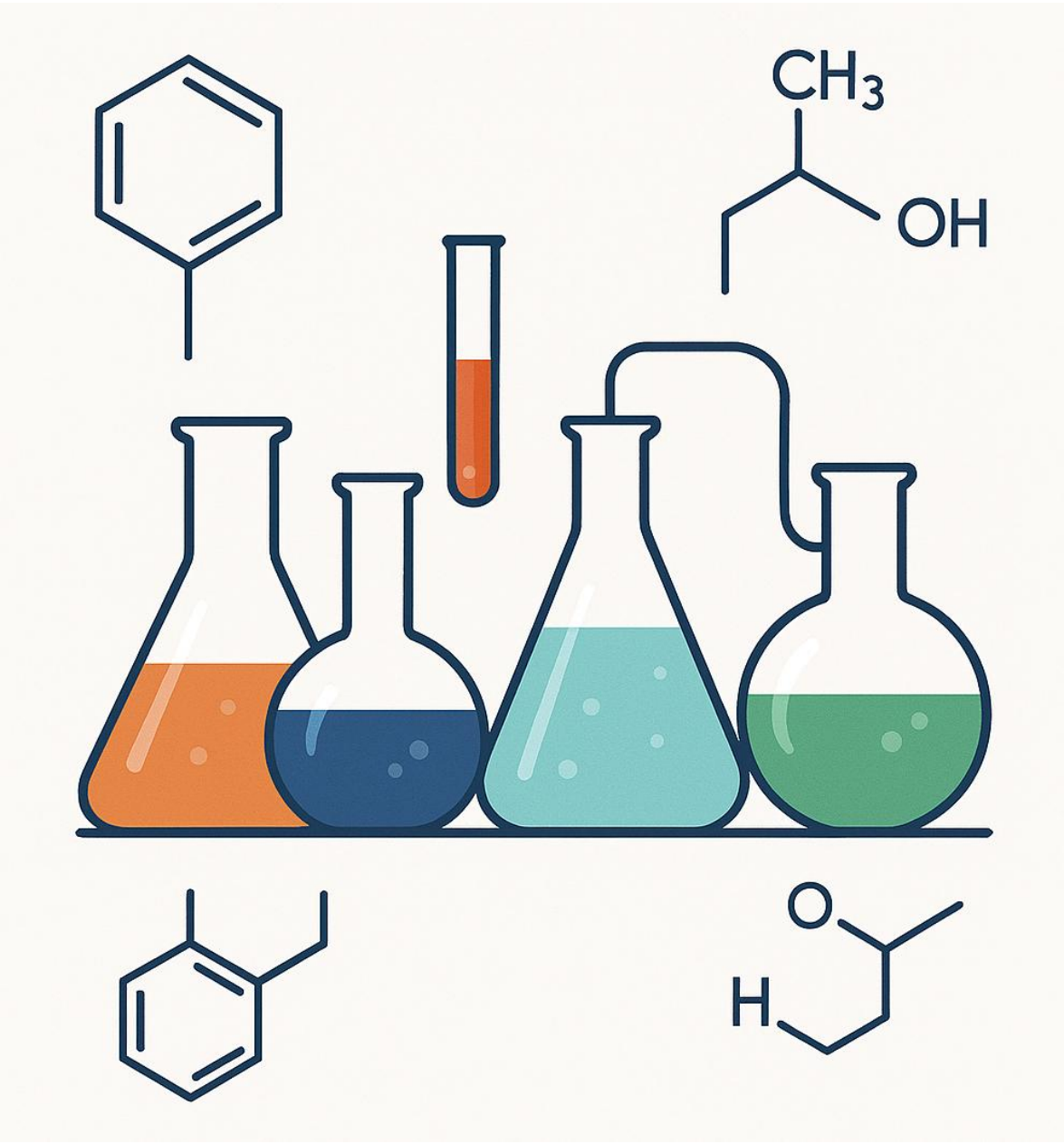
T.C.

KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
TÜRKOĞLU MESLEK YÜKSEK OKULU
KİMYA VE KİMYASAL İŞLEME TEKNOLOJİLERİ BÖLÜMÜ
KİMYA TEKNOLOJOSİ PROGRAMI

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI

DENEY FÖYÜ



Hazırlayan: Öğr. Gör. İzzet YALÇIN

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI

DENEYLER

DENEY NO	DENEYİN ADI	SAYFA NO
1	ÇAYDA KAFEİN TAYİNİ	11
2	METİL BENZOAT SENTEZİ	13
3	KAMFOR'UN SÜBLİMLEŞTİRİLMESİ	15
4	BENZOİK ASİT SENTEZİ	17
5	ESTERLEŞME TEPKİMELERİ	19
6	ASPİRİN SENTEZİ	22
7	ASETANİLİT SENTEZİ	24
8	İYODOFORM SENTEZİ	26
9	ALDOL KONDENZASYONU	28
10	İMİNLER SCHIFF BAZI ELDESİ	30
11	KROMATOGRAFİ	32

LABORATUVARDA UYULMASI GEREKEN KURALLAR

- Öğrenciler laboratuvara vaktinde gelmelidir. Laboratuvara 5 dakikadan fazla geç gelen öğrenci mazereti ne olursa olsun deneye alınmayacaktır.

- Tüm öğrenciler laboratuvarda bulundukları süre boyunca **laboratuvar önlüğü** giymek zorundadır. Önlüksüz öğrenciler laboratuvara alınmayacaktır. Laboratuvar önlüğünün önü daima kapalı olmalıdır.

- Tüm öğrenciler laboratuvarda bulundukları süre boyunca **koruma gözlüğü** ve **eldiven** takmak zorundadır. Gözlüksüz ve eldivensiz öğrenciler laboratuvara alınmayacaktır.

- Laboratuvarda çalışma ortamında öğrenci için tehlike oluşturabilecek kıyafetler, açık ayakkabılar (sandalet, terlik vb.) giyilmemeli, sallantılı takılar takılmamalı, uzun saçlar toplanmalıdır.

- Öğrenci laboratuvara gelmeden önce o derse ait deney prosedürlerini dikkatlice okumalıdır. **Deney öncesi sözlü veya yazılı sınav yapılacaktır.**

- Öğrenciler dönem sonuna kadar tüm deneylerini tamamlamak zorundadırlar.

- Laboratuvara yiyecek-içecekle girmek kesinlikle yasaktır.

- Laboratuvar tezgâhlarının üzerine oturmak, çanta, mont vb. özel eşyaları bırakmak yasaktır. Eşyalarınız için ayrılan dolapları kullanınız.

- Laboratuvarda öğrencilerin kendi aralarında şakalaşması, laboratuvara izinsiz girip çıkmak kesinlikle yasaktır.

- Deneysel çalışmaları sadece sorumlu kişinin size anlattığı ve gösterdiği şekilde yapılmalı, asla anlatılan ve gösterilen deney yönteminden farklı bir yöntem izlenmemelidir.

- Duman ve buhar çıkaran kimyasallar ile çeker ocak içerisinde çalışılmalıdır. Kimyasal tepkimeler sonucu açığa çıkan duman ve buharı asla koklamayınız.

- Laboratuvarlarda izinsiz ve sorumlu kişi yokken çalışmak yasaktır.

- Alev alıcı, parlayıcı kimyasalları (eter gibi) ısı kaynakları yanında kullanılmamalıdır.

- Kimyasallar kullanılırken üzerlerindeki etiketleri **dikkatlice okunmalıdır.**

- Laboratuvarda kullanılan malzemeler önce bol çeşme suyu ve gerekiyorsa deterjan ile yıkanıp daha sonra damıtık su ile çalkalanmalıdır.

- Herhangi bir kaza durumunda (cam kesiği, asit-baz-ısı yanığı, bayılma gibi) hemen laboratuvar sorumlusuna haber verilmelidir.

- Kimyasalları koklamak, tatmak ve pipet ile çözelti alırken ağız ile çekmek, kimyasallara çıplak elle dokunmak kesinlikle yasaktır.

- Laboratuvarda yüzünüze dokunmadan önce ellerinizi su ve sabun ile yıkayınız.

- Kimyasal maddeler asla laboratuvar dışına çıkarılmamalıdır.
- Atık kimyasallar için (katı, sıvı ya da çözelti) laboratuvardaki atık şişeleri kullanılmalıdır.
- Kırılan termometre içindeki **civa** zehirli olduğundan **son derece tehlikelidir**. Böyle bir durum yaşandığında hemen laboratuvar sorumlusuna haber verilmelidir.
- Sıcak test tüp, kroze, beher gibi malzemeler için tüp maşası kullanınız. Plastik eldivenle etüv, fırın ve ısıtıcıları kullanmayınız.
- Cilde veya göze kimyasal madde sıçraması halinde bol su ile yıkayıp, ilk yardım kuralları çerçevesinde hareket ediniz.
- Hassas terazinin yerini değiştirmeyiniz ve kullanılmadığı zamanlarda kapalı tutunuz.
- Kullanılmadığı sürece bek veya elektrikli ısıtıcıları daima kapalı tutunuz.
- Cam eşyaları kullanırken kırık ve çatlak içerenleri asla kullanmayınız.
- Isıtma veya kaynatma işleminde kabın **tamamen kapalı olmamasına** dikkat ediniz. Aksi halde basınçtan dolayı patlamaya neden olabilir.
- Kimyasal kaplarından deneyde belirtilen miktardan daha fazla madde almayınız. Kullanılmayan kimyasalları tekrar stok şişesine değil atık şişesine boşaltınız. Orijinal kimyasal şişesinin içerisine asla pipet daldırmayınız.
- Deney süresince çalıştığınız yerleri, terazi ve çevresini daima temiz tutunuz.
- Laboratuvardan ayrılmadan önce ışıkların, gaz ve su musluklarının kapalı olduğundan emin olunuz.
- Deney bitiminde temizlik sonrası laboratuvardan ayrılmadan önce eldivenlerinizi çıkararak ellerinizi yıkayınız.

LABORATUVAR KAZALARI VE İLK YARDIM

1. YANGINLAR

Yangın çıktığında yapılacak ilk iş, paniğe kapılmadan gaz musluklarını kapatmak ve çevredeki bütün yanıcı maddeleri uzaklaştırmaktır. Bir beher ya da balon içindeki madde alev alırsa, acele bir şekilde masadaki diğer yanıcı maddeler uzaklaştırılmalı, tüm elektrikli ısıtıcılar kapatılmalıdır. Alevi söndürmek için üflememeli ve kesinlikle su kullanılmamalıdır. Alev, hava ile teması kesilerek söndürülmelidir. Bu amaçla, ıslak, temiz bir bez, havlu veya kum kullanılabilir. En iyisi bir "Yangın Söndürücü" kullanmaktır. Elbise tutuşunca, alev bir havlu ile bastırılarak söndürülmeli, varsa duş kullanılmalıdır. Böyle bir tutuşmada kişinin koşmaması gerekir. Çünkü koşmak yanmayı hızlandırır. Gerekirse kişinin koşması engellenmeli, yere yatırılıp bir battaniyeye sarılarak yangın söndürülmelidir.

Yangın anında derhal itfaiyeye haber verilmelidir.

2. PATLAMALAR

Laboratuvarlarda çeşitli patlamalar da kaza nedenidir. Yapılan reaksiyonun hızı fazla ise her an bir patlama olabilir, bu tür reaksiyonlarda çok dikkatli çalışmalı ve koruma gözlüğü kullanılmalıdır. Örneğin metalik sodyumun suyla reaksiyonu çok ağır kazalara neden olabilir. Sodyum parçacıkları ve artıkları hiçbir zaman çöp kutularına ve lavabolara atılmamalı ve havada açık olarak bırakılmamalıdır. Sodyum artıkları, bir miktar alkolde çözülerek yok edilmelidir. Peroksitler, kloratlar, azotürler gibi maddelerle çalışmalarda, kapalı tüplerde yapılan ısıtmalarda gerekli emniyet tedbirleri mutlaka alınmalıdır.

3. KESİKLER

Kesik küçük ise, birkaç dakika sıkılarak kanatılır ve kesik içinde cam kalmamasına dikkat edilir, sonra hidrojen peroksitli su ile yıkanır ve kesik üzerine yara tozu konarak sarılır. Derin kesiklerde doktora başvurulur ve ilk yardım olarak, kan kaybını önlemek için kanayan yerin hemen üstü kuvvetlice sıkılır, fakat bu devamlı sıkma beş dakikayı geçmemelidir.

4. YANIKLAR

Yanıklar su ile yıkanmamalıdır. Hafif yanıklarda deri kabarmamıştır. Yanık önce alkolle yıkanmalı, sonra vazelin veya yanık merhemi sürülerek üstü açık bırakılmalıdır. Ağır yanıklarda, ya da derinin kızardığı, parlaklaştığı yanıklarda geçikmeden taze hazırlanmış % 5 lik tannen çözeltisi veya % 1 lik sodyum bikarbonat çözeltisi sürülüp, hemen tıbbi yardım istenmelidir.

Asit Yanığı: Asidlerin ele dökülmesi veya yüze sıçraması durumunda bunların değdiği yer önce bol su ile, sonra doymuş bikarbonat çözeltisi ile yıkanır.

Alkali hidroksidlerin sıçradığı yer ise yine önce bol su ile, sonra % 1 lik asetik asid ile yıkanır.

Brom`un neden olduğu yanıklarda deri hemen su ile yıkanıp kurutulur. Sonra petrol eteri veya alkol ile yıkanır. Deri gliserin ile iyice ovulur. Birkaç dakika sonra gliserin giderilir ve yanık merhemi sürülür.

Sodyum (Na): Deri üzerindeki küçük sodyum parçacıkları uzaklaştırılır. Deri su ile iyice yıkandıktan sonra % 1'lik asetik asit (CH_3COOH) çözeltisi ile yıkanır. Kurutulur ve zeytin yağına batırılmış steril bez ile sarılır.

Fosfor: Deri su ile iyice yıkandıktan sonra % 1'lik gümüş nitrat ($AgNO_3$) çözeltisi ile sonra su ile yeniden yıkanır.

Organik bileşikler: Organik maddeler deriye bulaşmışsa, etil alkol veya aseton gibi bir çözücü ile, sonunda da sıcak su ve sabun ile yıkanmalıdır.

5. GÖZ KAZALARI

Hemen doktora başvurmak gerekir. Geçikme tehlikeli olabilir.

Asit: Göz yıkayıcı veya bir piset kullanarak göz bol su ile yıkanmalıdır. Daha sonra göz % 1'lik sodyum bikarbonat ($NaHCO_3$) çözeltisi ile yıkanır.

Baz: Asitte olduğu gibi, göz bol su ile yıkanır. Daha sonra % 1'lik borik asit çözeltisi ile yıkanır.

Brom (Br_2): Bol su ile iyice yıkandıktan sonra % 1'lik sodyum bikarbonat ($NaHCO_3$) çözeltisi ile yıkanır.

6. ZEHİRLENMELER

Madde ağızda fakat yutulmamışsa hemen dışarı atılır, tekrar tekrar su ile yıkanır. Madde yutulmuş ve hasta baygın değilse dört veya beş bardak sabunlu sıcak su veya tuzlu ılık su gibi kusturucular verilerek mide boşaltılır. Zehir bilinmiyorsa, iki çay kaşığı tannik asid bir bardak suda karıştırılıp içirilir. Mide temizlendikten sonra süt, çiğ yumurta ve lapa verilir. Zehir biliniyorsa aşağıdaki işlemler yapılmalıdır.

Asitler: Kireç suyu, magnezyum oksit bulamacı veya karbonat bol suyla içirilir. Daha sonra süt veya lapa verilir. Kusturma yapılmaz.

Bazlar: Sirkeli su, % 1'lik asetik asit, limon veya portakal suyu verilir. Bol su içirilerek bazın seyrelmeli sağlanır, sonra lapa veya süt verilir.

Siyanürler: % 1'lik sodyum tiyosülfat veya sodyum bikarbonatla bazikleştirilmiş % 0.025'lik potasyum permanganat çözeltisi verilir.

Alkoller: Önce kusturucu, sonra her 15 dakikada bir kahve verilir. Solunum güçleşmişse yapay solunum yapılır veya oksijen verilir.

Fenoller: Ağız alkolle çalkalanır ve biraz alkollü içki veya suda çırpılmış çiğ yumurta içirilir.

Benzen: Yutulmuşsa kusturucu verilir, sonra mağnezyum sülfat veya sodyum sülfat tuzu içirilir. Solunumla alınmışsa açık havaya çıkartılır veya oksijen verilir ve mutlak dinlenme sağlanır.

Brom veya Klor: Solunumla çok az alınmışsa biraz kloroform koklatmak yeter, fazla miktarlar için oksijen verilir. Yutulmuşsa % 3'lük karbonat çözeltisi veya 10 g. magnezyum oksidin 150 mL sudaki süspansiyonu veya süt içirilir.

Formaldehid ve Formalin: Solunumla alınmışsa oksijen verilir ve dinlenmesi sağlanır. Deriye değmişse sabunlu su ile yıkanır. Yutulmuşsa bir kaşık karbonatlı su ve hemen arkasından süt verilir.

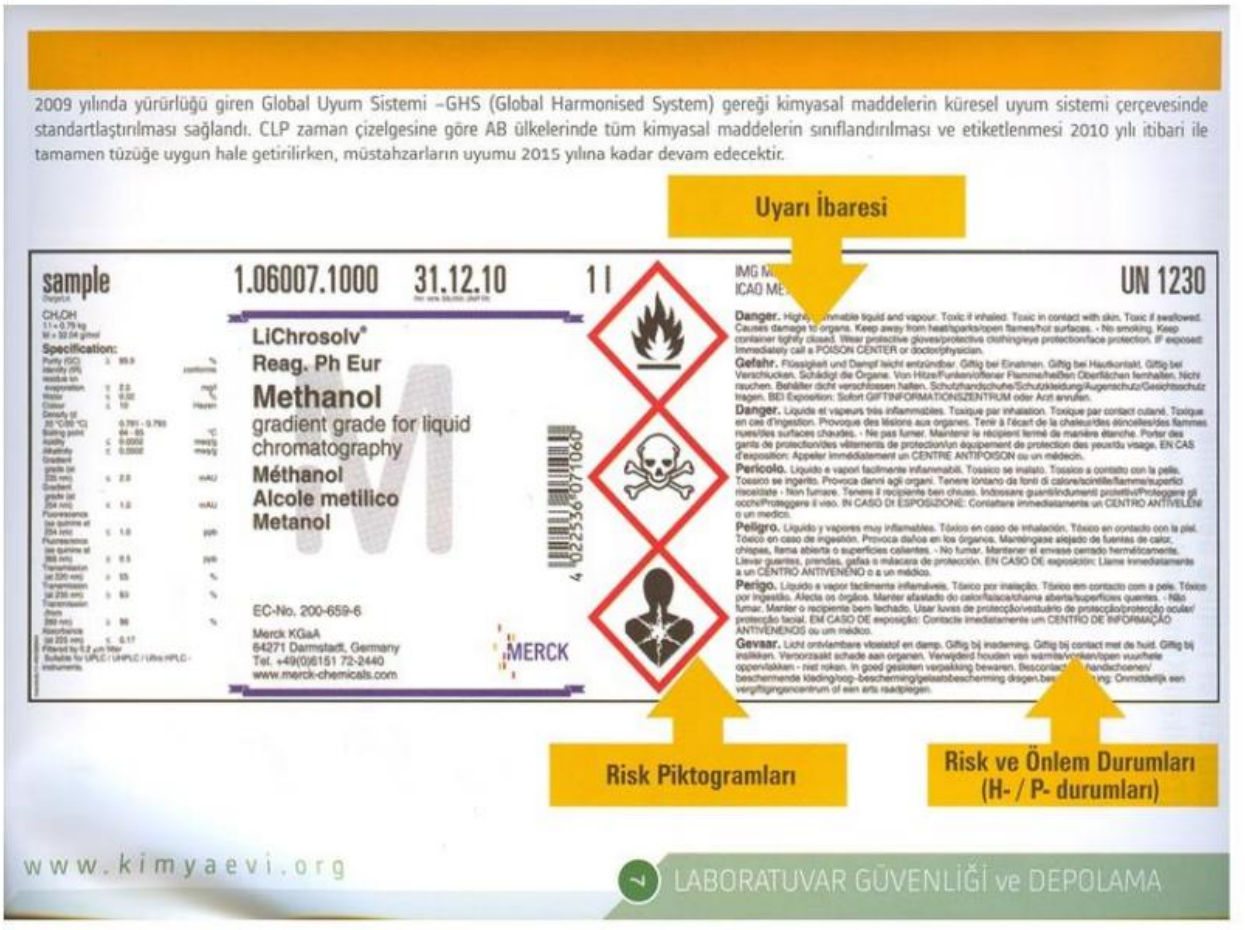
Fluorürler ve İnsektisitler: Kireç suyu veya % 2 lik kalsiyum klorür çözeltisi verilir ve sonra mağnezyum veya sodyum sülfat tuzu içirilir. Tahriş Edici Zehirler: Sb, As, Cu, Pb, Hg, Ag, Zn, diğer metaller ve tuzları, iyot, fosfor ve bazı bileşikleri) önce sabunlu su ve tuzlu su gibi bir kusturucu ile mide boşaltılır. Sonra süt veya lapa verilir. Bakır veya civa zehirlenmelerinde suda veya sütte çırpılmış yumurta akı içirilir. Gümüş bileşikleri ile zehirlenmede bol miktarda tuzlu su içirilir. İyot zehirlenmesinde un veya nişastanın sudaki bulamacı verilir. Fosfor zehirlenmesinden sonra kesinlikle yağlı bir yiyecek verilmez, magnezyum veya sodyum sülfat gibi bir müshil verilir.

Kimyasallar İçin Tehlike Uyarı İşaretleri

Risk Piktogramları (GHS Düzenlemeleri)

Risk Kategorileri	Uyarı İbaresi	Risk Piktogramı
Patlayıcı	Tehlike Uyarı	
Alevlenir sıvılar	Tehlike Uyarı	
Oksitleyici sıvılar	Tehlike Uyarı	
Basınç altındaki gazlar, Sıkıştırılmış gazlar	Uyarı	
Cildi tahriş edici Metal aşındırıcı	Tehlike Uyarı	
Akut zehirlilik	Tehlike	
Akut zehirlilik Cildi tahriş edici	Uyarı Uyarı	
Karsinojenlik	Tehlike Uyarı	
Sucul çevre için zararlı	Uyarı	
Ozon tabakası için zararlı	Tehlike	Piktogram Yok

Her kimyasal reaktifin etiketinde çeşitli uyarı, risk ve önlem bilgileri bulunmaktadır. Kullanmadan önce, etiket dikkatle okunmalı, anlaşılmayan işaret ve ibareler laboratuvar sorumlusuna sorulmalıdır. Metanol için etiket örneği aşağıda verilmiştir.



Önemli GHS sembolleri (piktogramları)

TEHLİKE SEMBOLLERİ VE AÇIKLAMALARI

Yeni sembol	**E (Explosive): Patlayıcı**	Eski sembol
	Kıvılcım, ısınma, alev, vurma, çarpma ve sürtünmeye maruz kaldığında patlayabilir (R1-R3). Ateş, kıvılcım ve ısıdan uzak tutulmalıdır. Uygun mesafede durulmalı ve koruyucu giysi giyilmelidir.	

Yeni sembol	**O (oxidative): Oksitleyici**	Eski sembol
	Havasız ortamda bile alev alabilir veya yanabilirler (R7-R9). Yanabilir maddelerle karıştırıldıklarında patlayabilirler. Yanan maddelerle teması önlenmelidir. Ateş, kıvılcım ve ısıdan uzak tutulmalıdır. Uygun mesafede durulmalıdır ve koruyucu giysi giyilmelidir.	

Yeni sembol	**T (Toxic): Zehirli** **T+ (Very Toxic-): Çok zehirli**	Eski sembol
	Zehirli (R23-R25) ve çok zehirlidirler (R26-R28). Ağız, deri ve solunum yolu ile zehirlenmelere yol açar. Vücut ile temas ettirilmemelidir. Kanser riski taşırlar.	

Yeni sembol	**F (Flammable): Yanıcı, parlayıcı** **F+ (Extremely Flammable): Aşırı yanıcı, parlayıcı**	Eski sembol
	Yanıcı ve parlayıcılardır (R10-R12). Alevlenme noktası sıfır derecenin altı ve kaynama noktası maksimum 35 derece olan sıvılar. Ağız, deri ve solunum yolu ile zehirlenmelere yol açar. Vücut ile temas ettirilmemelidir. Ateş, kıvılcım ve ısıdan uzak tutulmalıdır.	

Yeni sembol	**C (Corrosive) : Korozif**	Eski sembol
	Canlı dokuyu tahrip eden yada demiri aşındıran/paslandıran maddelerdir (R34, R35). Deriye ve göze hasar verirler. Gözleri ve deriyi korumak için özel önlemler alınmalı, koruyucu giysi giyilmeli ve buharı solunum yoluyla alınmamalıdır. Metallerden uzak tutulmalıdır.	

Yeni sembol	**Xi (Irritant) : Tahriş edici, rahatsız edici** **Xn (Sensitising): hassasiyet yaratıcı**	Eski sembol
	Deriye ve göze hasar verirler (R20–R22, R36-R38). Buharı solunmamalıdır. Vücut ile temas ettirilmemelidir. Gözleri ve deriyi korumak için özel önlemler almak gerekir. Koruyucu giysi giyilmelidir. Ozon tabakasına zarar verirler.	

Yeni sembol	**N (Toxic to environment) : Ekotoksik**	Eski sembol
	Sudaki ve doğadaki canlılara zarar verirler. Doğaya dökülmemeli ve salınmamalıdırlar.	

Yeni sembol	**H (Healt effect) : Sağlık etkisi**	
	İnsan sağlığında, kısa veya uzun dönemli hasar verebilirler (R40, R45-R47). Vücut/cilt ile temas ettirilmemeli, ağız yoluyla alınmamalı ve solunmamalıdır. Kanser riski taşırlar.	

Yeni sembol	**G (Gas) : Gaz**	
	Basınç altında gaz içerir. Çıkan gaz soğuk olabilir. Isıtılırsa patlayabilir. Deriye ve göze temas ettirilmemelidir.	

Aşağıda etiketli 2,5 L'lik %37'lik dumanlı HCl asit şişesinin fotoğrafı görülmektedir.

DENEY NO: 1 ÇAYDA KAFEİN TAYİNİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, çaydan sıcak su ile ekstrakte edilen kafeinin organik çözücü kullanılarak ayrılması, saflaştırılması ve elde edilen kafein miktarının hesaplanmasıdır. Öğrenciler bu deneyle:

- Katı–sıvı ve sıvı–sıvı ekstraksiyon tekniklerini,
- Organik çözücü kullanımında dikkat edilmesi gereken noktaları,
- Çözücü uzaklaştırma ve kristal elde etme yöntemlerini,
- Yüzde verim hesabını

Uygulamalı olarak öğrenir.

2. TEORİ

Kafein, çay, kahve ve kakao gibi bitkilerde bulunan bir alkaloiddir. Sıcak su ile çaydan ekstrakte olur, ancak organik çözücülerde (örneğin diklorometan veya etil asetat) daha yüksek çözünürlüğe sahiptir. Bu nedenle sıvı–sıvı ekstraksiyon ile sulu çay ekstraktından organik faza alınabilir.

Sodyum karbonat eklenmesi, çaydaki tanen gibi asidik bileşiklerin nötralize edilmesini sağlayarak kafeinin organik faza daha iyi geçmesini kolaylaştırır.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Siyah çay (poşet veya dökme)
- 250 mL beher - Isıtıcı - Ayırma hunisi
- Diklormetan (veya etil asetat)
- Sodyum karbonat (Na_2CO_3)
- Cam çubuk
- Saat camı veya buharlaştırma kabı-
- Hassas terazi
- Süzgeç kâğıdı

4. DENEYİN YAPILIŞI

A. Çaydan Kafeinin Sulu Ekstraksiyonu

1. 5 g dökme çay veya 2–3 adet poşet çay, 200 mL sıcak su ile beherde 10 dakika kaynatılır.
2. Karışım süzgeç kâğıdından süzülerek berrak çay ekstraktı elde edilir.
3. Elde edilen ekstrakta 1 g sodyum karbonat eklenerek karışım bazikleştirilir.

B. Sıvı–Sıvı Ekstraksiyon

1. Çay ekstraktı ayırma hunisine alınır.
2. Üzerine 25–30 mL diklorometan eklenir.
3. Huninin kapağı kapatılır, dikkatlice çalkalanır ve gaz çıkışı için ara ara havalandırılır.
4. Alt faz olan diklorometan tabakası toplanır.
5. Bu işlem iki kez daha tekrarlanır; üç organik faz birleştirilir.

C. Organik Çözücünün Uzaklaştırılması

1. Toplanan organik faz saat camına alınarak çözücü düşük sıcaklıkta uçurulur.
2. Geriye beyaz, kristalimsi kafein kalır.

D. Kafeinin Tartılması ve Sonuçların Değerlendirilmesi

1. Kristaller kurutulduktan sonra hassas terazide tartılır.
2. Kafein miktarı deney defterine kaydedilir.

$$\%\ \textbf{Verim} = \frac{\text{Elde edilen Kafein (g)}}{\text{Teorik Kafein (g)}} \times 100$$

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Kafein neden organik fazda daha iyi çözünür?
2. Sodyum karbonatın ekstraksiyon verimine etkisi nedir?
3. Ekstraksiyon sırasında fazların net şekilde ayrılmamasının nedeni ne olabilir?
4. Kullanılan çözücünün tamamen uzaklaştırılmaması verimi nasıl etkiler?
5. Çay türlerinin kafein miktarı neden farklıdır? İki nedeni açıklayınız.
6. Diklorometan yerine etanol kullanılsaydı ekstraksiyon gerçekleşir miydi? Neden?

DENEY NO: 2 METİL BENZOAT SENTEZİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, benzoik asidin metanol ile esterifikasyonu sonucu metil benzoatın sentezlenmesi, saflaştırılması ve verimin hesaplanmasıdır. Öğrenciler bu deneyle:

- Fischer esterifikasyonu mekanizmasını,
- Reflüks altında ısıtma tekniğini,
- Ayırma hunisinde yıkama ve kurutma işlemlerini,
- Damıtma ile saflaştırma adımlarını,
- Yüzde verim hesaplamayı

Uygulamalı olarak öğrenir.

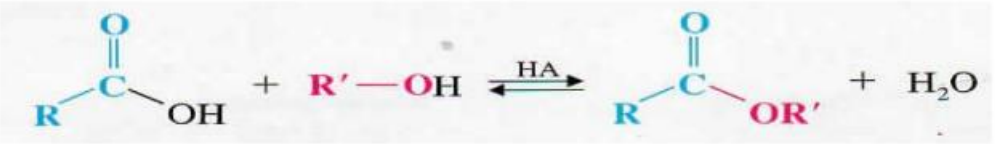
2. TEORİ

Fischer esterifikasyonu, bir karboksilik asidin bir alkollerle asit katalizli esterleşme reaksiyonudur. Bu tepkime genellikle geri dönüşümlüdür ve dönüşümü artırmak için:

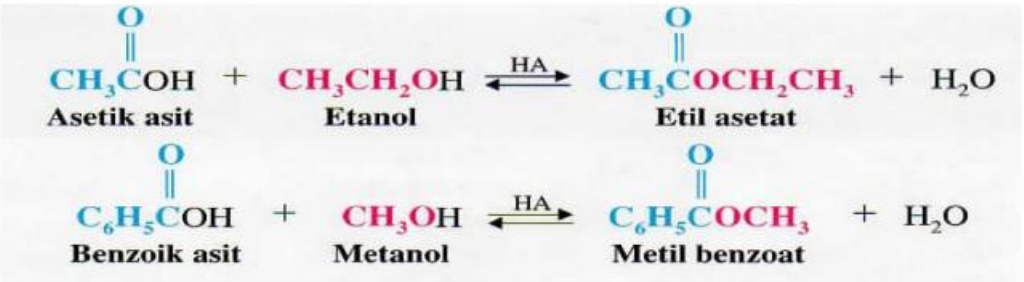
- Reaktantlardan birinin (genelde alkol) fazlalığı kullanılır,
- Ürünlerden biri (su) ortamdan uzaklaştırılır.

Metil benzoat, karakteristik hoş kokulu, uçucu bir esterdir ve sentezi organik sentez tekniklerine giriş niteliğindedir.

Genel Tepkime



Örnek Esterleşme Tepkimeleri



Esterleşme tepkimeleri asit katalizlidir. Bu süreç kuvvetli asitlerin yokluğunda oldukça yavaş gerçekleşir, fakat bir asit ve bir alkol az miktarda derişik sülfürik asit veya hidrojen klorür varlığında geri soğutucu altında kaynatıldığında birkaç saat içinde dengeye ulaşır. Oluşan esterlerin miktarı dengenin yönüne bağlıdır. Fischer esterleşmesi sentez amaçlı kullanıldığında dengenin yönü karboksilik asidin veya alkolün fazlası alınarak istenilen şekilde ayarlanabilir. Hangi reaktantın daha fazla kullanılacağı onların bulunabilirliğine ve fiyatına bağlıdır. Esterleşme tepkimelerinin verimi tepkime ortamında oluşan suyun uzaklaştırılması ile denge ester oluşumu yönüne kaydırılarak da artırılabilir.

Uyarı!

*Benzoik asit yanıcı ve patlayıcıdır. Göz ve deriyi tahriş edebilir.

**Metanol yanıcı ve zehirli bir çözücüdür. Deri ile teması kalıcı yaralara sebep olabilir. İçilmesi durumunda körlüğe ve ölüme sebep olur.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Benzoik asit (5 g) - Metanol (20 mL)
- Sülfürik asit (katalizör, birkaç damla)
- Refluks düzeneği - Ayırma hunisi
- Sodyum bikarbonat çözeltisi - Doygun tuz çözeltisi- Susuz kalsiyum klorür (kurutucu)
- Damıtma düzeneği - Beher, cam çubuk

4. DENEYİN YAPILIŞI

1) 5 g benzoik asit ve 13 mL metanol yuvarlak tabanlı balona konulur. Üzerine 1,5 ml derişik H_2SO_4 yavaşça eklenir ve etkin bir şekilde karıştırılır.

2) Hazırlanan karışım geri soğutucuya bağlanır ve yarım saat kadar reflux yapılır.

3) Reaksiyon karışımı soğutulur. İçerisinde 25 mL su bulunan ayırma hunisi içine aktarılır.

4) 18 ml eter balona eklenir, yavaşça çalkalanır ve ayırma hunisi içine eklenir.

5) H_2SO_4 ve fazla metanol içeren su fazı atılır.

6) Ayırma hunisindeki eter fazı sırasıyla 13'er ml su, %5'lik $NaHCO_3$ çözeltisi ve doygun tuz çözeltisi ile ayrı ayrı yıkanır ve fazlar uzaklaştırılır.

7) Ortamda kalan suyu uzaklaştırmak için $CaCl_2$ eklenir ve süzülür. Su banyosu üzerinde eter buharlaştırılır.

8) Elde edilen ürünün yoğunluğunun bulunması amacıyla ürünün tartımı ve hacmi belirlenir.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Esterleşme reaksiyonunda neden sülfürik asit kullanılır?
2. Metanolün fazla kullanılmasının dönüşüme etkisi nedir?
3. Neden sodyum bikarbonat ile yıkama yapılır?
4. Organik fazı tuzlu su ile yıkamanın amacı nedir?
5. Üründeki safsızlıklar verimi nasıl etkiler?
6. Reaksiyon süresi artırılırsa verim mutlaka artar mı? Açıklayınız.

DENEY NO: 3 KAMFOR'UN SÜBLİMLEŞTİRİLMESİ

1. DENEYİN AMACI

Katı hâlden doğrudan gaz hâline geçebilen bir organik bileşiğin (kamfor) süblimasyon yöntemiyle saflaştırılması, kristallerin toplanması ve yüzde geri kazanımın hesaplanması. Öğrenci bu deneyde:

- Süblimasyon ve kristallenme prensiplerini,
- Basit süblimasyon düzeneğinin kurulmasını (buzla soğutulan toplama yüzeyi),
- Uygun ısıtma ve vakum (opsiyonel) uygulamalarını,
- Kütle ölçümü ve verim hesabını öğrenir.

2. TEORİ

Süblimasyon, bir katının erimeden doğrudan buhar fazına geçmesi ve soğuk bir yüzeyde tekrar kristallenerek katı hâle dönmesi işlemidir. Uçucu, göreli olarak düşük molekül kütleli ve kristal örgüsü zayıf etkileşimli maddeler (naftalin, iyot, kamfor) bu yöntemle kolayca saflaştırılır. Kamfor oda sıcaklığında bile yavaşça süblimleşir; erime noktası ~175–177 °C civarındadır. Safsızlıklar çoğu zaman süblimleşmez; bu nedenle katı–gaz faz ayırımı saflığı artırır. Vakum altında yapılan süblimasyon, kaynama/süblimleşme sıcaklığını düşürerek ısıya hassas örneklerin korunmasını sağlar.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Ham kamfor (kirli örnek, ~2,0–3,0 g)
- 100 veya 250 mL beher (veya süblimasyon kabı)
- Saat camı (geniş) veya buzla soğutulan metal/pyrex petri kapak
- Buz ve bir miktar su (soğutma için)
- Isıtıcı tabla veya kum banyosu
- Vakum bağlantısı ve vakum hortumu (opsiyonel)
- Parafilm veya alüminyum folyo (kenar sızdırmazlığı için)
- Spatül, pens, kağıt/kılcal spatül fırça

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. Beher yönteminde: Ham kamfor, 100–250 mL'lik temiz ve kuru beherin tabanına ince bir tabaka hâlinde yayılır.

2. Beherin ağzına, dış yüzeyi buz–su karışımı ile soğutulmuş geniş bir saat camı (ya da petri kapak) yerleştirilir. Saat camının kenarları, buhar kaçışını azaltmak için parafilm/alüminyum folyo ile kısmen kapatılabilir (tam sızdırmaz yapmayın; basınç birikmesin).

3. Vakumlu süblimasyon yapılacaksa, uygun süblimasyon kabı kullanılır: Numune alt hazneye konur, üstte soğutucu yüzey bulunur; yan kol vakuma bağlanır.

4. Beheri kum banyosu veya sıcak tabaka üzerinde yavaşça ısıtmaya başlayın. Amaç, örneğin erimesini değil yavaş süblimleşmesini sağlamaktır. (Aşırı ısıtma, erime ve sıçrama/yoğun safsızlık taşınmasına neden olur.)

5. Birkaç dakika içinde kamfor buharının üstteki soğuk yüzeyde beyaz iğnemsi/kamfor kristalleri olarak biriktiğini gözlemleyin.
6. Buhar oluşumu azaldığında ısıtmayı durdurun.
7. Saat camını dikkatlice kaldırın; üzerindeki kristalleri soğukken spatül/pens ile temiz, tartılmış bir saat camına aktarın.
8. Ürünü oda sıcaklığında birkaç dakika bekletin (yüzeysel nem/yoğunlaşma uzaklaşsın).
9. **m_1 =** Boş saat camının kütlesini, **m_2 =** ürün + saat camını tartın. **m ürün = m_2 – m_1**.

Yüzde geri kazanım (veya verim):

$$\%\ \text{Geri Kazanım} = \frac{\text{Elde edilen saf kamfor (g)}}{\text{Başlangıçtaki ham kamfor (g)}} \times 100$$

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Süblimasyon ile yeniden kristallenme arasındaki temel fark nedir? Hangi durumlarda hangisi tercih edilir?

2. Kamforun kolay süblimleşmesini moleküler yapı ve zayıf etkileşimler açısından açıklayınız.

3. Vakum altında süblimasyonun avantajları nelerdir? (Sıcaklık, bozunma, hız…)

4. Süblimasyon sırasında neden aşırı ısıtma istenmez? Ürünün saflığına etkisi nedir?

5. Erime noktası ölçümü süblimasyonun başarısını nasıl doğrular?

6. Soğutucu yüzey olarak cam yerine metal (Al/Çelik) kullanmanın artı/eksi yönleri nelerdir?

7. Numunenizde düşük geri kazanım gözlediyseniz en olası üç nedeni ve düzeltici aksiyonları yazınız.

DENEY NO: 4 BENZOİK ASİT SENTEZİ

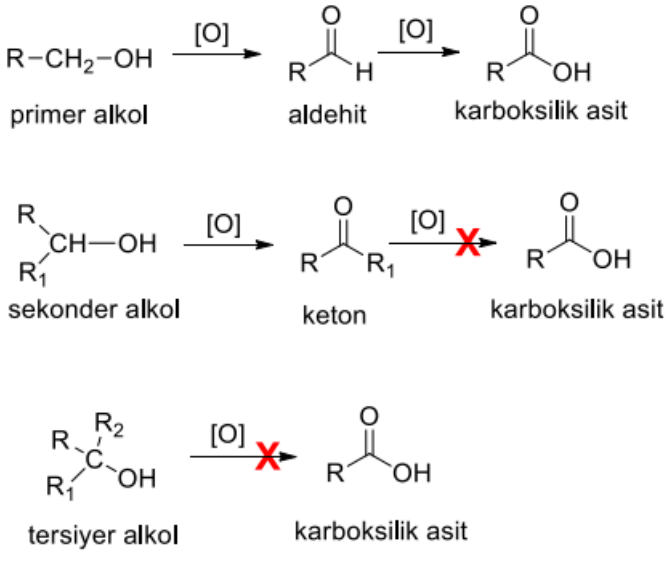
1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı benzil alkolü oksidasyonla **benzoik aside dönüştürmek**, Reaksiyon mekanizmasını ve oksidasyon adımlarını anlamak, Oksidasyon sonrası **asitifikasyon, filtrasyon ve kristallenme** işlemlerini öğrenmek

2. TEORİ

Bileşenler arasında elektron alışverişinin 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.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Benzil alkol,
- Doygun KMnO4 çözeltisi,
- Na2CO3, HCl, doygun Na_2SO_3,
- Benzil alkol (3 mL)
- Potasyum permanganat çözeltisi (5 g $KMnO_4$ → 100 mL su)
- Sülfürik asit (derişik, birkaç mL)
- Sodyum bisülfit (artık oksidanı gidermek için)
- Buz banyosu

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir erlene 3 mL benzil alkol konulur.
2. Üzerine 1.5 g Na2CO3 ilave edilir.
3. Bunun üzerine 25 mL doygun 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 sülfit 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.

$$\%\ \text{Verim} = \frac{\text{Elde edilen saf benzoik asit (g)}}{\text{Teorik Miktar (g)}} \times 100$$

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. $KMnO_4$ neden primer alkolleri karboksilik aside kadar oksitleyebilir?
2. Reaksiyon sonunda MnO_2'nin çökmesi ne anlama gelir?
3. Sodyum bisülfit neden kullanılır?
4. Reaksiyon tamamlanmadan HCl eklenirse ne olur?
5. Başlangıç bileşiği olarak toluen kullanılabilir miydi? Açıklayın.
6. Benzoik asidin saflığı nasıl artırılabilir?
7. Verimin düşük çıkmasına neden olabilecek üç hata yazınız.

DENEY NO: 5 ESTERLEŞME TEPKİMELERİ- n-Amil Asetat Sentezi

1. DENEYİN AMACI

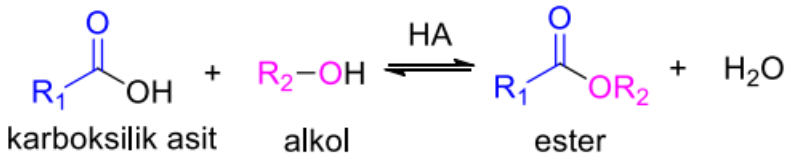
Bu deneyin amacı, n-amil alkolün asetik anhidrit ile reaksiyonu sonucu *n-amil asetat* sentezlemek, esterleşme mekanizmasını öğrenmek, oluşan ester ürününü saflaştırmak ve yüzde verimini hesaplamaktır. Öğrenciler bu deneyle:

- Asetik anhidrit kullanılarak gerçekleşen anhidrit–alkol esterleşmesini,
- Reflüks altında ısıtmayı,
- Ayırma hunisinde yıkama tekniklerini,
- Organik ürün kurutma ve saflaştırma adımlarını,
- Ester verim hesabını öğrenir.

2. TEORİ

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

Genel Tepkime:



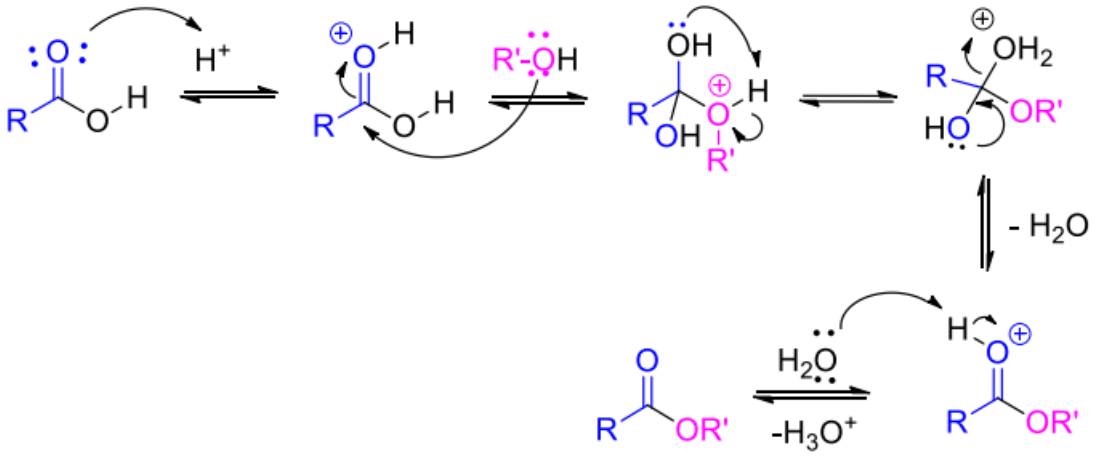
Laboratuvar koşullarında esterleşme tepkimelerinde anhidritlerin kullanımı daha basit ve daha uygundur. Açil klorürlerin reaktivitesi anhidriterden yüksek olmasına rağmen pahalı ve zararlı bileşiklerdir. Esterleşme tepkimelerinde derişik asit varlığı yan tepkimeler ile istenmeyen ürün oluşumuna sebep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

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

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 Esterlesme Mekanizmasi:



3. GEREKLİ MALZEMELER

- n-Amil alkol
- Asetik anhidrit
- Doygun $NaHCO_3$ çözeltisi
- Doygun NaCl çözeltisi (tuzlu su)
- Susuz $CaCl_2$ veya $MgSO_4$ (kurutucu)
- Reflüks düzeneği
- 100 mL balon
- Ayırma hunisi

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. Geri soğutucu düzeneği kurulur ve su giriş çıkışı kontrol edilir.

2. 100 mL dibi yuvarlak balona 10 mL n-amil alkol, 15 mL asetik anhidrit ilave edilir ve çalkalanır.

3. Balon geri soğutucu düzeneğine takılır ve ısıtmaya başlanır.

4. Tepkime 1 saat boyunca geri soğutucu altında ısıtılır. (Renk değişimini kaydedilir)

5. Tepkime tamamlandığında ısıtma kapatılır ve çözeltinin oda sıcaklığına gelmesi beklenir.

6. Oda sıcaklığına gelen çözelti bir behere dökülür. Çözeltinin pH kontrolü yapılır.

7. Asidik çözelti %10'luk NaOH ile nötrleştirilir. Her baz ilavesinde pH kontrolü yapılır. (Turnusol kağıtlarının rengi değişmediği noktada baz ilavesini bitiriniz!)

8. Çözeltinin üzerine 20 mL su ilave edilir ve ayırma hunisinde ekstrakte edilir.

9. Organik fazda yer alan ürün basit damıtma ile damıtılır.

10. Organik faz temiz bir erlene alınır. Üzerine bir miktar **susuz $CaCl_2$** eklenip 10–15 dakika bekletilir.

11. Ürün süzülerek temiz bir balona alınır. Düşük sıcaklıkta (50–60 °C altında) çözücü kalıntıları uçurulur. Ürün tartılarak elde edilen n-amil asetat miktarı belirlenir.

$$\%\ \text{Verim} = \frac{\text{Elde edilen ürün miktarı (g)}}{\text{Teorik ürün miktarı (g)}} \times 100$$

5. ÇALIŞMA SORULARI

- Asetik anhidrit ile n-amil alkol esterleşmesi neden asit katalizine ihtiyaç duymaz?
- Reaksiyonda oluşan yan ürün nedir ve neden bikarbonatla yıkanır?
- Tuzlu su yıkaması ne amaçla yapılır?
- n-Amil alkol sınırlayıcı madde olduğunda teorik verim nasıl hesaplanır?
- Esterleşme reaksiyonunun geri dönüşümlü olmamasının nedeni nedir?
- Reaksiyonu asetik anhidrit yerine asetik asit ile yapsaydınız ne değişirdi?

DENEY NO: 6 ASPİRİN SENTEZİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, salisilik asidin asetik anhidrit ile esterleşmesi sonucu asetilsalisilik asit (aspirin) sentezlemek, sentezlenen ürünü saflaştırmak ve verimini hesaplamaktır. Öğrenciler bu deneyle:

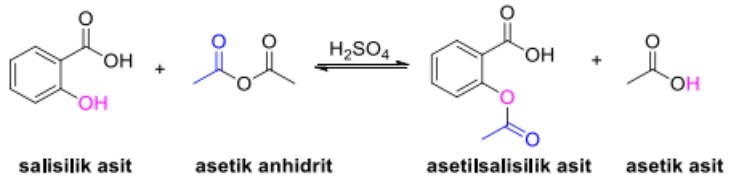
- Esterleşme ve asetilasyon reaksiyonlarını,
- Reflüks altında ısıtma tekniğini,
- Kristallendirme, süzme ve kurutma yöntemlerini,
- Yüzde verim hesabını öğrenir.

2. TEORİ

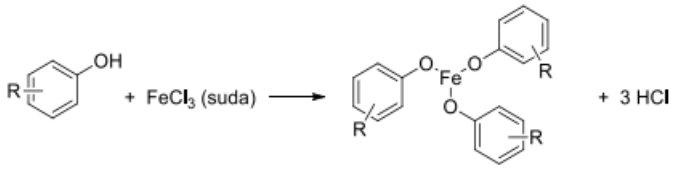
Aspirin ağrı kesici olarak kullanılan kolay ulaşılabilir ve ucuz kimyasallardan biridir. Ticari olarak satılan aspirin tabletlerinin üretimi için ağrı kesici aktiviteye sahip asetilsalisilik asit ile birlikte hidrojenlenmiş bitkisel yağlar, mısır nişastası ve su gerekmektedir. Eski zamanlarda söğüt ağacının 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.

Reaksiyon Denklemi



Laboratuvar sentezi ile elde edilen aspirinin saflığı erime noktası ile kontrol edilebilir. Bununla birlikte saflık kontrolü için fenolik grupları tanımada 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.



mor kompleks

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Salisilik asit (~2,0 g)
- Asetik anhidrit (~5 mL)
- Derişik sülfürik asit veya fosforik asit (katalizör, 3–4 damla)
- Damıtık su
- Sodyum bikarbonat çözeltisi (yıkama için)
- Reaksiyon balonu (50 mL)
- Refluks düzeneği veya sıcak su banyosu
- Beher, erlen, saat camı

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. 2,0 g salisilik asit, 50 mL'lik kuru bir balona alınır.
2. Üzerine 5 mL asetik anhidrit eklenir.
3. Reaksiyonu hızlandırmak için 3–4 damla derişik H_2SO_4 eklenir.
4. Karışım 10–15 dakika sıcak su banyosunda ısıtılır (hafif refluks).
5. Reaksiyon tamamlanınca balon 5 dakika soğumaya bırakılır.
6. Balondaki karışıma 20–25 mL soğuk su yavaşça eklenir.
7. Üzerine buz eklenerek karışım buz banyosunda yeniden soğutulur.
8. Asetilsalisilik asit beyaz kristaller hâlinde çökmeye başlar.
9. Kristaller kurutulur, tartım alınır ve verim hesabı yapılır.
10. Ürünün saflık kontrolü için FeCl3 testi uygulanır.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Salisilik asitte hangi fonksiyonel grup asetillenir?
2. Asetik anhidrit neden asetik asitten daha reaktif bir asetil vericidir?
3. Katalizör olarak neden sülfürik asit kullanılır?
4. Kristallenme sıcaklığı verimi nasıl etkiler?
5. Reaksiyon geri dönüşümlü müdür? Açıklayınız.
6. Saf aspirin nasıl doğrulanabilir? (erime noktası, IR vs. yöntemler)
7. Yüzde verimi artırmak için hangi optimizasyonlar yapılabilir?

DENEY NO: 7 ASETANİLİT SENTEZİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, anilinin asetik anhidrit ile asetillenmesi sonucu asetanilit sentezlemek, reaksiyon mekanizmasını anlamak, elde edilen ürünü saflaştırmak ve yüzde verimini hesaplamaktır. Deney sırasında öğrenciler:

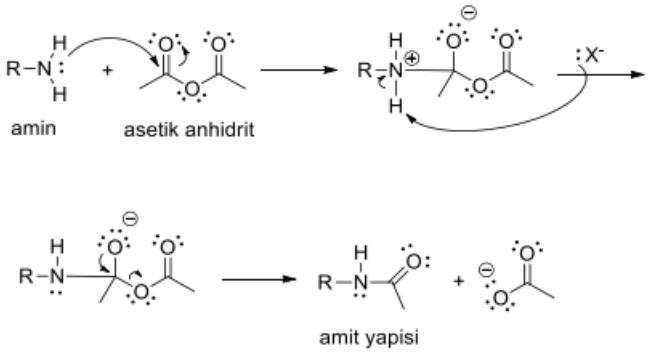
- Aminlerin asetillenmesi (asetilasyon) reaksiyonunu,
- Refluks altında ısıtmayı,
- Kristallenme ve süzme tekniklerini,
- Ürün kurutma ve verim hesaplama yöntemlerini uygulamalı olarak öğrenir.

2. TEORİ

Açilleme tepkimesi, organik bileşiklere açil grubunun eklenmesi anlamına gelir. Eklenecek açil grubunu içeren yapılara açilleme reaktifi denir. Açil bileşikleri açil klorürler, anhidritler, esterler ve amit gruplarıdır. Açil bileşikleri çok çeşitli nükleofiller ile tepkime vermeye yatkın yapılardır. Açil bileşiklerinin bağıl reaktiflikleri:

Açil 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 açil 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 değiştirmektedir.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Anilin (≈ 2 mL)- Asetik anhidrit (≈ 3 mL)
- Derişik HCl (1–2 damla)

4. DENEYİN YAPILIŞI

1. Bir behere 50 mL su konulur. Üzerine 2 mL der. HCl ilave edilir. Bunun üzerine 2 mL anilin eklenir ve anilin çözünene 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.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Anilinin asetilasyonu neden ekzotermiktir?
2. Asetik anhidrit neden asetil klorüre göre daha güvenli bir asetil vericidir?
3. $NaCH_3COO$ yıkaması ürünün saflığını nasıl artırır?
4. Anilin yerine toluidin kullanılsaydı ne değişirdi?
5. Asetanilitin erime noktası neden saflık göstergesi olarak kullanılır?
6. Reaksiyonun mekanizmasını ok oklarıyla açıklayınız.

DENEY NO: 8 İYODOFORM SENTEZİ

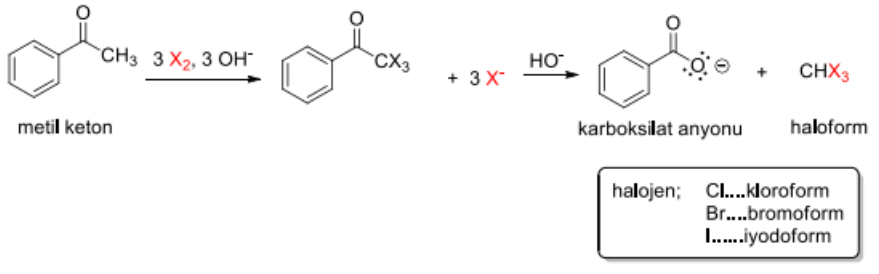
1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, etanolün (veya asetondan türeyen karbonil bileşiklerinin) iyot ve baz ile tepkimesinden iyodoform (CHI_3) elde etmek, haloform reaksiyonunun mekanizmasını anlamak ve oluşan ürünü saflaştırarak verimini hesaplamaktır. Bu deneyde öğrenciler:

- Haloform reaksiyonunun çalışma prensibini,
- Oksidasyon ve halojenleme adımlarını,
- Çökelek oluşumu, filtrasyon ve kurutma tekniklerini,
- Reaksiyon verimini nasıl hesaplayacaklarını

2. TEORİ

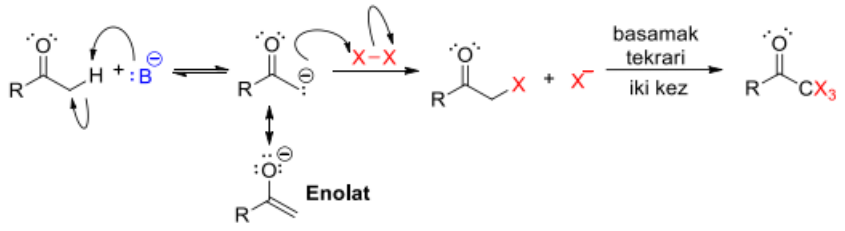
Metil keton bileşikleri bazik ortamda halojenler ile tepkimeye girdiğinde metil grubu birden çok kez halojenlenir. Halojenlerin elektronegatifliklerinden dolayı birinci halojenleme ile oluşan yapıdaki diğer α-hidrojen atomları daha asidik hale gelir. Daha asidik α-hidrojen atomları bazik ortamda kaybedilerek 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.



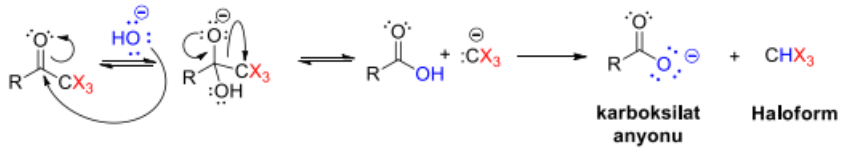
Haloform tepkimesi metil ketonlardan karboksilik asit eldesi için kullanılan etkin bir yöntemdir. Karboksilik asit sentezi yapıldığında klor ve brom kullanımı daha yaygındır. Tepkimede oluşacak olan kloroform ve bromoform sıvı bileşiklerdir ve su ile sıvı fazda yer alırlar. Bu sayede karboksilik asitin 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 basamagi



2. Açilleme basamagi



3. GEREKLİ MALZEMELER

- Ticari çamaşır suyu (NaClO, %12),
- KI, Aseton, Su, Etanol

4. 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. Verim hesabı yapılır.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Haloform reaksiyonunun gerçekleşmesi için metil grubu hangi konumda olmalıdır?
2. Neden iyot ve baz birlikte kullanılır?
3. Reaksiyon neden sarı renkli bir ürün verir?
4. Aseton kullanılsaydı ne gözlenirdi?

DENEY NO: 9 ALDOL KONDENZASYONU Dibenzalaseton Sentezi

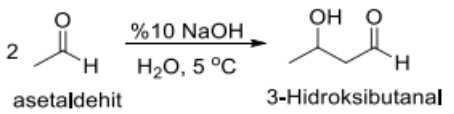
1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, asetondan başlayarak benzaldehit ile iki mol kondenzasyon reaksiyonu sonucu dibenzalaseton sentezlemek, reaksiyon mekanizmasını anlamak, ürünü saflaştırmak ve verimini hesaplamaktır. Bu deney öğrencilerin:

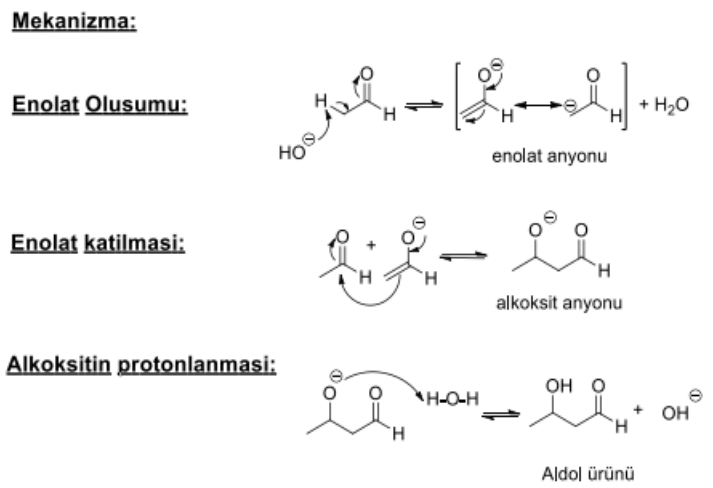
- Aldol kondenzasyon mekanizmasını,
- Baz katalizli C–C bağı oluşumunu,
- Kristallenme, filtrasyon ve kurutma tekniklerini,
- Reaksiyon verimi hesaplamayı öğrenmesini sağlar.

2. TEORİ

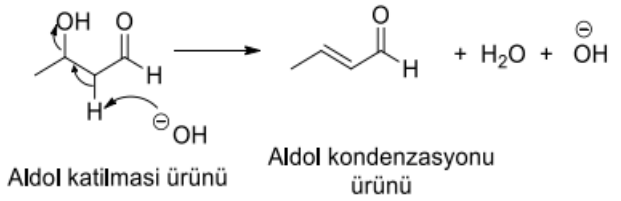
Aldol tepkimesi, bir enol ya da enolatın aldehit ya da ketonların karbonil grubuna katılması tepkimesidir. Tepkime sonunda β-hidroksi aldehit ya da ketonlar oluşur. Aldol katılması tepkimesi denge tepkimesidir (geri dönüşümlü) ve hidroksit ya da alkoksit gibi bazlar varlığında protik çözücüler içerisinde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



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.



3. GEREKLİ MALZEMELER

- Benzaldehit (10 mL)
- Aseton (5 mL)
- %10 NaOH çözeltisi (10 mL)
- Etanol (yıkama için)

4. 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.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Aseton neden enolat oluşturabilir?
2. Benzaldehit neden kendi arasında aldol kondenzasyonu yapmaz?
3. Bu deneyde neden 2 mol benzaldehit kullanılır?
4. Ürünün sarı renkli olmasının nedeni nedir?
5. Ürün nasıl daha saf hâle getirilebilir? (Yeniden kristallenme)
6. Dibenzalasetonun E/Z izomerleri olabilir mi? Açıklayın.

DENEY NO: 10 İMİNLER SCHIFF BAZI ELDESİ n-Benzilidenanilin Sentezi

1. DENEYİN AMACI

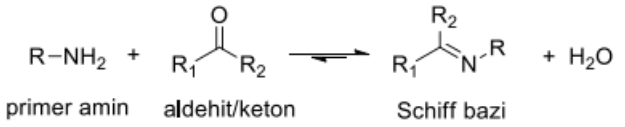
Bu deneyin amacı, anilinin benzaldehit ile kondenzasyon reaksiyonu sonucu n-benzilidenanilin (Schiff bazı) elde etmek, imin oluşum mekanizmasını incelemek, ürünü saflaştırmak ve verimini hesaplamaktır. Öğrenciler bu deneyle:

- Aldehit + amin → İmin (Schiff bazı) oluşum prensibini,
- Kararlı imin oluşması için gerekli koşulları,
- Su uzaklaştırma, kristallenme ve filtrasyon tekniklerini,
- % verim hesaplamayı öğrenir.

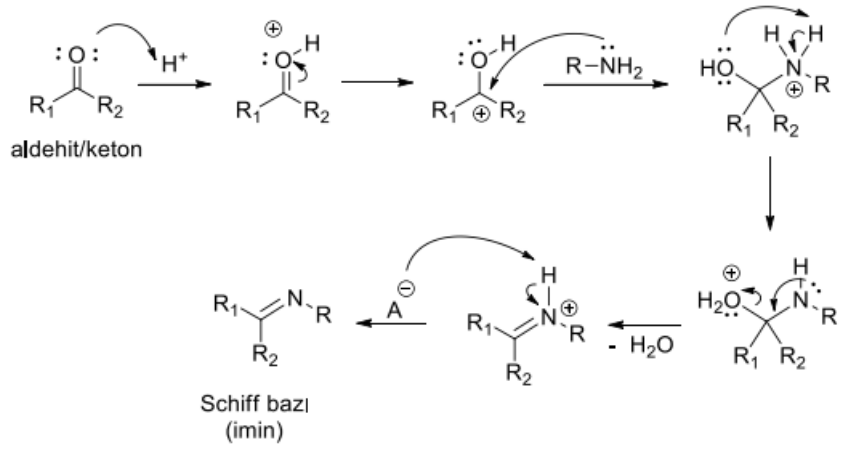
2. TEORİ

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.

Genel Tepkime:



Mekanizma:



Reaksiyon asit katalizi ile hızlanabilir, ancak güçlü asitler amini protonlayacağı için çok hafif asidik ortam tercih edilir. Ürün, sarımsı kristal yapıda karakteristik bir Schiff bazıdır.

3. GEREKLİ MALZEMELER

- Benzaldehit,
- Anilin, EtOH, der. HCl,

4. 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. Çözeltinin 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.

5. ÇALIŞMA SORULARI

1. Ürünün yeşil renkli olmasının sebebi nedir?
2. Schiff bazlarının uygulama alanlarına örnek veriniz.

DENEY NO: 11 KROMATOGRAFİ

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyin amacı, karışımların bileşenlerini ayırma ve tanımlama teknikleri olan İnce Tabaka Kromatografisi (TLC) ve Kolon Kromatografisi yöntemlerini uygulamak, adsorban–mobil faz etkileşimlerini anlamak, Rf değerini hesaplamak ve kolon kullanarak karışımı bileşenlerine ayırmaktır. Öğrenciler:

- Kromatografi prensiplerini,
- TLC ile karışımın bileşenlerinin ayrılıp ayrılmadığını belirlemeyi,
- Rf (retensiyon faktörü) hesabını,
- Kolon paketlemesini (packing),
- Kolonla bileşen toplama ve analiz etmeyi öğrenir.

2. TEORİ

İnce tabaka ve Kolon kromatografi yöntemleri bu bölüme kadar anlatılan saflaştırma yöntemlerinin saf maddeyi elde etmede yeterli olmadığı durumlarda kullanılan ileri saflaştırma yöntemlerindendir. 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 kullanılabilmektedir.

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'	
Alkenler	R-CH=CH-R'	
Dienler	R-CH=CH-CH=CH-R'	
Aromatik Bileşikler	Ar-H	Artan Adsorplanma ↓
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	YAVAŞ YÜRÜME

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)	

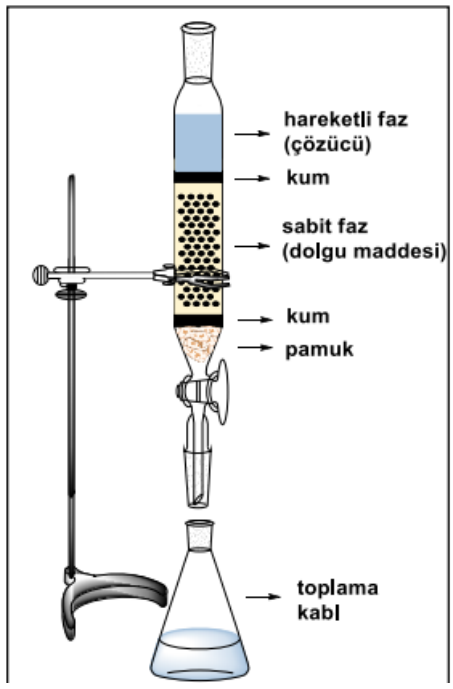
Kromatografik saflaştırmalarda ayrımsallığı etkileyen bir başka etken ise hareketli faz olarak kullanılacak olan çözücülerin özellikleridir. Polar çözücüler polar maddeleri, apolar çözücüler ise apolar maddeleri daha iyi yürütürler. Çözücü polaritesi arttıkça maddelerin sabit faz üzerinde yürümesi hızlanır. Sabit fazın adsorplama kapasitesi ve çözücünün yürütücü özelliği 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 şu özellikler aranır: i. Sabit fazı çözmemelidir. ii. Sabit faz ve saflaştırılacak maddeler ile tepkime vermemelidir. iii. Saflaştırılacak maddelerin sabit faz üzerinden desorpsiyonu (yürütme) için seçici davranmalıdır. iv. Maddeleri sabit faz üzerinden yürütebilecek kadar çözebilmelidir. v. Saflaştırma işleminden sonra maddeden kolay uzaklaştırılabilmesi için düşük kaynama noktasına sahip olmalıdır. vi. Ucuz, kolay ulaşılabilir 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	
Heptan	CH_3-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-CH_3	1.92	
Karbontetra klorür	CCl_4	2.24	
Benzen	C_6H_6	2.28	↓ Artan Yürütme Kuvveti
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_2Cl_2	8.93	
Piridin	C_6H_5N	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_2O	80.35	POLAR

Kolon Kromatografisi



Kolon Kromatografisinin Hazırlanması: Bir kolon kromatografisinde teorik olarak aşağıdaki şekilde '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 çatlamaları 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.

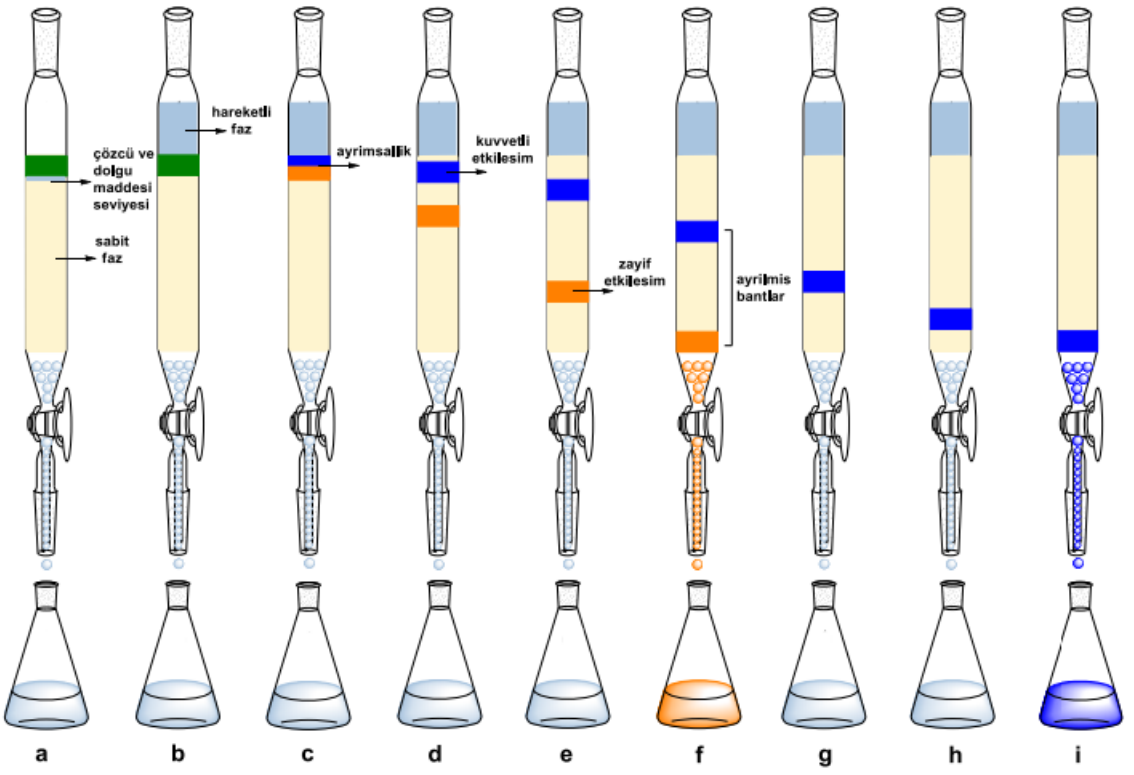
iii. Ekme işlemi tamamlandıktan sonra karışımın çözücüsü dolgu maddesi ile aynı seviyeye geldiğinde kolonun üzerinden çözücü ilave edilir.

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.

v. Kolonun üstünden sürekli çözücü ilave edilir ve alt kısımdan çözücü ile birlikte gelen diğer maddeler toplanır.

vi. Maddeler renkli ise toplama kapları görülebilir şekilde ayırt edilebilir. vii. Maddeler renkli değilse toplama kaplarına teker teker İTK uygulanır.

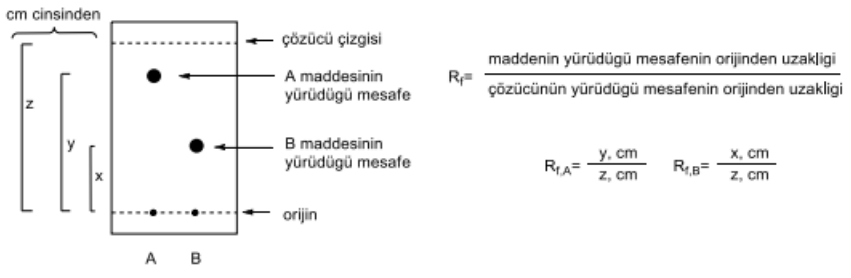
viii. İTK tabakaları UV-ışığı altında izlenir ve hangi kapta hangi maddenin olduğuna karar verilir.



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. Alüminyum tabakalar kullanıldığında makas ile istenilen boyutlarda kesilerek de yöntem uygulanabilir. 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 (Rf) değeri hesaplanır ve teorik değerler ile karşılaştırılır.

Rf değeri her bileşik için belirli koşullar altında (sıcaklık, basınç, çözücü polaritesi) karakteristiktir. Maddelerin birbirlerine göre adsorplanma özelliklerini açıklamada kullanılır.



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).

ii. Çizgi üzerinde belirli sayıda dikey noktalar işaretlenir.

iii. Belirli derişimdeki madde çözeltilerinden kapiler tüplere örnekler alınır ve noktalar üzerine damlatılır/uygulanır. Çözelti derişimleri fazla olursa ayrımsallık düşer, seyreltik olursa gözlemlemek güçleşir.

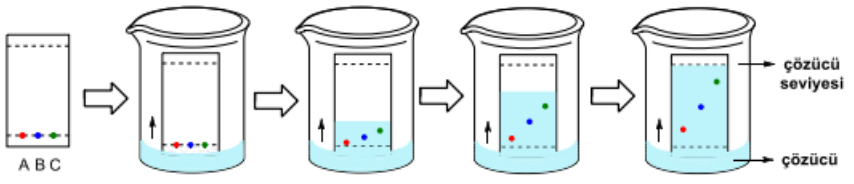
iv. Yürütücü faz olarak uygun çözücü ya da çözücü karışımı seçilir ve İTK uygulama tankının içerisine koyulur, kapak kapatılır. Çözücü seviyesi tabakaya çizilen paralel çizginin altındaki bir seviyede olmalıdır. Ayrımsallığın daha iyi olması için tankın içerisi çözücü buharıyla dolana kadar bir süre beklenir.

v. Tank içerisindeki çözücüye İTK tabakası dik bir şekilde yerleştirilir. Tankın kapağı kapatılır .

vi. Maddeler çözücü ile etkileşimleri sayesinde polaritelerine göre daha hızlı yürüyerek birbirinden ayrılır.

vii. Çözücü seviyesi ve yürüyen maddelerin yürüdükleri noktalar işaretlenir.

viii. Saflaştırılan karışımdaki her bir bileşen için alıkonma faktörü (Rf) değerleri hesaplanır.



3. GEREKLİ MALZEMELER

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

4. 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 sıkılaşması 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.

5. ÇALIŞMA SORULARI

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

DENEY RAPOR ŞABLONU

Bölüm :
No :
Adı Soyadı :
Deney No :
Deneyin Adı :

Deneyin Yapılış Tarihi

İmza

Rapor İçeriği

……
……
……
……
……
……
……
……
……
..

Not : Raporlarda başlıklar tükenmez kalem ile, diğer kısımlar kurşun kalem ile yazılır. Bilgisayar çıktısı kabul edilmez.

Periodic Table of the Elements

1 1IA 1A	2 IIA 2A	3 IIIB 3B	4 IVB 4B	5 VB 5B	6 VIB 6B	7 VIIB 7B	8 VIII 8	9 VIII 8	10 VIII 8	11 IB 1B	12 IIB 2B	13 IIIA 3A	14 IVA 4A	15 VA 5A	16 VIA 6A	17 VIIA 7A	18 VIIIA 8A
1 H Hydrogen 1.008																	2 He Helium 4.003
3 Li Lithium 6.941	4 Be Beryllium 9.012											5 B Boron 10.811	6 C Carbon 12.011	7 N Nitrogen 14.007	8 O Oxygen 15.999	9 F Fluorine 18.998	10 Ne Neon 20.180
11 Na Sodium 22.99	12 Mg Magnesium 24.305											13 Al Aluminum 26.982	14 Si Silicon 28.086	15 P Phosphorus 30.974	16 S Sulfur 32.066	17 Cl Chlorine 35.453	18 Ar Argon 39.948
19 K Potassium 39.098	20 Ca Calcium 40.078	21 Sc Scandium 44.956	22 Ti Titanium 47.867	23 V Vanadium 50.942	24 Cr Chromium 51.996	25 Mn Manganese 54.938	26 Fe Iron 55.845	27 Co Cobalt 58.933	28 Ni Nickel 58.693	29 Cu Copper 63.546	30 Zn Zinc 65.38	31 Ga Gallium 69.723	32 Ge Germanium 72.631	33 As Arsenic 74.922	34 Se Selenium 78.971	35 Br Bromine 79.904	36 Kr Krypton 83.789
37 Rb Rubidium 85.468	38 Sr Strontium 87.62	39 Y Yttrium 88.906	40 Zr Zirconium 91.224	41 Nb Niobium 92.906	42 Mo Molybdenum 95.95	43 Tc Technetium 98.907	44 Ru Ruthenium 101.07	45 Rh Rhodium 102.906	46 Pd Palladium 106.42	47 Ag Silver 107.868	48 Cd Cadmium 112.414	49 In Indium 114.818	50 Sn Tin 118.711	51 Sb Antimony 121.760	52 Te Tellurium 127.6	53 I Iodine 126.904	54 Xe Xenon 131.294
55 Cs Cesium 132.905	56 Ba Barium 137.328	57-71	72 Hf Hafnium 178.49	73 Ta Tantalum 180.948	74 W Tungsten 183.84	75 Re Rhenium 186.207	76 Os Osmium 190.23	77 Ir Iridium 192.217	78 Pt Platinum 195.085	79 Au Gold 196.967	80 Hg Mercury 200.592	81 Tl Thallium 204.383	82 Pb Lead 207.2	83 Bi Bismuth 208.980	84 Po Polonium [208.982]	85 At Astatine 209.987	86 Rn Radon 222.018
87 Fr Francium 223.020	88 Ra Radium 226.025	89-103	104 Rf Rutherfordium [261]	105 Db Dubnium [262]	106 Sg Seaborgium [266]	107 Bh Bohrium [264]	108 Hs Hassium [269]	109 Mt Meitnerium [278]	110 Ds Darmstadtium [281]	111 Rg Roentgenium [280]	112 Cn Copernicium [285]	113 Nh Nihonium [286]	114 Fl Flerovium [289]	115 Mc Moscovium [288]	116 Lv Livermorium [293]	117 Ts Tennessine [294]	118 Og Oganesson [294]

Lanthanide Series	57 La Lanthanum 138.905	58 Ce Cerium 140.116	59 Pr Praseodymium 140.908	60 Nd Neodymium 144.243	61 Pm Promethium 144.913	62 Sm Samarium 150.36	63 Eu Europium 151.964	64 Gd Gadolinium 157.25	65 Tb Terbium 158.925	66 Dy Dysprosium 162.500	67 Ho Holmium 164.930	68 Er Erbium 167.259	69 Tm Thulium 168.934	70 Yb Ytterbium 173.055	71 Lu Lutetium 174.967
Actinide Series	89 Ac Actinium 227.028	90 Th Thorium 232.038	91 Pa Protactinium 231.036	92 U Uranium 238.029	93 Np Neptunium 237.048	94 Pu Plutonium 244.064	95 Am Americium 243.061	96 Cm Curium 247.070	97 Bk Berkelium 247.070	98 Cf Californium 251.080	99 Es Einsteinium [254]	100 Fm Fermium 257.095	101 Md Mendelevium 258.1	102 No Nobelium 259.101	103 Lr Lawrencium [262]

Alkali Metal | Alkaline Earth | Transition Metal | Basic Metal | Semimetal | Nonmetal | Halogen | Noble Gas | Lanthanide | Actinide