

## 2. LABORATUVAR ALETLERİ VE TEKNİKLERİ

### 2.1. LABORATUVAR ALETLERİ

Bu bölümde Farmasötik Kimya Laboratuvar çalışmaları sırasında en çok kullanılan alet ve malzemeler incelenmektedir.

#### 2.1.1. Cam Malzemeler

##### 2.1.1.1. Cam Tipleri

Laboratuvarda kullanılan camlar cinslerine göre üçe ayrılırlar:

1.Bazik camlar: Yumuşama sıcaklığı düşük (580 °C) olduğundan bek alevinde yumuşarlar. Ani sıcaklık değişimlerinde kolay çatlarlar. Bazlara karşı dayanıklıdırlar. Volümetrik kaplar bu camlardan yapılır.

2.Asidik Camlar : Borosilikatlı camlar, Duran 50, Pyrex gibi. Bu camların yumuşama sıcaklığı yüksektir (815 °C). Isı şokuna dayanıklıdırlar, çatladıklarında onarılma imkanı vardır, kuvvetli bazik ortam ve sıcak fosforik asit bu camlara etkir, bu nedenle rodajlı malzemeler böyle ortamlarda uzun süre bırakılmaz.

3.Nötr Camlar: Yumuşama sıcaklığı 790 °C dir. Isı şokuna dayanıklıdırlar.

#### 2.1.1.2. Malzemeler Ve Labaratuvar Aletleri

##### a. Balonlar

Laboratuvar çalışmaları en çok kullanılan cam malzemelerdendir. Yapıları gereği ısıtma, soğutma gibi fiziksel etkenlere dayanıklıdırlar. Balon kısmının şekline göre sınıflandırılırlar.

*Düz dipli balonlar:* Alt kısımları düzdür. Daha çok sıvı saklanması ve toplama kabı olarak kullanılırlar.

*Yuvarlak dipli balonlar:* Alt kısımları yuvarlak olduğundan tam balon görünümündedirler. En çok reaksiyon kabı olarak kullanılırlar. Basınç, ısıtma ve soğutma işlemlerine dayanıklıdırlar.

*Armut balonlar:* Değişik yoğunluktaki bileşenlerin karışması ile oluşan reaksiyonlar için kullanılırlar. Örn: Grignard reaksiyonu.

Bunların dışında damıtma (distilasyon) balonları da sıkça kullanılmaktadır. Bunlar iki tiptedir.

*Damıtma balonu :* Normal balonlardan farklı olarak boyun kısmının yan tarafında bir başka boyun ile çıkış borusu mevcuttur. Bazen bu çıkış borusu birden fazla olabilir. Bu tip balonların hepsi yuvarlak diplidir.

*Claisen balonu :* Genellikle indirgenmiş basınçta distilasyon işlemlerinde kullanılır. Termometre balonun yan boynuna takılır. Esas boyuna uygulanan vakumdan dolayı oluşacak köpürme ve sıçramaları önlemek için ucu kılcal çekilmiş bir boru takılır.

### **b. Soğutucular**

Sıvı maddeleri gaz fazı haline getirdikten sonra tekrar sıvı fazına geçirmek için soğutma amacıyla kullanılan cam aletlerdir. Geri çeviren soğutucular olarakta bilinirler. Genel olarak iç içe geçmiş iki cam borudan oluşurlar. Dışta kalan borudan soğutma amacıyla kullanılan su geçer. İçteki borunun ise iki ucu açıktır. Bir ucu reaksiyon kabına takılarak maddenin yoğunlaştırılması için kullanılır. Düşük kaynama noktalı maddelerle çalışırken genellikle uzun boyunlu soğutucular kullanılır. Genelde laboratuvarda kullanılan soğutucular üç çeşittir:

- a.Düz soğutucu (Liebig soğutucusu)
- b.Boğumlu soğutucu
- c.Spiralli soğutucu

### **c. Huniler**

Süzme işlerinde kullanılırlar. İki fazın ayrılmasında, (ayırma hunisi) reaksiyon ortamına reaktif damlatılmasında (Damlatma Hunisi) kullanılırlar.

Normal süzme işleminin yapıldığı huni adi süzme hunisidir. Vakum yapılarak gerçekleştirilen süzme işlemindeki huni nuçe veya Buchner hunisidir.

Cam süzgeçli huniler: Süzgeç kağıdıyla reaksiyona girecek çözeltilerin süzülmesinde kağıt süzgeç yerine cam tozlarının sinterleştirilmesi ile yapılmış cam süzgeçler kullanılır.

#### **d. Rotavapor**

Su trompu veya bir motor sayesinde düşük basınç oluşturularak kullanılan, devamlı dönerek su banyosu içinde homojen uçurma işlemi yapmaya yarayan cihazdır. Düşük basınç nedeniyle maddelerin bozunmasını önler. Kapalı bir sistem olduğu için kötü kokulu kimyasallara maruziyet en aza iner.

#### **e. Adaptör**

Distilasyon işlemlerinde ve balonların ağız sayısını artırmada kullanılır. Böylelikle aynı kap içindeki reaksiyona değişik uygulamalar yapılabilir. Değişik ölçülerde adaptörler mevcuttur.

#### **f. Kurutma Başlığı**

Havanın neminden etkilenebilecek reaksiyonlarda, içi kalsiyum klorür gibi nem çekebilecek bir madde ile doldurularak kullanılan cam malzemelerdir.

#### **g. Termometre**

Reaksiyonun sürdürülmesi gereken sıcaklığın takibi ve belirlenmesi için kullanılır. Genellikle  $-10$  ila  $+300$  °C göstergeli termometreler kullanılır. Soğuk ortamda yürütülmesi gereken reaksiyonlarda  $-70$ ,  $-120$  °C lik termometreler kullanılır.

#### **h. Erlen ve Beher**

Erlen dar ağızlı, beher ise geniş ağızlı her ikisinde düz tabanlı laboratuvar çalışmalarında en sık kullanılan deney kaplarıdır. Genel amaçla kullanılırlar.

### **i. Magnet (Magnetik Balık)**

Kimyasal reaksiyonlarda karıştırma amacıyla kullanılırlar ve reaksiyon hacmine göre değişik boyutlarda kullanımını mümkündür.

### **j. Mezür**

Genellikle camdan ve bazen de asit ve bazlara dayanıklı plastikten yapılmış silindir şeklinde malzemelerdir. Gerekli hacimde solvan kullanılması halinde kullanılırlar.

### **k. Spatül**

Kimyasal maddelerin deney ortamına taşınması veya tartım alma amacı ile kullanılan özel kaşıktır. Bir çok değişik tipte ve boyda mevcuttur.

### **l. Baget**

Genellikle camdan yapılan ve karıştırma amacıyla kullanılan çubuklardır.

### **m. Desikatör**

Nemden uzak saklanması gereken kimyasal maddelerin depolanması amacıyla kullanılan kapaklı cam malzemedir. Tepesinde bulunan musluk sayesinde içindeki hava emilebilir.

## **2.2. KARIŞTIRMA VE ÇALKALAMA**

### **2.2.1. Karıştırma**

Deneyler sırasında karıştırılması gereken kimyasal maddeler için uygulanır. Her türlü kimyasal çalışmada reaksiyonun yada deneyin homojen yürümesi için iyi bir karıştırma gereklidir. Küçük ve kapalı kaplarda karıştıma daha kolaydır.

### **2.2.2. Karıştırma Aletleri**

Bu amaçla en çok ısıtmalı (gerekliyorsa) veya ısıtmasız magnetik karıştırıcılar kullanılır. Karıştırılacak maddelerin bulunduğu kaba bir magnet

atılarak, karıştırıcı alet üzerinde istenen devirde karıştırma sağlanabilir. Karıştırma sırasında ısı uygulaması ve madde ilavesi gerekiyorsa, geri çeviren soğutucu kullanılır. Madde ilavesi amacıyla çok boyunlu balon veya adaptörlerden yararlanır.

Karıştırma işlemi için reaksiyon kabının içine daldırılarak kullanılan elektrikli karıştırıcılardan da faydalanılabilir.

### **2.2.3. Çalkalama**

Çalkalama işlemi karıştırma ile istenmeyen fiziksel yada kimyasal oluşumlar verebilecek reaksiyonlara uygulanır ve bu amaçla çalkalama aletinden faydalanılır.

Ekstraksiyon işlemi sırasında da düzenli çalkalama işlemine başvurulur. Bu çalkalama işlemi ayırma hunisinde gerçekleştirilir.

### **2.2.4. Çalkalama Aletleri**

Bir kasa içinde reaksiyon kabının belli hızda sağa-sola sallanması şeklinde çalkalama sağlanır. Temizlemesi zor cam malzemeler, temizleme suyu ile çalkalama makinesinde bir süre bekletilirler.

## **2.3. ISITMA VE SOĞUTMA**

### **2.3.1. Isıtma Yöntemleri**

Kimyasal reaksiyonlar ısı alınması ve salınmasıyla oluşur. Bu nedenle kullanılan kimyasal maddelerin kaynama ve erime noktaları bilinmeli, bu özelliklerine göre de ısıtma veya soğutma işlemleri uygulanmalıdır.

Isıtma işlemi yanıcı ve patlayıcı maddeler düşünülerek, alevle doğrudan ısıtma değil, ısıtma banyoları kullanılır.

100 °C ye kadar sıcaklıklar için su banyoları kull. NaCl, KCl, NaNO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ve CaCl<sub>2</sub> ün doymuş sulu çözeltileri kullanılırsa ısı sırasıyla 105 °C, 108 °C, 120 °C, 135 °C ve 180 °C'ye kadar çıkar.

100 °C'den yukarı ısıtmalar için yağ banyoları kullanılır. Bunlar aşağıdaki gibidir;

140-150 °C'ye kadar gliserin,  
220 °C'ye kadar sıvı parafin,  
250 °C için silikon.

Yağ banyoları devamlı çeker ocaklar altında kullanılmalıdır. İçerisine su kaçırmamaya dikkat edilmelidir.

Mantolu ısıtıcılar; doğrudan alevin veya yağ banyolarının kullanmanın zor ve tehlikeli olduğu durumlarda kullanılır.

Bazı laboratuvarlarda merkezi ısıtma ile su buharı sağlanır ve böylece 100 °C'ye kadar ısıtmalar kolayca yapılabilir.

### 2.3.2. Soğutma Yöntemleri

Soğuk ortamda yürütülmesi gereken reaksiyonlar için kullanılır. 0-5 °C için iyice ufaltılmış buz yeterlidir. 0°C'den düşük sıcaklıklar için tuz-buz karışımları kullanılır. (Örneğin:1 kısım tuz-3 kısım buz)

<u>Tuz</u>	<u>100 kısım buza ilave edilecek tuz</u>	<u>En düşük sıcaklık °C</u>
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	20 kısım	-2
KCl	30 kısım	-11
NH <sub>4</sub> Cl	25 kısım	-15
NaNO <sub>3</sub>	50 kısım	-18
NaCl	33 kısım	-20
NaNO <sub>3</sub> . NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	55:52 kısım	-26
CaCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	150 kısım	-49
<u>Çok düşük sıcaklıklar için ;</u>		
Katı karbondioksit veya CO <sub>2</sub> karı + aseton		-78 °C
Sıvı azot		-196 °C

## 2.4. KURUTMA

### 2.4.1. Organik Katı Maddelerin Kurutulması

Kurutma organik madde veya çözeltilerin sudan kurtarılması işlemidir.

1. Nemden etkilenmeyen maddeler için açık havada süzgeç kağıdının üzerinde,
2. Maddenin E.N sınıfı altında, sabit ısıdaki etüvde, (10-20 °C altında)
3. Vakum desikatöründe: Desikatör içine kurutucu olarak çeşitli maddeler kullanılabilir: Derişik  $H_2SO_4$ , NaOH,  $CaCl_2$ ,  $P_2O_5$

### 2.4.2. Organik Sıvıların Kurutulması

Sıvılar inorganik kurutma araçlarıyla doğrudan temas ettirilebilir. Kurutucu seçerken şunlara dikkat edilir.

1. Kurutma aracı kurutulacak madde ile kimyasal olarak bağlanmamalıdır,
2. Hızlı ve etkin kurutma kapasitesine sahip olmalıdır,
3. Kurutulacak sıvıda hiç çözünmemelidir,
4. Katalitik etkisi olmamalıdır,
5. Mümkün olduğu kadar ekonomik olmalıdır.

### 2.4.3. Kurutma Aracı Olarak Kullanılan Maddeler

Kalsiyum Klorür (Susuz): Kurutma kapasitesi fazla ve ucuz olduğu için çok kullanılır. Alkol fenol ve aminler  $CaCl_2$  ile hidratlarına benzer bileşikler verdikleri için kullanılmazlar.

Magnezyum Sülfat (Susuz): Kapasitesi, kurutma hızı ve etkinliği fazladır. Bütün organik maddeler için kullanılabilir.

Sodyum Sülfat (Susuz): Yüksek kapasiteli ve ucuz bir maddedir. Her madde için kullanılabilir.

Kalsiyum Sülfat (Susuz): Kapasitesi düşüktür. Na ve MgSO<sub>4</sub> den pahalıdır ancak 230-240 ° C fırında ısıtılarak rejenere edilebilir.

K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Susuz): Nötral ve bazik maddeler için kullanılır. Asidik ve fenolik maddelerde kullanılmaz. Kapasitesi iyi fakat etkinliği yavaş ve orta derecedir.

NaOH ve KOH: Organik bazlar için etkin kurutuculardır.

CaO: Yavaş kurutan fakat etkin bir maddedir.

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>: Son derece etkindir, hızlı reaksiyon verir. Tehlikeli ve pahalıdır. Madde önce diğer bir kurutucuyla kurutulmalı sonra P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> kullanılmalıdır.

Metalik Sodyum: Eterlerin, doymuş ve aromatik hidrokarbonların kurutulmasında kullanılır. En etkin kurutucudur. Suyun çoğu önce bir başka kurutucuyla uzaklaştırılmalıdır. En etkin şekli tel halinde kullanılanıdır, tel doğrudan sıvının içine çekilmelidir. Sodyum kullanırken çok dikkatli olunmalıdır. Suyla temasta hemen patlar. Artık sodyum fazla miktarda MeOH içinde çözülerek yok edilir.

Derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: Bromla karışmadığı için Bromun kurutulmasında kullanılır.

#### **2.4.4. Organik Bileşikler İçin Kurutma Ajanları**

Alkan, Alken, Aren, Eter: CaCl<sub>2</sub>, CaSO<sub>4</sub>, Na, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Alkol: K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, CaSO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>

Alkil ve aril: CaCl<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>, CaSO<sub>4</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Halojenürler, Amin: NaOH veya KOH

Aldehit: Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>, CaSO<sub>4</sub>

Keton : Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>, CaSO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Karboksilli Asit ve Ester: Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>, CaSO<sub>4</sub>

LiAlH<sub>4</sub>: Su ile siddetle reaksiyona girer.

CaH<sub>2</sub>: Özellikle gazların, hidrokarbonların, ester ve yüksek moleküllü alkanların kurutulmasında kullanılır.



## 2.5. ORGANİK ÇÖZÜCÜLERİN SAFLAŞTIRILMASI

Mutlak eter: Eterin içerdiği başlıca safsızlıklar su, etil alkol ve peroksitlerdir. Eterde peroksit varlığı nişastalı iyodür çözeltisinden iyodu açığa çıkarması ile saptanabilir. Peroksitler derişik Fe(II) tuzları çözeltileri ile çalkanarak uzaklaştırılabilir. Ayrıca, sodyum sülfidin sulu çözeltisi ile çalkanarak da uzaklaştırılabilir.

Mutlak eter hazırlamak için 1 lt eter 100 ml Fe(II) çözeltisiyle kuvvetlice çalkalanır. Sonra 150-200 g susuz CaCl<sub>2</sub> ile 24 saat ara sıra çalkalayarak bekletilir. Böylece su ve alkol uzaklaşır. Pilili süzgeç kağıdından süzülür. İçine yaklaşık 7 g sodyum teli yerleştirilir. Sıkıca kapatılarak karanlık bir yerde saklanır.

Mutlak etilalkol: Ticari etil alkol %95'lidir. Ticari alkolden mutlak alkol CaO üzerinden kurutulularak hazırlanır. Saf kalsiyum oksit 6 saat etüvde ısıtılır. 1 lt alkole yeni rejenere edilmiş veya kurutulmuş 250 g CaO ilave edilir ve 6 saat reflux edilir. 1 gece bekletilir ve distilenecek mutlak etanol elde edilir.

Mutlak metilalkol: Safsızlık olarak su ve aseton içerebilir. Sentetik CH<sub>3</sub>OH genellikle safsızlık içermeyecek kadar temiz elde edilir. Fazlaca su içeriyorsa etanolde uygulanan yöntemle göre suyundan kurtarılır.

Yapısında aseton varsa uzaklaştırmak için; 500 ml CH<sub>3</sub>OH, 25 ml furfural ve 60 ml %10 NaOH karışımı ile 6-12 saat kaynatılır. Asetonu da içeren bir reçine oluşur. Distilasyon ile mutlak CH<sub>3</sub>OH elde edilir. Saf CH<sub>3</sub>OH K.N.65 °C dir.

Benzen : Benzen içinde su ve tiyofen bulunabilir. Sudan dietileterdeki yöntemle göre kurtarılabilir. Tiyofenin varlığı, 3 ml benzenin 10 ml der. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> içindeki 10 mg isatin çözeltisi ile çalkalayıp bekletilmesi ile anlaşılır, mavi-yeşil renk oluşumu tiyofenin varlığını gösterir. Tiyofenin

uzaklaştırılması ise şöyle olur: Benzen ağırlığının %15'i kadar derişik  $H_2SO_4$  ile çalkalanır, tiyofen benzenden daha kolay sülfonlandığı için ayrılır. İşlem ayırma hunisinde birkaç defa çalkalanarak yapılır.  $H_2SO_4$  fazı alttan alınır. Benzende kalabilecek asidi uzaklaştırmak için iki kere %10  $Na_2CO_3$  çözeltisi ve suyla çalkalanır.  $CaCl_2$  üzerinden kurutulur ve distillenir. Sodyum varlığında saklanır. Saf Benzen K.N: 80 °C dir.

Toluen: Safsızlık olarak su ve metiltiyofen içerebilir. Benzende anlatılan yönteme göre saflaştırılabilir. Saf toluen K.N: 100.5 °C dir.

## 2.6. İNORGANİK REAKTİFLERİN HAZIRLANMASI

HCl Gazı: 1) Derişik  $H_2SO_4$  ve  $NH_4Cl$ 'den hazırlanır. Oluşan gaz derişik  $H_2SO_4$  dolu bir tuzaktan geçirilerek kurutulur. 2) Derişik  $H_2SO_4$  ve derişik HCl'den hazırlanabilir.

$H_2S$  Gazı: FeS ve HCl'den hareketle hazırlanır.

$N_2$  ve  $H_2$  Gazları hazır olarak satılan silindirlerden sağlanır.

## 2.7. CAM MALZEMELERİN TEMİZLENMESİ

En basit yıkama toz deterjan, fırca ve su ile yapılanıdır. Temizlemesi zor kalıntılar için iyi bir temizleme aracı kromik asit çözeltisidir. Bu çözelti  $CrO_3$  ve  $H_2SO_4$  karışımıdır. Kuvvetli yükseltgen ve çözücü etkisi vardır. 1.5 g  $Na_2Cr_2O_7$ , 5 ml suda çözülür ve 100 ml derişik  $H_2SO_4$  katılması ile hazırlanır.

Kromik asit çözeltisi kullanmadan önce cam malzeme suyla çalkalanmalıdır. Bir miktar kromik asit çözeltisi alınarak kabın kirli yüzeyi ıslatılır, bir süre bekledikten sonra malzeme su ile yıkanır.

## 2.8. DİĞER BİLGİLER

Reaksiyon ortamından çıkacak zehirli gazların tutulması için en basit yol soğutucunun tepesine lastik hortum geçirilerek diğer ucuna bir huni

bağlanır ve huni ters çevrilerek içi su veya gaz absorblayıcı bir çözelti dolu olan behere daldırılır.

Bir reaksiyonun inert atmosfer altında yürütülmesi gerekiyorsa ; (Lityum-organik bileşikleri ve Grignard reaktiflerin kullanılması durumunda reaksiyon inert bir gaz altında yapılır). İntert gaz olarak çoğunlukla azot gazı kullanılır.

Deneyisel çalışma sırasında tartılan madde miktarı önemli ise mutlaka çift tartım yöntemi ile tam tartım alınmalıdır.

### **Sorular**

1. Asidik camlar ve nötr camların yapısını ve özelliklerini yazınız.
2. Laboratuvar çalışmalarında kullanılan balonları sınıflandırarak açıklayınız.
3. Rotavapor ne amaçla kullanılır?
4. Laboratuvarda 140-150 °C'ye kadar olan ısıtma işlemlerinde ne kullanılır?
5. Soğuk ortamda yürütülmesi gereken deneylerde –50 °C temini için neler kullanılır?
6. Kurutma aracı olarak kullanılan maddelerin özellikleri neler olmalıdır? Yazınız.
7. Fosfor penta oksit ne amaçla kullanılır?
8. Mutlak eter ve HCl gazı nasıl hazırlanır?