



ORGANİK KİMYA LABORATUVARI



Prof. Dr. Nüket ÖCAL SUNGUROĞLU

Prof. Dr. Belkız BİLGİN ERAN

Prof. Dr. Çiğdem YOLAÇAN

Prof. Dr. Lokman TORUN

Doç. Dr. Kadir TURHAN

Dr. Erdoğan KİRPİ

Dr. Fatma Tülay TUĞCU

Prof. Dr. Zuhall TURGUT

Prof. Dr. Feray AYDOĞAN

Prof. Dr. Metin TÖLÜ

Prof. Dr. Hale OCAK

Doç. Dr. Ömer Tahir GÖNKARA

Doç. Dr. Çiğdem YÖRÜR GÖRECI

Dr. Gürkan KARANLIK

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI

LABORATUVAR KILAVUZU

2024-2025 Güz Dönemi

Dersin Sorumlusu

Prof. Dr. Çiğdem YOLAÇAN

Prof. Dr. Metin TÜLÜ

Laboratuvar Yürütücüleri

Arş. Gör. Dr. Erdoğan KİRPİ

Arş. Gör. Dr. Büşra ARVAS

Arş. Gör. Fatma Şayan POYRAZ

Arş. Gör. Emre AKTAŞ

LABORATUVAR HAFTALIK PROGRAMI

Hafta	Konular	Ön Hazırlık
1	Dersin İşleyişine Yönelik Bilgilendirme, Laboratuvar Tanıtımı ve Deney Gruplarının Belirlenmesi	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
2	Güvenlik Protokolleri ve Organik Laboratuvar Ekipmanları Tanıtımı	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
3	Ayrırma ve Saflaştırma İşlemleri – 1	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
4	Ayrırma ve Saflaştırma İşlemleri – 2	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
5	Aspirin Sentezi	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
6	İyodoform Deneyi	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
7	Sabun Sentezi	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
8	Ara Sınav 1	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
9	Hippürik Asid	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
10	İzoamil Asetat -1	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
11	İzoamil Asetat -2	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
12	Ara Sınav 2	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
13	Telafi Deney Haftası	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
14	Telafi Deney Haftası	Organik Kimya Laboratuvar Föyü
15	Final	Organik Kimya Laboratuvar Föyü

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI

ÖĞRENCİ BİLGİLERİ		FOTOĞRAF
ADI-SOYADI	ÖĞRENCİ NO	
e-posta	Gsm No	
Laboratuvar Asistanı	Laboratuvarın Yapıldığı Dönem	

DENEY NO	DENEY ADI	DENEY TARİHİ	e.n / k.n (°C)	% VERİM	İMZA
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
Laboratuvarı Bitirme Tarihi:			ONAY:		

BEYAN

ADI-SOYADI:

ÖĞRENCİ NUMARASI:

Organik Kimya Laboratuvarındaki güvenlik kuralları hakkında laboratuvar asistanları tarafından bilgilendirilmiş bulunmaktayım. Ayrıca, güvenlik kurallarına uymamam durumunda, laboratuvar da karşılaşacağım olası tehlikelerle ilgili uyarıldım. Kişisel güvenliğin önemini anladım ve organik kimya laboratuvarında her zaman kişisel korunma amacıyla **laboratuvar gözlüğü**, **laboratuvar önlüğü** ve **eldiven** giymem gerektiğini biliyorum. Güvenlik kurallarını ihlal etmem durumunda, olası laboratuvar kazalarının tüm sorumluluğunu kabul ediyorum.

Güvenlik kurallarına uymadığım takdirde doğacak herhangi bir zarardan, organik kimya laboratuvarı hocalarını sorumlu tutmayacağımı beyan ederim.

Tarih:

Yer: Organik Kimya Laboratuvarı

İmza:

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

1 Laboratuvardaki Genel Kurallar.....	1
2 Laboratuvardaki Güvenlik Kuralları.....	2
3 Organik Laboratuvarı Ekipmanları ve Temel İşlemler.....	3
3.1 Laboratuvar Araç-Gereçleri.....	3
3.2 Katılar ve Sıvıların Ölçülmesi ve Aktarılması.....	5
3.3 Isıtma ve Soğutma Yöntemleri	6
3.3.1 Isıtma	6
3.3.2 Soğutma	7
4 Ayırma ve Saflaştırma Teknikleri.....	8
4.1 Kristalizasyon	8
4.2 Süzme	12
4.2.1 Yer Çekimiyle Süzme.....	12
4.2.2 Vakumla Süzme.....	13
4.3 Dekantasyon	14
4.4 Destilasyon	15
4.4.1 Basit (Adi) Destilasyon.....	16
4.4.2 Fraksiyonlu Destilasyon	17
4.4.3 Buhar Destilasyonu.....	18
4.4.4 Vakum Destilasyonu.....	19
4.5 Ekstraksiyon	20
4.6 Kurutma	22
5 Yüzde Verim Hesabı ve Erime Noktası Tayini	22
5.1 Yüzde Verim Hesabı	22
5.2 Erime Noktası Tayini.....	23
6 Organik Kimya Laboratuvarı Deneyleri.....	25
6.1 Aspirin Sentezi.....	25
6.2 İyodoform.....	28
6.3 Sabun	31
6.4 Hippürik Asid	36
6.5 İzooamil Asetat.....	40

1. LABORATUVARDAKİ GENEL KURALLAR

1. Laboratuvarda **laboratuvar gözlüğü, önlüğü ve eldiveni** her zaman giyilmelidir.
2. Uzun saçın kolaylıkla ateşe maruz kalmasından ötürü, saçlar bir saç bandıyla toplanmalıdır.
3. Deney dikkatle okunmalı, tüm detaylar çalışılmalı ve laboratuvar öncesi verilen ödevler zamanında yapılmalıdır.
4. Laboratuvar oturumu başlamadan önce, o günün deneyiyle ilgili güvenlik kuralları bilinmelidir. Eğer herhangi bir prosedür hakkında şüpheniz varsa, laboratuvarda hazırlıklara başlamadan önce laboratuvar hocanıza danışınız.
5. Bütün deneylerin sonuçları, laboratuvar defterine kaydedilmelidir. Deney sonunda verim hesaplanmalıdır. Erime noktası, kaynama noktası, ürünün fiziksel görünüşü, verim, vb. içeren sonuçlar kısa bir özet halinde not edilmeli ve laboratuvar hocanızın onayına sunulmalıdır. Sonuçlar laboratuvar hocanız tarafından onaylanırsa ancak, laboratuvarda bir sonraki deneye geçebilirsiniz.
6. Her zaman tam zamanında laboratuvarda olunuz. Laboratuvarda asla yüksek sesle konuşmayınız, koşmayınız ve arkadaşlarınızla şakalaşmayınız. Laboratuvar hocanızı sessizce bekleyiniz.
7. Laboratuvarda yemek, içmek, sakız çiğnemek ve sigara içmek kesinlikle yasaktır.
8. Acil durum dışında, laboratuvarda deney esnasında cep telefonu kullanılması yasaktır.
9. Laboratuvara asla kişisel eşyalarınızı (palto, sırt çantası, el çantası, vb.), yiyecek ve içecek getirmeyiniz. Laboratuvar oturumu boyunca, kişisel eşyalarınızı saklamak için laboratuvar dışında bulunan dolapları kullanınız.
10. Atık kimyasallar laboratuvar hocanızın size tarif ettiği şekilde uzaklaştırılmalıdır. Bu amaç için, organik kimya laboratuvarında özel bidonlar bulunmaktadır. Hiçbir sıvı kimyasal lavaboya dökmeyiniz ve kağıt, kırık cam malzeme ya da katı kimyasal lavaboya bırakmayınız. Kırık cam malzemelerinizi cam atık toplama kabına atınız.
11. Deney için sadece ihtiyaç duyulan miktarda madde alınız. Hiçbir reaktif şişesini tezgahınıza taşımayınız. Tüm şişe ve ekipmanları tekrar ait oldukları rafa bırakınız. Her zaman terazileri temiz tutunuz ve asla yerlerinden oynatmayınız.
12. Laboratuvar deneyinin sonunda, tezgahınızı temizleyiniz ve kurulayınız.
13. Çalıştığınız alandan ayrılmadan önce, gaz ve su musluklarını kapatınız, kullandığınız cihazın fişini çekiniz.
14. Laboratuvar sonunda, eldivenlerinizi çıkarıp atınız ve ellerinizi muhakkak yıkayınız.

2. LABORATUVARDAKİ GÜVENLİK KURALLARI

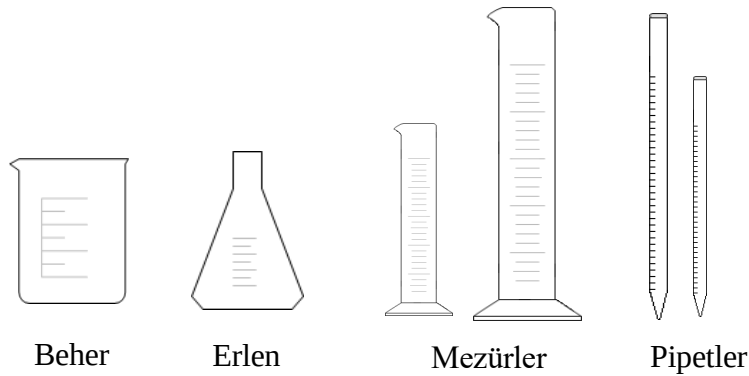
1. Isıtma ya da reaksiyon sırasında deneyin başından ayrılmayınız.
2. Bütün kimyasal dökülmelerini derhal laboratuvar hocanıza haber veriniz. Eğer herhangi bir kimyasal cildinize dökülür ya da sıçrarsa, bol su ile maruz kalan bölgeyi derhal yıkayınız.
3. Eğer asit ya da baz cildinize ya da kıyafetinize dökülürse, maruz kalan bölgeyi suyla yıkayınız ve sonra asidi seyreltik amonyaklı suyla ya da sodyum bikarbonat çözeltisiyle nötralize ediniz. Dökülen baz ise seyreltik asetik asitle nötralize ediniz. Sonra seyreltilmiş sodyum bikarbonat çözeltisiyle yıkayınız. Eğer dökülen kimyasalı nasıl nötralize edeceğinizden emin değilseniz, derhal laboratuvar hocanıza danışınız.
4. Deneyde kullanılan kimyasalların etiketlerini her zaman dikkatlice okuyunuz. Asla etiketsiz şişelerden reaktif kullanmayınız. Eğer reaktif hakkında şüphe içindeyseniz, doğru olup olmadığını anlamak için laboratuvar hocanıza danışınız.
5. Asla çıplak elle kırık cam malzemeyi toplamayınız. Fırça ve faraş kullanarak toplayınız ve sonra kırık cam kutusuna boşaltınız. Asla kırılmış camları çöp tenekesine koymayınız.
6. Her zaman yanınızdaki arkadaşınızın ne yaptığından haberdar olunuz. Çoğunlukla, bir kazanın meydana geldiği yerin yakınında duran öğrenciler laboratuvarda yaralanır. Eğer bir yaralanma meydana gelirse, küçüklüğünü önemsemeden derhal laboratuvar hocanıza haber verilmelidir.
7. Asla laboratuvarda yalnız çalışmayınız. Acil durumda yardıma ihtiyacınız olduğunda, yalnız olmak yaşamı tehdit edici olabilir.
8. Direkt olarak gazları solumayınız. Zehirli ya da tahriş edici gazlar için çeker ocak kullanılmalıdır. Eğer birisi kimyasal gazlardan ötürü laboratuvar oturumu esnasında bilinç kaybına uğrarsa, derhal bu durumu laboratuvar hocanıza haber veriniz.
9. Laboratuvarda asla herhangi bir kimyasalı tatmayınız veya koklamayınız. Bütün kimyasal maddelerin zehirli olduğunu unutmayınız.
10. Asidleri seyreltmek için, her zaman yavaş bir şekilde, suyun içine asidi dökünüz. Asla, konsantre asidi suya dökmeyiniz.
11. Eğer termometre kırılırsa, derhal laboratuvar hocanıza durumu bildiriniz. Civanın insan vücudu için ciddi tehlike oluşturması sebebiyle, dökülen civa derhal temizlenmelidir. Buharları odada toplanır ve havada tehlikeli konsantrasyona ulaşır. Ağır metal zehirlenmesine maruz kalmak, ciddi sağlık problemlerine yol açar.
12. Cam bir boruyu lastik bir tıpayı sokarken, ellerinizi korumak için her zaman bez bir havlu kullanınız. Cam yağ ile nemlendirilmiş olmalıdır.

- 13.** Sıvı kimyasalları alma işleminde her bir reaktif şişesi içine ayrı ayrı pipet kullanılmalıdır.
- 14.** Laboratuvar deneyine başlamadan önce, cam eşyanızda çatlak olup olmadığını kontrol ediniz. Eğer kırık ya da çatlak olan hasar görmüş bir cam malzemeye sahipseniz, ısıtma işleminde asla bu malzemeyi kullanmayınız.
- 15.** Isıtma işlemi sonrasında, cam malzemeyi (beher, balon, vb.) ellemeden önce soğumaya bırakınız.
- 16.** Asla uçucu ya da çabuk tutuşan sıvının (ör. dietil eter) yakınında açık alev kullanmayınız. Eğer bir beher ya da diğer kaplar içinde tutuşma meydana gelirse, havlu, yangın battaniyesi ya da alev-geciktirici bir eşya ile üzerini örtünüz. Bazı kimyasalların suyla reaksiyona girmesi ve patlamaya sebep olması gerçeği nedeniyle, asla kimyasal kaynaklı yangını söndürmek için su kullanmayınız. Eğer kıyafetiniz tutuşursa, laboratuvardaki hocanızın dikkatini çekmek için çığlık atınız ve yangın battaniyesi (varsa) ya da emniyet duşunu derhal kullanınız. Laboratuvarda yangın söndürücülerin ve diğer acil durum ekipmanlarının yerini her zaman bilmelisiniz. Büyük bir yangın durumunda, laboratuvar hocalarınız laboratuvarın tahliyesine karar verecektir. Lütfen acil durumda bütün talimatlara uyunuz.

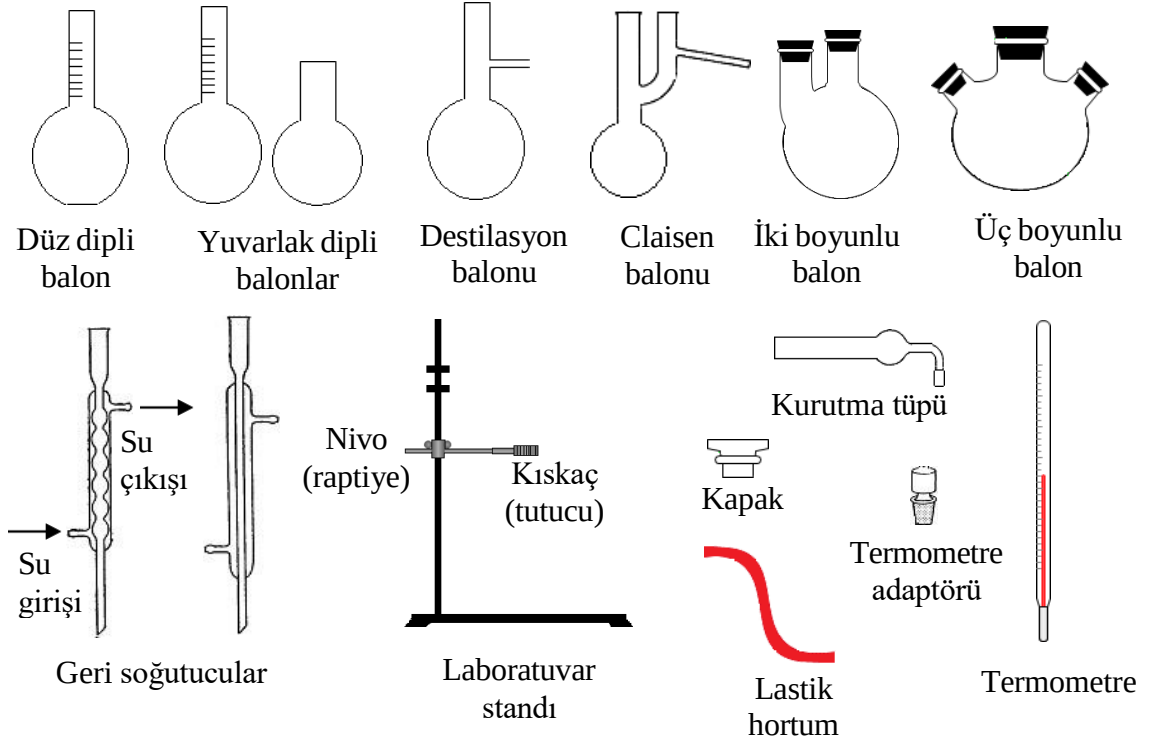
3. ORGANİK LABORATUVARI EKİPMANLARI VE TEMEL İŞLEMLER

3.1 LABORATUVAR ARAÇ-GEREÇLERİ

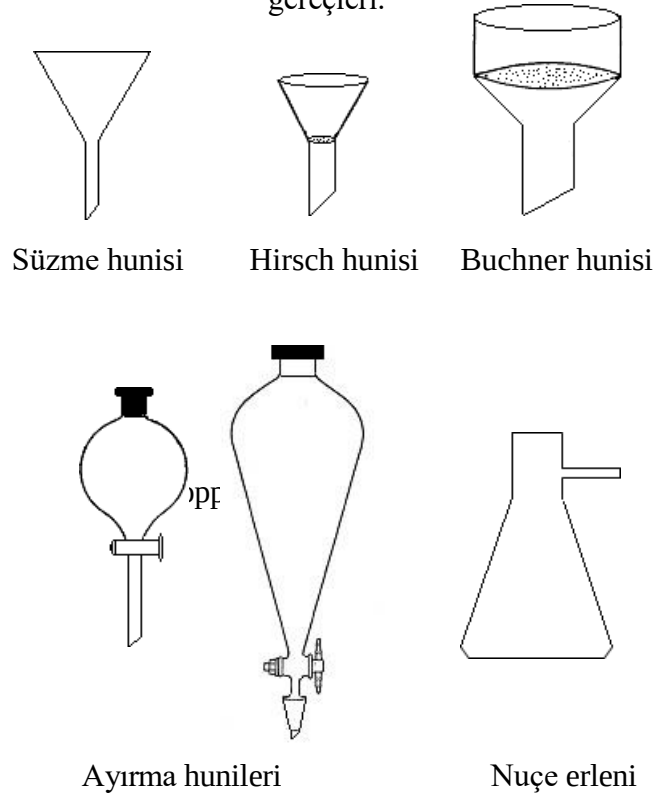
Laboratuvar deneylerimiz esnasında en çok kullanılan temel laboratuvar ekipmanları Şekil 3.1-3.3'de gösterilmiştir. Deneye başlamadan önce, bütün cam eşyamızın temiz olduğundan ve çatlak içermediğinden emin olunuz. Organik reaksiyonların sonunda yüksek verimle ürün elde etmek için, temiz ve kuru cam eşyanın kullanılması gerekir. Laboratuvar deneyi sırasında temizleme ve kurulama işlemlerine vakit harcamamak için, her zaman laboratuvar deneyi sonunda bütün cam malzemelerinizi temizleyiniz. Böylece, cam malzemeleriniz bir sonraki laboratuvar deneyinde kullanmak üzere hazır olacaktır.



Şekil 3.1 Sıvıların haciminin ölçümü ve aktarımında kullanılan çeşitli cam malzemeler.



Şekil 3.2 Reaksiyon düzeneğinde kullanılan çeşitli cam malzemeler ve laboratuvar araç-gereçleri.



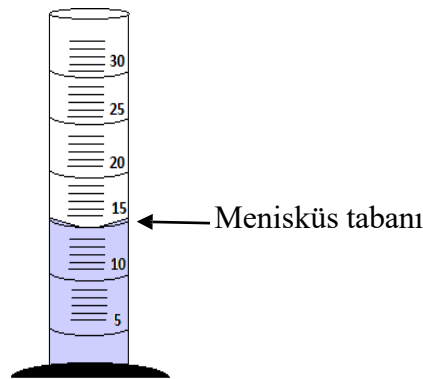
Şekil 3.3 Ayırma ve saflaştırma işlemlerinde kullanılan çeşitli laboratuvar araç-gereçleri.

3.2 KATILAR VE SIVILARIN ÖLÇÜLMESİ VE AKTARILMASI

Laboratuvardaki elektronik teraziler reaktiflerin kütlesini ölçmek için kullanılırlar. Elektronik terazilerin korozyona karşı aşırı hassasiyetinden dolayı, tartım enasında bir parça kağıt ya da beher, balon veya saat camı gibi cam malzemeler kullanılmalıdır. Hiçbir reaktif asla terazinin tartım tepsisi üzerinde direkt olarak tartılmamalıdır.

Katı reaktifleri tartım kabına koymadan önce, teraziyi sıfıra ayarlamak için tartım butonuna öncelikle basınız. Sonra, kabı terazinin tepsisi üzerine yerleştiriniz ve defterinize kabın ağırlığını kaydediniz. Bu ağırlık '*dara kütlesi*' olarak adlandırılır. Katı reaktifi tartmak için, numuneyi eklemeyen önce kabın dara kütlesi tartım butonuna basmakla hesaptan çıkarılabilir. Sonra istenen kütle terazinin ekranında görülünceye kadar, katı reaktif spatula kullanarak kaba eklenir. Son olarak; tartılan katı reaktif, bir huni yardımıyla reaksiyon kabına aktarılır.^{1,2}

Benzer şekilde, sıvı reaktifleri tartmak için, kabın kütlesi kaydedilmelidir veya sıvı kaba konmadan önce terazinin tartım butonu kullanılarak kabın kütlesi hesaptan düşülmelidir. Hacim işaretlerine sahip mezürler, pipetler, şırıngalar, beherler ve balonlar sıvıların hacminin ölçülmesinde kullanılırlar. Şırıngalar, mikro ölçekte reaksiyonlarda düşük hacimli reaktifleri ölçmek için kullanışlı olurken, mezürler, beherler ve balonlar mini ölçekte reaksiyona girecek sıvı reaktiflerin ölçülmesi için yeterli hassasiyete ve doğruluğa sahip değildir. Üzerlerindeki hacim işaretleri yaklaşık hacmin belirlenmesinde yeterli olabilmektedir. Ayrıca, reaksiyonda kullanılacak olan çözücülerin miktarının ölçümü için de bu cam malzemeler kullanılabilirler. Mezürdeki çözücünün hacmi, menisküsün tabanının okunmasıyla belirlenir (bkz. Şekil 3.4).



Şekil 3.4 Mezürdeki sıvının hacminin okunması.

3.3 ISITMA VE SOĞUTMA YÖNTEMLERİ

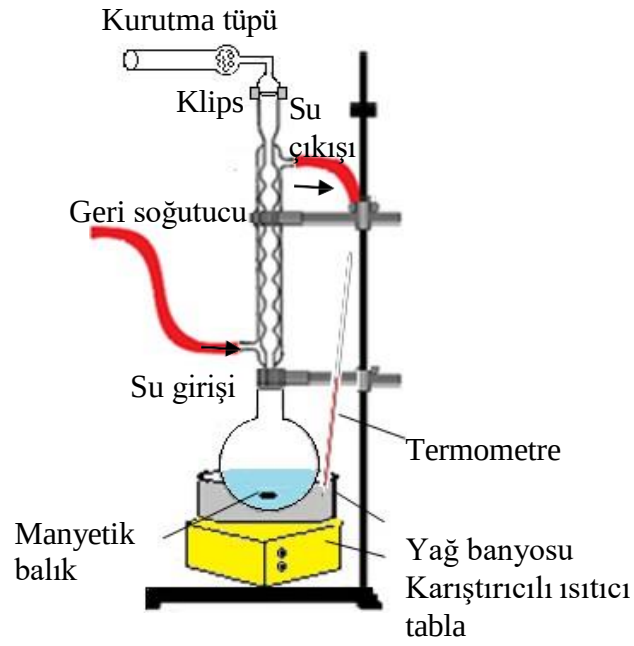
3.3.1 ISITMA

Çoğu organik reaksiyon genellikle devamlı bir ısıtma ve karıştırma işlemine ihtiyaç duyar. Bir reaksiyonun ısıtma işleminde, çözücü buharlarını yakalamak ve reaksiyon balonuna çözücünün geri dönmesini sağlamak için geri soğutucu kullanılır. Geri soğutucu yuvarlak dipli balona takılır ve düzeneği sağlamlaştırmak amacıyla bir laboratuvar standına bağlanmış kıskaçlara tutturulur. Sıvıların ısıtılması sırasında, reaksiyon kabı içerisinde buhar meydana gelebilir. Sıçrama, sıvının ısıtılması öncesinde kaynama taşı eklenmesi ya da ısınma sırasında mekanik karıştırmayla önlenir.

Karıştırıcı ısıtıcı tabla ve ısıtma mantoları laboratuvarlarda sıklıkla kullanılan ısıtma cihazlarıdır. Isıtma mantoları yuvarlak dipli balonların yerleştirilmesi için uygun bir şekile sahip iken, ısıtıcı tablalar ise beher, erlen gibi düz dipli kapların ve su banyoları, yağ banyoları ya da kum banyolarının ısıtılması için uygundur.

Reaksiyon kabının etrafının eşit bir şekilde ısıtılması, organik reaksiyonlarda yüksek verimlerin eldesi için oldukça önemlidir. Karıştırıcı ısıtıcı tablanın sakıncalarından biri, ısı dağılımının balonun yüzeyinde özdeş olmamasıdır. Isıtıcı tablanın direkt olarak temas halinde olduğu yüzey, daha çok ısınır. Kum banyosu, yağ banyosu ya da su banyosu daha özdeş ve devamlı olan bir ısıtma sağlar. Reaksiyon kabı bu banyolar içine daldırılır ve sonra karıştırıcı ısıtıcı tabla kullanarak ısıtılır. Reaksiyon kabının ısınma derecesi, ısıtıcı tablanın kontrol düğmesiyle ayarlanabilir. Bununla beraber, kum banyolarının ısı iletkenliği düşüktür ve kum banyolarında sıcaklık kontrolü zayıftır. Kumun derinliğine bağlı olarak, sıcaklık yükselme veya düşme gösterir. Kumun tabanında sıcaklık en yüksek iken, üst yüzeye yakın yerlerde sıcaklık en düşüktür. Bu nedenle; laboratuvarlarda kum banyoları yerine, genellikle su veya yağ banyolarının kullanımı tavsiye edilir. Su veya yağ banyosunun manyetik karıştırılması kararlı, düzgün bir sıcaklık sağlar. Su banyoları 100 °C'nin aşağısındaki sıcaklıklarla sınırlanmıştır. 100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklar için, genellikle yağ banyoları (parafin, gliserol, silikon, vb.) kullanılır. Yağ banyoları her zaman çeker ocak içerisinde kullanılmalıdır. Banyonun içerisine yerleştirilen bir termometre, su ya da yağ banyosunun sıcaklığını izlemeyi sağlar (bkz. Şekil 3.5).

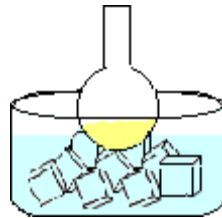
Organik bileşiklerin uçucu buharlarının havayla buluştuğunda kolayca tutuşması gerçeği nedeniyle, laboratuvarlarda bunsen bekinin kullanımı son derece tehlikelidir. Organik laboratuvarında her zaman açık alev kullanımından sakınılmalıdır^{1,2}.



Şekil 3.5 Isıtma için reaksiyon düzeneği.

3.3.2 SOĞUTMA

Bazı organik reaksiyonlar düşük sıcaklıklara ihtiyaç duyarlar. Soğutma banyolarının kullanımıyla, laboratuvar sıcaklığının altında sıcaklıklar elde edilir. 0-5 °C'de sıcaklıkları tutmak için kırık buz parçaları kullanılır. Organik laboratuvarında genellikle, kristallendirme basamağında buna başvurulur. Kırık buz parçalarının bulunduğu kaba yeter miktarda su eklenmesi, buz ve reaksiyon kabı arasındaki artan temas nedeniyle etkili bir soğuma sağlar (bkz. Şekil 3.6). 0 °C altındaki sıcaklıklar, buz-su karışımına sodyum klorürün eklenmesiyle elde edilir. Buz tuz karışımları genellikle -5°C'den, -18 °C'ye değişen sıcaklıklar sağlar. Katı karbondioksit (kuru buz) ve aseton karışımı ise, -70 °C civarındaki düşük sıcaklıklara varmak için kullanılır. Böyle bir durumda, kuru buz/asetondan oluşan soğutma banyosu, bir Dewar kabı içerisinde hazırlanmalıdır^{1,2}.



Şekil 3.6 Buz banyosu.

4. AYIRMA VE SAFLAŞTIRMA TEKNİKLERİ

4.1 KRİSTALİZASYON

Kristalizasyon; anorganik maddeler, yan ürünler vb. safsızlıkları ham üründen uzaklaştırmak ve saf kristalleri elde etmek için kullanılan bir saflaştırma yöntemidir. Kristalizasyon işleminde, katı madde sıcak çözücü içerisinde çözülür ve sonra yavaş yavaş soğumaya bırakılır. Çözünen bileşik kristal formda ayrılır.

Kristalizasyon yönteminde uygun çözücünün seçiminde saflaştırmayı başarılı bir şekilde gerçekleştirmek çok önemlidir. En uygun çözücüyü bulmak için, birkaç önemli nokta gözönüne alınmalıdır:

1) Kristalizasyon çözücüsünün yapısı ve katının çözünebilirliği arasındaki ilişki dikkate alınmalıdır. Bu '*benzer benzeri çözer*' olarak ifade edilir. Çözücünün ve katının polaritesi benzer olmalıdır. Polar bir madde, polar çözücülerde daha fazla çözünebilir ve apolar çözücülerde çözünebilirlik daha düşüktür.

2) Kristalizasyon için kullanılacak çözücü, hızlıca buharlaşmalı ve kristallerden kolaylıkla ayrılmalıdır. Kristalizasyon çözücülerinin kaynama noktası 100°C'nin altında olmalıdır. Dietil eter, hekzan gibi bazı çözücüler oldukça yanıcıdır. Bu nedenle, bu tür çözücüler asla alev ya da ısıtıcı tabla kullanarak buharlaştırılmamalıdır. Isıtma için su banyosu kullanılmalıdır.

3) Çözücü sıcakken katıyı çözmeli, fakat soğuk iken çözmemelidir. Bu sıcak çözücüde katının maksimum çözünürlüğe, soğuk çözücüde minimum çözünürlüğe sahip olduğu anlamına gelmektedir. Başlıca ham ürün sıcak çözeltide çözündüğünde; yan ürünler, filtre-lifi anorganik bileşikler gibi safsızlıklar, sıcak çözeltide çözünmez olduklarından dolayı süzmeyle ayrılırlar.

4) Çözücü yanıcı, toksik ve pahalı olmamalıdır.

Organik kimya laboratuvarında çoğunlukla kullanılan kristallendirme çözücüleri Tablo 4.1'de gösterilmiştir. Etanol ve metanol suyla karışabilirlikleri ve yüksek polariteleri nedeniyle kristallendirmede sıklıkla kullanılırlar. Dietil eterin ise, düşük kaynama noktası ve yüksek yanıcılığı, güvenlik nedeniyle laboratuvarında kullanımını sınırlandırmaktadır.

Tablo 4.1 Kristallendirmede kullanılan bazı çözücüler.

Çözücü	Kaynama Noktası (°C)	Suda Karışabilirlik	Özellikler
Dietil eter	35	-	Yüksek yanıcılık
Metilen klorür	39,6	-	Yanıcı değil; buharları toksik
Aseton	56	+	Oldukça seyreltik değilse, yüksek yanıcılık
Kloroform	61	-	Yanıcı değil; buharları toksik
Metanol	65	+	Yanıcı; zehirli
Hekzan	69	-	Yüksek yanıcılık
Karbon tetraklorür	77	-	Yanıcı değil; buharları toksik
Etil asetat	77	-	Yanıcı
Etanol	78,5	+	Yanıcı
Sikloheksan	80,6	-	Yüksek yanıcılık
Su	100		-

Katı bileşiği kristallendirmek için izlenmesi gereken üç ana basamak aşağıda verilmiştir:

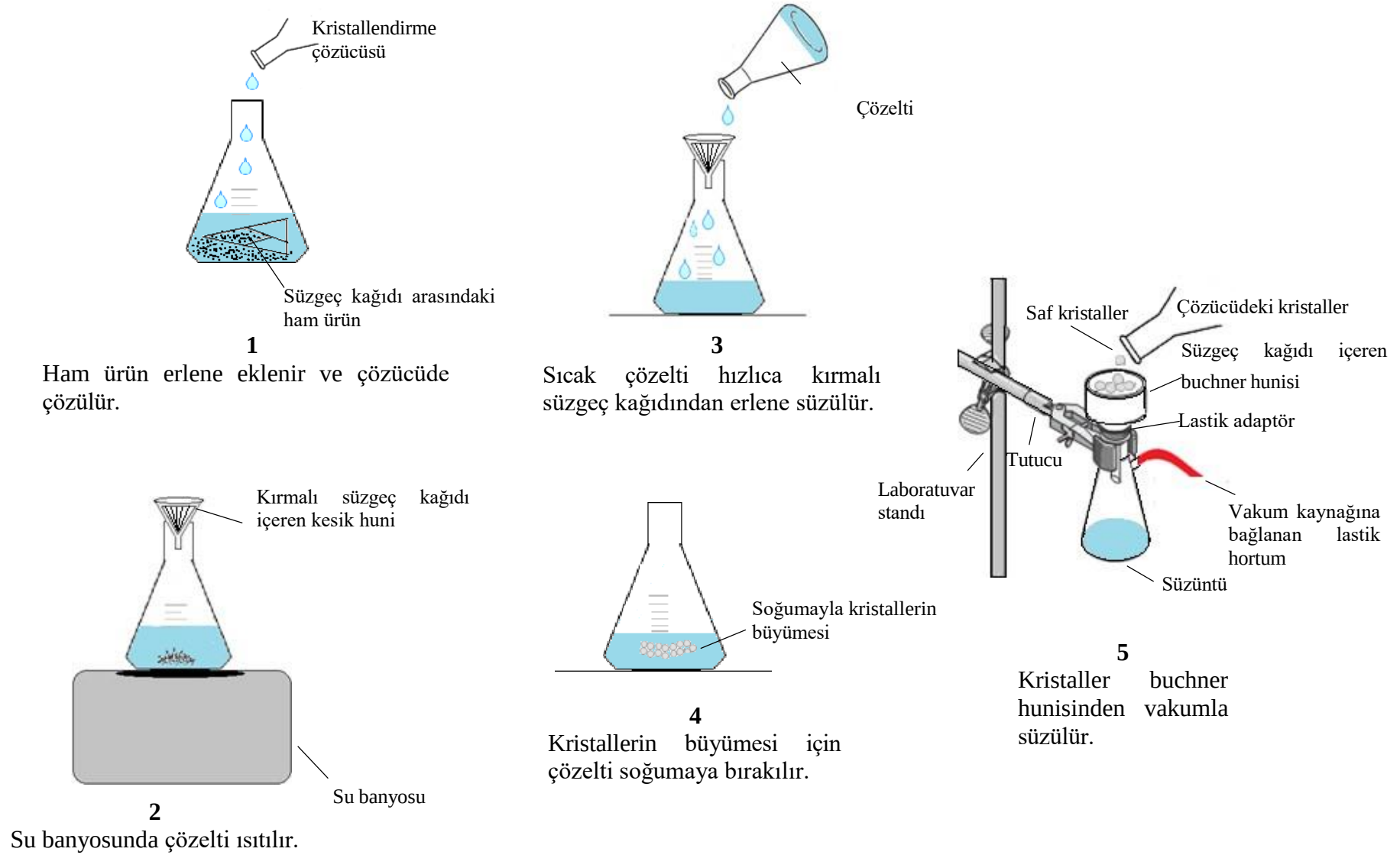
- 1) Katı sıcak çözücüde çözülür ve çözünmeyen safsızlıklar yer çekimi etkisiyle yapılan süzmeyle uzaklaştırılır.
- 2) Kristallerin büyümesi için çözelti soğumaya bırakılır.
- 3) Vakum ile süzmeyle kristallenmiş katı ayrılır.

Ham ürün sıcak çözeltide renkli safsızlıklar içerebilir. Eğer bu safsızlıklar uzaklaştırılmazsa, kristaller tarafından kısmen absorplanır ve kristalizasyon sonunda renkli ürün elde edilir. Renkli safsızlıklar, çözeltideki maddenin az miktar aktif kömür ile birkaç dakika kaynatılmasıyla uzaklaştırılabilir. Isıtma ve karıştırmayla renk giderici kömür, renkli safsızlıkları absorplar. Aktif kömür ile muameleyle rengin giderilmesi genellikle sulu çözeltide yapılır.

Kristallendirme işlemi için basamaklar aşağıda bahsedildiği gibi takip edilmelidir:

- 1) Erlene ham ürünü koyunuz ve az miktar çözücü içerisinde katı örneği çözünüz.
- 2) Çözelti, çözücünün kaynama noktasına ısıtılır.

- 3) Çözünmeyen safsızlıkları uzaklaştırmak için sıcak çözelti, soğumadan hızlıca kesik huniyle desteklenen kırmalı süzgeç kağıdından süzölmelidir. Kesik huni, huni sapının tıkanmasını en aza indirir. Süzmeden önce, huni sıcak çözücünün buharlarıyla ısıtılır. Bu işlem, süzme esnasında huni üzerinde kristallerin büyümesini önler.
- 4) İyi kristaller için, sıcak çözelti yavaşça oda sıcaklığına soğumaya bırakılır. Bazı durumlarda, buz-su banyosu içerisinde hızlıca soğuma, kristallenmeyi başlatır ve küçük kristaller oluşturur.
- 5) Kristaller buchner hunisinden vakumla süzölür.
- 6) Saat camı üzerinde kristaller kurumaya bırakılır.
- 7) Kuru saf bileşiğin erime noktası belirlenir ve tartım sonrası yüzde verim hesaplanır.



Şekil 4.1 Kristalizasyon için basamaklar.

4.2 SÜZME

Laboratuvarda süzme işlemi iki şekilde yapılabilir:

- 1) Yerçekimiyle süzme
- 2) Vakumla süzme

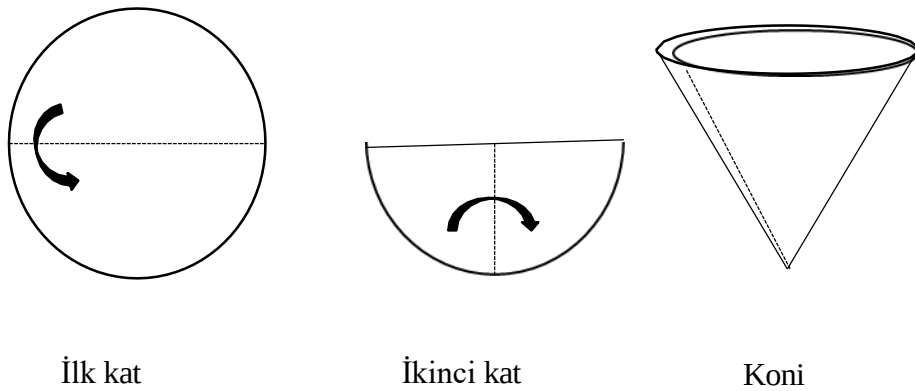
4.2.1 YERÇEKİMİYLE SÜZME

Yerçekimiyle süzme genellikle aşağıda verilen amaçlar için kullanılır:

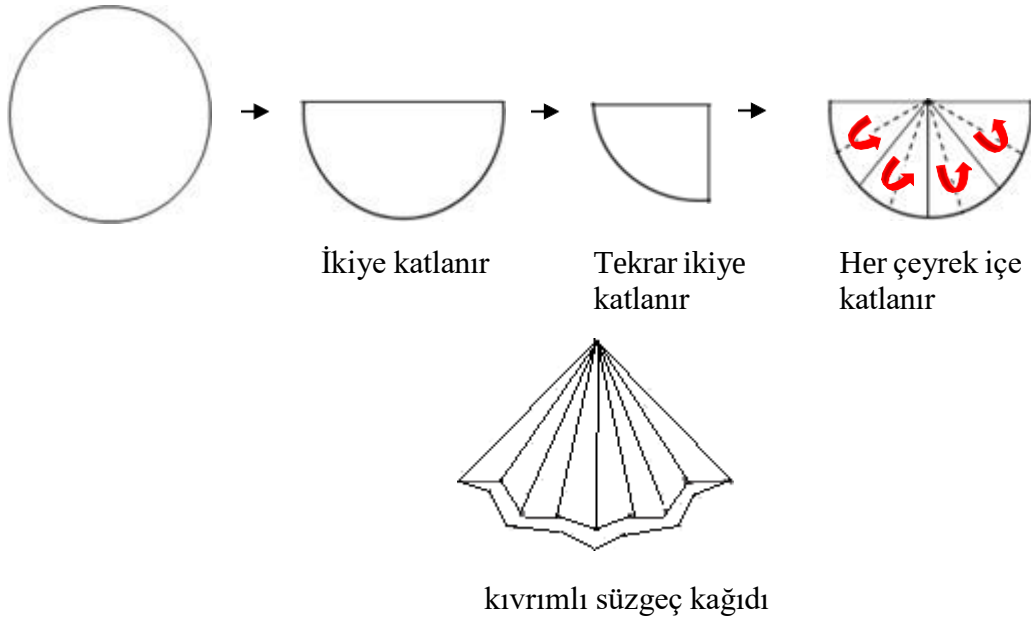
- 1) Kristallendirme esnasında sıcak çözeltilerde çözünmez safsızlıkları uzaklaştırma.
- 2) Ekstraksiyon sonrası organik çözücünden kurutucu ajanı uzaklaştırma.
- 3) Çözeltilerden renkli safsızlıkları uzaklaştırmak için kullanılan kömürü uzaklaştırma.

Yerçekimiyle süzme için aşağıda görülen prosedür takip edilir:

- 1) Şekil 4.2’de görüldüğü gibi süzgeç kağıdı koni biçiminde katlanır. Kıvrımlı süzgeç kağıdı, süzgeç kağıdı konisiyle karşılaştırıldığında, daha geniş yüzeyi nedeniyle daha hızlı süzme sağlar. Şekil 4.3 kıvrımlı süzgeç kağıdının nasıl hazırlandığını göstermektedir.
- 2) Süzgeç kağıdı konisi cam kesik huniye yerleştirilir.
- 3) Karışım süzgeç kağıdı arasından erlene dökülür.
- 4) Çok az çözücüyle süzgeç kağıdı yıkanır.



Şekil 4.2 Yerçekimiyle süzme için süzgeç kağıdı konisinin hazırlanması.



Şekil 4.3 Yerçekimiyle süzme için kıvrımlı süzgeç kağıdının hazırlanması.

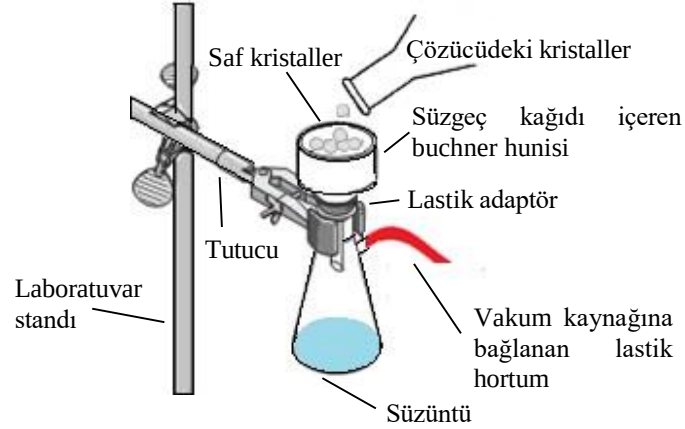
4.2.2 VAKUMLA SÜZME

Vakumla süzme çoğunlukla organik çözücülerden saf katı ürünü hızlıca ayırmak için kullanılır. Süzme için vakum kaynağı su trompu ya da vakum pompası olabilir. Eğer su trompu kullanılacaksa, süzüntüye su trompundan gelen suyu önlemek için nüçe erlenine bir su tuzağı bağlanmalıdır^{1,2}.

Vakumla süzme için aşağıda görülen prosedür izlenmelidir:

- 1) Buhner hunisinin tabanındaki delikleri bütünüyle kaplayan süzgeç kağıdı parçası yerleştirilir.
- 2) Nüçe erlenini tutucu ile laboratuvar standına bağlayınız. Nüçe erleninin tepesine buchner hunisini bağlamak için bir lastik adaptör yerleştiriniz.
- 3) Nüçe erleninin yan kolunu lastik hortumla vakum kaynağına bağlayınız.
- 4) Az miktar süzme çözücüsüyle süzgeç kağıdını ıslatınız.
- 5) Su trompunu açınız.
- 6) Süzgeç kağıdı arasından çözeltiyi süzünüz. Vakum etkisiyle çözelti hızlıca aşağı akacaktır.
- 7) Çok az çözücüyle süzgeç kağıdını yıkayınız.
- 8) Su trompunu kapamadan önce, lastik hortum bağlantısını kesiniz.
- 9) Pens yardımıyla, buchner hunisinden katı ürünü içeren süzgeç kağıdını çıkarınız.

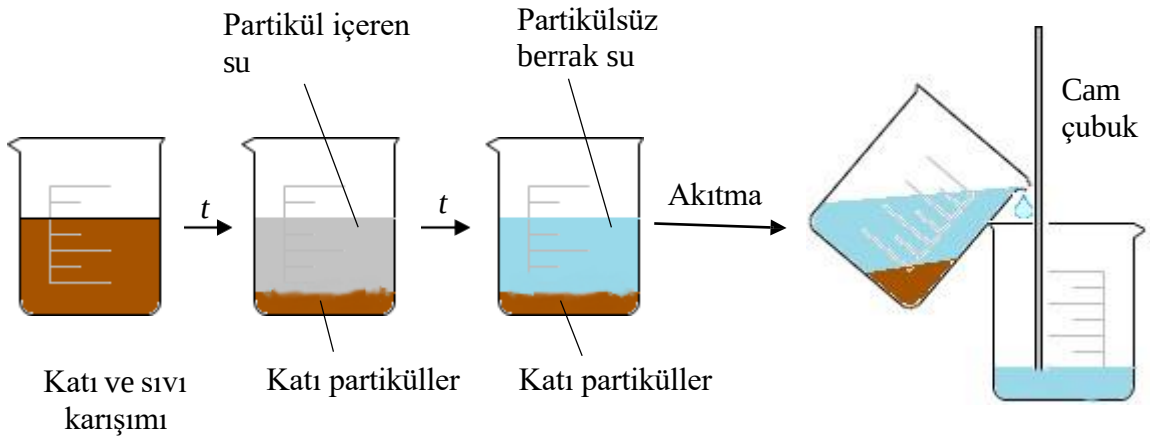
10) Saat camı üzerinde katı ürünü kurutunuz.



Şekil 4.4 Vakumla süzme.

4.3 DEKANTASYON

Süzmeye ilaveten, **dekantasyon** da sıvılardan katıları uzaklaştırmak için kullanılan bir ayırma metodudur. Dekantasyon işleminde, katı partiküllerin üzerinde toplanan sıvı, akıtma işlemiyle kabın tabanına yerleşmiş olan büyük partiküllerden ayrılır.



Şekil 4.5 Dekantasyon.

4.4 DESTİLASYON

Destilasyon sıvı maddenin önce ısıtılarak buhar haline gelmesi (buharlaşıma) ve sonra buhar halindeki maddenin sıvı hale dönmesine (yoğunlaşma) dayanan bir ayırma yöntemidir. Bu yöntemde, kaynama noktası ve buhar basıncı farklılığı, bileşiklerin ayrılmasında kullanılır. Her saf ve termal olarak kararlı organik bileşik atmosferik basınçta karakteristik bir kaynama noktasına sahiptir. Bir karışımın kaynama noktası ise, bileşenlerinin buhar basınçlarına bağlıdır^{1,2}.

Bir karışımında, her gaz kabı doldurmak için genişler ve kapta yalnızken yapacağı basıncı yapar. Bu *kısmi basınç* (Dalton'nun kısmi basınçlar kanunu) olarak isimlendirilir. Gaz karışımının toplam basıncı (P_{top}), karışımındaki bileşenlerin (A, B) kısmi basınçlarının (P_A , P_B) toplamıdır.

$$P_{top} = P_A + P_B$$

Çözeltideki A ve B bileşenlerinin mollerinin (n_A , n_B), toplam mol sayısına (n_{top}) oranı, ***mol kesri*** (χ) verir:

$$\frac{P_A}{P_{top}} = \frac{n_A \frac{RT}{V_{top}}}{n_{top} \frac{RT}{V_{top}}} = \frac{n_A}{n_{top}} = \chi_A$$

$$\frac{P_B}{P_{top}} = \frac{n_B \frac{RT}{V_{top}}}{n_{top} \frac{RT}{V_{top}}} = \frac{n_B}{n_{top}} = \chi_B$$

İdeal çözeltiler Raoult yasasına uyar. Çözünen katı, çözücünün buhar basıncını düşürür:

$$P_A = \chi_A \cdot P_A^\circ$$

$$P_B = \chi_B \cdot P_B^\circ$$

P_A : İdeal çözeltideki çözücünün kısmi buhar basıncı

P_A° : Belirli sıcaklıkta saf çözücünün kısmi basıncı (25°C'de)

χ_A : Çözeltideki çözücünün mol kesri

Dalton'nun kısmi basınçlar kanunu kullanarak, çözeltinin toplam kısmi buhar basıncı herbir bileşenin kısmi basınçlarının toplanmasıyla hesaplanır:

$$P_{top} = P_A + P_B$$

$$P_{top} = P_A + P_B = \chi_A \cdot P_A^\circ + \chi_B \cdot P_B^\circ$$

A+B karışımının kaynama noktası, her bir bileşenin kısmi buhar basıncının toplamının, atmosfer basıncına eşit olduğu andaki sıcaklık olacaktır. Bu sıcaklık, en uçucu bileşenin kaynama noktasından daha düşük olacaktır.

Destilasyon yöntemleri dört ana sınıfta incelenebilir:

1- Basit (Adi) Destilasyon

2- Fraksiyonlu Destilasyon

3- Buhar Destilasyonu

4- Vakum Destilasyonu

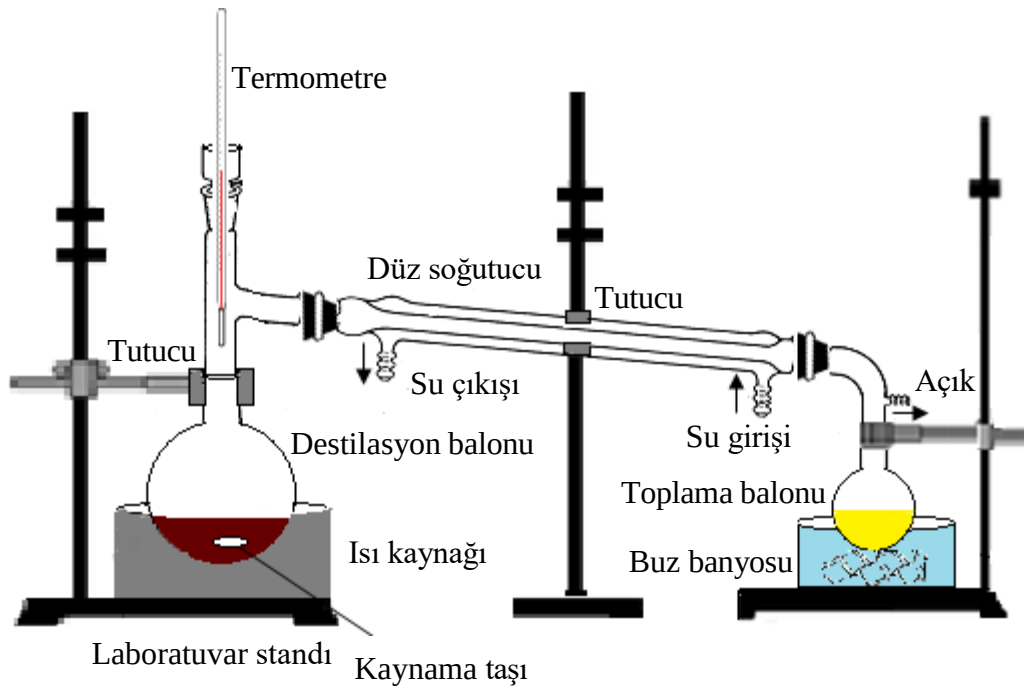
4.4.1 BASİT (ADİ) DESTİLASYON

Destilasyon atmosfer basıncında gerçekleştirildiğinde, *basit (adi) destilasyon* olarak isimlendirilir. Basit destilasyon genellikle laboratuvardaki iki durumda kullanılır:

1) Kaynama noktası 150 °C ‘nin altında olan sıvıları, uçucu olmayan safsızlıklardan ayırma.

2) Yüksek kaynama noktasına sahip organik bir bileşikten, uçucu bir çözücüyü uzaklaştırma.

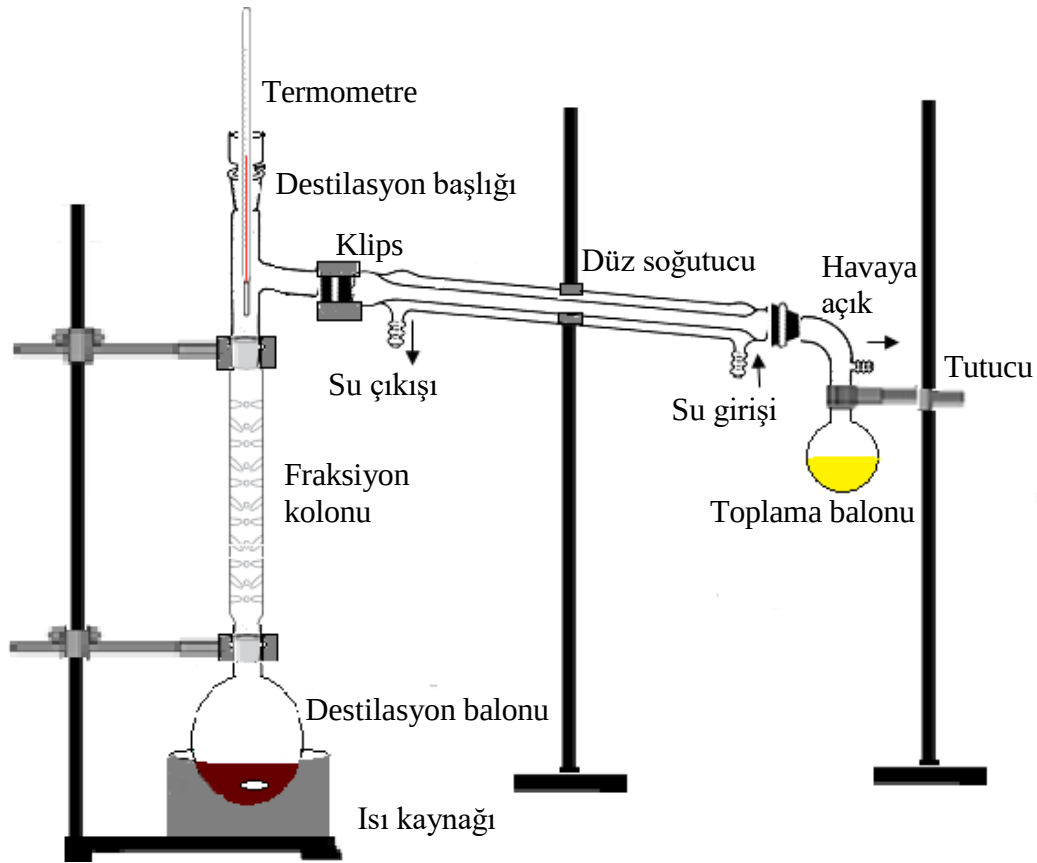
Basit destilasyon, kaynama noktaları farkı 60 °C’den daha az olan bileşenleri ayırmada etkili değildir. Basit destilasyon düzeneği Şekil 4.6’da gösterilmiştir.



Şekil 4.6 Basit destilasyon düzeneği.

4.4.2 FRAKSİYONLU DESTİLASYON

Fraksiyonlu destilasyon, farklı sıcaklıklarda kaynayan bileşiklerden oluşan karışımı bileşenlerine ayırmak için kullanılır. Bu bileşenler birbirinden en az 25 °C farkla kaynar. Her bir bileşen *fraksiyon* olarak adlandırılır. Fraksiyonlu destilasyonda, fraksiyon kolonu destilasyon balonu ile destilasyon ünitesinin başlığı arasına yerleştirilir (bkz. Şekil 4.7). Bileşene ait buharlar kolonda yol alırken, sıvıya yoğunlaşır ve sonra tekrar buharlaşır. Destilat toplanmadan önce çok sayıda buharlaşma ve yoğunlaşma meydana gelir. Eğer fraksiyon kolonu geniş bir yüzeye sahipse, çok daha fazla sıvı-buhar dengesi meydana gelebilir. Sonuç olarak, destilasyon başlığına varan buhar, tümüyle daha düşük kaynama noktalı bileşenden oluşur^{1,2}.



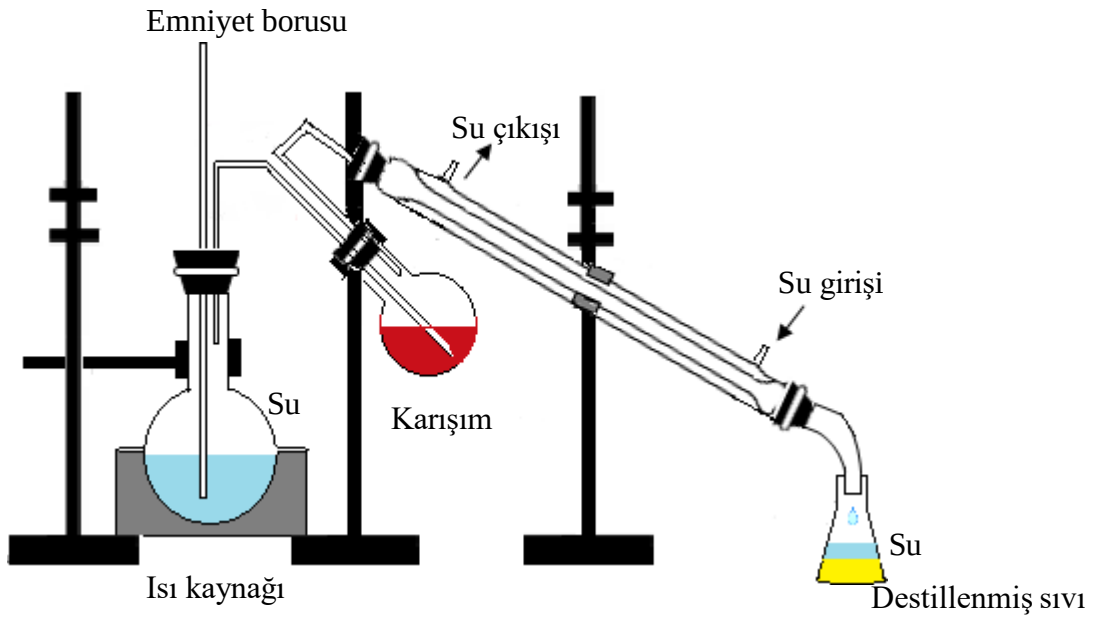
Şekil 4.7 Fraksiyonlu destilasyon düzeneği.

4.4.3 BUHAR DESTİLASYONU

Buhar destilasyonu, kompleks karışımlardan uçucu bileşikleri ayırmak için kullanılır. Ayrıca, anorganik tuzları içeren sulu reaksiyon karışımından organik ürünü ayırmak için de kullanılabilir. Buhar destilasyonunda buhar, su ile karışmayan yüksek kaynama noktalı organik bileşiklerin destilasyon sıcaklıklarını düşürmek için kullanılır.

Sıvı maddenin buhar basıncı dış basınca eşit olduğunda, madde kaynamaya başlar. Eğer dış basınç atmosfer basıncına eşit olursa, saf maddenin kaynadığı sıcaklık **normal kaynama noktası** olarak adlandırılır.

Bazı maddeler bozunmaksızın uçucu hale geçemezler. Eğer bu tür maddelere buhar nüfuz ederse, karışım üzerindeki toplam buhar basıncı sıvıların buhar basınçlarından çok daha yüksek olacaktır çünkü geçen buhar da basınç anlamında katkı sağlayacaktır. Bundan dolayı karışım, saf maddenin normal kaynama noktasından daha düşük sıcaklıkta kaynayacaktır^{1,2}. Daha düşük destilasyon sıcaklığı da, destilasyon sırasında organik bileşiklerin bozunmasını önler.

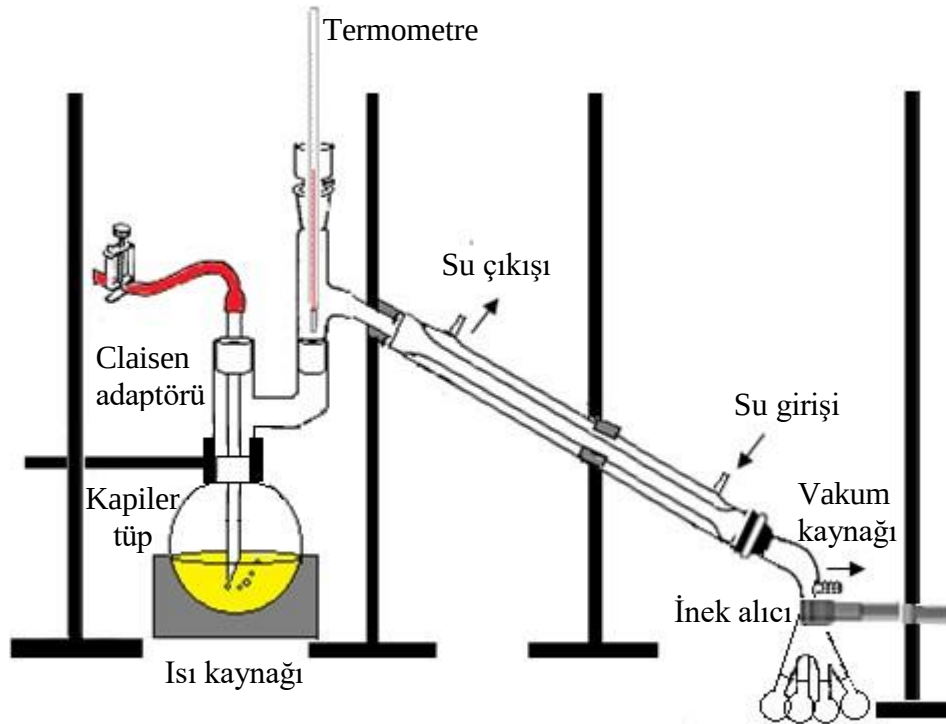


Şekil 4.8 Buhar destilasyonu düzeneği.

4.4.4 VAKUM DESTİLASYONU

Eğer destilasyon indirgenmiş basınçta gerçekleşirse, *vakum destilasyonu* olarak adlandırılır. Vakum destilasyonu, yüksek kaynama noktaları nedeniyle atmosfer basıncındaki kaynama noktasına varmadan önce termal olarak bozunabilen bileşikleri ayırmak için kullanılır. Vakum destilasyonunda indirgenmiş basınçla, bileşik bozunmaksızın daha düşük sıcaklıkta kaynar. 200°C'nin üzerinde kaynama noktasına sahip bileşikler bu teknikle destillenebilir. Labratuvarda vakum, vakum pompası ya da su trompu ile sağlanabilir. Eğer vakum pompası vakum kaynağı olarak kullanılırsa, uçucu maddeleri tutmak amacıyla, destilasyon sistemi ile pompa arasına bir soğuk tuzak (sıvı azot ya da kuru buz) yerleştirilmelidir. Aksi takdirde, uçucu bileşenlerin buharı, pompaya kaçır ve pompaya zarar verir. Basınç ise devamlı suretle bir manometre ile takip edilebilir.

Eğer su trompu vakum kaynağı olarak kullanılırsa, destilasyon düzeneğine suyun geri akışını önlemek amacıyla bir tuzak şişe koyulmalıdır^{1,2}.



Şekil 4.9 Vakum destilasyonu düzeneği.

Destilasyon düzeneğinde her zaman Claisen adaptörü düz soğutucuya sıvının sıçrama olasılığını azaltmak için kullanılır. Eğer destilasyon düzeneğinde toplama balonunu değiştirmek için döndürülebilen bir adaptör (inek alıcı) kullanılırsa, her destilasyon fraksiyonu vakumu bozmadan ayrı ayrı toplanabilir.

Kapiler t p ise, kaynama taşı gibi aşırı kötü sıçramaları  nlemeye yardım eder. Kapiler t p n tabanı, destilasyon balonunun alt y zeyinin yukarısında ve sıvının y zeyinin aŗağısında olmalıdır. Eēer manyetik balık kullanılırsa, kapiler t p kullanmaya gerek yoktur. Balonu ısıtmak i in ısıtma mantosu kullanılabilir ve manyetik karıřtırıcı mantonun altına yerleřtirilir. Sıvının karıřması da sıçramayı durdurur.

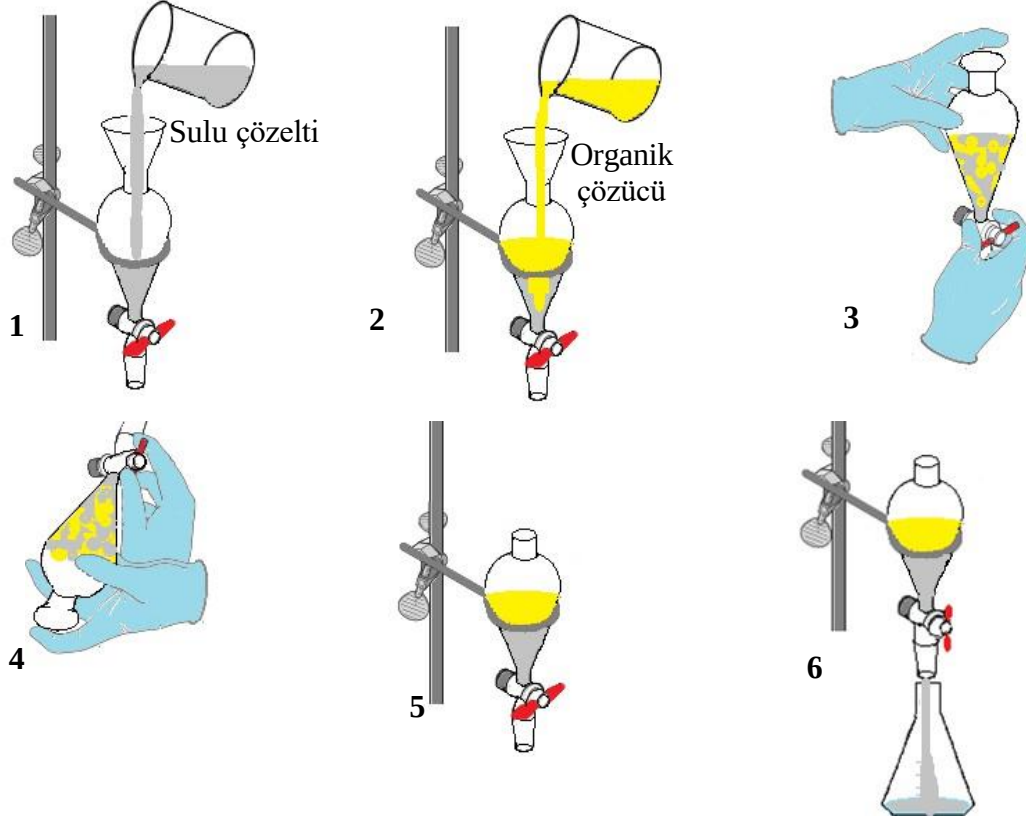
4.5 EKSTRAKSİYON

Ekstraksiyon organik reaksiyonlardan elde edilen  r nlerin izolasyonu ve saflařtırılması i in sık a kullanılan bir metoddur. Sıvı-sıvı ekstraksiyonunda; bir organik bileřik, organik bileřiēin i inde  z nebildiēi ve organik bileřiēi i eren sıvıyla karıřmayan bir  z c yle,  alkalama yoluyla  z ltiden ayrılır. Genellikle, bu sıvı sudur (sulu faz) ve  z c  dietil eter, diklorometan, kloroform, karbon tetraklor r, etil asetat ya da hekzandır (organik faz). Organik bileřiēin birbiriyle karıřmayan bu iki solvent arasında daēılımı, sıvı-sıvı ekstraksiyon iřleminin temelini oluřturur.  rneēin, su - dietil eter, su – diklorometan, su – kloroform, vb. Organik  z c n n se iminde, ekstrakte olacak bileřiēin o  z c deki  z n rl ē  ve  z nen maddeden kolayca uzaklařması hesaba katılmalıdır. Dietil eter d ř k kaynama noktası (35  C) ve kolayca uzaklařması nedeniyle, sulu ekstraksiyonda  ok yaygın olarak kullanılır. Bununla beraber, dietil eterin y ksek yanıcılıēı dezavantajlarından biridir^{1,2}.

Tipik bir ekstraksiyon iřleminde, sulu faz ve karıřmayan organik  z c  bir ayırma hunisinde  alkalanır. Maddeler ya sulu fazda ya da organik fazda  z nebilirliklerine g re daēılır. Anorganik tuzlar genellikle sulu fazı tercih ederken,  oēu organik bileřik organik fazda  z n r.

Sulu fazdan organik bir bileřiēi ayırmak i in, aŗaēıda g r len basamaklar izlenmelidir:

- 1) Ekstrakte edilecek sıvının hacminden iki kat daha b y k hacimde bir ayırma hunisi se ilir ve laboratuvar standındaki halkaya yerleřtirilir. Huninin aēzını kapamak i in tam uyan bir kapak da se ilmelidir.
- 2)  z lti ve ekstraksiyon  z c s  ayırma hunisine eklenir. Eklenen ekstraksiyon  z c s n n hacmi, genellikle  z ltinin hacminin   te biri kadardır.
- 3) Huniye kapak takılır ve sonra huni yavaŗ a  alkalanır.
- 4) Huni i erisinde artan buhar basıncı nedeniyle, huni baŗ aŗaēı  evrilir ve aşırı basıncı d ř rmek i in musluk a ılır.



Şekil 4.10 Sulu karışımdan bir organik bileşiği ayırmak için ekstraksiyon aşamaları.

5) Organik bileşiğin tamamıyla organik tabakaya geçmesi için huni şiddetli bir şekilde çalkalanır ve sonra iki fazın (su fazı ve organik faz) ayrılmasına imkan vermek için halkaya yerleştirilir.

6) Hunide net iki tabaka görüldüğünde, aşağı tabaka ayırma hunisinden akıtılır ve diğer tabaka hunide bırakılır. Sudan daha az yoğun olan dietil eter gibi organik çözücüler yukarı fazı oluştururken, sudan yoğun olan diklorometan, kloroform vb. gibi çözücüler aşağı tabakayı oluşturur. Organik çözücü dietil eter olduğunda, sulu faz aşağıdadır. Sulu faz ayırma hunisinden erlene aktarılır ve sonra ayırma hunisinde istenen ürünü içeren organik tabaka huninin yukarı boynundan boşaltılır.

7) Sulu çözelti ayırma hunisine tekrar eklenir ve taze organik çözücü kullanılarak ekstraksiyon tekrarlanır. Organik ürünün ve anorganik yan ürünlerin ayrılması tamamıyla tek seferde tamamlanmaz çünkü organik bileşik suda hafif çözünürlüğe sahip olabilir. Üç kez ekstraksiyon genellikle çözeltiden organik bileşiği ayırmak için yeterlidir.

8) Son aşamada, birleştirilen organik fazlar uygun bir reaktifle kurutulur, kurutucu reaktif süzmeyle ayrılır ve çözücü su banyosunda uçurulur. Ham ürün kristalizasyon ya da destilasyon ile saflaştırılır.

4.6 KURUTMA

Organik bileşğin sulu fazdan ekstraksiyonu işlemi sonunda, bir miktar su organik fazda kalır. Bu nedenden dolayı, organik çözücünün uçurulmasından önce, organik tabakanın susuz kurutucu ajanla kurutulması gerekir. Kurutma işlemi sonrasında, organik sıvı kurutucu ajandan ayrılır ve ham ürünü elde etmek için çözücü uzaklaştırılır^{1,2}.

Kurutucu ajanın seçiminde dikkat edilmesi gereken noktalar aşağıda verilmiştir:

- 1) Kurutucu hem organik çözücüye, hem de çözülmüş organik bileşiğe kimyasal olarak inert olmalıdır.
- 2) Kurutucu, suyu uzaklaştırmak için etkili bir kurutma kapasitesi ne sahip olmalıdır.
- 3) Kurutucu mümkün olduğu kadar ekonomik olmalıdır.
- 4) Organik bileşikten suyu uzaklaştırması hızlı olmalıdır.

Organik sıvıların kurutulmasında kurutucu ajanı olark genellikle susuz anorganik tuzlar kullanılır. Laboratuvarlarda en yaygın kullanılan kurutucu ajanlar, Na₂SO₄, MgSO₄, CaCl₂, CaSO₄ and K₂CO₃'dir.

5 YÜZDE VERİM HESABI VE ERİME NOKTASI TAYİNİ

5.1 YÜZDE VERİM HESABI

Bir reaksiyonun *teorik verimi*, reaktiflerin belirli miktarından beklenen ürünün hesaplanan miktarıdır. Gerçekte oluşan ürünün miktarı ise *gerçek verim* olarak isimlendirilir. Yüzde verim aşağıdaki gibi tanımlanır:

$$\text{Yüzde verim} = \frac{\text{Gerçek verim}}{\text{Teorik verim}} \times 100$$

Düşük verim çeşitli sebeplerden dolayı meydana gelebilir:

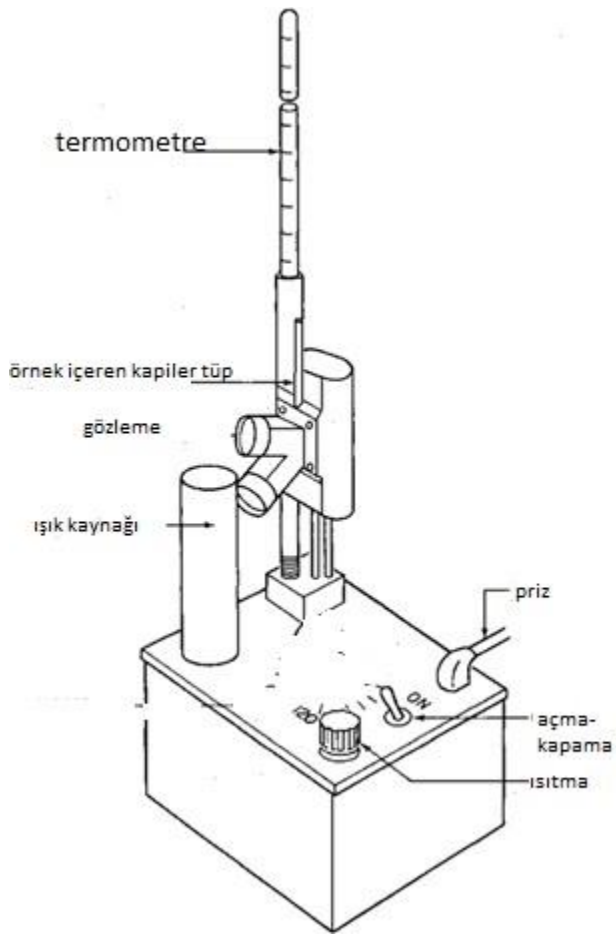
- 1) Bazı saflaştırma basamakları verimi azaltabilir.
- 2) Bazı yan reaksiyonların sonucu olarak, yan ürünler meydana gelebilir ve ana ürünün verimi azalabilir.

3) Beklenen ürünün bir kısmı, reaktifleri oluşturmak için reaksiyona girebilir ve verim beklenenden az olur.

5.2 ERİME NOKTASI TAYİNİ

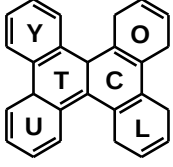
Saf bir organik maddenin belli bir erime noktası vardır ve erime noktası aralığı yani erimenin gözleendiği ilk sıcaklık ile maddenin tamamen sıvı olduğı sıcaklık farkı 0.5°C 'yi geçmez. Safsızlıkların bulunması bu farkı büyütür ve maddenin daha düşük bir sıcaklıkta erimeye başladığı gözlenir. Bundan dolayı erime noktası bir organik maddenin saflığını kontrol için kullanılır. Diğer taraftan kalitatif organik analizde erime noktasının kesinlikle bilinmesi, maddenin kolayca belirlenmesine yardımcı olur.

Erime noktası tayin edilecek maddeden 0,1-0,2 g kadar alınır, bir saat camı veya porselen yüzey üzerinde spatül ile iyice toz haline getirilir ve biraraya toplanır. Kapiler tüpün açık kısmı bunun içine batırılarak bir miktar madde alınır, uzun bir borudan kapalı ucu aşağıya gelecek şekilde düşürülerek veya kapalı tarafı hafifçe yere vurularak maddenin dibe inmesi sağlanır. Bu işlem tüp 5-6 mm yüksekliğe doluncaya kadar tekrarlanır. Kapiler tüp erime noktası tayin cihazına yerleştirilir ve erimenin başladığı ilk sıcaklık erime noktası olarak belirlenir (bkz Şekil 5.1).



Şekil 5.1 Erime Noktası Tayin Düzenegi

6 ORGANİK KİMYA LABORATUVARI DENEYLERİ



6.1 ASİRİN (o-ASETİLSALİSİLİK ASİD)



DENEY 1

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

1. Katalizör nedir? İşlevini nasıl gerçekleştirir?
2. Aspirin molekülünde hangi Organik fonksiyonel gruplar bulunmaktadır?

GÜVENLİK BİLGİLERİ

Reaktif Adı	Tehlike Sınıflandırması	Tehlike Sembolleri
Salisilik Asid	Metaller için aşındırıcı, cilt aşınması Ciltte ve gözde ciddi tahribat	 
Asetil Klorür	Alev alabilir sıvı Metaller için aşındırıcı, cilt aşınması Ciltte ve gözde ciddi tahribat	  
Sülfürik Asid	Metaller ve cilt için çok ciddi aşındırıcı	
Etanol	Alev alabilir sıvı	

GENEL BİLGİ

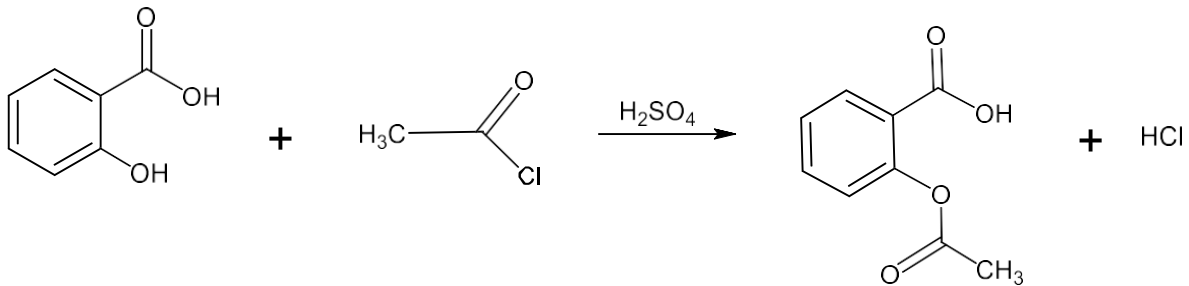
Aspirin etkili bir ağrı kesici, ateş düşürücü ve iltihap önleyici bir ajan olup, reçetesiz kullanılan en yaygın ilaçlardan biridir. Aspirin'in kullanılmaya başlanması 18. yüzyılda söğüt ağacı kabuğundaki bir ekstraktın ağrı ve ateşi azalttığına bulunmasıyla başlamıştır. Daha sonra söğüt kabuğundaki bu aktif bileşenin salisilik asid olduğu bulunmuştur. Salisilik asid ağrı ve ateşi düşürmede etkin olmasına karşın, aynı zamanda istenmeyen yan etkilere de sahiptir. Salisilik

asid oldukça acı bir tada sahip olup, sık kullanımı ciddi mide rahatsızlığına sebep olabilir. Salisilik asid fenol grubuna sahip olup, bu grubun rahatsızlık verici olduğu bilinmektedir. Salisilik aside alternatif olarak daha ılımlı formda bir ağrı kesici arayışı, Bayer şirketi çalışanlarından Felix Hoffmann'ı 1893 yılında asetilsalisilik asid'in başarılı bir sentezine götürmüştür. Salisilik asid'deki fenol grubunu bir ester grubu ile değiştiren şirket, elde edilen ester bileşiğinin (Aspirin: a, asetil klorür'den, spir, spiraea ulmaria'dan ve in, ilaç isimlerinde yaygın olarak kullanılan ek'ten gelmektedir) salisilik aside göre çok daha az rahatsızlık verici olduğu rapor edilmiştir. Bununla birlikte Aspirin'in de mideye rahatsızlık verebildiği ve mide duvarlarının kanamasına sebep olabildiği bilinmektedir²².



Şekil 6.1 Aspirin tableti ve moleküler modeli.

Aspirin sentezi bir çeşit esterleşme reaksiyonudur. Bu reaksiyonda, salisilik asid alkol olarak davranır ve asetil klorür ile reaksiyona girerek (katalizör olarak az miktar konsantre H_2SO_4 kullanılır) ester ve HCl oluşturur. Salisilik asid'in karboksilik asit grubu değişmeden kalır (bkz. Şema 6.12). Bu bir nükleofilik katılma-ayrılma reaksiyonudur.



Şema 6.1 Aspirin Sentezi.

YÖNTEM

1. Salisilik asid (1,3 g) ve asetil klorür (2 mL) kuru bir erlende karıştırılır ve üzerine 2 damla derişik H_2SO_4 eklenir (*Dikkat! Asetil klorür yoğun göz yaşartıcı olduğundan, ekleme işlemi kesinlikle çeker ocak içerisinde yapılmalıdır*).
2. Reaksiyon balonu su banyosu üzerinde 50-60 °C'de karıştırılarak 15 dakika ısıtılır. Ara sıra karıştırılarak kendi halinde soğumaya bırakılır.
3. 15 mL su katılır, karıştırılır ve Buchner hunisi kullanılarak süzülür.
4. Ham aspirin bir erlene alınır, içine 1-2 mL etil alkol konur ve su banyosunda ısıtılarak tüm

katının çözünmesi sağlanır. Eğer çözünmezse birer mL'yi geçmemek kaydıyla etil alkol eklenir.

5. Oluşan bu doymuş çözelti 8-10 mL'lik suya dökülür. Bir katı ayrılır.
6. Çözelti, bu katı çözününceye kadar ısıtılır. Sonra kendi halinde soğumaya bırakılır, iğne şeklinde kristallerin oluştuğu gözlenir.
7. Su pompuna bağlı vakum erleni üzerine Buchner hunisi yerleştirilir. Huni üzerine süzgeç kağıdı yerleştirilerek süzgeç kağıdı destile su ile ıslatılır. Su pompası açılır, aspirin kristalleri huni içerisine transfer edilir. Beherde kalan kristaller de su ile yıkanarak alınır.

Verim: 1,7 g, e.n. 128-135 °C arasında bozunur.

PEKİŞTİRME SORULARI

1. Esterleşme reaksiyonları nelerdir, örnekler vererek açıklayınız.
2. Aspirin sentezi ne tür bir esterleşme reaksiyonu üzerinden gerçekleşir, reaksiyonun ismini belirterek mekanizmasını gösteriniz.
3. Katalizör olarak hangi bileşikler kullanılabilir, sebeplerini belirtiniz.
4. Aşağıdaki esterlerin formüllerini yazınız.

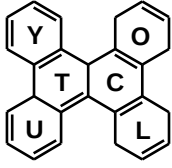
a- Etil etanoat b- İzobutil format c- Fenil asetat d- Metil propanoat

5. Etil propanoat'ın aşağıda belirtilen reaksiyonlarını, mekanizmalarıyla birlikte gösteriniz, oluşan ürünleri adlandırınız.

a- Asidik ortamdaki hidrolizi b- Bazik ortamdaki hidrolizi c- CH_3MgBr ile olan reaksiyonu

SONUÇLAR

Elde edilen madde miktarı (gram)	Teorik Verim (gram)	Verim (%)	Erime ya da Kaynama Noktası (°C)	
			Literatür	DeneySEL
Fiziksel Özellikler				
İmza				



6.2 İYODOFORM (HALOFORM REAKSİYONU)



DENEY 2

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

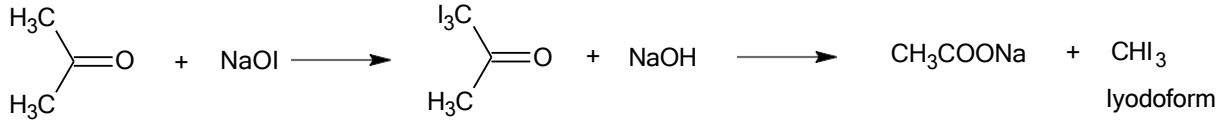
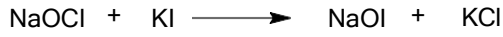
1. α -Metil keton nedir?
2. Haloform reaksiyonu nedir?
3. Ne tür bileşikler haloform reaksiyonu verir? Açıklayınız.

GÜVENLİK BİLGİLERİ

Reaktif Adı	Tehlike Sınıflandırması	Tehlike Sembolleri
Aseton	Alev alabilir sıvı Akut toksisite, Cilt tahrişi, Göz tahrişi, Deri hassasiyeti	 
Potasyum iyodür	Akut toksisite, Cilt tahrişi, Göz tahrişi, Deri hassasiyeti	
Sodyum hipoklorür	Metaller için aşındırıcı, Cilt aşınması, Ciddi göz hasarı	
Sodyum hipoklorür	Metaller için aşındırıcı, Cilt aşınması, Ciddi göz hasarı Çevre için tehlikeli	 
İyodoform	Akut toksisite, Cilt tahrişi, Göz tahrişi, Deri hassasiyeti	

GENEL BİLGİ

Haloform reaksiyonu, α -metil ketonun nitel analizi için kullanılmaktadır. Haloform reaksiyonu, α -metil grubu içeren karbonil bileşikler verir. Metil ketonlar, bazik ortamda halojenlenirse, metil grubunun bütün hidrojenleri yerine halojen bağlanır. Bunun nedeni ilk bağlanan hidrojenin indüktif etkisi ile aynı karbona bağlı diğer α -halojenlerin daha asidik özellik kazanmalarıdır. α -Yerinde üç halojen içeren bu karbonil bileşiği, ortamdaki baz ile kolayca parçalanarak haloform bileşiğini verir. Halojen yerine iyot alınırsa, iyodoform tepkimesi adını alır. Oluşan iyodoform tepkimesi, metil ketonların tanınmasında kullanılır. Metil ketonlardan başka etanol, asetaldehit ve $RCH(OH)CH_3$ genel formüllü alkoller de iyodoform tepkimesi verirler. Karbonil bileşiği olmayan ve haloform tepkimesi veren alkoller, önce reaksiyon şartlarında oksitlenerek metil ketona dönüşür, sonra haloform reaksiyonu gerçekleşir.



Şema 6.2 İyodoform Reaksiyonu.

Haloform reaksiyonu, α -metil ketonların karboksilik asitlere dönüştürülmesi için bir araç olarak, sentetik bir fayda sağlar. Metil ketonlar, hipohalojenürlü çözeltilerin halojeni ile reaksiyona girerek, bir ilave reaksiyon gerçekleştirir. Hidroksit iyon trihalo keton karbonil karbon saldırır ve karbonil grubu ve trihalometil grubu, bir orta derecede iyi bir ayrılan grubu arasındaki karbon-karbon bağının, bir bölünme neden olur. Bu bölünme sonucunda karboksilat iyonu ve bir Haloform bileşiği elde edilir (Şema 6.6). Reaksiyon için kullanılan reaktifler, Cl_2-NaOH (55-80 °C), $NaClO-H_2O$, Br_2-NaOH (0 °C), I_2-NaOH (0 °C) ve ticari renk ağartıcılar¹³.

Kimyasal formülü CHI_3 olan **iyodoform**, sarı, kristalimsi bir antiseptiktir. Kloroform analogu olan iyodoform tatlımsı bir tada sahiptir. 20. yüzyılın başında sıklıkla kullanılırken, bugün daha etkili antiseptiklerin ortaya çıkışı ile iyodoform kullanımı azalmıştır.

YÖNTEM

1. 250 mL'lik bir beherde 3g KI 50 mL suda çözülür.
2. Üzerine 1 mL aseton konur.
3. Buna, 20 mL NaClO çözeltisi (%5'lik, %10'luk ticari NaClO çözeltisi eşit hacimde su ile seyreltilir) yavaş yavaş karıştırılarak damlatılır.
4. Sarı renkli iyodoform çökerek ayrılır.
5. Reaksiyonun tamamlanması için 10 dakika beklenir.
6. Karışım sonra filtre kağıdından süzülür.
7. Ham ürün etanolden kristallendirilir.
8. Verim hesaplanır ve erime noktasına bakılır.

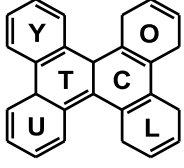
PEKİŞTİRME SORULARI

1. Haloform reaksiyonu nedir, hangi tür maddeler verir?
2. Primer bir alkol bu reaksiyonu nasıl verir?
3. Ortamda görülen sonra kaybolan kırmızı renk nereden oluşur?
4. Aşağıdaki maddelerden hangileri haloform reaksiyonu verir?
a) $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-CO-CH}_2\text{-CH}_3$, b) $\text{CH}_3\text{-CH(CH}_3\text{)-CO-CH}_3$,
c) $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CO-CH}_3$, d) $\text{CH}_3\text{-CHO}$, e) $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$,
f) Ph-CO-CH_3 , g) $\text{CH}_3\text{-CO-CH}_2\text{-CO-CH}_3$, h) $\text{CH}_3\text{-CHOH-CH}_3$

SONUÇLAR

Elde edilen madde miktarı (gram)	Teorik Verim (gram)	Verim (%)	Erime ya da Kaynama Noktası (°C)	
			Literatür	DeneySEL
Fiziksel Özellikler				
İmza				

6.3 SABUN



(YAĞLARIN HİDROLİZİ VE SABUNLAŞTIRILMASI)

DENEY 3



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

1. Sabunlaşma nedir?
2. Sabun sentezi için kullanılan iki başlangıç maddesi nedir? Açıklayınız.
3. Sabun üretim prosesinde NaCl ne amaçla kullanılır?

GÜVENLİK BİLGİLERİ

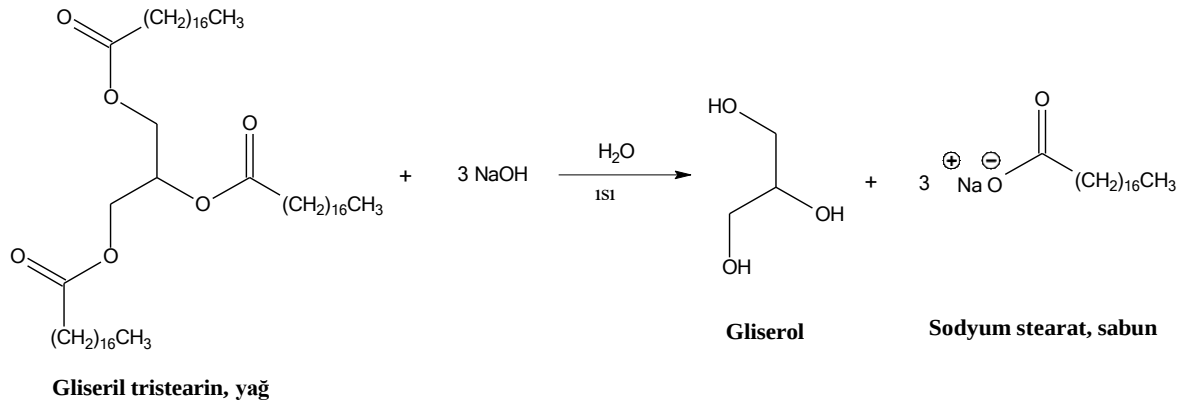
Reaktif Adı	Tehlike Sınıflandırması	Tehlike Sembolleri
Etanol	Alev alabilir sıvı	
Sodyum hidroksit	Metaller için aşındırıcı Cilt aşınması	

GENEL BİLGİ



Şekil 6.2 Günlük kullanım el sabunları.

Sabunlar, çok uzun hidrokarbon zincirine sahip karboksilli asitlerin alkali tuzlarıdır. Sabun, bitkisel ve hayvansal yağların bazik hidrolizi ile elde edilmektedir. Bu hidroliz reaksiyonu **sabunlaşma** olarak adlandırılmakta ve yüzyıllardır bilinmektedir. Sabunlar yaygın olarak hayvansal yağlar ve küllü su (NaOH) kullanılarak üretilmektedir (Küllü su, odun küllerinin üzerine su dökülmesi yolu ile elde edilmektedir). Sabunlaşma reaksiyonunun bir örneği şema 6.33'de verilmiştir.

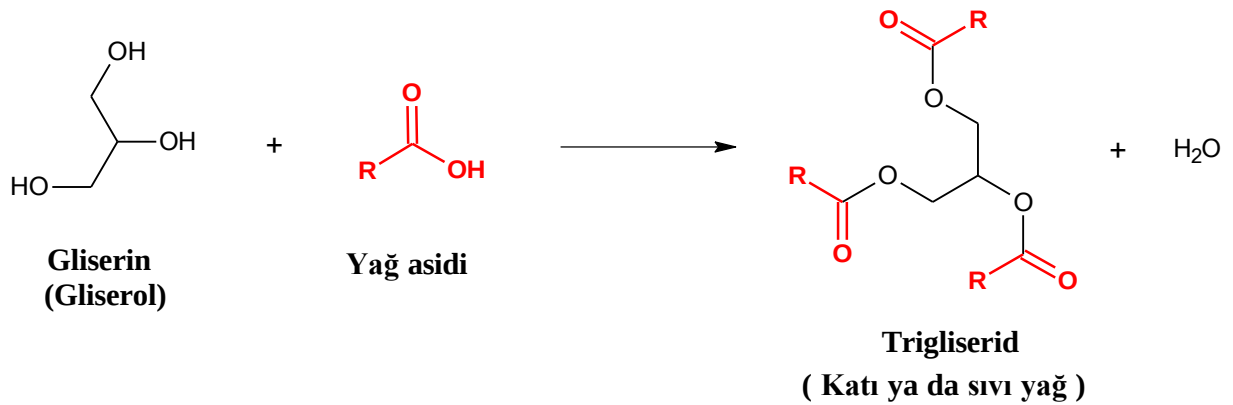


Şema 6.3 Sabun olarak kullanılan sodyum stearat'ın eldesi.

Sabunun Tarihçesi: Antik Babil'de yapılan kazılar sırasında elde edilen kil tabletlerde sabun benzeri malzemelerin varlığından bahsedilmiştir. Tabletler üzerindeki yazılarda yağların kül ile kaynatılarak sabun elde edildiği görülmektedir. Ancak, elde edilen bu malzemeler sabun olarak değil saç şekillendirici olarak kullanılmıştır³².

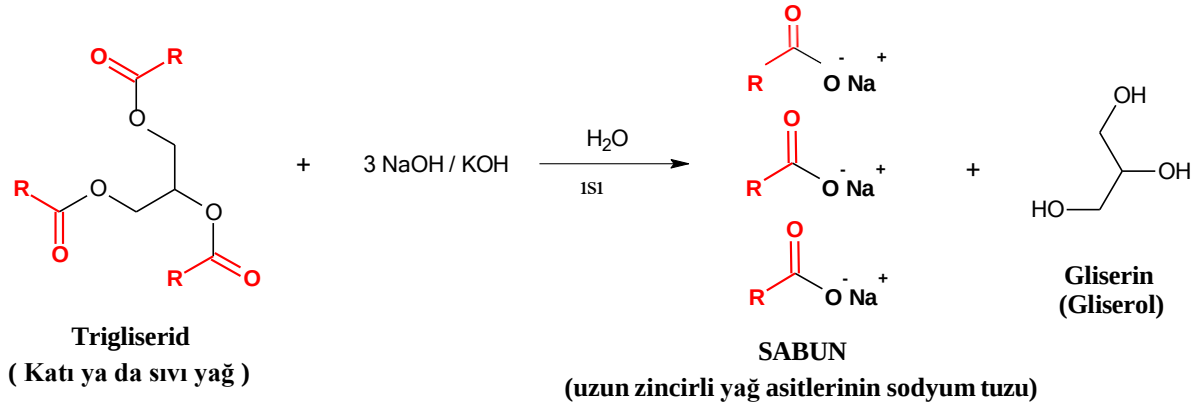
Bazı yörelerde sabun kelimesinin (ing. soap) antik Romalıların kurbanlarını kestikleri "Mount Sapo" (Sapo Dağı) kelimesinden geldiğinden bahsedilir. Yağmur donyağı ve odun külü karışımı dağdan Tiber nehrinin killi toprağına sürüklediği anlatılır. Sonra kadınlar bu sabunla kıyafetlerin çok daha rahat temizlendiğini fark etmişlerdir. Sapo Dağı'nın yeri ve varlığı bilinmemektedir ve sabunun üretilmesi de bu antik Roma efsanesinin uzantısı olarak sonradan gelişmiştir³³.

Genel formülü aşağıda verilen (Şema 6.34) **yağlar**, R grubu olarak uzun hidrokarbon zincirine sahip yağ asitleri ve gliserol (gliserin)'den elde edilen triesterler'dir. Eğer hidrokarbon zinciri çift bağ içermeyen bir alkil grubuysa doymuş olarak ifade edilir, bu hidrokarbon zincirine sahip olan trigliserid oda sıcaklığında genellikle katıdır ve **katı yağ** olarak adlandırılır. Hidrokarbon zinciri bir ya da daha fazla sayıda çift bağ ya da doymamışlık içeriyorsa bu hidrokarbon zincirine sahip olan trigliserid oda sıcaklığında genellikle sıvıdır ve **sıvı yağ** olarak adlandırılır.



Şema 6.4 Yağların elde edilmesi.

Sabun yapımı (sabunlaşma) reaksiyonu (Şema 6.35), sabun ve gliserol (gliserin) elde etmek için trigliseridin bazik ortamda (genellikle NaOH ya da KOH) hidrolizidir. Moleküller, kullanılan baza bağlı olarak farklı şekillerde kristallenir. NaOH kullanıldığında katı sabunlar elde edilirken, KOH kullanıldığında sıvı sabunlar elde edilir.



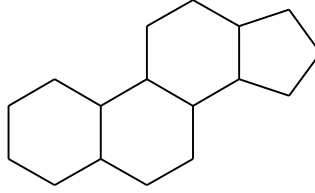
Şema 6.5 Sabunlaşma reaksiyonu.

YÖNTEM

1. 250 mL'lik yuvarlak dipli balonu tartılır ve ağırlığını kaydedilir. 5 g katı ya da sıvı yağ (ayçiçeği yağı) ilave edilir, yeniden tartılır. Balona konulan katı ya da sıvı yağın ağırlığını hesaplanır.
2. 5 g NaOH içeren 30 mL 1:1 etanol:su çözeltisi balon içerisinde bulunan yağın üzerine ilave edilir. (NaOH çözeltisini ilave ederken çok dikkatli olun ve sıçramasına izin vermeyin.)
3. Bir cam bagetle karıştırılır.
4. Reaksiyon balonuna birkaç tane kaynama taşı ilave edilir.
5. Reaksiyon karışımı, 30-45 dakika ya da iki ayrı faz oluşuncaya kadar reflux edilir. Reaksiyon tamamladığında çözelti şeffaf olmalıdır. Reflux sırasında, balon ya da soğutucunun çeperlerine yapışan katı maddeler, reaksiyon balonu yavaşça çalkalanarak reaksiyon balonuna geri döndürülmelidir.
6. 250 mL'lik bir beherde 25 g NaCl 75 mL su içerisinde çözülerek doymuş tuzlu su hazırlanır.
7. Reaksiyon çözeltisi homojen olduğunda, reaksiyon balonu ısıtıcıdan alınır ve hazırlanan doymuş tuzlu su dikkatli bir şekilde reaksiyon karışımına ilave edilir.
8. Birkaç dakika karıştırılır ve katı kısım reaksiyon karışımından süzülerek ayrılır. Süzgeç kağıdı üzerindeki katı madde 5 mL buzlu su ile iki kez yıkanır.
9. Sabunun kuruması için birkaç dakika aspire edilir.
10. Elde edilen sabun bir spatül kullanılarak temiz, kuru bir saat camı ya da küçük bir behere aktarılır.
11. Cildinizle sabunu temas etmekten kaçının (**Önemli:** Sabun NaOH içerebilir, bu nedenle cildinize temastan kaçının. Plastik eldiven kullanın).
12. Sabununuzun bir sonraki laboratuvar haftasına kadar kuruması için kilitli dolabınıza bırakın.

PEKİŞTİRME SORULARI

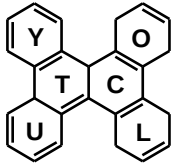
1. Esterleşme reaksiyonu nedir?
2. Sabunlaşma nedir? Sabunlaşma için reaksiyon mekanizması yazın.
3. Sabunlaşma sonucu elde edilen ürün neden bir tuz olarak adlandırılır?
4. Katı yağ ve baz karışımına etanol ne amaçla ilave edilir?
5. Sabun hazırlama işlemi sırasında doymuş tuz çözeltisi ilave edilmesinin sebebi nedir?
6. Sabun, suyu seven bir grup (hidrofilik) ve suyu sevmeyen bir grup (hidrofobik) içerir. Bu gruplar yağların temizlenme işlemine nasıl katkı sağlarlar? Açıklayınız.
7. Sabunların su içinde yağlara göre çok daha iyi çözünme sebebini açıklayınız.
8. Sabun ve sentetik deterjanlar arasındaki yapısal benzerlik ve farklılıklar nelerdir?
9. Bir su numunesinin sert ya da yumuşak su olduğunu nasıl belirlersiniz? Deneysel bir test ile açıklayınız.
10. Sabun aşağıdakilerden her birine ilave edilip çalkalandığında ortaya çıkan fiziksel durumu tanımlayınız.
a) Destile su b) Musluk suyu c) Kalsiyum klorür çözeltisi
11. Üç yağ asidi grubu olarak palmitik asit, oleik asit ve linoleik asit içeren triaçilgliserolün sabunlaşma reaksiyonu için bir kimyasal eşitlik yazınız.
12. Gliseril tripalmitat ile sodyum hidroksit arasındaki sabunlaşma reaksiyonunu yazınız.
13. Genel formülü verilen bileşik aşağıdakilerden hangisidir?



- a) Steroid b) Karbohidrat c) Yağ Asidi d) Katı/Sıvı Yağ

SONUÇLAR

Elde edilen madde miktarı (gram)	Teorik Verim (gram)	Verim (%)	Erime ya da Kaynama Noktası (°C)	
			Literatür	Deneyisel
Fiziksel Özellikler				
İmza				



6.4 HİPPÜRİK ASİT



DENEY 4

1. Amino asitler hakkında bilgi veriniz. Kimyasal özelliklerini açıklayınız.
2. İzoelektrik nokta, zwitter iyon, optikçe aktiflik nedir?
3. Substitüsyon, nükleofilik katılma-ayrılma reaksiyonlarını açıklayınız.

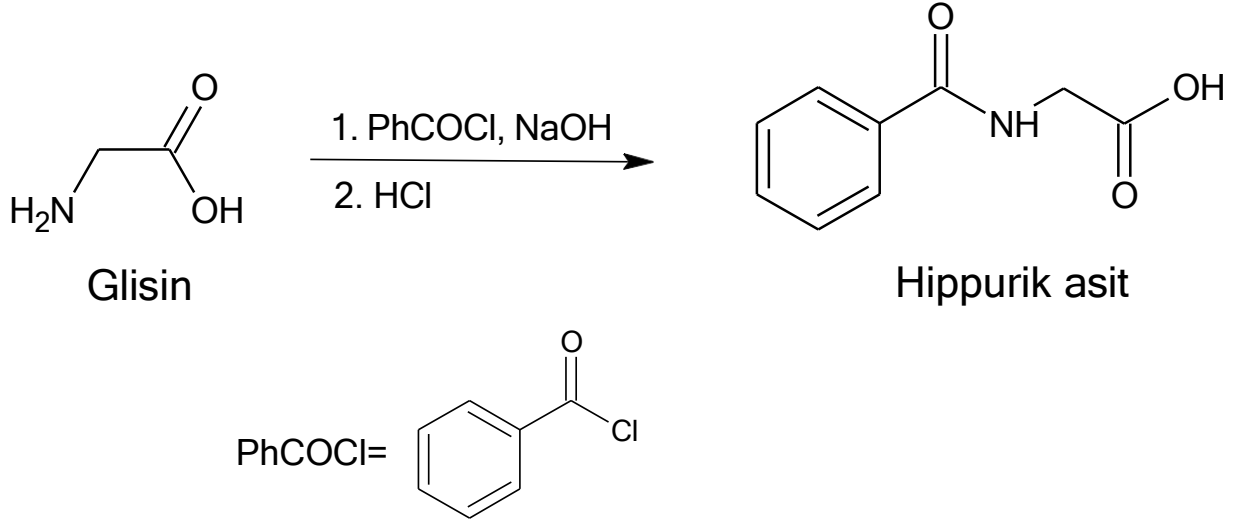
GÜVENLİK BİLGİLERİ

Reaktif Adı	Tehlike Sınıflandırması	Tehlike Sembolleri
Benzoil klorür	Akut toksisite, Cilt tahrişi, Göz tahrişi, Deri hassasiyeti	
Benzoil klorür	Metaller için aşındırıcı, Cilt aşınması, Ciddi göz hasarı	
Hidroklorik asid	Akut toksisite, Cilt tahrişi, Göz tahrişi, Deri hassasiyeti	
Hidroklorik asid	Metaller için aşındırıcı, Cilt aşınması, Ciddi göz hasarı	
Sodyum hidroksid	Metaller için aşındırıcı, Cilt aşınması, Ciddi göz hasarı	

GENEL BİLGİ

Hippürik asit, atların idrarında ve diğer otçullarda bulunan bir karboksilik asittir. Hippurik asit sıcak suda çözünür ve kristallenir. Bu tür birçok aromatik bileşik, amino asit ve glisin ile reaksiyona sokulmak suretiyle hippurik aside dönüşür.

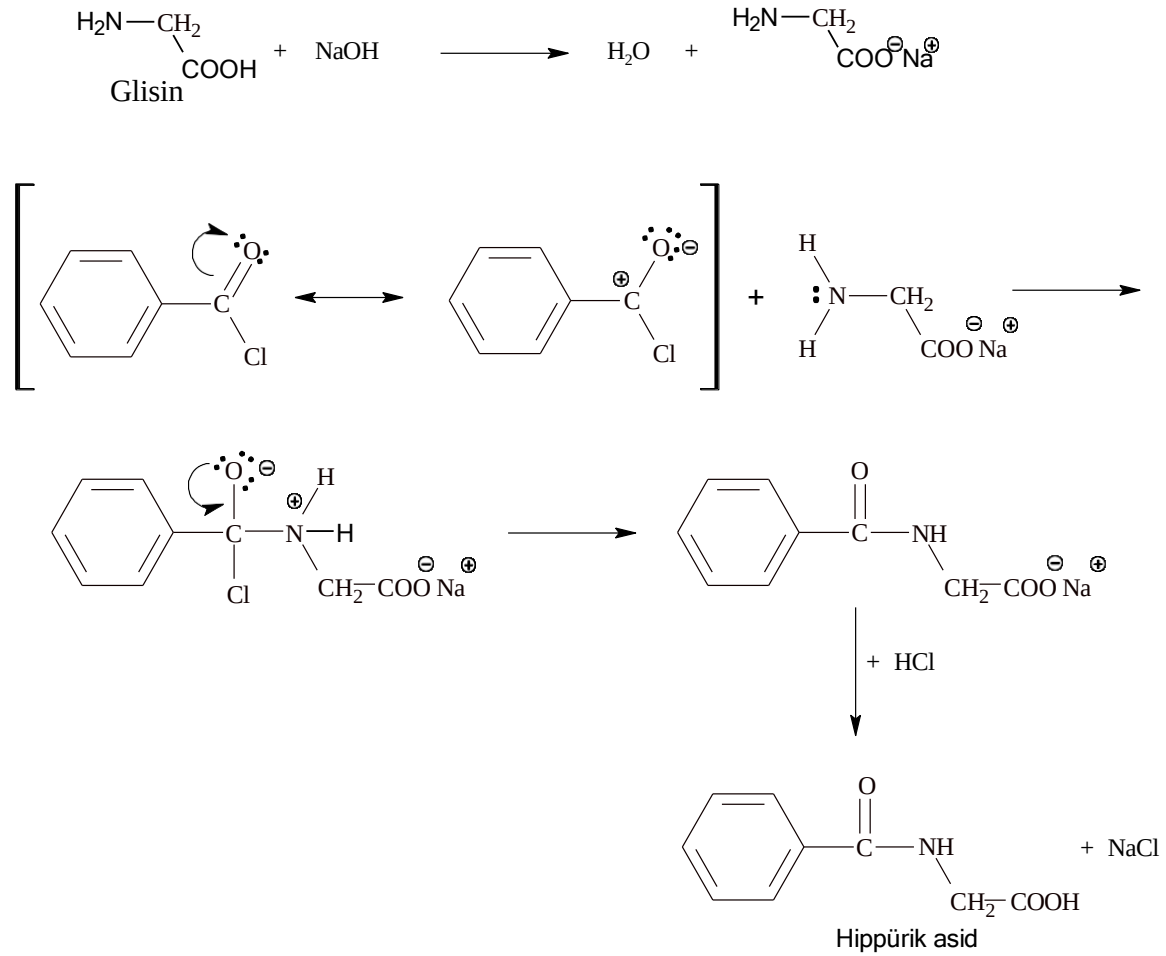
Hippurik asidin modern sentezi, benzoil klorür ile glisinin açılması içerir (Şema 6.4)¹⁰.



Şema 6.6 Hippürik asit sentezi.

Reaksiyon, amin grubunun açillendirilmesi olup, nükleofilik katılma ayrılmasıdır. Bu substitüsyon reaksiyonunda karboksilli asitlerdeki –OH, asit halojenürlerdeki –F, –Cl, –Br, –I, asit anhidridlerdeki –OOCR, karboksilli esterlerdeki –OR ve amidlerdeki amino grupları, diğer bazik gruplarla yer değiştirir. Bizim reaksiyonumuzda ayrılan grup benzoil klorürün –Cl’üdür. Şema 6.5’de görüldüğü gibi ilk adımda glisin NaOH ile tepkimesinden aminoasetik asidin sodyum tuzu oluşur ve NH₂ grubunun elektron çiftinin benzoil klorürün karbonuna bağlanır. Oluşan ara üründen HCl ayrılmasından ve tuzun asidlendirilmesinden sonra hippürik asit ele geçer¹¹.

REAKSİYON MEKANİZMASI



Şema 6.7 Hippürik asid sentez mekanizması.

YÖNTEM

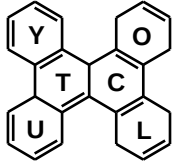
1. Bir balonda bulunan 12,5 mL'lik %10 NaOH çözeltisi içinde 1,25 g glisin çözülür
2. Bu çözeltiliye 2,7 g (2,25 mL) benzoil klorür kısım kısım katılır.
3. Her ilaveden sonra balonun ağzı bir tıpa ile kapatılarak benzoil klorür reaksiyona girinceye kadar çalkalanır.
4. Çözelti sonra bir behere aktarılır, biraz su ile balon yıkanır behere eklenir. Bunun içine bir miktar buz parçası konur.
5. Üzerine karışım asidik olana kadar karıştırarak der. HCl pH kağıdı ile kontrol edilerek ilave edilir.
6. Oluşan çökelti hippürik asid ile karışmış olarak ele geçer, süzülür, soğuk su ile yıkanır
7. Ham ürün 37,5 mL sudan kristallendirilir.
8. Sıcak çözeltilerden hippürik asid kristalleri süzülür ve bir sonraki laboratuvar haftasına kadar kuruması için kilitli dolabınıza bırakın¹².

PEKİŞTİRME SORULARI

1. Amino asitler hakkında bilgi veriniz. Kimyasal özelliklerini açıklayınız.
2. Amino asitlerin sentez yöntemleri nelerdir?
3. İzoelektrik nokta, zwitter iyon, optikçe aktiflik nedir?
4. Substitüsyon, nükleofilik katılma-ayrılma reaksiyonlarını açıklayınız.
5. Reaksiyonun oluşum mekanizmasını gösteriniz.

SONUÇLAR

Elde edilen madde miktarı (gram)	Teorik Verim (gram)	Verim (%)	Erime ya da Kaynama Noktası (°C)	
			Literatür	DeneySEL
Fiziksel Özellikler				
İmza				



6.5 İZOAMİL ASETAT



DENEY 5

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

1. Esterleşme nedir? Ester elde etme yöntemleri nelerdir?
2. Destilasyon nedir? Basit destilasyonu açıklayınız.

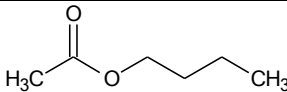
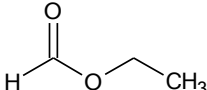
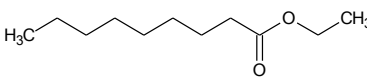
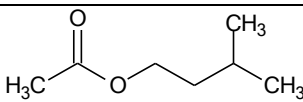
GÜVENLİK BİLGİLERİ

Reaktif Adı	Tehlike Sınıflandırması	Tehlike Sembolleri
İzoamil alkol	Göz ve deri için tahriş edici	
Asetik asit	Korozif ve tahriş edici	
H ₂ SO ₄	Zehirli ! Tehlikeli ! Korozif	
Kloroform (CHCl ₃)	Göz ve deri için tahriş edici Teneffüs edildiğinde tahrişe neden olur.	
Susuz sodyum sülfat (Na ₂ SO ₄)	Göz ile temasında tahrişe neden olur.	
İzoamil asetat (ürün)	Tahriş edici	

GENEL BİLGİ

Esterler, alkollerin organik ya da inorganik asitler ile reaksiyona girmesi sonucu oluşan organik bileşik sınıfıdır. Alkoller ve karboksilik asitlerin farklı kombinasyonları, değişik esterler meydana getirir. Sentezlenen her esterin benzersiz bir kokusu vardır. Bu esterler, meyve ve sebzelerde doğal olarak bulunurlar ve aynı zamanda, parfüm yapımında kullanılmaktadırlar. Örneğin, izoamil asetat karakteristik muz kokusuna sahip bir esterdir (Tablo 6.1).

Tablo 6.1 Meyvelere koku veren bazı ester yapıları

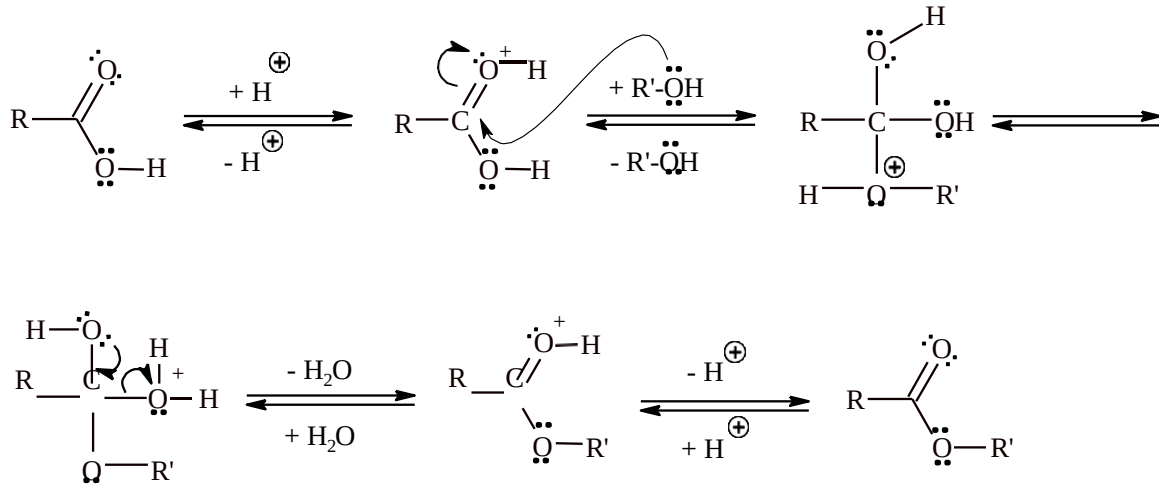
Bileşik Adı	Molekül Yapısı	Koku
Butil asetat		
Etil format		
Etil nonanoat		
İzoamil asetat		

Karboksilik asitlerden türetilen esterler en yaygın olanlardır. Bu esterlerin genel formülü RCOOR' (R ve R' herhangi bir organik grup) şeklinde gösterilebilir. Bir karboksilik asit ile bir alkol asit katalizörlüğünde ester oluşturabilir (su ile birlikte). O zaman bu reaksiyon **Fischer Esterleşmesi** olarak adlandırılır (bkz Şema 6.8).

Fischer Esterleşmesi

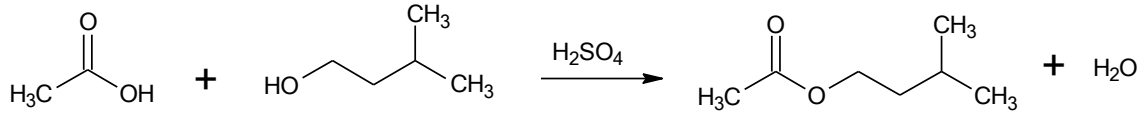
Ester oluşumu bir denge reaksiyonudur ve bu reaksiyonun dengeye ulaşması için katalizör olarak H_2SO_4 , HCl ya da p-toluensülfonik asit gerekmektedir. Denge, reaksiyon karışımından bir ürünün çıkarılması ile bozulabilir (örneğin, reaksiyon sonunda oluşan suyun azeotropik destilasyon ya da moleküler elek kullanılarak uzaklaştırılması veya alkolün fazlasının kullanılması). Bu reaksiyonda birincil alkoller en iyi sonucu vermektedirler¹⁴.

REAKSİYON MEKANİZMASI



Şema 6.8 Fischer Esterleşmesinin mekanizması.

YÖNTEM



1. 100 mL'lik bir balona 2,5 mL (2 g) izoamil alkol konulur.
2. Üzerine 1,3 mL (1,36 g) asetik asit eklenir.
3. Ortama birkaç damla (0,05 mL) H_2SO_4 eklenir.
4. Reaksiyon karışımı 1 saat geri soğutucu altında kaynatılır.
5. Bu süre tamamlanınca balon oda sıcaklığına kadar soğutulur.
6. Reaksiyon karışımı bir ayırma hunisine alınarak üzerine 7 mL CHCl_3 (organik çözücü) eklenir.
7. Karışım çalkalanır ve alttaki kloroform fazı dikkatlice ayrılır.
8. Bu organik faz, uygun bir kurutma ajanı (örneğin Na_2SO_4) kullanılarak kurutulur.
9. Elde edilen organik fazın çözücü uçurulur ve basit destilasyon ile saflaştırılır.

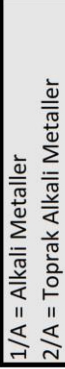
PEKİŞTİRME SORULARI

1. Fischer esterleşmesi nedir?
2. Reaksiyon denklemini mekanizmasıyla birlikte açıklayınız.
3. İzoamil asetatı üç farklı yöntemle elde ediniz.
4. Esterleri nasıl adlandırırsınız? Örnekler üzerinde açıklayınız.
5. Lakton nedir? Örnek veriniz.
6. Etanol ve uygun başlangıç maddesi kullanarak, Etil 4-fenilbutanoat elde ediniz.

SONUÇLAR

Elde edilen madde miktarı (gram)	Teorik Verim (gram)	Verim (%)	Erime ya da Kaynama Noktası (°C)	
			Literatür	DeneySEL
Fiziksel Özellikler				
İmza				

ELEMENTLERİN PERİYODİK TABLOSU

	=	Metaller		=	Yarımetaller	
	=	Ametaller		=	Soygazlar	

Gruplar --->	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
--------------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	----	----	----	----	----	----	----	----	----

1/A	2/A										3/A							4/A	5/A	6/A	7/A	8/A
1. Periyot ->	1H Hidrojen											5B Bor	6C Karbon	7N Azot	8O Oksijen	9F Flor						
2. Periyot ->	3Li Lityum	4Be Berilyum																				
3. Periyot ->	11Na Sodyum	12Mg Magnezyum											13Al Alüminyum	14Si Silisyum	15P Fosfor	16S Kükürt	17Cl Klor					
4. Periyot ->	19K Potasyum	20Ca Kalsiyum	21Sc Skandiyum	22Ti Titanyum	23V Vanadyum	24Cr Krom	25Mn Mangan	26Fe Demir	27Co Kobalt	28Ni Nikel	29Cu Bakır	30Zn Çinko	31Ga Galyum	32Ge Germanyum	33As Arsenik	34Se Selenyum	35Br Brom	36Kr Kripton				
5. Periyot ->	37Rb Rubidyum	38Sr Stronsiyum	39Y İtriyum	40Zr Zirkonyum	41Nb Niobyum	42Mo Molibden	43Tc Teknesyum	44Ru Rutenyum	45Rh Rodyum	46Pd Palladyum	47Ag Gümüş	48Cd Kadmiyum	49In İndiyum	50Sn Kalay	51Sb Antimon	52Te Tellür	53I Iyot	54Xe Ksenon				
6. Periyot ->	55Cs Sezyum	56Ba Baryum	57-71 Lantanitler	72Hf Hafniyum	73Ta Tantal	74W Volfram	75Re Renyum	76Os Osmiyum	77Ir İridyum	78Pt Platin	79Au Altın	80Hg Cıva	81Tl Talyum	82Pb Kurşun	83Bi Bismut	84Po Polonyum	85At Astatin	86Rn Radon				
7. Periyot ->	87Fr Fransiyum	88Ra Radyum	89-103 Aktinidler	104Rf Rutherfordiyum	105Db Dubniyum	106Sg Seaborgiyum	107Bh Bohriyum	108Hs Hassiyum	109Mt Meitreniyum	110Ds Darmstadtium	111Rg Röntgenyum	112Cn Kopernikyum	113Nh Nihoniyum	114Fl Fleroviyum	115Mc Moscovium	116Lv Livermoryum	117Ts Tennessine	118Og Oganesson				

Lantanitler --->	57La Lantan	58Ce Seryum	59Pr Praseodim	60Nd Neodimyum	61Pm Prometyum	62Sm Samaryum	63Eu Evropiyum	64Gd Gadolinyum	65Tb Terbiyum	66Dy Disprozyum	67Ho Holimyum	68Er Erbiyum	69Tm Tuliyum	70Yb İterbiyum	71Lu Lutesyum
Aktinidler ---->	89Ac Aktinyum	90Th Toryum	91Pa Protaktinyum	92U Uranyum	93Np Neptünyum	94Pu Plütonyum	95Am Amerikyum	96Cm Küriyum	97Bk Berkelyum	98Cf Kaliforniyum	99Es Ayştaynyum	100Fm Fermiyum	101Md Mendelevyum	102No Nobelium	103Lr Lavrensium