenmesi ile yeni ürünlerin oluştuğu tepkime türüdür. Tepkimede benzaldehit kullanıldığında ürün olarak benzil alkol ve benzoik asit tuzu oluşmaktadır. Burada benzaldehit hem yükseltgeyici hem de indirgeyici ajan olarak davranır.

Tepkime nükleofilik açıl substitüsyon tepkimesidir. Tepkimede 2 mol aldehitten 1 mol alkol ve 1mol asit oluşacağı için ürünlerin verimi %50'yi geçmez. Kullanılan baz, mekanizma gereği reaktif gibi harcanır. Bazın aldehite nükleofilik atağı sonucunda tetrahedral ara yapı oluşur. Bu yapı daha sonra “hidrür” kaybeder ve ortaya çıkan hidrür ikinci bir aldehit molekülünün karbonil grubuna atak eder. Bu esnada, hidrür kaybeden tetrahedral yapı karboksilik asite yükseltgenirken hidrürün atak ettiği aldehit molekülü alkole indirgenir.

Mekanizma:



10.2. Deney: Cannizzaro Tepkimesinden Alkol ve Karboksilik Asit Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

Benzaldehit, KOH, H₂O, Na₂S₂O₅, Na₂CO₃, der. HCl, dietil eter, dibi yuvarlak balon, ayırma hunisi, erlen, baget, kapiler boru, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir erlen içerisine 8 mL damıtık su ve 7 g potasyum hidroksit konulur ve ısıtılarak çözülür.
2. Sıcak bazik çözeltinin üzeri kapatılarak soğumaya bırakılır.
3. Erlendeki bazik çözeltinin üzerine 7 mL benzaldehit konulur. Balonun ağzı sıkıca kapatılır ve emülsiyon oluşana kadar hızlıca

çalkalanır. (DİKKAT! Isınma gerçekleşebilir, kontrollü çalkalama yapınız.)

4. Emülsiyon oluştuktan sonra karışım en az 1 gece bekletilir.

5. Bekletilen çözeltiye 25 mL damıtık su eklenir ve çözünene kadar karıştırılır.

6. Karışım ayırma hunisine alınır ve 2x10 mL dietileter ile ekstrakte edilir. (organik ve sulu fazları dökmeyiniz!)

7. Organik faz başka bir ayırma hunisine alınır.

a. Üzerine sodyum metabisülfid çözeltisi ilave edilerek yıkanır. (yıkama işlemini iki porsiyon halinde yapınız.) (6.7 g sodyum metabisülfid / 15 mL damıtık su)

b. Aynı ayırma hunisinin içerisine 10 mL seyreltik sodyum karbonat çözeltisi ilave edilerek ekstrakte edilir.

c. Organik faz bir erlene boşaltılır, $MgSO_4$ üzerinden kurutulur ve bir balona dekante edilir.

d. Damıtma düzeneği kullanılarak ürün damıtılır. Destilatın gelmeye başladığı sıcaklık not edilir.

e. Ürün tartımı alınır ve verim hesabı yapılır.

8. Madde 6'daki sulu faz bir behere alınır.

a. Üzerine damla damla der. HCl ilave edilerek karıştırılır. (yüksek hacimlerde HCl kullanmak gerekebilir! Bu işlemi kontrollü yapınız!)

b. HCl ilavesi ile çöken katılar süzülür. Sudan yeniden kristallendirilir.

c. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.

d. Verim hesabı yapılır.

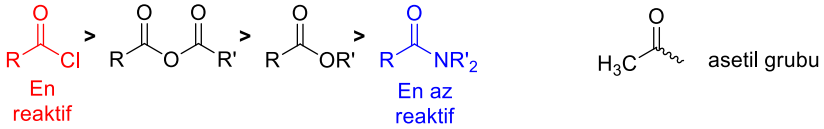
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesini yazınız. Mekanizmasını araştırınız.
2. Tepkime merkezi olan karbon atomlarının indirgenme ve yükseltgenme basamaklarını belirtiniz.
3. Emülsiyon haline gelen karışımın içerisindeki maddelerin kimyasal formülleri nedir?
4. Organik fazın yeniden ekstraksiyonu yapılırken ortama sodyum metabisülfid ve sodyum karbonat çözeltilerinin eklenmesinin sebebi nedir?
5. Sulu fazın üzerine HCl ilave edildiğinde hangi tepkime olur? Yazınız.
6. α -Hidrojeni olan bir aldehit ile bu tepkime gerçekleştirilseydi hangi ürün oluşurdu?

11. AÇILLEME TEPKİMELERİ

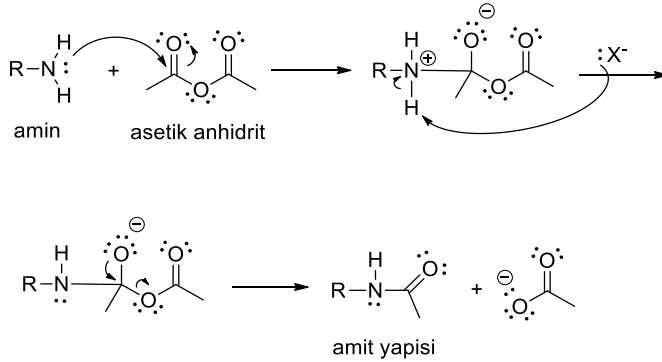
11.1. Genel Bilgi

Açılleme tepkimesi, organik bileşiklere açıl grubunun eklenmesi anlamına gelir. Eklenecek açıl grubunu içeren yapılara açılleme reaktifi denir. Açıl bileşikleri açıl klorürler, anhidritler, esterler ve amit gruplarıdır. Açıl bileşikleri çok çeşitli nükleofiller ile tepkime vermeye yatkın yapılardır. Açıl bileşiklerinin bağıl reaktivlikleri:



Açıl yapısında R-grubu metil olduğunda yapıya “asetil grubu” denir. Anilin’in asetilasyonu asetik asit, asetik anhidrit ya da asetil klorür ile yapılabilir.

Mekanizma:



Asetanilit sentezinde kullanılan bileşiklerden anilin primer amindir, asetik anhidrit ise açıl grubu kaynağıdır. Tepkime, nükleofilik substitüsyon tepkimesidir ve *N*-asetilasyon olarak da adlandırılır.

Tepkimede nükleofil anilindir, elektrofil ise asetik anhidrittir. $-NH_2$ grubunun bir hidrojeni asetil grubu ile yer deęiřtirmektedir.

11.2. Deney: Asetanilit Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Anilin, asetik anhidrit, der. HCl, CH_3COONa , su, beher, huni, kapiler boru, baęet, pens, spatül.

DENEYİN YAPILIŐI

1. Bir behere 50 mL su konulur. Üzerine 2 mL der. HCl ilave edilir. Bunun üzerine 2 mL anilin eklenir ve anilin çözüne kadar karıştırılır.
2. Anilin-hidroklorür çözeltisinin üzerine 2 mL asetik anhidrit konulur ve karıştırılır.
3. Ayrı bir beherde 3.2 g sodyum asetatın 10 mL sudaki çözeltisi hazırlanır.
4. Sodyum asetat çözeltisinin üzerine anilin çözeltisi dökülür ve karıştırılır. Hemen beyaz katılar oluşur. Ham ürün süzülür. Bir behere alınır ve sudan yeniden kristallendirilir.
5. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
6. Verim hesabı yapılır.

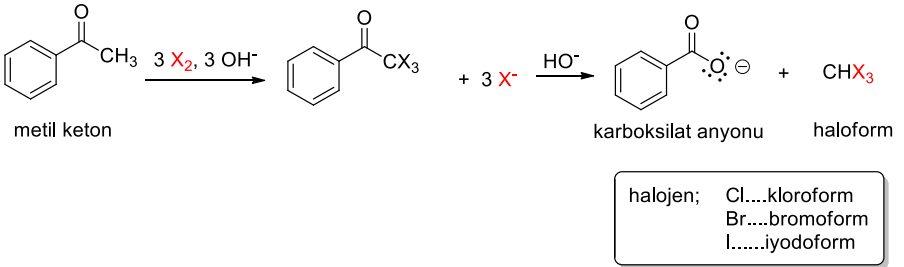
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesini yazınız. Mekanizmasını araştırınız.
2. Deneyde der. HCl neden kullanılmaktadır?
3. Deneyde sodyum asetat kullanılmasının sebebi nedir?

12. HALOFORM TEPKİMESİ

12.1. Genel Bilgi

Metil keton bileşikleri bazik ortamda halojenler ile tepkimeye girdiğinde metil grubu birden çok kez halojenlenir. Halojenlerin elektronegatifliklerinden dolayı birinci halojenleme ile oluşan yapıdaki diğer α -hidrojen atomları daha asidik hale gelir. Daha asidik α -hidrojen atomları bazik ortamda kaybedilerek halojenler ile yer değiştirme gerçekleşir. Metil keton yapısının karbonilinde oluşan $-CX_3$ grubu iyi ayrılan grup özelliğindedir. Ortamda bazın fazlası olduğunda, baz nükleofil olarak davranır ve karbonile atak eder. Sonuç olarak yer değiştirme tepkimesiyle karboksilat anyonu ve haloform bileşikleri oluşur.

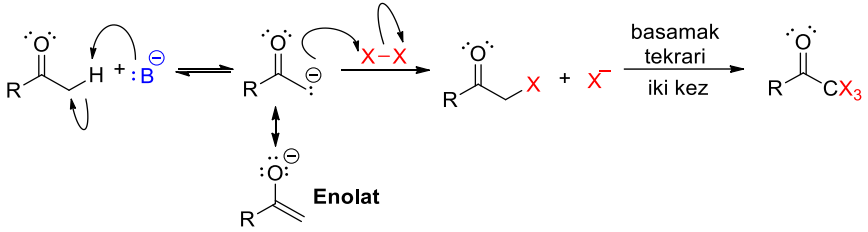


Haloform tepkimesi metil ketonlardan karboksilik asit eldesi için kullanılan etkin bir yöntemdir. Karboksilik asit sentezi yapıldığında klor ve brom kullanımı daha yaygındır. Tepkimede oluşacak olan kloroform ve bromoform sıvı bileşiklerdir ve su ile sıvı fazda yer alırlar. Bu sayede karboksilik asitin izolasyonunda tepkime ortamından kolayca uzaklaştırılabilmektedir. Tepkimede iyot kullanıldığında oluşan iyodoform katı yapıdadır ve karboksilik asitten uzaklaştırılması

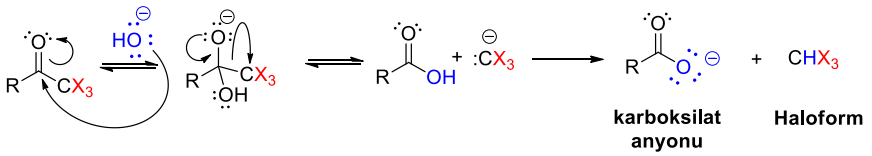
ekstra işlem gerektirebilir. İyodoformun sarı kristal yapıda olması bu tepkimeyi metil ketonların tanınmasında test olarak kullanma imkanı verir.

Mekanizma

1. Halojenleme basamağı



2. Açılma basamağı



12.2. Deney: İyodoform Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Ticari çamaşır suyu (NaClO, % 12), KI, aseton, su, etanol, beher, mezür, huni, baget, kapiler boru, pens, spatül.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir beher içerisinde 3 g potasyum iyodür katısı 50 mL su içerisinde çözülür.
2. Bunun üzerine 1 mL aseton ilave edilir ve çalkalanır.

3. Ayrı bir beherde 50 mL %5'lik sodyum hipoklorit çözeltisi hazırlanır.
4. Aseton-potasyum iyodür çözeltisinin üzerine sodyum hipoklorit çözeltisi yavaş yavaş dökülerek karıştırılır. (Hipoklorit çözeltisinin eklendiği ilk anda kahverengi renk görülür, renk daha sonra sarıya dönüşür.)
5. Oluşan katılar süzülür. Katılar bir behere alınır ve etanolden kristallendirilir.
6. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
7. Verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

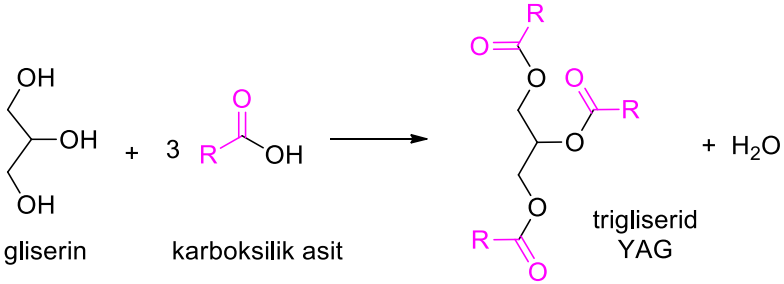
1. Deney tepkimesini yazınız. Mekanizmasını araştırınız.
2. Asetonun bir diğer adı dimetil keton'dur. Deneyde yaptığınız tepkimede dietil keton bileşiği kullanılabilir miydi? Neden?
3. Hipoklorit çözeltisinin ilavesiyle oluşan kahverengi renkliliğin sebebi nedir?

13. SABUNLAŞMA (SAPONİFİKASYON)

13.1. Genel Bilgi

Yağlar

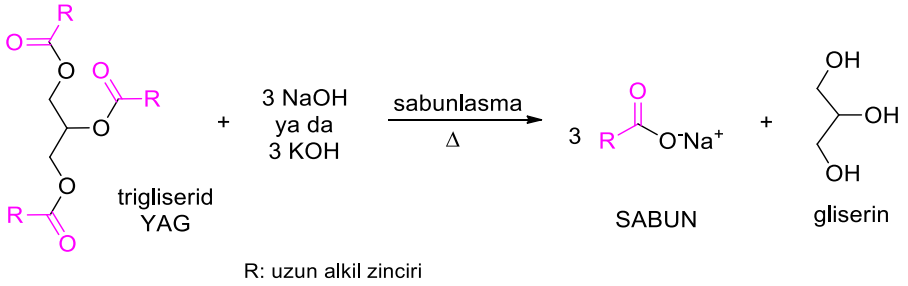
Yağlar yağ asitlerinin gliserin ile olan tepkimelerinden elde edilen ester yapısındaki trigliserid bileşikleridir. Yağ asitleri uzun alkil zincirleri içeren karboksilik asit yapısındadır. Yağlar doymuş ve doymamış olmak üzere iki bölüme ayrılırlar. Doymuş yağlar, karbon-karbon ikili bağı içermeyen stearik asit ($C_{17}H_{35}COOH$) ve palmitik asit ($C_{15}H_{31}COOH$) gibi katı yağlardır. Doymamış yağlar, karbon-karbon ikili bağı içeren oleik asit ($C_{17}H_{33}COOH$) ya da linoleik asit ($C_{17}H_{31}COOH$) gibi sıvı yağlardır.



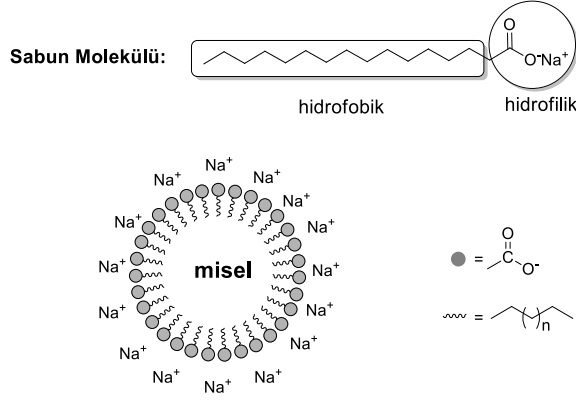
Sabun, yağ asitlerinin alkali hidroksitlerle olan tepkimesinden elde edilen karboksili asit tuzlarıdır. Tepkime temel olarak ester yapısındaki trigliseridlerin hidrolizidir. Esterler hidroliz olduklarında kendilerini oluşturan karboksilik asit ve alkole dönüştürürler.

- i. Yağların sabunlaşmasında NaOH kullanılırsa sert sabun, KOH kullanılırsa yumuşak sabun olan “arap sabunu” elde edilir.

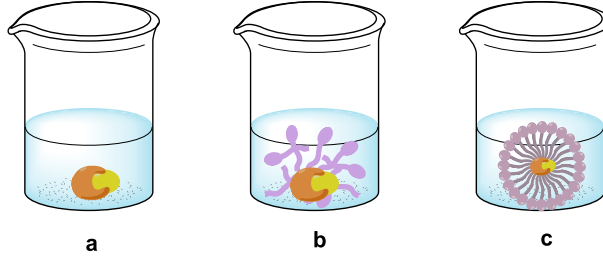
- ii. Potasyum tuzu olan sabunların köpürme kapasitesi daha fazladır. Bunun için sıvı sabun veya tıraş sabunu yapımında potasyum hidroksit kullanılır.
- iii. Karboksilik asitlerdeki alkil R-grupları ne kadar uzunsa sabunun çözünürlüğü o kadar azalır. Zincirdeki çift bağ sayısındaki artış sabunun yumuşak özellik kazanmasını sağlar.
- iv. Temizleyici olarak kullanılırlar.



Sabun kimyasal olarak uzun alkil zinciri içeren hidrofobik ve iyonik özellikteki hidrofilik kısımlardan oluşmaktadır. Hidrofilik kısımlar suda, hidrofobik kısımlar yağda çözünür. Sabunların temizleme yeteneği bu özelliklerine bağlıdır. Sabunun su ile yaptığı çözeltilerde kolloidal dağılma oluşur ve misel adı verilen kümeler (50-150 sabun molekülünden oluşur) meydana gelir. Misellerin merkezinde yağda çözünen hidrokarbon zincirleri, dışında ise suda çözünen iyonik kısım bulunur. Kirli bölgeye sabunlu su sürüldüğünde, var olan miseller merkezdeki boşlukta kirdeki yağ moleküllerini sarar ve temizleme gerçekleşir.



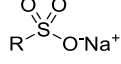
Sabunun nasıl temizlediğine bir örnek aşağıda gösterilmiştir. Su içerisinde kirletici olarak (a)'da gösterildiği gibi yağ parçası bulunmaktadır. Yağlı su karışımının içerisine (b)'deki gibi sabun molekülleri ilave edilmiştir. Sulu çözeltide sabun molekülleri misel oluştururken (c) merkezdeki boşlukta yağ molekülleri ile etkileşerek sudan yağ kirliliğini uzaklaştırır. Benzer temizleme mekanizması giysiler üzerindeki lekeler için de geçerlidir.



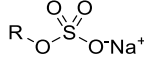
Deterjanlar

Yağlardan farklı olarak uzun hidrokarbon zinciri sülfonatların sodyum tuzları ile sonlanmıştır. Karbon zinciri yağlardaki kadar uzun değildir.

Sentetik birçok deterjanın iyonik uç grupları sodyum sülfonat ya da sodyum sülfatlardır.

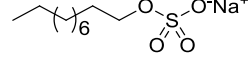


sodyum
alkansülfonat



sodyum
alkilsülfat

örnek yapı:



sodyum lauril sülfat

Sabun Ve Deterjan Arasındaki Farklar

SABUN	DETERJAN
Bitkisel ve hayvansal yağlardan üretilirler.	Petrol ürünlerinden üretilirler.
Sert ve asidik sularda çökeltiler oluştururlar.	Sert ve asidik sularda çökelme oluşturmada temizleme yapabilirler.
Temizleme için kullanılan suyun ıslatma kapasitesini düşürürler.	Sabunla kıyaslandığında ıslatma kapasitesini daha az düşürürler. Daha fazla alanı ıslatırlar.
Temizlik için fazla miktarda sabun kullanmak gerekir. Bu yüzden kullanımları ekonomik değildir.	Düşük miktardaki deterjan ile daha fazla temizleme yapmak mümkündür. Bu yüzden kullanımları ekonomiktir.
Bazık pH'larda işlevseldir.	Asidik pH'larda işlevseldir.
Çok fazla katkı maddesi içermez.	Beyazlatıcı, köpük düzenleyici, enzimler gibi katkı maddeleri içerirler.

13.2. Deney: Sabun Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Ayçiçek yağı/Zeytinyağı, NaOH, H₂O, EtOH, NaCl, beher, huni, baget, saat camı, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 250 mL'lik bir behere 10 g yağ konulur.
2. Başka bir beherde 5 g sodyum hidroksit 40 mL su:etanol (1:1, v:v) içerisindeki çözeltisi hazırlanır.
3. Bazik çözeltiyi yağın üzerine 5 mL'lik porsiyonlar halinde yavaş yavaş ilave edilerek karıştırılır.
4. Baz ilavesi tamamlandıktan sonra bazik-yağ çözeltisi bek alevi/ısıtıcı tabla üzerinde ısıtılır. Sabunlaşma tamamlandığında ısıtıcı kapatılır ve çözeltinin oda sıcaklığına gelmesi beklenir. Çözeltinin pH'sı kontrol edilir.
5. Bir beherde 50 g sodyum klorürün 150 mL'deki çözeltisi hazırlanır. Tuz çözeltisi içerisine sabun çözeltisi dökülür ve en az 10 dk karıştırılır.
6. Çözelti buz banyosunda soğutulur, süzülür, soğuk su ile yıkanır.
7. Sabun kurutulur, tartım alınır, verim hesabı yapılır.

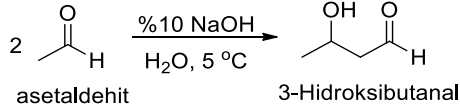
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesi nedir? Mekanizmasını araştırınız.
2. Deneyde NaCl çözeltisi neden kullanılmaktadır?

14. ALDOL KONDENZASYON TEPKİMESİ

14.1. Genel Bilgi

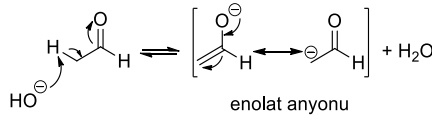
Aldol tepkimesi, bir enol ya da enolatın aldehit ya da ketonların karbonil grubuna katılması tepkimesidir. Tepkime sonunda β -hidroksi aldehit ya da ketonlar oluşur. Aldol katılması tepkimesi denge tepkimesidir (geri dönüşümlü) ve hidroksit ya da alkoksit gibi bazlar varlığında protik çözücüler içerisinde yapılır.



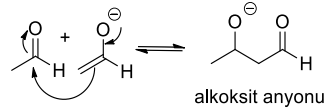
Tepkime mekanizmasına göre, baz aldehitin α -hidrojen atomunu alır ve rezonans yoluyla kararlı hale gelen enolat anyonu oluşur. Enolat anyonu nükleofil gibi davranarak ikinci bir aldehit molekülünün karboniline saldırır ve alkoksit anyonu oluşur. Alkoksit anyonu ortamdaki su moleküllerinden hidrojen alarak aldol ürününü oluşturur.

Mekanizma:

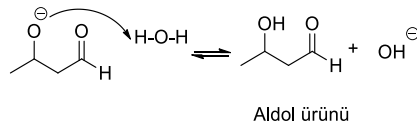
Enolat Oluşumu:



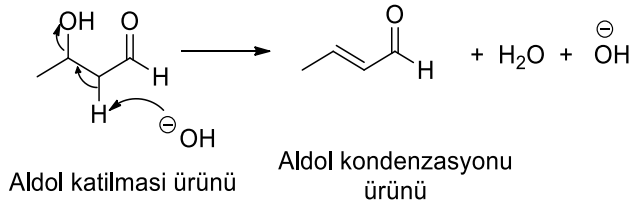
Enolat katılması:



Alkoksitin protonlanması:



Aldol katılma ürünlerinin dehidrasyonu sonucu konjuge α,β -doymamış karbonil bileşikleri oluşur. Tüm bu katılma ve dehidrasyon tepkimelerine “aldol kondenzasyonu” denir. Oluşan ürün bir alken ve bir aldehit grubu içerdiği için “enal” yapısındadır. Aldol katılması denge tepkimesi olarak geri dönüşümlü iken dehidrasyon tepkimesi konjuge yapı oluşumundan kaynaklı olarak genellikle geri dönüşümsüzdür.



14.2. Deney: Dibenzalaseton Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Benzaldehit, aseton, NaOH, H₂O, EtOH, beher, huni, termometre, pipet, baget, saat camı, kapiler boru, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 100 mL’lik bir beherde 2 g sodyum hidroksitin 20 mL su:etanol (1:1, v:v) içerisindeki çözeltisi hazırlanır. Çözelti 20-25 °C’ye soğutulur. Termometre ile kontrol edilir.
2. Çözeltinin üzerine sırasıyla 1.5 mL aseton ve 4.2 mL benzaldehit ilave edilir ve karıştırılır. (DİKKAT! Isınma olması halinde buz banyosunda soğutunuz!)

3. Sarı renkli çökelekler oluştuktan sonra oda sıcaklığında karıştırılarak çökmenin tamamlanması beklenir.
4. Ham ürün süzülür, etanolden kristallendirilir.
5. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
6. Verim hesabı yapılır.

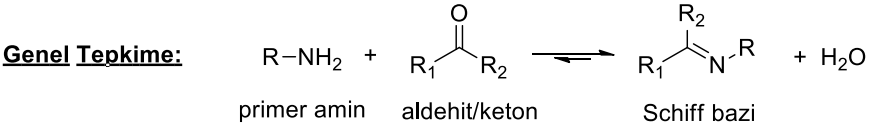
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

Deney tepkimesi nedir? Mekanizmasını araştırınız.

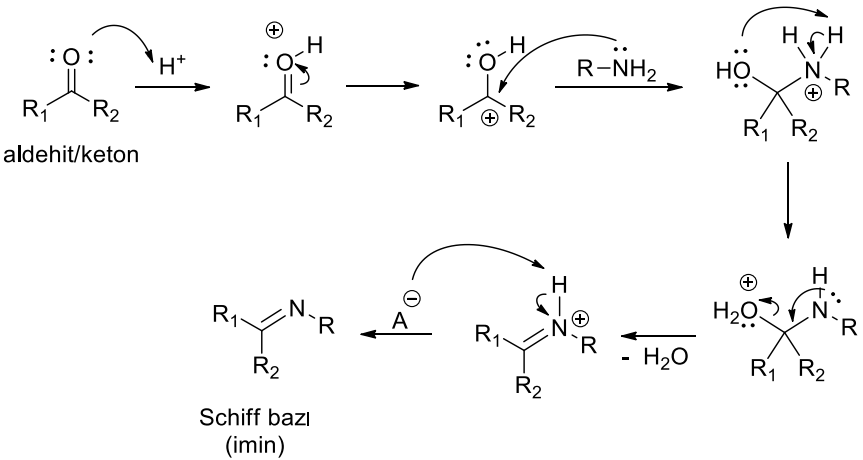
15. İMİNLER – SCHIFF BAZI ELDESİ

15.1. Genel Bilgi

Schiff bazı, aldehit ya da ketonların primer aminlerle olan tepkimesinden elde edilen kondenzasyon ürünüdür ve pH 4-5 aralığında hızlı bir tepkimeyle oluşur. Schiff bazları *N*-substitüye imin yapısındadır. Kullanılan R-grupları aril ya da alkil olabilir. Aril içeren reaktifler kullanıldığında C=N çift bağı konjugasyon yoluyla daha karalı hale gelmektedir. Asidik ya da bazik sulu ortamlarda Schiff bazları hidroliz olarak kendilerini oluşturan amin ve karbonil bileşiklerine dönüşebilirler.



Mekanizma:



15.2. Deney: *n*-Benzilidenanilin Sentezi

GEREKLİ MALZEMELER

Benzaldehit, anilin, EtOH, der. HCl, beher, huni, baget, termometre, kapiler boru, saat camı, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 100 mL'lik bir behere 15 mL etanol konulur.
2. Üzerine sırasıyla 2.9 mL benzaldehit ve 0.5 mL der. HCl ilave edilir ve 5-10 dk boyunca karıştırılır.
3. Asidik karışımın üzerine 2.6 mL anilin damla damla yavaşça eklenerek karıştırılır.
4. Son karışım ısıtıcı tabla üzerinde 45 dk boyunca ısıtılır. Sıcaklık 40 °C'de tutulur.
5. Çözeltilinin oda sıcaklığına gelmesi beklenir.
6. Çöken yeşil renkli katılar süzülür ve etanolden kristallendirilir.
7. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
8. Verim hesabı yapılır.

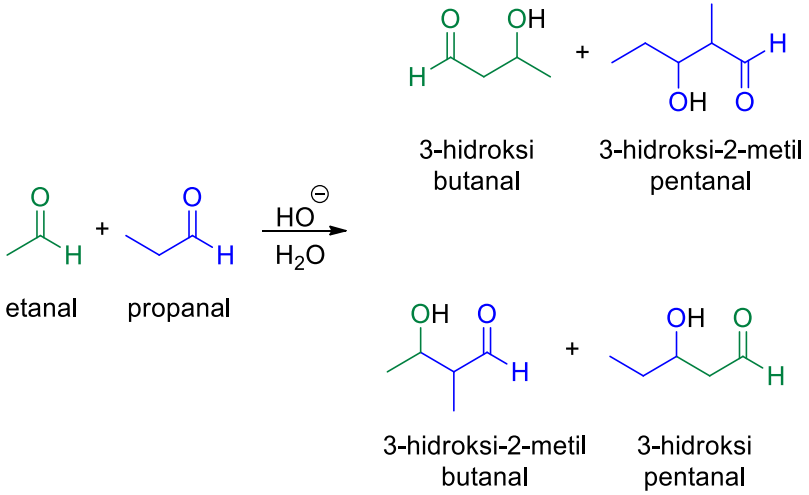
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesi nedir? Mekanizmasını araştırınız.
2. Ürünün yeşil renkli olmasının sebebi nedir?

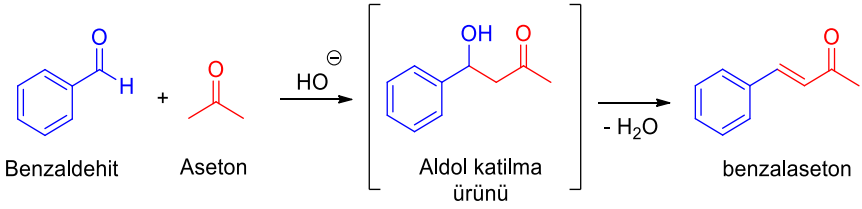
16. ÇAPRAZ ALDOL TEPKİMESİ

16.1. Genel Bilgi

Aldol tepkimeleri tek tip karbonil bileşiğinin kullanıldığı tepkimelerdir. Çapraz Aldol tepkimelerinde farklı iki karbonil bileşiği kullanılır. Aldehit gibi farklı karbonil bileşiklerinin kullanımından dolayı ürün karışımı oluşur.



Çapraz Aldol tepkimesinde reaktantlardan biri keton bileşiği olduğunda tepkime sonucu tek bir ürün elde edilir. Keton bileşikleri sterik kalabalıktan dolayı Aldol katılması basamağında tepkime vermezler (kendi molekülleri ile kondenze olmazlar). Aşağıda verilen örnekte reaktantlardan birisi keton bileşiğidir. Benzaldehit ve asetonun bazik ortamdaki tepkimesinden yüksek verimle benzalaseton elde edilir. Bu tepkimede Aldol katılması ürününden su çıkışı hızlı olur. Çünkü su çıkışı ile oluşan ikili bağ yapısına konjugasyon ve kararlılık sağlar.



16.2. Deney: Benzalasetofenon Eldesi

GEREKLİ MALZEMELER

Asetofenon, benzaldehit, NaOH, EtOH, erlen, beher, huni, termometre, saat camı, pipet, baget, kapiler boru, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 250 mL'lik erlen içerisine 25 mL sodyum hidroksit çözeltisi (%10'luk) ve 15 mL etanol konulur.
2. Üzerine 6 mL asetofenon ilave edilir ve karıştırılır. Buz banyosunda karıştırılarak 5-10 °C'ye soğutulur.
3. Soğuk çözeltinin üzerine 5 mL benzaldehit karıştırılarak ilave edilir.
4. Çözelti sıcaklığı 25-30 °C'de tutulur ve 1-1.5 saat boyunca ara sıra karıştırılır.
5. Erlen buz banyosunda bekletilir ve katıların çökmesi sağlanır.
6. Ham ürün süzülür ve etanolden kristallendirilir.
7. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
8. Verim hesabı yapılır.

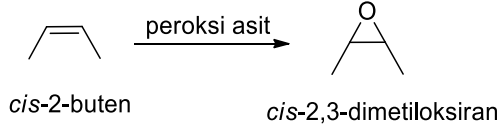
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesi nedir? Mekanizmasını araştırınız.
2. Tepkime neden 5-10 °C'ye soğutulmaktadır?
3. Ürünün hangi izomerinin daha fazla oluşmasını beklersiniz? (E) ya da (Z)? Neden

17. EPOKSİDASYON TEPKİMESİ

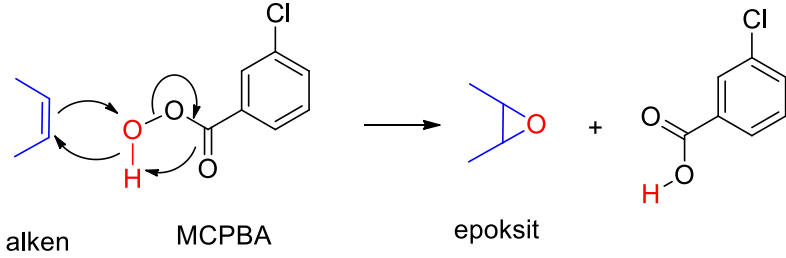
17.1. Genel Bilgi

Epoksit (oksiran) yapıları üç üyeli halka yapısındaki eter bileşikleridir. Epoksitler alken bileşiklerinin peroksi asitler ile olan tepkimelerinden sentezlenmektedir.



Bu tepkimelerde en çok kullanılan reaktif *meta*-kloroperoksibenzoik asit (*m*CPBA) bileşiğidir. Peroksi asit yapısındaki oksijen elektropozitif karakterdedir. Elektrofilik oksijen atomu nükleofilik karbon-karbon ikili bağına atak eder ve halkalı geçiş hali ile epoksit oluşumu gerçekleşir.

Mekanizma:



17.2. Deney: Benzalasetofenonun Epoksidasyonu

GEREKLİ MALZEMELER

Benzalasetofenon, H₂O₂, EtOH, NaOH, erlen, beher, huni, pipet, baget, kapiler boru, termometre, saat camı, baget, spatül, pens.

DENEYİN YAPILIŞI

1. 250 mL'lik erlen içerisine 2 g benzalasetofenon konulur ve 25 mL etanol içerisinde çözülür.
2. Üzerine 1.5 mL %30'luk hidrojen peroksit ilave edilir ve karıştırılır.
3. Karışım çalkalanarak üzerine 4 mL %5'lik sodyum hidroksit çözeltisi damla damla ilave edilir. (DİKKAT! Ekzotermik tepkime olduğu için sıcaklığın 30 °C üzerine çıkmamasını sağlayınız!)
4. Kısa süre sonra çöken katılar süzülür. Etanolle yıkanır.
5. Ham ürün süzülür ve etanolden kristallendirilir.
6. Ürünün saflık kontrolü için erime noktası tayini yapılır.
7. Verim hesabı yapılır.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Deney tepkimesi nedir? Mekanizmasını araştırınız.

18. ELEMENT ANALİZİ

18.1. Genel Bilgi

Lisans düzeyinde alınan organik kimya laboratuvarı dersi kapsamında belirli elementlerin analizi yapılabilmektedir. Diğer birçok elementin analizi için cihaz kullanımı ya da uzun ve pahalı yöntemler gerekebilir. Bir organik bileşikte temel olarak bulunabilecek şu elementlerin analizi çalışılmaktadır: karbon, hidrojen, azot, kükürt, oksijen, klor, brom, iyot.

Organik bir bileşiğin element analizinin yapılabilmesi için bileşik sodyum metali ile birlikte eritilerek bileşik içerisindeki elementler iyonik hale getirilir. Bileşiğin yapısında azot elementi varsa siyanür iyonuna, kükürt elementi varsa sülfür iyonuna ve halojenler varsa halojenür iyonlarına dönüşür. Daha sonra uygun kimyasal testlerle elementlerin analizi yapılır.

18.2. Deney: Sodyum Eritişi

DİKKAT! Sodyum metali nem ve su varlığında şiddetli ekzotermik tepkime vererek patlamaya ve alev çıkışına sebep olabilir. Bu gibi durumlardan kaçınmak için bu deneyde çalışılacak organik bileşiğin ve kullanılacak cam malzemelerin mutlaka **kuru** olduğundan emin olmak gerekmektedir.

DİKKAT! Eritiş tüpünün tamamen kuru olduğundan emin olmak için kuruluk testi yapınız. Bunun için çok küçük miktardaki sodyum

metalini, üzerine herhangi bir şey ilave etmeden bek alevinde yakınız. Patlama gerçekleşmemiş ise tüpünüz kuru demektir!

DİKKAT! Spatül ile kesilen sodyum metalinden kalan küçük parçacıkları asla lavaboya atmayınız! Bir beher içerisine bir miktar izopropil alkol koyarak Na metalini dekompoze ediniz!

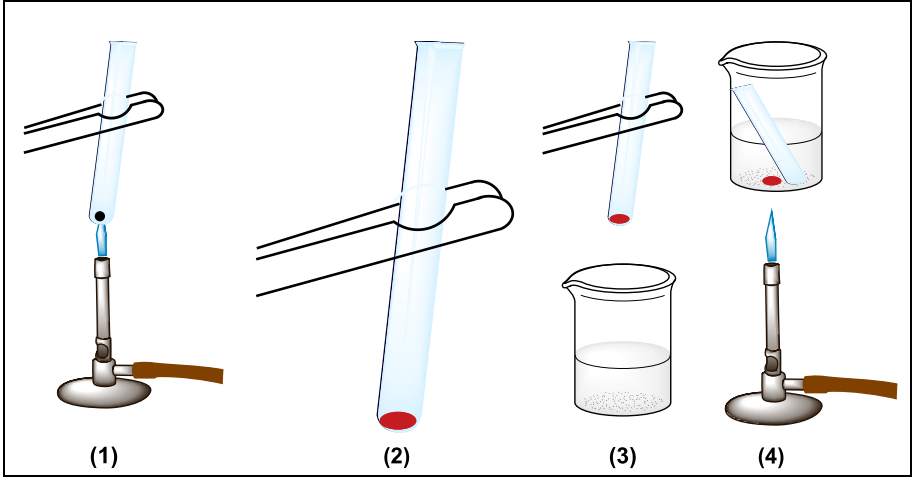
GEREKLİ MALZEMELER

Na (metalik), eritiş tüpü, bek alevi, tahta maşa, beher, spatül, pens, %5'lik $Pb(OAc)_2$, 6 M $AcOH$, $FeSO_4$, $FeCl_3$, seyreltik HCl , seyreltik HNO_3 , $AgNO_3$, NH_4OH .

DENEYİN YAPILIŞI

DİKKAT! Gözlüğünüzü taktığınızdan emin olunuz!

1. Eritiş tüpüne çok az miktarda sodyum metali alınır. (sodyum metalini laboratuvar görevlisinden isteyiniz!)
2. Bek alevinde Na metali eritilerek kuruluk testi yapılır.
3. Kuruluğundan emin olunan eritiş tüpüne spatül ucu kadar sodyum metali alınır ve üzerine organik bileşikten ilave edilir.
4. Eritiş tüpü (1)'de olduğu gibi bek alevinde ısıtarak maddeler eriyik hale (2) getirilir. (tüpün altı parlak koyu kırmızı olana kadar eritişe devam edilir)
5. 100 mL'lik bir behere 20 mL damıtık su konulur. Sıcak eritiş tüpü (3)'te gösterildiği gibi yukarıdan suyun içerisine bırakılarak tüpün kırılması sağlanır.
6. Beher (4)'te olduğu gibi bek alevinde kaynatılır ve sıvı süzülür.
7. Süzütüden çalışmaya devam edilir.



18.3. Eritiş Çözeltisinde Element Aranması

Kükürt Aranması: Bir deney tüpüne 5-6 damla süzüntü alınır. Üzerine 1 damla %5'lik kurşun asetat çözeltisi damlatılır. Bunun üzerine, karışım asidik olana kadar damla damla 6 M asetik asit eklenir. İşlemler sonunda deney tüpünde oluşan koyu kahve-siyah çökelekler bileşik kükürt varlığını gösterir.

Azot Aranması: Bir deney tüpüne 10 damla süzüntü alınır. Üzerine 10 damla FeSO_4 çözeltisi damlatılır. Bunun üzerine 3-4 damla FeCl_3 çözeltisi eklenir ve oluşan çözelti seyreltik HCl ile asitlendirilir. İşlemler sonunda deney tüpünde oluşan mavi-koyu mavi renkli çökelekler bileşikte azot varlığını gösterir.

Halojen Aranması: Bir deney tüpüne 5-6 damla süzüntü alınır. Süzüntü seyreltik HNO_3 ile asitlendirilir. Bunun üzerine 3-4 damla AgNO_3 çözeltisi eklenir. İşlemler sonunda deney tüpünde oluşan beyaz çökelekler (NH_4OH ile çözünür) klor varlığını, açık sarı çökelekler

(NH_4OH ile az çözünür) brom varlığını, sarı çökelekler (NH_4OH ile çözünmez) iyot varlığını gösterir.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

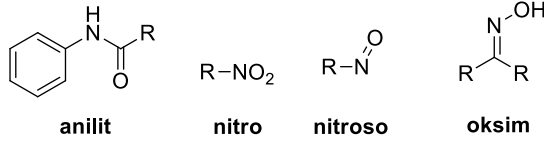
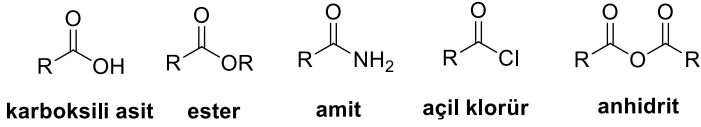
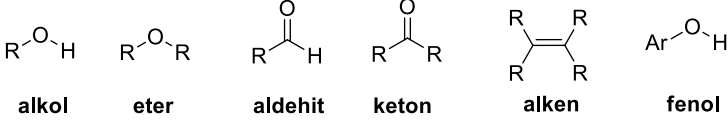
1. Eritiş tüpü içerisinde sodyum metali ve organik bileşiğin verdiği tepkimeleri yazınız.
2. Eritiş süzütüsünde element aranması testlerindeki tepkimeleri yazınız.

19. FONKSİYONEL GRUP TESTİ

19.1. Genel Bilgi

Organik kimyada bir tepkimeye ya da çalışmaya başlamadan önce eldeki maddelerin kimyasal yapıları hakkında bilgi edinmek gerekmektedir. Element analizinden sonra bileşik yapısındaki fonksiyonel grupların taraması yapılır. Bu fonksiyonel grupların belirlenmesi için de kimyasal testler uygulanır. Bir organik kimyacının bilmesi gereken temel fonksiyonel gruplar şunlardır:

FONKSİYONEL GRUPLAR



NOT: R gruplari alkil ya da aril olabilir. Ar: Aril

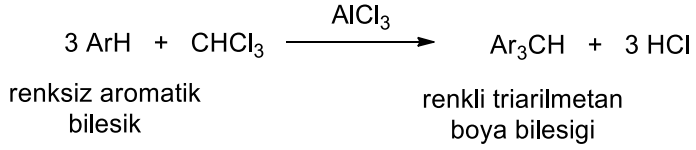
Organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonlu grupları tayin etmek için uygulanması gereken test aşağıdaki tablodan seçilebilir.

FONKSİYONEL GRUP	TEST
Alkoller	Üretanlara dönüştürme Seryum nitrat Hidroksamat Metalik sodyumun alkollere etkisi Lucas
Alkenler	Baeyer veya Bromlama
Aldehitler	Tollen's Fehling Sodyum bisülfid

	2,4-Dinitrofenilhidrazin Dimedon
Amitler	Tafel veya Anilin asetat
Aminler	İzonitril Diazolama Kenetleme tepkimesi Hinsberg
Aromatik bileşikler	Kloroform- $AlCl_3$ Yakma Le Rosen (formaldehit-sülfürik asit)
Esterler	Hidroksamik asit
Eterler	Ferroks
Fenoller	Üretanlara dönüştürme Demir(III)klorür Liebermann
Karboksilik asitler	Hidroksamik asit
Ketonlar	Sodyum bisülfid 2,4-Dinitrofenilhidrazin İyodoform
Nitro, Nitrozo, Oksim	Griess testi

19.2. Deney: Fonksiyonel Grupların Taranması için Kimyasal Testler

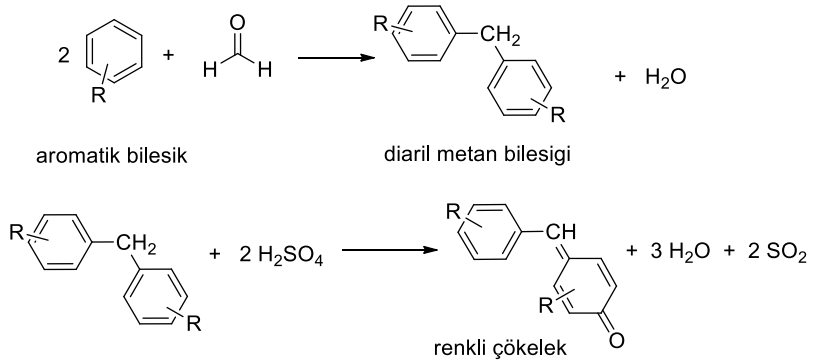
- 1. Kloroform- $AlCl_3$ testi:** Bir deney tüpüne 50-100 g $AlCl_3$ alınır. Tüp kuvvetlice ısıtılır. Alüminyum klorür tüpün çeperlerinde süblimleşir. Tüp soğuyunca, 15-20 mg örnek maddenin 8-10 damla kloroformdaki çözeltisi tüpün çeperleri yıkanarak tüpe ilave edilir. Aromatik bileşikler renkli ürün verirken, aromatik olmayan alifatik bileşiklerde belirgin renk değişimi gözlenmez.



2. Yakma testi: Örnek maddeden bir miktar alınarak kaşık spatül içerisine konulur. Kaşık spatül yüksek ısıda ısıtılır. Isındıkça yanan maddeden isli dumanlar çıkması maddenin aromatik olduğunu gösterir. İsli yanma yoksa madde aromatik değildir yorumu yapılır.

3. Le Rosen (formaldehit-sülfürik asit) testi: Bir deney tüpüne spatül ucu kadar örnek madde konulur ve üzerine 1 damla belirteç ilave edilir. Renklenme varsa bileşik aromatik yapıdadır denir. Aromatik birçok bileşik bu tepkimeye pozitif sonuç verir.

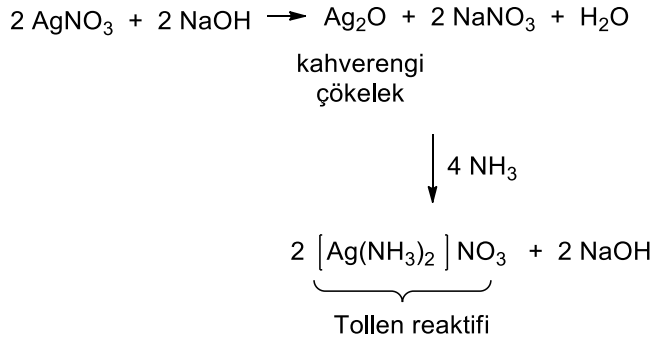
Belirteç: 0.2 mL %37'lik Formaldehit + 10 mL der. Sülfürik asit



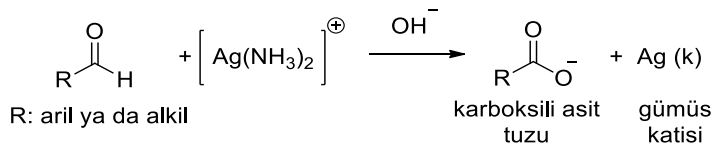
4. Tollen testi: (Gümüş ayna testi) Bir deney tüpünde, 1 mL %10'luk gümüş nitrat çözeltisi ve 1 mL %10'luk sodyum

hidroksit çözeltisi karıştırılır. Katılar çözünene kadar üzerine damla damla 2 M amonyak çözeltisi eklenir. (fazla amonyak kullanımından kaçınınız!) Oluşan çözeltinin üzerine 1 damla örnek maddeden damlatılır, çalkalanır, 10 dakika bekletilir. Gümüş ayna oluşumu gözlenmişse aldehitler için pozitif sonuçtur. Bazı primer alkoller de pozitif sonuç verir. Ketonlar için negatif testtir.

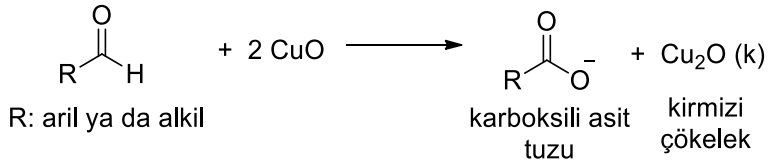
Belirteç:



Tepkime:



- 5. Fehling testi:** Bir deney tüpüne 15-20 mg örnek madde alınır ve 0.5 mL damıtık suda çözülür. Üzerine 0.5 mL Fehling çözeltisi ilave edilir. Oluşan çözelti kaynama sıcaklığına kadar ısıtılır. Isıtma sonunda kırmızı çökelek oluşumu aldehit varlığını gösterir. Ketonlar negatif sonuç verir.



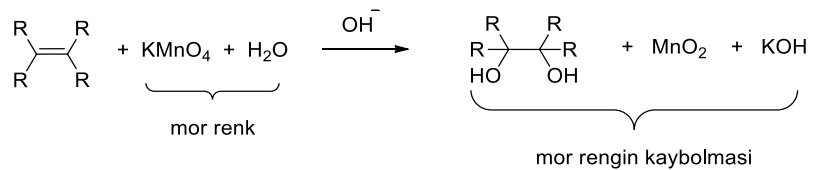
Fehling çözeltisi:

(Çözelti 1) 3.46 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'yu 50 mL suda çözünüz.

(Çözelti 2) 17.3 g Na K tartrat ve 7 g NaOH'ı 50 mL suda çözünüz.

Test uygulanmadan hemen önce Çözelti 1 ve Çözelti 2 eşit hacimlerde karıştırılarak kullanılır.

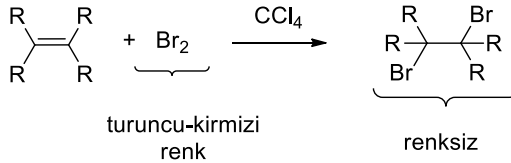
- 6. Baeyer testi:** Bir deney tüpüne 20-25 mg örnek madde alınır ve 2 mL asetonda çözülür. Üzerine damla damla %1'lik bazik KMnO_4 çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır. Bir damladan sonra çözeltinin rengi kaybolmuşsa yapıda doymamış ikili/üçlü bağlar var demektir. Tepkimede doymamışlığa sahip alifatik bileşikler yükseltgenerek diol oluşturur ve sonrasında aldehit/keton'a dönüşür. Bazik ortamda permanganat yükseltgenmesidir.



Baeyer reaktifi: 1 g KMnO_4 100 mL damıtık su içerisinde çözülür.

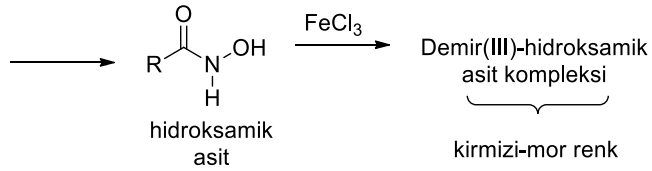
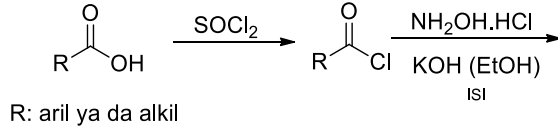
Üzerine 10 g susuz Na_2CO_3 ilave edilir ve karıştırılır. Çözelti karanlıkta saklanır.

- 7. Bromlama testi:** Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve 1-2 mL karbon tetraklorür içerisinde çözülür. Üzerine bromun karbon tetraklorür içerisindeki çözeltisinden damla damla ilave edilir. Birinci damladan 1-2 dakika sonra sarı renk kayboluyorsa bir damla daha eklenir. 2-3 damla brom ilavesi ile renkliliğin kaybolması bir tepkimenin gerçekleştiğini yani örnek maddede ikili bağ varlığını gösterir. Doymamış ikili bağlara sahip bileşikler bromlanarak dibromo alkan bileşikleri oluşur.

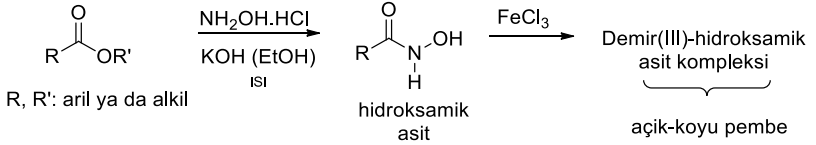


- 8. Hidroksamik asit testi:** Bir deney tüpüne 10-15 mg örnek madde alınır ve ısıtılarak kuruluğa kadar buharlaştırılır. Üzerine 2 damla tiyonil klorür ilave edilir ve hızlıca kuruluğa kadar buharlaştırılır. Üzerine 2-3 damla 0.5 M hidroksilamin hidroklorürün etanol içerisindeki çözeltisi ilave edilir. Oluşan karışım bazik olana kadar 6 M alkollü KOH ile bazikleştirilir ve 2-3 dk ısıtılır. Soğuyan çözelti 1 M HCl ile asitlendirilir ve 1-2 damla %1'lik FeCl₃ ilave edilir. Son çözeltide kahverengi-kırmızı-mor aralığında renklilik varsa örnek maddede karboksilik asit grubu vardır denir. Bu test, karboksili asitler ve esterler için kullanılır.

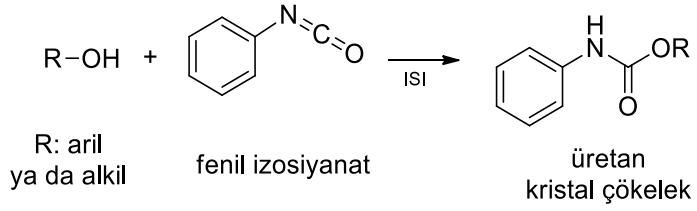
Karboksili asitler önce açıl klorürlerine sonra hidroksamik asite dönüştürülerek demir kompleksi oluşturulur.



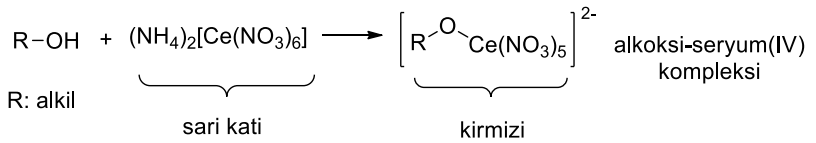
Esterler ise direk hidroksamik asite dönüştürülürler.



9. Üretanlara dönüştürme: Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve üzerine 0.05 mL fenil izosiyanat eklenir. Tüpün kapağı kapatılır ve 60-70 °C'deki su banyosunda 5 dakika boyunca ısıtılır. Isıtma sonunda kristalin çökelek oluşumu, yapıda alkol veya fenol varlığını gösterir. Kristalin çökelek oluşmamışsa doygun çözelti oluşmuş olabilir. Tüpün iç çeperi baget ile kaşınarak çökelek oluşumu gözlenir. (*Fenol aranacaksa 2-3 damla piridin ilave edilir!*)



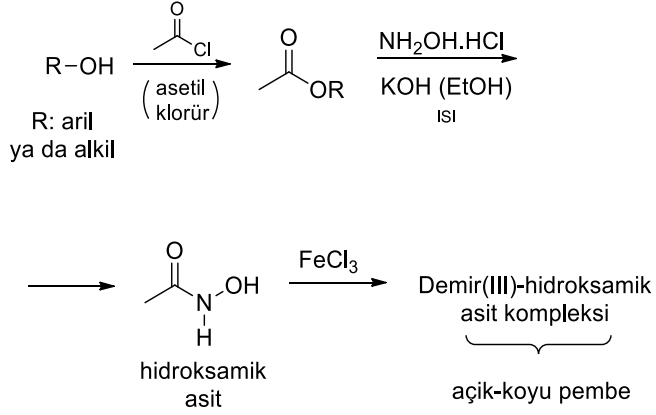
10. Seryum amonyum nitrat testi: Bir deney tüpüne örnek maddeden 20-30 mg alınır ve suda ya da eterde çözülür. Üzerine seryum amonyum nitrat çözeltisinden 10 damla ilave edilir. Sarıdan kırmızıya değişen renklilik yapıda alkol varlığını gösterir.



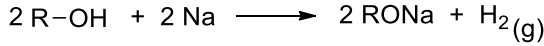
Belirteç: 10 g seryum amonyum nitrat alınır ve 25 mL 2 M nitrik asit içerisinde çözülür.

11. Hidroksamat testi: Bir deney tüpünde 2 damla asetil klorür ve 2 damla dimetil anilin konular ve karıştırılır. Oluşan çözeltinin üzerine 15-20 mg örnek madde eklenir ve 5 dakika boyunca ara ara çalkalanır. Üzerine 1 mL soğuk su eklenir, çalkalanır ve bekletilir. Tüpün üst kısmında oluşan fazdan 3-4 damla alınır ve üzerine 2-3 damla 0.5 M hidroksilamin hidroklorürün etanol içerisindeki çözeltisi ilave edilir. Oluşan karışım bazik olana kadar 6 M alkollü KOH ile bazikleştirilir ve 2-3 dk ısıtılır. Soğuyan çözelti 1 M HCl ile asitlendirilir ve 1-2 damla %1'lik FeCl₃ ilave edilir. Son çözeltide pembe-mor aralığında renklilik varsa örnek maddede alkol grubu vardır denir.

Bu testte alkoller önce asetil klorürle esterlere çevrilir, hidroksamik asite çevrildikten sonra demir kompleksi oluşturulur.



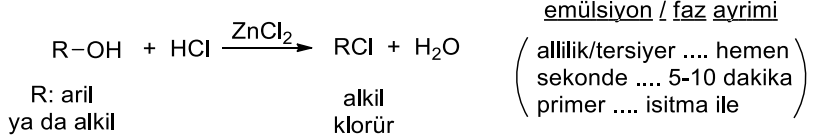
12. Metalik sodyumun alkollere etkisi: Alkollerin –OH hidrojeni sodyum metali ile tepkime verecek kadar asidiktir. Tepkimeden hidrojen gazı çıkışı ile alkol varlığı belirlenir. Bir deney tüpüne örnek sıvıdan 2-3 mL konulur. Üzerine çok küçük miktarda sodyum metali ilave edilir. Gaz çıkışı maddenin alkol yapısında olduğunu gösterir.



R: aril metalik
ya da alkil sodyum

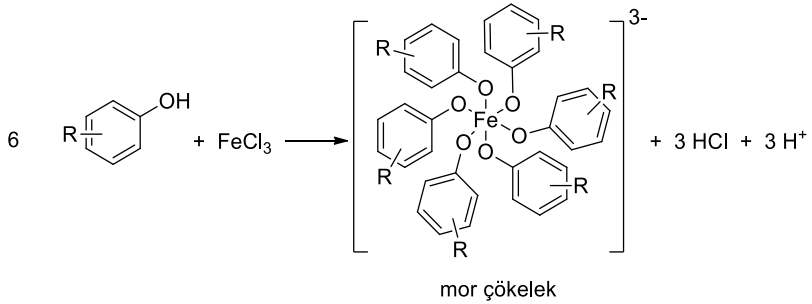
13. Lucas testi: Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve üzerine 1 mL Lucas belirteci eklenir. Hemen bir emülsiyon ya da faz oluşumu varsa yapıda allil alkol ya da tersiyer alkol vardır denir. Çözelti 5-10 dakika bekledikten sonra emülsiyon ya da faz oluşumu varsa yapıda sekonder alkol vardır denir. Çözelti su banyosunda ısıtıldığında bir değişim görülürse yapıda primer alkol vardır denir.

Bu test primer, sekonder, tersiyer ve allilik alkollerini farklılaştırmak için kullanılır.



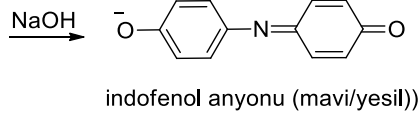
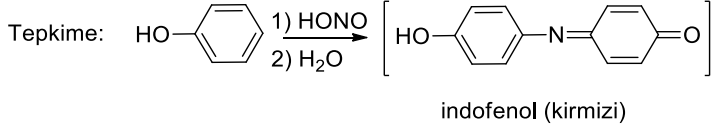
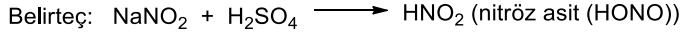
Lucas belirteci: 12 mL derişik HCl içerisine 16 g susuz ZnCl₂ yavaş yavaş ilave edilerek çözülür. (Diakktat! Asitin bulunduğu beheri buz banyosunda tutunuz.) Çözeltiyi desikatörde/çekerek ocakta saklanır.

14. Demir(III)klorür testi: Bir deney tüpüne 20-30 mg örnek madde alınır ve su-etanol karışımında çözülür. Üzerine 2-3 damla % 2.5'lük FeCl₃ çözeltisi eklenir. Çözeltide mavi-kırmızı-pembe-mor-yeşil oluşumu fenol bileşiklerinin varlığını gösterir. Tepkimede demir(III) kompleksi oluşur.

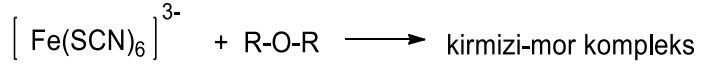


15. Liebermann testi: Bir deney tüpüne spatül ucu kadar sodyum nitrit konulur. Üzerine 20-25 mg örnek maddeden ilave edilir ve tüpü bek alevinde ısıtılır. Soğuyan çözeltinin üzerine 5-6 damla derişik H₂SO₄ ilave edilir ve karıştırılır. Koyu mavi-yeşil renk gözlemlenir.

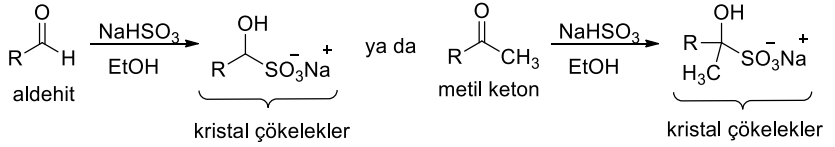
Çözelti üzerine 10 damla damıtık su eklenir ve oluşan indofenolün kırmızı rengi gözlemlenir. Bu karışımın üzerine NaOH'ın fazlası ilave edildiğinde mavi-yeşil renk yeniden oluşur. Birçok fenol bu teste pozitif sonuç verir. Ancak *p*-substitüye fenoller ve nitrofenoller bu teste cevap vermezler.



16. Ferroks testi: Bir deney tüpüne demir(III) amonyum sülfat ve potasyum tiyosiyanat katılarından 10 mg alınır ve baget ile karıştırılır. Oluşan demir(III) hekzatiyosiyanatoferrat(III) bagetin çeperlerinde toplanır. Başka bir deney tüpünde örnek maddenin toluen içerisindeki doymuş çözeltisi hazırlanır. Baget bu çözeltinin içerisine daldırılır ve karıştırılır. Çözünme ile kırmızı-mor renk oluşumu yapıda oksijen varlığını gösterir. Eter grubu yoksa çözünme olmaz. Difenil eter bileşikleri bu teste pozitif sonuç vermez. Oksijen içeren hidrokarbon bileşiklerinin (eter gibi) farkedilmesinde kullanılır.

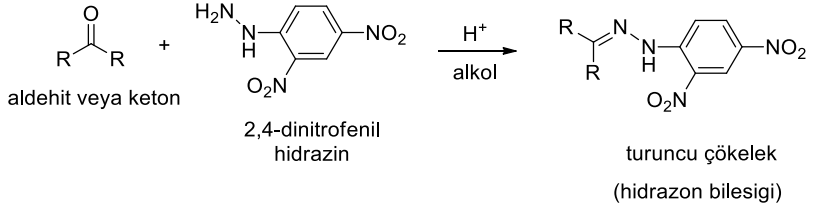


17. Sodyum bisülfid testi: Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve 4-5 damla etanolde çözülür. Üzerine 1 mL belirteç ilave edilir ve tüpün üstü kapatılarak şiddetli çalkalanır. Çalkalama sonucu çökelek oluşursa yapıda karbonil bileşikleri (aldehit veya metil keton) vardır denir.



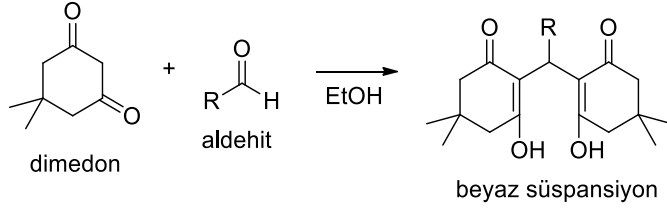
Belirteç: 12 mL %40'lık sodyum bisülfid çözeltisine 3 mL etanol eklenir. Oluşan tuzlar tuzlar süzülür ve süzüntü kullanılır.

18. 2,4-Dinitrofenilhidrazin testi: Bir deney tüpüne 20-25 mg örnek numune alınır ve 0.5 mL metanolde çözülür. Üzerine 5 mL belirteç ilave edilir ve şiddetli çalkalanır. Sarı-turuncu renkli çökelek oluşumu yapıda karbonil bileşikleri (aldehit veya keton) olduğunu gösterir. Çökelek oluşmazsa, karışım su banyosunda 1 dakika kadar ısıtılır ve tekrar çalkalanır. Çökme olması için gerekirse 1-2 damla su ilave edilir.

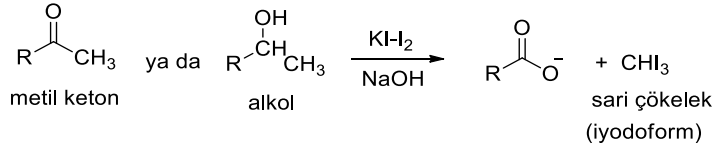


Belirteç: 2,4-dinitrofenil hidrazinin 2 M HCl içerisindeki doymun çözeltisi.

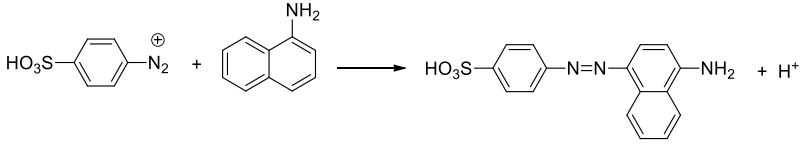
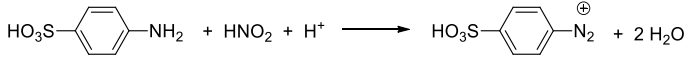
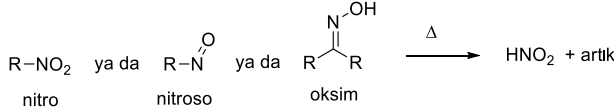
19. Dimedon testi: Bir deney tüpüne 20-30 mg örnek madde alınır ve 1 mL su eklenerek çözülr. Üzerine dimedonun etanol içerisindeki % 5'lik çözeltisinden 3 damla eklenir ve çalkalanır. Kısa sürede beyaz süspansiyon oluşumu yapıda aldehyt varlığını gösterir. Bu test aldehytleri tanımadada kullanılır. Ketonlarla tepkime vermez.



20. İyodoform testi: Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve 2 mL su-metanol karışımında çözülr. Üzerine 10 damla 3 M NaOH çözeltisi eklenir ve çalkalanır. Bunun üzerine 0.5 M I₂/KI reaktifinden sarı çökelek oluşana kadar damla damla ilave edilir. Sarı çökelek oluşumu yapıda metil keton grubu içeren karbonil bileşiklerinin ya da CH₃CH(OH)- grubu içeren alkollerin olduğunu gösterir.



21. Griess testi: Bir deney tüpünün içine çok küçük miktarda örnek madde alınır. Deney tüpünün üzerine belirteç ile ıslatılmış küçük bir süzgeç kağıdı konulur. Tüpün dibi bek alevinde 1-2 dakika ısıtılır. Örnek maddenin yapısında nitro, nitrozo, oksim gibi N-O atomlarını içeren gruplar varsa süzgeç kağıdında pembe renklilik oluşur.

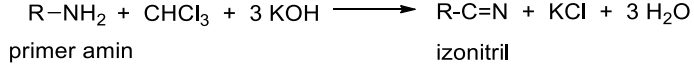


pembe renkli azo boyar madde

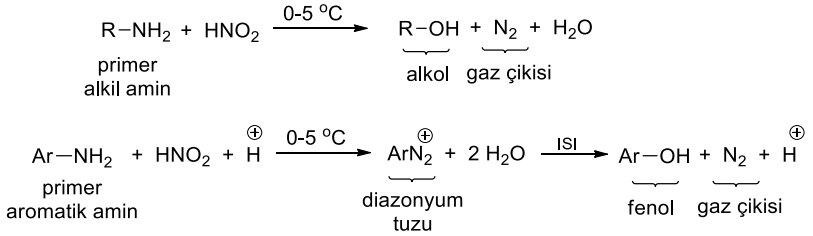
Belirteç: (1) %30'luk asetik asit içerisindeki %1'lik sülfanilik asit çözeltisi. (2) %30'luk asetik asit içerisindeki %1'lik 1-naftilamin çözeltisi.

22. İzonitril testi: Bir deney tüpüne 40-50 mg örnek madde alınır ve 4-5 damla kloroformda çözülür. Üzerine 1 mL 2 M NaOH'in metanoldeki çözeltisi eklenir, karıştırılır ve ısıtılır. Kokusu not edilir. Pis ve çirkin bir koku varsa izonitril oluşumu vardır ve bu durum primer amin varlığını gösterir. Primer aminleri sekonder ve tersiyer aminlerden

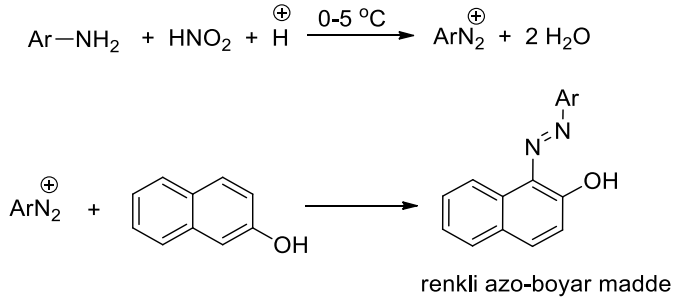
ayırt etmek için kullanılır. Primer aminlerde koku şiddetliyen, sekonder ve tersiyerde koku az şiddetli duyulur.



23. Diazolama testi: Bir deney tüpüne 20-25 mg örnek madde alınır ve damla damla 1 M HCl eklenerek çözülür, soğutulur. Soğuk karışıma bulanıklık görülene kadar damla damla %10'luk amonyak eklenir. Üzerine 3-5 damla soğuk sodyum nitrit çözeltisi eklenir. Tepkimede gaz çıkışı varsa yapıda primer amin grubu vardır denir. Gaz çıkışı olmuyorsa, ısıtma yapılır. Isıtıldığında gaz çıkışı gözlenirse aromatik primer amin vardır denir. Alifatik ve aromatik primer aminlerin tanınmasında kullanılır.

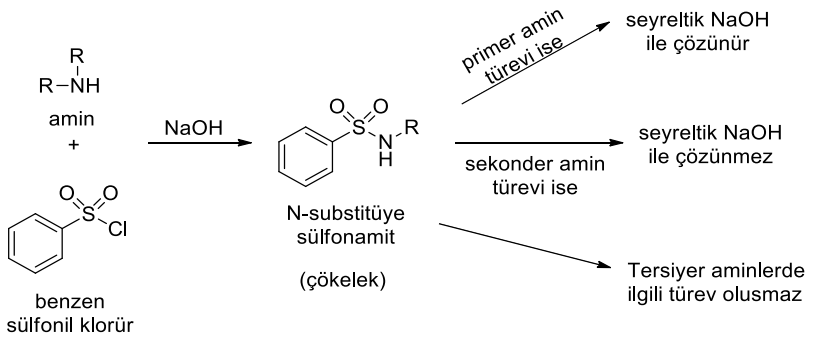


24. Kenetleme tepkimesi: Primer aminlerin yukarıdaki diazolaması ile oluşan diazonyum tuzunun fenolik bileşiklerle olan kenetlenmesinden azo-boyar maddeler oluşur. Isıtma basamağından önce gaz çıkışı gözlenmediği durumdaki diazonyum tuzuna β-naftol eklendiğinde renkli boyar madde oluşur. Renklilik oluşumu yapının primer amin olduğunu gösterir.



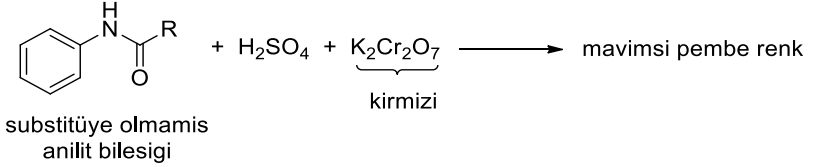
25. Hinsberg testi: Bir deney tüpüne 30-40 mg örnek madde alınır ve üzerine 5 mL %10'luk NaOH çözeltisi ve 8-10 damla benzen sülfonil klorür ilave edilir. Tüpün üzeri kapatılır ve kuvvetli çalkalanır. Isınma oluşursa karışım soğutulmalıdır. Çözeltinin bazikliği kontrol edilir. Çökelek oluşumu varsa süzülür, yağ oluşumu varsa yağ kısmı ayrı bir tüpe alınır. Yağ kısmı seyreltik HCl'de çözünürse yapıda tersiyer amin grubu vardır denir. Yağdan ayrılmış olan bazik çözeltide bulanıklık varsa 3 mL eklenir ve seyreltik HCl ile asitlendirilir. Bulanıklık ya da çökelek oluşumu yapıda primer amin grubu olduğunu gösterir.

Bu test, primer, sekonder ve tersiyer aminleri farklılaştırmak için kullanılır.



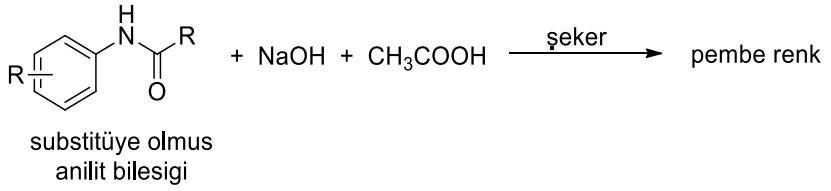
26. Tafel testi: Bir deney tüpüne 1 mL derişik H_2SO_4 alınır ve üzerine 20-30 mg örnek maddeden ilave edilir. Tüp şiddetli çalkalanır ve üzerine 20-25 mg toz potasyum bikromat eklenir. Pembe-mavi renk oluşumu yapıda anilit grubu varlığını gösterir.

Bu test, anilin'in açıl türevi olan anilit bileşiklerinin tanınmasında kullanılır. Substitüye olmamış anilitler için kullanılır.



27. Anilin asetat testi: Bir deney tüpüne bir tane NaOH peleti alınır ve üzerine 50-100 mg örnek madde konulur. Maddeler ezilerek toz haline getirilir ve karıştırılır. Tüpün üzeri süzgeç kağıdı ile sıkıca kapatılır. Süzgeç kağıdı 1 damla 6 M asetik asit ile ıslatılır. Tüp bek alevinde ısıtılır ve katılar eriyik hale getirilir. Isıtmayla açığa çıkan anilinlerin buharı ile süzgeç kağıdındaki asit etkileşir. Başka bir deney tüpüne şeker alınır ve az önceki süzgeç kağıdı bu tüpün üstüne konulur. Deney tüpü şeker kömürleşinceye kadar bek alevinde yakılır. Şekerin yanmasından açığa çıkan furfural bileşiğinin buharı süzgeç kağıdındaki anilin asetat ile tepkime verir ve pembe renk oluşur.

Bu test, substitüye olmuş anilit bileşiklerini tanımada kullanılır.



SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Çalıştığınız her bir tepkimeyi, kullandığınız kimyasalın yapısını çizerek yeniden yazınız.

20. TÜREV HAZIRLAMA

20.1. Genel Bilgi

Organik bir madde için yapılan element analizi ve fonksiyonel grup taraması sonuçları bileşiğin yapısı hakkında önemli bilgiler verir. Bileşiğin sistematik tanımlanmasında son olarak o bileşiğin türevi hazırlanır. Türev, eldeki maddenin fonksiyonel grubunun farklı bir fonksiyonel gruba dönüştürülmesiyle elde edilen yeni bileşiktir. Hazırlanan katı türev bileşiğinin erime noktası tayin edilir ve literatür değeriyle karşılaştırılır. Deneysel ve teorik sonuç birbiri ile uyum içerisinde ise olduğu düşünülen madde tanımlanmış ve analiz bitmiş olur. Aşağıdaki tabloda bazı bileşik sınıfları için uygun türevler verilmiştir.

BİLEŞİK SINIFI	TÜREV
Alkenler	Katı türevi yoktur
Aldehit ve Ketonlar	Semikarbazon, 2,4-dinitrofenil hidrazon, oksim
Alkoller	3,5-Dinitrobenzoat, üretan
Aminler	Benzamit, sülfonamit
Arenler	Nitrolama ürünü
Asitler	Anilit, amit, p-toluidin
Esterler	N-benzilamit, 3,5-Dinitrobenzoat
Eterler	3,5-Dinitrobenzoat, bromlama
Fenoller	3,5-Dinitrobenzoat, üretan
Nitro bileşikleri	Amin

Uygun bir türevde olması gereken özellikler:

- i.Katı olmalıdır.
- ii.Erime noktası 50-250 °C aralığında olmalıdır.
- iii.Türevin erime noktası ile bilinmeyen bileşiğin erime noktaları arasında belirgin fark olmalıdır.
- iv.Türevin erime noktası, bilinmeyen bileşiğe benzer olabilecek bileşiklerin aynı tip türevlerinin erime noktasından en az 5 °C farklı olmalıdır.
- v.Türev oluşumu tepkimesi en fazla 30-40 dakikada tamamlanmalıdır.
- vi.Yüksek verimli olmalıdır.
- vii.Türev kolay saflaştırılabilmelidir.

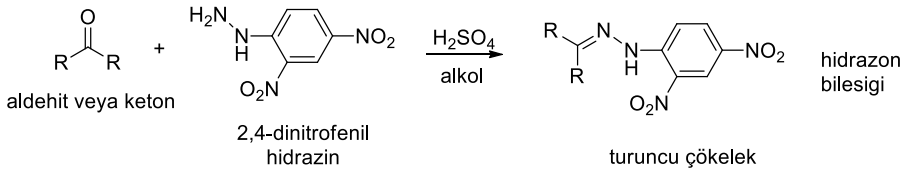
20.2. Deney: Fonksiyonel Gruplar için Türev Hazırlanması

20.2.1. Alkenler

Alkenlerin uygun katı türevleri yoktur. Ancak bromlama ya da yükseltgenme gibi tepkimelerden elde edilecek bileşiklerin yapıları incelenerek sonuca varılabilir.

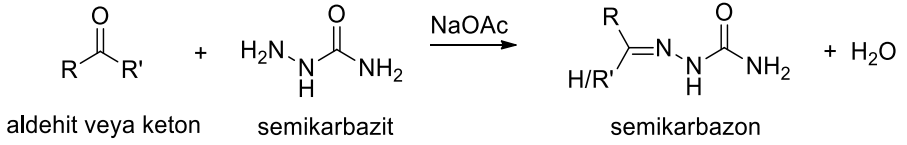
20.2.2. Aldehit ve Ketonlar

2,4-Dinitrofenil hidrazon Türevi: 0.5 mmol karbonil bileşiği 1 mL metanolde çözülür ve üzerine 1 mL belirteç eklenir. Çözelti 50-60 °C'deki su banyosunda 1-2 dakika boyunca ısıtılır. Çözelti soğumaya bırakılır. Oluşan sarı-turuncu çökelekler süzülür ve su-etanol karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

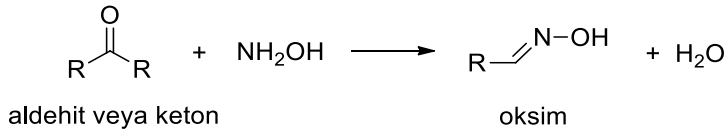


Belirteç: 0.5 g 2,4-dinitrofenil hidrazin 15 mL metanol içerisinde çözülür. Üzerine 0.4 mL 6 M HCl ilave edilir.

Semikarbazon Türevi: Bir deney tüpüne 100 mg semikarbazit hidroklorür ve 150 mg sodyum asetat alınır. Üzerine 1 mL su ve 1 mL etanol eklenip, karıştırılır. Karışımın üzerine 1 mmol karbonil bileşiği eklenir ve çözelti 70 °C'deki su banyosunda 10-15 dakika boyunca ısıtılır. Sıcak çözeltiye 2-3 mL su ilave edilerek soğutulur, oluşan kristaller süzülür. Su-etanol karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

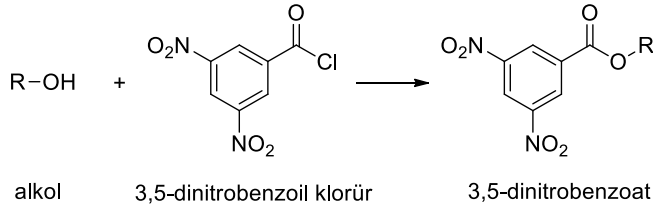


Oksim Türevi: Bir balona 0.5 g karbonil bileşiği alınır ve üzerine 0.5 g hidroksilamin hidroklorür eklenir. Üzerine 3 mL piridin ve 3 mL etanol eklenerek geri soğutucu altında 1,5-2 saat kaynatılır. Çözeltinin çözücüsü uzaklaştırılır ve kalan katılar 3 mL soğuk su ile parçalanır. Katılar süzülür, metanolden kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

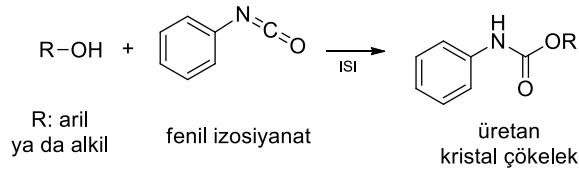


20.2.3. Alkoller

3,5-Dinitrobenzoat Türevi: Bir balona 0.5 g alkol bileşiği alınır ve 5 mL kuru piridin içerisinde çözülür. Üzerine 1.3 g 3,5-dinitrobenzoil klorür eklenir ve geri soğutucu altında 30-40 dakika boyunca kaynatılır. Kaynatmadan sonra çözelti 40 mL 2 M NaOH çözeltisinin içerisine dökülür. Çökelmenin başlaması için çözelti buz banyosunda soğutulur. Çökelekler 10 mL sodyum karbonat çözeltisi ile yıkanır, süzülür ve su-etanol karışımında kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

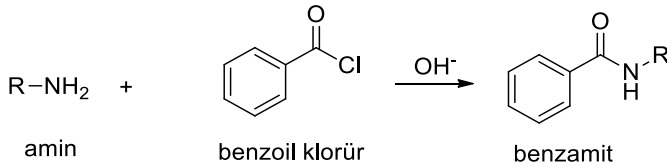


Üretan Türevi: Bir deney tüpüne 1 g alkol bileşiği alınır ve üzerine 10 damla fenil izosiyanat eklenir. Bir baget yardımıyla tüpün iç çeperleri kaşınır ve buz banyosunda çökelek oluşumu sağlanır. Oluşan çökelekler süzülür, karbon tetraklorürden kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

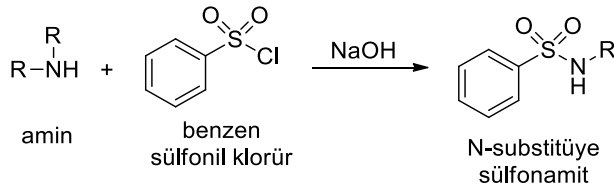


20.2.4. Aminler

Benzamit Türevi: Bir balon içerisine 1 mmol amin bileşiği alınır. Üzerine süspansiyon oluşana kadar %10'luk NaOH çözeltisi eklenir. Süspansiyon üzerine damla damla 3 mmol benzoil klorür eklenir ve çalkalanır, bu işlem yapılırken balon soğutulur. Karışımın pH kontrolü yapılır ve pH= 8'e ayarlanır. Çöken kristaller süzülür ve alkol-su karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

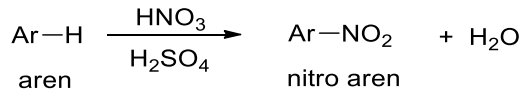


Sülfonamit Türevi: Bir deney tüpüne 1 mL amin bileşiği alınır. Üzerine 6 mL %10'luk NaOH çözeltisi ve 10 damla benzen sülfonil klorür eklenir. Tüpün kapağı kapatılır ve 4-5 dakika boyunca şiddetli çalkalanır. Çözeltinin bazikliği kontrol edilir. Çözelti buz banyosunda soğutulur ve çökelek oluşumu sağlanır. (Çökelek oluşmazsa 6 M HCl ile pH=6'ya asitlendirilir!) Oluşan çökelekler süzülür, alkol-su karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.



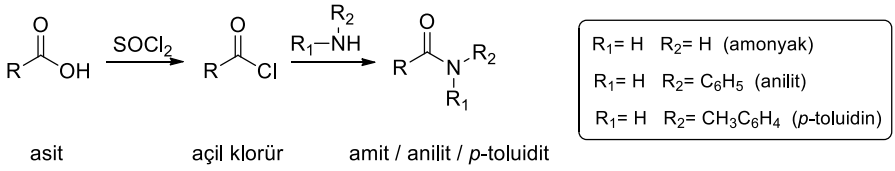
20.2.5. Arenler

Nitrolama ürünü: Bir balon içerisine 0.5 g aren bileşiği alınır ve üzerine 2 mL derişik sülfürik asit ilave edilir. Çözeltiyeye damla damla 2 mL derişik nitrik asit eklenir ve çalkalanır. Balon bir geri soğutucu altında 45-50 °C'deki su banyosunda 15 dakika ısıtılır. Çözelti 15-20 g kırık buzun üzerine dökülür. Oluşan çökelekler süzülür, alkol-su karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.



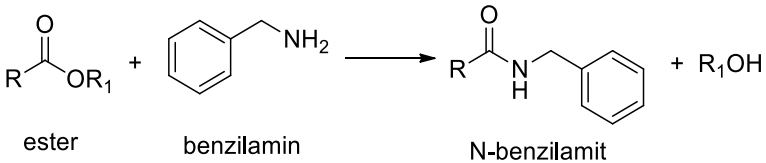
20.2.6. Asitler

Amit, Anilit, *p*-Toluidin Türevleri: Bir balona 1 mmol asit bileşiği alınır ve 3 mL benzende çözülür. Üzerine 1.1 mL tiyonil klorür ilave edilir ve geri soğutucu altında 75-80 °C’de 30-40 dakika boyunca ısıtılır. Çözelti soğuduktan sonra üzerine 2 mmol amin (amonyak, anilin ya da *p*-toluidin) bileşiğinin 10 mL benzendeki çözeltisi eklenir ve yeniden geri soğutucu altında 15-20 dakika boyunca kaynatılır. Soğuyan çözelti ayırma hunisine alınır ve sırasıyla 5 mL 1 M HCl ve 3 mL %5’lik NaOH ile ekstrakte edilir. Organik faz ayrılır ve çözücüsü uzaklaştırılır. Oluşan katılar alkol-su karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

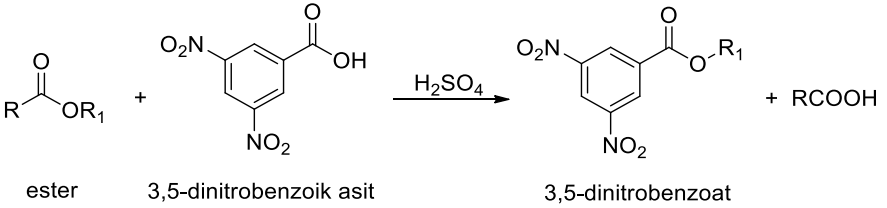


20.2.7. Esterler

***N*-Benzilamit Türevi:** Bir balon içerisine 1 mL ester bileşiği alınır. Üzerine 0.1 g toz amonyum klorür ve 3 mL benzilamin eklenir. Karışım geri soğutucu altında 1 saat boyunca kaynatılır. Soğuyan çözelti su ile yıkanır. Çökelek oluşmamışsa birkaç damla seyreltik HCl ilave edilir. Oluşan kristaller süzülür ve etanol-su karışımından kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

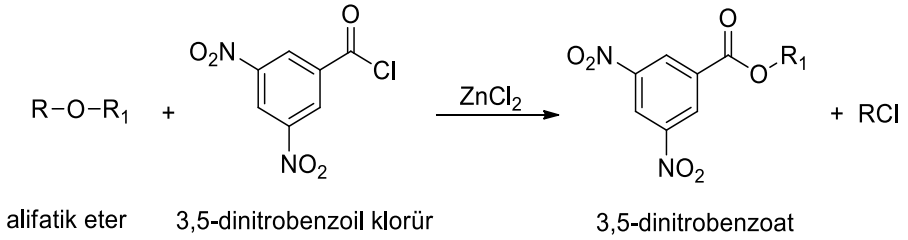


3,5-Dinitrobenzoat Türevi: Bir balon içerisine 1 mL ester bileşiği alınır. Üzerine 0.75 g 3,5-dinitrobenzoik asit ve 1 damla derişik sülfürik asit eklenir. Çözelti geri soğutucu altında 30 dakika boyunca kaynatılır. Soğuyan karışıma 10 mL eter ilave edilir ve %5'lik Na₂CO₃ (2 x 10 mL) ile ekstrakte edilir. Organik faz su ile yıkanır ve eter uzaklaştırılır. Çözücü uzaklaştıktan sonra geriye kalan madde viskoz ise sıcak etanolde çözülür, bulanıklık oluşana kadar su eklenir, soğutulur ve kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.

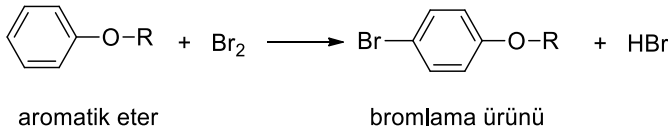


20.2.8. Eterler

3,5-Dinitrobenzoat Türevi: Bir balon içerisine 1 mL eter bileşiği, 0.15 g susuz ZnCl₂ ve 0.5 g 3,5-dinitrobenzoil klorür konular ve geri soğutucu altında 1 saat boyunca kaynatılır. Soğuyan çözeltiye 10 mL %5'lik Na₂CO₃ çözelti eklenir, 90 °C'ye ısıtılır ve tekrar soğutulur. Soğuyan bu çözeltide oluşan çökelekler 5 mL %5'lik Na₂CO₃ çözeltisi ve 10 mL su ile yıkanır, karbontetraklorürden kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.



Bromlama Türevi: Bir balona 0.1 g eter bileşiği alınır ve 1.5 mL buzlu asetik asit eklenerek çözülür. Oluşan karışımın üzerine 0.1-0.2 mL brom ilave edilir ve 15-20 dakika boyunca çeker ocakta bekletilir. Bekleyen karışım 5-10 mL suyun üzerine dökülür, çöken katılar süzülür ve etanolden kristallendirilir. Kristallerin erime noktası tayin edilir. Verim hesaplanır.



20.2.9. Fenoller

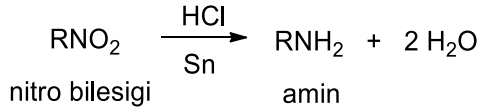
3,5-Dinitrobenzoat Türevi: Bkz. Alkol Türevleri

Üretan Türevi: Bkz. Alkol Türevleri.

20.2.10. Nitro Bileşikleri

Amin Türevi: Bir balona 1 g nitro bileşiği ve 2 g granüle kalay alınır. Üzerine damla damla 20 mL %10'luk HCl ilave edilir ve geri soğutucu altında 100 °C'de 10-15 dakika kaynatılır. Soğuyan çözeltiliye %40'luk

NaOH eklenir ve baziklik kontrolü yapılır. Oluşan karışım eter ile ekstrakte edilir, organik fazın çözücüsü uzaklaştırılır. Elde edilen maddenin bir amin bileşiği olduğunu ispatlamak için kalitatif analiz yapılır. Bu işlemlerden sonra aminlere uygun bir türev seçerek hazırlanır.



SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Türevini yaptığımız bileşiğin kimyasal yapısını çizerek ilgili tepkimeyi tekrar yazınız.
2. Yaptığımız türevi neden seçtiğinizi detaylı bir şekilde açıklayınız. (Tüm element ve fonksiyonel grup analizi sonuçlarıyla)

21. BİLİNMEYEN NUMUNE ANALİZİ

Kimyasal maddenin üzerinde adını gösterir bilgi içeren herhangi bir etiketleme yoksa bu maddenin yapısının ne olduğu bulunmalıdır. Madde safsızlık içeriyorsa doğru ve kesin yapı analizinde problemlerle karşılaşılabilir. Maddenin katı veya sıvı olma durumuna göre kristallendirme, damıtma ya da kolon kromatografisi gibi ön saflaştırma uygulamak gerekebilir. Bunlardan sonra erime ve kaynama noktası tayini ile de saflık kontrolü desteklenir. Bilinmeyen maddenin yeterli saflıkta olduğu anlaşıldıktan sonra elementel analizi yapılmalı ve sonra fonksiyonel grupları araştırılmalıdır.

GEREKLİ MALZEMELER

Deney 18 – 20’de kullanılan tüm kimyasallar ve düzenekler.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Laboratuvardan sorumlu görevliden katı ve sıvı olmak üzere iki ayrı numune alınır.
2. Her bir numune çalışılarak sırasıyla sodyum eritişisi, element analizi ve fonksiyonel grup taraması tamamlanır.
3. Çıkan sonuçlara göre uygun türev belirlenir.
4. Bilinmeyen numunenin adını belirlenir.

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

1. Bilinmeyen numune analizinde elde ettiğiniz sonuçlar için tablo hazırlayınız ve bulduğunuz madde için yaptığımız testlerin tepkimelerini açıkça yazınız.

KAYNAKÇA

Ankara Üniversitesi, Açık Ders Malzemeleri, Ders Notları.

Erdik, E., Obalı, M., Yüksekışık, N., Öktemer, A., Pekel, T., İhsanoğlu, E. Denel Organik Kimya, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, Ankara, 2001.

Furniss, B.S., Hannaford, A.J., Smith, P.W.G., Tatchell, A.R. Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, 5th Edt. Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Gattermann, L., Wieland, H. Laboratory Methods of Organic Chemistry, Translated from the 24th German edition, 24th Edt. The Macmillan Company, London, 1937.

<https://docplayer.biz.tr/54569500-Kristallendirme-organik-cozuculerin-uzaklastirilmasi-ve-ekstraksiyon.html>

<https://docplayer.biz.tr/1951584-Sabun-sentezi-yaglarin-hidrolizi-veya-sabunlastirilmesi.html>

<https://heidolph-instruments.com/en/products/Rotary-Evaporators/Hei-VAP-Core~p27143>

<http://kim.muhendislik.omu.edu.tr/tr/belgeler/laboratory%20manuals/SABUN-SENTEZ%C4%B0.pdf>

<https://people.chem.umass.edu/mcdaniel/CHEM-268/Experiments/Qualitative-Organic-Analysis.pdf>

https://www.linfield.edu/assets/files/chem/Courses/CHEM%20322/aspirin_synthesis.pdf

https://www.csub.edu/Chemistry/organic/manual/Lab14_QualitativeAnalysis.pdf

İzmir Yüksek Teknoloji Üniversitesi, Kimya Bölümü, Organik Kimya Laboratuvarı Kitapçığı

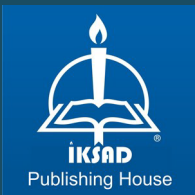
Mann, F.G., Saunders, B.C. Practical Organic Chemistry, 4th Edt. Longman Publishings, London and New York, 1974.

Özden, S., Ertan, R., Akı-Şener, E., Yalçın, İ., Nebioğlu, D., Büyükbingöl, E., Göker, H., Yıldız, İ., Altuntaş-Dinlenç, G., Tunçbilek, M., Ayhan-Kılıçgil, G., Ölgün, S., Süzen, S., Temiz-Arpacı, Ö., Kuş, C., Bozdağ-Dündar, O., Tekiner-Gülbaş,

B., Ateş-Alagöz, Z. Farmasötik Kimya Pratikleri 1-2, Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi, Ankara Üniversitesi Basımevi, 2004.

Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A. Principles of Instrumental Analysis, 5th Edt. Harcourt Brace College Publishers, 1998.

Solomons, T.W.G., Fryhle, C.B. Organic Chemistry, 10th Edt. Wiley Publishings, 2011.



ISBN: 978-625-7139-61-8