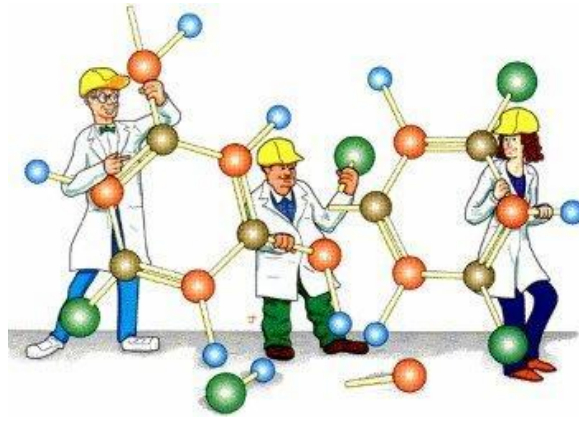




**T.C.**  
**BİLECİK ÜNİVERSİTESİ**  
**MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ**

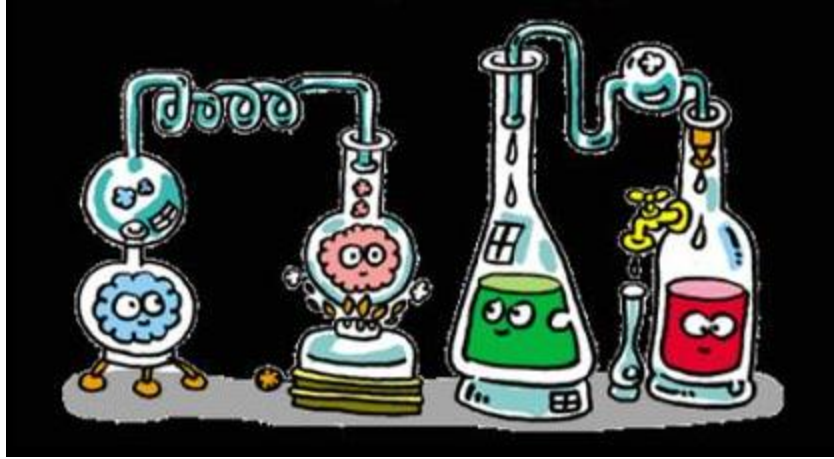
**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

**KİM 204 ORGANİK KİMYA LABORATUVARI**  
**DENEY FÖYÜ**



## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No.</u>
<b>İçindekiler</b>	1
<b>Genel Laboratuvar Kuralları</b>	2
<b>Tehlike Sınıfları ve Tanımları</b>	3
<b>Cihaz/Ekipmanların Kullanılmasında Uyulması Gereken Kurallar</b>	5
<b>Rapor Yazım Kuralları</b>	9
<b>Deney No 1: Ayrımsal Damıtma</b>	16
<b>Deney No 2: Su Buharı Distilasyonu</b>	20
<b>Deney No 3: Kristalizasyon</b>	24
<b>Deney No 4: Ekstraksiyon</b>	27
<b>Deney No 5: Alkil Halojenür Eldesi</b>	33
<b>Deney No 6: Ester Sentezi</b>	35
<b>Deney No 7: Cannizaro Reaksiyonu</b>	38
<b>Deney No 8: Boyar Madde Eldesi</b>	40
<b>Deney No 9: Sabun Eldesi</b>	42
<b>Deney No 10: Toluenin sülfolanması (Eklenecektir)</b>	
<b>Deney No 11: Kondenzasyon (Eklenecektir)</b>	
<b>Kaynaklar</b>	45



## GENEL LABORATUVAR KURALLARI

Laboratuvarda dikkat edilmesi istenilen noktalar öğrenciler için belki birer yasaklar zinciri gibi gözükebilir, ancak tüm bu önlemler sadece öğrencinin güvenliğini sağlamak amaçlıdır. Deney yapan kişi laboratuvarın güvenli bir yer olarak kalmasını sağlamak için bir takım uygun tedbirler almalıdır bazı noktalara dikkat etmelidir. Bunlar aşağıdaki gibi sıralanmıştır:

1. Laboratuvarın ciddi çalışma yapılan bir yer olduğunu hiç bir zaman aklınızdan çıkarmayınız.
2. Kesinlikle laboratuvara geç gelmeyiniz. Laboratuvarda koşmayınız. Deney esnasında arada dolaşmayınız. Yapmanız gerekli olan deneyle meşgul olunuz. Laboratuvarda sadece öğretim elemanınızın uygun gördüğü ve yapın dediği deneyleri yapınız. İzin verilmeyen deneyleri kesinlikle yapmaya kalkışmayınız. **Öğretim elemanına danışmadan deneyi yarıda bırakıp gitmeyiniz.**
3. Laboratuvara gelmeden önce yapacağınız deneyi dağıtılan föy'den okumayı ihmal etmeyiniz. Yapacağınız deneyin yapılışını ve amacını öğreniniz. Deneyle ilgili öğretim elemanının yapacağı açıklamaları dikkatle dinleyiniz.
4. Laboratuvarda yersiz şakalar yapmayınız, yüksek sesle konuşmayınız.
5. Laboratuvarda kesinlikle bir şeyler yiyip-içmeyiniz.
6. Laboratuvarda deney aletlerini ve masaları temiz tutunuz. Deneyin bitiminden sonra hemen temizlik yapınız. Masalara ve yere dökülen kimyasal maddeleri hemen temizleyiniz.
7. Deney sırasında gerekli bütün tedbirleri alarak, deneyde belirtileni aynen (sırasını değiştirmeden) ve düşünerek, uygulayınız. Deneyde herhangi bir sapma veya beklenilmeyen bir durum olursa öğretim elemanına haber veriniz ve bunu beraber gidermeye çalışınız.
8. Kimyasal maddelere elinizle dokunmayınız.

9. Bir yere veya üzerinize asit veya başka bir aşındırıcı kimyasal madde dökülürse, hemen bol suyla yıkayınız. Kimyasal maddeler kullanıldıktan sonra eller mutlaka yıkanmalıdır.

10. Laboratuvardaki cihazları büyük bir itina ile kullanınız. Cihazları çalışır vaziyette bırakıp laboratuvardan ayrılmayınız.

Laboratuvarda giyeceğiniz kıyafetler rahat çalışabilmenizi sağlayacak ve sizi olası kazalardan koruyacak şekilde olmasına özen gösteriniz.

11. Giyeceğiniz ayakkabı rahat ve düz olmalı, açık ayakkabı giyilmemelidir.

12. Laboratuvara girmeden önce uzun beyaz önlük giyilmesi ve laboratuvar boyunca önünün ilikli tutulması zorunludur.

13. Saçları uzun olanların saçlarını uygun bir şekilde toplaması, bunun için eşarp v.b. aksesuarların kullanılmaması gerekmektedir.

14. Laboratuvarda, laboratuvar grubuna dâhil olmayan kimse bulunmayacaktır.

15. Laboratuvarda yanıcı ve toksik maddelerle çalışırken mutlaka çeker ocak kullanınız.





16. Pipet kullanılırken, pipet puarı kullanılacaktır. **Kesinlikle ağız ile çözücü çekilmeyecektir.**

17. Laboratuarda bulunan hiçbir kimyasal maddeye dokunmayınız, koklamayınız ve tatmayınız.

18. Laboratuvar sorumluların yönlendirmelerinin aksine harekette bulunmayınız ve uyarılarını kesinlikle dikkate alınız.

19. Laboratuarda sosyal kurallara uyarak deneyinizin dışında başka işlerle uğraşmayınız, arkadaşlarınıza sorumlu görevlilere karşı nazik olunuz, yüksek sesle konuşmayınız.

## TEHLİKE SINIFLARI VE TANIMLARI

Symbol	Abbreviation	Hazard	Description of hazard
<b>(Physicochemical)</b>			
	E	explosive	Chemicals that explode.
	O	oxidising	Chemicals that react exothermically with other chemicals.
	F+	extremely flammable	Chemicals that have an extremely low flash point and boiling point, and gases that catch fire in contact with air.
	F	highly flammable	Chemicals that may catch fire in contact with air, only need brief contact with an ignition source, have a very low flash

point or evolve highly flammable gases in contact with water.

**(Health)**



T+

very toxic

Chemicals that at very low levels cause damage to health.



T

toxic

Chemicals that at low levels cause damage to health.



Carc Cat 1

category 1 carcinogens

Chemicals that may cause cancer or increase its incidence.



Carc Cat 2

category 2 carcinogens



Carc Cat 3

category 3 carcinogens



Muta Cat 1

category 1 mutagens

Chemicals that induce heritable genetic defects or increase their incidence.



Muta Cat 2

category 2 mutagens



Muta Cat 3

category 3 mutagens



Repr Cat 1

category 1 reproductive toxins

Chemicals that produce or increase the incidence of non-heritable effects in progeny and/or an impairment in reproductive functions or capacity.



Repr Cat 2

category 2 reproductive toxins



Repr Cat 3

category 3 reproductive toxins



Xn

harmful

Chemicals that may cause damage to health.



C

corrosive

Chemicals that may destroy living tissue on contact.



Xi

irritant

Chemicals that may cause inflammation to the skin or other mucous membranes.

**(Environmental)**



N

dangerous for the environment

Chemicals that may present an immediate or delayed danger to one or more components of the environment

## **LABORATUVAR CİHAZ/EKİPMANININ KULLANIMINDA UYULMASI GEREKEN KURALLAR**

### **Puar**

1. Laboratuvarda kullanılan çözücülerin şişelerinden alınması için kullanılmaktadır. Çözücüler kesinlikle ağız yoluyla çekilmemelidir.
2. Puar içine sıvı kaçırılmamasına özen gösterilmelidir. Kaçması durumunda puarın içindeki sıvı boşaltılmalı ve kuruyuncaya kadar kullanılmamalıdır.
3. Puarı kullanırken öncelikle üzerindeki A (Air) yani hava kısmından puarın içindeki hava boşaltılır daha sonra pipet çözücü şişesine daldırılarak S (Suction) yani emme butonundan çözücü pipetin içine çekilir ve son olarak da E (Empty) yani boşaltma butonuna basılarak çözücü istenilen yere boşaltılır.

### **Distile Su**

1. Distile su üreten cihaza müdahale edilmemelidir.
2. Distile su bidonundaki su rezervi azaldığında laboratuvar yönetimine haber verilmelidir.
3. Pisetlerin içinden pipetle distile su çekilmemelidir.

### **Süzme Seti**

1. Süzme setinin su jetine bağlı olduğundan emin olunmalıdır.
2. Erlenin içine su kaçmaması için su vanasının kontrollü açılması gerekmektedir.
3. Süzme işlemi bittikten sonra su vanası kapatılmalıdır.
4. Süzme seti kullanıldıktan sonra temiz bırakılmalıdır.

### **pH Metre**

1. Her pH metrenin farklı kalibrasyon yöntemi olduğu bilinmelidir.
2. pH metrenin kalibre edilmiş olup olmadığı kontrol edilmelidir. Kalibre edilmemiş ise, o pH metre için verilen kullanma bilgileri takip edilerek kalibre edilmelidir.
3. Kalibrasyon çözeltileri temiz tutulmalıdır. Prob, distile suyla iyice yıkayıp kurulandıktan sonra kalibrasyon çözeltilerine daldırılmalıdır.
4. Kalibre edilmiş pH metre gün boyunca kapatılmamalıdır. Elektrik kesilmesi durumunda pH metre yeniden kalibre edilmelidir.

5. Ölçüm sırasında prob dik tutulmalıdır. Ölçüm yapılan sıvı proba karıştırılmamalı, prob sabitlenmelidir.
6. Karıştırma amacıyla manyetik karıştırıcı kullanılmalıdır. Magnetin proba çarpmamasına dikkat edilmelidir.
7. Ölçüm yapılmadığı zamanlarda probun koruma çözeltisi içinde durmasına dikkat edilmelidir.
8. Koruma çözeltisi dökülmemeli, üzerine su eklenmemelidir. Çözeltinin temiz kalması için prob yıkanıp kurulanmadan çözelti içine daldırılmamalıdır.

### **Etüv/Fırın**

1. Sıcaklık ayarı değiştirmemelidir.
2. Cihazların kapakları uzun süre açık bırakılmamalıdır.
3. Plastik eldivenle etüv/fırın kullanılmamalıdır. Yüksek sıcaklıkta çalışırken maşa ve/veya ısıya dayanıklı eldiven kullanılmalıdır.
4. Çözücülerle yıkanan malzemeler, patlama riski nedeniyle kurutulmak üzere etüve konulmamalıdır.
5. Plastik malzemeler etüve konulmamalıdır.
6. Numune kaplarının ve maşanın fırın cidarına değmemesine dikkat edilmelidir.

### **Vakumlu Etüv/Fırın**

1. Fırının vakum altında çalışırken kapağı kesinlikle açılmaya zorlanmamalıdır.
2. Fırının içi daima temiz ve kuru tutulmalıdır.
3. Vakum istenilen seviyeye geldiğinde vakum pompası kapatılmalıdır.
4. Cihazın kapağını açmadan önce vakum boşaltılmalıdır.

### **Hassas Terazi**

1. Hassas terazi kullanılmadığı zamanlarda kapakları kapalı ve yüksüz olmalıdır.
2. Terazinin yatay pozisyonu kontrol edilmelidir.
3. Su terazisindeki hava kabarcığının ortalanmış olması gereklidir.
4. Hassas terazi üzerine ve etrafına kimyasal madde dökülmemesine özen gösterilmelidir. Dökülen kimyasal maddeler fırça ile temizlenmelidir.
5. Kullanılmadığı durumlarda cihaz standby konumunda olmalıdır.

### **Çeker Ocak**

1. Derişik asit, baz ve uçucu çözücülerle çalışılırken zehirli gazların ve buharların solunmaması için çeker ocak kullanılması gerekmektedir.
2. Çeker ocaklar kullanılmadan önce havalandırma sistemi çalıştırılmalıdır.
3. Çeker ocakta yapılan her türlü işlem sırasında koruyucu gözlük kullanılmalıdır.
4. Organik bileşiklerle çalışılırken ısıtma işlemi uygulaması sadece çeker ocaklarda gerçekleştirilmelidir.
5. Çeker ocakla çalışılırken kimyasal maddeler, çeker ocağın ön kısmından en az 15 cm içeriye konulmalıdır ve çeker ocağın camı mümkün olduğunca kapalı tutulmalıdır.
6. Patlayıcı/yanıcı kimyasal maddeler ile çeker ocak içinde çalışırken kullanılacak tüm ekipmanların elektrik bağlantısı önceden yapılmalıdır.

### **Distilasyon Seti**

1. Distilasyon sisteminde ısıtıcı ayarı çok fazla açılmamalı, distile edilecek maddelerin kaynama sıcaklığına göre ayarlanmalıdır.
2. Distilasyon işlemi öncesinde patlama riski nedeniyle soğutma suyunun açık olduğundan emin olunmalıdır.
3. Distilasyon işlemi sırasında soğutma suyu sıklıkla kontrol edilmeli, aşırı ısınmadığından emin olunmalıdır.
4. Soğutma suyu, distilasyon işleminde en son adım olarak kapatılmalıdır.

### **Su Banyosu**

1. Cihazın su seviyesi sık sık kontrol edilmeli ve düşükse distile su ile (ısıtıcı yüzeyden en az bir parmak mesafede yukarıda) tamamlanmalıdır.
2. Cihaz ile çalışılırken buhara dikkat edilmeli; gerekli koruyucu malzemeler kullanılmalıdır.
3. Su banyosu çalışma bittikten sonra kapatılmalıdır.

### **Manyetik Karıştırıcı/Isıtıcı**

1. Isıtıcı yüzeye plastik/lastik malzemeler konulmamalıdır.
2. Isıtıcı yüzeye herhangi kimyasal madde dökülmemesine dikkat edilmelidir.
3. Sıcak ısıtıcı yüzeyine dokunulmamalıdır.
4. Çözeltinin dışarıya sıçramasını önlemek ve magnetin düzgün bir şekilde dönmesini sağlamak için karıştırma hızı yavaşça arttırılmalıdır.

## **Mantolu Isıtıcı**

1. Isıtıcı içine kesinlikle su vb. sıvı dökülmemelidir.

## **Gaz Tüpleri**

1. Gaz tüpleri devrilmelerini önleyecek şekilde zincirle sabitlenmelidir.
2. Gaz tüpleri, tüp taşımak amacıyla özel olarak tasarlanmış taşıyıcılarla taşınmalıdır.
3. Gaz tüplerinin taşıma esnasında veya kullanılmadıklarında kapakları kapalı tutulmalıdır.
4. Gaz tüplerinin bağlantıları laboratuvar teknik elemanlarınca yapılmalıdır.
5. Boş gaz tüpleri işaretlenmeli ve laboratuvar yönetimi bilgilendirilmelidir.
6. Bağlantı hortumları, regülatör vs. günlük olarak kontrol edilmelidir.

**BİLECİK ÜNİVERSİTESİ**  
**MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ**  
**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**  
**KİM204 ORGANİK KİMYA LABORATUVARI**  
**RAPOR YAZIM KURALLARI**

KİM 206 Organik Kimya Laboratuvarı dersi kapsamında hazırlanacak olan deney raporları A4 kağıda sol kenar boşluğu 3 cm; alt, üst ve sağ kenar boşlukları 2 cm olacak şekilde el ya da bilgisayar ile yazılmalı ve özgün olmalıdır. Rapor yazımında uygulanacak sıralama aşağıdaki şekilde olmalıdır. Yapılan deneye göre ilgili başlık ve içerikte gerekli değişiklikler yapılabilir.

### **Kapak**

Örnek kapak aşağıda verilmiştir. Kapağın arkasına rapor değerlendirme formu eklenecektir.

### **Özet**

Raporun özetidir. Ne amaçla ne tür bir sistemde ne yapıldığı olayın dayandığı prensiplerle belirtilir. Yapılan işin koşulları tanımlanır, gerekiyorsa uygulanan yöntem tanımlanarak bulunan sayısal sonuçlar verilir. Sayısal sonuçların anlamı, duyarlılığı yorumlanarak irdelenmesi yapılır. Deney tasarımı konusu ve sonuçları özetlenir. Özette kaynak, tablo vb verilmez. 100-150 sözcük aşılmamalıdır.

### **İçindekiler Listesi**

Örneği aşağıda verilmiştir.

#### **1. DENEYİN AMACI**

Konu ile ilgili genel bilgi verildikten sonra son paragrafta çalışmanın deneysel ve deney tasarımı amaçları çok açık ve ayrıntılı belirtilir. 150-200 sözcükten oluşmalıdır.

## **2. KURAMSAL BİLGİLER**

Konunun dayandığı kuram kısaca anlatılır; önemli eşitlik ve bağıntılar kaynak numaraları belirtilerek verilir. 1,5-2 sayfadan oluşur. Kullanılan kaynaklar numara verilerek mutlaka belirtilir.

## **3. DENEYSEL YÖNTEM**

Kısaca deneyde kullanılan deney sistemi hakkında bilgi verilir. Gerekiyorsa şekil ile desteklenerek sistem tanıtılır. Metin şekillere gönderme yapmalı, tüm şekiller, metne ihtiyaç duymadan şeklin anlaşılabilmesi için açıklıkla yazılmış, şekil altına konmuş açıklama içermelidir. Deneyler sırasında uygulanan adımlar kısa ve öz bir şekilde anlatılmalıdır.

## **4. BULGULAR**

### **4.1. Deneysel Veriler**

Yapılan iş tüm koşullarıyla tanımlanır. Deney verileri tablo ve/veya şekil ile verilir. Tablo veya şekiller sıra ile numaralanmalı metin içinden ilgili numaralara mutlaka atıf yapılmalıdır. Şekil başlık ve açıklamaları yukarıdaki özellikleri taşımalıdır.

### **4.2. Deneysel Hesaplamalar**

Deneysel veriler kullanılarak istenilen hesaplamalar açık bir şekilde yapılır. Varsa verilen tasarım sorusu/problemi gerekçeli olarak cevaplanır.

## **5. SONUÇLAR**

Deneysel çalışmada bulunan ve hesaplanan sonuçlar çizelge veya tablo halinde verilmelidir. Çizelge ve şekillerle metin içinde atıf yapılmalıdır.

## **6. TARTIŞMA VE YORUM**

Deneysel bulgular ve/veya tasarım bulguları detaylı olarak tartışılmalıdır (sonuçların anlamı, hassasiyeti, güvenilirliği, tekrarlanırlığı); deneysel kısımda deneyde çıkan aksaklıklar, bunların sonuçlara ne ölçüde, nasıl yansıdığı; deneyin ve tasarımın amaçlarına ne ölçüde ulaşıldığı tartışılır; gerekiyorsa iyileştirme önerileri yapılır. Literatürdeki uygun verilerle karşılaştırılarak, varsa hatalar (% hata) belirtilmelidir.

## **KAYNAKLAR**

Rapor yazımında yararlanılan tüm kaynaklar ilgili numaraları ile kurallara uygun olarak yazılır; bu kaynaklara rapor içinde mutlaka köşeli parantez içinde numara ile veya normal parantez içinde yazar soyadı ve yıl ile atıf yapılmalıdır.

### **Ekler (varsa)**

Rapor ana metni içine girmeyen ancak onu destekleyici özellikte olan EK BİLGİLER; örnek hesaplamalar, denklem çıkarımları, deney sonrasında öğretim elemanları tarafından imzalanan deney verileri vb, Ek-A, Ek-B şeklinde isimlendirilerek verilebilir.

**ÖRNEK RAPOR SAYFALARI /KAPAK SAYFASI**



**BİLECİK ÜNİVERSİTESİ  
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

**KİM 204 ORGANİK KİMYA LABORATUVARI**

**Deney Raporu**

**Deney Adı**

**Grup No:**

**Öğrenci numarası- Adı Soyadı:**

**Grup Üyeleri:**

**Öğretim Elemanı:**

**Deneyin Yapıldığı Tarih:**

**Rapor Teslim Tarihi:**

**ÖRNEK RAPOR SAYFALARI /DENEY RAPORU DEĞERLENDİRME FORMU**

<b>Rapor Bölümü</b>	<b>Puan</b>	<b>Verilen Puan</b>	<b>Açıklama</b>
<b>Özet</b>	<b>10</b>		
<b>1. Deneyin Amacı</b>	<b>5</b>		
<b>2. Kuramsal Bilgiler</b>	<b>10</b>		
<b>3. Deneysel Yöntem</b>	<b>5</b>		
<b>4. Bulgular</b>	<b>35</b>		
<b>5. Sonuçlar</b>	<b>5</b>		
<b>6. Tartışma ve Yorum</b>	<b>20</b>		
<b>7. Kaynaklar</b>	<b>5</b>		
<b>Ekler</b>	<b>-</b>		
<b>Rapor Düzeni</b>	<b>5</b>		
<b>Toplam</b>	<b>100</b>		

## ÖRNEK RAPOR SAYFALARI /İÇİNDEKİLER SAYFASI

### İçindekiler

	Sayfa
Özet .....	i
İçindekiler.....	ii
1.Deneyin Amacı.....	1
2.Kuramsal Bilgiler .....	2
3.Deneysel Yöntem .....	4
4.Bulgular .....	5
4.1. Deneysel Veriler .....	5
4.2. Deneysel Hesaplamalar .....	6
5.Sonuçlar .....	9
6.Tartışma ve Yorum .....	10
Kaynaklar .....	11
Ek-1 .....	12
Ek-2 .....	13

## ÖRNEK RAPOR SAYFALARI /KAYNAKLAR SAYFASI (Kaynak Numarasına Göre)

### KAYNAKLAR

[1] Currey, N.S., Aircraft landing gear design: principles and practice, AIAA Education Series, Washington, A.B.D., 1988.

[2] Bilgin, H. ve Yılmaz, E., Eskisehir ili kil imkanlarının genel ekonomik prospeksiyon raporu. M.T.A. Raporu, No: 4708, Ankara, 1972.

[3] Kara, F., Turan, S., Stevens, R., Knowles, K.M., Pütün, E. ve Little, J.A., "Laminated alümina-aluminium composites," IV. Seramik Kongresi Bildiriler Kitabı (Ed: Turan, S., Kara, F. ve Pütün, E.), Türk Seramik Derneği Yayınları, İstanbul, No: 20, 469-473, 1998.

[4] Anonim, Tarımsal yapı ve üretim, D.E. Yayınları, Ankara, 1999.

[5] Arslan, G., Bor karbür-alüminyum kompozitlerinin üretimi ve karakterizasyonu, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskisehir, 2001.

[6] Turan, S., Bucklow, I.A. ve Wallach, E.R., "Capacitor discharge joining of oxide ceramics," J. Am. Ceram. Soc., 82, 1242-1249, 1999.

[7] Snyder, R.L., "X-ray Diffraction," Characterisation of Materials (Ed: Lifshin, E.), VCH Publishers, New York, A.B.D., 251-356, 1992.

[8] Lichti, W.P. ve Hofstatter, A.F., Method of object consolidation employing graphite particulate, A.B.D. Patent No: 4539175, 1985.

[9] \_ftar, A., Linear quadratic optimal output feedback problem, 2005.

<http://www.mm.anadolu.edu.tr/~altug/lqoofp.pdf>

[10] Anonim, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Yönergesi, 2006.

<http://www.fbe.anadolu.edu.tr/duyurular/>

## DENEY NO: 1

### DENEY ADI: AYRIMSAL DAMITMA (FRAKSİYONEL DİSTİLASYON)

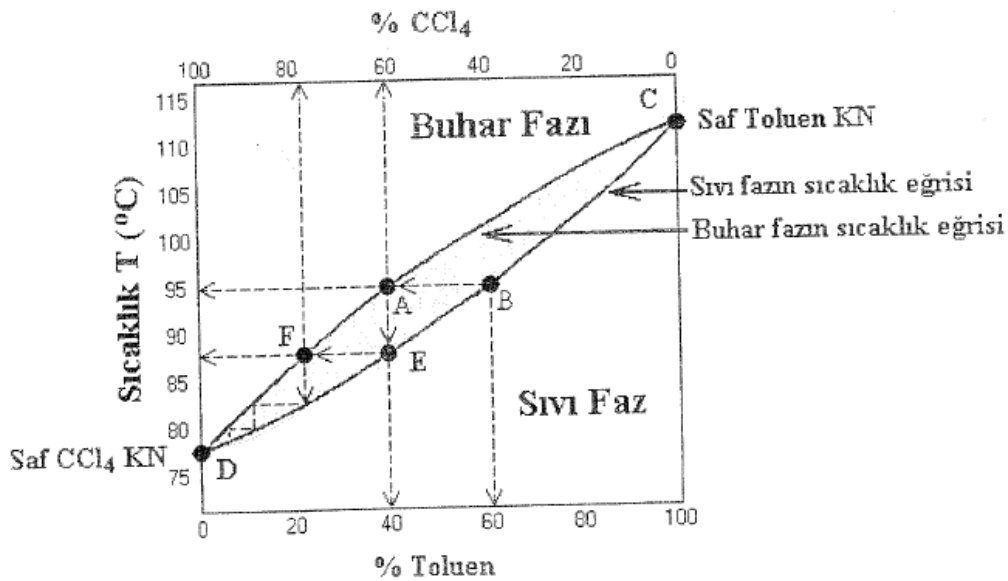
#### Genel Bilgiler:

Birden fazla sıvının birbirinden ayrılmasında kullanılan ve özellikle endüstride pek çok uygulaması olan bir damıtma yöntemidir. Fraksiyonlu damıtma, birbirini izleyen birçok buharlaşma-yoğunlaşma basamakları içeren bir damıtma işlemidir.

İdeal sıvı karışımlarının damıtılmasında buhar basıncı ve dolayısıyla kaynama noktası sıvının bileşimiyle orantılı olarak düzgün bir değişme gösterir. Yani Raoult kanunundan sapma göstermez.

#### İdeal Sıvıların Karışımı:

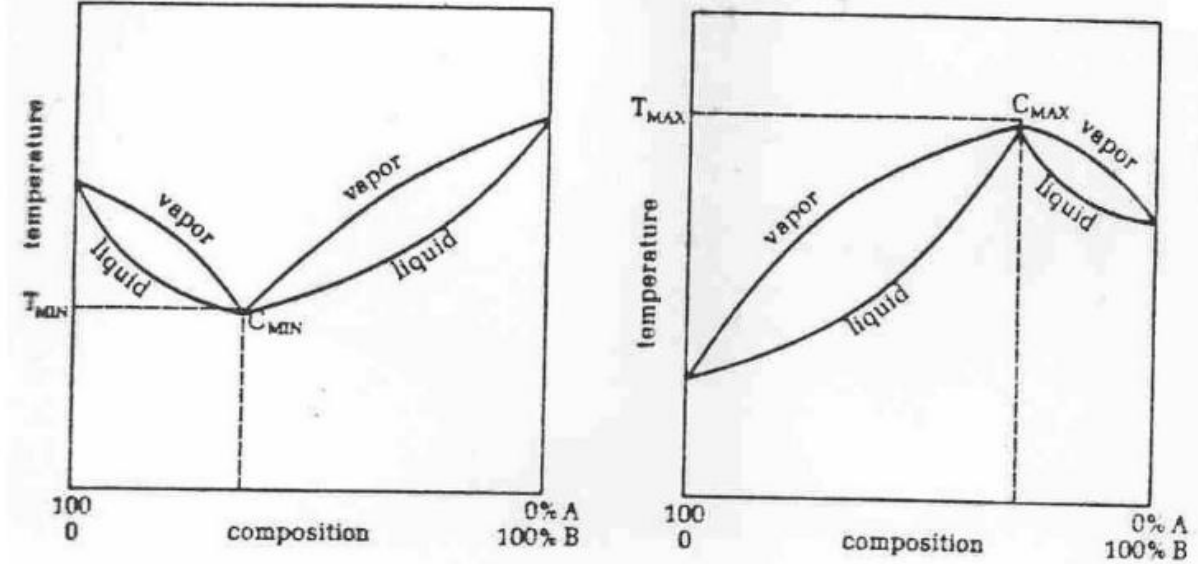
Birbiri ile karışan, farklı kaynama noktalarına sahip iki sıvı ısıtıldığında, ortaya çıkan buharın, yüzde bileşimi (%) sıvı ile aynı oranda olmaz (B ve A noktaları). Buhar fazı daha uçucu bileşence zengin olacaktır. Şekil 1 karbondiklorür ve toluenden oluşan bir karışımın eğrisini göstermektedir. İki uçucu karışımın saf kaynama noktaları C (Toluen) ve D ( $\text{CCl}_4$ ) olarak gösterilmiştir. %100 C ve D noktalarında saf maddelerin buhar fazı ile sıvı fazın dengede olduğu durum ifade edilmektedir. Alt eğri farklı yüzdeye sahip sıvı karışımının kaynama noktasını gösterirken, üst eğri ise, alttaki sıvı ile kaynama noktasında, dengede olan buhar fazının bileşimini göstermektedir.



Şekil 1. Toluen-  $\text{CCl}_4$  Faz Diyagramı

Örneğin 95°C'deki bir sistemde, B noktasındaki bir karışımın sıvı bileşeninde %60 toluen bulunmaktadır. Buna karşın buhar fazının bileşiminde %40 toluen- %60 karbontetraklorür bulunacaktır. Bu buhar, fraksiyon başlığında yoğunlaşacak ve E noktasındaki sıcaklığa inecektir. E noktasındaki sıvının, buhar fazı F ile belirtilen noktaya sahip olacaktır. Bu şekilde yoğunlaşma-buharlaştırma işlemleri sırasıyla devam ederek buhar fazındaki toluen yüzdesi gittikçe azalacak ve karbontetraklorür yüzdesi artacaktır. Sonuç olarak CCl<sub>4</sub> miktarı buhar fazında artacak ve kolondan geçerek saf olarak elde edilecektir.

Yukarıdaki sistem ideal davranan çözeltiler için geçerlidir. Ancak ideal olmayan karışımlar da vardır, bunlara azeotropik karışımlar denir. Bu tip karışımlar pozitif ve negatif olmak üzere 2'ye ayrılır. Bu tür karışımları tam olarak birbirinden ayırmak mümkün değildir, kısmen ayrılabilirler. Azeotropik noktaya ulaşıncaya kadar iki bileşen de beraber buharlaşacaktır.



**Şekil 2:** Pozitif Sapma

Negatif Sapma

Kaynama noktaları arasında 80°C'den daha az fark olan iki bileşenli bir sıvı karışımı için "ayrimsal damıtma" tekniği kullanılır. Basit damıtma için ise kaynama noktaları arasındaki fark 80°C'den fazla olmalıdır.

Ayrimsal damıtma tekniğinde damıtma balonunun üstüne bir ayrimsal damıtma başlığı yerleştirilir. Başlığın görevi; balondan ayrılan buharı, başlık boyunca ilerlerken defalarca "buharlaştırma-yoğunlaşma" olayına tabi tutmaktır.

## Ayrımsal Damıtma Başlıkları

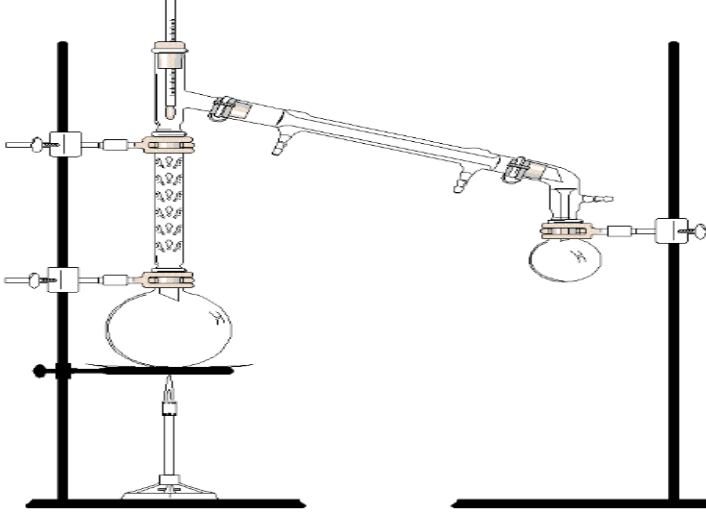
Ayrımsal damıtma başlıkları Şekil 3’de görüldüğü gibi farklı şekillerde olabilir. Ayrıca basit bir borunun porselen kırıkları ile doldurulması ile de bu başlıklar hazırlanabilir. Ancak tüm bu değişik başlıkların görevi, bir seri yoğunlaşma ve buharlaşmaya neden olarak, soğutucuya geçen buharın tek bileşenli (daha uçucu bileşen) olmasını sağlamaktır.



**Şekil 3.** Fraksiyon Başlıkları ve Spiralli Soğutucu

### Deneyin Yapılışı:

- Basit damıtma düzeneğine ek olarak verilen fraksiyon başlığı Şekil 4’teki gibi düzeneğe yerleştirilir. Her zaman olduğu gibi cam malzemenin şilif kısmına çok az vazelin sürülür. Sürülen vazelin cam malzeme üzerinde görülmeyecek kadar az olmalıdır ki ısıtma işlemi sırasında rodajlar açılmasın.
- Balona birkaç adet kaynama taşı ya da magnet (balık) atılır.
- Verilecek çözelti (aseton-bütanol) mezür ile ölçülerek, balona ilave edilir.
- Karışım miktarının balonun 2/3’ünü geçmemesine dikkat edilir.
- Damıtma düzeneği kurulurken, soğutucu su girişleri dikkate alınarak, bankoda uygun bir yer ayarlanır. Düzenek 2-3 adet spor ile desteklenir.
- Termometre, civa haznesi cam düzeneğe değmeyecek şekilde yerleştirilir.
- Ürünü toplamak için eren veya beher kullanılabilir. Eğer alonj ile erlen arasındaki mesafe çok fazla ise, altına Şekil 4’deki gibi destek koyulabilir.



**Şekil 4.** Deney Düzenegi

- Isıtıcı hacmi ile ısıtılacak balonun hacmi karşılaştırılmalı, eğer farklı ise değiştirilmelidir. Aksi takdirde ısıtma tam olmayacaktır. Damıtma işlemi daha uzun sürebilir veya damıtma olmaz.
- Düzenek kurulup, su akışı sağlandıktan sonra ısıtıcı açılmadan mutlaka sistem deney sorumlusuna kontrol ettirilir.
- Gerekli kontroller yapıldıktan sonra, ısıtıcının ayarı yüksek konuma yakın olacak şekilde açılır, kaynama başladıktan sonra saniyede bir damla gelecek şekilde ısı ayarı tekrar yapılır.
- Soğutucudan ilk 5 damla geldikten sonra termometreden sıcaklık okunarak kayıt edilir. Daha sonra her 2 mL'lik distilat geldikçe sıcaklık kayıt edilir.
- Aralıklarla kolon kontrol edilmelidir. Eğer aşırı derecede sıvı ile dolmuşsa ısıtıcı ayarı bir miktar kısılır.
- Termometre kontrol edilerek ilk distilatın bittiği görülünce deney sonlandırılır.
- Önce ısıtıcı kapatılıp, fişi prizden çekilir. Cam malzemeler el yakmayacak kadar soğuyunca dikkatli bir şekilde sistem sökülür ve gerekli temizlikler yapılır.

**Sorular:**

1. Fraksiyonlu damıtma ile hangi tür maddeler damıtılamaz?
2. Yürüttüğünüz deneyde tam bir ayırma olduğunu söyleyebilir misiniz?
3. Saf aseton ve bütanolün, açık formüllerini, kaynama ve erime noktalarını araştırınız.
4. Raoult yasası nedir? Formüle edilmiş halini yazınız.

## **DENEY NO: 2**

### **DENEY ADI: SU BUHARI DİSTİLYASYONU**

#### **Genel bilgiler:**

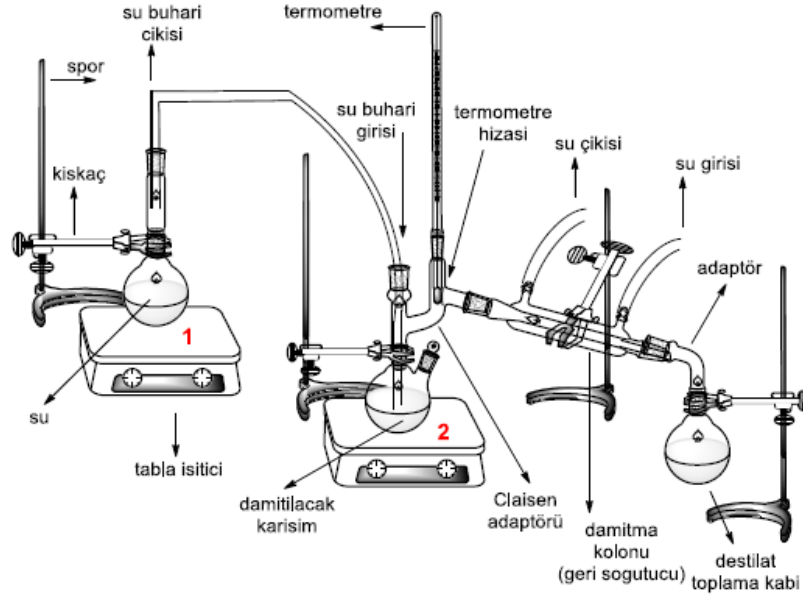
Distilasyon (damıtma), sıvıların ısıtılarak buhar fazına geçirilmesi ve oluşan buharın soğutulup yeniden yoğunlaştırılarak sıvı hâlde toplanması işlemidir; elde edilen ürüne “distilat” (damıtık) denir. Bu yöntem sayesinde, farklı kaynama davranışlarına sahip bileşenlerden oluşan sıvı karışımları birbirinden ayrılabilir. Su buharı distilasyonu ise uçucu ve ısıya duyarlı bileşiklerin su buharı ile birlikte taşınarak ayrıştırıldığı özel bir damıtma tekniğidir. Özellikle su ile karışmayan, molekül ağırlığı nispeten yüksek ve buhar basıncı düşük organik maddelerin (ör. uçucu yağlar) damıtılmasında tercih edilir. Bu yöntemde su buharı, hedef bileşiklerle birlikte toplam buhar basıncını artırır; böylece bileşikler kendi kaynama noktalarına ulaşmadan daha düşük sıcaklıklarda buhar fazına geçer. Ardından buhar karışımı yoğunlaştırılır ve distilat genellikle hidrosol (aromatik su) ile uçucu yağ olmak üzere iki faza ayrılarak toplanır.

Su buharı distilasyonu özellikle uçucu yağların ve ısıya duyarlı uçucu bileşiklerin elde edilmesinde tercih edilen bir yöntemdir. Su buharı ile birlikte distile olma prensibi sayesinde bileşikler kendi kaynama noktalarından daha düşük sıcaklıklarda ayrılabilirdiği için ısı bozunma azalır. Yüksek sıcaklıkta uzun süre ısıtmaya ihtiyaç duymaması; degradasyon, polimerleşme ile renk ve koku değişimi gibi istenmeyen etkileri sınırlar ve termal parçalanma/yanma riskini düşürür. Ayrıca çoğu uygulamada organik çözücü gerektirmediğinden daha güvenli, çevre dostu ve çözücü kalıntısı riski düşük bir seçenektir. Distilatın genellikle hidrosol (aromatik su) ve uçucu yağ olmak üzere iki faza ayrılması yağ fazının ayırma hunisi veya dekanter ile kolayca toplanmasını sağlar. Uçucu olmayan ağır bileşenlerin kazan içinde kalması distilatın uçucu fraksiyona daha seçici ve nispeten daha “temiz” olmasına katkıda bulunur. Clevenger düzeneği, buhar jeneratörü ve kondanser gibi basit ekipmanlarla laboratuvardan pilot/üretim ölçeğine görece kolay ölçeklenebilmesi de önemli bir avantajdır. Son olarak, doğrudan kuru ısıtmaya kıyasla bitki matriksinde lokal aşırı ısınmayı azaltarak “yanık” aroma oluşumu riskini de düşürebilir. Ancak su buharı distilasyonunun bazı önemli sınırlamaları vardır. Örneğin, suya duyarlı bileşikler distilasyon sırasında hidroliz, izomerleşme veya oksidasyon gibi reaksiyonlara uğrayabildiğinden ürünün aroma ve kimyasal profili değişebilir. Ayrıca daha polar ve suda çözünür bileşikler uçucu yağ fazına geçmek yerine hidrosolde kalabilir; bu durum hem verimi düşürebilir hem de elde edilen bileşiğin kompozisyonunu etkileyebilir. Ayrıca uçucu yağ-su karışımında emülsiyon oluşması gibi durumlarda faz ayırımı zorlaşabilir ve bu da ürün

kaybını artırabilir. Ayrıca büyük ölçekli endüstriyel tesislerde gerçekleştirilecek su buharı distilasyonunda buhar hatları, kazan ve kondanser gibi ekipmanlarda korozyon, kireçlenme ve bakım ihtiyacı gibi konular işletmede sorunlara yol açabilir.

### **Deneyin yapılışı:**

- Su buharı distilasyonu düzeneği sızdırmazlık kontrolü yapılarak monte edilir. Soğutma suyunun giriş ve çıkışı uygun şekilde ayarlanır.
- Kurutulmuş ve önceden tartılmış numune (lavanta) 2 numaralı distilasyon balonuna yerleştirilir. Numunenin aşırı sıkıştırılmamasına dikkat edilir ki buharın bitki matriksi içinde homojen dağılması sağlanabilsin
- 1 numaralı balona yeterli miktarda saf su eklenir. Balon, ısıtıcı üzerine yerleştirilerek kontrollü şekilde kaynamaya bırakılır ve sürekli su buharı üretimi sağlanır.
- Oluşan su buharı, bağlantı hattı aracılığıyla katı numune içeren balona yönlendirilir. Buhar, madde içindeki uçucu yağ bileşenleri ile birlikte taşınarak karışımın toplam buhar basıncını artırır.
- 2 numaralı balon hafifçe ısıtılarak gelen su buharının yoğunlaşması engellenir. Karışımın toplam buhar basıncı atmosfer basıncına ulaştığında kaynama gerçekleşir.
- Buhar fazı kondansatörde soğutularak sıvı hâle dönüştürülür. Distilat, uçucu yağ + hidrosol (aromatik su) karışımı şeklinde alıcı kaptan toplanır.
- Elde edilen distilat ayırma hunisine aktarılır. Yoğunluk farkından yararlanılarak lavanta uçucu yağı ve hidrosol fazları ayrılır.
-



Şekil 1. Deney düzeneği

$$\text{Uçucu yağ verimi} = \frac{\text{Kullanılan lavanta miktarı (g)}}{\text{elde edilen uçucu yağ miktarı (g)}} \times 100$$

$$\text{Yağ/Hidrosol Oranı} = \frac{\text{Uçucu yağ hacmi (ml)}}{\text{Hidrosol hacmi (ml)}}$$

### Sorular:

1. Su buharı distilasyonunda uçucu yağların kendi kaynama noktalarından daha düşük sıcaklıklarda distile olmasının temel nedeni nedir?
2. Distilasyon sırasında elde edilen hidrosol fazı neden uçucu yağ fazından farklı bileşenler içerebilir?
3. Bitkisel materyalin kurutulmuş veya taze olması uçucu yağ verimini nasıl etkiler?
4. Su buharı distilasyonunun çözücü ile ekstraksiyon yöntemlerine göre avantajları ve sınırlamaları nelerdir?
5. Lavanta uçucu yağında bulunan alkoller (linalool) ve esterler (linalil asetat) arasında distilasyon sırasında hidroliz veya izomerleşme riski hangi koşullarda artar? Bu reaksiyonlar ürünün aroma ve kimyasal profilini nasıl değiştirir?

6. Distilatın ayırma hunisinde fazlara ayrılması sırasında emülsiyon oluşması hangi fizikokimyasal nedenlere bağlıdır? Bu durumda ayırma işlemi kimya mühendisliği prensiplerine göre nasıl optimize edilir?
7. Su buharı distilasyonunda enerji tüketimi; buhar üretimi, kondansasyon ve sı kayıpları açısından değerlendirildiğinde, proses verimi nasıl tanımlanır? Kimya mühendisliği açısından bu sistemde enerji entegrasyonu nasıl iyileştirilebilir?
8. Distilatın ayırma hunisinde fazlara ayrılması sırasında emülsiyon oluşması hangi fizikokimyasal nedenlere bağlıdır?

## **DENEY NO: 3**

## **DENEY ADI: KRİSTALLENDİRME**

### **Genel Bilgiler:**

Kimyasal reaksiyonlar sonucunda genellikle ürünler karışım halindedir. Yani birden fazla madde ürün olarak oluşabilir. Elde etmek istenen maddenin reaksiyon ortamından alınması için ürünleri birbirinden ayırmak ve safsızlıklar içeren ana maddeyi saflaştırmak gerekir. Bunun için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir, kristallendirme işlemi de bunlardan biridir. Süblimleştirmeye kıyasla kristallendirme çok daha genel bir yöntemdir. Kristallendirme işlemi çoğu organik bileşiklerin sıcak çözücülerde soğuğa göre daha fazla çözünmeleri ve safsızlıkların istenen maddeninkinden farklı çözünürlüğe sahip olması prensibine dayanır.

### **Kristallendirme Yönteminin Temel İşlemleri:**

- Saflaştırılacak madde uygun bir çözücü veya çözücü karışımında ısıtılarak çözülür. Eğer renkli safsızlıklar varsa, çözeltiliye aktif kömür vb. gibi renk giderici madde eklenmelidir.
- Çözelti sıcakken hızla süzülerek, çözünmeyen katı maddelerden ve diğer safsızlıklardan arındırılır.
- Çözünmüş durumdaki maddenin kristallendirilmesi için, berrak ana çözelti soğumaya bırakılır.
- Kristallenme sonunda oluşan heterojen karışım (ana çözelti+kristaller), hızla süzülür.
- Elde edilen kristaller tercihen vakum desikatöründe kurutulur, erime noktası tayin edilir.
- Erime noktası tayin sonucu, kristallerin tam saf olmadıklarını belirtirse, işlem aynı veya farklı bir çözücü ile tekrarlanmalıdır.
- Eğer berrak ana çözeltilide kristallenme başlamamışsa, o takdirde bir miktar çözücünün buharlaştırılması yoluna gidilebilir. Alternatif bir yaklaşımla, çözücünün çözebilme özelliğini azaltan diğer bir çözücüden bir miktar ilave edilebilir. Bu durumda çözücü karışımının etkisinden söz edilebilir.

### **Çözücü Seçimi:**

Kristallendirmenin etkili olabilmesi için doğru çözücü kullanılmalıdır. Çözücü seçiminde çok dikkat etmeli ve uygun çözücü seçme konusunda hassas davranılmalıdır. İyi bir kristallendirme çözücüsü;

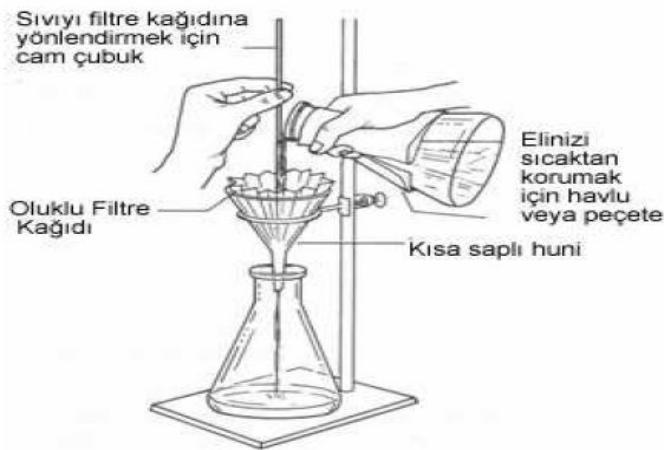
- İstenilen maddeyi düşük sıcaklıklarda az, yüksek sıcaklıklarda çok çözmelidir.

- Saflaştırılacak madde ile reaksiyona girmemelidir.
- Safsızlıkları ya düşük sıcaklıklarda çözmeli ya da hiç çözmemelidir.
- Saflaştırılacak maddeden kolayca uzaklaştırılabilmelidir.

Bunun anlamı çözücü düşük kaynama noktasına sahip olmalı ve kolayca buharlaşabilmelidir. Eğer tüm bu şartları taşıyan bir çözelti bulunmazsa iki çözücünün karışımı (örneğin etanol-su) kullanılabilir.

- Yanıcı, patlayıcı, zehirli ve kolay alev alıcı (parlayıcı) olmamalıdır.
- Kaynama noktası düşük olmalıdır.
- Safsızlıkları ya çok fazla çözmeli veya hiç çözmemelidir.
- Ucuz olmalıdır.
- Saflaştırılacak madde ile kimyasal reaksiyona girmemelidir.
- Uygun çözücü (veya çözücü karışımının) saptanması, çoğu zaman bir deneme yanılma yöntemi ile gerçekleşir.

Genellikle belirli bir bileşiğin kristallendirilmesi için ilgilenilen çözücülerin uygunluğu hakkında bilgiler mevcuttur. Yoksa çeşitli çözücüler denenir. Bu amaçla saflandırılacak maddenin küçük bir miktarı test tüpüne koyulur ve her birine değişik çözücülerden az miktarda eklenir. Soğuktaki ve kaynama noktasındaki çözünürlük not edilir, sıcak çözeltinin soğutulması ile de iyice şekillenmiş kristalin oluşması gözlenir. İyi verimle saflandırılmış madde elde etmek için gerekenden fazla çözücü kullanılmamalıdır. Eğer madde çok az miktardaki sıcak çözücüde çözülürse ana çözeltide kalarak kaybedilen saf madde miktarı minimuma indirilebilir. Pratikte minimum miktardan %3-5 fazlası kullanılır, bu yüzden sıcak çözelti tamamen doymun olmamalıdır. Bu durum, sıcak çözeltinin süzülmesi sırasında süzgeç kağıdının tıkanmasını ve kristallerin ayrılmasını engeller.



**Şekil 1.** Sıcak Çözeltinin Süzgeç Kağıdı Kullanılarak Süzülmesi

**Süzgeç Kağıdı:**

Basitçe dörde katlanmış bir süzgeç kağıdı ile süzme yapılabilir. Ancak kırmalı süzgeç kağıdı ile çözeltilerin akış hızı maksimumdur. Kırmalı süzgeç kağıdı hazır alınır veya katlanarak hazırlanabilir. Süzgeç kağıtları farklı süzme hızına göre sınıflandırılır. Buna göre en hızlı süzme siyah band> beyaz band> mavi band şeklindedir.

**Deneysel Yöntem:**

Bu deneyde benzoik asit, naftalin ve asetanilid için en uygun kristallendirme çözücüsünün seçimi için çeşitli çözünürlük testlerinin yürütülmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla sırasıyla şu işlemler yapılır:

- Bu maddelerden herbirinden 0,1 g tartılarak bir deney tüpünün dibine yerleştirilir.
- Maddeleri içeren test tüplerinin üstlerine 1 mL su ilave edilerek iyice çalkalanır.
- Çözünürlükler not edilir ve eğer herhangi bir katı madde bu işlem sonunda çözünürse, suyun o madde için iyi bir kristallendirme çözücüsü olmadığına karar verilir.
- Çözünmeyen katıları içeren test tüpleri, sıcak su banyosunda çalkalanır. Bu işlem sonunda katı çözünürse, suyun o katı için uygun bir kristallendirme çözücüsü olduğuna karar verilir.
- Yukarıdaki işlemler etanol, eter ve aseton için tekrarlanır ve gözlemler not edilir.
- Tüm gözlemler birlikte değerlendirilerek, benzoik asit, asetanilid ve naftalin için en uygun kristallendirme çözücüsü belirlenir.

Safsızlık içeren 10 g naftalini yukarıda elde ettiğiniz sonuçlardan yararlanarak, uygun bulunan çözelti ile kristallendiriniz.

Safsızlık içeren 10 g asetanilidi yukarıda elde ettiğiniz sonuçlardan yararlanarak, uygun bulunan çözelti ile kristallendiriniz.

Safsızlık içeren 10 g benzoik asiti yukarıda elde ettiğiniz sonuçlardan yararlanarak, uygun bulunan çözelti ile kristallendiriniz.

**Sorular:**

1. Aktif kömür, kristallendirmede ne amaçla kullanılır?
2. Alkol-su karışımı, çözücü olarak kullanılabilir mi?
3. Kaba ve ince süzgeç kağıtları hakkında bilgi toplayınız.
4. İyi bir kristallendirme çözücüsünün özellikleri nasıl olmalıdır?

## DENEY NO: 4

### DENEY ADI: EKSTRAKSİYON (Çekme, Özütleme)

#### Genel Bilgiler:

Bir organik reaksiyon tamamlandığı zaman, istenen ürünün reaksiyon karışımındaki diğer ürünlerden, reaktantların fazlasından, safsızlıklardan ve diğer maddelerden ayrılması istenir. Bir madde başka maddelerle karışım halinde bulunur ve bunun bu doğal halinden izole edilmesi istenebilir. Ekstraksiyon; istenen bir organik maddeyi reaksiyon karışımından ayırmak veya bir organik maddeyi doğal kaynağından izole etmek için yaygın olarak kullanılan tekniktir.

Ekstraksiyon; istenilen maddeyi içeren süspansiyon veya çözeltiyi, onunla karışmayan ama istenen maddeyi çözebilen bir çözücü ile çalkalama işlemidir. Çözücüler ayrılabilen iki faz oluştururlar. Ekstraksiyon işlemi istenen ürün kirliliklerinden tamamen temizleninceye kadar birkaç kez tekrarlanmalıdır. Genellikle çözücülerden birisi organik, diğeri sudur. İnorganik maddeler organik maddelerden bu yolla ayrılırlar. İnorganik madde suda, organik madde ise organik çözücüde çözünecektir. Böyle durumlarda tek bir ekstraksiyon işlemi yeterli olabilmektedir. Bununla birlikte çoğu organik bileşikler hidrojen bağı oluşturduklarından suda kısmen çözünebilirler. Buna bağlı olarak su ve organik faz arasında dağılırlar. Dağılım katsayısı; dengede her bir çözücüde çözülmüş halde bulunan maddenin konsantrasyonları oranı olarak tanımlanır.

$$K.D = \frac{S_o}{S_w} = \frac{C_o}{C_w}$$

$S_o$ = Organik fazdaki çözünürlük konsantrasyonu

$S_w$ = Su fazındaki çözünürlük konsantrasyonu

$C_o$ = Organik fazdaki çözünen madde konsantrasyonu

$C_w$ = Su fazındaki çözünen madde konsantrasyonu

**Örnek:** Bir A organik bileşiğinin çözünürlüğü 0,6 g/100 mL eter, 0,12 g/100 mL su ise 60 mg A içeren 60 mL suyun 100 mL eterle ekstrakte edilmesiyle ne kadar A elde edilir?

$$K.D = 0,6/0,12 = 5$$

X= eter fazına alınan A miktarı, mg

60-X= su fazında kalan A miktarı, mg

$$K.D=5=\frac{C_o}{C_w} = \frac{X/100}{60-X/100}$$

X= 53,5 mg

53,5 mg A eter fazına alınmış, 6,5 mg su fazında kalmıştır. 100 mL eter bir defada değil de, 50'şer mL'lik kısımlar halinde 2 kere kullanılırsa, 48,4+9,4=57,8 mg A sudan uzaklaştırılabilir. Fazla miktarda çözücü ile bir kere ekstraksiyon yapmaktansa, az miktardaki çözücülerle birkaç kez ekstraksiyon yapmak daha verimlidir.

### **Ekstraksiyon Çözücüsünün Seçiminde Dikkat Edilecek Hususlar:**

Ekstrakte edilecek maddeyi kolaylıkla çözmelidir. Ortamda bulunan diğer maddeleri veya safsızlıkları ya çok az ya da hiç çözmemelidir. Çözünenle kimyasal reaksiyona girmemelidir. Ekstraksiyondan sonra istenen maddeden kolaylıkla ayrılabilmelidir. Çözücü düşük kaynama sıcaklığına sahip olmalıdır ki distilasyon ile kolaylıkla uzaklaştırılabilsin.

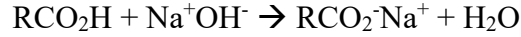
Bu özelliklere sahip çoğu organik çözücüler hidrokarbonların çoğunu ve klorlu türevlerini de içerir. Bunlardan bazıları benzen, petrol eteri (düşük kaynama noktalı alkanların karışımı), metilen klorür, kloroform ve karbontetraklorürdür. Dietil eter de yaygın olarak kullanılan bir çözücüdür. Ancak alev alıcı olması ve çözeltilerin uzun süreli hava ile temasından tehlikeli, patlayıcı peroksitlerin tehlikeli konsantrasyonlarda oluşması ilişkisi vardır. Aynı zamanda eter su ile %7 civarında karışır. Bununla birlikte düşük kaynama noktasına (35°C) sahip olmasından dolayı çoğu organik bileşikler için çok yaygın olarak kullanılan bir ekstraksiyon çözücüsüdür. Sıklıkla, ekstraksiyonla etkin ayırma sağlamak için kolaylıkla tersinir olabilen kimyasal reaksiyonlar kullanılabilir.

Ekstraksiyonda genel kural şudur ki: zayıf bazlar kuvvetli asitlerle, kuvvetli bazlar ise zayıf asitlerle ekstrakte edilir.

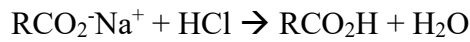
Karboksilik asitler oldukça kuvvetli organik asitlerdir ( $pK_a=3-5$ ). Sodyum bikarbonat ( $pK_a=6,4$ ) gibi zayıf bir bazla reakte edilerek suda çözünebilir karboksilat iyonlarını oluşturur. Ancak fenoller oldukça az asidiktir ( $pK_a=8-10$ ) ve sodyum bikarbonat çözeltisi ile deprotonlama

veremezler. Güçlü bir baz örneğın sodyum hidroksit ( $pK_a=16$ ) fenolü suda çözünebilen fenolat iyonuna dönüştürülebilir.

Örneğın; seyreltik NaOH organik asitleri onların tuzuna çevirir.

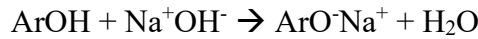


Organik asit suda çözünmezken tuzu çözünür. Bu organik çözücü içinde nötral veya suda çözünmeyen asidik bir bileşğin karışımı seyreltik NaOH ile çalkalanırsa, nötral bileşik organik çözücüde kalırken, asit asidin tuzu olarak sulu faza geçer. Fazlar yırılınca, sulu faz kuvvetli asitle asitlendirilerek asit tekrar kazandırılır.



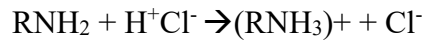
Yani bir asit nötral veya bazık bir kirlilikten sulu alkali ile ekstraksiyon yapılarak kolaylıkla ayrılabilir.

Fenoller ise alkalilerle aynı şekilde tuz oluştururlar.

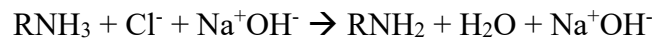


Fenoller, karboksilik asitlerden daha az asidiklerdir. Sulu  $NaHCO_3$  karboksilik asitleri tuzlarına çevirmek için yeterli iken, fenolleri tuzlarına çevirmek için bazlığı yeterli değildir. Bu yüzden karboksilik asitler ve fenoller sulu  $NaHCO_3$  ve sulu NaOH kullanılarak ekstraksiyon yöntemi ile başarılı bir şekilde ayrılabilirler. Seyreltik sulu asitler, nötral veya asidik maddelerden bazık bileşiklerin ekstrakte edilmesinde kullanılabilirler (özellikle aminlerin).

Bazık bileşği suda çözünen tuzuna dönüştürürüz.

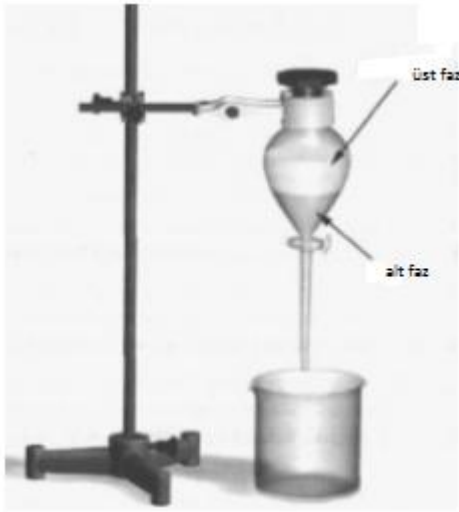


Organik ve sulu fazların ayrılmasından sonra amin, sulu çözeltili amin yapılarak geri kazanılır.



### Ayırma Hunisinin Kullanımı:

Ekstraksiyon yapmak için ayırma hunisi kullanılır. Oldukça pahalı bir alettir ve yanlış kullanımlarda kolayca kırılabilir, uygun teknik kullanılmasına dikkat edilmelidir. Ayırma hunisi musluğu ince bir tabaka olacak şekilde gres yağı ya da vazelin ile yağlanır. Eğer hunide teflon conta varsa yağlamaya gerek yoktur. Ayırma hunisi spora Şekil 1'deki gibi tutturulur. Musluk kapatılır ve ayırma hunisine ayrılacak sıvı boşaltılıp kapağı kapatılır, ayırma hunisi ters çevrilir. Dikkatlice içindekiler birkaç kez çalkalanır. Ayırma hunisi yerine yerleştirildikten sonra yavaşça kapağı açılır.



**Şekil 1:** Ekstraksiyon Düzeneği

Eter gibi kolay uçucu çözücüler kullanıldığında basınç birikmesi oldukça fazladır. Basınç birikmesi ayırma hunisinin elle ısınması veya asitli eter çözeltilisinin  $\text{NaHCO}_3$  ile ekstraksiyonu sırasında gaz çıkışından dolayı çok daha şiddetlidir. O nedenle eterle ekstraksiyon yaparken ayırma hunisi ters çevrilip musluk açılarak gaz çıkışı sağlanmalıdır. Sonra musluk kapatılıp tekrar çözeltili 2-3 kez dikkatlice çalkalanır. Tekrar musluk açılıp gaz çıkışı sağlanmalıdır. Bu işleme gaz çıkışı azalana kadar devam edilmelidir. Sonra ayırma hunisi spora tekrar tutturulur ve kapağı açılır. Fazların iyice ayrılması için bir süre beklenir ve alttaki faz uygun bir behere ya da erlene alınır. İki faz arasındaki çizgi musluğa yaklaşırken akış hızı azaltılır, üst faz musluğa geldiği zaman musluk kapatılır. Eğer üstteki tabaka başka bir kaba aktarılabaksa bunu musluktan almayıp, ayırma hunisinin ağzından kaba boşaltılarak yapılmalıdır. Sulu ve organik fazın ayırma hunisindeki yerleri onların yoğunluklarına bağlıdır. Daha yoğun olan altta yer alır. Hidrokarbonlar ve eter sudan daha az yoğundur. Hangi tabakanın hangisi olduğu

konusunda şüpheler olursa, alttaki tabakadan birkaç damla alıp onun suda çözünüp çözünmediğine bakıp tekrar karar verebiliriz.

Bazen özellikle de alkali çözeltilerde emülsiyon oluşması nedeniyle keskin sınırlı tabakalar elde edilemez. Bunu önlemek için çözeltilerin üst kısmını hafifçe hareket ettirecek şekilde ayırma hunisi çalkalanır. Cam çubukla yavaşça karıştırılır.

### **Deneyin Yapılışı:**

- Ayırma hunisi musluğu kapalı şekilde spora tutturulur ve 25 mL eter ayırma hunisine koyulur.
- İçerisine 1,5 g Benzoik asit ve 1,72 mL Benzen içeren numune eklenir ve çalkalanarak Benzoik asitin çözünmesi sağlanır.
- Sırasıyla 25 mL kütlice %10luk NaOH ve 10 mL saf su ilave edilir ve ekstrakte işlemi için çalkalanır. Böylece Sodyum benzoat tuzu oluşacaktır ve eklenen saf su ile ayırmanın tam gözlenmesi hedeflenmektedir.
- Tuz oluşum reaksiyonu sonucunda gaz çıkışı gerçekleşmektedir. Bu sebeple NaOH ve saf su eklendikten sonra ayırma hunisi ters çevrilip, musluk açılarak bu gazın dışarı alınması sağlanır.
- Üst faz yani eter fazı, benzen ve eter içermektedir. Alt fazda ise yani su fazında, Sodyumbenzoat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) ve su bulunmaktadır. Alt faz musluktan bir behere alınır, üst faz ise sıvı atık kabına dökülür.
- Alınan alt faz tekrar ayırma hunisine koyulur, çözelti berraklaşınca kadar damla damla derişik HCl eklenir.
- Berraklaşan çözeltiliye 25 mL eter eklenir ve tekrar ekstrakte işlemi için çalkalama yapılır. Burada alt faz yani su fazı NaCl ve su içerirken, üst faz yani eter fazı benzoik asit ve eter içerir.
- Alt faz musluktan alınır, üst faz ise su fazının kalıntılarıyla karışmaması için tıpası açılan ayırma hunisinin üst kısmından önceden tartılan behere alınır.
- Behere eter fazında kalabilecek suyu uzaklaştırmak için 1g  $\text{CaCl}_2$  eklenir ve 5 dk baget ile karıştırılır.
- Siyah bantlı süzgeç kağıdı ile süzme gerçekleştirilip,  $\text{CaCl}_2$  çözeltiliden ayrılır.
- Çözelti 1 gün oda sıcaklığında bırakılarak, içerisindeki eter uçurulur. Tekrar tartımı alınarak verim hesabı yapılır.

\* Deneye gelmeden önce akış diyagramını çiziniz.

**Sorular:**

1. Ekstraksiyon çözücüsü olarak eter kullanmanın avantajı ve dezavantajları nelerdir?
2. Bir sulu çözeltiden bir organik bileşimin ekstraksiyonunda sudan daha yoğun bir organik çözücü kullanmanın avantajı nedir?
3. Ayırma hunisinden sıvı alınmadan önce niçin kapak çıkarılmalıdır?
4. Aşağıdaki maddeleri içeren karışımdan saf maddeleri elde etmek için bir yol öneriniz.

Bileşik	Erime Noktası, °C	Çözücüsü
Benzoik asit	123	Asit
Hidrokinondimetileter	57	Eter
2-naftol	123	Fenol

5. Suberik asidin çözünürlüğü 15°C'de 0,14 g/100 mL suda ve 0,56 g/100 mL eterdir. K.D'yi hesaplayınız. 40 mg asit içeren 50 mL sulu asit çözeltisinden 50 mL eterle uzaklaştırılan suberik asidin ağırlığını hesaplayınız. 25 mL'lik eter çözeltisi ile 2 kere ekstraksiyon yapılırsa uzaklaştırılacak asidin ağırlığını hesaplayınız.

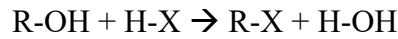
## DENEY NO: 5

### DENEY ADI: ALKİL HALOJENÜR ELDESİ

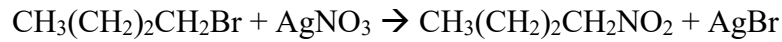
#### Genel Bilgiler:

Alkil halojenürlerini hazırlamak için birçok metot olmasına rağmen en yaygın olan alkollerdeki hidroksil grubunun yer değiştirmesine dayanan yöntemdir. Oluşacak ürün, alkil grubunun yapısına ve reaksiyon mekanizmasına bağlıdır.

Tepkime genelde süstitüsyon tepkimesi olup alkolün yapısına bağlı olarak S<sub>N</sub>1 veya S<sub>N</sub>2 mekanizması üzerinden alkil halojenür elde edilir. Primer alkollerin Nükleofilik Süstitüsyon Reaksiyonlarından (S<sub>N</sub>2) mekanizması üzerinden alkil halojenür oluşur.

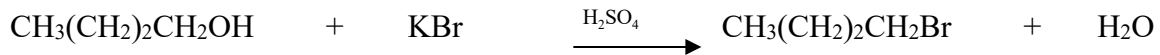


Alkil halojenürlerin varlığı AgNO<sub>3</sub> çözeltisi ile test edilir.



beyaz çökelek

#### Deneyin Yapılışı:



$$M_A = 74,12 \text{ g/mol}$$

$$M_A = 119,1 \text{ g/mol}$$

$$M_A = 137,03 \text{ g/mol}$$

$$EN = -89,5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$EN = -112 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$KN = 117,7 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$KN = 100-103 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$d = 0,81 \text{ g/cm}^3$$

$$d = 1,276 \text{ g/cm}^3$$

- 100 mL'lik bir erlene 10 mL (0.1 mol) n-bütanol koyulur ve erlen buz banyosu içine yerleştirilir.
- Buz banyosu manyetik karıştırıcı üzerinde iken, 6 mL derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> damla damla eklenir.
- Üzeri kapatılan erlen 5 dk boyunca manyetik karıştırıcı ile karıştırılır.
- n-butanol ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> içeren erlen buz banyosundan alınır ve oda sıcaklığına gelene kadar beklenir.

- Buz banyosunda 12 g (0,1 mol) KBr başka bir erlen içerisinde 25 mL su eklenerek çözündürülür.
- Oda sıcaklığındaki n-bütanol/ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisine manyetik karıştırıcı üzerindeyken hazırlanan KBr çözeltisi eklenir ve ağzı alüminyum folyo ile tekrar kapatılır, daha sonra reaksiyonun gerçekleşmesi için ısıtıcı düşük derecede açılarak 10 dk boyunca çalıştırılır.
- Bu süre sonunda, ayırma hunisine alınan reaksiyon karışımının fazlarına ayrılması için 10 dk beklenir.
- Alt ve üst faz ayrılarak, CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Br içeren üst faza 5 mL, 0,5 M'lık AgNO<sub>3</sub> çözeltisi damlatılarak alkil halojenürün oluşup oluşmadığı test edilir.

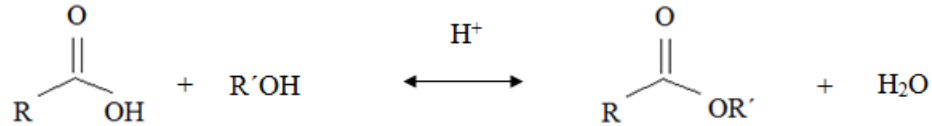
**Soru:** 50 ml n-bütanol ve belli bir miktar KBr kullanılarak n-bütil bromür elde edilmek isteniyor. Buna göre; kaç g KBr kullanılması gerektiğini, reaksiyon sonunda kaç g n-bütil bromür oluştuğunu hesaplayınız. Tanımlama deneyi sonucunda oluşacak beyaz renkli AgBr çökeleğini elde etmek için 0,5 M'lık AgNO<sub>3</sub> çözeltisinden kaç mL kullanılması gerektiğini hesaplayınız.

## DENEY NO: 6

### DENEY ADI: ESTER SENTESİ (İZOAMİL ASETAT ELDESİ)

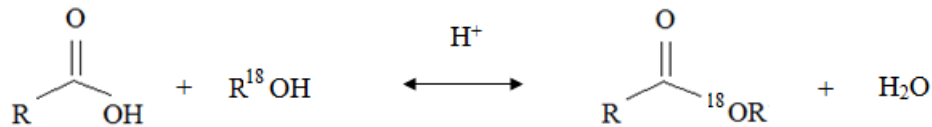
#### Genel Bilgiler:

Karboksilik asitler alkollerle tepkimeye girerek bir kondensasyon tepkimesi olan esterleri verirler. Esterlerin genel reaksiyonu aşağıdaki gibidir.



Esterleşme tepkimeleri asit katalizli tepkimedir. Bu tepkime kuvvetli asit yokluğunda oldukça yavaş gerçekleşir. Ester reaksiyonları geri dönüşümlü bir reaksiyon olduğu için oluşan esterlerin miktarı dengenin yönüne bağlı olarak değişir. Bu bakımdan karboksilik asit veya alkolün daha fazlasını kullanmak ürünün verimini artıracaktır.

Karboksilik asit  $^{18}\text{O}$  ile etiketlenmiş alkolle tepkimeye girdiğinde etiketlenmiş oksijenin ester oksijeninde olduğu görülmektedir. Bu sonuç esterleşme tepkimesinde hangi bağın kırıldığını gösterir.



Bu esterleşme reaksiyonu, genelde birincil ve ikincil alkoller ile iyi verim verir. Asit katalizörlü alkenin dehidrasyonun oluşabilme rekabeti nedeniyle bu yöntem üçüncül alkollerde kullanmak için uygun değildir.

**Çizelge 1:** Bazı esterlerin kokuları

<b>MOLEKÜL</b>	<b>KOKUSU</b>
Allil Heksanoat	Ananas
Benzil Asetat	Yasemin
Bomyl Asetat	Çam Ağacı
Butil Butirat	Ananas
Etil Asetat	Tutkal
Etil Heksanoat	Çilek
Etil Sinamat	Tarçın
Etil Format	Limon, Çilek
Etil Heptanoat	Kayısı, Kiraz, Üzüm
Etil Isovalerat	Elma
Etil Laktat	Üzüm
Isobutil Asetat	Kiraz, Ahududu
Isobutil Format	Ahududu
Linalil Asetat	Lavanta, Adaçayı
Linalil Butirat	Şeftali
Metil Asetat	Nane,
Metil Benzil Asetat	Kiraz,
Metil Pentanoat	Çiçeksi
Metil Fenil Asetat	Bal
Metil Salisilat	Keklik Üzümü
Oktil Asetat	Portakal
Oktil Butirat	Alhavuç
Pentil Asetat (Amil Asetat)	Muz
Pentil Butirat (Amil Butirat)	Kayısı, Armut
Pentil Pentanoat (Amil Valerat)	Elma
Propil Etanoat	Armut

### **Deneyin Yapılışı:**

- 250 mL'lik dibi yuvarlak balona, 8 mL i-amil alkol ile 10 mL glacial asetik asit koyulur ve reaktantlar balonda karıştırılır.
- Dikkatli bir şekilde 2 mL derişik sülfürik asit eklenir ve yavaşça çalkalanır.
- Balona kaynama taşı eklenip, su ile soğutulan geri soğutucu sistemine takılarak 1 sa ısıtıcıli mantoda reflux edilir.
- 1 sa geri soğutucu altında ısıtıldıktan sonra, balon oda sıcaklığına gelene kadar bekletilir.
- Ayırma hunisine aktarılır ve 50 mL su eklenerek yavaşça çalkalanır. Alt faz olan su fazı ayrılır.
- Ester fazı olan üst faza ayırma hunisinde 25 mL daha su eklenerek ikinci çekme (ekstraksiyon) işleml uygulanır, su fazı atılır.
- Ester fazı 10mL %5'lik NaHCO<sub>3</sub> çözeltisi ile arka arkaya 5 kez ekstrakte edilir. Ekstraksiyon işleml sırasında ayırma hunisinin dikkatlice çalkalanmasına dikkat edilmelidir. Çünkü nötralizasyonda CO<sub>2</sub> oluşur.
- Ester fazı 2 defa 3 mL'lik tuzlu su ile yıkanır.
- Elde edilen ester erlenin içine boşaltılır, susuz sodyumsülfat veya magnezyum sülfat ilave edilerek 15-20 dk kurutulur.
- Beyaz bantlı süzgeç kağıdı kullanılarak ester süzülür ve hacmi ölçülür.
- Elde edilmesi gereken teorik i-amil asetat ile deney sonucu bulunan i-amil asetat miktarı karşılaştırılıp, %hata hesabı yapılır.

### **Sorular:**

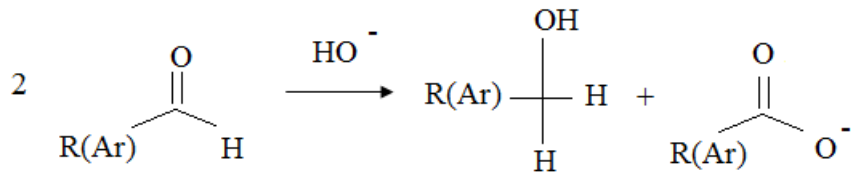
1. Esterleşme reaksiyonları, hangi tür alkoller için uygundur? Açıklayınız.
2. İzoamil alkol hangi tür alkoldür?
3. Deneyde kullanılan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaHCO<sub>3</sub> ve susuz sodyum sülfatın görevi nedir?

## DENEY NO: 7

### DENEY ADI: CANNIZZARO REAKSİYONU

#### Genel Bilgiler:

$\alpha$ -hidrojeni taşımayan aldehitler, değişik bazik ortamda (NaOH veya KOH) kendi molekülleri arasında bir Yükseltgenme-İndirgenme reaksiyonuna uğrar. Aldehitin indirgenme ürünü olan Alkol ve yükseltgenme ürünü Karboksilik Asit oluşur.

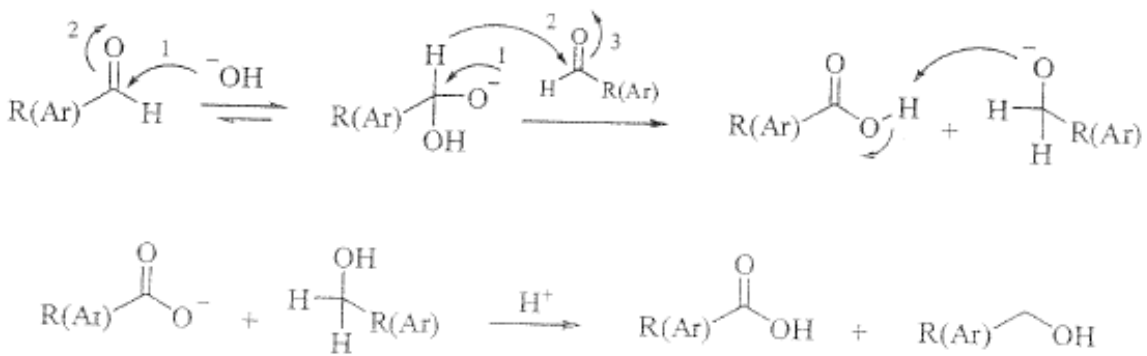


R(Ar) = H veya  $\alpha$ -hidrojeni taşımayan bir grup

İndirgenme ürünü

Yükseltgenme ürünü

cannizzaro reaksiyonu benzaldehit gibi  $\alpha$ -hidrojeni taşımayan aldehitler verir. ( $\alpha$ -hidrojeni taşıyan aldehitler aynı ortamda ALDOL kondenzasyonu verirler.)



### Deneyin Yapılışı:

- Katı partikül halindeki KOH havanda dövülerek parçacık boyutu küçültülür, nem kapmaması için üzeri kapatılır.
- Sırasıyla 1 g KOH, 2 mL su ve 1 mL benzaldehit 50mL'lik erlene konur.
- Erlen ağzı açık bir şekilde emülsiyon oluşuncaya kadar çalkalanır. Yağ damlaları şeklinde emülsiyon oluşur ve erlenin ağzı kapatılarak 1 saat oda sıcaklığında bekletilir.
- 1 saat sonunda erlen içinde oluşan kristal mümkün olduğunca az suda çözülür.
- 0,262g katı  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  eklenerek benzoik asidin sodyum benzoata dönüşmesi sağlanır.
- Oluşan benzil alkol 5 mL eter ile ekstrakte edilir.
- Su fazı (alt faz) 5 mL 5 N'lik HCl ile asitlendirilerek benzoik asit çöktürülür.
- Mavi bantlı süzgeç kağıdı tartılır ve su ile ıslatılarak huniye yapışması sağlanır.
- Çöken benzoik asit süzülerek oda sıcaklığında kurumaya bırakılır ve benzoik asit katı halde elde edilir.
- Süzüntüde etanol ve benzil alkol vardır. Etanol su banyosunda uçurularak, benzil alkol elde edilir.
- Süzgeç kağıdı ve benzoik asit tartılarak %verim hesaplanır.

### Sorular:

1. Çapraz Cannizzaro reaksiyonu nedir? Kaç çeşit ürün oluşur?
2. Deneyde etanol ile benzil alkol hangi özelliğinden yararlanarak ayrılır?

\* Benzaldehitin KOH ile reaksiyonunu, bu reaksiyonun ürününden yola çıkarak sodyum benzoat ve benzil alkol üretim reaksiyonlarını yazınız.

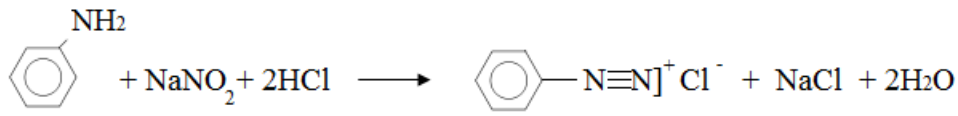
## DENEY NO: 8

### DENEY ADI: BOYAR MADDE (FENİL AZO- $\beta$ -NAFTOL) ELDESİ

#### Genel Bilgiler:

Endüstride kullanılan bir boyar madde sentezi.

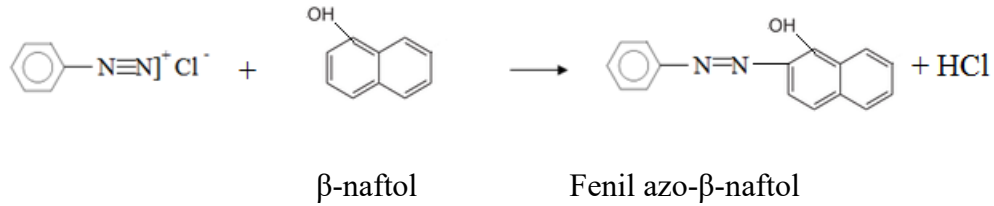
Azo bileşikleri, -N=N- çift bağının iki aromatik halka ile konjugasyonu sonunda oluşup, derin renkli olurlar. Delocalize elektronları yüzünden görünür bölgede ışık absorpsiyonuna yol açarlar.



Anilin

Sodyum nitrit

Benzen diazonyum klorür



$\beta$ -naftol

Fenil azo- $\beta$ -naftol

#### Deneyin Yapılışı:

- 250 mL'lik önceden tartılmış behere, 8 mL saf su ve üzerine 8 mL derişik HCl eklenir.
- Beherin üzeri alüminyum folyo ile kapatılıp küçük bir delik açılarak buradan beher içine termometre yerleştirilir ve beher buz banyosuna alınır.
- Sıcaklık sürekli kontrol edilerek 5°C'nin altına düştüğünde 2,5 g (2,45 mL) anilin damla damla eklenir.
- Beherin ağzı tekrar kapatılarak buz banyosuna yerleştirilir ve sıcaklığın 5 °C'nin altına düşmesi beklenir.
- Başka bir beherde 2 g NaNO<sub>2</sub> 10 mL su içerisinde çözülür, çözmeye sırasında beher bir başka buz banyosunda dışarıdan soğutulur.

- Saf su, HCl ve Anilin içeren beherin sıcaklığı 3 °C olduğunda beher buz banyosundan alınmadan soğuk NaNO<sub>2</sub> çözeltisi damla damla eklenir. Bu sırada NaNO<sub>2</sub> çözeltisi olan beher de buz banyosundan alınmamalıdır.
- Reaksiyon süresince sıcaklık artacağından termometre sürekli kontrol edilmeli ve sıcaklık aralığı yaklaşık 5-8 °C arasında tutulmalıdır. Sıcaklık artışı olduğunda anilin çözeltisi eklemeyi durdurarak, beher içerisine küçük buz parçaları eklenir (en az miktarda eklemek şartıyla) ve sıcaklığın istenen aralığa gelmesi beklenir.
- Reaksiyon karışımı 15-20 dk buz banyosunda bekletilir.
- Başka bir 50 mL'lik beherde 3,90 g β-naftol üzerine 22,5 mL kütlece %10'luk NaOH eklenerek ve β-naftol çözülür. Çözünme gerçekleşmezse karışım sıcak su banyosunda hafifçe ısıtılır. Çözelti elde edildiğinde beher buz banyosuna alınır ve 5 °C'ye soğutulur.
- β-naftol çözeltisi soğuk diazonyum tuzu üzerine damla damla yavaşça eklenir.
- 40 dk boyunca kırmızı renkli fenil azo-β-naftolün çökmesi için beklenir ve karışım beyaz bantlı süzgeç kağıdından (tartımı önceden alınmış) süzülür.
- Süzgeç kağıdı 1 gün oda sıcaklığında bekledikten sonra kuru halde tekrar tartımı alınır.
- Süzme işleminden sonra kalan süzüntüye 2 g sodyum sülfat eklenerek suyu giderilir.
- Beyaz bantlı süzgeç kağıdı ile tekrar süzülen çözeltiliye 20 mL Etil alkol eklenerek kristallendirme yapılır.
- Kristallenmeden sonra, önceden tartımı alınmış beyaz bantlı süzgeç kağıdı ile süzme yapılır. Bir gün oda sıcaklığında bekleyen kuru süzgeç kağıdı tekrar tartılıp, katı kütlesi bulunur.

### **Sorular:**

1. Boya ile boyar madde arasındaki fark nedir?
2. Neden deney sırasında sıcaklık 5 °C altında tutulmalıdır?

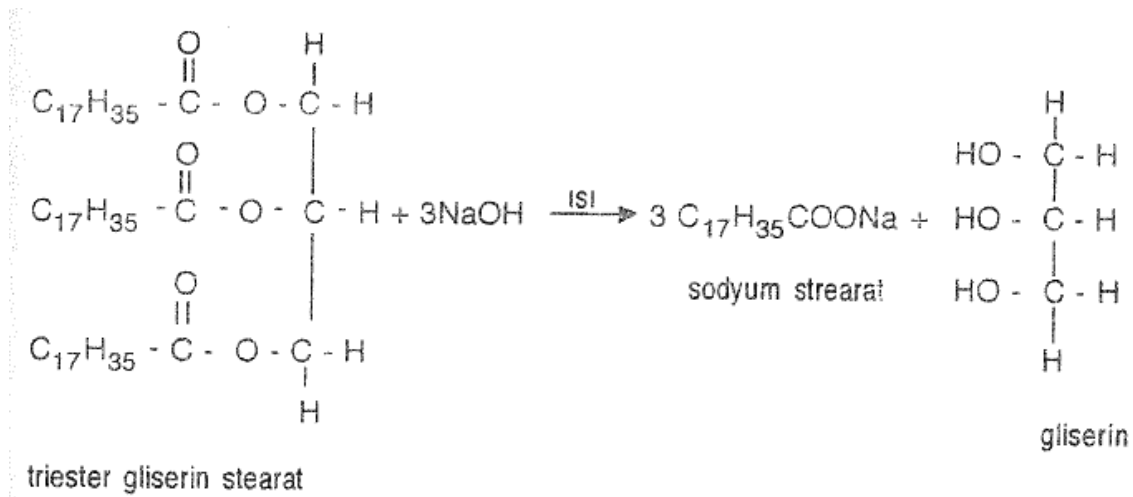
## DENEY NO: 9

### DENEY ADI: SABUN ELDESİ

#### Genel Bilgiler:

Temizlik aracı olarak kullanılan sabun genellikle stearik asit ( $C_{17}H_{35}COOH$ ) veya oleik asit ( $C_{17}H_{33}COOH$ ) gibi uzun zincirli organik asitlerin sodyum tuzu (beyaz sabun) veya potasyum tuzu (arap sabunu) olarak tanımlanır.

Triester gliserin stearat ( $(C_{17}H_{35}COO)_3C_3H_5$ ), NaOH ile kaynatıldığında sodyum stearat (sabun) ve gliserin oluşur.



Belirli bir miktar sabun suda çözülüp standart bir asit çözeltisi ile karıştırıldığında, stearat iyonunun  $H_3O^+$  iyonu ile tepkimeye girmesi sonucunda stearik asit çöker. Çözeltide kalan asitin fazlası standart bir bazla titre edilerek stearat iyonu ile tepkimeye giren  $H_3O^+$  iyonlarının mol sayısı ve buradan da sabun örneğindeki sodyum stearatın mol sayısı saptanabilir. Sodyum stearatın mol kütlesi ve sabun örneğinin kütesinden, örnekteki sodyum sodyum stearat ve su içeriği hesaplanacaktır.

#### Deneyin Yapılışı:

- Başlangıç maddesi olarak bitkisel yağ kullanılabilir. 20 g bitkisel yağ 200 mL'lik erlenmayer içine alınır.
- 20 mL etil alkol ilave edilir. Etil alkolü çözmek ve reaksiyonu hızlandırmak için kullanılmaktadır. Ticari sabun yapımında etil alkol kullanılmaz. Etil alkol ve yağ iki ayrı tabaka oluşturur. Dolayısıyla karışım kuvvetle çalkalanmalıdır.
- 25 ml %20 lik NaOH çözeltisi ilave yapılır.

- Karışım bir cam çubukla karıştırılır ve ısıtıcı üzerinde dikkatlice ısıtılır. Isıtılmaya karışım hamur kıvamına gelinceye kadar devam edilir. Bu yaklaşık 30 dakika kadar sürer. Isıtılma esnasında karıştırılmaya devam edilmelidir.
- Sabun oluşmaya başladığı zaman, köpürmeyi önlemek için çok dikkatli karıştırılmalıdır. Bu hamur sabun ve gliserol karışımıdır.
- Soğutulmaya bırakılır.
- Soğutulduğunda, sabun karışımına 100 mL doymuş NaCl (yemek tuzu) çözeltisi ilave edilir. İyi karıştırılır,  $\text{Na}^+$  ve  $\text{Cl}^-$  iyonları polar su moleküllerine bağlanır ve suyun sabundan ayrılmasına yardım ederler. Bu, sabunun tuzunun giderilmesidir.
- Sabun çözeltisi ve NaCl çözeltisi karıştırıldıktan sonra, sabun nuçe erleni ve nuçe başlığı kullanılarak süzülür.
- Süzme işleminden sonra 25 mL buzlu su ile yıkanır, kurutulur ve tartılır.
- Baziklik Testi: Sabunda kalan aşırı NaOH cildi tahriş edebilir. Hazırlanan sabunun küçük bir parçası 15 mL etilalkolde çözülür ve 2 damla fenolftaleyn indikatörü ilave edilir. İndikatör kırmızıya dönerse çözelti baziktir ve sabunda aşırı NaOH mevcuttur.

## **KAYNAKLAR:**

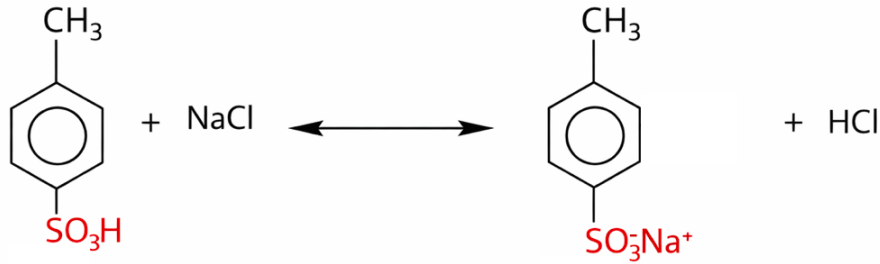
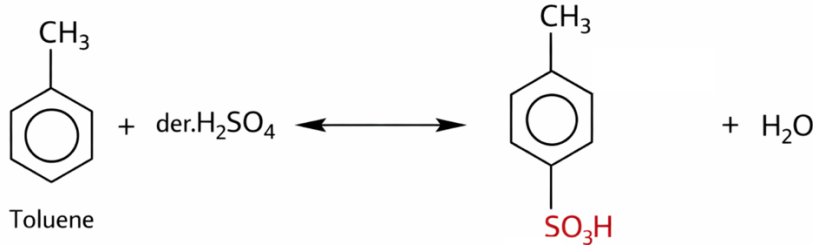
1. Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Organik Kimya Deneyleri Laboratuvar Föyü, Eskişehir, 2008.
2. Hoşgün, Z., Kılıç, M., Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Analitik Kimya Laboratuvarı Deney Föyü, Esk,şehir, 2008.
3. Onur, F., Biryol, İ., Yücesoy, C., Erk, N., Özkan, S., Dermiş, S., Dinç, E., Uslu, B., Yılmaz, N., Ankara Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya Laboratuvarı Deney Föyü, 1999.
4. Soydan, B., Koza, G., Tan, N., Tunca, Ü., Genel Kimya Laboratuvar Kitabı, 4. Baskı, ALFA Basım, 2006.
5. Güler, H., Saraydın, D., Ulusoy, U., Genel Kimya Laboratuvarı, Cumhuriyet Üniversitesi Yayınları, 1993.

## DENEY NO: 11

### DENEY ADI: TOLUENİN SÜLFOLANMASI

#### Genel Bilgiler:

Bu deneyin amacı, aromatik elektrofilik yer değiştirme reaksiyonlarından biri olan sülfolama reaksiyonunu incelemek ve toluenin sülfürik asit ile reaksiyonu sonucu oluşan toluen sülfonik asit izomerlerini elde etmektir.



Benzen ve türevleriyle tepkimeye giren reaktifler elektrofiller olarak bilinen, elektron eksikliği olan türlerdir. Elektrofilik aromatik yer değiştirme tepkimelerinden birisi olan sülfolama, aromatik bir hidrokarbonun sülfürik asidin biraz aşırısı ile tepkimeye girmesiyle gerçekleşir. Bu tepkime elektrofilik aromatik yer değiştirme olarak bilinir ve organik kimyanın temel tepkimelerinden birisidir. Benzen ve türevlerinin bu tür tepkimelerinde aromatik halkaların kararlılığı korunma eğilimindedir. Sülfolamanın nitrolama ve halojenlenmeden farkı nötral kükürt trioksitin elektrofil olarak kullanılmasıdır.

Sülfonik asit, sudaki yüksek çözünürlüğü nedeniyle sulu çözeltilerden serbest halde izole edilemez, bunun yerine sodyum tuzuna çevrilerek elde edilir.

Toluen, -CH<sub>3</sub> grubu taşıması nedeniyle benzenden daha kolay sülfolanır. Toluen, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile 85-95°C'a ısıtılırsa, kolayca sülfonik aside dönüşür. Esas ürün para izomeridir, fakat az oranda orto ve meta izomerleri de oluşur. Reaksiyon sıcaklığı 85-95°C' dir. Daha yüksek sıcaklıklar p- izomerinin oluşmasını kolaylaştırmasına karşılık yan ürün (disülfolama) oranını da artırır.

#### Deneyin Yapılışı:

Hava soğutucusu bağlanmış bir balon içerisine 9,3 g (11 mL) toluen ve 11 mL derişik sülfürik asit dikkatlice ilave edilir. Karışım, belirli aralıklarla çalkalanarak su banyosunda ısıtılır. Bu işlem sırasında sülfürik asidin soğutucu bağlantı kısmına temas etmemesine dikkat edilmelidir. Yaklaşık 45 dakika sonunda tüm toluen reaksiyona girer ve karışım homojen bir çözelti görünümü alır.

Reaksiyon tamamlandıktan sonra elde edilen karışım, önceden hazırlanmış ve içerisinde 75 mL su bulunan bir beher içerisine sürekli karıştırma altında yavaşça eklenir. Ardından çözeltiye 25 g sodyum klorür ilave edilir. Beher, bir saat camı ile kapatılarak sodyum klorür tamamen çözünene kadar ısıtılır.

Elde edilen sıcak çözelti, bir huni yardımıyla erlenmayer içerisine süzülür. Süzüntü oda sıcaklığında bekletilerek sodyum p-toluen sülfonat kristallerinin oluşması sağlanır. Bu aşamada aşırı doygunluk gözlenebilir. Eğer kristallenme kendiliğinden başlamazsa, beherin iç yüzeyi bir cam baget ile çizilerek kristallenme teşvik edilir.

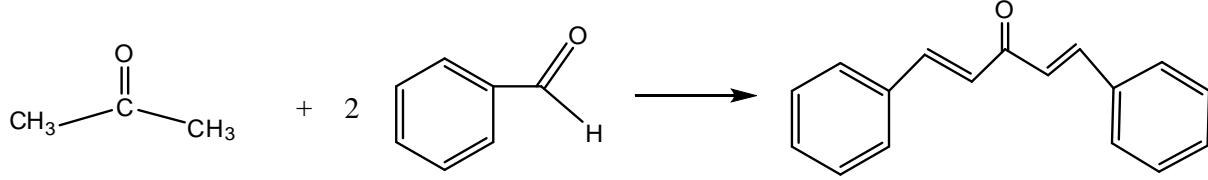
Kristallenme başladıktan sonra sistem en az 30 dakika oda sıcaklığında bekletilir. Oluşan kristaller, vakum filtrasyonu (su trompu) ile süzülür ve yaklaşık 15 mL etanol ile yıkanır. Son olarak kristaller bir saat camı üzerine alınarak kurumaya bırakılır.

### **Sorular:**

- Elektrofilik aromatik yer değiştirme reaksiyonlarının genel özelliklerini açıklayınız.
- Toluenin sülfolanması neden su banyosunda yapılır?
- Toluen yerine benzen kullanılsaydı reaksiyon hızı ve ürün dağılımı nasıl değişirdi? Açıklayınız.

## DENEY SAYISI: 11

### DENEYİN ADI: DİBENZALASETON SENTEZİ (Kondensasyon tepkimesi)



1 g sodyum hidroksiti 5 ml suda çözerek üzerine 5 ml (%95'lik) etanol ekleyin ve çözeltiyi 20-25°C' ye kadar soğutun. 0,58 g ( 0,73 ml) aseton ve ardından 2,12 g (2,1 ml) benzaldehiti çözeltiye ekleyin, gerekirse sıcaklığı 20-25°C'de tutmak için soğutun. Çözelti turuncudan sarıya dönecek ve topaklanmış sarı çökelekler halinde ürün oluşacaktır. Ara sıra karıştırarak 15 dk beledikten sonra karışım soğutulur. Çökelek Nuçe hunisinden emmeyle ( vakum uygulanarak) süzülür.(EN: 112-113°C)

**NOT:** Dibenzalaseton cildi tahriş eder. Çalışırken eldiven takılması uygun olur. Eğer cilt tahriş olmuşsa su veya seyreltik sodyum bikarbonat çözeltisiyle iyice yıkanmalıdır.

### İkinci YÖNTEM:

**Kondenzasyon reaksiyonları**, çoğu kez su gibi küçük bir molekülün ayrılmasıyla iki yada daha fazla molekülün daha büyük bir molekül oluşturacak biçimde birleştiği reaksiyonlardır.

Bilinen kondenzasyon reaksiyonları aşağıda sınıflandırılmıştır.

**1. Aldol Kondenzasyonları:** Bir aldehit sulu NaOH gibi bir bazla etkileştirildiğinde, meydana gelen enolat iyonu ikinci aldehit molekülünün karbonil grubuyla reaksiyona girebilir. Sonuçta, bir aldehit molekülü ikinci aldehit molekülüne katılmış olur. Bu reaksiyona aldolleşme yada aldol kondenzasyon reaksiyonu denir. 'Aldol' kelimesi aldehit ve alkol kelimelerinden türetilmiştir ve bir B-hidroksi aldehit olan ürünü tanımlar. Bu reaksiyondabirleşmeninolabilmesi için aldehit molekülününa-hidrojeni içermesigerekir.

**2. Çapraz Aldol Kondenzasyonları:** Alfa hidrojeni olmayan bir aldehit enolat iyonu oluşturamaz ve böylece aldol kondenzasyonu ile dimerleşemez. Ancak, böyle bir aldehita-hidrojeni olan bir başka aldehit ile karıştırılırsa ikisi arasında bir kondenzasyon reaksiyonu meydana gelebilir. Bu reaksiyona çapraz aldol kondenzasyonu denir. Çapraz aldol kondenzasyonu, karbonil bileşiklerinden yalnız biri a-hidrojenine sahip olduğu zaman oluşan ürün sayısı iki ile sınırlı kalırken aksi durumda daha çok sayıda ürün karışımı meydana gelir.

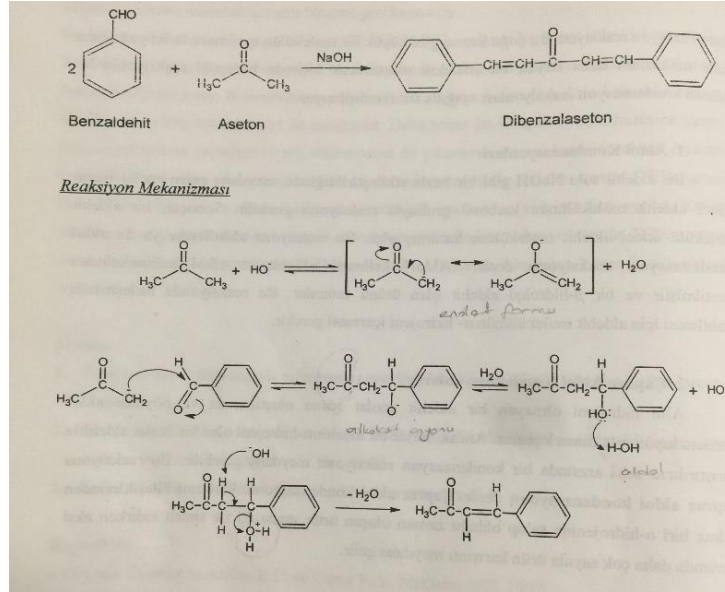
**3. Claisen-Schmidt Tepkimeleri:** Kullanılan karbonil bileşenlerden birisinin keton olduğu çapraz aldol reaksiyonlarına Claisen-Schmidt reaksiyonları adı verilir. Bu

reaksiyonda sodyum hidroksit baz olarak kullanılır. Ketonlar, kendi kendilerine yeterli kondenzasyon yapamadıklarından, reaksiyon sırasında ürün karışımı beklenmez ve bu özellikleri nedeniyle Claisen-Schmidt reaksiyonları sentetik uygulamalarda çok kullanışlıdır.

## Deneme

### Kimyasallar ve Malzemeler

100ml'lik beher, benzaldehit, 50ml'lik erlen, izopropil alkol, baget, NaOH



### Toplu Reaksiyon Denklemi

### Deneyin Yapılışı

50 mL'lik bir erlene soğuk NaOH çözeltisi (0.8g NaOH 7 mL suda çözülür) ve 6 ml izopropil alkol konur\* ve 20-25 °C de devamlı karıştırılarak benzaldehit (taze damıtılmış, 0.8 mL) in asetondaki (0.3 mL) çözeltisinin yarısı katılır.2-3dk sonra diğer yarısı da katılarak 30 dk karıştırılır. 30dk sonra çöken kristaller süzülür, soğuk suyla yıkanır ve oda sıcaklığında kurutulur. Ham dibenzalaseton etil asetatla kristallendirilir, EN: 112 °C.

\*Benzaldehidi çözmeye ve başta oluşan benzalasetonu çözeltide bırakmaya yetecek kadari zopropil alkol kullanılmalıdır ki oluşan benzalaseton, ikinci bir benzaldehit molekülü ile etkileşebilsin.

### Sorular

1. Aldol kondenzasyonlarında başlangıç maddesinin aldehit değilde keton olması reaksiyon hızını nasıl etkiler?
2. Aşağıdaki aldehitlerin aldol kondenzasyonu ürünlerinin yapılarını yazınız.  
a) Pentanal b) 2-Metil bütanal

### Kaynaklar

- Organic Chemistry, Atkins R.C.ve Carey F.A.,McGraw-Hill,1997.
- [https://depo.btu.edu.tr/dosyalar/kimyamuh/Dosyalar/Dibenzalaseton%20deney%20föyü\(1\).pdf](https://depo.btu.edu.tr/dosyalar/kimyamuh/Dosyalar/Dibenzalaseton%20deney%20föyü(1).pdf).
- Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Organik Lab. II Deney Föyü, Prof. Dr. GÜLDEREN UYSAL AKKUŞ
- 

