

1. HAFTA: KİM-354 Organik Kimya Laboratuvarı Teknikleri

Amac ve Kapsam:KİM-354 Organik Kimya Laboratuvar dersi kapsamında; öğrencilerin laboratuvar teknikleri, organik sentez ve organik analiz konularında yeterlilik kazanması ve meslek hayatlarında gerekli olacak laboratuvar uygulamalarını başarılı bir biçimde tamamlamaları hedeflenmektedir. Bu doğrultuda ders programı birbirini takip eden organik sentez, literatür araştırması ve organik analiz (teşhis) olarak tanımlanan üç bölümden oluşmaktadır. Tamamen uygulamaya dayalı dersin ilk haftasında, öğrenciler laboratuvarın genel işleyişi ile ilgili prensipler konusunda detaylı bir biçimde bilgilendirilmektedir. Öğrencilerin uyması beklenen laboratuvar kuralları maddeler halinde sıralanacak olursa;

- Tehlike kaynaklarını bilerek ve güvenlik kurallarına özen göstererek çalışmak, öncelikle öğrencilerin kendi sorumluluğundadır.
- Sentez çalışmalarının herhangi bir kazaya sebebiyet vermeden, kontrollü bir biçimde devam edebilmesi için laboratuvar da görev yapmakta olan Araştırma Görevlileri öğrencileri gerekli durumlarda uyarma ve yönlendirmekle yükümlüdür.
- Öğrenciler, emin olmadığı her konuda, kendilerinin ve çalışma arkadaşlarının güvenliğini tehlikeye atmamak için ilgili öğretim elemanlarına danışmaktan çekinmemelidir.
- Laboratuvar da gerçekleştirilecek çalışmalar süresince koruyucu gözlük takmak ve önlük giymek zorunludur.
- Saçlar hiçbir zaman açık bırakılmamalıdır. Ayakkabılar laboratuvar da çalışmaya uygun olmalı, burnu açık ve topuklu ayakkabı giyilmemelidir.
- Gözleri korumak ve olası kazalarda yaralanmayı en aza indirmek için lens kullanılmamalıdır.
- Laboratuvar da herhangi bir şey yenilip, içilmesi kesinlikle yasaktır.
- Laboratuvar da başkalarının da çalıştığı düşünülerek gürültü yapılmamalıdır.
- Cep telefonu ile konuşmak, müzik dinlemek yasaktır.
- Laboratuvar düzenine aykırı hareketlerde bulunmak (koşturmak, el şakası yapmak, vb.) kesinlikle yasaktır.
- Laboratuvar da meydana gelen her türlü olay, ilgili araştırma görevlilerine anında haber verilmelidir.
- Laboratuvar sorumlularının izni olmadan hiçbir madde ve malzeme laboratuvar dan dışarı çıkarılmamalıdır.
- Atılacak katı maddeler çöp kutusuna atılmalıdır. Sıvılar ise atık çözücü şişelerine boşaltılmalıdır.
- Organik çözücüler ve uçucu sıvılar lavaboya dökülmemelidir.
- Benzen, eter ve benzeri yanıcı ve uçucu maddeler ne kadar uzakta olursa olsun açık alev bulunan ortamda kullanılmamalıdır.
- Çalışmalar mümkün mertebe çeker ocak içerisinde yürütülmelidir.
- Kimyasallar taşınırken mutlaka her iki el de kullanılmalı, bir tanesi ile kapaktan sıkıca tutarken, diğeri şişenin altından kavramalıdır.
- Meydana gelebilecek olası kaza ve tehlikeli durumlar, reaksiyona başlamadan önce belirlenmelidir.
- Yeni kullanılacak kimyasallar veya düzeneklerden gelebilecek tehlikelere karşı önceden gerekli tedbirler alınmalıdır.
- Laboratuvar da meydana gelebilecek kazalar ve uygulanması gereken ilk yardım işlemleri öğrenilmelidir.
- Bir kaza anında, ilk müdahalenin yapılabilmesi için yangın söndürme ve ilk yardım işlem ve gereçlerini uygulamayı bilmeli ve eğitilmiş elemanlardan yardım istenebilmelidir.

Laboratuvardaki ilk hafta çalışmalara gelmeden önce tekrar edilmesi gereken kavramlar ve bu bilgilere ulaşılabilecek kaynaklar:

1. a) **Reaksiyonlarda kullanılacak organik / anorganik bileşiklerin fiziksel özellikleri ve risk/güvenlik cümleleri:** Sentez çalışmalarının bilinçli bir biçimde yürütülebilmesi için öğrencilerin ilgili reaksiyon düzeneğini kurmadan önce kullanılacakları her türlü kimyasal maddenin fiziksel ve kimyasal özellikleri ile risk/güvenlik (R, S) cümlelerini bilmesi beklenmektedir. Dolayısıyla öğrencilerin laboratuvar defterlerine her bir bileşik için ayrı bir kayıt açarak, bu bilgileri not almaları gerekmektedir. *Kimyasalların güvenlik kurallarına uygun olarak kullanılması ile ilgili gerekli önlemler gözden geçirilmeden, ilgili preparatın sentezine başlanmasına izin verilmemektedir.*

b) **Laboratuvar kazaları ve ilkyardım teknikleri:** Laboratuvar çalışmaları esnasında bir kaza meydana gelmesi durumunda, kazanın sebebinin ivedilikle tespit edilerek, uygun önlemlerin alınması gerekmektedir. Bu amaçla laboratuvar dersini alan öğrencilerin kaza türlerini (fiziksel şok, elektrik şoku, yangın, patlama, yanık, kesik, zehirlenme) sınıflandırarak, böyle bir durumda uygulanması gereken ilkyardım teknikleri ile ilgili bilgi sahibi olması gerekmektedir. Ayrıca öğrencinin, ilkyardım dolabı içerisinde bulunması gereken tıbbi malzemelerin takibini yaparak, gerekli durumlarda (ör. asit ve baz yanıklarında) kullanılacak çözümleri pratik bir biçimde hazırlayabilmesi gerekmektedir.

Kaynak (1): Denel Organik Kimya, Bölüm 1.2 Laboratuvar Kazaları ve Zehirli Kimyasal Maddeler, Ender Erdik vd., Gazi Kitabevi, 6. Baskı, sayfa: 11-18, 2011.

Kaynak (2): Laboratuvar Güvenliği (Kimya Laboratuvarlarında Güvenli Çalışma), Muammer Canel, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Döner Sermaye İşletmesi Yayınları No: 26, 2002.

Kaynak (3): Bileşiklerin fiziksel / kimyasal özellikleri ile ilgili bilgiye ulaşmak amacıyla kullanılabilir çevrimiçi kataloglar.

Ör. Sigma-Aldrich: <https://www.sigmaaldrich.com/>

Not: Konu ile yukarıda verilen kaynaklar haricinde pratik yapma gereksinimi duyan öğrencilerin; farklı Organik Kimya Laboratuvarı kitaplarına da başvurması önerilmektedir. Konu ile ilgili detaylı bilgi için dersin koordinatörü ile (Doç. Dr. Naime Didem Kahya) irtibata geçilmesi gerekmektedir.

2. **Reaksiyon Denkleştirilmesi ve verim hesabı:** Organik sentez çalışmalarının gerçekleştirileceği bu laboratuvar dersinde öncelikli olarak bilinmesi gereken konuların başında, ilgili reaksiyon denkleminin denkleştirilmesi gelmektedir. Ayrıca, sentez ve saflaştırma işlemleri tamamlanan saf ürünün veriminin hesaplanması da önemlidir. Bu amaçla **öğrencinin tersinir-tersinmez reaksiyon, substrat, reaktif, çözücü, ana ürün, yan ürün, safsızlık, ham ürün, teorik (kuramsal) verim, reaksiyon verimi** ifadelerini bilmesi, **organik çözücülerini sınıflandırabilmesi** ve bu bilgileri gerçekleştirdiği reaksiyonun denklemini yazarken kullanması beklenmektedir. Laboratuvarda yapılan her bir deneyin sonunda erişilen verimin uygun bilimsel yöntemle hesaplanması ve sonucun yorumlanması da istenmektedir.

Kaynak(1): Temel Üniversite Kimyası, Bölüm 2.5 Reaksiyon Denklemlerinin Denkleştirilmesi, Ender Erdik ve Yüksel Sarıkaya, Gazi Kitabevi, 21. Baskı, sayfa: 44-46, 2014.

Kaynak(2): Temel Üniversite Kimyası, Bölüm 2.6 Kimyasal Reaksiyonlara Dayanan Hesaplamalar, Ender Erdik ve Yüksel Sarıkaya, Gazi Kitabevi, 21. Baskı, sayfa: 46-56, 2014.

Not: Konu ile yukarıda verilen kaynaklar haricinde pratik yapma gereksinimi duyan öğrencilerin; KİM-117 Temel Kimya I ve KİM-118 Temel Kimya II Ders Notlarına ve Temel Kimya Ders Kitaplarına başvurması önerilmektedir. Konu ile ilgili detaylı bilgi için dersin koordinatörü ile (Doç. Dr. Naime Didem Kahya) irtibata geçilmesi gerekmektedir.

3. Laboratuvarında kullanılan sarf malzemeler ve cihazlar: Laboratuvar dersinde her bir öğrenciye dönem boyunca gerçekleştireceği çalışmalarda kullanması için tahsis edilen birer malzeme dolabı bulunmaktadır. Öğrencilerin bu malzemeleri dikkatli bir biçimde ve temiz muhafaza etmesi, dönem sonunda da eksiksiz ve temiz bir biçimde teslim etmesi gerekmektedir. Öğrencilerin, dolapları içerisinde standart olarak yerleştirilmiş olan ve aşağıda listelenen sarf malzemelerin özellikleri ve kullanımları konusunda laboratuvar çalışmalarına başlamadan önce bilgi sahibi olması beklenmektedir.

- Amyant
- Ayrırma hunisi
- Beher
- Düz dipli balon
- Damlatma hunisi
- Damıtma düzeneği
- Geri soğutucu
- Koruma gözlüğü
- Spatül
- Pens
- Baget
- Kesik boyunlu huni
- Deney tüpü
- İki ağızlı balon
- Magnet
- Saat camı
- Tüplük
- Numune kabı
- Hortum
- Termometre
- Üç ayak
- Kıskaç ve nivo seti

Ayrıca; asistan dolaplarında yer alan aşağıdaki sarf malzemeler ve laboratuvarın ortak kullanımında bulunan cihazların da dikkatli, özenli ve temiz bir biçimde kullanılması gerekmektedir.

- Fraksiyon başlığı
- Su buharı damıtma düzeneği
- Eğik soğutucu
- Nuçe hunisi ve erleni
- Keck kelepçesi
- Cam pamuğu
- Kalsiyum klorür tüpü
- Magnetik karıştırıcı ısıtıcı (Hot plate)
- Erime noktası tayin cihazı
- Hassas Terazî
- Buz makinesi
- Etüv
- Çeker ocak
- Saf su cihazı
- Ecza deposu ve içerisindeki malzemeler

İlgili bölüm çalışılırken, cam malzemelerin sınıflandırılması, hangi cam malzemenin, hangi amaçla kullanıldığı ve bu malzemelerin nasıl temizleneceği öğrenilmelidir.

- Balonlar (genel kullanım amaçları, türleri ve özellikleri: boyun uzunluğu ve çapı, dip kısımlarının şekli, ağız sayısı, damıtma balonu, Claisen balonu vb.)

- Soğutucular (genel kullanım amaçları, soğutucular aralarındaki farklar ve soğutucu türleri: hava soğutucusu, düz soğutucu, boğumlu soğutucu, spiralli soğutucu vb.)
- Huniler (genel kullanım amaçları, türleri: adi huni, kesik boyunlu huni, sıcak su hunisi, Nuçe hunisi ve erleni, ayırma hunisi, damlatma hunisi vb.)
- Diğer laboratuvar araçları (su trompu, kalsiyum klorür tüpü, fraksiyon başlığı, rodajlı malzemeler)
- Cam malzemelerin yıkanması ve kurutulması da önemli bir laboratuvar pratiğidir. Bu sebeple öğrencilerin cam malzemelerin temizliği için uyulması gereken prosedürü bilmesi gerekmektedir. Bu konu kapsamında öğrencilerden yıkama çözeltisini hazırlanması da istenecektir.

Kaynak: Denel Organik Kimya, Bölüm 1.3 Laboratuvar Araçları, Ender Erdik vd., Gazi Kitabevi, 6. Baskı, sayfa: 19-36, 2011.

4. Laboratuvarda Kazanılacak Temel Kavram ve Teknikler:KİM-354 Organik Kimya Laboratuvarı kapsamında öğrencilere kazandırılacak kavramlar; karıştırma, ısıtma ve soğutma, kurutma, organik çözücülerin saflaştırılması olarak özetlenebilir.

a) Karıştırma: Organik sentezde, gerek çıkış maddelerinin homojen bir biçimde karışmasını sağlamak gerekse de iki fazlı tepkimelerde, fazlar arasındaki etkileşmeyi arttırmak amacıyla manyetik karıştırıcı ısıtıcılar kullanılmaktadır. Bu cihazların kullanımı, aynı zamanda lokal soğuma ve lokal ısınmanın engellenmesi açısından da gereklidir. Karıştırma işlemi, yuvarlak dipli reaksiyon balonunun içerisine uygun büyüklükte teflon kaplı magnet yerleştirilerek yürütülebilmektedir. Aynı amaçla, organik bir çözücü kullanılmadığı durumlarda üç ayak, amyant ve ısıtıcı kaynak olarak bek alevinden de yararlanılabilmektedir. Homojen karıştırma işlemi bu sistemlerde tam olarak sağlanamamakta ancak önlem olarak, taşmaların önlenmesi için cam kırıkları veya cam boncuklar kullanılmaktadır. Ayrıca, mekanik karıştırıcılar, çalkalama ve sallama makineleri de alternatif karıştırma araçlarıdır.

b) Isıtma ve Soğutma: Sıcaklık kontrolü, organik sentezde verimi etkileyen önemli bir parametredir. Pratikte bazı reaksiyonlar ekzotermik, bazı reaksiyonlar ise endotermik olarak yürümektedir. Dolayısıyla, uygun ısıtma ve soğutma sistemlerinden yararlanarak, öğrencilerin preparatlarını hazırlamaları istenmektedir. Bu konu içeriğinde, ısıtma ve soğutma banyolarının türleri (sabit sıcaklıkta ısıtma banyosu: termostat, sabit sıcaklıkta soğutma banyosu: kriyostat vd.), ısıtma ve soğutma banyolarında kullanılan kimyasalların özellikleri bilinmelidir.

c) Kurutma: En genel ifadesiyle kurutma, katı organik maddelerin veya sıvı karışımlardaki organik fazdaki suyun uzaklaştırılması için yapılan işlemler bütünüdür. Öğrenciler, kurutma araçlarının sınıflandırarak (kristal suyu olarak yapısında tutanlar ve suyla tersinmez tepkimeye girenler), uygun kurutucuyu seçme becerisini geliştirmelidir. Katı organik maddelerin kurutulması için uygulanacak prosedür, vakum desikatörü ve kurutma tabancasının kullanımı da bilinmelidir. Kurutucu maddelere örnek verilerek, kullanım alanları gözden geçirilmelidir.

d) Organik çözücülerin saflaştırılması: Araştırma ve öğrenci laboratuvarlarında sıklıkla kullanılan dietil eter, etanol, petrol eteri, kloroform, aseton ve benzen gibi çözücülerin fiziksel ve kimyasal özellikleri, risk ve güvenlik cümleleri not edilmelidir. Ayrıca bu bileşiklerin saflaştırılması için yapılması gereken işlem basamakları da bilinmelidir.

Kaynak: Denel Organik Kimya, Bölüm 1.4 Karıştırma, Bölüm 1.5 Isıtma ve Soğutma, Bölüm 1.6 Kurutma, Bölüm 1.7 Organik Çözücülerin Saflaştırılması, Ender Erdik vd., Gazi Kitabevi, 6. Baskı, sayfa: 37-74, 2011.

Organik Kimya Laboratuvarında Kullanılacak Teknikler: Laboratuvar çalışmalarının önemli bir bölümünde öğrencilerin ayırma ve saflaştırma yöntemlerini özümsemesi ve aktif olarak kullanması da beklenmektedir. Bu yöntemler; kristallendirme, süzme, damıtma, süblimleştirme ve ekstraksiyondur.

- a) **Kristallendirme:**Organik reaksiyonlar sonucunda elde edilen katı ham ürünler muhtemel safsızlıkları (reaksiyona girmeden kalan çıkış maddeleri, katalizör, reaktif kalıntıları, çözücü fazlası, kaptaki diğer kirlilik faktörleri, ortamdaki toz, vb.) da içermektedir. Dolayısıyla, kristallendirme işlemi uygulanarak bu safsızlıkların bertaraf edilmesi gerekmektedir. Öğrencilerin, kristallendirme kuramını, kristallendirme işlem basamaklarını (çözücü seçimi, maddenin uygun çözücüde çözülmesi, sıcak süzme işlemi, çözeltilinin soğutulması, soğuk süzme işlemi, kristallerin yıkanması ve kurutulması), kristallendirmede karşılaşılan sorunları (renk giderme, kristallendirme güçlüğü) detaylı bir biçimde öğrenmesi gerekmektedir.
- b) **Süzme:** En genel ifadeyle süzme, katı fazı sıvı fazdan ayırmak amacıyla kullanılan tekniktir. Huni ve süzgeç kağıdı kullanılmadan katı fazın sıvı fazdan ayrılmasına ise **dekantasyon** denilmektedir. Süzgeç kağıdından süzme işlemi yapılırken, kırmalı süzgeç kağıdının hazırlanması önemli bir tekniktir. Süzgeç kağıdından süzme işlemi sıcakta ve/veya soğukta gerçekleştirilebilir. Sıcak süzme, kristallendirme tekniğinin önemli bir basamağıdır. Bir diğer önemli süzme tekniği ise emme ile süzmedir. Nuçe hunisi ve erleni kullanılarak gerçekleştirilen bu teknikte amaç, hızlı ve ana çözeltiden tamamen ayrılmış katı maddeyi elde etmektir. Tekniğin detaylarına ve işlem basamaklarına kaynak kitaptan çalışılması gerekmektedir.
- c) **Damıtma:**Laboratuvar kapsamında yararlanılacak en önemli saflaştırma tekniklerinden bir tanesi de damıtmadır. Öğrencilerin temel kimya bilgilerinden yararlanarak damıtma kavramını; atmosfer basıncı, buhar basıncı, kaynama noktası, azeotropik karışım, homojen karışım, heterojen karışım terimlerini gözden geçirmesi gerekmektedir. Başlıca işlenecek konular:
 - Basit (Adi) damıtma
 - o Basit damıtma kuramı
 - o Basit damıtma düzenekleri
 - o Basit damıtma işlemi
 - o Vakumda basit damıtma işlemi
 - Ayrımsal damıtma
 - o Ayrımsal damıtma kuramı
 - o Ayrımsal damıtma düzenekleri
 - o Ayrımsal damıtma işlemi
 - Su buharı damıtması
 - o Su buharı damıtması kuramı
 - o Su buharı damıtması düzenekleri
 - o Su buharı damıtması işlemi
 - Döner buharlaştırıcı

- d) Süblimleştirme:** Maddenin katı fazdan, doğrudan gaz fazına geçişinden yararlanılarak gerçekleştirilen saflaştırma yöntemidir. Katı halinin buhar basıncı oldukça yüksek olan maddelere uygulanmaktadır. Bu konu kapsamında süblimleştirme işleminin kuramı, işlem basamakları gözden geçirilecektir.
- e) Ekstraksiyon:** Çözeltilerden, katı veya sıvı karışımlardan bir maddeyi ayırmak ve istenmeyen safsızlıklardan kurtarmak için uygulanan ve dağılma yasasına dayanan saflaştırma işlemidir. Pratik uygulaması yapılacak bu yöntemin kuramı, işlem basamakları, türleri detaylı bir biçimde incelenecektir.

Kaynak(1): Denel Organik Kimya, Bölüm 2.1 Kristallendirme, 2.2 Süzme, 2.3 Damıtma (Destilasyon), 2.4 Süblimleştirme, 2.5 Ekstraksiyon, Ender Erdik vd., Gazi Kitabevi, 6. Baskı, sayfa: 75-146, 2011.

Kaynak(2): Fizikokimya, Yüksel Sarıkaya, Gazi Kitabevi, 2011.

Genel Bilgilendirme:KİM-354 Laboratuvarına kayıt yaptıran öğrencilerin kaynak kitap olarak kullanılacak “*Denel Organik Kimya*” kitabı 1-146 sayfalarında yer alan “Genel Laboratuvar İşlemleri” ve “Ayrırma – Saflaştırma Yöntemleri” kısımlarından sorumludur ve sözlü/yazılı olarak sınava tabi tutulacaktır. İlerleyen haftalarda gerçekleştirilecek çalışmalara hazırlanırken sadece “Denel Organik Kimya” kitabından çalışmak yeterli olmayacaktır. Bu sebeple öğrencilerin “Organik Kimya” referans kitaplarına başvurmaları gerekmektedir. Aşağıdaki listede önerilen kitapların bir kısmı listelenmektedir.

1. Organik Kimya “Yapı ve İşlev”, Neil Schore, Peter Vollhardt, Palme Yayıncılık, 2011.
2. Organik Kimya, Graham T. W. Solomons, Literatür Yayınları, 2016.
3. Organik Kimya “Yaşamın Kalbi”, Yılmaz Yıldırım, Bilim Yayınları, 2014.
4. Organik Kimya, Celal Tüzün, Palme Yayıncılık, 2005 (Baskısı tükendiği için sahaflardan edinilebilir.)