

ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
ORGANİK KİMYA LABORATUVARI

DENEY: ASİT BAZ EKSTRAKSİYONU

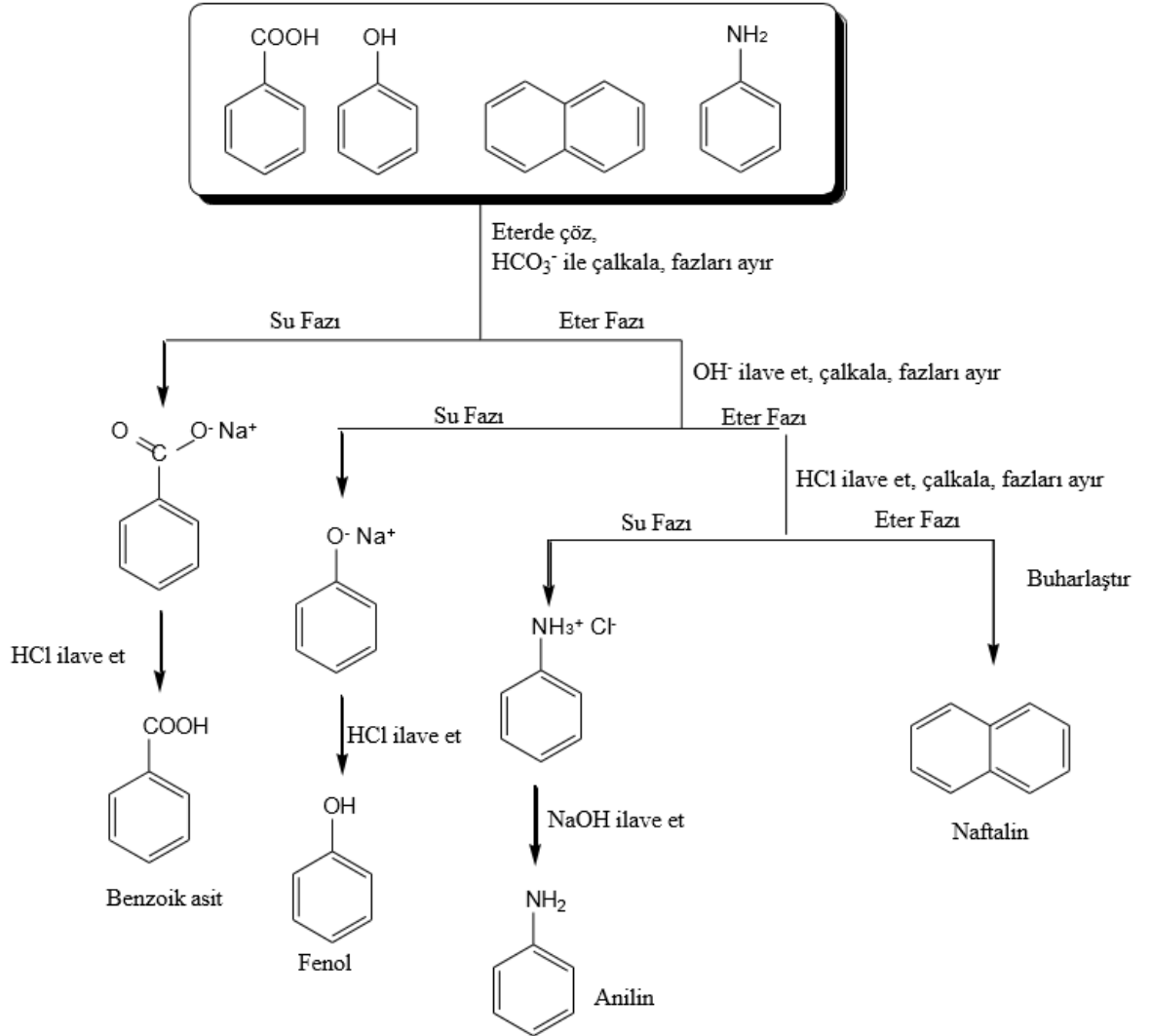
AMAÇ: Güçlü veya zayıf organik asitlerin, bazların veya nötr organik bileşiklerin olduğu organik karışımları ayırmaktır. Asit baz reaksiyonlarında ayırma, basit asit baz reaksiyonlarına dayanır.

1.TEORİ: Ekstraksiyon, organik bileşikleri ayırmak için oldukça yaygın kullanılan bir metottur. Ekstraksiyon, sıvı-sıvı veya sıvı-katı gibi farklı formlarda olabilir. Sıvı-sıvı ekstraksiyonda bir bileşik, sıvı bir çözücünden ikinci bir çözücü içerisine aktarılır. Çünkü aktarılan bileşik, ikinci çözücü içerisinde daha fazla çözünürlüğe sahiptir. İki çözücü kesinlikle birbirleri ile karışmamalıdır. Sıvı- sıvı ekstraksiyonda, katı bir organik karışımın içindeki bir bileşen, tıpkı sıcak su içerisindeki çay yapraklarından kafeinin ekstrakte edilmesi gibi çözücü içerisine aktarılır. Dahası, kafein, sudan kloroform veya diklorometan ile ekstrakte edilebilir. Çünkü kafeinin çözünürlüğü, suya oranla bu çözücüler içerisinde daha fazla çözünürlüğe sahiptir. Organik bileşikler ekstrakte edebilmenin diğer bir yoluda, bu deneyinde asıl amacı olan asit-baz reaksiyonlarından yararlanarak ekstrakte etmektir.

Elinizde güçlü bir organik asit (benzoik asit), zayıf bir organik asit (fenol), organik bir baz (anilin) ve nötr organik bir bileşik (naftalin) gibi dört bileşik olduğunu varsayınız. Bu karışımları ayırmak için kullanılacak yöntem aşağıda verilmektedir (Şekil 1).

İlk olarak bu dört organik bileşik eter çözeltisi içerisinde çözülür. Eter çözeltisi, zayıf bir baz olan sodyum bikarbonatın doyurulmuş sulu çözeltisi ile karıştırılır. Bu karışımda bikarbonat ile sadece, iyonik tuz oluşturmak üzere güçlü organik asit reaksiyona girecektir. Oluşacak iyonik tuz, su fazında çözünmüş formda olacaktır ve su fazı bir kaba toplanır (sulu faz 1). Şu an eter çözeltisi içinde ise sadece zayıf organik asit, organik baz ve nötr bileşik bulunmaktadır. Eter çözeltisine şimdi % 10 luk sodyum hidroksit (NaOH) eklenir ve karışım karıştırılır. Bu karışımda güçlü bir baz olan

hidroksit ile sadece zayıf organik asit reaksiyona girerek su fazında çözölen iyonik bir bileşik oluşacaktır. Daha sonra su fazı bir diğör kapta toplanır (sulu faz 2). Bu aşamada eter çözöltisi sadece bazik ve nötr bileşiğı içermektedir. Eter çözöltisi, sulu hidroklorik asit ile karıştırılır ve bazik bileşiğın su fazında çözöünen klor tuzu oluşur. Daha sonra oluşın su fazı diğör bir kaba toplanır (sulu faz 3). Son olarak, eter çözöltisini buharlaştırmak için su banyosuna bırakılır. Eter fazının buharlaşmasıyla birlikte buharlaştırma kabında nötr organik bileşik (naftalin) kalır. Diğör üç bileşenin geri kazanılması ise şöyle olur, sodyum benzoatın olduğı (sulu faz 1) ve sodyum fenoksitin olduğı (sulu faz 2) kaplara asit çözöltisi eklenir, anilin klorürün yer aldığı (sulu faz 3) kabına baz çözöltileri eklenir. Benzoik asit beyaz kristaller halinde çökerken, fenol ve anilin ayrı bir organik faz oluştururlar.



Şekil 1. Karışımı ayırmak için kullanılacak yöntemler

2. DENEYİN YAPILIŞI

Uyarı: Deneyin yapılışına geçmeden önce EK’te yer alan ayırma hunisi kullanımını ve güvenlik önlemlerini okuyunuz.

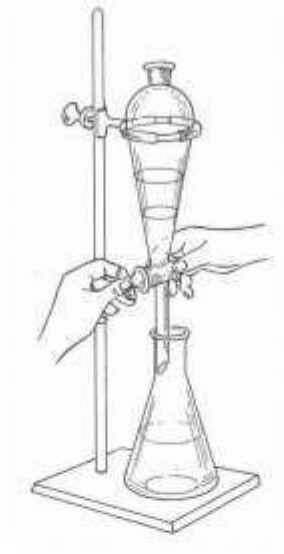
1. İki bileşenden oluşan bir karışım alınız. (Bu karışım asit, baz ve nötr bileşiklerden ikisini içermektedir.)
2. İki bileşenden oluşan bilinmeyen karışımı 25 mL eter içerisinde çözünüz. 125 mL hacmindeki ayırma hunisine boşaltınız.
3. Karışımdan organik asidi ayırmak için, eter çözeltisine 25 ml NaHCO_3 sulu çözeltisi ekleyip çalkalanır. (Sık sık gaz çıkışına dikkat edilmelidir). Fazların ayrılmasını bekleyin. Ayırma hunisinde su ve eter fazı olarak ayrılacaktır. Alt katmanı boşaltıp “alkali ekstrakt” etiketiyle beherde toplayın. Aynı işlemi bir kez daha 25 mL NaHCO_3 ile tekrarlayın; ekstratları aynı kaba ilave edin. Son olarak 10 mL su ile bir kez ekstrakte edilip aynı kaba alınır.
4. Karışımdan organik bazı ayırmak için, ayrılmış olan eter fazına HCl çözeltisi (25 mL H_2O - 3 mL konsantre HCl) eklenir, çalkalanır. (Gaz çıkışına dikkat ediniz). Katmanlara ayrılınca su fazını ayırın, “asit ekstrakt” etiketiyle beherde toplayın. Aynı işlemi bir kez daha tekrarlayın ve ekstratları birleştirin. Fazla kalmış olabilecek HCl’i uzaklaştırmak için, 10 mL su ile son bir ekstraksiyon yapın ve asit ekstratı ile birleştirin.
5. Kalan eter fazını ayırma hunisinden erlene boşaltın. Üzerine kurutma ajanı olarak sıpatül ucuyla CaCl_2 ekleyin ve çalkalayın. Su damlaları veya CaCl_2 yapışması gözlenmesi durumunda daha fazla kurutma ajanı ekleyin. Tam kuruyunca eteri, su banyosunda ya da çeker ocakta uzaklaştırın. Buharlaştırma kabında nötr bileşik kalmış olur. Kalan maddenin erime noktasını belirleyin.
6. Biriktirdiğiniz alkali ekstratları buz banyosunda soğutun. Turnusol kağıdı kullanarak damla damla HCl ekleyin. Gerekli olması durumunda çöken asidi vakum filtrasyonu ile toplayın, yıkayın, kurutun. Elde edilen kristallerin erime aralığını belirleyin. Çökelme olmuyor; faz ayrımı gerçekleşiyorsa, organik fazı ayırın. Organik fazın kaynama noktasından ne olduğunu tespit ediniz.
7. Biriktirdiğiniz asit ekstratlarını buz banyosunda soğutun. Turnusol kağıdı bazik

olana kadar damla damla %10'luk NaOH ekleyin. Gerekli olması durumunda çöken bazı vakum filtrasyonu ile toplayın, yıkayın, kurutun. Elde edilen kristallerin erime aralığını belirleyin. Çökelme olmuyor; faz ayrımı gerçekleşiyorsa, organik fazı ayırın. Organik fazın kaynama noktasını belirleyerek ne olduğunu tespit ediniz.

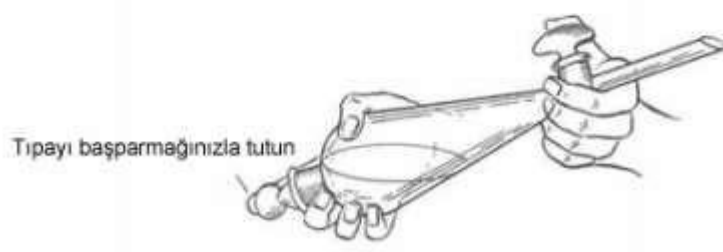
Çalışma Soruları

- 1) Asit- Baz ekstraksiyonları için bir akış şeması oluşturunuz?
- 2) Deney sonucunda elinizde hangi bileşenlerin var olduğunu bulunuz?
- 3) Elde ettiğiniz bileşenlerin verimlerini ve erime noktalarını belirleyiniz?
- 4) Ekstraksiyonda organik ve bir su fazının bağlı yoğunluğunu bilmiyorsanız eğer, hangisinin organik hangisinin su fazı olduğunu nasıl belirlersiniz?
- 5) İçerisinde anilin, benzoik asit ve klorobenzen olan bir karışımı ayırmak için bir akış şeması çizersiniz? bütün tabakaları ve kullanılan reaktifleri gösteriniz?

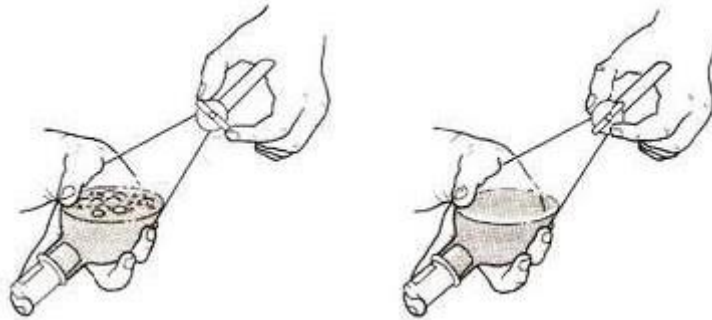
3. EK



Resim 3.1 : Ayırma hunisi için uygun destek çubuğu



Resim 3.2 : Ayırma hunisini ekstraksiyon sırasında uygun tutma metodu



Resim 3.3: Ayırma hunisinde biriken fazla havanın dışarı boşaltılması

Güvenlik Önlemleri:

- **Derişik HCl**, yutulursa, nefes yoluyla vücuda alınması veya deri yoluyla absorbe olursa ölümcül olabilir ve yanmalara sebep olur.
- **NaOH**, çok koroziftir. Gözlere kalıcı ve ciddi zararlar verebilir. Çeşitli yanmalara sebep olur. Deri ile etkileşiminde deriye zarar verir.

4. KAYNAKLAR

TAYLAN E., Experimental Organic Chemistry, İstanbul TÜRKİYE , 2005