

T.C. ANADOLU ÜNİVERSİTESİ YAYINI NO: 2096
AÇIKÖĞRETİM FAKÜLTESİ YAYINI NO: 1126

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI (UYGULAMA KİTABI)

Yazarlar

Prof.Dr. Fatih DEMİRCİ (Ünite 1)

Prof.Dr. Neşe KIRIMER (Ünite 2, 3)

Yrd.Doç.Dr. Ayhan ALTINTAŞ (Ünite 4, 5)

Yrd.Doç.Dr. Gökalg İŞCAN (Ünite 6)

Prof.Dr. Betül DEMİRCİ (Ünite 7)

Doç.Dr. Mine KÜRKÇÜOĞLU (Ünite 8)

Editör

Prof.Dr. Fatih DEMİRCİ



ANADOLU ÜNİVERSİTESİ

Bu kitabın basım, yayım ve satış hakları Anadolu Üniversitesine aittir.
“Uzaktan Öğretim” tekniğine uygun olarak hazırlanan bu kitabın bütün hakları saklıdır.
İlgili kuruluştan izin almadan kitabın tümü ya da bölümleri mekanik, elektronik, fotokopi, manyetik kayıt
veya başka şekillerde çoğaltılamaz, basılamaz ve dağıtılamaz.

Copyright © 2010 by Anadolu University

All rights reserved

No part of this book may be reproduced or stored in a retrieval system, or transmitted
in any form or by any means mechanical, electronic, photocopy, magnetic, tape or otherwise, without
permission in writing from the University.

UZAKTAN ÖĞRETİM TASARIM BİRİMİ

Genel Koordinatör

Prof.Dr. Levend Kılıç

Genel Koordinatör Yardımcısı

Doç.Dr. Müjgan Bozkaya

Öğretim Tasarımcısı

Doç.Dr. Murat Ataizi

Grafik Tasarım Yönetmenleri

Prof. Tüfrik Fikret Uçar

Öğr.Gör. Cemalettin Yıldız

Öğr.Gör. Nilgün Salur

Ölçme Değerlendirme Sorumlusu

Uzm. Zeynep Nazlı Öztöççu

Dil Yazım Danışmanı

Okt. Nurdan Söker

Grafiker

Selahattin Özülkü

Kitap Koordinasyon Birimi

Yrd.Doç.Dr. Feyyaz Bodur

Uzm. Nermin Özgür

Kapak Düzeni

Prof. Tüfrik Fikret Uçar

Dizgi

Açıköğretim Fakültesi Dizgi Ekibi

Tıbbi ve Aromatik Bitki Laboratuvarı
(Uygulama Kitabı)

ISBN

978-975-06-0777-6

2. Baskı

Bu kitap ANADOLU ÜNİVERSİTESİ Web-Ofset Tesislerinde 100 adet basılmıştır.
ESKİŞEHİR, Haziran 2012

İçindekiler

Önsöz	viii
-------------	------

Uygulama Genel Bilgileri ve Laboratuvar Güvenliği	2
GİRİŞ	3
LABORATUVAR NEDİR?	3
LABORATUVAR MALZEMELERİ	4
LABORATUVAR GENEL KURALLARI	6
Genel Kurallar	6
Laboratuvar Aletlerinin Kullanımında Uyulması Gereken Kurallar	7
Cam Malzeme ile Çalışırken Uyulması Gereken Kurallar	9
Kimyasal Madde ile Çalışırken Uyulması Gereken Kurallar	10
Sağlığa Zararlı Olan Kimyasal Maddeler	12
LABORATUVAR GENEL GÜVENLİĞİ.....	13
LABORATUVAR KAZALARINDA İLK YARDIM	14
Laboratuvarlarda Bulunması Gereken İlk Yardım Malzemeleri	16
Laboratuvar Atıkları ve İlgili Düzenlemeler.....	16
LABORATUVARDA KULLANILAN SEMBOLLER.....	17
LABORATUVAR ÇALIŞMALARINDA DENEY RAPORUNUN HAZIRLANMASI.....	21
Özet	22
Kendimizi Sınayalım	23
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	24
Sıra Sizde Yanıt Anahtarı	24
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	24
İnternet Kaynakları.....	24

1. ÜNİTE

Organoleptik Tayinler	26
GİRİŞ	27
ORGANOLEPTİK İNCELEMELER.....	27
YAPRAKLARDA ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER	28
Lamiaceae Familyası Droglarında Yaprak Özellikleri	28
ÇİÇEKLERDE ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER	29
MEYVELERİN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ	31
Apiaceae Familyası Meyveleri	32
TOHURLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ.....	33
KABUKLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ.....	33
KÖK VE RİZOMLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ	34
DİĞER DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ	36
HÜCRESİZ DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ.....	37
Özet.....	38
Kendimizi Sınayalım.....	39
Yararlanılan Kaynaklar.....	40
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	40

2. ÜNİTE

3. ÜNİTE

Makroskobik ve Mikroskobik Tayinler.....	42
GİRİŞ	43
MAKROSKOBİK TAYİNLER	43
MİKROSKOBUN KULLANIMI	46
Mikroskobun Kullanılışı	48
Mikroskobun Bakımı.....	49
MİKROSKOBİK İNCELEMeye HAZIRLIK.....	49
Preparatın Hazırlanması	49
Kesit Alınması	50
Reaktifler	50
Hücre Çeperi ve Hücre İçeriğinin Kimyasal	
Reaksiyonlarla Tanınması	50
MİKROSKOBİK TAYİNLER	51
Özet	55
Kendimizi Sınayalım	56
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	57
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	58

4. ÜNİTE

Ekstraksiyon ve Distilasyon Yöntemleri.....	60
GİRİŞ	61
EKSTRAKSİYON İÇİN ÇÖZÜCÜ SEÇİMİ	62
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	62
Deneyin Yapılışı	62
Ekstrelerin Filtre Kağıdına Uygulanışı	63
Sonuçlar ve Yorum	63
UÇUCU YAĞ DİSTİLYASYONU VE VOLUMETRİK UÇUCU	
YAĞ MİKTAR TAYİNİ	64
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	64
Deneyin Yapılışı.....	64
Sonuçlar ve Yorum	65
SABİT YAĞ EKSTRAKSİYONU VE MİKTAR TAYİNİ	66
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	66
Deneyin Yapılışı	66
Sonuçlar ve Yorum	67
Özet.....	68
Kendimizi Sınayalım.....	69
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	70
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	70

5. ÜNİTE

Kimyasal Teşhis ve Tayin Yöntemleri.....	72
GİRİŞ	73
KARBONHİDRAT TEŞHİS REAKSİYONLARI	73
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	73
Deneyin Yapılışı.....	74
Sonuçlar ve Yorum	74
SİYANOJENİK GLİKOZİT TEŞHİS REAKSİYONU	75
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	75
Deneyin Yapılışı.....	75
Sonuçlar ve Yorum	75

ANTRASEN GLİKOZİTLERİ TEŞHİS REAKSİYONLARI	76
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	76
Deneyin Yapılışı	76
Sonuçlar ve Yorum	77
FLAVON GLİKOZİTLERİ TEŞHİS REAKSİYONU.....	78
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	78
Deneyin Yapılışı	78
Sonuçlar ve Yorum	79
GENEL ALKALOİT TEŞHİS REAKSİYONLARI	80
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	80
Deneyin Yapılışı	80
Sonuçlar ve Yorum	81
CINCHONAE CORTEX'TE SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLE KİNİN	
MİKTAR TAYİNİ.....	82
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	82
Deneyin Yapılışı	82
Sonuçlar ve Yorum	83
TANEN TEŞHİS REAKSİYONLARI	84
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	84
Deneyin Yapılışı	84
Sonuçlar ve Yorum	84
SABİT YAĞ TEŞHİS REAKSİYONLARI.....	85
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	85
Deneyin Yapılışı	85
Sonuçlar ve Yorum	86
Özet.....	87
Kendimizi Sınayalım.....	88
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	89
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	89

Farmakope Uygunluk Testleri 90

6. ÜNİTE

GİRİŞ	91
BİTKİSEL DROGLARA UYGULANAN SAFLIK TAYİNLERİ	91
YABANCI MADDE MİKTAR TAYİNİ.....	92
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler	92
Deneyin Yapılışı	93
Sonuçlar ve Yorum	93
KÜL MİKTAR TAYİNİ DENEYLERİ	94
BÜTÜN KÜL MİKTAR TAYİNİ	94
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler.....	94
Deneyin Yapılışı	94
Sonuçlar ve Yorum	94
HİDROKLORİK ASİTTE ÇÖZÜNMEYEN KÜL MİKTAR TAYİNİ	95
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler	95
Deneyin Yapılışı	95
Sonuçlar ve Yorum	96
DİSTİLYASYONLA SU MİKTAR TAYİNİ.....	96
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler	97
Deneyin Yapılışı	97
Sonuçlar ve Yorum	97

KURUTMADA SU KAYBI TAYİNİ.....	98
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler	98
Deneyin Yapılışı.....	98
Sonuçlar ve Yorum	98
MÜSİLAJ ŞİŞME İNDİSİ TAYİNİ	99
Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler	99
Deneyin Yapılışı.....	99
Sonuçlar ve Yorum	99
SABİT YAĞLARDA ASİTLİK İNDİSİ TAYİNİ	100
Deney İçin Gerekli Madde ve Malzemeler.....	100
Deneyin Yapılışı.....	100
Sonuçlar ve Yorum	101
Özet.....	102
Kendimizi Sınayalım.....	103
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	104
Sıra Sizde Yanıt Anahtarı	104
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	105

7. ÜNİTE

Fizikokimyasal Testler	106
GİRİŞ	107
YOĞUNLUK TANIMI VE TAYİNİ	108
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	109
Deneyin Yapılışı.....	109
Sonuçlar ve Yorum	109
SPEŞİFİK ÇEVİRME AÇISININ TANIMI VE TAYİNİ	111
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	112
Deneyin Yapılışı.....	112
Sonuçlar ve Yorum	114
KIRILMA İNDİSİ TANIMI VE TAYİNİ	115
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	116
Deneyin Yapılışı.....	116
Sonuçlar ve Yorum	117
ERİME NOKTASI TAYİNİ.....	118
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler	118
Deneyin Yapılışı.....	118
Sonuçlar ve Yorum	119
DONMA NOKTASI BAŞLANGICI TAYİNİ	120
Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler.....	120
Deneyin Yapılışı.....	120
Sonuçlar ve Yorum	121
Özet.....	122
Kendimizi Sınayalım.....	123
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	124
Sıra Sizde Yanıt Anahtarı	124
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	125

8. ÜNİTE**Kromatografik/Spektroskopik Test ve Yöntemler 126**

GİRİŞ	127
KROMATOĞRAFİ	127
KROMATOĞRAFİK TEKNİKLER.....	127
İNCE TABAKA KROMATOĞRAFİSİ (İTK).....	128
UÇUCU YAĞIN İTK İLE İNCELENMESİ.....	129
GAZ KROMATOĞRAFİSİ (GK)	130
UÇUCU YAĞLARIN GAZ KROMATOĞRAFİSİ VE GAZ KROMATOĞRAFİSİ / KÜTLE SPEKTROMETRESİ (GK/KS) İLE İNCELENMESİ	132
YÜKSEK BASINÇLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ (YBSK).....	136
SİTRİK ASİTİN YÜKSEK BASINÇLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ İLE İNCELENMESİ.....	137
SPEKTROSKOPİ.....	139
CINCHONAE CORTEX'TE SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLER KİİNİN MİKTAR TAYİNİ	140
Özet.....	143
Kendimizi Sınayalım.....	144
Kendimizi Sınayalım Yanıt Anahtarı	145
Sıra Sizde Yanıt Anahtarı	145
Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar	145

Önsöz

Tıbbi ve aromatik bitkiler (TAB) insanlığın varoluşundan beri çeşitli amaçlarla kullanılmaktadır. Ancak bitkilerin fiziksel ve fitokimyasal yapıları bitkisel ürünlerin kalitesini ve dolayısıyla kullanım amaçlarını doğrudan etkilemektedir. Bitkisel ürünlerin istenen özellikleri yanında biyolojik ve ağır metal kontaminasyonu gibi istenmeyen özellikleri de olabilir. Dolayısıyla kullanılacak bitkisel maddelerin gerek fiziksel gerekse fitokimyasal özelliklerini bilmek oldukça önem taşımaktadır.

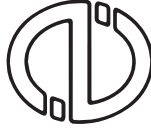
Hazırlanan üniteler ve deneyler öncelikle “Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin Kullanım Alanları; Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri; Tıbbi ve Aromatik Bitkisel Ürünlerin Kalite Kontrolü” gibi teorik derslerin tamamlayıcısı olarak düşünülüp buna bağlı olarak bu derslerden temel kaynak olarak yararlanılıp kullanılabilir.

Bu uygulama kitabının hazırlaması uzun bir planlama ve organizasyon sonucu uzaktan eğitim teknikleri ile ilgili farklı disiplinlerden oluşan büyük bir ekip tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu kitabın oluşmasında başta Bölüm Koordinatörü Prof. Dr. Yavuz Kılıç, Öğretim tasarımcısı Doç. Dr. Murat Ataizi ve öğretim tasarım yardımcıları Uzm. Ecz. H. Tuba Kıyan ve Görkem Işık olmak üzere emeği geçen, yardım eden kişilere ve tüm ekibe teşekkürlerimi sunarım.

Editör
Prof.Dr. Fatih Demirci

Uyarı:

Deneyleri yapacak öğrenciler güvenlik ve laboratuvar kurallarını mutlaka okumalı ve uygulamalıdır. Kitap koordinatörleri, editör, yazarlar, dizgi ve yazım ile ilgili kişiler bilgilerin doğruluğu ve kesinliği ile ilgili ayrıca sunulan herhangi bir bilginin kullanılması ya da benimsenmesinden doğan veya doğacak sonuçların sorumluluğunu kabul etmemektedir. Öğrencilere, okuyuculara konu ile ilgili ön araştırma yapmaları ve gerekli kaynaklardan yararlanmaları tavsiye edilmektedir.



*Öğrenci
Fotoğrafı*

Tıbbi ve Aromatik Bitki Laboratuvarı

(Uygulama Kitabı)

Öğrencinin;

Adı-Soyadı :

Numarası :

TIBBİ VE ARAMOTİK BİTKİ LABORATUVARI (UYGULAMA KİTABI)



Amaçlarımız

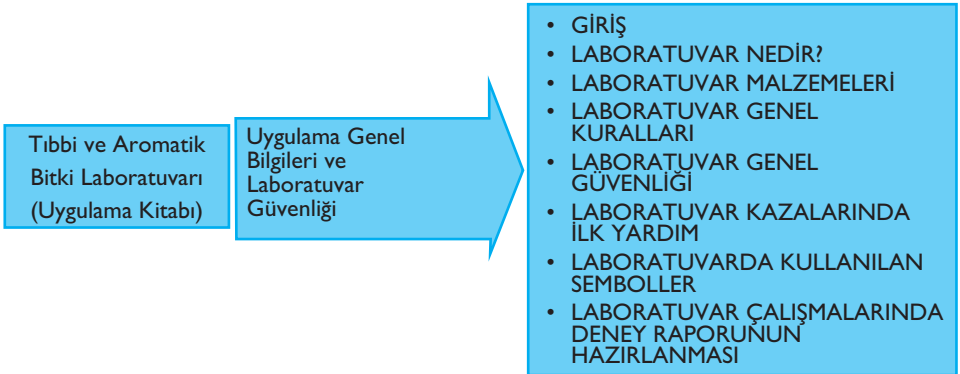
Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Laboratuvar çalışmalarının kapsamı ve önemini açıklayabilecek,
- Laboratuvarda kullanılan malzemeleri tanımlayabilecek,
- Laboratuvarda uyulması gereken kuralları açıklayabilecek,
- Laboratuvar kazaları ve güvenliğinin önemini tanımlayabilecek,
- Laboratuvar kazalarında uygulanak ilk yardım kurallarını açıklayabilecek,
- Deney raporu hazırlayıp rapor sonuçlarını yorumlayabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Laboratuvar
- Laboratuvar Güvenliği
- Cam Malzeme
- Laboratuvar Kazası
- Kimyasal Malzeme
- Laboratuvar Güvenlik Sembolleri
- Deney
- İlk Yardım
- Deney Raporu

İçerik Haritası



Uygulama Genel Bilgileri ve Laboratuvar Güvenliđi

GİRİŞ

Laboratuvarda çalışmak, bulunmak, deney ve araştırma yapmak; birçok tehlikeyi beraberinde getirmektedir. Laboratuvar ortamında çalışırken dikkat edilmesi gereken en önemli husus, laboratuvarda çalışanların sağlığının ve güvenliğinin sağlanmasıdır. Bu nedenle laboratuvarda çalışan her kişi, kendisini ve çevresindekileri olası tehlikelere karşı koruyabilmeli ve genel laboratuvar güvenliği konusunda yeterli derecede bilgiye ve donanıma sahip olmalıdır. Laboratuvar güvenliği için tüm önlemler yetkililerce ve kullanıcılar tarafınca alınmış olmalı ve bunlar eksiksiz bir şekilde uygulanmalıdır. Laboratuvarda bazı çalışanlar tarafından yapılan yanlış uygulamalar, laboratuvar yetkililerine bildirilmeli; bu konuda gerekli uyarılar yapılmalı ve ilgili önlemler alınmalıdır.

Bu ünite kapsamında ilk defa laboratuvar ortamına gelecek ve çalışacak kişilere yardımcı olması amacıyla basit haliyle öncelikle laboratuvar ortamı ve laboratuvarda sıkça kullanılan madde ve malzemeler tanıtılmıştır. Laboratuvarda bulunan kişilerin güvenli bir şekilde çalışmalarını gerçekleştirebilmeleri için uyulması gereken genel kurallar, dikkat edilmesi gereken özel durumlar ve konular hakkında bilgiler verilmiştir.

Genel kural olarak deneylere başlamadan önce söz konusu deney ile ilgili kullanılacak madde ve malzemelerin teknik detayları; verilen bilgiler doğrultusunda başka laboratuvar, malzeme ve kimyasal madde güvenlik kaynaklarından yararlanılarak araştırılmalı ve gerekli önlemler alınmalıdır veya alınması sağlanmalıdır.

LABORATUVAR NEDİR?

Laboratuvarlar; bilimsel araştırmaların, deneylerin ve ölçümlerin kontrollü bir şekilde yapılabilirdiği uygun donanıma sahip alanlardır. Bilimsel çalışmalar, yapılacak gözlem ve deneylerle geçerlilik kazandığından bilimde laboratuvar çalışmalarının önemli bir yeri vardır. Gözlemin nasıl yapılmasının gerektiđi en iyi şekilde laboratuvarlarda uygulamalı olarak gösterilmekte ve öğrenilmektedir. Bilimsel araştırma laboratuvarları; okul ve üniversitelerde, resmi ya da özel çeşitli araştırma amaçlı tesislerde, hastanelerde vb. mekanlarda bulunabilir. Laboratuvarlar, yalnızca bir kişinin çalışabileceđi şekilde tasarlanabileceđi gibi çok sayıda araştırmacının aynı anda çalışmalarını sürdürebilecekleri büyüklükte ve düzende olabilir.

Genel olarak laboratuvarların güvenli ve verimli çalışma ortamları olabilmeleri için;

- Çalışan sayısı ile orantılı bir şekilde büyüklüğünün,
- Laboratuvar altyapısının,
- Havalandırma koşullarının,
- Elektrik, su ve gaz tesisatlarının,
- Cam ve kimyasal malzemelerinin,
- Mevcut alet ve ekipmanların,
- Güvenlik önlemleri gibi özelliklerinin yapılacak deneysel çalışmaların niteliğine uygun olması gerekmektedir.

Farklı amaçlara yönelik çalışmaların yapıldığı çeşitli laboratuvarlar mevcuttur. Genel olarak laboratuvarlar şu başlıklar altında toplanabilir:

- Eğitim laboratuvarları,
- Araştırma Geliştirme (Ar-Ge) laboratuvarları,
- Kalite kontrol laboratuvarları,
- Analiz laboratuvarları,
- Gıda laboratuvarları,
- Üretim laboratuvarları.

Laboratuvar terimi, bilimsel amaç taşımayan ancak içerdiği donanım ve çalışma imkanları yönünden bilim laboratuvarına benzeyen mekanlar için de kullanılmaktadır. Örneğin bilgisayar laboratuvarı, dil eğitim laboratuvarı gibi. Resim 1.1'de bir uygulama laboratuvarının genel görünümü verilmiştir.

Resim 1.1

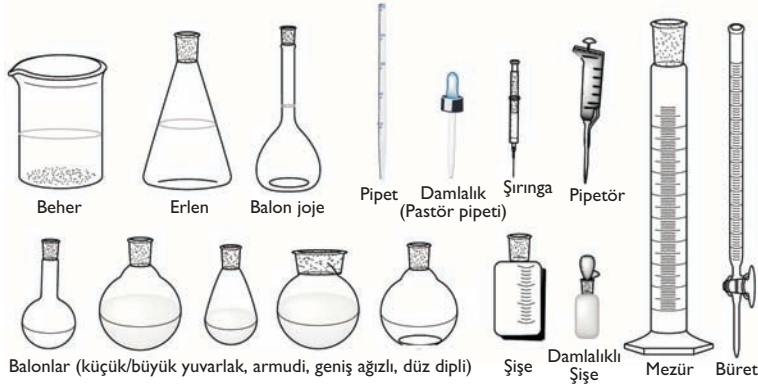
*Uygulama
Laboratuvarından
Genel Görünüş.*



LABORATUVAR MALZEMELERİ

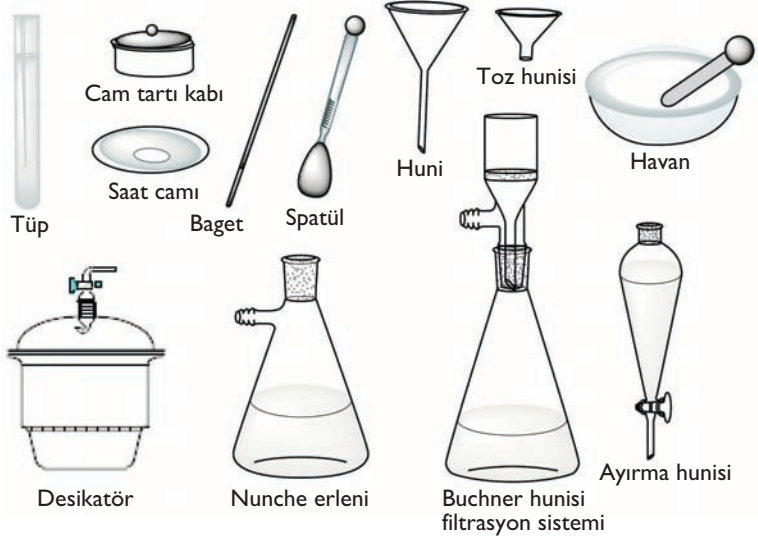
Laboratuvarlarda çok çeşitli ve sayıda değişik materyallerden (cam, porselen, tahta, plastik, metal, silikon, lastik vb.) yapılmış malzemeler kullanılmaktadır. Bu ünite kapsamında yalnızca laboratuvarlarda sıkça kullanılan bazı temel malzeme ve aletlerden bahsedilecektir.

Laboratuvarlarda kullanılan malzemeler genelde camdan yapılmıştır. Bu cam malzemelerin büyük bir kısmı ölçüm amaçlı kullanılmaktadır. Sıvıların hacimlerinin ölçülmesinde en fazla kullanılan cam malzemeler şunlardır: Beher, erlen, balon joje, değişik şekillerde balonlar (yuvarlak, armudi, geniş ağızlı, düz dipli), dereceli şişeler, mezür, pipet, pipetör, şırınga, büret (Şekil 1.1). Bu özel cam malzemeler 1 ml'den 1 l'ye kadar değişik hacimlerde olabilir.

Şekil 1.1*Laboratuvar Cam Malzemesi.*

Öğütmede havan, süzme işlemlerinde huni, **Nuche erleni**; ayırma işlemlerinde ayırma hunisi, Buchner (Büchi) hunisi; kurutma ve kristallendirme işlemlerinde cam tartı kabı, **saat camı**; maddelerin nem almadan saklanması amacıyla desikatör ve değişik amaçlarla deney tüpleri, **baget** (cam çubuk), spatül, değişik çap ve uzunlukta cam borular kullanılmaktadır (Şekil 1.2).

Nuche erleni: Boyun kısmında bulunan uzantısı ile vakuma bağlanarak kısa sürede süzme işleminin yapılabilirdiği özel bir tür erlenidir.

Şekil 1.2*Çeşitli Temel Laboratuvar Malzemeleri.*

Bu cam malzemeler dışında değişik maddelerden yapılmış laboratuvar için önemli diğer malzemeler ise şöyledir:

Isıtma ve yakma işlemlerinde kullanılan porselen, nikel, demir, platin gibi materyallerden yapılmış kroze ve kapsüller; yıkama işlemlerinde kullanılmak üzere plastik ya da camdan yapılmış pisetler, deney tüplerinin konduğu tüplük (port tüp), **bek**teki ısıtma işlemlerinde kullanılmak üzere üç ayak, amyant tel; deney düzeneklerinin sabitleştirilmesinde kullanılan spor, ısıtılan malzemeleri tutmak için tahta ya da metalden yapılmış maşa, sıcaklık ölçülmesinde kullanılan termometre, zaman ölçümünde kullanılan kronometre, süzme işlemlerinde vakum yapmak için

Bek: Deneyisel çalışmalar esnasında ısıtma işlemlerinde kullanılan alevin daha ince ve düzenli olmasını sağlayan cihazlardır.

kullanılan su trombu (veya su jeti); bekler, ısıtıcılar, kaba ve hassas teraziler laboratuvarın diğer önemli malzemeleridir (Şekil 1.3).

Şekil 1.3

*Laboratuvarda
Kullanılan Aletler
ve Basit Cihazlar.*



DİKKAT

Porselen malzemeler, cam malzemelere oranla ısıya karşı daha dayanıklı olduklarından yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerde porselen malzemelerin kullanılması daha uygundur.

LABORATUVAR GENEL KURALLARI

Laboratuvarda çalışacak kişilerin kendi güvenliklerinin yanı sıra diğer çalışanların güvenliği, ayrıca yapılan çalışmaların başarılı olabilmesi için laboratuvarda uyulması zorunlu olan bazı kurallar vardır. Bu kurallar genel olarak şu şekilde özetlenebilir:

Genel Kurallar

- Laboratuvara vaktinde gelinmelidir.
- Laboratuvarda uyulması istenen tüm sözlü ya da yazılı uyarı ve kurallara dikkat edilmelidir.
- Laboratuvarlar ciddi çalışma yapılan yerler olduğu için laboratuvar düzenini bozacak veya herhangi bir tehlikeye yol açabilecek durumlardan kaçınılmalıdır.
- Laboratuvarda beyaz laboratuvar önlüğü ile çalışılmalı ve önlüğün düğmeleri daima kapalı olmalıdır.
- Laboratuvarda tek başına, sorumlu kişinin izni ve bilgisi olmaksızın çalışılmamalıdır.
- Laboratuvarda yemek, içmek yasak olup laboratuvar malzemeleri ve aletleri bu amaçla kullanılmamalıdır.
- Laboratuvara gelmeden önce yapılacak deneyle ilgili bir ön bilgi edinilmelidir.
- Laboratuvarda deneye başlamadan önce laboratuvar sorumlusu tarafından deney ile ilgili yapılan açıklamalar dikkatle dinlenmelidir.
- Laboratuvarda tüm dikkat yapılan deneye verilmeli, diğer çalışanların dikkatini dağıtacak şekildeki davranışlardan kaçınılmalıdır.
- Deneyisel çalışma süresinde elde edilen tüm veri ve gözlemler, düzenli ve anlaşılır bir şekilde laboratuvar defterine kaydedilmelidir.

Balon joje: Çözelti hazırlamada kullanılan; armut biçiminde uzun ve dar boyunlu, boyunlarında belli bir hacmi gösteren çizgisi olan cam kaplardır.

Mezür: Miktarı fazla olan sıvıların hacmini ölçmekte kullanılan, dereceli silindirik şeklindeki cam ya da plastikten yapılmış kaplardır.

Büret: Duyarlı hacim ölçümlerinin yapılabilirdiği, uç kısmında cam ya da teflon musluk bulunan, farklı boyutlarda, dereceli cam malzemelerdir.

Saat camı: Çesitli büyüklüklerde saat camı tarzındaki saydam cam malzemedir.

Baget: Çözeltileri karıştırmak için kullanılan uçları kütleştirilmiş cam çubuklardır.

- Laboratuvar çalışmaları boyunca koruyucu amaçlı olarak gözlük, eldiven ve gerekirse maske kullanılmalıdır.
- Laboratuvar ortamında tehlikeye yol açabileceğinden dolayı uzun saçlar toplanmalı, bol elbise giyilmemeli, tehlike yaratabilecek takılar takılmamalıdır.
- Deri yoluyla çeşitli hastalıkların bulaşma riskinden dolayı laboratuvar ortamında çalışırken açık yaralar yara bandı ile kapatılmalıdır. Ayrıca mutlaka eldiven kullanılmalıdır.
- Herhangi bir laboratuvar kazası halinde durum acilen laboratuvar sorumlusuna bildirilmeli ve gerekli önlemler alınmalıdır.
- Laboratuvarda mutlaka yangın söndürücü ve ilk yardım dolabı bulunmalı ve bunların yeri laboratuvar çalışanları tarafından bilinmelidir.
- Deneysel çalışma tamamlandıktan sonra kullanılan malzemelerin, deney düzeneğinin ve çalışılan ortamın temizliği dikkatli bir şekilde yapılmalıdır. Eller su ve sabun ile yıkanıp sorumlunun izni ile laboratuvardan çıkılmalıdır.

Şekil 1.4

*Laboratuvarda
Kişisel Temel
Malzemeler.*



Kendi laboratuvar güvenliğiniz için önlem alınız!



DİKKAT

Laboratuvar Aletlerinin Kullanımında Uyulması Gereken Kurallar

- Laboratuvarda bulunan aletler kullanım kılavuzundaki talimatlara uygun olarak laboratuvar sorumlusunun gözetiminde kullanılmalı, kullanımı tam olarak bilinmeyen aletler ise kesinlikle kullanılmamalıdır.
- Kullanılmadığı sürece aletler ve ısıtıcılar daima kapalı tutulmalıdır.
- Bek kullanılmadan önce tüp açılmalı, sonra kibrit veya çakmak ile yakılmalı, en son ise bek açılmalıdır. Kapatırken ise önce bek, sonra tüp kapatılmalıdır.
- Bek kullanırken saçlar bek alevinden uzak tutulmalıdır.
- Bek alevinde ısıtma işleminde mutlaka tahta maşa kullanılmalıdır.
- Isıtma veya kaynatma işlemlerinde basınçtan dolayı patlamaya neden olabileceğinden kullanılan kabın tamamen kapalı olmamasına dikkat edilmelidir.
- Tüp içinde sıvı maddeleri ısıtırken tüp, tahta bir maşa yardımıyla eğimi yavaş yavaş 45° olacak şekilde tutularak yavaş yavaş alev üzerinde hareket ettirilmelidir.

Etüv: Sıcaklık ayarı hassas olarak yapılabilen, düşük sıcaklıklarda çeşitli madde ve malzemeleri kurutmak amacıyla kullanılan ısıtıcıdır.

Terazi ayarı: Terazinin yerinden oynatılması ayarının bozulmasına neden olacağından vidalı ayaklar yardımıyla bu ayarın yeniden yapılması gerekir.

Çeker ocak: İçinde hava emişi yapabilen, çalışma ortamında oluşan asit buharı, ısı ve gazları sisteme bağlı bulunan bir baca bağlantısı ile dış ortama atabilen cihazlardır.

Pipet: Belirli miktar sıvı aktarılmasında kullanılan cam malzemelerdir. İki tipi vardır. Birincisinde ölçekli cam borunun alt ucu daralan koni biçimindedir. Diğer tip olan bulbulu pipetler ise belirli miktar sıvı alacak şekildedir; ancak ölçeklendirilmemiştir.

melidir. Deney tüpünün dik ve sabit konumda tutulması, ısıtılan maddenin sıçramasına neden olabilir.

- Deney tüpünde ısıtma yaparken tüpün ağzı deney yapan kişiye ya da çevredeki kişilere doğru tutulmamalıdır.
- Isıtma işlerinde kullanılan cihazların sıcaklığı elle kontrol edilmemelidir.
- **Etüv** veya fırınlardaki sıcaklık ayarı laboratuvar sorumlusuna danışılmadan değiştirilmemeli, kapakları uzun süre açık bırakılmamalıdır.
- Etüv ve fırın kullanılırken plastik eldiven takılmamalıdır, ısıya dayanıklı özel izolasyonlu eldivenler kullanılmalıdır.
- Çözücülerle yıkanan malzemeler, patlama riski nedeniyle kuruması amacıyla etüve konmamalıdır.
- Teraziler, nemsiz ve hava akımı olmayan düz bir zemine konmalı; **terazi ayarının** bozulmaması için yerinden oynatılmamalıdır.
- Terazi üzerine veya etrafına kimyasal madde dökülmemesine dikkat edilmelidir. Dökülen kimyasal madde hemen temizlenmelidir.
- Yağlı, ıslak materyaller ve kimyasal maddeler terazinin kefesine doğrudan konmamalıdır.
- Sıvı maddeler tartılırken buharlaşmayı önlemek için kapaklı bir tartım kabı kullanılmalıdır.
- Katı maddeler tartılırken kağıt yerine saat camı ya da bir beher kullanılmalıdır.
- Teraziler kullanılmadığı zamanlarda kapalı ve yüksüz olmalıdır.
- Derişik asit, baz ve uçucu özellikteki çözücü buharlarının solunması sağlığa zararlı olduğundan bu tip maddelerle çalışılırken **çeker ocak** kullanılması zorunludur (Bkz. Resim 1.2).
- Çeker ocaklar kullanılmadan önce havalandırma sistemi çalıştırılmalı, kimyasal maddeler çeker ocağın ön kısmından en az 15 cm içeriye konmalı ve çeker ocağın camı mümkün olduğunca kapalı tutulmalıdır.
- Su banyosu ile çalışırken su seviyesi sık sık kontrol edilmeli, düşük olduğu durumlarda distile su ilave edilmelidir.
- Sıvılar **pipet** içerisine par denen lastik pompalar yardımıyla çekilmelidir. Ağız yoluyla sıvı çekilmemelidir.
- Elektrikli aletleri kullanılırken ellerin tamamen kuru olmasına dikkat edilmelidir.

DİKKAT



Eter, alkol, aseton gibi çözücü ve yanıcı organik maddeler ile potasyum, sodyum, lityum kalsiyum gibi yanıcı özellikteki metaller kesinlikle açık alev üzerinde ısıtılmamalıdır.

DİKKAT



Kapağı sıkışmış şişelerin ağzının çıplak ateşe tutularak açılmaya çalışılması, şişe içindeki sıvının genişerek patlamasına ve çıplak ateş nedeniyle yangına neden olabileceğinden tehlikelidir. Doğru olan, kapak sıkışması veya cam malzemelerin birbirine yapışması halinde sıcak su banyosu kullanılmasıdır.

Puar üzerindeki S (Suction) emme, A (Air) hava, E (Empty) boşaltma anlamına gelmektedir (bkz. Şekil 1.5).

Puar kullanırken üst kısımdaki bombenin sıkılarak havanın boşaltılması gerekir; aksi halde sıvının çekilmesi mümkün olmaz. Otomatik pipetler ise daha kolay ve güvenli kullanıma olanak sağlamaktadır.

Şekil 1.5

Otomatik Pipetler,
Puar.



Otomatik pipetler/pipetörler

Puar

Resim 1.2

Çeker Ocak.
(http://www.ofm.gov.on.ca/ENGLISH/publications/Messenger/2003/images/MayAugust/Fume_hoo.GIF)



Cam Malzeme ile Çalışırken Uyulması Gereken Kurallar

- Mezür, pipet, büret, balon joje gibi ölçekli cam malzemeler; yüksek sıcaklık etkisiyle duyarlılıkları değişeceğinden kesinlikle bek üzerinde ısıtılmamalıdır.
- Beher, erlen, balon gibi cam malzemelerin bek alevinde ısıtma işlemleri yaparken saç ayak üzerine amyant tel konmalı ve sıvı miktarı çok fazla olmamalıdır.
- Cam malzemelerde ısıtma ve kaynatma işlemleri sırasında meydana gelebilecek ani sıçramaları engellemek için cam malzemelerin içine kaynama taşı (cam bilye ya da küçük cam parçaları) konmalıdır.

- Kırık veya çatlak cam malzemeler kesinlikle kullanılmamalıdır.
- Kullanılacak tüm cam malzemelerin temiz olmasına dikkat edilmelidir. Deney bitiminde de kullanılan cam malzemeler temizlenerek bırakılmalıdır.
- Suda çözünmeyen kimyasal maddelerle kirlenmiş cam malzemeler su ile, suda çözünmeyen yağlı maddelerle kirlenmiş malzemeler ise sıcak su ve deterjan ile bir fırça kullanılarak temizlenmelidir. Su ve deterjanın temizleyemediği durumlarda ise çeşitli inorganik veya organik çözücü ya da çözücü karışımları kullanılır. Temizleme işlemi tamamlandıktan sonra malzemeler bir miktar distile su ile çalkalanıp suyu süzildikten sonra 105-110°C'lik etüvde kurutulmalıdır.
- Tüm cam malzemeler laboratuvar tezgahı üzerine yere düşmelerini önleyecek güvenli bir şekilde konmalıdır.
- Sıcak cam malzemenin doğrudan soğuk bir ortama veya çalışma tezgahının üzerine konması malzemenin çatlamasına veya kırılmasına neden olabileceğinden soğuyuncaya kadar bir süre tahta maşa ile tutulmalıdır.
- Kırılan cam malzemeler çöp kutusuna değil ayrı bir yere atılmalıdır.

Cam malzemelerin temizlenmesinde kullanılan çözücüler:

Yıkama çözeltileri olarak bilinen çeşitli çözücü ya da çözücü karışımları, cam malzemelerdeki kirliliklere neden olan kimyasal maddeleri yükseltgeyerek çözünmesini sağlar. Bu amaçla en fazla *kromik asit çözeltisi* (Rengi turuncudur, yeşil renge dönünceye kadar temizleme işlemlerinde kullanılabilir. Rengin yeşile dönmesi, asidin yükseltgenme özelliğini kaybettiğini gösterir), *bazik permanganat çözeltisi* (Menekşe rengindedir, kahverengi siyaha dönüşünceye kadar temizleme işlemlerinde kullanılır. Renk dönüşümünün nedeni potasyum permanganatın mangandioksit'e dönüşmesidir), *kral suyu* (3 hacim derişik hidroklorik asit ile 1 hacim derişik nitrik asit çözeltilerinin karışımıdır), derişik hidroklorik asit çözeltisi, *asit banyoları* (örn. derişik sülfürik asit ile az miktar derişik nitrik asit karışımı), *organik çözücüler* (örn. etil alkol, aseton, dietil eter vb.) kullanılır.

DİKKAT



Bu çözeltilerin cilde sıçraması halinde yanıklara neden olabileceğinden bu çözeltiler kullanılırken mutlaka eldiven kullanılmalı ve çok dikkatli olunmalıdır.

Kimyasal Madde ile Çalışırken Uyulması Gereken Kurallar

- Tüm kimyasal maddeler zehirli ve tehlikeli olabileceğinden bu maddelere çıplak elle dokunulmamalı, kesinlikle tadına bakılmamalı ve koklanmamalıdır.
- Zehirli maddeler, buharlar ve gazlar ile temastan kaçınılmalıdır. Bu tür maddeler ile çalışırken mutlaka çeker ocak kullanılmalıdır.
- Laboratuvarda kullanılan tüm kimyasal maddeler etiketli olmalıdır. Kullanmadan önce etiket dikkatlice okunmalıdır. Numuneler ve çözeltiler hazırlanır hazırlanmaz mutlaka etiketlenmelidir. Etiket üzerinde numunenin hazırlanış tarihi, saklama süresi, özellikleri ve numuneyi hazırlayanın adı gibi bilgiler yer almalıdır.
- Kullanım sonrasında artan kimyasal maddeler hiçbir zaman tekrar orijinal şişesine konmamalı, kullanım sırasında kimyasal maddenin bulunduğu şişenin içerisine pipet daldırılmamalıdır.
- Bir kimyasal madde ya da çözeltiyi bulunduğu kaptan almak için temiz ve kuru bir alet kullanılmalıdır. Özellikle bir çözeltiyi almak için kullanılan pipet farklı bir çözelti şişesine daldırılmamalıdır. Aynı şekilde katı haldeki maddeler temiz bir spatül veya kaşıkla alınmalı ve aynı kaşık başka bir madde içerisine sokulmamalıdır.

- Pipet ile sıvı çekilirken mutlaka puar veya pipetör kullanılmalıdır, ağız yoluyla çekilmemelidir.
- Kesinlikle asidin üzerine su ilave edilmemelidir. Asitler suya azar azar karıştırılarak ilave edilmelidir.
- Yanıcı ve patlayıcı özellikteki kimyasal maddeler ısı kaynaklarından (bek alevi, elektrikli ısıtıcı vb.) uzak tutulmalıdır.
- Herhangi bir yere asit ya da aşındırıcı özellikte bir kimyasal madde döküldüğünde hemen bol su ile yıkanmalıdır.
- Kimyasal atıklar çöp kutusu veya lavabolara dökülmemelidir. Atık kimyasal maddeler toplama kabında toplanmalıdır.
- Korozif özellikteki maddeler çelik dolaplarda saklanmalıdır.
- Uçucu özellikteki kimyasal maddeler +4°C'de saklanmalıdır.
- Cilde herhangi bir kimyasal dökülmesi durumunda hemen bol su ile yıkanmalıdır.
- Laboratuvar ortamında kimyasal maddeler dikkatli ve güvenli bir şekilde kapalı koruyucu kutular içinde taşınmalıdır.
- Kimyasal madde şişelerinin kapaklı olmasına dikkat edilmeli ve her kullanım sonrasında kapağı sıkıca kapatılmalıdır.
- Kimyasal maddelerin birbirleriyle reaksiyona girerek yangına veya şiddetli patlamalara yol açabileceği ve zehirli ürünler oluşturabileceği unutulmamalıdır. Bu tip bileşikler her zaman ayrı ambalaj ve yerlerde saklanmalıdır.
- Kimyasal maddeler laboratuvar dışına çıkarılmamalıdır.

Asit çözeltilerinin derişimi arttıkça tahriş edici özellikleri de artar. Derişik asitleri seyreltme amacıyla su ilave edildiğinde aşırı miktarda ısı açığa çıkar ve sıçramalara ve patlamalara neden olabilir.



DİKKAT

Sık kullanılan tehlikeli kimyasal maddeler ve çözücülerini kullanırken dikkat edilmesi ve hatırlanması gereken genel özellikleri Tablo 1.1'de verildiği gibidir.

YANICI	ÇOK YANICI	ZEHRİRLİ	ÇOK ZEHRİRLİ	AŞINDIRICI	PATLAYICI
Flamable (F)	Highly Flamable (F+)	Toxic (T)	Very Toxic (T+)	Corrosive (C)	Explosive (E)
Aseton Benzen Bütan-1-ol Etilasetat Etanol Metanol Petrol eteri Toluen Propan-1-ol	Petrol eteri 30/40 Petrol eteri 10/60 Petrol eteri 60/80 Eter Aseton Karbondisülfid	Benzen Karbon Tetraklorür Kloroform Metanol Diklorometan	Brom Hidroflorik asit Dimetil sülfat	Asitler Alkaliler	Eter Sodyum Asetilen gazı
ÖNLEMLER					
Yüksek ısı, çıplak ateş, kıvılcımdan uzak tutma	Çıplak ateş, ısı ve kıvılcımlardan kesinlikle uzak tutmak	Her türlü temastan sakınmak	Temas engellenmeli, aksi halde tıbbi yardıma başvurmak	Cilt, göz, mukoza dokusu korunmalı, buhar halinde solumamak	Isı, ateş, sürtünme, darbelerden sakınmak

Tablo 1.1
Sık Kullanılan
Tehlikeli Madde ve
Çözücülere Örnekler,
Aldınabilecek
Önlemler.

Sağlığa Zararlı Olan Kimyasal Maddeler

Laboratuvarda kullanılan kimyasal maddelerin çoğu insan sağlığına zararlı olabilecek maddelerdir. Çalışan kişinin sağlığı açısından bu maddeleri tanınması, bu maddelerle temas halinde oluşabilecek zararlı etkileri bilmesi gerekir. Bu şekilde olabilecek kazaların önüne geçilmesi mümkün olabilir. Kimyasal maddelerin insan vücuduna etkileri genel olarak karsinojen etki, zehirli etki, uyuşukluk, koordinasyon bozukluğu, tahriş edici ve aşındırıcı etki şeklinde olabilir. Sağlık için zararlı bazı kimyasal maddeler ve etkileri şu şekilde özetlenebilir:

Klorik asitler: Klorik asitler bir yere sıçradığı zaman temizlemek için su kullanılmamalıdır. Üzerine önce kum, sodyum bikarbonat veya ikisinin karışımı dökülmelidir. Biraz bekledikten sonra metal veya plastik bir kaşıkla kazınmalıdır. Ancak klorik asitlerin vücuda sıçraması halinde bol su ile yıkanmalıdır.

Alkali metaller: Yanıcı özelliktedirler. Su ile reaksiyonu sonucu hidrojen açığa çıkar. Eğer çalışılan ortamda ısı yüksek ise açığa çıkan hidrojenin patlama riski söz konusudur. Bu nedenle alkali metaller sudan uzak tutulmalıdır. Vücudun temas etmesi durumunda temas eden yer bol su ile yıkanmalıdır.

Dietil eter: Son derece kolay alev alabilen özelliktedir. Işıktan koruyarak saklanmalıdır. Deri ile temas halinde deri üzerinde kurutucu etkiye sahiptir. Çeker ocak içinde kullanılmalıdır.

Sülfürik asit: Gözlerle teması oldukça tehlikelidir. Derişik sülfürik asit, korozif özellikte olup deride şiddetli yanıklara neden olur. Sülfürik asit seyreltilirken asit yavaş bir şekilde suya ilave edilir, kesinlikle asidin üzerine su ilave edilmemelidir. Sıçramalara karşı yüz maskesi ve kalın lastik eldiven kullanılmalıdır.

Nitrik asit: Zararlı etkileri ve tehlikesi konsantrasyona bağlı olarak artar. Özellikle yüksek konsantrasyondaki nitrik asitle çalışırken çeker ocakta çalışılmalıdır. Dumanlı ve derişik nitrik asit, vücut ve özellikle de gözler için oldukça tehlikelidir. Yüksek ısıda zehirli nitrojen oksit buharları açığa çıkar. Bu madde ile çalışırken disposable polivinil klorür eldiven kullanılmalıdır.

Glasiyel asetik asit: Korozif özelliktedir. Çeker ocak içinde çalışılmalıdır.

Hidroklorik asit: Oldukça tehlikelidir. Vücuda temas etmesi halinde temas eden yerlerde ciddi yanıklara neden olur. Buharın solunması tehlikeli olup fazlası ölüme dahi neden olabilir. Bu nedenle mutlaka çeker ocak içinde çalışılmalıdır.

Asetik asit: Kuvvetli oksidan maddelerle ile patlayıcı reaksiyon verir. Çeker ocak içinde çalışılmalı ve kalın lastik eldiven kullanılmalıdır.

Pikrik asit: Kuru halde patlayıcı özellikte olduğundan en az % 10 sulu halde saklanmalıdır. Deriden kolayca absorbe olur ve gözleri irite edebileceği için kullanırken kalın lastik eldiven kullanılmalı ve gözlük takılmalıdır.

Toluen: Oldukça zehirli bir madde olup zehirlenmeye ve bedensel zararlara yol açar.

Kloroform: Kanserojendir. Solunması zararlı etkilere neden olabilir.

Sulu amonyak: Sulu amonyak çözültisi vücudun her bölgesi için tehlikeli özellik taşır. Özellikle cilde ya da göze sıçraması halinde ağır yanıklara ve ciddi zararlara neden olabilir. Yutma durumunda tahriş yaparak mide bağırsak bölgesinde tahribata yol açabilir. Amonyak buharı yanıcı özellikte olup solunması halinde solunum sisteminde tahrişlere neden olur.

Benzen: Yanıcı özellikte olup kanserojeniktir. Deri ile temasından kaçınılmalı ve dumanı solunmamalıdır. Çeker ocak içinde kullanılmalıdır.

Civa: Enzimlerin çalışmasına olumsuz etkide bulunması nedeniyle oldukça tehlikelidir. Bir yere dökülmesi halinde döküldüğü yüzey üzerine kuvvetle bağlanır ve oda sıcaklığında yavaş yavaş kokusuz ve zehirli bir buhar halinde ortam atmosferine karışır. Elementel civanın birkaç damlası dahi havalandırılmayan bir odada zehirli bir atmosfer oluşturur. Civa buharlarının solunması son derece tehlikelidir. Civa döküldüğünde çok küçük zerrecikler halinde dağılır. Civanın dağıldığı zemin kükürt tozu serpilerek temizlenmelidir.

Tüm dumanlı asitler ile çalışırken çeker ocak kullanılmalı, aside dayanıklı eldiven kullanılmalı ve koruyucu gözlük takılmalıdır.



DİKKAT

LABORATUVAR GENEL GÜVENLİĞİ

Doğru ve güvenilir deney sonuçları elde etmek; her şeyden önce deneyi yapan kişinin temiz, dikkatli ve düzenli çalışmasıyla mümkündür. Amaç; yapılacak deneyin güvenli bir şekilde, en az hata ile ve olabildiğince çabuk yapılabilmesidir. Bu da ancak laboratuvarda yapılacak çalışmaların dikkatli ve düzenli bir şekilde yürütülmesi, uygulanacak yöntemlerin bilinmesiyle mümkün olabilecektir. Diğer taraftan laboratuvar ortamında güvenlik ön planda olmak durumundadır. Olabilecek kazaların önüne geçebilmek için laboratuvar kurallarına uyulması ve gereken önlemlerin alınması zorunludur. Laboratuvar ortamında güvenli çalışma yapabilmek için alınacak güvenlik önlemlerinin başında şunlar gelmektedir:

Laboratuvar önlüğü, eldiven, güvenlik gözlüğü gibi uygun kişisel koruyucu kıyafet ve aletler tehlikeli kimyasalların direkt temasından korunmak amacı ile kullanılmalıdır. Gözlükler çarpmaya, kimyasal ve **korozif madde** sıçramalarına karşı koruyucu olmalıdır. Genelde gözlük ve kontak lens ile birlikte kullanılabilen kenarlıklı gözlükler, çarpmalara karşı koruma sağlarken madde sıçramalarına karşı belirli oranda koruma sağlar. Bu nedenle kimyasal madde sıçramalarına karşı özel olarak üretilmiş gözlükler kullanılmalıdır.

Laboratuvarda kimyasal maddeler ile çalışırken kontak lens kullanılmamalıdır. Kontak lens, laboratuvarda kullanılan bazı madde buharlarını geçirebileceğinden gözde iritasyona neden olabilir. Bu durumda lensler hemen çıkarılmalı ve göz bol su ile iyice yıkanmalıdır.

Ellerin kimyasal maddelerin etkisinden korunabilmesi için çalışılan madde için uygun koruyucu özellikte eldiven kullanılmalıdır. Örneğin lateks eldivenler su, kir ve mikroorganizmalara karşı koruyucu iken birçok çözeltiye karşı koruyucu değildir. Farklı kimyasal maddelerden koruyucu olarak çeşitli materyallerden yapılmış lastik eldivenler kullanılabilir.

Kişisel güvenlik gereçleri (bkz. Şekil 1.4):

- Göz ve yüz korunması için gözlük,
- Ellerin korunması için eldiven,
- Vücut korunması için laboratuvar önlüğü (diz boyunda, önü kapanabilen önlükler),
- Koruyucu ayakkabılar,
- Solunumun korunması için maske.

Tehlikeli kimyasal maddelerin bulunduğu şişelerin üzerinde kimyasal maddeyi tanıtan ve tehlike uyarılarının bulunduğu etiketler olmalıdır. Bu etiketler üzerinde genel olarak şu bilgilerin yer alması gerekmektedir:

Korozif madde: Temas edilmesi durumunda cilt, gözler, akciğer ve mide gibi organ ve dokularda aşındırıcı, yakıcı ve tahriş edici etki oluşturan madde.

- Maddenin adı,
- Kimyasal yapısı hakkında bilgi,
- Fiziksel özellikleri,
- Tehlike sembolü,
- Yanıcı ve patlayıcı özellikleri,
- Saklanma şartları,
- Zehirli etkileri,
- Güvenlik ve taşıma bilgisi,
- Risk ve güvenlik bilgisi,
- Son kullanma tarihi,
- Üretici firma adı ve bilgileri gibi.

Laboratuvar çalışanları laboratuvarında bulunan tehlikeli kimyasal maddelerin kullanımı hakkında yeterli eğitimi almış olmalıdır. Bu eğitim; kimyasal maddelerin içerik ve güvenlik etiketlerinin okunması, sağlığa olabilecek akut ve kronik etkileri, güvenli taşıma yolları, koruyucu gereçlerin doğru kullanımı, kaza hallerinde yapılması gereken ilk yardım uygulamaları, atık kimyasal maddelerin imhası hakkında yeterli bilgileri içerecek şekilde olmalıdır.

Tehlike kaynakları hakkında yeterli bilgiye sahip olunması büyük önem taşımaktadır. Herhangi bir nedenle tehlikeli bir durumla karşılaşıldığında yapılacak işlemlerin eksiksiz ve yanlışsız uygulanması gerekmektedir.

Laboratuvar aletlerinin kullanım kılavuzları dikkatli bir şekilde okunarak aletler kullanım kurallarına uygun şekilde çalıştırılmalı ve kullanım sırasında ortaya çıkabilecek tehlikeler hakkında bilgi sahibi olunmalıdır.

Diğer önemli bir husus da kaza anında uygulanacak ilk yardımın hızlı ve doğru bir şekilde yapılabilmesi için gerekli bilgiye sahip olunması gerektiğidir.

LABORATUVAR KAZALARINDA İLK YARDIM

Laboratuvarında çalışmak, bazı kurallara uymayı ve dikkati gerektirir. Laboratuvarlarda meydana gelen kazaların büyük çoğunluğu insan hatalarından kaynaklanan kazalardır. Laboratuvar kazalarının önlenmesi ya da en aza indirilmesi, laboratuvar kurallarına uymakla mümkündür. Laboratuvar çalışmalarında kullanılan kimyasal ve cam malzemelerin taşınması, depolanması ve kullanılmasında her zaman için bazı tehlikeler söz konusudur. Ayrıca bunların kullanılmaları sonucu ortaya çıkan atıklar da çevre kirliliğine neden olabilmektedir. Tüm bu olumsuzlukların önlenmesi için laboratuvar malzemelerini kullanırken gerekli güvenlik önlemlerinin alınması ve laboratuvar kurallarına uyulması büyük önem taşımaktadır.

En sık rastlanan laboratuvar kazaları ve alınacak önlemler şu şekilde özetlenebilir:

Yangın: Laboratuvar ortamlarında en sık görülen kazalardan biri yangındır. Yangın çıkmasını önlemek için öncelikle şu hususlara özen gösterilmelidir:

Yanıcı özellikteki maddelerle (dietil eter, aseton, benzen, etil alkol vb.) çalışırken yakın yerlerde alevin bulunmamasına dikkat edilmelidir. Bu gibi çözücülerin ısıtılmasında doğrudan bek alevi yerine su banyoları ya da elektrikli ısıtıcılar kullanılmalıdır. Yangın çıkması halinde yapılması gerekenler şunlardır:

- İlk iş olarak gaz muslukları kapatılmalı ve çevredeki bütün yanıcı maddeler uzaklaştırılmalıdır.
- Yangın söndürmek için hiçbir zaman su kullanılmamalı, yangın söndürücüler kullanılmalıdır.
- İtfaiyeye haber verilmelidir.
- Alarm devreye sokulmalıdır.

Yanıklar: Laboratuvarlarda en sık rastlanan bir başka kaza türü de yanıklardır. Yanıklar çeşitli şekillerde oluşabilmektedir. Yanık şekline göre müdahale yapılmalıdır:

Çıplak alevle veya sıcak yüzeylere temas sonucunda oluşan yanıklarda öncelikli olarak yanan yüzeyin hava ile temasını kesmek gerekir. Daha sonra yaranın üzerine vazelin veya yanık merhemi sürülerek üzeri steril bir sargı beziyle hafif bir şekilde sarılmalıdır. Su kullanılmamalıdır. Asitlerle temas sonucu oluşan yanıklarda öncelikli olarak kimyasal madde ile temas kesilmelidir. Yanan bölge önce bol su ile, daha sonra doymuş sodyum bikarbonat çözeltisi ile ve ardından tekrar su ile yıkanmalıdır. Alkaliler ile temas sonucu oluşan yanıklarda yanan bölge önce bol su ile, daha sonra %1'lik asetik asit ile ve yine su ile yıkanmalıdır. Bu ilk yardım müdahalelerinin ardından yanan kişi mutlaka hekime götürülmelidir.

Göz kazaları: Asitlerle olan kazalarda göz öncelikle bir göz banyosu yardımı ya da göz kapağı el yardımıyla açılarak bol su ile, ardından % 1'lik sulu sodyum bikarbonat çözeltisi ile yıkanır. Alkalilerle olan kazalarda ise aynı şekilde su ile yıkamanın ardından % 1'lik sulu borik asit çözeltisi ile yıkanmalıdır. Göz yaralanmalarında ve yanıklarda en kısa süre içerisinde bir hekime başvurulmalıdır.

Cam parçaları ile olan kazalarda göz, bol su ile yıkandıktan sonra su ile uzaklaştırılamayan cam parçacıkları bir pens yardımıyla çıkarılmaya çalışılır. Hızla tıbbi müdahale yapılması gerekir.

Kesikler: Hafif kesiklerde kanın birkaç saniye akmasından sonra cam parçacıkları bir pens yardımı ile çıkarılır. Yara, alkol veya antiseptik özellikteki bir solüsyonla yıkandıktan sonra sarılır. Kesikin derin olması durumunda ise aynı şekildeki müdahalenin ardından kesikin üst kısmı iyice sıkılarak kanın akış hızı azaltılmalı (en fazla 5 dakika süreyle) ve hemen bir hekime başvurulmalıdır.

Zehirlenmeler: Zehirli gazlarla çalışılması durumunda zehirlenmelerin olması için gaz maskesi takılmalı ve çeker ocak kullanılmalıdır. Buna rağmen zehirlenme olmuşsa tıbbi yardımdan önce zehirlenen kişinin yaka veya kravatı çözülerek kişi açık havaya çıkarılmalı ve bol oksijen alması sağlanmalıdır. Solunum durmuşsa suni solunum yapılmalıdır.

Kimyasal maddelerle olan zehirlenmede maddenin özelliklerine bağlı olarak ilk yardım uygulanmalıdır.

Asetik asit, hidroklorik asit, fosforik asit ve sülfürik asit yutulması halinde ortaya çıkan zehirlenmelerde kişi baygınsa ağızdan hiçbir şey verilmemelidir. Eğer ayıkça ağız bol çeşme suyu ile çalkalanmalı, kireç suyu veya sodyum bikarbonat çözeltisi içerilmeli ve hemen tıbbi yardım alınmalıdır. Bazların yutulması durumunda önce bol su, daha sonra ise sirke veya limon suyu verilmeli, hemen bir sağlık kuruluşuna gidilmelidir.

Ağır metal tuzu yutulmuş ise kişiye süt veya yumurta akı içirilmelidir.

Arsenik, kurşun, gümüş veya civa gibi metallerin yutulması durumunda bir yemek kaşığı hardal veya tuz içeren bir bardak su içirilerek hastanın kusturulması sağlanmalıdır.

Patlamalar: Patlayıcı maddelerin kullanılması durumunda deneyler özel perdeler arkasında yapılmalı ve mutlaka koruyucu gözlük takılmalıdır. Eğer maddenin patlayıcı özellikte olup olmadığı bilinmiyorsa bu tip maddelerle çalışmaya başlamadan önce maddenin çok az miktarı bir spatül üzerinde aleve tutulmalı ve bu şekilde patlayıcılığı hakkında fikir sahibi olunmalıdır. Patlama sonucu oluşan kazalarda hemen bir hekime başvurulması gerekmektedir.

Elektrik çarpması: Elektrik çarpan kişi elektrikle yüklü olduğundan kişiye yaklaşılmadan önce elektrik akımı ana kaynaktan kesilmeli veya fiş prizden çıkarıl-

malıdır. Bunun mümkün olmadığı hallerde lastik çizme ya da eldivenle kazazede-ye dokunulmalıdır. Elektrik akımı ile temas kesildikten sonra kişi temiz havaya çıkarılmalı ve kişiye suni teneffüs yaptırılmalıdır. Kişi vakit kaybetmeden bir sağlık kuruluşuna götürülmelidir.

Laboratuvarda meydana gelebilecek bu kazalardan sorumlu olabilecek maddeler şu şekilde sınıflandırılabilir (Bkz. Tablo 1.1):

Patlayıcılar: Etken madde ile reaksiyona girdiklerinde zehirli gaz ve ısı yayar.

Gazlar: A sınıfı zehir kapsamındaki gazlar ve sıvılar insan sağlığı için çok tehlikeli olan buharları oluşturur.

Sıvı maddeler: Parlayıcı sıvılar (Parlama noktası 38°C'nin altındadır.) ve kolay tutuşabilen sıvılar (Parlama noktası 38°C'nin üzerindedir.) bu grup içerisinde yer alır.

Katı maddeler: Kolay alev alabilen katı maddeler olup, sürtünme ile dahi alev alıp ısıyı uzun süre içinde tutabilir.

Oksitleyiciler: Yapılarındaki oksijeni vererek tutuşmayı kolaylaştırır.

Korozif maddeler: Tahriş edici özellikte olup canlı doku ya da çeşitli materyalleri aşındırıcı özellikteki maddelerdir.

Laboratuvarlarda Bulunması Gereken İlk Yardım Malzemeleri

Laboratuvarların faaliyet, durum ve ihtiyacına göre değişmekle birlikte genel olarak laboratuvarlarda;

- Yangın söndürücü,
- Kum kovası,
- Yangın battaniyesi,
- Koruyucu gözlükler,
- Göz yıkama cihazı/ göz banyosu,
- Tehlike anında kullanılacak duş,
- Önlük (kolay alev almayan, pamuklu kumaştan yapılmış, beyaz renkte olmalı),
- Kimyasal maddelerden koruyucu eldiven,
- Maske,
- İlk yardım dolabı (bu dolapta bulunması gerekenler: sargı bezleri, steril gazlı bezler, plaster, makas, pens, pamuk, vazelin, oksijenli su, alkol, yanık merhemi, antiseptik kremler vb. malzemelerdir),
- Uyarı işaretleri ve levhaları,

gibi madde ve malzemeler önlem ve ilk müdahale gereçleri olarak bulundurulmalıdır.

Laboratuvar Atıkları ve İlgili Düzenlemeler

Laboratuvarda oluşan atık nitelikteki kimyasal ve biyolojik maddelerin imhası da özel koşullar gerektirmektedir. Özellikle çözücü, kimyasal madde, biyolojik deney atıkları; laboratuvar musluklarından genel şebekeye hiçbir şekilde dökülmemeli ve tahliye edilmemelidir. Kişisel, toplumsal ve çevresel boyutlarda tehlikeleri ve felaketleri önlemek amacıyla, bu maddelerin imhaları atık maddelerinin fiziksel, kimyasal ve toksikolojik özelliklerine göre kanun ve yönetmeliklerde belirtilen usullere göre yapılmalıdır:

- Katı Atıkların Kontrolü Yönetmeliği: 14/3/1991 tarihli ve 20814 sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan yönetmeliği,

- Tehlikeli Atıkların Kontrolü Yönetmeliği: 14/3/2005 tarihli ve 25755 sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan yönetmeliği,
 - Ambalaj ve Ambalaj Atıklarının Kontrolü Yönetmeliği: 3077/2004 tarihli ve 25538 sayılı Resmi Gazetede yayımlanan yönetmeliği,
- gibi yönetmelikler okunmalı ve uygulanmalıdır.

Ayrıca daha özel ve daha dikkatli bir şekilde imha edilmesi gereken madde ve malzemeler de vardır. Bunlarla ilgili de özel kurallar olabilmektedir; örneğin radyoaktif atıkların bertarafı, ilgili 09.07.1982 tarih ve 2690 sayılı Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Kanunu’na ilişkin tüzük ve hükümler çerçevesinde yapılmaktadır. Tıbbi atıkların kontrolü yönetmeliği ise 20.05.1993 tarih ve 21586 sayılı Resmi Gazete’de yayımlanarak yürürlüğe girmiştir, imha işlemleri buradaki kurallara göre yapılmaktadır. Tıbbi atıkların geçici atık depolarında veya konteynerlerden alınarak taşınması, nihai depolanması işlemleri; ilgili belediyelerin sorumluluğu altındadır.

Üniversitelerde ve araştırma enstitülerinde konu ile ilgili birimler oluşturulmalı ve yapılacak denetimlerle kişilerin ve kurumların kurallara kesinlikle uyması sağlanmalıdır. Laboratuvar çalışmalarında bulunan kişiler de bu konuda duyarlı olmalıdır.

LABORATUVARDA KULLANILAN SEMBOLLER

Laboratuvar uygulamalarında oluşabilecek tehlikelere karşı çalışanları uyarmak amacıyla bazı semboller kullanılmaktadır. Laboratuvarlarda tehlike durumlarını ifade etmek için kullanılan renkler ve tehlikenin derecesini ifade eden sayıların anlamları Tablo 1.2’de verilmiştir. Şekil 1.6’da kimyasal maddelerin etiketlenmesinde tehlike ve güvenlik uyarısı anlamında kullanılan kare içindeki renkler gösterilmiştir. Yine laboratuvarlarda uluslararası kullanımı olan bazı güvenlik sembolleri ve bunların ne anlama geldikleri Tablo 1.3’te açıklanmıştır.

Tablo 1.2

Tehlike Durumlarını İfade Eden Renkler, Tehlike Derecesini İfade Eden Sayıların Anlamları.

Renk ve Anlamı	Sayı ve Anlamı
Kırmızı - Yangın tehlikesi uyarısı	0 - Tehlike yok
Sarı - Reaktivite	1 - Hafif tehlikeli
Siyah - Bazı tehlikeli durumlar	2 - Tehlikeli: Solunum cihazı kullan
Mavi - Sağlık	3 - Çok fazla tehlikeli: Tam koruyucu giysi ile girilmelidir.
Koyu yeşil - Özel tehlikeli maddeler	4 - İçeri girmek çok tehlikelidir.

Örneğin kırmızı zeminli bir levhada 4 numara çok kolay yanabildiğine, 0 numara ise yanma özelliğinin olmadığına işaret eder. Sarı zeminli bir levhada ise 4 numara patlayıcı özelliğinin yüksek olduğu, 0 numara ise stabil olduğu anlamına gelmektedir. Şekil 1.6’daki kimyasal madde çok yanıcı, şok ve sıcakta patlayabilen, sağlık açısından tehlikeli ve su ile birlikte kullanılmaması gereken özelliklere sahiptir.

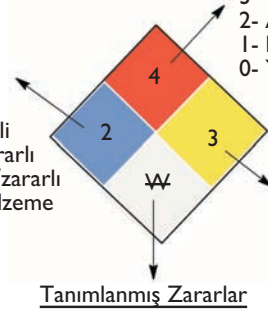
Şekil 1.6

Kimyasal
Maddelerin Renkli
Uyarı Bilgileri.

KİMYASAL İSİM

Sağlık (Mavi)

- 4- Öldürücü
- 3- Çok tehlikeli
- 2- Tehlikeli/zararlı
- 1- Az tehlikeli/zararlı
- 0- Normal malzeme



Tanımlanmış Zararlar

- OXY- Oksitleyici
- ACID- Asit
- ALK- Alkali
- COR- Korozif
- X - Su kullanmayınız
- RAD- Radyasyon

Yangın (kırmızı)

- Parlama noktası sıcaklığı
- 4- Çok yanıcı (<23°C)
- 3- Yanıcı (23-38°C)
- 2- Alev alabilir (39-93°C)
- 1- Hafif alev alabilir (>93°C)
- 0- Yanmaz

Reaktivite (sarı)

- 4- Patlayabilir
- 3- Şok veya sıcaklıkta patlayabilir
- 2- Şiddetli kimyasal reaksiyon
- 1- Isıtıldığında stabil değil
- 0- Stabil

Laboratuvarda genelde uyarıcı işaret olarak kullanılan “renkler” ve anlamları:

Kırmızı: Yangın önleme işaretleri, yasaklama işaretleri, yanıcı ve parlayıcı maddelerin depolandığı yerler, yangın söndürme cihazları ve malzemeleri ve ya tehlikeli madde ile ilgili yasaklar,

Portakal rengi: Tehlike işaretleri, doğrudan tehlikeye karşı uyarı işareti olarak kullanılır,

Sarı: Uyarı işareti (olası tehlikelere karşı),

Yeşil: İş güvenliği ve sağlık bilgilendirme işareti (genel güvenlik ve sağlık için kullanılır,

Mavi: Dikkat ve yasak işareti (bakım, onarım, arıza vb.),

Mor: Radyasyon tehlikesine karşı,

Beyaz: Yön işareti, güvenlik ve sağlık işareti (yangın önleme işareti, yasaklama işareti, dikkat işareti),

Siyah: Yön işareti (tehlike işareti, uyarı işareti), hazırlamada kullanılır.

Sembol	Anlamı
	Tahriş edici (Xi= Irritant) Zararlı (Xn= Harmful)
	Oksitleyici, yükseltgen (O= Oxidizing agent)
	Çevreye zararlı, ekotoksik (N= Dangerous for the environment and nature)
	Biyolojik tehlike (Biohazard)
	Yangın söndürücü (Tehlikeli durum sembolleri)
	Çıplak ateşle yaklaşmayınız (Yasak sembolleri)
	Yangını su ile söndürmeyiniz (Yasak sembolleri)
	Dikkat, sıcak yüzey (Uyarı işareti)

Tablo 1.3
Sık Kullanılan
Önemli Semboller,
Uyarılar ve
Anlamları.

Tablo 1.3 (devam)
Sık Kullanılan
Önemli Semboller,
Uyarılar ve
Anlamları.

	Dikkat, kaygan zemin (Uyarı işareti)
	Göz yıkama ünitesi (İlk yardım yönlendirmesi)
	Acil çıkış (İlk yardım yönlendirmesi)
	Gözlük kullanınız (Zorunlu işaret)
	Eldiven kullanınız (Zorunlu işaret)

LABORATUVAR ÇALIŞMALARINDA DENEY RAPORUNUN HAZIRLANMASI

Deneyin yapılması ve deney sonunda elde edilen verilerin değerlendirilip yorumlanması bir bütündür. Laboratuvar çalışmaları boyunca elde edilen deney sonuçları bir rapor halinde uygun bir laboratuvar defterine (kareli büyük boy bir defter) okunaklı ve anlaşılır bir dil ile yazılmalıdır. Raporlar tükenmez kalemle yazılmalı, kurşun kalem kullanılmamalıdır. Raporun içeriğinde şu bilgilerin bulunması gerekir:

- **Deneyin adı:** Rapor sayfasının üst kısmına büyük harflerle yazılmalıdır.
- **Deneyin amacı:** Deneyin neden yapıldığı ve hedeflenen sonuç, birkaç cümle ile belirtilmelidir.
- **Deneysel araç ve gereçler:** Deneylerde kullanılacak cihaz, alet, araç, kimyasal madde ve malzemeler sıralanmalıdır.
- **Teorik bilgiler:** Deney hakkında çok kısa bir şekilde teorik bilgiler verilmelidir.
- **Deneyin yapılışı:** Deneyin nasıl yapılacağı kısa cümleler halinde yazılmalıdır.
- **Deneysel veriler:** Deney sonucu elde edilen verileri kapsar. Genelde çizelge halinde verilmelidir.
- **Hesaplamalar:** Deney sonucu elde edilen veriler kullanılarak gerekli hesaplamalar yapılmalıdır.
- **Yorum:** Raporun en önemli kısmıdır. Deney sonucu elde edilen sonuçların teorik bilgilerle ilişkilendirilmesi yapıp sonuçların uygunluğunun tartışılması gerekir. Eğer uygunsuzluklar varsa bu sapmaların nedenleri irdelenmelidir ve bunların giderilmesi için önerilerde bulunulması gerekir (Bkz. Şekil 1.6).

Öğrencinin adı: Numarası:	
Deney adı:	Tarih / /
Amaç:	
Araç ve gereçler:	
Deneyin yapılışı:	
Sonuçlar:	
Yorumlar:	

Şekil 1.6 Deney raporu taslağı.

Özet

Laboratuvarda çalışmak çeşitli tehlikeleri beraberinde getirir. Dikkatli ve titiz çalışma, riskleri en aza indirip olası kazaları önlemede en büyük faktörlerdendir. Laboratuvarda çalışmaları planlamadan önce her laboratuvarın kendine özgü kuralları olduğu unutulmamalıdır ve deneyleri yapan kişi veya diğer çalışanların can ve mal güvenliği için bu kurallara kesinlikle uyması gerekmektedir. Çeşitli deneylerde kullanılacak malzeme ve cihazların tanınması, teknik özelliklerinin bilinmesi, deneyleri kolaylaştırabileceği gibi malzemelerin ve cihazların da uzun süreli ve güvenilir bir şekilde kullanılmasına olanak verecektir.

Deneyler esnasında madde ve malzemenin doğasından kaynaklanabilecek kazalar esnasında hızla alınabilecek önlemler ve gerçekleştirilecek ilk yardım yöntemlerinin bilinmesi ayrıca doğru bir şekilde uygulanması büyük önem taşımaktadır.

Kendimizi Sınayalım

1. Aşağıdakilerden hangisi sıvıların hacimlerinin ölçülmesinde kullanılan cam malzemelerden biri **değildir**?
 - a. Mezür
 - b. Pipet
 - c. Baget
 - d. Büret
 - e. Beher
2. Desikatörün kullanım amacı aşağıdakilerden hangisidir?
 - a. Maddeleri ısıdan korumak
 - b. Maddeleri mikroorganizmalardan korumak
 - c. Maddeleri ışıktan korumak
 - d. Maddeleri nemden korumak
 - e. Maddeleri tozdan korumak
3. Aşağıdakilerden hangisi laboratuvar aletlerinin kullanımında uyulması gereken kurallardan biri **değildir**?
 - a. Teraziler, kullanılmadığı zamanlarda kapalı ve yüksüz olmalıdır.
 - b. Etüv ve fırın kullanılırken, plastik eldiven takılmalıdır.
 - c. Laboratuvar çalışmaları boyunca gözlük, eldiven kullanılmalıdır.
 - d. Laboratuvarda çalışırken, uzun saçlar toplanmalıdır.
 - e. Derişik asit ve bazla çalışırken, çeker ocak kullanılmalıdır.
4. Aşağıdakilerden hangisi yüksek sıcaklıkta yakma işlemlerinde kullanılan laboratuvar malzemelerden birisidir?
 - a. Kroze
 - b. Beher
 - c. Erlen
 - d. Balon joje
 - e. Baget
5. Aşağıdakilerden hangisi cam malzemelerin temizlenmesinde kullanılan çözücülerden biri **değildir**?
 - a. Organik çözücüler
 - b. Kromik asit çözeltisi
 - c. Derişik hidroklorik asit çözeltisi
 - d. Sitrik asit çözeltisi
 - e. Bazik permanganat çözeltisi
6. Aşağıdakilerden hangisi laboratuvarda kimyasal madde ile çalışırken uyulması gereken güvenlik kurallarından biri **değildir**?
 - a. Suya asitler azar azar karıştırılarak, ilave edilmelidir.
 - b. Pipet ile sıvı çekilirken, mutlaka parmak kullanılmalıdır.
 - c. Yanıcı ve patlayıcı özellikteki kimyasal maddeler ısı kaynaklarından uzak tutulmalıdır.
 - d. Kimyasal maddeler, 4°'de saklanmalıdır.
 - e. Korozyif özellikteki maddeler, çelik dolaplarda saklanmalıdır.
7. Asit kullanırken oluşan göz kazalarında, gözün bol su ile yıkanması ardından aşağıdaki çözümlerden hangisi kullanılır?
 - a. % 1'lik sulu kalsiyum karbonat
 - b. % 1'lik sulu borik asit
 - c. % 1'lik sulu sodyum bikarbonat
 - d. % 1'lik sulu magnezyum karbonat
 - e. % 1'lik sulu sodyum karbonat
8. Aşağıdakilerden hangisi ayırma işlemlerinde kullanılan bir cam malzemelerden biridir?
 - a. Kroze
 - b. Buchner (Büchi) hunisi
 - c. Nuche erleni
 - d. Saat camı
 - e. Balon joje
9. Aşağıdakilerden hangisi kişisel güvenlik gereçlerinden biri **değildir**?
 - a. Önlük
 - b. Eldiven
 - c. Maske
 - d. Gözlük
 - e. Göz banyosu
10. Aşağıdakilerden hangisi asetik asit yutulması halinde ortaya çıkan zehirlenmelerde yapılması gereken işlemlerden biridir?
 - a. Ağız bol çeşme suyu ile çalkalanmalı, daha sonra da sirke veya limon suyu verilmelidir.
 - b. Zehirlenen kişiye hemen süt veya yumurta akı içirilmelidir.
 - c. Zehirlenen kişiye, bir yemek kaşığı hardal içeren bir bardak su içirilmelidir.
 - d. Zehirlenen kişiye bir yemek kaşığı tuz içeren bir bardak su içirilmelidir.
 - e. Ağız, bol çeşme suyu ile çalkalanmalı, kireç suyu veya sodyum bikarbonat çözeltisi içirilmeli ve hemen tıbbi yardım alınmalıdır.

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. c Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Malzemeleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. d Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Malzemeleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. b Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Aletlerinin Kullanımında Uyulması Gereken Kurallar” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. a Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Malzemeleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. d Yanıtınız yanlış ise “Cam Malzemelerin Temizlenmesinde Kullanılan Çözücüler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. d Yanıtınız yanlış ise “Kimyasal Madde ile Çalışırken Uyulması Gereken Kurallar” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. c Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Kazalarında İlk yardım” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
8. b Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Malzemeleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. e Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Genel Güvenliği” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. e Yanıtınız yanlış ise “Laboratuvar Kazalarında İlk Yardım” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Kremer, B. P., Bannwarth, H. (2009). **Einführung in die Laborpraxis. Basiskompetenzen für Laborneulinge**, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Özcan, A. (2009). **Kimya Laboratuvarı Teknikleri** [(Özcan, A. (Ed.)], *Kimya Laboratuvarında Güvenlik ve Genel Kurallar*, Anadolu Üniv. Yayınları, Eskişehir.
- Özcan, A. (2009). **Kimya Laboratuvarı Teknikleri**, Anadolu Üniv. Yayınları, Eskişehir.
- Zor, D. L. (1999). **Laboratuvar Uygulamaları ve Fen Öğretiminde Güvenlik**, (Zor, M. (Ed.), *Kimyasallarla Güvenli Çalışma Esasları*, Anadolu Üniv. Yayınları, Eskişehir.

İnternet Kaynakları

- Fırat Üniversitesi Tıp Fakültesi Deneysel Araştırmalar Birimi:
<http://web.firat.edu.tr/futdam/dersslaytlari/Genel%20Laboratuvar%20güvenligi.ppt>
- İstanbul Teknik Üniversitesi, İnşaat Fakültesi Çevre Mühendisliği Laboratuvarları-Laboratuvar Güvenlik Bilgilendirme Programı:
<http://www.ins.itu.edu.tr/cevre/labor/guvenlik.htm>
- Laboratuvar Güvenliği:
<http://www.laboratuvarguvenligi.com/>
<http://kimyasorolari.com/laboaratuvar/laboratuvar-guv.htm>
- Material Safety Data Sheets (MSDS) for EH&S (Environmental Health & Safety) Professionals:
<http://www.msdsonline.com/>
- Merck Kimyasalları Güvenlik Bilgieri
<http://www.merck-chemicals.de>
- Princeton University, Lab Safety Manual :
<http://web.princeton.edu/sites/ehs/labsafetymanual/index.html>

2

Amaçlarımız

- Bu üniteyi tamamladıktan sonra;
- Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde organoleptik yöntemleri uygulayabilecek,
 - Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde organoleptik yöntemlerin sonuçlarını değerlendirebileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Organoleptik Tayinler
- Görünüş
- Renk
- Boyut
- Tat
- Koku

İçerik Haritası

Tıbbi ve Aromatik
Bitki Laboratuvarı
(Uygulama Kitabı)

Organoleptik
Tayinler

- GİRİŞ
- ORGANOLEPTİK İNCELEMELER
- YAPRAKLARDA ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER
- ÇİÇEKLERDE ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER
- MEYVELERİN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ
- TOHUMLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ
- KABUKLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ
- KÖK VE RİZOMLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ
- DİĞER DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ
- HÜCRESİZ DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Organoleptik Tayinler

GİRİŞ

Tıbbi ve aromatik bir materyalin organoleptik özellikleri karakteristiktir. Organoleptik tayinler beş duyu organı ile yaptığımız incelemeleri kapsar. *Görünüş*, renk, *büyüklik*, kırılma yüzeyi, yüzey özellikleri, **tekstür**, *koku* ve *tat* bu analizin temelini oluşturur.

Bitkisel ürün, bitkide doğal veya patolojik olarak meydana gelen veya bitkiden özel bir işlem sonucu elde edilen ürün de olabilir. Bunlar nişastalar, mazılar, zamlar, reçineler, reçineli zamlar, oleorezinler, balsamlar, katranlar, uçucu yağlar, sabit yağlar, usareler, lateksler, ekstreler ve süblimasyon ürünleridir. Bu ürünler de öncelikle standartlar ve monograflarda belirtilen özellikler dikkate alınarak makroskobik incelemeye tabi tutulmalıdır.

Tekstür: Herhangi bir droğu belirleyen kendine özgü yapı, doku örgüsü.

ORGANOLEPTİK İNCELEMELER

Kırılmış, büzüşmüş yaprak, herba veya çiçeklerden ibaret materyaller yumuşatılmalı, gerilmeli ve ölçüm almaya hazır hale getirilmelidir.

- **Boyut:** On örnekte ölçümler yapılarak ortalaması alınmalıdır.
- **Renk:** Gün ışığında veya gün ışığı dalga boyundaki lambalar altında referans materyaller ile karşılaştırılarak incelenmelidir.
- **Yüzey özellikleri, tekstür ve kırılma yüzeyi:** Ham materyalde gerekirse 6x veya 10x büyütme mercekler altında yüzey incelenmeli, yumuşaklık-sertlik ve gevşeklik-bükülebilirlik kontrolleri yapılmalıdır. Kırılma yüzeyi lifli (*Liquiritiae radix*, meyan kökü), pürüzlü-pürüzsüz veya tanecikli vb. özellikleri taşıyabilir (bkz. Resim 2.1).
- **Koku:** Başparmak ile işaret parmağı arasında ezilerek incelenen örnekte koku yok, zayıf, farklı veya kuvvetli olarak not edilir. Koku var ise aromatik, meyvemsi, küflü veya kokuşmuş gibi özelliği not edilir. Nane, kekik, karanfil gibi örneklerde özel-karakteristik sırasıyla *mentol*, karvakrol ve öjenol kokuları alınabilir.
- **Tat:** Özellikle belirtilmiş ise materyalin tadına bakılmalıdır.

Bu özellikler ünite içinde örneklerle daha ayrıntılı olarak açıklanacaktır.

Resim 2.1*Meyan Kökü.*

YAPRAKLARDA ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER

Eucalyptii folium (Ökalyptus yaprağı): Ergin dalların yapraklarıdır. Bu yapraklar 15-30 cm boyunda, en geniş yerinde 2-5 cm eninde, falkat, donuk yeşil renkli ve tüysüzdür (Şekil 2.1.a).

Hamamelidis folium (Hamamelis yaprağı): Kısa saplı, 7-15 cm uzunlukta, 8 cm eninde ovalimsi şekillidir. Esmer yeşilimsi kırmızı renkli, kağıdımsı, kenarları düzensiz dişlidir. Lezzeti acı, buruk; kokusu hafiftir.

Lamiaceae Familyası Droglarında Yaprak Özellikleri

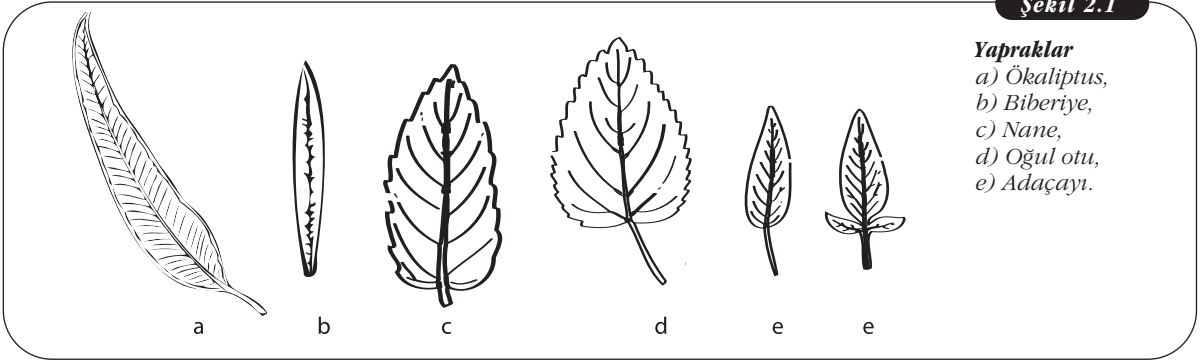
Resim 2.2*Nane yaprağı.*

Rosmarini folium (Biberiye yaprağı): 3.5 cm boyunda, 2-4 mm eninde lineer yapraklardır (Şekil 2.1.b).

Menthae folium (Nane yaprağı): Koyu yeşil renkli, 3-4 cm boyunda, 1.5 cm eninde eliptik-lanseolat, saplı ve kenarları dişlidir. Kuvvetli nane kokusundadır (Şekil 2.1.c).

Melissae folium (Oğul otu yaprağı): Oval-lanseolat şekilli, kenarları oymalıdır, alt yüzde damarlar belirgindir (Şekil 2.1.d).

Salviae folium (Adaçayı yaprağı): Çok tüylü, alt yapraklar 3-5 cm boyunda, saplı, eliptik oval; üst yapraklar ise daha küçük ve sapsızdır. Kuvvetli özel kokulu ve acıdır (Şekil 2.1.e).

Şekil 2.1

DENEY 2.1: Şekil 2.1'deki bitki örneklerini organoleptik olarak inceleyiniz.

Sonuç:

Yorum:

ÇİÇEKLERDE ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLER

Crocus (Safran): *Crocus sativus* (Iridaceae) bitkisinin kurutulmuş stigmalarıdır. 1.5-2 cm boyunda, kırmızımsı turuncu renkli ve 3 parçalıdır. Acı, lezzetli ve tatlımsı aromatik kokuludur. Ağızda çiğnendiğinde tükürüğü portakal sarısı renge boyar.

Resim 2.3

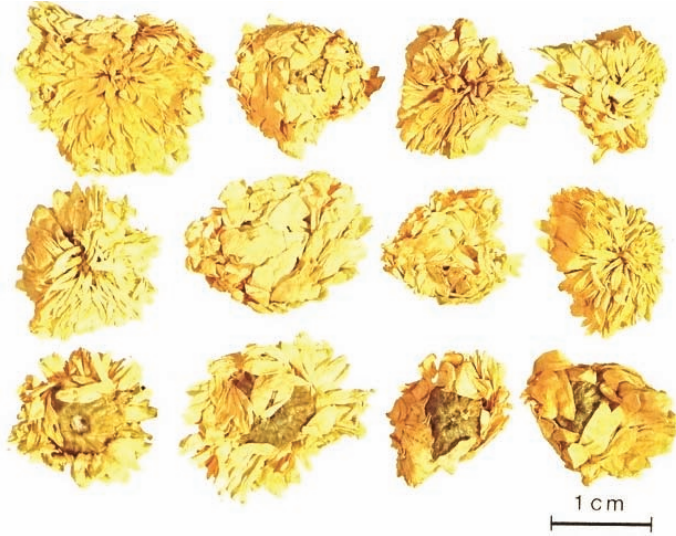
Safran.



Caryophylli flos (Karanfil): 10 mm boyunda, kızıl kahverengi, çivi şeklinde, ovar-yumu hafif dört köşeli, keskin kokulu, yakıcı lezzetlidir. Kaynatılmış soğutulmuş suya atılan karanfil çöker. Uçucu yağı önceden alınmış karanfil ise çökmez. Matricariae flos (Adi papatya): Kapitulumlar 10-17 mm çapındadır ve içi boştur. Aromatik kokuludur.

Resim 2.4*Safran Stigmaları.*

Chamomillae romanae flos (Alman papatyası): 12-20 mm çapında, içi doludur, yoğun dilsli çiçekler beyaz veya sarımsı renkli, kuvvetli aromatik kokulu ve acı lezzetlidir.

Resim 2.5*Alman Papatyası.*

Cinae flos (Horasani çiçeği): Drog oval, sarımsı esmer renkli, 1-4 mm boyundadır. Kafura benzer kokulu ve acı lezzetlidir.

Sambuci flos (Mürver çiçeği): Sarımsı beyaz renkli, hafif kokulu ve musilajlı lezzette bir drogdur. Drog toplandıktan sonra çabuk ve iyi havalandırılan bir yerde kurutulmalıdır; aksi halde siyah bir renk alır. Kaliks 5 parçalı ve tüysüz, korolla 5 loblu, sarımsı beyaz renkli, stamen 5 tane, anterler kısa, stilus 3 stigmali, polen taneleri elips şeklinde, porlar 3 tane ve yarık şeklindedir.

DENEY 2.2: Alman papatyasını ve adi papatyayı organoleptik olarak inceleyiniz, karşılaştırınız.

Sonuç:

Yorum:

MEYVELERİN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Juniperi fructus (Ardıç meyvesi): 3-10 mm çapında, koyu mor renkli, küremsi, tepesinde 3'lü yarık bulunan, mum tabakası ihtiva eden bir yalancı bakkadır.

Anisi stellati fructus (Yıldız anasonu): Meyve yıldız şeklinde ve 8 foliküllüdür. Her folikülde bir tohum bulunur. Özel anason kokulu ve baharlı lezzetlidir (Resim 2.6).

Resim 2.6

Yıldız Anasonu.



Apiaceae Familyası Meyveleri

Coriandri fructus (Kışniş): 2.5-4.5 mm çapında, küre biçimindedir. Her merikarp 4 asıl kosta (ridge), 5 tane ise primer kosta ihtiva eder. Saman sarısı renkli, aromatik kokulu ve baharlı lezzetlidir.

Carvi fructus (Keraviye): Merikarpları hafifçe kıvrık ve sapsızdır. Kahverengi, tüysüz, 4-7 mm uzunlukta, 1-2 mm genişlikte ve 5 kostalıdır. Aromatik kokuludur (Resim 2.7.a).

Cumini fructus (Kimyon): Meyveler keraviyeye benzer ama daha düz ve kısa tüylüdürler.

Anethi fructus (Dereotu meyvesi): Drog 4 mm uzunlukta, 2-3 mm genişlikte, ovalimsi merikarplardan ibarettir. Aromatik kokuludur ve lezzetlidir

Foeniculi fructus (Rezene): Meyveler 6-11 mm boyunda, 1-2 mm çapında ve silindirik biçimdedir. Her merikarpta 5 kosta bulunur (Resim 2.7.b).

Anisi fructus (Anason): Meyveler 2 mm uzunluğundadır, her bir merikarpta 5 kosta bulunur. Özel anason kokuludur (Resim 2.7.c).

DENEY 2.3: Kışniş, keraviye, kimyon, anason ve rezene meyvelerini morfolojik ve organoleptik açıdan karşılaştırınız.

Sonuç:

Yorum:

Resim 2.7

Meyveler
a) Keraviye,
b) Rezene,
c) Anason.



TOHUMLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Myristicae semen (Küçük hindistan cevizi): 3-4 cm boyunda, 2 cm eninde, grimsi kahverengi, oval şekilli, üzerinde oluk ve şekiller bulunan, kuvvetli aromatik kokulu, keskin lezzetli ve hafif acıdır.

Amygdale amarae semen (Acı badem tohumu): Meyve oblong bir drupadır. Ekzokarp tüylü ve yeşil renkli, mezokarp biraz etli, endokarp sarı renkli ve serttir. Endokarpın içinde 1 veya bazen 2 tohum bulunur. Tohumlar tarçın rengine, oval şekilli ve 1-1,5 cm. uzunluğundadır ve buruşuk bir testa ile örtülüdür. Acı badem tohumları ezilince kuvvetli siyanhidrik asit ve benzaldehit kokusu duyulur.

Lini semen (Keten tohumu): Parlak kahverenginden kızılımsı kahveye değişen renkte, yassı ovoid şekilli, 4-6 mm uzunluğunda, 2-3 mm genişliğinde ve 0.75-1.5 mm kalınlığında, yağimsı ve müsilaçlı lezzetlidir (Resim 2.8).

Resim 2.8

Keten Tohumu.



KABUKLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Cinnamomi ceylanici cortex (Seylan tarçını): 0.2-1 mm kalınlıkta, 10-40 parça kabuk iç içe girip 6-10 mm çapında bir silindir teşkil eder. Dış yüzü sarımsı kahverengidir. Boyuna parlak, dalgalı hatlar gösterir (sklerankima lifleri). İç yüzü daha koyu ve boyuna çizgilidir. Hoş, ve özel kokulu; ılık, tatlı ve baharlı lezzetlidir (Resim 2.9).

Resim 2.9

Seylan Tarçını.
(Bisset, 1994)



Cinnamomi cassiae cortex (Çin tarçını): 1 - 2 cm eninde, 1 - 3 mm kalınlıkta, 40 cm boyunda, oluk veya boru şeklinde parçalar halindedir. Dış yüzü Seylan tarçınından koyudur ve üzerinde düzensiz soyulma yüzünden grimsi mantar parçacıkları görülür. Kokusu Seylan tarçını kadar hoş değildir ve tadı daha buruktur.

DENEY 2.4: Tarçın numunelerini organoleptik olarak karşılaştırınız.

Sonuç:

Yorum:

KÖK VE RİZOMLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Ratanhiae radix (Ratanya kökü): Kökler koyu kırmızı renginden ve kağıt üzerine çizilince kırmızı bir iz bırakmasından kolayca tanınır. Kökler silindirik, dışı kızıl kahverengi, içi sarımsı renkli ve içi tatsız, dışı buruk lezzetlidir.

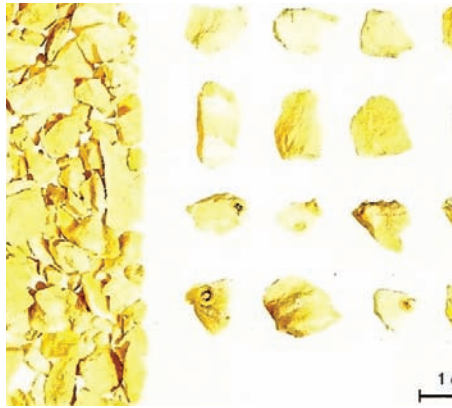
Calami rhizoma (Eğir kökü, Hazanbel): Kirli beyaz renkli, yarı silindirik rizom 20 cm'ye kadar uzunlukta, 2 cm kalınlıkta ve hafiftir. Üst yüzeyi uzunlamasına çizgilidir. Alt yüzeyinde kök izleri bulunur. İç kısmı aromatik kokulu, acı ve yakıcı lezzetlidir.

Iridis rhizoma (Süsen kökü): 5-10 cm boyunda, 2-4 cm eninde, düzensiz şekilli parçalar halindedir. Beyazımsı renkli ve serttir. Kök ve gövde artıklarına ait izler taşır. Kokusu menekşeyi andırır.

Resim 2.10*Süsen.*

Gentianae radix (Jansiyan kökü): Silindirik, 10-20 cm uzunlukta, 1-3 cm çapında parçalar halindedir. Dışı sarımsı esmer renklidir. Çok kuruyunca kolay kırılır ama havadan nem çekince kolay kırılmaz (sertleşir). Hoş, karakteristik kokulu; önce tatlı, sonra acı lezzetlidir.

Valerianae radix (Valeriyana kökü): Rizomlar 2-4 cm uzunlukta, 1-2.5 cm enindedir. Kökler ise 10 cm uzunlukta, 2 cm enindedir ve sarımsı renklidir. Taze drog kokusuz olduğu halde kururken kötü bir koku kazanır. Tadı acıdır.

Resim 2.11*Menekşe Kökü.*

DENEY 2.5: Süsen ve Jansiyan köklerini organoleptik olarak karşılaştırınız.**Sonuç:****Yorum:****Resim 2.12***Mazı.***Resim 2.13***Palamut.***DİĞER DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ**

Strobili lupuli (Şerbetçi otu): Drog 3-4 cm uzunlukta, kozalak biçiminde, sarımsı esmer renklidir.

Gallae (Mazı): 1-2 cm çapında, küremsi şekilli, üzeri pürüklü sert ve kısa saplıdır. Buruk lezzetli ve kokusuzdur. Kara mazı esmer renklidir. Üzerinde delik bulunmaz. Tanence daha zengindir, 1. kalite kabul edilir. Ak mazı soluk sarı renklidir. Üzerinde delik bulunur. Tanen bakımından daha fakirdir, 2. kalite kabul edilir.

Valonea (Palamut): Pelit ve kadeh olmak üzere iki kısımdan ibarettir. Pelit; silindirik şekilli, üst kısmı basık, beyaz renklidir. Kadeh, içinde pelitin oturduğu kapçıktır. Üzeri tırnak denen sayısız mızrak şeklinde uzun pullarla kaplıdır.

HÜCRESİZ DROGLARIN ORGANOLEPTİK ÖZELLİKLERİ

Catechu (Kateşu): Drog, siyahımsı kahverenkli sert bir kitle halindedir.

Terebinthina (Terementi): Özel kokulu, bal renkli, bekletilince iki kısma ayrılan, havayla katılaştıran bir maddedir.

Colophonium (Kolafan): Cam gibi saydam, açık sarımsı veya esmer renkli, kolay kırılan parçalar halindedir.

Pix liquida (Çam katranı): Koyu renkli, kıvamlı, özel kokuludur.

Pix juniperi (Ardıç katranı): Koyu kıvamlı, kızıl kahverengi veya siyahımsı, yağlı bir sıvıdır. Lezzeti aromatik, acı ve yakıcıdır.

Terebinthina canadensis (Kanada balsamı): Taze iken bal kıvamında, hoş kokulu acı ve yakıcı lezzetli, açık sarı bir sıvıdır.

Guaiaci resina (Gayak reçinesi): Esmer yeşil renkli bir reçinedir.

Myrrha (Mirra): Düzensiz şekilli, kırmızımtrak renkli; aromatik, acı ve yakıcı lezzetlidir.

Asa foetida (Şeytan tersi): Tane veya kitle halinde, sarımsı veya esmer kırmızı renkli, kuvvetli sarımsak kokulu; acı, yakıcı ve sarımsak benzeri lezzetlidir.

Resim 2.14

Şeytan Tersi.



DENEY 2.6: Terementi ve çam katranını karşılaştırınız.

Sonuç:

Yorum:

Özet

Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde organoleptik yöntemler; görünüş, renk, büyüklük, kırılma yüzeyi, yüzey özellikleri, koku ve tat özelliklerini kapsar. Bu özellikler beş duyu organıyla, cetvel veya nadiren büyüteç yardımıyla belirlenir. Değerlendirmeler yapılırken çok çeşitli kaynaklardan yararlanılabilir. En güvenilir kaynakların farmakopeler olduğu unutulmamalıdır. Organoleptik yöntemlerin uygulanması sonucunda bir bitkisel materyalin kalitesi hakkında çok hızlı fikir edinmek mümkün olabilmektedir. Şüpheli bulgular varsa daha ileri yöntemlere başvurmak gerekecektir.

Kendimizi Sıyalım

1. Aşağıdakilerden hangisi organoleptik özelliklerden biri **değildir**?

- a. Örtü tüylerinin sayısı
- b. Koku
- c. Tat
- d. Görünüş
- e. Büyüklük

2. Nane yapraklarını ezerek kokladığınız zaman, aşağıdaki kokulardan hangisini alırsınız?

- a. Karvakrol
- b. Öjenol
- c. Ökalyptol
- d. Mentol
- e. Karvon

3. Keten tohumunun lezzeti nasıldır?

- a. Buruk
- b. Acı
- c. Müsilajımsı
- d. Tatlı
- e. Ferahlatıcı

4. Taze iken bal kıvamında, hoş kokulu acı ve yakıcı lezzetli, açık sarı olan hüresiz drog aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Catechu
- b. Terebinthina canadensis
- c. Pix liquida
- d. Pix juniperi
- e. Myrrha

5. Sarımsak kokulu hüresiz drog aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Aloe
- b. Pix liquida
- c. Terebinthina canadensis
- d. Asa foetida
- e. Guaiaci resina

6. Silindirik, 10-20cm uzunlukta, 1-3 cm çapında parçalar halinde, hoş, karakteristik koklu olan kök aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Rotanhiçe radix
- b. Liquiritiae radix
- c. Gentianae radix
- d. Valerianae radix
- e. Iridis rhizoma

7. Lamiaceae familyası bitkilerden hangisi, lineer yaparak taşır?

- a. Nane
- b. Kekik
- c. Biberiye
- d. Adaçayı
- e. Oğul otu

8. Tarçın, bitkinin hangi kısmından elde edilir?

- a. Kabuğundan
- b. Çiçeğinden
- c. Meyvesinden
- d. Dalından
- e. Yaprğından

9. Fructus, bitkideki hangi kısmı tanımlar?

- a. Kökü
- b. Çiçeği
- c. Meyveyi
- d. Dalı
- e. Yaprğı

10. Kafur benzeri kokulu çiçek, aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Papatya
- b. Horasani
- c. Mürver
- d. Karanfil
- e. Safran

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. a Yanıtınız yanlış ise “ Organoleptik İncelemeler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. d Yanıtınız yanlış ise “ Organoleptik İncelemeler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. c Yanıtınız yanlış ise “ Tohumların Organoleptik Özellikleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. b Yanıtınız yanlış ise “ Organoleptik İncelemeler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. d Yanıtınız yanlış ise “ Hüresiz Droğların Organoleptik Özellikleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. c Yanıtınız yanlış ise “ Organoleptik İncelemeler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. c Yanıtınız yanlış ise “ Lamiaceae Familyası Droğlarında Yaprak Özellikleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
8. a Yanıtınız yanlış ise “ Kabukların Organoleptik Özellikleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. c Yanıtınız yanlış ise “ Meyvelerin Organoleptik Özellikleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. b Yanıtınız yanlış ise “ Çiçeklerde Organoleptik Özellikler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Yararlanılan Kaynaklar

- Baytop, A. (1981). **Bitkisel Droğların Anatomik Yapısı**, İstanbul Üniversitesi Yayınları No: 2828, Eczacılık Fakültesi Yayınları No: 32, İstanbul.
- Baytop, A. (1996). **Farmasötik Botanik**, İstanbul Üniversitesi Yayınları No: 3637, Eczacılık Fakültesi Yayınları No: 58, İstanbul.
- Baytop, A. (1993). **Farmasötik Botanik Uygulamaları**, İstanbul Üniversitesi Yayın No: 3778, İstanbul.
- Başer, K. H. C., Kırimer, N. (2009). **Farmakognozi I Uygulamaları El Kitabı**, Anadolu Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Eskişehir.
- Wallis, T. E. (1967). **Textbook of Pharmacognosy**, Fifth Ed., J. & A. Churchill Ltd. London.
- Bisset, N. G. (1994). **Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals**, CRC Press, Boca Raton.
- Davis, P.H. (1965-1985). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 1-9, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Davis, P.H., Mill, R.R., Kit Tan (1988). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 10, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Güner, A., Özhatay, N., Ekim, T., Başer, K.H.C. (2000). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 11, Edinburgh University Press, Edinburgh.

3

Amaçlarımız

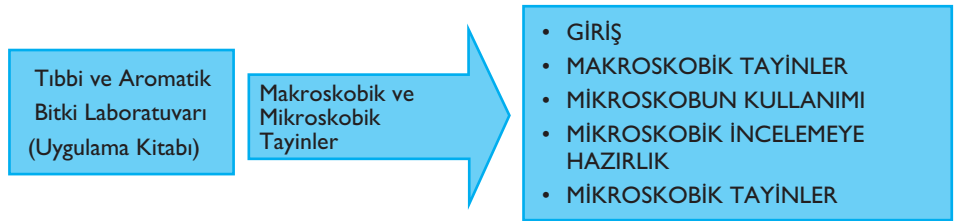
Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde makroskopik ve mikroskopik yöntemleri uygulayabilecek,
- Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde makroskopik ve mikroskopik yöntemlerin sonuçlarını değerlendirebileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Makroskopik Tayinler
- Mikroskop
- Mikroskopik Tayinler

İçerik Haritası



Makroskobik ve Mikroskobik Tayinler

GİRİŞ

Tıbbi ve aromatik bitkiler toplanmadan önce iyi tanınması gerekir. Birbirine morfolojik olarak çok benzer olan ancak bileşimleri bakımından farklı özellikler taşıyan pek çok tür vardır. Bu türler birbirlerine yakın bölgelerde yetişebilir. Bu durumda morfolojik özelliklerin çok iyi bilinmesi gerekir. Tüm bitki ile ilgili morfolojik tanımların yayımlandığı eserler, ülke ya da bölge floralardır. Floralarda türler, sistematik olarak sıralanmış ve tür, alt tür veya varyete düzeyinde tüm detayları verilerek bu ayrımların yapılmasında temel alınan özellikler ayrıntılı olarak yazılmıştır. Resim ve şekillerle zenginleştirilmiş bazı floralar da vardır.

Tıbbi ve aromatik bitki, parçalanmış veya toz edilmiş ise morfolojik özellikler tayin edilemez; bu durumda mikroskobik incelemeler yapılmalıdır. Mikroskobik incelemeler, tüm bitkisel materyallerde anatomik yapının belirlenmesi için kesitler alınarak kullanılmaktadır. Ancak tıbbi ve aromatik bitkilerin tanımlanmasında ve kalite kontrolünde toz edilmiş materyallerin incelenmesi önemlidir. Bu nedenle bu ünite de toz drogaların tanınmasında uygulanacak mikroskobik yöntemler açıklanacaktır.

MAKROSKOBİK TAYİNLER

Tıbbi ve aromatik bitki veya drog olarak kullanılan kısımlar parçalanmamış ise makroskobik incelemeler tanımlanmaları için yeterli olacaktır.

Bir bitkisel materyalin makroskobik incelenmesi ile ilgili temel bilgiler Bitki Morfolojisi kitabınızda verilmiştir.

Bitki morfolojisi ile ilgili temel bilgilerinize dayanarak makroskobik incelemede dikkat edilmesi gereken özellikler örnekler üzerinden açıklanacaktır. Makroskobik tanımlamalar; familya, cins, tür özellikleri sırasıyla yapılır. Organoleptik tayinlerle desteklenir.

Örnek 1

Tıbbi bir bitki olan *Calendula officinalis*'in doğadaki durumu, çiçeklerinin görünüşü, morfolojik görünümü ve pazarda yer alan kuru çiçekleri örnek olarak verilmiştir. Bu örnekle canlı bitkiden droğa giden süreç özetlenmiştir (Şekil 3.1, Resim 3.1 ve 3.2).

Calendula officinalis (Asteraceae) "Compositae" familyasına dahil bir bitkidir.

Familyanın genel özellikleri: Çoğu otsu, az bir kısmı çalı ve ağaçtır. Yapraklar alternan, karşılıklı veya hepsi tabandadır. Çiçekler kapitulum durumundadır. Ka-

pitulum tabanında braktelerden yapılmış bir involukrum vardır. Çiçekler erdişi veya tek eşeyli, aktinomorf veya zigomorftur. Kaliks bir papus şeklinde, bazen bir halka veya pul biçiminde, bazen eksik. Korolla 5 birleşik petalli, tüp veya dil şeklindedir. Stamen 5, filamentler serbest, anterler birleşiktir. Ovaryum alt durumlu, 2 karpelli, bir ovüllüdür. Meyve tepesinde bir papus, bir kaliks artığı veya tepede böyle bir organ olmayan akendir. 1000'e yakın cins ve 20.000'e yakın türü ile çiçekli bitkilerin en zengin familyasıdır. Ülkemizde 130'dan fazla cins ve 1155' ten fazla türü vardır.

Calendula officinalis yıllık veya çok yıllık, 20-60 cm boyunda aromatik bir bitkidir. Yapraklar alternan dizilişli geniş lanseolattır. Kapitulum 4-7 cm çapında, sarı-turuncu renkli, dilsî ve tüpsü çiçeklerden oluşur.

Yöresel isimleri: Aynısefa, altuncuk, portakal nergisi.

Ticari materyal: Bütün veya kısmen parçalanmış çiçek parçalarından ibarettir. Sarımsı turuncu parlak renkli, dilsî çiçekler 20-30 mm uzunluğunda ve 5-7 mm genişliğinde, tepede tridentat, tüpsü çiçekler çok küçük ve az sayıda, az sayıda meyve bulunur.

Tıbbi kullanımı: Yara iyi edicidir.

Gıda olarak kullanımı: Sarı ya da turuncu renkli taç yapraklarının yiyecekleri boyama özelliğinden dolayı çeşitli yemek, kek, tatlı ve ekmeklere safran tadı içermeyen safran rengi vermesi için; yaprakları ise salatalar ve güveçte pişen yemeklerin üzerine serpilerek kullanılır.

Resim 3.1

Calendula officinalis
(Asteraceae)'in
Doğadaki
Görünüşü.



Resim 3.2

Calendulae flos'un
Ticaretteki Şekli.



Şekil 3.1

Calendula officinalis'in
Morfolojik Yapısı.



DENEY 3.1: Aynısefa bitkisinin makroskopik özelliklerini inceleyiniz.

Sonuç:

Yorum:

Örnek 2

İkinci bir örnek olarak taşıdığı alkaloidlerden dolayı zehirli ve aktarlarda satışı yasaklanmış olan *Datura stramonium* seçilmiştir. Resim ve şekil olarak bitkinin ve yapraklarının görünüşleri verilmiştir.

Datura stramonium, Solanaceae familyasının bir üyesidir. Alkaloid taşıyan tıbbi ve zehirli bitkiler ile patates, patlıcan, domates, biber gibi sebzeler bakımından önemli bir familyadır. Solanaceae familyası üyeleri daha çok Orta ve Güney Amerika'da yetişen otsu bitkiler, çalılar, ağaçlar veya tırmanıcı bitkilerdir.

Yaprakları alternan, ancak gövdenin üst kısmında karşılıklı, basit veya nadiren parçalıdır. Çiçekler erdişi, aktinomorf veya zigomorftur. Kaliks gamosepal, 5 parçalı

ve kalıcıdır. Korolla gamopetal, 5 parçalıdır. Stamen 5, ovaryum üst durumlu, 2 karpelli, 2 veya 3-5 gözlü, çok ovüllüdür. Meyve, bakka veya kapsuladır. 85 kadar cins ve 2200 den fazla tür içerir. Ülkemizde 9 cins ve 25 kadar türü bulunmaktadır. Bunların yanında doğal bitkilerimiz olmadığı halde yerleşmiş ve yetiştirilen türler de vardır.

Resim 3.3

Datura stramonium çiçekli dal ve meyve.



Datura stramonium; tatula, boru çiçeği, şeytan elması isimleri ile tanınır. Ülkemizde yaygın yetişen tek yıllık bir bitkidir. Yapraklar büyük, ovat, kenarları seyrek loplu ve loplar sivridir. Kaliks uzun tüp şeklinde; korolla uzun, beyaz, hunimsi biçimde ve tepede 5 lopludur. Kaliks düşücü, ancak taban kısmı kalıcı, meyve tabanında geriye kıvrık bir halka şeklinde kalmıştır. Meyve dik, yumurtamsı, yüzeyi dikenli bir kapsula ve 4 yarıkla septisit olarak açılır. Tohumlar bol miktarda, yassı böbreksi şekilde ve siyahtır.

Keten tohumu, papatya, nane gibi drogların tanımlanmasında makroskobik özellikler tanımaya yeterli olabilir. Bu örneklerle ilgili açıklama ve şekiller Ünite 2'de organoleptik özellikler kısmında verilmiştir.

Şekil 3.2

- a) *Datura stramonium* (Solanaceae) Çiçekli Dal ve Meyve.
b) *Stramonii folium*.



MİKROSKOBUN KULLANIMI

Drogların anatomik yapısını incelemek için kullanılan alet mikroskoptur. Mikroskop başlıca iki kısımdan yapılmıştır: Mekanik kısım ve optik kısım.

Mekanik Kısım: Optik kısma destek görevi görür. Çeşitli mikroskop modellerinde şekli çok farklı olmakla beraber şu parçalardan oluşur.

Mikroskop ayağı: At nalı, yarım ay, tam daire veya tabla halindedir. Mikroskopun masa üzerine iyi oturmasını sağlar.

Mikroskop kolu: Mikroskop, bu kısımdan tutulur. Bu kola üst taraftan mikroskop kolu ve daha aşağı taraftan mikroskop tablası bağlıdır.

Mikroskop tüpü: Uzunluğu sabit veya istenen uzunluğa ayarlanabilen, üst ucunda oküler ve alt ucunda objektifleri taşıyan bir borudur. Kola bağlıdır ve dişli yardımıyla düşey yönde hareket ettirilir.

Birçok modelde tüpün üst tarafına meyilli bir tüp daha eklenmiştir. Bu şekilde oküler gözün karşısına getirilmiş ve daha rahat bir oturma sağlanmıştır. Bu ek tüp

monoküler (bir okülerli) veya binoküler (iki okülerli) olabilir. Mikroskoba resim çizme tertibatı ekleneceği veya mikrofotograf çekimi için fotoğraf makinesi bağlanacağı zaman meyilli kısım çıkarılır ve yerine dik bir ilave konur.

Bazı modellerde mikroskop tüpü hareketsizdir. Bu durumda düşey hareket tablaya yaptırılmakta, yani objektif tablaya değil tabla objektife yaklaştırılıp uzaklaştırılmaktadır.

Revolver: Tüpün alt ucuna bağlı olan ve istenen objektifin görüş eksenine kolaylıkla gelebilmesini sağlayan dönen bir dairedir. Üzerinde 3 veya 4 delik vardır. Objektifler bu deliklere vidalanır.

Makrometrik vida: Mikroskop tüpünü hızla hareket ettirir ve kaba bir ayarlamayı sağlar.

Mikrometrik vida: Mikroskop tüpünü yavaş hareket ettirir ve ayarlamayı keskinleştirmekte kullanılır. Bazı mikroskoplarda bu vidanın ekseni etrafında taksimat bulunur. Bu taksimatta bir tam devir, tüpün milimetrenin onda veya yüzde biri gibi küçük bir düşey hareketine karşılık gelmektedir. Bu nedenle mikrometrik vida-dan aynı zamanda incelenen objenin yüksekliğini ölçmek için de yararlanır.

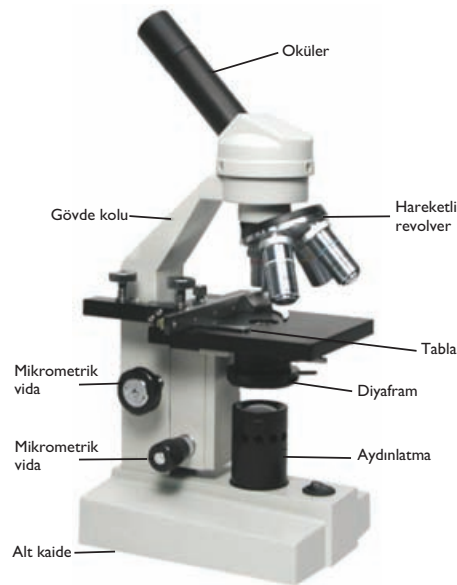
Mikrometrik vida bir ara içinde iş görür, bu aranın sonlarında vida işlemez ve tüpü hareket ettirmez. Bunun için mikrometrik vida, daima bu aranın ortalarında bulunmalıdır. Sona dayandığı anda makrometrik vida kullanılarak mikroskop tüpü 1mm kadar alçaltılır veya yükseltilir. Sonra mikrometrik vida, istenen yönde çevrilerek sınırlardan kurtarılır.

Bazı mikroskoplarda makrometrik ve mikrometrik hareket aynı vida ile sağlanır.

Mikroskop tablası: İncelenecek preparatın üzerine oturtulduğu ortası delik bir levhadır. Yuvarlak veya dört köşeli, sabit veya hareketli olabilir. Yuvarlak tablalar hareketlidir iki yanında bulunan birer vida ile her yönde yavaşça hareket eder. Preparat tabla üzerinde iki yay yardımıyla tespit edilir. Dört köşeli tablalar ekseriya hareketsizdir. Bunların üzerinde bir şaryo yerleştirilmekle preparat hem tespit edilir hem de iki vida yardımıyla ileri geri ve sağa sola oynatılabilir. Hatta bu oynatmanın miktarı şaryo üzerinde bulunan bölüntülerle ölçülebilir. Gene bu bölüntüler yardımıyla preparatın herhangi bir noktasını tekrar bulmak mümkündür.

Resim 3.4

Mikroskop.



Optik Kısım: Preparatta bulunan cismi uygun bir şekilde aydınlatan ve bu cisimden büyütülmüş bir görüntü veren kısımdır.

Aydınlatma aracı olarak bir mikroskop lambası kullanılır ve lambanın ışığı mikroskobun aynasına doğru yöneltir. Bazı mikroskoplarda ışık ayrı bir lambadan değil doğrudan doğruya mikroskobun alt kısmına görüş eksenine üzerine yerleştirilmiş bir lambadan alınır. Bu mikroskoplarda ayna yoktur. Mikroskop lambasının alçak voltajlı bir ampul taşıması tercih edilir. Dış ışık kullanılıyorsa ayna mikroskop lambasından gelen ışığı cismin üzerine yönlendirmeye yarar. Her yöne hareket edebilecek şekildeki aynanın biri düz, diğeri çukur olan iki yüzü vardır. Işık kaynağı yakın olduğu zaman aynanın çukur olan yüzü kullanılır.

Kondansatör: Tablanın altında bulunan yakınlaştırmacı, kuvvetli iki mercekten yapılmış bir sistemdir. Aynadan gelen ışığı cisim üzerinde toplamaya ve homojen bir şekilde aydınlatmaya yarar. Aşağı veya yukarıya doğru hareket edebilir. Bu hareket ile preparatın homojen bir şekilde aydınlatılması ayarlanır. Zayıf bir objektif ile çalışıldığı zaman aşağıda, kuvvetli bir objektifle çalışıldığı zaman yukarıda olmalıdır. Kondansatörler üzerinde numerik değerleri yazılıdır. Bu değer genellikle 1 ve 2'dir.

Diyafram: Kondansatörün altında bulunan, ortasındaki deliği istenen oranda genişletip daraltabilen bir perdeden ibarettir. Aynadan kondansatöre gelen ışık demetinin çapını ayarlar.

Cismi büyütülmüş bir şekilde gösteren kısımlar objektif ve okülerlerdir. Bunlar birer mercek sisteminden yapılmış olup mikroskobun en kıymetli parçalarıdır.

Objektif: Obje, yani cisme yakın olan ve bir veya birkaç mercekten yapılmış bir sistemdir. Odak uzaklığı kısadır ve odakta biraz aşağıda bulunan cisimden ters ve büyütülmüş bir görüntü verir. Objektifler, mikroskop tüpünün alt ucunda bulunan revolverin deliklerine vidalanarak ve kuvvetlerinin artış sırasına göre takılır. Revolveri çevirmekle zayıf objektiften kuvvetlisine sıra ile geçilir. Objektiflerin büyütme yeteneği üzerinde yazılıdır: 10:1 veya 25:1 veya 60:1 gibi. Zayıf objektifler kısa, kuvvetli objektifler daha uzundur.

Oküler: Mikroskop tüpünün göze yakın ucuna yerleştirilen ve iki mercekten yapılmış bir sistemdir. Mercekler, ortası delik bir diyafram yardımıyla bölünmüş kısa bir tüpün iki ucundadır. Oküler mikroskop tüpünün uç kısmına doğrudan doğruya geçirilir. Görevi, objektifin verdiği görüntüyü bir lup gibi büyütme, yani bu görüntüden büyütülmüş sanal bir görüntü vermektir. Büyütme yeteneği her oküler üzerinde yazılıdır: 5x, 10x veya 15x gibi. Zayıf oküler uzun, kuvvetli oküler daha kısadır.

Mikroskobun Kullanılışı

Mikroskop; kolundan tutularak kutusundan çıkarılır ve masa üzerine, masanın ön kenarına yakın ve kendiliğinden lambalı değilse aynası mikroskop lambasına bakmak üzere yerleştirilir. Yakın bir ışık kaynağı kullanılıyorsa aynanın çukur yüzü ışığa yöneltir. En zayıf objektif, optik eksen üzerine getirilir. Okülerden bakarak, görüş alanı en aydınlık olacak şekilde ayarlanır.

Preparat tabla üzerine yerleştirilir. Burada preparatta bulunan kesiti veya kesitin bir kısmını tablanın deliği ve ışık yolu üzerine getirmeye gayret edilmelidir. Bundan sonra makrometrik vida ile objektif preparata yakın bir seviyeye indirilir. Göz okülerde olmak üzere makrometrik vida geriye çevrilerek tüp yavaş yavaş yukarıya kaldırılır. Kesitin görüldüğü anda makrometrik vida bırakılır ve mikrometrik vida ile ayar kesinleştirilir.

Preparat daha büyük bir büyütme altında inceleneneye revolveri çevirmek suretiyle daha kuvvetli bir objektif, preparat üzerine getirilir. İyi ayarlı mikroskoplarda kesit gözden kaybolmaz ve gene mikrometrik vida ile netlik temin edilir.

Kesitin netliği sadece objektifin kesite en yakın mesafeye kadar yakınlaştırılmasına bağlı değildir. Aynı zamanda kesite gelen ışığın da uygun bir şekilde ayarlanması lazımdır. Bu ışık miktarı iyi ayarlanmamışsa görüntü bulanıktır. Bu taktirde mikroskop lambasının ve aynanın ayarını kontrol etmek, kondansatörün yerini iyi tayin etmek ve diyaframı ayarlamak gerekir. Bilhassa çok ince ve şeffaf kesitleri görmek için diyaframdan faydalanma unutulmamalıdır.

Mikroskopta çalışırken bir göz okülerde, bir el mikrometrik vidada, ikinci el de ya preparatı hareket ettirmekte veya resim çizmektedir. Monoökülerli bir mikroskopla çalışılıyorsa mikroskoba sol gözle bakılması ve sağ gözün resim çizmek için serbest bırakılması öğütlenir.

Mikroskopun Bakımı

Mikroskop başlıca tozdan, reaktiflerden ve asit buharından korunmalıdır. Mikroskobu tozdan korumak için mikroskop çalışmadığı zamanlarda kutusunda saklanmalıdır. Özellikle mikroskop tüpünün ve objektiflerin içine toz girmemesine dikkat edilir, bu nedenle tüpün üst ucunda daima bir oküler bulundurulur.

Mikroskopun temizliğinde çok yumuşak ve yıkanmış bir bez (yıkanmış tülben) kullanılmalıdır. Sert bir bez, mercekleri ve aynayı çizebilir.

Okülerin merceklerinin kirli olup olmadığı mikroskopla bakarken kolayca anlaşılır. Oküler olduğu yerde çevrilirken kirlilikte hareket ediyorsa bu tozlar okülerden ileri geliyor demektir. Bu durumda okülerin mercekleri dıştan temizlenir. Lekeler kaybolmadığı taktirde okülerin mercekleri sökölüp temizlenir.

Mikroskopun en kıymetli parçası olan objektiflere hiçbir zaman zarar gelmemesine çok dikkat edilmelidir. Preparata bakan mercek, preparata çarpmamalı ve reaktifle bulaştırılmamalıdır. Bu nedenle görüntünün netliği ayarlanırken, mikrometrik vida dikkatle kullanılmalı ve hiçbir zaman lamelin kenarından reaktif taşan veya lameli kırık veya çatlak olan bir preparat kullanılmamalıdır. Objektif reaktifle kirlenmiş olduğu zaman kesit bulanık görülür. Yapılacak iş, merceği su ile ıslatılmış yumuşak bir bezle silmek ve temiz, yumuşak bir bezle kurulamaktır. Objektif mercekleri hiçbir zaman yerlerinden sökülmemelidir.

Ayna, yumuşak ve yıkanmış bir bezle temizlenmelidir.

Mikroskop, hiçbir zaman reaktif bulaşmış parmaklarla tutulmamalıdır. Tablanın üstü, kirli bir preparattan dolayı reaktifle bulaşmışsa derhal ıslak bir bezle temizlendikten sonra kuru ve temiz bir bezle silinmelidir.

Mikroskop ve merceklerini asit buharından korumak için bu alet asit buharı çıkan laboratuvarlarda tutulmamalı ve preparat sıcakta hazırlandığı takdirde ancak soğuduktan sonra mikroskop tablasına yerleştirilmelidir.

Mikroskop temizliğinde hiçbir zaman alkol kullanılmamalıdır.

MİKROSKOBİK İNCELEMeye HAZIRLIK

Parçalanmış veya toz edilmiş materyaller, mikroskopik incelemeye tabi tutulur. mikroskopik incelemenin yeterli görülmediği hallerde diğer analitik metotların kullanımı gerekir. Mikroskopik incelemeler; damar adacıkları sayısı, palisat oranı gibi kantitatif mikroskopik yöntemlerle desteklenebilir. Bütün bu incelemeler yapılırken referans materyaller ile karşılaştırma yapmak karar vermeyi kolaylaştıracaktır.

Preparatın Hazırlanması

Temiz bir lam üzerine bir damla reaktif konur. Kesit alınmış ise kesit parçacıkları, toz droglarla çalışılıyor ise toplu iğne ucuyla bir miktar toz numune reaktifin üzerine ila-

ve edilir. Üzerine temiz bir lamel, hava kabarcığı oluşmamasına dikkat edilerek, kapatılır. Reaktifin tüm preparatı kaplaması gerekir. Bu aşamada reaktif fazla gelmiş, preparatın kenarlarından taşmış ise küçük bir filtre kağıdı yardımıyla alınır. Reaktif az gelmiş, preparatın bazı kısımları kuru kalmış ise kenardan reaktif ilave edilir. Kloralhidrat solüsyonu, sartur reaktifi gibi bazı reaktifler ancak sıcakta etkili olabilir. Preparatın küçük bir alev üzerinden üç dört kez geçirilmesi ile yavaş yavaş ısıtılması sağlanmalıdır. Bu işlem, preparattan hava kabarcıklarının uzaklaştırılmasına da yardımcı olacaktır. Preparatlar mikroskoba yerleştirilmeden önce iyice temizlenmelidir.

Kesit Alınması

Bütün ya da parçalanmış haldeki bitkisel ürünlerin herhangi bir yöndeki kesiti alınarak anatomik yapısı incelenebilir. İyi sonuç alabilmek için küçük ve ince kesitler alınmalıdır. Kesit alınması istenen yönde parçanın düzeltilmesi ve paralel birkaç kesit alınması gerekir. Kesit almak için en basit yol, keskin bir jilet kullanılmasıdır. Elle kavranamayacak küçüklükteki parçalar bir pens yardımıyla tutularak kesit alınabilir. Çok sert olan ürünlerde önceden yumuşatılma (kaynatma, sadece sıcak suda veya suda bekletme; su-etanol-gliserol karışımında bekletme) uygun olacaktır. Yaprak vb. organların kesitlerinin alınmasında mürver özünden; tohum, meyve gibi sert organlardan kesit alınmasında parafin bloklarından yardım alınabilir. İnce kesitler için gerekirse **mikrotom** kullanılabilir.

Mikrotom: Dokuyu mikroskopta incelemek için son derece ince dilimlere kesen bir alettir.

Reaktifler

Su: Nişastaların incelenmesinde kullanılır.

Kloralhidrat çözeltisi TS: Kristalize kloralhidratın su içindeki % 50'lik çözeltisidir. Preparat ısıtılarak incelenmelidir. Nişastaları, alöronları, plastidleri, yağları çözer. Hücre yapısının ve kalsiyum oksalat kristallerinin daha iyi görünmesini sağlar.

Laktokloral TS: Kloralhidrata benzer şekilde ancak soğukta kullanılan bir reaktif. Önceden vakum veya desikatörde örnekteki havanın uzaklaştırılması gerekir.

Laktofenol TS: Soğuk olarak veya ısıtılarak kullanılabilir. Mantar, polen, yağsız tozlar, mite ve nematod kalıntılarını incelerken kullanılır. Nişasta taneleri ve kalsiyum oksalat kristallerinin net olarak görülmesini sağlar.

Sodyum hipoklorit TS: Koyu renkli parçaları beyazlatmak için kullanılır. Beyazlatma tamamlanınca preparat su ile yıkanır ve gliserol, etanol ile preparat hazırlanır.

Sartur reaktifi: 1949 yılında Prof. Dr. Sarım Çelebioğlu ve Prof. Dr. Turhan Baytop tarafından birçok teşhisi tek bir reaktifle yapmaya yarayan bir karışım olarak hazırlanmıştır. Bileşiminde bulunan laktik asit kesitin berraklaşmasına, sudan III yağ, kütin ve süberini turuncu renge, anilin lignini sarı renge; iyot nişastayı mavi-mor renge boyar. Sartur reaktifi ile ısıtılarak hazırlanmış bir preparatta yağ damlaları, kütikula, kütinleşmiş ve süberinleşmiş cidarlar turuncu; esmer renkli mantar dokusu esmer kırmızı; odun boruları, sklerenkima, taş hücreleri, taş mantar sarı renge ve nişasta taneleri mavi-mor renge boyanmış olur.

Uçucu ve sabit yağların uzaklaştırılması: Ksilen veya petrol eteri gibi çözücüler ile preparatın birkaç kez yıkanması önerilmektedir.

Hücre Çeperi ve Hücre İçeriğinin Kimyasal Reaksiyonlarla Tanınması

Hücre çeperini oluşturan ve hücre içinde bulunan bileşiklerin tanınması için preparat üzerinde kimyasal reaksiyonlar uygulanabilir. Preparata bir taraftan yeni reaktif

ilave edilirken diğer taraftan bant şeklinde kesilmiş bir filtre kağıdı yardımıyla reaktifin fazlası alınır. Renk değişimleri gözlenir. Bu işlem mikroskop altında da yapılabilir.

Hücre çeperi: 1-2 damla iyotlu çinko klorür TS ve birkaç dakika sonra 1 damla iyot (0.1 mol/l) çözeltisi TS ilave edildikten sonra bu reaktifler filtre kağıdı yardımıyla çekilip 1 damla sülfürik asit (~1160 g/l) TS ilave edilirse selüloz çeper maviden mavi-menekşeye değişen renk alır. 1-2 damla cuoxam (bakır amonyum hidroksit) TS ilavesiyle çözünür. Ligninli çeperler floroglusinol TS ve 2 dakika sonra 1 damla hidroklorik asit (~420 g/l) TS ilavesi ile pembeden kiraz kırmızısına değişen bir renk alır. Suberinli veya kütikülalı çeperler, 1-2 damla sudan kırmızısı TS ilave edilip birkaç dakika beklenirse portakal kırmızısı veya kırmızı renk alır.

Alöron taneleri: İyot ve etanol TS çözeltisi ile sarımsı kahverenginden kahverengiye, üzerine trinitrofenol TS ilave edilince sarıya, 1 ml civa nitrat TS ilavesinde tuğla kırmızısına döner. Yağ taşıyan örneklerde yağın önceden uzaklaştırılması gerekir.

Kalsiyum karbonat: Kristaller şeklinde veya depo kalsiyum karbonat şeklinde bulunmaktadır. Asetik asit (~60 g/l) TS veya hidroklorik asit (~70 g/l) TS ilavesiyle yavaş yavaş ve gaz çıkışı ile çözünür.

Kalsiyum oksalat kristalleri: Asetik asitte (~60 g/l) TS çözünmezler, hidroklorik asitte (~70 g/l) TS gaz çıkarmadan çözünürler. Sülfürik asitte (~350 g/l) TS çözünür, 10 dakika sonra iğne şeklinde kalsiyum sülfat kristalleri oluşur. Polarize ışıktaki kırılma dır. Kloralhidrat TS ile net olarak incelenebilirler.

Yağlar, uçucu olmayan bitkisel ve hayvansal yağlar ve reçineler: 1-2 damla sudan kırmızısı TS ile gerekirse ısıtılarak incelenir. Turuncudan kırmızıya değişen renkler alırlar. Preparat etanol (~75 g/l) ile muamele edilip tekrar ısıtılsa uçucu yağlar ve reçineler çözünür.

Hidroksiantrakinonlar: 1 damla KOH (~55 g/l) TS 1,8-dihidroksi antrakinonları kırmızıya boyar.

İnülün: 1 damla 1-naftol TS ve sülfürik asit (~1760 g/l) TS ile kahverengimsi kırmızıya döner ve çözünür.

Müsilaj: 1 damla çini mürekkebi TS, kuru materyal üzerine eklenir. Siyah zeminde geçirgen parçacıklar halinde müsilaj gözlenir. Kuru örnek üzerine 1 damla titionin TS ilave edilir, 15 dakika beklenir, etanol (~ 188 g/l) ile yıkanır, müsilaj menekşe-kırmızı renk alır. Bu işlem sonucu selüloz ve ligninli çeperler mavi ve mavimsi menekşe renk alırlar.

Nişasta: Az miktar iyot (0.02 mol/l) TS ile mavi, kırmızımsı mavi renk alırlar. Az miktar gliserol/etanol TS ilavesiyle mikroskop altında polarize ışıktaki kırılma hilumda Malta haçı şeklinde olur.

Tanen: 1 damla demir III klorür (50 g/l) TS ile mavi siyah yeşilimsi siyah renk verirler.

Bitki Morfolojisi ve Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri kitaplarınızdan yararlanarak mikroskobik incelemede karşılaşılabilecek doku ve elementleri hatırlayınız.

MİKROSKOBİK TAYİNLER

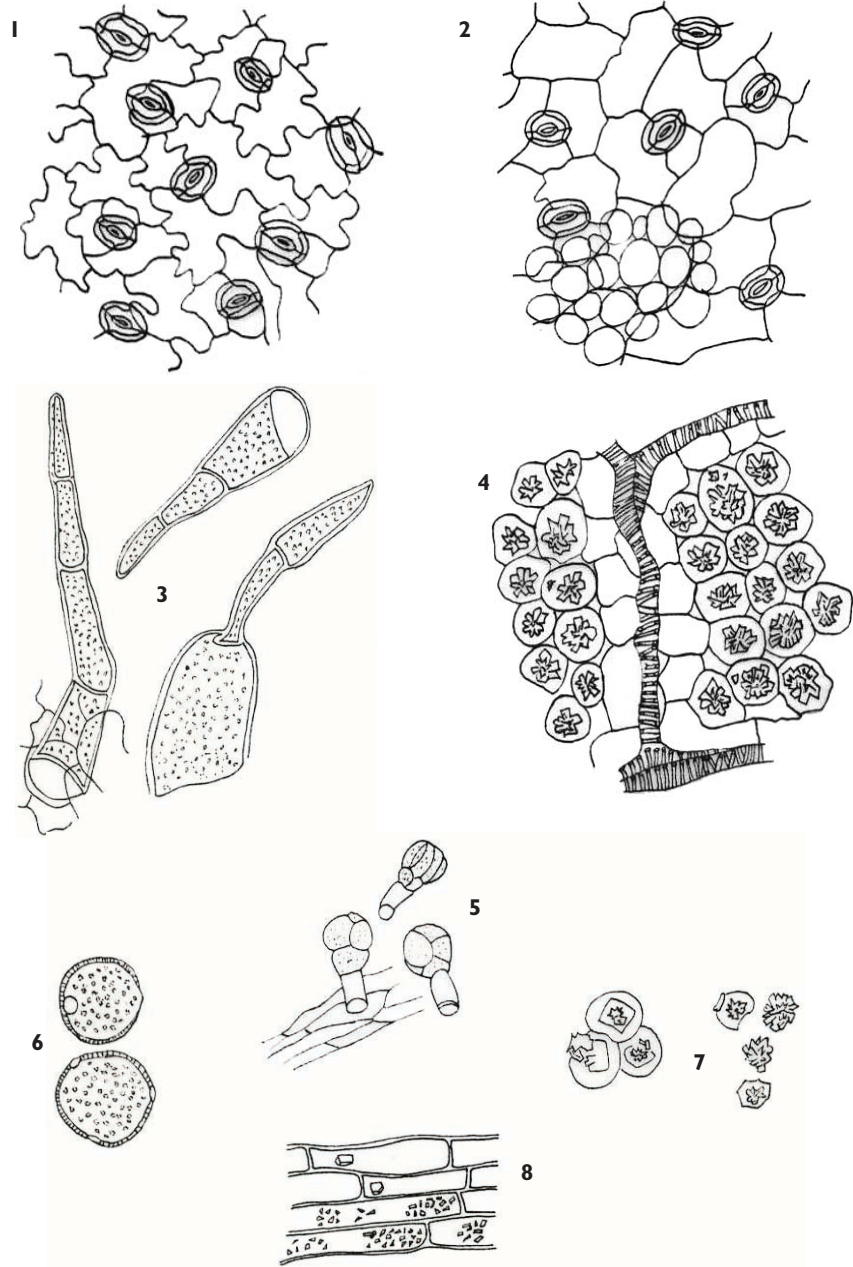
Parçalanmış veya toz edilmiş bitkisel materyalin tanımlanması ve saflık kontrolü için mikroskobik tayin hızlı ve ekonomik bir yöntemdir. mikroskobik tayinler için hazırlanmış olan anahtarlar kaynaklarda yer almakta, tayini sistematik olarak hızlı sonuçlandırmaya yardımcı olmaktadır.

Burada size mikroskobik incelemede göreceğiniz doku ve elementlere örnek olmak üzere iki materyal seçilmiştir.

Örnek I Stramonii folium

Şekil 3.3

Stramonii folium.



Datura stramonium L. (Solanaceae)

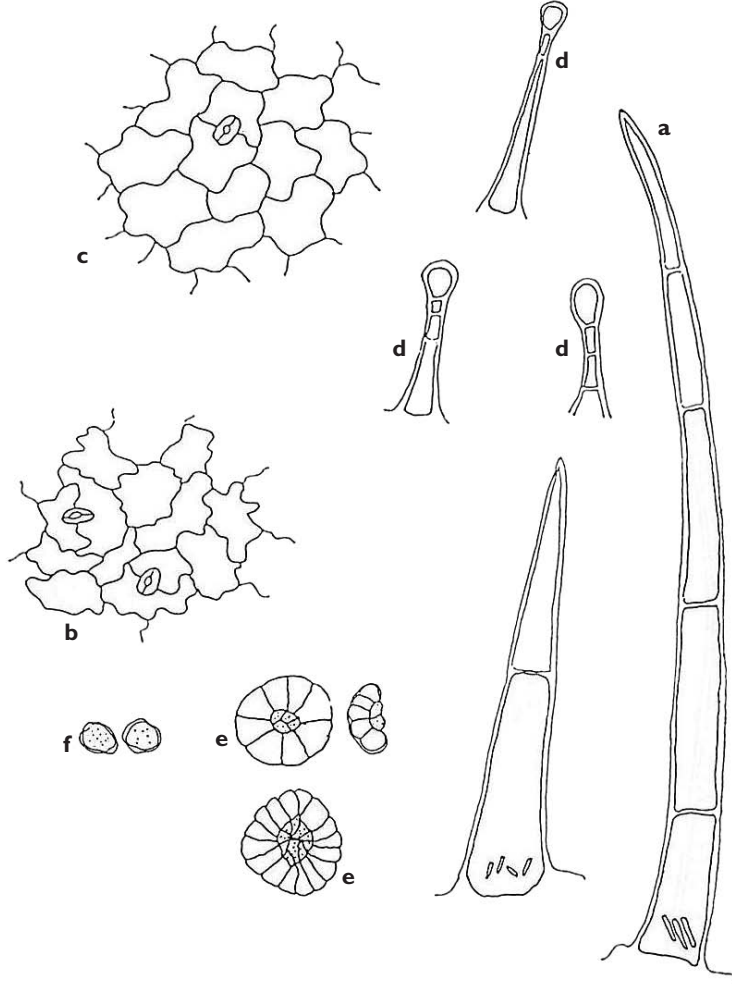
Yüzeyden görünüşlü yaprak epiderma hücrelerine bol miktarda rastlanır.

1. Anizositik stoma ile alt epiderma
2. Anizositik stoma ile üst epiderma ve palisad hücreleri
3. Örtü tüyleri
4. Yüzeyden görünüşte kristal tabakası (İletim demetleri kenarındaki hücrelerde kristal yoktur.)
5. Salgı tüyleri
6. Polenler
7. Kalsiyum oksalat kristalleri, mikrosfenoid kristaller ve prizmatik kristaller. (Bazı parenki-ma hücrelerinde görülebilir.)

Örnek 2 Origanum oniti herba

Şekil 3.4

Origanum oniti herba.



Origanum onites L. (Lamiaceae)

- a. Örtü tüyü
- b. Üst epiderma
- c. Alt epiderma
- d. Salgı tüyleri
- e. Labiatae tipi salgı tüyü
- f. Polen

DENEY 3.2: Nane ve ay yapraklarını mikroskopik olarak inceleyiniz.

Sonuç:

Yorum:

DENEY 3.3: Keten tohumunu mikroskopik olarak inceleyiniz.

Sonuç:

Yorum:

Özet

Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde makroskopik yöntemleri uygulayabilmek için bitki morfolojisi ile ilgili bilgilere sahip olmak gereklidir. Bütün bitkiyi temsil eden örnekleri incelerken familya, cins ve tür/varyete özellikleri sistematik olarak ele alınarak isimlendirilmiş bir bitki örneğinin isimlendirilmesi mümkün olabileceği gibi tanımlanmış bir bitkinin kalitesi hakkında bilgi edinmek de mümkündür. Makroskopik bulguların yetersiz olduğu veya makroskopik bulguların belirlenmesi olanağı olmayan parçalanmış materyallerde mikroskopik yöntemler kullanılmalıdır. Mikroskopik yöntemleri uygulayabilmek için, mikroskopun tanınması, kullanılma kuralları, bitkisel dokuları inceleme ortamlarının bilinmesi ve hazırlanması gereklidir.

Tıbbi ve aromatik bitkilerin analizinde makroskopik veya mikroskopik yöntemleri uyguladıktan sonra materyalin doğru tanımlanıp tanımlanmadığı ve saf olup olmadığı konusunda sonuçlar değerlendirilebilir.

Kendimizi Sınayalım

1. Bitkisel materyali makroskobik olarak tanımlarken izlenecek yol aşağıdaki seçeneklerin hangisinde doğru verilmiştir?

- Familya özelliklerinin belirlenmesi-Cinsin ayrıncı özelliklerinin tayin edilmesi-Tür temelinde tanımlanma
- Tür temelinde tanımlanma-Cinsin ayrıncı özelliklerinin tayin edilmesi- Familya özelliklerinin belirlenmesi
- Familya özelliklerinin belirlenmesi- Tür temelinde tanımlanma-Cinsin ayrıncı özelliklerinin tayin edilmesi
- Cinsin ayrıncı özelliklerinin tayin edilmesi- Familya özelliklerinin belirlenmesi- Tür temelinde tanımlanma
- Tür temelinde tanımlanma- Familya özelliklerinin belirlenmesi- Cinsin ayrıncı özelliklerinin tayin edilmesi

2. Aşağıdakilerden hangisi bitkinin türü tanımlanırken başvuru organoleptik tayinlerden biri **değildir**?

- Koku
- Renk
- Tat
- Tekstür
- İçerik

3. Aşağıdakilerden hangisi mikroskobik incelemede kullanılan reaktiflerden biri **değildir**?

- Kloralhidrat çözeltisi
- Sartur reaktifi
- Biüret reaktifi
- Su
- Laktofenol reaktifi

4. Mikroskobik incelemede kullanılan reaktiflerle ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi doğrudur?

- Sartur reaktifi ile yağlar sarıya boyanır.
- Bitkisel materyalin koyu renkli parçaları laktofenol reaktifi ile beyazlatılır.
- Kloralhidrat ile nişasta mora boyanır.
- Su, nişastaların incelenmesinde kullanılır.
- Kalsiyum oksalat kristalleri, en iyi sodyum hipoklorit reaktifi ile incelenir.

5. Mikroskopla ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- Makrometrik vida ile bulunan görüntü, mikrometrik vida ile netleştirilir.
- Mikroskop tüpü; aynadan gelen ışığı, cisim üzerinde toplamaya ve homojen bir şekilde aydınlatmaya yarar.
- Mikroskop, çok yumuşak ve temiz bir bezle silinmelidir.
- Diyafram, aynadan kondansatöre gelen ışık demetinin çapını ayarlar.
- Objektif ve oküler birer mercekle sistemden yapılmış olup mikroskobun en kıymetli parçalarıdır.

6. *Calendula officinalis* bitkisiyle ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- Aynısefa, altuncuk, portakal nergisi gibi yöresel isimleri vardır.
- Balgam söktürücü ve göğüs yumuşatıcı olarak kullanılır.
- Yaprakları, salatalar ve güveçte pişen yemeklerin üzerine serpilerek kullanılır.
- Ülkemizde 130'dan fazla cinsi ve 1155'ten fazla türü vardır.
- Meyve tipi; tepesinde bir papus, bir kaliks artığı veya tepede böyle bir organ olmayan akendir.

7. Hücre çeperi ve hücre içeriğinin kimyasal reaksiyonlarla tanınmasıyla ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- Kalsiyum oksalat kristalleri, asetik asitte çözünmezken hidroklorik asitte çözünür.
- 1,8-dihidroksi antrakinonlar, KOH reaktifi ile kırmızıya boyanır.
- Yağlar, sudan kırmızısı ile turuncuya boyanır.
- Müsilajın varlığı, çini mürekkebi ile tespit edilir.
- Tanenler, Demir II klorürle sarı-siyah renk alır.

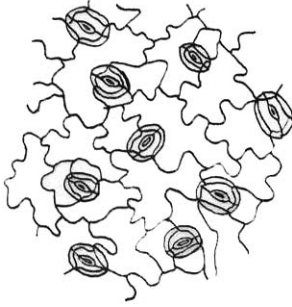
8. Mikroskop tüpünün göze yakın ucuna yerleştirilen ve iki mercekten yapılmış sisteme ne ad verilir?

- Diyafram
- Kondansatör
- Mikrometrik vida
- Oküler
- Revolver

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

9. Preparatta bulunan cismi uygun bir şekilde aydınlatan ve bu cisimden büyütülmüş bir görüntü veren mikroskop kısmına ne ad verilir?

- a. Oküler
- b. Mikrometik vida
- c. Optik kısım
- d. Makrometik vida
- e. Mikroskop tüpü



10. Yukarıdaki şekilde verilen stoma tipine ne ad verilir?

- a. Anizositik stoma
- b. Diasitik stoma
- c. Parasitik stoma
- d. Aktinositik stoma
- e. Anomositik stoma

1. a Yanıtınız yanlış ise “Makroskopik Tayinler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. e Yanıtınız yanlış ise “Makroskopik Tayinler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. c Yanıtınız yanlış ise “Reaktifler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. d Yanıtınız yanlış ise “Reaktifler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. b Yanıtınız yanlış ise “Mikroskopun Kullanımı” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. b Yanıtınız yanlış ise “Makroskopik Tayinler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. e Yanıtınız yanlış ise “Hücre Çeperi ve Hücre İçeriğinin Kimyasal Reaksiyonlarla Tanınması” ile ilgili bölümleri tekrar gözden geçiriniz.
8. d Yanıtınız yanlış ise “Mikroskopik İncelemeye Hazırlık” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. c Yanıtınız yanlış ise “Mikroskopun Kullanımı” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. a Yanıtınız yanlış ise “Mikroskopik Tayinler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Anon, (1998). **Quality Control Methods for Medicinal Plant Materials**, World Health Organization, Geneva
- Başer, K. H. C., Kırimer, N. (2009). **Farmakognozi I Uygulamaları El Kitabı**, Anadolu Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Eskişehir.
- Baytop, A. (1981). **Bitkisel Droğların Anatomik Yapısı**, İstanbul Üniversitesi Yayınları No: 2828, Eczacılık Fakültesi Yayınları No: 32, İstanbul
- Baytop, A. (1993). **Farmasötik Botanik Uygulamaları**, İstanbul Üniversitesi Yayın No: 3778, İstanbul.
- Baytop, A. (1996). **Farmasötik Botanik**, İstanbul Üniversitesi Yayınları No: 3637, Eczacılık Fakültesi Yayınları No: 58, İstanbul
- Bisset, N. G. (1994). **Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals**, CRC Press, Boca Raton.
- Davis, P.H. (1965-1985). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 1-9, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Davis, P.H., Mill, R.R., Kit Tan (1988). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 10, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Frohne, D., Pfander, H.J.(1983). **A Colour Atlas of Poisonous Plants**, Translated second ed. N.G. Bisset, A Wolfe Science Book.
- Güner, A., Özhatay, N., Ekim, T., Başer, K.H.C. (2000). **Flora of Turkey and East Aegean Islands**, Vol. 11, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Morelli, I., Bonari, E., Pagni, A.M., Tomei, P.E., Menichini, F. Amadei, L. (1983). **Selected Medicinal Plants**, Fao Plant Production and Protection Paper, 53/1.
- Oflaz, S. (2001), **Yüksek Lisans Tezi**, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Farmakognozi ABD, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir
- Wallis, T. E. (1967). **Textbook of Pharmacognosy**, Fifth Ed., J. & A. Churchill Ltd. London.

4

Amaçlarımız

Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Çözücü ekstraksiyonunu tanımlayabilecek,
- Uçucu yağların distilasyon, miktar ve tayininin önemini açıklayabilecek,
- Sabit yağların ekstraksiyon, miktar ve tayininin önemini açıklayabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Çözücü Ekstraksiyonu
- Bitkisel Materyal
- Distilasyon
- Miktar Tayini

İçerik Haritası

Tıbbi ve Aromatik
Bitki Laboratuvarı
(Uygulama Kitabı)

Ekstraksiyon ve
Distilasyon
Yöntemleri

- GİRİŞ
- EKSTRAKSİYON İÇİN ÇÖZÜCÜ SEÇİMİ
- UÇUCU YAĞ DISTİLYASYONU VE VOLUMETRİK UÇUCU YAĞ MİKTAR TAYİNİ
- SABİT YAĞ EKSTRAKSİYONU VE MİKTAR TAYİNİ

Ekstraksiyon ve Distilasyon Yöntemleri

GİRİŞ

Bitkilerin yaprak, çiçek, kök, gövde, meyve, tohum gibi organlarında bulunan maddelerden glikozitler, alkaloidler, tanenler, karbonhidratlar, sabit yağlar ve uçucu yağlar vb. maddeler bitkinin belirli bir kısmından veya tümünden ekstraksiyon veya distilasyonla elde edilebilir. Bitki materyallerinin içindeki bu farklı madde gruplarının uygun çözücülerle, yüksek verim ile elde edilmeleri önem taşımaktadır. Bu ünite kapsamında bitkisel bir materyalin içerdiği başlıca primer ve sekonder metabolitlerin ekstraksiyonunun ve distilasyonunun nasıl yapıldığı ve sonuçlarının nasıl değerlendirildiği üzerinde uygulamalar gerçekleştirilecektir.

Bitkilerde Bulunan Primer ve Sekonder Metabolitler ile İlgili Genel Bilgi:

Karbonhidrat: Bitkilerde fotosentez olayı sonucu CO_2 ve suyun birleşmesiyle ve klorofilin katalitik etkisiyle meydana gelen ilk kimyasal maddeler karbonhidratlardır. Karbonhidratlar C, H ve O taşırlar.

Glikozit: Karbonhidratların redüktör grubu ile karbohidrat olmayan bir maddenin birleşmesinden, bir molekül su çıkışı ile meydana gelen bileşiklerdir. Asit veya enzim etkisi ile bir molekül su alarak hidrolize uğrar, şeker (glikon) ve aglikona (genin=genol) ayrılırlar. Meydana geliş şekillerine göre ve aglikonun yapısına göre sınıflandırılarak incelenirler.

Alkaloid: Heterosiklik halkada bir veya birkaç azot atomu taşıyan, bazik karakterli, fizyolojik etkili bitkisel maddelerdir. Alkaloidlere bitkiler aleminde özellikle dikotiledonlarda yaygın olarak rastlanır. *Papaver somniferum*'da morfin, kodein, papaverin, tebain, *Aconitum napellus*'da akonitin, *Cinchonae succirubra*'da kinin, *Atropa belladonna*'da atropin, *Colchicum autumnale*'de kolşisin alkaloidlere örnektir.

Sabit Yağ: Trigliseritler, serbest yağ asitleri ve sabunlaşmayan kısımlardan meydana gelmiş sıvı veya katı maddelerdir. Trigliseritler, gliserolün üç hidroksil grubunun aynı veya farklı yağ asitleriyle esterleşmesiyle oluşurlar. Yağlar, bitkilerin her organında bulunmakla birlikte meyve ve tohumlarda daha yaygındırlar. Olivae oleum (zeytinyağı) *Olea europea* meyvelerinde, Ricini oleum (Hint yağı) *Ricinus communis* tohumlarında, Amygdali oleum (badem yağı) *Prunus amygdalus* var. *amara* ve var. *dulcis* tohumlarının kotiledonlarında, Lini oleum (keten tohumu yağı) *Linum usitatissimum* kotiledon ve endospermasında bulunan yağlara örnektir.

Ekstraksiyon, bitkisel materyalden çeşitli yöntemlerle etkin maddelerin çekip çıkarılmasıdır.

Tanen: Bitkilerden elde edilen C, H, O taşıyan; polifenolik yapıda; su, etanol, aseton gibi polar çözücülerde çözünen, eter, kloroform gibi az polar çözücülerde çözünmeyen, buruk lezzetli, genellikle amorf bileşiklerdir. *Thea folium* (çay), *Valonea* (palamut), *Gallae* (mazi), *Hamamelidis folium* (hamamelis yaprağı) vb. tanen taşıyan droglara örnektir.

EKSTRAKSİYON İÇİN ÇÖZÜCÜ SEÇİMİ

Çözücülerle yapılan **ekstraksiyon** yöntemlerinin kullanımında ilk olarak hangi çözücünün kullanılması gerektiği belirlenmelidir. Hangi tip etkin maddeyi hangi çözücünün daha iyi ekstre ettiği belirlenerek, sıcaklığın ekstraksiyonu ne yönde etkilediği hakkında fikre sahip olunmalıdır.

Deneyde Gözlenmesi İstenen Etkin Maddeler:

Karbonhidrat, glikozit, alkaloid, sabit yağ, tanen.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Toz edilmiş bitkisel materyal karışımı
- 11 adet deney tüpü
- Porttüp
- Pipet
- Tahta maşa
- Pamuk
- Huni
- Filtre kağıdı
- Su
- % 1'lik H_2SO_4 (Sülfürik asit)
- Petrol eteri
- Kloroform
- % 70'lik etanol
- Dragendorf reaktifi
- Sudan III reaktifi
- Ferri klorür çözeltisi
- Anilin fosfat çözeltisi
- Kedde reaktifi

Deneyin Yapılışı

1. 2 g toz edilmiş bitkisel materyal karışımı tartılır.
2. Tartılan numune, 10 eşit kısma bölünür ve 5'i soğukta, 5'i sıcakta ekstraksiyon için ayrılır.

A) Soğukta Tüketme: (5 çözücü için ayrı ayrı tekrarlanır.)

1. 200 mg (1 kısım) numune, bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine 2 ml çözücü eklenir ve 2 dakika çalkalanır.
3. Boyun kısmına çok az miktar pamuk konmuş bir huniden başka bir tüpe süzülür.
4. Hazırlanan 5 ayrı filtre kağıdına süzüntüden 3'er damla kılcal boru ile uygulanır.

B) Sıcakta Tüketme: (5 çözücü için ayrı ayrı tekrarlanır.)

1. 200 mg (1 kısım) numune, bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine 2 ml çözücü eklenir ve 2 dakika su banyosunda ısıtılır.
3. Boyun kısmına çok az miktar pamuk konmuş bir huniden başka bir tüpe süzülür.
4. Hazırlanan 5 ayrı filtre kağıdına süzüntüden 3'er damla kılcal boru ile uygulanır.

C) Reaktif Uygulama:

10 ayrı ekstreden tek bir noktaya üst üste 3'er damla uygulanmış 5 filtre kağıdının her birine aşağıdaki renk reaktiflerinden biri püskürtülür ve meydana gelen renkler not edilir. Meydana gelen rengin şiddeti, ekstre edilen maddenin miktarı ile doğru orantılıdır.

Renk Reaktifleri:

1. *Dragendorff Reaktifi* : Alkaloidlerle portakal kırmızısı renk verir.
2. *Sudan III Reaktifi* : Yağlarla kırmızı renk verir.
3. *Ferri Klorür Çözeltisi* : Bitkisel fenollerle (tanenler) mavi-siyah renk verir.
4. *Anilin Fosfat Çözeltisi* : İndirgen şekerlerle 105°C'de 15 dakika tutulursa esmer lekeler verir.
5. *Kedde Reaktifi* : Kardiyotonik glikozitlerle mor renk verir.

Ekstrelerin Filtre Kağıdına Uygulanışı

Her bir etken madde ve reaktifi için ayrı olmak üzere 5 adet filtre kağıdı aşağıdaki örneğe göre hazırlanır.

Filtre kağıdı üzerindeki yazım ve çizimler kurşun kalemle yapılmalıdır!



DİKKAT

Etken Madde Adı	
Sıcak	Soğuk
.	.
.	.
.	.
.	.
.	.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 4.1'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin hangi maddeleri içerdiğini, ekstraksiyon için hangi çözücünün hangi şartlarda uygun olduğunu "yorum" kısmında tartışınız.

	Alkaloid	Yağ	Tanen	Karbonhidrat	Glikozit
Su (soğukta)					
Su (sıcakta)					
%1'lik H ₂ SO ₄ (soğukta)					
%1'lik H ₂ SO ₄ (sıcakta)					
Petrol eteri (soğukta)					
Petrol eteri (sıcakta)					
Kloroform (soğukta)					
Kloroform (sıcakta)					
% 70'lik etanol (soğukta)					
% 70'lik etanol (sıcakta)					
Çözücünün uygunluğu için en iyi (+++), iyi (++), orta (+), zayıf (0) işaretlemelerini kullanınız.					
Yorum:					

Tablo 4.1

*Ekstraksiyon için
Çözücü Seçimi
Deneysel Verileri.*

UÇUCU YAĞ DISTİLYASYONU VE VOLUMETRİK UÇUCU YAĞ MİKTAR TAYİNİ

Origan herba (kekik) Türkiye’de kekik adıyla kullanılan ve satılan bitkilerden *Origanum* türlerinden elde edilir. Türkiye florasında *Origanum* cinsine ait (Lamiaceae) 24 tür, 32 takson bulunmaktadır. Türkiye’de benzer kokularından ötürü “kekik” adıyla bilinen diğer cinsler; *Thymus* (57 takson), *Satureja* (14 takson), *Thymbra* (4 takson) ve *Coridothymus* (1 tür)’tur. Bu cinslerin ortak özellikleri **uçucu yağları**nın ana bileşenlerinin genellikle karvakrol veya timol ya da her ikisi olmasıdır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Origan herba
- Clevenger tipi uçucu yağ distilasyon cihazı
- 2 litrelik balon
- Kaynama taşı
- Distile su

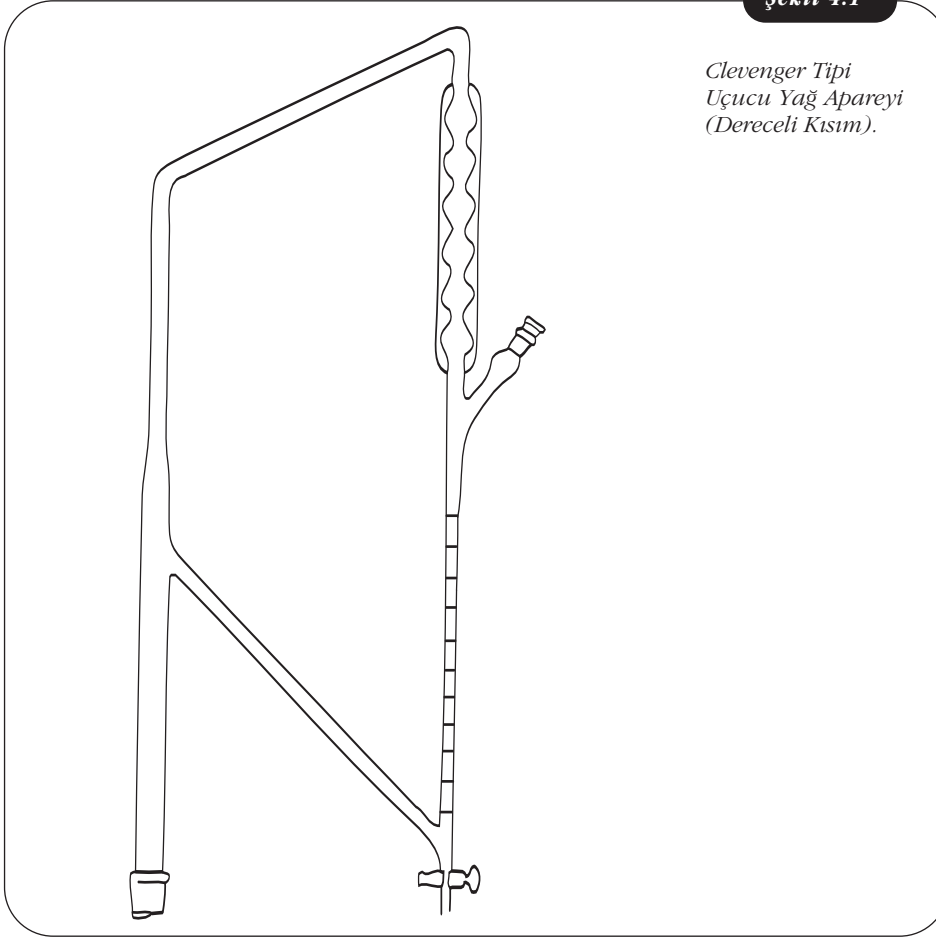
Uçucu yağlar; bitkilerden distilasyon ile elde edilen özel kokulu, genellikle oda sıcaklığında sıvı halde olan uçucu maddeler karışımıdır.

Deneyin Yapılışı

1. Küçük parçalar halinde doğranmış 100 gram kadar drog, bir balona konur.
2. Üzerine 1000 ml distile su eklenir.
3. Balon, özel bir ısıtıcı ile 120°C’yi aşmayan hararete ısıtılır.
4. Su ve uçucu yağ buharları soğutucuda yoğunlaşır. Dereceli boruda yağ ve su birbirinden ayrılır.
5. İşlem süresince suyun fazlası, eğik borudan balona geri döner.
6. Yağ, sabit bir hacme gelince (yaklaşık 3 saat sonra) distilasyona son verilir.
7. Dereceli kısımda uçucu yağın miktarı ml cinsinden okunur.
8. Hacim/ağırlık (h/a) cinsinden miktarı bulunan uçucu yağın yoğunluğu ölçülür.
9. Hacmi yoğunluğu ile çarpılarak ağırlığı bulunur ve ağırlık/ağırlık olarak % miktarı hesaplanır.
10. Uçucu yağ verimi, her iki şekilde de ifade edilebilir. Uçucu yağ miktarı belirtilirken volumetrik su miktarı tayini yapılarak uçucu yağ verimi kuru drog (kuru baz) üzerinden ifade edilmelidir.

Şekil 4.1

*Clevenger Tipi
Uçucu Yağ Aparenti
(Dereceli Kısım).*



Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 4.2'ye kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin uçucu yağ içerip içermediğini ve yağ verimini “yorum” kısmında tartışınız.

Miktar Tayini Hesaplamaları	Sonuç
Yorum:	

Tablo 4.2
*Uçucu Yağ
Distilasyonu ve
Miktar Tayini
Deneyel Verileri.*

Sabit yağlar; trigliseritler, serbest yağ asitleri ve sabunlaşmayan kısımlardan meydana gelmiş sıvı veya katı maddelerdir.

SABİT YAĞ EKSTRAKSİYONU VE MİKTAR TAYİNİ

Susam, *Sesamum indicum* L. (Pedaliaceae) türünün olgun tohumlarıdır. Vatanı Hindistan olmakla beraber çok eski çağlardan beri Çin, Japonya, Türkiye, Mısır, Rusya ve Avrupa'da yetiştirilmektedir. % 45-50 kadar **sabit yağ** taşır. Susam yağı bileşiminde; oleik, stearik, palmitik, miristik ve linoleik asitlerin gliseritlerini taşır. Bileşiminde ayrıca sesamol, sesamin ve sesamolin isimli bileşikler de bulunur. Önemli bir gıda maddesidir. Parfümeri tekniğinde yağların elde edilmesinde tüketici, tedavide ise kas içine enjekte edilen preparatlar için sıvı yağ maddesi olarak kullanılır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

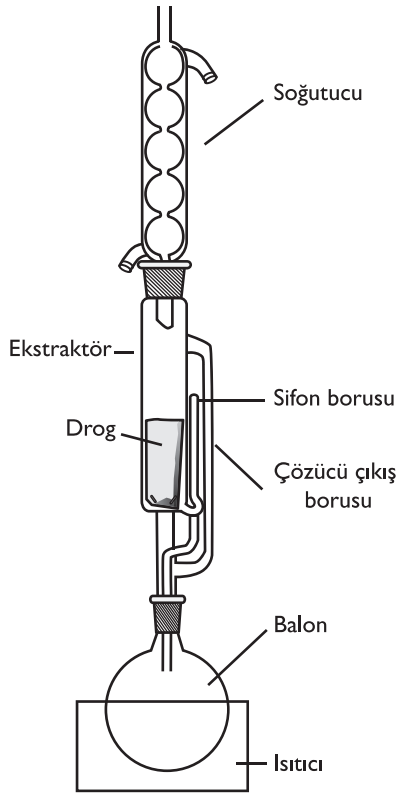
- Sesami semen (susam)
- Soxhlet cihazı
- Rotavapor
- Desikatör
- 250 ml'lik balon
- Kaynama taşı
- Hekzan veya petrol eteri
- Susuz sodyum sülfat
- Filtre kağıdı
- Pamuk
- Havan

Deneyin Yapılışı

1. 10 g drog, tam olarak tartılır (A).
2. Drog bir havanda 10 g susuz sodyum sülfat ile toz edilir.
3. Filtre kağıdı kullanılarak soxhlet cihazı için kartuş hazırlanır.
4. Karışım kartuşa doldurulur. Havanda kalabilecek drog, biraz daha sodyum sülfat kullanılarak tamamen kartuşa aktarılır.
5. Kartuş, bir pamuk tamponla kapatılır ve Soxhlet cihazına yerleştirilir.
6. Soxhlet cihazının balonunun boş ağırlığı alınır (b).
7. Balon yarısına kadar hekzan (veya petrol eteri) ile doldurulur.
8. Çözücü düzgün kaynamalıdır. Bunun için balon içerisine kaynama taşı konur ve balon soxhlet cihazının altına yerleştirilir.
9. Ekstraksiyona başlanır.
10. Isıtma özel bir ısıtıcıda kontrollü bir şekilde yapılır ve ekstraksiyona iki saat devam edilir.
11. Ekstraksiyon sonunda Soxhlet balonu içindeki ekstre ile rotavapora bağlanarak çözücü ortamdan uzaklaştırılır.
12. Çözücünün kalan son damlaları, çeker ocakta tutularak uzaklaştırılır.
13. Balon, bir desikatöre alınarak soğutulur. Tartılır (a).
14. Bu işlem, balon sabit ağırlığa gelinceye kadar tekrarlanır.
15. Balonun ağırlığındaki artış, tartılan numunenin sabit yağ miktarını verir.

Şekil 4.2

Sohxlet Cihazı.



$$\% \text{ YAĞ MİKTARI} = \frac{a - b}{A} \times 100$$

A: Numune miktarı
a: Yağ içeren balonun ağırlığı
b: Balonun boş ağırlığı

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 4.3'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin sabit yağ içerip içermediğini ve yağ verimini "yorum" kısmında tartışınız.

Miktar Tayini Hesaplamaları	Sonuç
Yorum:	

Tablo 4.3

Sabit Yağ
Ekstraksiyonu ve
Miktar Tayini
Deneysel Verileri.

Özet

Ekstraksiyon, bitkisel materyalden çeşitli yöntemlerle etken maddelerin çekip çıkarılmasıdır. Ekstraksiyonda amaç, en basit ve en ekonomik yöntemle aktif maddelerin kimyasal yapılarını değiştirmeden en fazla verimi alacak şekilde işlemi tamamlamaktır. Kurutulup toz edilmiş bitkisel materyal, izole edilecek aktif bileşiğin çözünürlük özelliklerine uygun herhangi bir çözücüyle ekstre edilmelidir. Daha sonra ise aktif bileşiklerin kimyasal yapısının tanımlanması önemlidir.

Farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olan bitkisel maddeler, ekstraksiyon veya distilasyon işlemi ile farklı çözücülere geçmektedir. Bu gruplar temel olarak uçucu yağlar, sabit yağlar, glikozitler, alkaloidler, tanenler ve karbonhidratlardır.

Farklı karakterdeki çözücülerle ekstraksiyon sonunda, elde edilen fraksiyonlarda çeşitli reaktifler kullanılarak kalitatif olarak hangi maddelerin bulunduğu belirlenilmektedir. Bu reaktifler belirli bir tarife göre hazırlanmış ve belli bir madde grubuna giren veya sadece tek bir maddenin teşhisinde kullanılmaktadır.

Kendimizi Sınayalım

1. Sabit yağların ekstraksiyonu için **en uygun** çözücü aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Kloroform
- b. % 1'lik H_2SO_4
- c. Petrol eteri
- d. % 70'lik etanol
- e. Su

2. Aşağıdaki reaktiflerden hangisi sabit yağların teşhisinde kullanılır?

- a. Bertrant reaktifi
- b. Mayer reaktifi
- c. Marme reaktifi
- d. Sudan III reaktifi
- e. Hager reaktifi

3. Aşağıdaki madde gruplarından hangisi Dragendorff Reaktifi ile teşhis edilir?

- a. Alkaloidler
- b. Yağ Asitleri
- c. Kumarinler
- d. Triterpenik glikozitler
- e. Monosakkaritler

4. Aşağıdaki madde gruplarından hangisi, Clevenger Apareyi kullanılarak bitkisel materyalden elde edilir?

- a. Alkaloidler
- b. Uçucu yağlar
- c. Glikozitler
- d. Sabit yağlar
- e. Tanenler

5. Aşağıdaki reaktiflerden hangisi glikozitlerin teşhisinde kullanılır?

- a. Dragendorff reaktifi
- b. Sudan III reaktifi
- c. Kedde reaktifi
- d. Seliwanof reaktifi
- e. Anilin fosfat çözeltisi

6. Uçucu yağların, bitkisel materyalden distilasyon ile elde edilmesinde, aşağıdaki çözücülerden hangisi kullanılır?

- a. Hekzan
- b. Petrol eteri
- c. Etanol
- d. Su
- e. Metanol

7. Aşağıdaki madde gruplarından hangisi Anilin Fosfat Çözeltisi ile teşhis edilir?

- a. Karbonhidratlar
- b. Alkaloidler
- c. Tanenler
- d. Uçucu yağlar
- e. Sabit yağlar

8. Aşağıdaki madde gruplarından hangisi Ferri Klorür Çözeltisi ile teşhis edilir?

- a. Tanenler
- b. Glikozitler
- c. Uçucu yağlar
- d. Sabit yağlar
- e. Alkaloidler

9. Ekstraksiyon sonunda, ortamda bulunan çözücüyü uzaklaştırmak için aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- a. İndikatör
- b. Clevenger
- c. Perkolatör
- d. Ekstraktör
- e. Rotavapor

10. Aşağıdakilerden hangisi sabit yağların ekstraksiyonunda kullanılır?

- a. Clevenger cihazı
- b. Soxhlet cihazı
- c. Salkowski cihazı
- d. Maserasyon balonu
- e. Reaktif balonu

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. c Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. d Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. a Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. b Yanıtınız yanlış ise “Uçucu Yağ Distilasyonu ve Volumetrik Uçucu Yağ Miktar Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. c Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. d Yanıtınız yanlış ise “Uçucu Yağ Distilasyonu ve Volumetrik Uçucu Yağ Miktar Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. a Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden tekrar gözden geçiriniz.
8. a Yanıtınız yanlış ise “Ekstraksiyon için Çözücü Seçimi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. e Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağ Ekstraksiyonu ve Miktar Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. b Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağ Ekstraksiyonu ve Miktar Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Baytop, T. (1986). **Farmakognozi Ders Kitabı**, Cilt I, İstanbul Üniv. Yay. No. 3399, İstanbul.
- Baytop, T. (1983). **Farmakognozi Ders Kitabı**, Cilt II, İstanbul Üniv. Yay. No. 2003, İstanbul.
- European Pharmacopeia (Ph. Eur.)** (2005). 5th Edition, Council of Europe, Strasbourg, France.
- Türk Farmakopesi 1974** (1974). T.C. Sağlık ve Sosyal Yardım Bakanlığı Sayı:435, Milli Eğitim Basımevi, İstanbul.
- Evans W.C. (2002). **Trease and Evans Pharmacognosy**, 15th Ed. WB Saunders Comp Ltd.,UK.
- Robbers, J.E., Speedie, M.K., Tyler, V.E. (1996). **Pharmacognosy and Pharmacobiotechnology**, Williams and Wilkins Company, USA.
- Drogların Morfolojik, Anatomik ve Kimyasal Analiz Örnekleri**, (1985). Ed. Şener B., Gazi Üniversitesi, Eczacılık Fak., Farmakognozi Anabilim Dalı, Ankara.
- Bruneton, J. (1995). **Pharmacognosy, Phytochemistry, Medicinal Plants**, Technique Documentation-Lavoisier, France.
- Food Chemicals Codex** (1996). Committee on Food Chemicals Codex, 4th Edition, National Academy Press, Washington.
- Official Analytical Methods of the American Spice Trade Association (ASTA)** (1985). 3rd Edition, 43-44, American Spice Trade Association, New Jersey.
- Shellard, E.J. (1958). **Exercises in the Evaluation of Drugs and Surgical Dressing**, Pitman Medical Publishing Co.Ltd., London.
- Shugar, G.J., Shugar, R.A., Bauman, L., Bauman, R. (1981). **Chemical Technicians' Ready Reference Handbook**, Second Edition, McGraw-Hill Book Company, London.
- Zubrick, J.W. (1992). **The Organic Chem Lab Survival Manual**, Third Edition, John Wiley & Sons, Inc., Canada.

5

Amaçlarımız

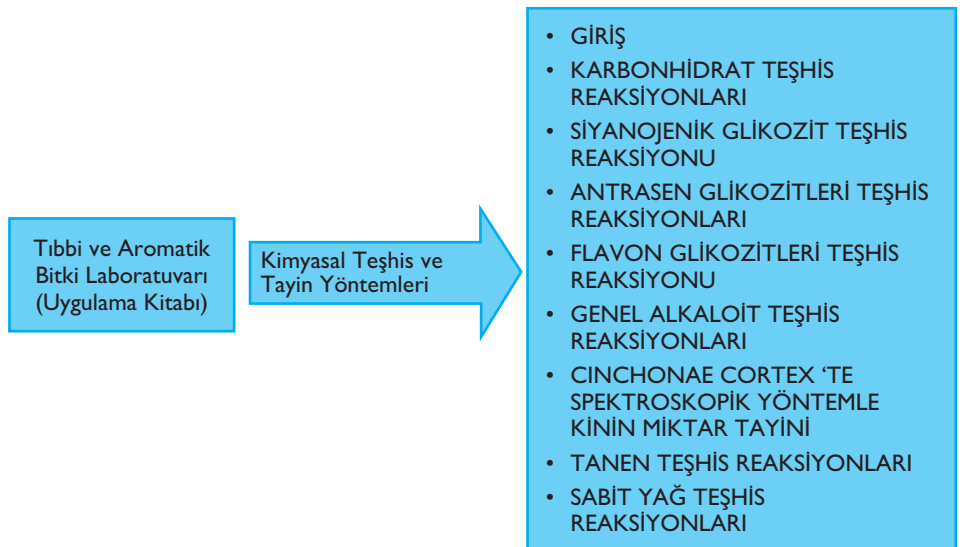
Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Tıbbi ve aromatik bitkilerin kimyasal teşhis ve tayinlerinin önemini açıklayabilecek,
- Tıbbi ve aromatik bitkileri kimyasal içerikleri açısından değerlendirebilecek,
- İçeriği bilinmeyen tıbbi ve aromatik bitki ya da bitki karışımlarının teşhisi için belirli testleri uygulayabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Kimyasal Teşhis
- Bitkisel Materyal
- Sekonder Metabolit

İçerik Haritası



Kimyasal Teşhis ve Tayin Yöntemleri

GİRİŞ

Bitkilerin yaprak, çiçek, kök, gövde, meyve, tohum vb. organlarında bulunan maddeler; primer ve sekonder metabolitler olarak adlandırılır ve bu iki grup altında incelenir. Sekonder metabolit olarak tanımlanan ürünler de kendi aralarında terpenler, glikozitler, alkaloidler, tanenler, zamlar, pigmentler vb. olarak adlandırılır. Tıbbi ve aromatik bir bitkinin bir kısmı veya tümü taşıdığı sekonder metabolitlerden dolayı tedavi amaçlı kullanılabilir. Tıbbi ve aromatik bitki materyallerinin içindeki bileşiklerin kimyasal teşhisleri, bu bitkilerin kaliteleri ve etkili olup olmadıklarının tespitinde önemli rol oynamaktadır. Bu ünite kapsamında bitkisel bir materyalin içerdiği başlıca primer ve sekonder metabolitlerin kimyasal teşhislerinin nasıl yapıldığı ve sonuçlarının nasıl değerlendirildiği üzerinde uygulamalar gerçekleştirilecektir.

KARBONHİDRAT TEŞHİS REAKSİYONLARI

Beta tubera; *Beta vulgaris* subsp. *rapa f. altissima* (şeker pancarı)'nın büyük, etli kökleridir ve bir yumru şeklindedir. Ülkemizde bitkinin kültürü yapılır, drog ve şeker bu doğal kaynaktan elde edilir. Drog, genelde % 12-20 oranında sakkaroz taşır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Beta tubera
- % 3'lük HCl (Hidroklorik asit)
- % 10'luk kurşun asetat çözeltisi
- Doymuş Na_2HPO_4 (Sodyum fosfat)
- Fehling A reaktifi
- Fehling B reaktifi
- NaOH (Sodyum hidroksit)
- α - Naftol'ün alkoldeki % 15'lik çözeltisi
- % 60'luk H_2SO_4 (Sülfürik asit)
- Derişik H_2SO_4 (Sülfürik asit)
- Seliwanoff reaktifi
- Pamuk/filtre kağıdı
- 12 adet deney tüpü
- 250 ml'lik erlen
- Huni
- Porttüp
- Damlalık

Deneyin Yapılışı

Test Çözeltisinin Hazırlanışı

1. 5 g toz drog, 25 ml % 3'lük HCl ile bek üzerinde dikkatle kaynatılarak ekstrakte edilir ve pamuktan süzülür.
2. Süzüntüye 5 ml % 10'luk kurşun asetat çözeltisi eklenir. Çözelti süzülerek ayrılır.
3. Süzüntüye doymuş Na_2HPO_4 çözeltisinden damla damla eklenerek kurşunun fazlası çöktürülür, süzülür.
4. Elde edilen süzüntü test çözeltisi olarak kullanılır.

DİKKAT



Deney süresince tüm ısıtma işlemlerini dikkatle yapınız! Karamelizasyon olmamasına dikkat ediniz!

Karamelizasyon:

Karamelleşme, şekerin yanması sonucu oluşan maddenin esmerleşerek koyu renk alması, tat ve kokusunda değişiklik olması.

Teşhis Reaksiyonları

Fehling Reaksiyonu

1. Bir deney tüpüne 1 ml test çözeltisi konur.
2. Üzerine 2 ml Fehling A ve 2 ml Fehling B eklenir ve su banyosunda dikkatle ısıtılır.
3. Kırmızı renkli Cu_2O 'ın çökmesi, test çözeltisinde indirgen şeker bulunduğunu gösterir.

Molisch Reaksiyonu

1. Bir deney tüpüne 1 ml test çözeltisi konulur.
2. Test çözeltisi üzerine α -naftol'ün alkoldeki % 15 'lik çözeltisinden 1-2 damla eklenir.
3. Üzerine 1 ml kadar derişik H_2SO_4 tabaka oluşturacak şekilde dikkatlice eklenir. İki sıvının birleştiği yerde mor halka oluşur.

Seliwanoff Reaksiyonu

1. Bir deney tüpüne 1 ml test çözeltisi konulur.
2. Test çözeltisi üzerine 1 ml Seliwanoff reaktifi eklenerek karıştırılır.
3. Su banyosunda dikkatle kaynatılır.
4. Ketozlar 2 dakikada, aldozlar daha uzun sürede pembe-kırmızı renk verirler.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.1'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin karbonhidrat içerip içermediğini "yorum" kısmında tartışınız.

Tablo 5.1

Karbonhidrat Teşhis Reaksiyonları DeneySEL Verileri.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Fehling Reaksiyonu	
Molisch Reaksiyonu	
Seliwanoff Reaksiyonu	
Yorum:	

SIYANOJENİK GLİKOZİT TEŞHİS REAKSİYONU

Lini semen (keten tohumu), Akdeniz bölgesi bitkisi olan *Linum usitatissimum* (Linaceae)'un kurutulmuş olgun tohumlarıdır. ABD, Kanada, Güney Amerika ve Hindistan'da lif ve tohumu için ekilmektedir. Tohumlar 4-6 mm uzunlukta, 2-3 mm genişlikte, oval, yassı taneler halinde, kahverengi, kokusuz, yağlı ve müsilaj lezzetlidir. Tohumlar % 10 müsilaj, % 30-40 sabit yağ, % 25 protein ve az miktarda siyanojenik **glikozit** (linamarin) içerir. 100 g keten tohumu, 25 mg HCN verdiği için küspe olarak kullanılan yağı alınmış tohumlar zehirli değildir. Olgunlaşmamış tohumlarda nişasta bulunur.

Glikozitler; monosakkaritlerin redüktör grubu ile karbonhidrat olmayan bir maddenin birleşmesinden, bir molekül su çıkışı ile meydana gelen bileşiklerdir.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Lini semen (Keten tohumu)
- Ksilen
- Sodyum pikrat çözeltisi
- Pamuk
- Filtre kağıdı
- Deney tüpü
- Porttüp
- Pipet
- Huni

Deneyin Yapılışı

1. 2 g drog tunc havanda dövülür, deney tüpüne konur.
2. Drog üzerine 0.5 ml su ve birkaç damla ksilen eklenir.
3. Bant halinde kesilmiş bir parça filtre kağıdı sodyum pikrat çözeltisine batırılır. Ayrı bir filtre kağıdı arasına konularak sodyum pikratın fazlası emdirilir.
4. Bant, tüpün ağzına bir kısmı dışarıda kalacak şekilde bir parça pamuk yardımıyla sıkıştırılır.

Filtre kağıdının tüpün içinde kalan kısmının droğa değmemesine dikkat edilmelidir!



DİKKAT

5. Tüp 30 dakika, 30°C'lik etüvde tutularak enzimlerle hidrolizi çabuklaştırılır.
6. Kağıdın tüp içinde kalan kısmında kırmızı rengin oluşması siyanojenetik glikozitin varlığını gösterir.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.2'ye kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin siyanojenetik glikozit içerip içermediğini "yorum" kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu Sonucu:	
Yorum:	

Tablo 5.2

Siyanojenik Glikozit teşhis Reaksiyonu Deneysel Verileri.

ANTRASEN GLİKOZİTLERİ TEŞHİS REAKSİYONLARI

Rhei radix (ravent kökü), *Rheum* (Polygonaceae) türlerinden elde edilmektedir. Drog; *Rheum palmatum*, *R. officinale*, *R. compactum*, *R. undulatum*, *R. emodi*, *R. ribes* türlerinden elde edilir ve Asya'da güneydoğu Çin'den Tibet'e kadar olan yüksek platolarda yetişir. Kökler 6-10 senelik bitkilerden sonbahar veya ilkbaharda toplanır. Temizlenir, kabukları soyulur, küçük parçalar halinde kesilir, iplere asılır ve açık havada veya ısıtılmış taş fırınlarda kurutulur. Nişasta, yağ, şeker, % 5-40 kalsiyum okzalit, % 5 tanen ve % 3-5 antrasen türevleri taşır. Drogda bulunan antrasen türevleri şunlardır: Krizofanol, aloe-emodin, rein, emodin, fisyon.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Rhei radix (Ravent kökü)
- Toluen
- % 10'luk amonyak çözeltisi
- 1N H₂SO₄ (Sülfürik asit)
- Deney tüpü
- Porttüp
- Pipet
- Huni

Deneyin Yapılışı

Serbest Antrakinon Türevleri

Serbest antrakinon türevleri, organik çözücülerde çözünür ve bazlar ile pembe kırmızı bir renk alır.

1. 0.2 g toz edilmiş drog bir deney tüpüne konur.
2. Drog üzerine 2 ml tolueen eklenir.
3. 1 dakika çalkalanır ve 15 dakika dinlenmeye bırakılır.
4. Toluenli kısım başka bir tüpe aktarılır. Üzerine 1 ml % 10'luk amonyak çözeltisi eklenir, çalkalanır.
5. Serbest antrakinonların varlığında sulu kısım pembe kırmızı bir renk alır.

Bağlı Antrakinon Türevleri

Bazlarla kırmızı renk vermezler. Bundan dolayı önce sülfürik asit ile glikozit hidroliz edilir.

1. Bir önceki basamakta tolueenle çalkalanarak serbest antrakinonlarından kurtarılmış drog üzerine 5 ml 1N H₂SO₄ eklenir.

DİKKAT



Deney süresince tüm asit eklemelerini dikkatle yapınız!

2. Dikkatle 3 dakika bek alevinde hidroliz edilir.

DİKKAT



Bek alevinde gerçekleştirilen hidroliz işlemlerinde tüp içerisindeki çözücü ve droğun dışarı sıçramamasına, size ve etrafınızdaki kişilere zarar vermemesine dikkat ediniz !

3. Sıcakken süzülür, soğuduktan sonra hacmi kadar tolueenle çalkalanır.
4. Toluenli kısım başka bir tüpe aktarılır. Üzerine 1 ml % 10'luk amonyak çözeltisi eklenir, çalkalanır.
5. Bağlı antrakinonların varlığında sulu kısım pembe kırmızı bir renk alır. Rengin şiddeti çalışılan örnekteki glikozit miktarına bağlıdır.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.3'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin antrasen glikoziti içerip içermediğini “yorum” kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Serbest antrakınon türevleri	
Bağlı antrakınon türevleri	
Yorum:	

Tablo 5.3
*Antrasen Glikozitleri
Teşhis Reaksiyonları
DeneySEL Verileri.*

FLAVON GLİKOZİTLERİ TEŞHİS REAKSİYONU

Aurantii dulcis pericarpium (portakal kabuğu) Rutaceae familyasında yer alan tıbbi ve aromatik bir bitki olan *Citrus aurantium* var. *dulcis*in perikarbidir. Eritrosin, rutin, hesperidin, neohesperidin, naringenin, naringin, sinensetin gibi flavonoitleri içerir.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Kurutulmuş Aurantii dulcis pericarpium (portakal kabuğu)
- Metanol
- Derişik HCl
- Magnezyum metali
- Deney tüpü
- Porttüp
- Pipet
- Huni
- Pamuk

Deneyin Yapılışı

1. 1 g parçalanmış drog bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine 10 ml metanol eklenir.
3. 5 dakika çalkalanır. Süzülür.
4. Süzüntünün 2 ml'si bir deney tüpüne konur, üzerine 1 ml derişik HCl ve 5-6 tane magnezyum metali konur.

DİKKAT

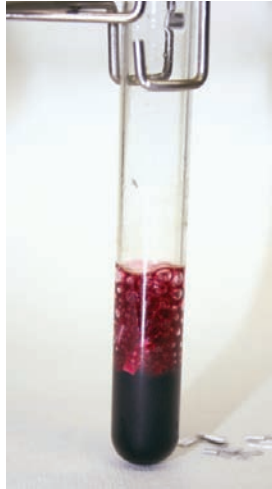


Deney süresince tüm asit eklemelerini dikkatle yapınız!

5. Oluşan hidrojenin flavonlarla reaksiyonu sonucu, drogda bulunan flavon türünün cinsine göre aşağıdaki renklerden biri oluşur:
 - Flavonlar → turuncu
 - Flavonoller → kiraz kırmızısı
 - Flavononlar → mor kırmızı

Resim 5.1

Renk Reaksiyonu
Sonucu. (G. Işcan)



Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.4'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin flavon glikoziti içerip içermediğini “yorum” kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Renk Reaksiyonu	
Yorum:	

Tablo 5.4
Flavon Glikozitleri
Teşhis Reaksiyonu
DeneySEL Verileri.

Alkaloidler; heterosiklik halkada bir veya birkaç azot atomu yanında karbon ve hidrojen taşıyan, bazik karakterli, kokusuz, renksiz, kristalize, acı lezzetli, fizyolojik etkili bitkisel maddedir.

GENEL ALKALOİT TEŞHİS REAKSİYONLARI

Pegani semen (üzerlik tohumu), Türkiye ve Pakistan arasında kalan bölgede ve Doğu Akdeniz çevresinde yetişen *Peganum harmala* (Zygophyllaceae) bitkisinin kurutulmuş olgun tohumlarıdır. Drog, % 2-6 oranında **alkaloit** taşır. Başlıcaları harman, harmin, harmalin, harmol ve peganindir.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Pegani semen (üzerlik tohumu)
- Deney tüpü
- Pipet
- Damlalık
- Tahta maşa
- % 3'lük H_2SO_4 (Sülfürik asit)
- Hager reaktifi
- Bouchardat reaktifi
- Dragendorff reaktifi
- Mayer reaktifi

Deneyin Yapılışı

1. 200 mg toz edilmiş drog, bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine 5 ml % 3'lük H_2SO_4 eklenir.

DİKKAT



Deney süresince tüm asit eklemelerini dikkatle yapınız!

3. Bek alevinde 5 dakika dikkatle kaynatılarak hidroliz edilir.

DİKKAT



Bek alevinde gerçekleştirilen hidroliz işlemlerinde tüp içerisindeki çözücü ve droğun dışarı sıçramamasına, size ve etrafınızdaki kişilere zarar vermemesine dikkat ediniz !

4. Temiz bir tüpe süzülür. Süzüntü 4'e ayrılır. Aşağıdaki reaktifler çökelti gözleninceye kadar damla damla eklenir.
Hager reaktifi ile sarı billuri çökelti verir.
Bouchardat reaktifi ile esmer kırmızı çökelti verir.
Dragendorff reaktifi ile turuncu çökelti verir.
Mayer reaktifi ile süt rengi çökelek verir. Reaktifin fazlası, oluşan çökeltiyi çözer; bu nedenle dikkatle eklenmelidir.

Resim 5.2

Soldan sağa
Bouchardat, Hager,
Mayer ve
Dragendorff
Reaktifleri ile
Alkaloid Teşhisi
Reaksiyonları
Sonucu Gözlenen
Renkler. (G. İşcan)



Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.5'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin alkaloit içerip içermediğini “yorum” kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Hager reaktifi	
Bouchardat reaktifi	
Dragendorf reaktifi	
Mayer reaktifi	
Yorum:	

Tablo 5.5

Genel Alkaloit Teşhis Reaksiyonları DeneySEL Verileri.

CINCHONAE CORTEX'TE SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLE KİNİN MİKTAR TAYİNİ

Önemli bir tıbbi drog olan Cinchona cortex (kına kına kabuğu), *Cinchona* (Rubiaceae) türü ağaçların kurutulmuş kök ve gövde kabuklarıdır. Farmakope'ye göre toplam alkaloit miktarı % 6.5'tan az olmamalıdır. Toplam alkaloitlerin % 30-60'ı kinin tipi alkaloitlerdir. En önemlileri kinin, kinidin, kinkonidin ve kinkonindir. Kına kına kabuğundan hazırlanan preparatlar, acı tonik ve stomaşik olarak kullanım bulmaktadır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Cinchona cortex (kına kına kabuğu)
- Deney tüpü
- Filtre kağıdı
- Pamuk
- 250 ml'lik şilifli erlen
- 10 ve 100 ml'lik balon joje
- % 70'lik etanol
- Diklorometan
- Eter
- NaOH (200 g/l) (Sodyum hidroksit)
- Tragacantha tozu
- Kinin
- 0.1 M HCl (Hidroklorik asit)

Deneyin Yapılışı

Teşbis Reaksiyonu

1. 0.5 g toz edilmiş drog bir deney tüpüne konur.
2. Bek alevi üzerinde dikkatli bir şekilde ısıtılır.

DİKKAT



Bek alevinde gerçekleştirilen ısıtma işlemlerinde tüp içerisindeki droğun dışarı sıçramasına, yanmamasına, size ve etrafınızdaki kişilere zarar vermemesine dikkat ediniz !

3. Deney tüpünün cidarları üzerinde kan kırmızısı damlacıkların belirdiği gözlenir.
4. Deney tüpü soğumaya bırakılır.
5. Soğuduktan sonra drog, deney tüpünden uzaklaştırılır.
6. Geride kalan damlacıklar 10 ml % 70'lik etanol ile çözülür ve filtre kağıdından süzülür.
7. Süzütünün 365 nm'de UV ışığı altında mavi floresans verdiği gözlenir.

Miktar Tayini

1. 1 g toz drog erlene konur.
2. Üzerine 10 ml su ve 7 ml seyreltik HCl eklenir.
3. Erlen, 30 dakika su banyosunda ısıtılır ve soğumaya bırakılır.
4. Üzerine diklorometan-eter-NaOH (200 g/l) (25-50-5) karışımı eklenir.
5. Erlen 30 dakika süre ile aralıklı olarak çalkalanır.
6. Üzerine 3 g tragacantha tozu eklenir ve çözelti berrak oluncaya kadar çalkalanır.
7. Karışım pamuktan süzülür.
8. Kalıntı diklorometan-eter (1-2) karışımı ile 20 ml'lik porsiyonlar halinde 3 kez yıkanır ve süzülür.
9. Süzüntüler birleştirilir ve tamamen kuruyuncaya kadar rotavaporda yoğunlaştırılır.
10. Kuru kalıntı 0.1 M HCl ile çözülür ve balon jojeye aktararak 100 ml'ye tamamlanır.

11. Elde edilen çözeltiden 1 ml alınır ve balon jojeye aktararak 0.1 M HCl ile 10 ml'ye seyreltilir (örnek çözeltisi).
12. 33 mg kinin, 0.1 M HCl ile çözülür ve balon jojeye aktararak 1000 ml'ye tamamlanır (referans çözelti).
13. Bu iki çözeltinin UV spektrofotometresinde 348 nm'de absorbansları ölçülür.
14. Elde edilen sonuçlara göre drog içerisindeki kinin miktarı % olarak hesaplanır.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.6'ya kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin kinin içerip içermediğini “yorum” kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Miktar Tayini	
	Konsantrasyon (mg/ml) Absorbans Değeri
Referans çözelti:	
Numune çözeltisi:	
Yorum:	

Tablo 5.6

Kinin Teşhis ve Miktar Tayini DeneySEL Verileri.

Tanenler; bitkilerden elde edilen C, H, O taşıyan; polifenolik yapıda su, etanol, aseton gibi polar çözücülerde çözünen; eter, diklorometan gibi az polar çözücülerde çözünmeyen, buruk lezzetli, genellikle amorf bileşiklerdir.

TANEN TEŞHİS REAKSİYONLARI

Thea folium (çay); *Thea sinensis* (*Camellia sinensis*) (Theaceae) bitkisinin fermentasyondan sonra elde edilen kurutulmuş genç tepe yapraklarıdır.

Çay yapraklarında % 1-4 kafein, az miktar teofillin ve teobromin, ksantin, % 10-25 **tanen**, theaz enzimi ve uçucu yağ vardır. Türk çayı, en çok kafein taşıyan çaydır (% 2.1-4.6). Çaydaki tanen, epikateşin gallat ve epigallokateşin gallattan ibarettir. % 5'lik infüzyonu halinde kullanılır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- *Thea folium* (çay)
- Erlen
- Pipet
- Pamuk
- Deney tüpü
- Huni
- Tuzlu jelatin çözeltisi
- % 5'lik FeCl_3 çözeltisi (Demir klorür)
- Stiasny reaktifi

Deneyin Yapılışı

1. 5 g toz edilmiş drog bir erlene konur.
2. Üzerine 100 ml kaynar su eklenir ve 5 dakika su banyosu üzerinde bekletilir.
3. Soğutulur, süzülür ve su ile 100 ml'ye tamamlanır. Bu şekilde hazırlanan % 5'lik infüzyon aşağıdaki deneylerde kullanılır.

Tanen Teşhisi

1. 5 ml infüzyon, bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine 2 ml tuzlu jelatin çözeltisi eklenir.
3. Oluşan krem renkli çökelek, tanenlerin varlığını gösterir.

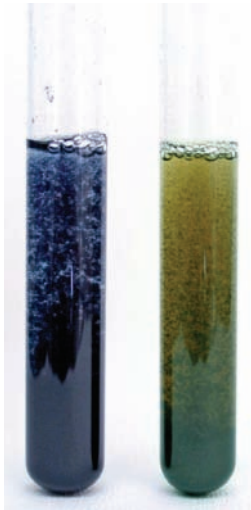
Kateşik ve Gallik Tanenlerin Teşhisi

1. 5 ml infüzyon, bir deney tüpüne konur.
2. Üzerine % 5'lik FeCl_3 çözeltisinden 3 damla eklenir.
3. Mavi-siyah bir renk veya çökelek gallik tanen, esmer zeytin yeşili bir renk veya çökelek kateşik tanen varlığını gösterir.

Kateşik ve Gallik Tanenlerin birlikte bulundukları durumda ise ayırma aşağıdaki şekilde yapılır:

Resim 5.3

Gallik ve Kateşik Tanenlerin FeCl_3 ile Verdiği Renk Reaksiyonları. (G. İşcan)



1. 10 ml infüzyon bir deney tüpüne konulur.
2. Üzerine 5 ml Stiasny Reaktifi eklenir.
3. Karışım 80°C'ye kadar ısıtılır (Çeker ocak altında çalışılmalıdır!).
4. Parçalar halinde çökelti oluşumu, çalışılan örnekte kateşik tanen varlığını gösterir.
5. Süzüntüden 3 ml alınır ve sodyum asetat eklenerek doyurulur.
6. Doymuş çözelti üzerine 3 damla % 5'lik FeCl_3 çözeltisi konur.
7. Oluşan mavi-siyah renk veya çökelek, gallik tanen varlığını gösterir.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.7'ye kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin tanen içerip içermediğini "yorum" kısmında tartışınız.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Tanen teşhisi	
Kateşik ve gallik tanen teşhisi (ayrı)	
Kateşik ve gallik tanen teşhisi (birlikte)	
Yorum:	

Tablo 5.7
Tanen Teşhis
Reaksiyonları
DeneySEL Verileri.

SABİT YAĞ TEŞHİS REAKSİYONLARI

Sabit yağlar, doğal madde gruplarından olan lipitler altında yer alır. Sabunlaşabilen lipitler grubunda yer alan sabit yağlar, bitki ve hayvanlarda depo maddesidir. Bitkilerde özellikle tohumlarda, nadiren mezokarpa bulunurlar. İçerdikleri yağ asitlerine bağlı olarak membranlarda yapı taşı, hücresel yakıt maddesi, hücre duvarlarında ve ciltte koruyucu etkileri vardır. Ayrıca bazı vitaminlerin absorpsiyonunu sağlarlar ve vücutta önemli görevleri olan prostaglandinlerin ön maddesidirler.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Sabit yağ örneği [Helianthii oleum (ayçiçek yağı), Amygdalae oleum (badem yağı), Olivae oleum (Zeytin yağı)]
- Uçucu yağ örneği [Origani oleum (kekik yağı)]
- 10 adet deney tüpü
- Filtre kağıdı
- Pipet
- Glasiyel asetik asit
- 90°'lik Etanol
- Eter
- Diklorometan
- Karbontetraklorür

Deneyin Yapılışı

1. İnce şerit halinde kesilmiş filtre kağıdı üzerine bir damla sabit yağ numunesi ve bir damla Origani oleum damlatılır.
2. Filtre kağıdı etüve konur.
3. Laboratuvar sonunda her iki lekenin durumu kaydedilir.

4. Birkaç damla sabit yağ numunesi; 1-2 ml su, glasiyel asetik asit, 90°C'lik etanol, eter, diklorometan, karbontetraklorür ile ayrı tüplerde çalkalanarak çözünüp çözünmediği gözlenir.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 5.8'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin sabit yağ içerip içermediğini "yorum" kısmında tartışınız.

Tablo 5.8

Sabit Yağ Teşhis Reaksiyonları DeneySEL Verileri.

Teşhis Reaksiyonu	Sonuç
Filtre kağıdı	
Su	
Glasiyel asetik asit	
90°'lik etanol	
Eter	
Diklorometan	
Karbontetraklorür	
Yorum:	

Özet

Tıbbi ve aromatik bitkilerin çeşitli organlarında bulunan maddeler, primer ve sekonder metabolitler olarak adlandırılmaktadır ve bu iki grup altında incelenmektedir. Sekonder metabolit olarak tanımlanan ürünler de kendi aralarında terpenler, glikozitler, alkaloidler, tanenler, zamlar, pigmentler vb. olarak adlandırılmaktadır. Farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olan bitkisel maddeler, farklı çözücülerde farklı kimyasal reaktifler ve reaksiyonlar kullanılarak teşhis edilebilmektedir. Bu gruplar temel olarak sabit yağlar, glikozitler, alkaloidler, tanenler ve karbonhidratlardır. Bitkisel materyallerde kalitatif olarak bu maddelerden hangilerinin bulunduğu belirlenebilmektedir. Kullanılan reaktifler belirli bir tarife göre hazırlanmış ve belli bir madde grubunda bulunan veya sadece tek bir maddenin teşhisinde kullanılmaktadır.

Kendimizi Sınayalım

1. Aşağıdakilerden hangisi karbonhidrat teşhis olan reaktiflerden biri **değildir**?

- Fehling A reaktifi
- Seliwanoff reaktifi
- Mayer reaktifi
- α -Naftol'ün alkoldeki % 15'lik çözeltisi
- Fehling B reaktifi

2. Aşağıdakilerden hangisi alkaloit teşhis reaksiyonları için uygun olan reaktiflerden biri **değildir**?

- Mayer reaktifi
- Hager reaktifi
- Dragendorff reaktifi
- Bouchardat reaktifi
- Seliwanoff reaktifi

3. Alkaloitlerin teşhis reaksiyonları için aşağıdaki reaktif-sonuç eşleşmelerinden hangisi yanlıştır?

- Mayer reaktifi-süt rengi çökelti
- Dragendorf reaktifi-turuncu renkli çökelti
- Bouchardat reaktifi-esmer kırmızı renkli çökelti
- Kedde reaktifi-yeşil gri renkli çökelti
- Hager reaktifi-sarı billuri çökelti

4. Monosakkaritlerin redüktör grubu ile karbonhidrat olmayan bir maddenin birleşmesinden, bir molekül su çıkışı ile meydana gelen bileşiklere ne ad verilir?

- Glikozit
- Tanen
- Alkaloit
- Karbonhidrat
- Sabit yağ

5. Aşağıdaki etken madde ve ilgili teşhis reaktifi eşleşmelerinden hangisi yanlıştır?

- Flavon Glikozitleri-Mg metali
- Kateşik Tanen-% 5'lik FeCl_3 çözeltisi
- Siyanogenetik glikozitler-Sodyum pikrat çözeltisi
- Alkaloitler-% 10'luk Amonyak çözeltisi
- Nişasta-% 5'lik sulu İyot çözeltisi

6. Aşağıdakilerden hangisi tanenlerin teşhisinde kullanılır?

- % 10'luk Amonyak çözeltisi
- Bouchardat reaktifi
- Magnezyum metali
- % 10'luk Kurşun Asetat çözeltisi
- % 5'lik FeCl_3 çözeltisi

7. Karbonhidratların teşhis reaksiyonları için aşağıdakilerden hangisi **yanlıştır**?

- Molisch reaksiyonu sonucunda deney tüpünde mor halka gözlenir
- Aldozlar 2 dakikada, ketozlar daha uzun sürede Seliwanoff reaksiyonu verirler
- Fehling reaksiyonu sonucu kırmızı renkli Cu_2O 'in çökmesi test çözeltisinde indirgen şeker bulunduğunu gösterir
- Seliwanoff reaksiyonu sonucunda aldozlar ve ketozlar pembe – kırmızı renk verirler
- Molisch deneyinde α -naftol'ün alkoldeki %15'lik çözeltisi kullanılır

8. Sabit yağlarla ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi yanlıştır?

- Origan oleum, çok bilinen bir sabit yağ örneğidir.
- Sabit yağlar, lipitler grubunda yer alır.
- Bitki ve hayvanlarda depo maddesidir.
- Hücre duvarlarında ve ciltte, koruyucu etkileri vardır.
- Sabit yağlar, prostaglandinlerin ön maddesidir.

9. Cinchona cortex droğunda, hangi etken madde tayini spektroskopik yöntem ile yapılır?

- Kafein
- Kinin
- Harmalin
- Rutin
- Krizofanol

10. Flavon Teşhis Reaksiyonu ile ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi doğrudur?

- Flavon Teşhis Reaksiyonu, glikozitin şeker kısmı üzerinden gerçekleşmektedir.
- Reaksiyon, derişik H_2SO_4 ve magnezyum metalinin ortama ilavesiyle gerçekleştirilir.
- Reaksiyon sonunda flavonoller, kiraz kırmızı renk verirler.
- Reaksiyon sonunda flavononlar, turuncu renk verirler.
- Reaksiyon sonunda flavonlar, mor-kırmızı renk verirler.

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. c Yanıtınız yanlış ise “Karbonhidrat Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
2. e Yanıtınız yanlış ise “Genel Alkaloid Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
3. d Yanıtınız yanlış ise “Genel Alkaloid Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
4. a Yanıtınız yanlış ise “Siyanojenetik Glikozit Teşhis Reaksiyonu” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
5. d Yanıtınız yanlış ise “Genel Alkaloid Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
6. e Yanıtınız yanlış ise “Tanen Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
7. b Yanıtınız yanlış ise “Karbonhidrat Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
8. a Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağ Teşhis Reaksiyonları” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
9. b Yanıtınız yanlış ise “Cinchona cortex Alkaloidlerinin İnce Tabaka Kromatografisi ile İncelenmesi” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.
10. c Yanıtınız yanlış ise “Flavon Glikozitleri Teşhis Reaksiyonu” ile ilgili bölüm tekrar gözden geçiriniz.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Baytop, T. (1986). **Farmakognozi Ders Kitabı**, Cilt I, İstanbul Üniv. Yay. No. 3399, İstanbul.
- Baytop, T. (1983). **Farmakognozi Ders Kitabı**, Cilt II, İstanbul Üniv. Yay. No. 2003, İstanbul.
- European Pharmacopeia (Ph. Eur.)** (2005). 5th Edition, Council of Europe, Strasbourg, France.
- Türk Farmakopesi 1974** (1974), T.C. Sağlık ve Sosyal Yardım Bakanlığı Sayı:435, Milli Eğitim Basımevi, İstanbul.
- Evans, W.C. (2002). **Trease and Evans Pharmacognosy**, 15th Ed. WB Saunders Comp Ltd.,UK.
- Robbers, J.E., Speedie, M.K., Tyler, V.E. (1996). **Pharmacognosy and Pharmacobiotechnology**, Williams and Wilkins Company, USA.
- Drogların Morfolojik, Anatomik ve Kimyasal Analiz Örnekleri** (1985). Ed. Şener B., Gazi Üniversitesi, Eczacılık Fak., Farmakognozi Anabilim Dalı, Ankara.

6

Amaçlarımız

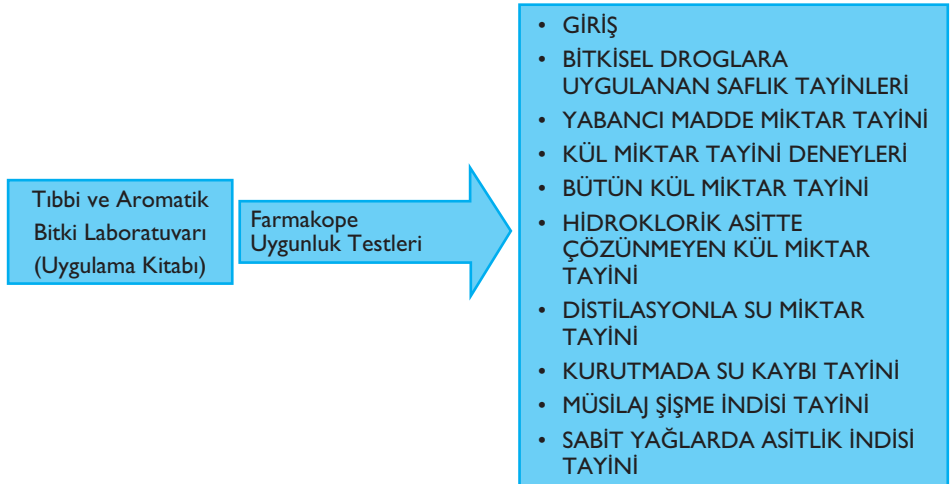
Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Tıbbi ve aromatik bitkilerin saflık tayinlerinin önemini açıklayabilecek,
- Tıbbi ve aromatik bir bitkinin Farmakopelerde belirlenen standartlara uygunluğunu değerlendirebilecek,
- Yabancı madde ve kül miktar tayinleri, distilasyonla su tayini, kurutmada kayıp, müsilaj şişme ve sabit yağlarda asitlik indisi gibi testleri uygulayabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Farmakope
- Kül Miktar Tayini
- Su Miktar Tayini
- Müsilaj Şişme İndisi
- Asitlik İndisi
- Kalite Kontrol

İçerik Haritası



Farmakope Uygunluk Testleri

GİRİŞ

İlaç, gıda ve kozmetik alanında yaygın biçimde kullanılan tıbbi ve aromatik bitkilerin, ticarete sevk edildiklerinde, belirli kalite standartlarına uymaları beklenir. Bitkisel droglar için kalite standartı Farmakope ve kodekslerdeki ilgili *monograflarda* belirtilmiştir. Farmakope ve kodekslerde her drog için sınır test değerleri verilmiştir. Monograflarda yer alan testlerin yapılması sonucu, bulunan değerlerin tanımlanan sınırlar içinde olması beklenir. Bu ünite, seçilen örnek drog ve testler ile bir bitkisel droğun Farmakope standartlarına uygunluğunun belirlenmesi amaçlanmıştır.

BITKİSEL DROGLARA UYGULANAN SAFLIK TAYİNLERİ

Türk Farmakopesi (Avrupa Farmakopesi Adaptasyonu) 2004'e göre genel monograflar; 1. Ekstreler, 2. Bitkisel drog preparatları, 3. Bitkisel droglar, 4. Bitki çayları ve 5. Tentürler olmak üzere sınıflandırılmıştır. Her bir gruba uygulanan genel ve gruba özel testler mevcuttur. Bu ünite bitkisel drogların (3) Farmakope analizleri üzerinde durulacaktır. Bitkisel droglar; genellikle bütün, parçalanmış veya kesilmiş bitkiler; genellikle kuru halde ancak bazen taze, işlenmemiş bitki parçaları, algler, mantarlar, likenlerden ibarettir. Özel bir işlemden geçmemiş bazı salgı ürünleri (eksüdatlar) de bitkisel drog kabul edilir. Bitkisel droglarda öncelikle 1. ve 2. ünite anlatılan organoleptik kontroller (renk, tat, koku, görünüş) yapılır. Daha sonra makroskobik ve mikroskobik kontrollere geçilir. Ayrıca yabancı madde miktarı, kül miktar tayini, su miktar tayini, uçucu yağ miktarı, optik değerler ile kalitatif ve kantitatif kimyasal testlerin yapılması ve standart değerler ile karşılaştırılması gerekir. Toz droglarda ise organoleptik ve diğer tayinlerin yanında kalitatif ve/veya kantitatif mikroskobik yöntemlerin de mutlaka uygulanması gerekir.

Türk Farmakopesi'nde (2004) bitkisel droglara uygulanması gereken genel saflık testleri şu şekilde sıralanmıştır:

1. Bütün kül miktar tayini,
2. Hidroklorik asitte erimeyen kül miktar tayini,
3. Sülfat külü,
4. Yabancı madde miktar tayini,
5. Kurutmada kayıp,
6. Su miktarı,

7. Stoma indisi,
8. Şişme indisi,
9. Ekstre edilebilir madde,
10. Pestisit kalıntılarının belirlenmesi,
11. Mikrobiyal kirlilikler (nişasta, zımk vb. droglar için),
12. Acılık değeri (acı bileşenler içeren droglar için),
13. Aflatoksin miktarı (bazı durumlarda),
14. Radyoaktif kirlenme değerleri (bazı durumlarda).

Yukarıda bahsedilen genel saflık testleri dışındaki bitkisel drog ve preparatlara uygulanan makroskobik, mikroskobik, organoleptik, fiziko-kimyasal, kromatografik ve analitik yöntemler bu kitabın diğer ünitelerinde anlatılacaktır.

YABANCI MADDE MİKTAR TAYİNİ

Bitkisel drogların belirli bir saflık derecesinde olması istenir. Droglarda bulunmasına izin verilen organik ve inorganik safsızlıklar için sınır değerler Farmakope ve benzeri standart kitaplarında verilir. Bu standartlara göre bitkisel materyal; küf, böcek artığı ve hayvan pislikleri içermemelidir. Özel bir durum olmadıkça Avrupa Farmakopesi 2005'e göre yabancı madde miktarı % 2'den çok olmamalıdır. Farmakope standartlarına göre çalışma materyalini oluşturan bitkinin drog dışındaki herhangi bir kısmı, droğun elde edildiği bitkiden kaynaklanmayan herhangi bir bitkisel organ ve inorganik artıklar yabancı madde olarak tanımlanır.

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Origan herba (kekik)
- Analitik terazi
- Bir parça kağıt
- Pens

Şekil 6.1

*Yabancı Madde
Miktar Tayini.
(G.İşcan)*



Deneyin Yapılışı

1. 100-500 g drog tam olarak tartılır.
2. Temiz bir kağıt üzerinde ince bir tabaka halinde yayılır.
3. Yabancı maddeler çıplak göz ile veya x6 büyütme mercek altında ayıklanır.
4. Yabancı kabul edilen kısımlar tartılır ve yüzdesi hesaplanır.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 6.1'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu "yorum" kısmında tartışınız.

Deney süresince yapacağınız tüm tartım sonuçlarınızı kaydediniz.



DİKKAT

SONUÇ	
Drog tartımı	g
Yabancı madde tartımı	g
Yabancı madde miktarı	%.....
Yorum:	

Tablo 6.1

Yabancı Madde
Miktar Tayini
DeneySEL Verileri.

200 g olarak tartılan bir droğa 3,5 g yabancı madde saptanmıştır. Droğun Farmakope'ye uygunluğunu tartışınız.



SIRA SİZDE

1

Şekil 6.2

*Kroze içinde
Droğun Yakılması
ve Kül Fırını.
(G. İşcan)*



KÜL MİKTAR TAYİNİ DENEYLERİ

Kül miktar tayini, droglardaki inorganik kirliliklerin belirlenmesinde kullanılır. Yakılma anında organik maddelerdeki karbon, CO₂ haline geçer ve geride sadece inorganik maddeler kalır. Drog eğer toprak, kum, taş gibi kirlilikler taşıyorsa inorganik madde miktarı yüksek olacağından kül miktar tayini sonunda yüksek değerler bulunur.

Farmakopede bütün kül, hidroklorik asitte çözünmeyen kül ve sülfat külü olarak üç farklı test bulunmaktadır. Bu ünite kapsamında bütün kül ve hidroklorik asitte çözünmeyen kül uygulamaları yapılacaktır.

BÜTÜN KÜL MİKTAR TAYİNİ

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Origan herba (kekik)
- Filtre kağıdı
- Porselen kroze
- Sac ayak
- Maşa
- Desikatör
- Kül fırını
- Analitik terazi

Deneyin Yapılışı

1. Bir silika veya porselen kroze 30 dakika, kor hale gelinceye kadar kızdırılır.
2. Desikatörde soğutulur ve hassas terazide tartılır.
3. Aksi belirtilmedikçe tam tartımlı 1.00 g drog krozeeye konur.
4. Açık alevde duman çıkmayıncaya kadar yakılır. Sonra 600°C'lik kül fırınında tamamen yanıncaya kadar bırakılır.
5. Fırından alınan kroze desikatörde soğutulur. Tekrar tartılır.
6. Bu tartımdan boş kroze ağırlığı çıkarılarak kül miktarı bulunur, yüzde cinsinden ifade edilir.
7. Bütün kül deneyinden elde edilen numune diğer deney için saklanır.

DİKKAT



Deney süresince yapacağınız tüm tartım sonuçlarınızı defterinize kaydediniz. Açık ateş ve kül fırını ile çalışılacağından mutlaka koruyucu eldiven ve gözlük kullanınız.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 6.2'ye kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu tartışınız.

SONUÇ	
Boş kroze tartımı	g
İşlem sonunda kroze tartım	g
Bütün kül miktarı	%.....
Yorum:	

Tablo 6.2

Bütün Kül Miktar
Tayini DeneySEL
Verileri.

HİDROKLORİK ASİTTE ÇÖZÜNMEYEN KÜL MİKTAR TAYİNİ

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Porselen kroze
- Maşa
- Filtre kağıdı
- Sac ayak
- Desikatör
- Su banyosu
- Kül fırını
- % 10'luk hidroklorik asit
- pH kağıdı
- Analitik terazi

Deneyin Yapılışı

1. Bütün külden elde edilen kalıntı üzerine 6 ml su ve 4 ml % 10'luk HCl ilave edilir ve karışımı taşıyan kroze, su banyosu üzerinde 10 dakika süreyle kaynatılır, soğutulur.
2. Krozenin içindeki karışım, yakıldığında kül bırakmayan filtre kağıdından süzülür. Kağıt ve bakiye, yıkama suları nötr reaksiyon verinceye kadar sıcak su ile yıkanır.
3. Filtre kağıdı, üzerindeki bakiye ile birlikte bir krozeyle alınır, yakılır.
4. Desikatörde soğutulup tartılır. Bu işlem **sabit tartım** gelene kadar tekrarlanır.
5. Son tartımdan boş kroze ağırlığı çıkarılarak asitte erimeyen kül miktarı bulunur, yüzde cinsinden ifade edilir.

Sabit tartım, iki tartım arasındaki farkın 0,0001g'ı geçmemesidir.

DİKKAT



Deney süresince yapacağınız tüm tartım sonuçlarını kaydediniz. Açık ateş ve kül fırını ile çalışılacağından koruyucu eldiven ve gözlük kullanınız.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 6.3'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu tartışınız.

Tablo 6.3

*Hidroklorik Asitte
Erimeyen Kül Miktar
Tayini DeneySEL
Verileri.*

SONUÇ	
Boş kroze tartımı	g
İşlem sonunda kroze tartım	g
Asitte erimeyen kül miktarı	%.....
Yorum:	

Su ile doyurulmuş ksilen:

Ksilen en az yarısı kadar hacimdeki su ile ayırma hunisine konur ve ara sıra çalkalanarak bir gün bekletilir, su kısmı uzaklaştırılır.

DİSTİLYASYONLA SU MİKTAR TAYİNİ

Drogların su taşıması, ekonomik olmaması yanında uygun sıcaklıkta enzimlerin faaliyete geçmesiyle kolay bozulmalarına neden olur. Ayrıca mikroorganizmalar için uygun üreme ortamı oluştururlar. Çoğu bitkisel drog; küf mantarı, sinek ve böceklerin gelişimi için gerekli gıda maddelerini taşıdığı için bu canlıların saldırısına uğrar ve drogda bozunma hızla yayılır. Droglardaki su miktarının belirlenmesi, drog kalitesi için büyük önem taşımaktadır. Uçucu yağ taşıyan droglarda su miktar tayini için distilasyon ile gerçekleştirilen volumetrik yöntem kullanılır.

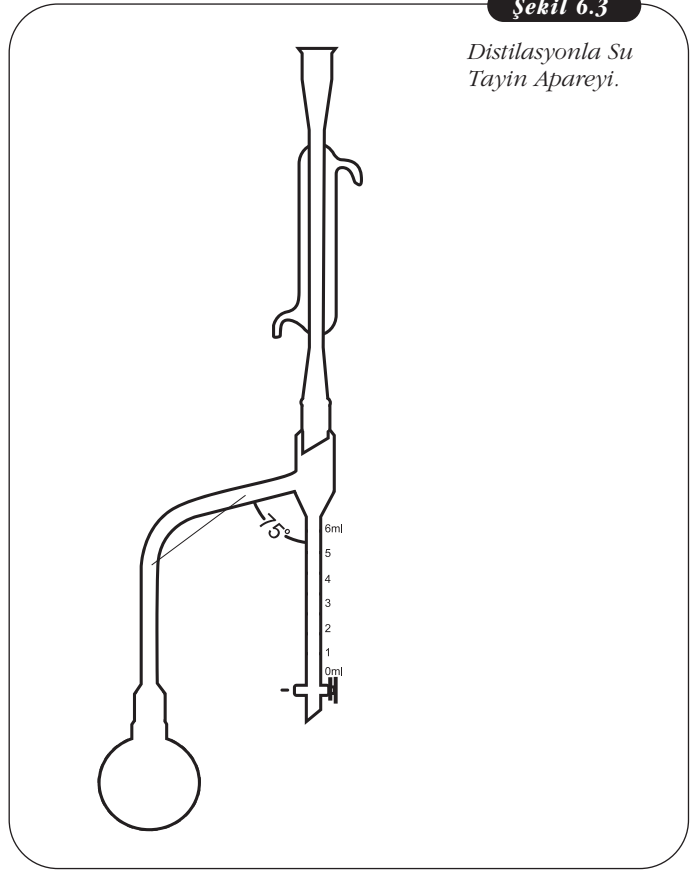
Bu yöntem materyalde bulunan suyun ksilen buharı ile sürüklenmesi ve soğutucudan ayrılan suyun dereceli kısımda toplanıp ölçülmesinden ibarettir.

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Origani herba (100 g)
- Suyla doyurulmuş ksilen
- Distilasyonla su tayini apareyi

Deneyin Yapılışı

1. Deneyde 250 ml'lik balon üzerine suyun birikeceği bir dereceli tüp ve soğutma kısmı ≥ 20 cm uzunlukta bir soğutucudan meydana gelmiş aparey kullanılır (Şekil 6.3).
2. 10-100 g kaba toz halindeki materyal ve birkaç kaynama taşı parçası balona konur, üzerine 100 ml **su ile doyurulmuş ksilen** ilave edilir.
3. Kaynatılır. Kaynama, distile olan ksilenin berrak hale geçmesine kadar en az 1 saat devam eder.
4. Tüpte toplanan ksilen-su karışımının tamamen ayrılması için bekle-nir, daha sonra tüpün dip kısmında toplanan su miktarı ml cinsinden okunur ve buradan % (h/a) su miktarına geçilir.



Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda apareyin dereceli kısmında okuduğunuz su miktarından yola çıkarak % su miktarını hacim/ağırlık cinsinden hesaplayarak Farmakopeye uygunluğunu Tablo 6.4'te tartışınız.

SONUÇ	
Drog miktarı	g
Dereceli kısımda okunan değer	ml
%Su miktarı (a/h)	%.....
Yorum:	

Tablo 6.4

Distilasyonla Su Tayini Deneysel Verileri.

KURUTMADA SU KAYBI TAYİNİ

Uçucu madde taşımayan droglardaki (*Digitalis folium*, nişasta, Aloe gibi) su miktarının belirlenmesi için kullanılan gravimetrik bir yöntemdir. Droğun 105°C'de ısıtılmasıyla meydana gelen ağırlık kaybının hesaplanması ve sonucun % şeklinde verilmesi esasına dayanır.

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Cam tartı kabı
- Etüv
- Triticum aegyptium (Buğday nişastası)
- Analitik terazi

Deneyin Yapılışı

1. Etüvde ısıtılarak sabit tartıma getirilmiş porselen kroze veya cam tartı kabı tartılır (P), içerisine 2-5 g drog konur ve tam olarak tartılır (P1).
2. 2 saat süre ile 100-105°C lik etüvde kurutulur. Bir desikatörde soğutulduktan sonra tartılır (P2). Bu işlem sabit vaze gelene kadar tekrarlanır.
3. Aşağıdaki denkleme göre drogdaki yüzde su miktarı hesaplanır.

$$\%Su \text{ miktarı} = \frac{P1 - P2}{P1 - P} \times 100$$

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 6.5'e kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu tartışınız.

Tablo 6.5
Kurutmada Kayıp
Deneysel Verileri.

SONUÇ	
P: Boş krozenin ağırlığı	g
P1: Kroze + yaş drog ağırlığı	g
P2: Kroze + kuru drog ağırlığı	g
% su miktarı	%.....
Yorum:	

18,5 g tartılan yaş drog, kurutma sonunda 17,5 gr tartılmıştır. Boş kroze ağırlığı 10 g olduğuna göre drogtaki % su miktarını hesaplayınız.



SIRA SİZDE

MÜSİLAJ ŞİŞME İNDİSİ TAYİNİ

Şişme indisi, 1 g droğun sulu bir sıvıda 4 saat şişmesi sonucu, üzerinde oluşan müsilağ dahil, ölçülen mililitre cinsinden hacmidir. Deneyde örnek olarak kullanılacak drog *Linum usitatissimum* (keten)'ün kurutulmuş olgun tohumlarıdır. ABD, Türkiye, Kanada ve Hindistan'da lif ve tohumları için ekilmektedir. Tohumlar 4-6 mm uzunlukta, 2-3 mm genişlikte, oval, yassı taneler halinde, kahverengi, kokusuz, yağlı ve müsilağ lezzetlidir.

Deneyde Kullanılacak Madde ve Malzemeler

- Lini semen (keten tohumu)
- Şilifli kapaklı mezür

Deneyin Yapılışı

1. Tunç havanda 1 g kaba toz edilmiş drog şişme indisi tayin tüpüne konur.
2. Üzerine 25 ml su ilave edilir. Ağzı kapatılarak 1 saat sık sık, sonra ara sıra çalkalanır.
3. Droğun kapladığı hacim ml olarak okunur. 4 saat 15-20°C'de dinlenmeye bırakılır.
4. Bu süre sonunda droğun müsilağ ile birlikte kapladığı hacim ml olarak okunur. Okunan değerler arasındaki fark, ml cinsinden şişme indisini verir.
5. Okumalar, mezür ters çevrilerek yapılır.



Şekil 6.4

Müsilağ Şişme İndisi Tayini, Lini semen. (G. Işcan)

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz verileri Tablo 6.6'ya kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu tartışınız.

Tablo 6.6

*Müsilaj Şişme İndisi
Deneyisel Verileri.*

SONUÇ	
İlk okunan hacim	ml.
4 saat sonunda okunan hacim	ml.
Şişme indisi (ml):	
Yorum:	

SABİT YAĞLARDA ASİTLİK İNDİSİ TAYİNİ

Sabit yağların saflık analizlerinde yoğunluk, kırılma indisi, optik çevirme, viskozite, su miktarı, çözünürlük ve yabancı yağ kontrolü önemli kriterlerdir. Fiziksel sabitlerden başka kimyasal sabitler de kaliteyi belirleyici unsurlardır. Bunlar asit indisi (A.İ.), *sabunlaşma indisi* (S.İ.), *sabunlaşmayan madde miktarı*, alkalın kirlilik tayini, ester indisi (E.İ.), peroksit sayısı (P.S.) ve iyot indisi (İ.İ.) gibi değerlerdir.

Bu ünite de örnek deney olarak asitlik indisinin nasıl belirlendiği incelenecektir. Asitlik indisi Farmakope’de, 1 g yağda bulunan serbest yağ asitlerini nötralleştirmek için harcanan potasyum hidroksitin (KOH) mg cinsinden miktarı olarak tanımlanmaktadır.

Deney İçin Gerekli Madde ve Malzemeler

- Olivae oleum (zeytinyağı)
- 250 ml’lik erlen
- Eter
- %96’lık etanol
- Fenolftalein reaktifi
- 0.1 M potasyum hidroksit
- 50 ml’lik büret

Deneyin Yapılışı

1. 250 ml’lik bir erlen de 10 g numune tam olarak tartılır (A).
2. Numune, eter ve % 96’lık etanol (1:1) karışımının 50 ml’sinde çözülür.
3. 0,5 ml fenolftalein reaktifi ilavesinden sonra 0,1 M potasyum hidroksit çözeltisi ile devamlı çalkalayarak pembe renk oluşuncaya kadar titre edilir (a).

4. Pembe renk 15 saniye sabit kalınca titrasyona son verilir. Asitlik indisi aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanır:

$$A.I. = \frac{a \times 5,610}{A}$$

Sonuçlar ve Yorum

Deney sonucunda elde ettiğiniz asitlik indisi değerini Tablo 6.7'ye kaydediniz. Bu verilere göre size verilen numunenin Farmakope standartlarına uygunluğunu tartışınız.

SONUÇ	
Asitlik İndisi (A.I.)	
Yorum:	

Tablo 6.7
Asitlik İndisi Tayini
DeneySEL Verileri.

10 g badem yağını nötralleştirmek için harcanan KOH miktarı 0,8 ml'dir. Örnek numunenin asitlik indisini hesaplayınız.



SIRA SİZDE

Özet

İlaç, kozmetik, gıda ve gıda katkı maddesi olarak kullanılan tıbbi ve aromatik bitkilerin, ticarete sevk edildiklerinde, belirli kalite standartlarına uymaları beklenir. Yapılan çalışmalarda bitkisel tedavilerin başarısız sonuçlanmasının başta gelen nedenleri arasında, kullanılan ham maddenin yetersizliği ve kalite standartlarına uymaması gösterilmektedir. Bitkisel droglar için kalite standardı, Farmakope ve kodekslerdeki ilgili monograf-larda belirtilir.

Bu uygulamalı ünite tamamlandığında numune olarak verilen drog ile Farmakope'de bulunan testlerin bir kısmı gerçekleştirilip elde edilen sonuçlar, droğa ait monografa olması gereken sınır değerler ile karşılaştırılarak standartlara uygunluğu belirlenmiş olacaktır.

Türk Farmakopesi 2004'ten seçilen bu yöntemler kullanılarak laboratuvar ortamında birebir drogların kalite kontrol ve sınır değer testlerini gerçekleştirebileceksiniz.

Kendimizi Sınayalım

1. Bitkisel droglarla ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- a. Bitkisel droglar için kalite standartları, Farmakope vb. kodekslerde bulunmaktadır.
- b. Bitkisel droglarda öncelikle organoleptik ve makroskobik kontroller yapılır.
- c. Drog toz halinde ise, yalnızca mikroskobik ve organoleptik kontroller yeterlidir.
- d. Aksine bir kayıt yoksa, bitkisel droglarda yabancı madde miktarı % 2'den fazla olamaz.
- e. Renk, tat, koku; organoleptik karakterlerdir.

2. Bütün Kül Deneyiyle ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- a. Yanmış drog, 600°C'lik kül fırınında tamamen yanınca kadar bırakılır.
- b. Bu deney inorganik kirliliklerin belirlenmesinde kullanılır.
- c. Drog, kül fırınına koyulmadan önce kroze içinde açık alevde yakılır.
- d. HCl kullanılarak, yanma kolaylaştırılır.
- e. Kullanılan kroze, sabit tartıma gelinceye kadar desikatörde bekletilir.

3. Uçucu yağ taşıyan bir droga, aşağıdaki testlerden hangisi **uygulanamaz**?

- a. Kül miktar tayini
- b. Kurutmada kayıp
- c. Uçucu yağ miktar tayini
- d. Distilasyonla su miktarı tayini
- e. Yabancı madde miktar tayini

4. 10 g zeytinyağını nötralleştirmek için harcanan KOH miktarı 0.5 ml ise bu numunenin asitlik indisi ne kadardır?

- a. 0.28
- b. 0.89
- c. 28
- d. 89
- e. 112.2

5. Aşağıdakilerden hangisi sabit yağların kalite kontrolünde **kullanılmaz**?

- a. Sabunlaşma indisi
- b. Ester indisi
- c. Yoğunluk
- d. Sabunlaşmayan madde miktarı
- e. Uçurma artışı

6. Aşağıdakilerden hangisi sabit yağların saflık analizinden kullanılan kriterlerden biri **değildir**?

- a. Kırılma indisi
- b. Alkalın miktarı
- c. Çözünürlük
- d. Viskozite
- e. Optik çevirme

7. Musilaj Şişme İndisi tayininde kullanılan drog aşağıdakilerden hangisidir?

- a. Origani herba
- b. Tritici amyllum
- c. Olivae oleum
- d. Lini semen
- e. Aloe

8. Musilaj Şişme İndisiyle ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- a. Farmakope'de belirtilen bekleme süresi 4 saattir.
- b. Sonuç mililitre olarak verilir.
- c. 15-20°C'de gerçekleştirilir.
- d. Drog, bütün olarak kullanılmalıdır.
- e. İşlem, 25 ml'lik dereceli tayin tüpünde gerçekleştirilir.

9. Asitlik indisi deneyiyle ilgili Aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- a. KOH ile yapılan titrasyon ile belirlenir.
- b. Renk reaktifi fenoltaleindir.
- c. Sabit yağ numunesi etanol-su karışımında çözülerek kullanılır.
- d. Sonuç % değer olarak hesaplanır.
- e. İlk ve son hacim ölçümünün farkı sonuç olarak verilir.

10. Yabancı madde miktarı ile ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- a. Kül miktar tayininde drog, 600°C'de yakılır.
- b. Bitkinin drog olarak kullanılmayan diğer kısımları, yabancı madde kabul edilmez.
- c. Kurutmada kayıp deneyinde drog, 100-105°C'de ısıtılır.
- d. Distilasyonla su miktar tayini, suyun kesilen buharı ile sürüklenmesi esasına dayanır.
- e. Distilasyonla su miktarı tayini sonucu, hacim/ağırlık cinsinden verilir.

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. c Yanıtınız yanlış ise “Bitkisel Droglara Uygulanan Sağlık Tayinleri” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. d Yanıtınız yanlış ise “Bütün Kül” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. b Yanıtınız yanlış ise “Kurutmada Kayıp” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. a Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağlarda Asitlik İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. e Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağlarda Asitlik İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. b Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağlarda Asitlik İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. d Yanıtınız yanlış ise “Müsilaj Şişme İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
8. d Yanıtınız yanlış ise “Müsilaj Şişme İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. c Yanıtınız yanlış ise “Sabit Yağlarda Asitlik İndisi” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. b Yanıtınız yanlış ise “Yabancı Madde Miktar Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Sıra Sizde Yanıt Anahtarı

Sıra sizde 1

200 g drogda 3,5 g yabancı madde varsa 100’de 1.75 oranında olduğu kolayca hesaplanır. Bu oran Avrupa Farmakopesi 2005’e uygundur.

Sıra sizde 2

Verilen değerler formülde yerine konduğunda % 11,7 oranında su miktarı olduğu belirlenir.

Sıra sizde 3

Verilen değerler formülde yerine konduğunda asitlik indisi 0,4 olarak bulunur.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Avrupa Farmakopesi**, Vol.2, (2005). Strasbourg, France.
- Başer, K.H.C., Kırmıner, N., Koşar, M., Tunaker, Z. (2008). **Farmakognozi 3 Uygulamaları El Kitabı**, Anadolu Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Eskişehir.
- Başer, K.H.C. (1997). **Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin İlaç ve Alkollü İçki Sanayilerinde Kullanımı**, İstanbul Ticaret Odası Yayınları, No: 1997-39, Mega Ajans, İstanbul.
- Baytop, T., (1986). **Farmakognozi Ders Kitabı**, Cilt I, İstanbul, İstanbul Üniv.Yay.No.3399.
- Evans, W.C., (2001). **Trease and Evans Pharmacognosy**, USA, Bailliere Tindall.
- Türk Farmakopesi-Avrupa Farmakopesi Adaptasyonu**, (2004). Ankara, Türkiye.

7

Amaçlarımız

Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Katı ve sıvı özellikteki maddelerin yoğunluklarını hesaplayabilecek,
- Maddelerin optik çevirme açılarını hesaplayabilecek, bunu etkileyen faktörleri yorumlayabilecek,
- Maddelerin kırılma indislerini hesaplayabilecek, bunu etkileyen faktörleri yorumlayabilecek,
- Maddelerin erime noktalarını hesaplayabilecek ve bunu etkileyen faktörleri yorumlayabilecek,
- Maddelerin donma noktası başlangıcını tayin edebilecek ve bunu etkileyen faktörleri yorumlayabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Yoğunluk
- Kırılma İndisi
- Optik Çevirme
- Polarize Işık
- Piknometre
- Rekraktometre
- Polarimetre
- Erime Noktası
- Donma Noktası
- Dekstrojir
- Levojir
- Spesifik Çevirme Açısı
- Farmakope

İçerik Haritası

Tıbbi ve Aromatik
Bitki Laboratuvarı
(Uygulama Kitabı)

Fizikokimyasal
Testler

- GİRİŞ
- YOĞUNLUK TANIMI VE TAYİNİ
- SPESİFİK ÇEVİRME AÇISI TANIMI VE TAYİNİ
- KIRILMA İNDİSİ TANIMI VE TAYİNİ
- ERİME NOKTASI TAYİNİ
- DONMA NOKTASI BAŞLANGICI TAYİNİ

Fizikokimyasal Testler

GİRİŞ

Fizikokimyasal testler, bitkisel materyallerin kalite kontrollerinde büyük önem taşımaktadır. Başta sağlık ve gıda olmak üzere çeşitli amaçlarla kullanılan tıbbi ve aromatik bitkilerin belirli kalite standartlarına uygunluk göstermesi gerekmektedir. Bitkisel materyalin teşhis, saflık ve etkin bileşiklerinin tayin ve kontrolünde botanik, fizikokimyasal ve farmakolojik yöntemler kullanılmaktadır. Bitkisel materyal için bu yöntemlerle elde edilen değerlerin çeşitli Farmakope ve kodekslerdeki ilgili monograflarda verilen kalite standart değerleri ile uygunluk göstermesi gerekmektedir. Farmakope ve kodekslerde her drog için sınır test değerleri verilmektedir. Monograflarda belirtilen testlerin yapılması sonucu bitkisel materyal için bulunan değerlerin istenen sınırlar içinde olması gerekmektedir. Eğer bulunan değerler sınırlar içinde değilse materyalde herhangi bir safsızlık ya da bozunma olduğu düşünülmelidir. Bitkisel drog bir Farmakope veya kodekste kayıtlı olmadığı durumlarda bir standartının olup olmadığına bakılmalıdır. Bu standartlar;

Uluslararası Standartlar Örgütü

- ISO (International Organization for Standardization)

Ulusal Standart Kuruluşları

- ANSI (American National Standards Institute),
- BSI (Standards, Training, Testing, Assessment and Certification),
- AFNOR (Association Française de Normalisation),
- DIN (Deutsches Institut für Normung) (İngilizce: The German Institute for Standardization),
- AENOR (Spanish Association for Standardisation and Certification),
- TSE (Türk Standartları Enstitüsü)

gibi standartlardır.

Bazı bitkisel materyal ya da drog için herhangi standart mevcut olmayabilir, bu durumda bitkisel materyalin veya ürünün alıcı firmanın istediği spesifikasyonlar ve özelliklerle uyumlu olması gerekir.

Bitkisel materyalde öncelikle **organoleptik kontroller** yapılır. Daha sonra makroskobik ve mikroskobik kontrollere geçilir. Bunun yanı sıra materyal için yabancı madde miktarı, kül miktar tayini, su miktar tayini, uçucu yağ miktarı, optik değerler ile kalitatif ve kantitatif kimyasal testlerin yapılması ve bulunan değerlerin standart değerler ile karşılaştırılması gerekmektedir. Bu ünite kapsamında tıbbi ve aromatik özellikteki bitkilerden elde edilen uçucu yağlar için yapılan fizikokimyasal testler ile ilgili bazı uygulamalardan bahsedilecektir.

Organoleptik kontroller:
Duyu organları yardımıyla yapılan renk, tat, koku, görünüş kontrolü.



Organoleptik kontroller, ayrıca mikroskopik ve makroskopik kontroller hakkında daha fazla bilgi için kitabın 2. ve 3. ünitelerine bakınız.

YOĞUNLUK TANIMI VE TAYİNİ

Yoğunluk (d), bir maddenin kütlesinin hacmine oranı olarak tanımlanır. Uçucu yağlar için sabit sıcaklıkta yağın ağırlığının suyun ağırlığına oranlanması ile bulunur. Yoğunluk tayininde yağ miktarı yeterli ise piknometre kullanılır. Aksi takdirde sabit ağırlıklı 5 mL'lik kılcal borular (Drummond "microcaps") kullanılarak yoğunluk tayini yapılır (Resim 7.1).

Piknometre ya da kılcal boru önce boş halde tartılır, sonra distile su ve daha sonra uçucu yağ ile doldurularak tartılır ve yoğunluk hesaplanır.

Bazı maddelerin yoğunluk değerleri karşılaştırma amacıyla Tablo 7.1'de verilmiştir.



Suyun yoğunluğu 1.0 g/cm^3 'tür.

Resim 7.1

*Piknometre ve
Drummond
Mikrokapilleri.*



Tablo 7.1
*Bazı maddelerin
yoğunluk değerleri.*

Numune	Yoğunluk (g/cm^3)
Zeytinyağı	0.915-0.918
Seylan tarçını uçucu yağı	1.000-1.030
Öjenol	1.066
Gül uçucu yağı	0.844-0.868
Karvakrol	0.977

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Origani oleum (kekik yağı)
- Piknometre
- Pipet
- Terazî
- Termometre
- **Desikatör**
- Distile su
- Etil alkol
- Dietil eter
- Kağıt havlu

Desikatör: Nemsiz ortamda bulunması gereken maddelerin saklandığı cam kaplardır. Kapak, gövde ve delikli porselen tabla olmak üzere üç kısımdan oluşur. Nem çekici maddeler, tablanın alt kısmında bulunur. Nem çekici olarak silikajel ve susuz kalsiyum klorür gibi maddeler kullanılır. Desikatörlerdeki nemsiz kuru ortamın sürekliliğini sağlamak için nem çekici maddenin belirli aralıklarla değiştirilmesi gereklidir. Normal desikatör ve vakum desikatörü olmak üzere iki tipi bulunur.

Deneyin Yapılışı

Piknometre ile yoğunluk tayini şu şekilde yapılır:

1. Piknometre sırasıyla distile su, etil alkol ve dietil eter ile yıkanır.
2. Bu şekilde temizlenmiş piknometre, içinde hiç nem kalmayacak şekilde sabit tartıma getirilir ve desikatörde saklanır.
3. Yoğunluk tayininin önce piknometre, boş halde hassas terazide tartılır (a).
4. Daha sonra distile su ile içerisinde hava kabarcığı kalmayacak şekilde doldurulur. Piknometre, üzeri kağıt havlu yardımıyla hiç ıslaklık kalmayacak şekilde kurulur ve bu şekilde hassas terazide tartılır (b).
5. Piknometre boşaltılır, etil alkol ve dietil eter ile yıkanır, kurutulur.
6. Piknometre, yoğunluğu hesaplanacak numune ile tepeleme doldurulduktan sonra taşırmalı kapağı üzerine kapatılarak fazla sıvı dışarıya atılır. Sonra da üzeri, kağıt havlu yardımıyla hiç ıslaklık kalmayacak şekilde kurulur ve bu şekilde tekrar hassas terazide tartılır (c).
7. Su ve numune ile dolu piknometre ağırlıklarından boş piknometre ağırlığı çıkarılarak su ve numunenin net kütleleri bulunur.
8. Kütle / hacim oranından numunenin belli sıcaklıktaki yoğunluğu aşağıdaki formüle göre hesaplanır (*Burada ortam sıcaklığı 20°C olarak kabul edilmiştir.*).

$$d_{20} = \frac{c - a}{b - a}$$

a: boş kabın tartımı (g)

b: distile su ile dolu kabın tartımı (g)

c: yağ ile dolu kabın tartımı (g)

Kalibre etmek: Ölçümde kullanılan aletler, cihazlar zamanla sıcaklık, basınç, nem gibi dış etkenler nedeniyle hatalı ölçümler yapmaya başlarlar. Bu nedenle ölçme işinin doğruluğu açısından düzenli aralıklarla aletlerin kalibre edilerek hatalı ölçüm yapıp yapmadığının tespit edilmesi, eğer hatalıysa hata oranının bulunması ve bunun giderilmesi gerekmektedir.

Deney süresince yapacağınız tüm tartım sonuçlarını ve deney yapılan oda sıcaklığını kaydediniz.



DİKKAT

Kimyasalların ve aletlerin kullanımında ve de laboratuvar güvenliği konusunda dikkat edilmesi gereken hususlarla ilgili olarak Ünite 1'i yeniden gözden geçiriniz.



K İ T A P

Deneyisel çalışmalarda kullanılan tüm alet ve cihazların kalibre edilmiş olmasına dikkat edilmelidir.



DİKKAT

Sonuçlar ve Yorum

Deney sırasında elde ettiğiniz ölçüm sonuçlarını Tablo 7.2'ye kaydediniz. Elde ettiğiniz değeri, ölçümünü yaptığınız numune için Farmakope'de verilen değerle karşılaştırarak yorum kısmında tartışınız.

Tablo 7.2*Yoğunluk Tayini
DeneySEL Verileri.*

SONUÇ:	
Ölçüm yapılan ortamın sıcaklığı:	°C
Boş kabın tartımı:	g
Distile su ile dolu kabın tartımı:	g
Uçucu yağ ile dolu kabın tartımı:	g
Hesaplanan yoğunluk değeri:	d =
Yorum:	

SIRA SİZDE



1

Uçucu yağların yoğunlukları genellikle sudan azdır. Yoğunluk değeri sudan fazla olan uçucu yağlar var mıdır?

SPESİFİK ÇEVİRME AÇISININ TANIMI VE TAYİNİ

Optik çevirme özelliğine sahip sıvılardan ve **asimetrik karbon** atomu taşıyan katıların çözeltilerinden polarize ışık geçirildiğinde ışık, sapma gösterir. Polarize ışığın düzlemini sağa veya sola çeviren optikçe aktif maddelerin neden olduğu polarize ışık düzlemini döndürme açısını ölçmek için kullanılan yöntem *polarimetri*, bu amaçla kullanılan alete ise *polarimetre* denir.

Spesifik çevirme açısı ($[\alpha]_D^{20}$), mililitresinde 1 g aktif madde bulunan çözeltinin 1 dm uzunluğundaki tüpte ölçülen çevirme açısı olarak tanımlanır. Her aktif maddenin kendine özgü çevirme derecesi vardır. Polarize ışığı çevirme gücü, çözeltinin konsantrasyonuyla ilgilidir.

Polarimetre dört kısımdan oluşur:

1. Işık kaynağı: Genelde monokromatik ışık ve sodyum lamba (D) kullanılır.
2. Polarizatör: Polarize ışık elde etmeye yarayan Nicol prizmadır.
3. Numune tüpü: Numunenin bulunduğu, farklı uzunlukta olabilen ölçüm tüpüdür. Küçük çevirme açılarının doğru okunabilmesi, kısa örnek tüplerinin kullanılması ile mümkündür.
4. Analizör: Polarize ışık düzleminin dönme açısını ölçmeye yarayan ikinci bir Nicol prizmadır.

Optikçe aktif bir maddenin 1 g/mL yoğunluktaki çözeltisinin 1 dm uzunluktaki kısmının polarize haldeki sodyum lambasının sarı ışığının polarizasyon düzlemini çevirme açısına, maddenin spesifik çevirme açısı denir.

Optik çevirmeyi etkileyen faktörler şunlardır:

- Sıcaklık: Ölçümler genellikle $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 'de yapılır.
- Kullanılan ışığın dalga boyu: Tek bir dalga uzunluğuna sahip monokromatik ışık gereklidir. Genellikle dalga doyu 589.3 nm olan sodyum D lambası kullanılır. Eğer civa yeşili kullanılıyor ise dalga boyu 546.1 nm'dir.
- Işığın numune içinde aldığı yolun uzunluğu (l, dm)
- Maddenin yapısı (katı veya sıvı oluşu)
- Maddenin konsantrasyonu (c, g/100 ml)

Spesifik çevirme açısı, sıvılar ve katılar için farklı formüllerin yardımı ile hesaplanır.

$$\text{Sıvılar için } [\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \times d}$$

$$\text{Katılar için } [\alpha]_D^{20} = \frac{1000 \times \alpha}{l \times c}$$

Bu formüllerde yer alan ifadelerin açılımı şu şekildedir:

a: ölçülen sapma açısı

c: g/100 mL olarak bileşiğin konsantrasyonu

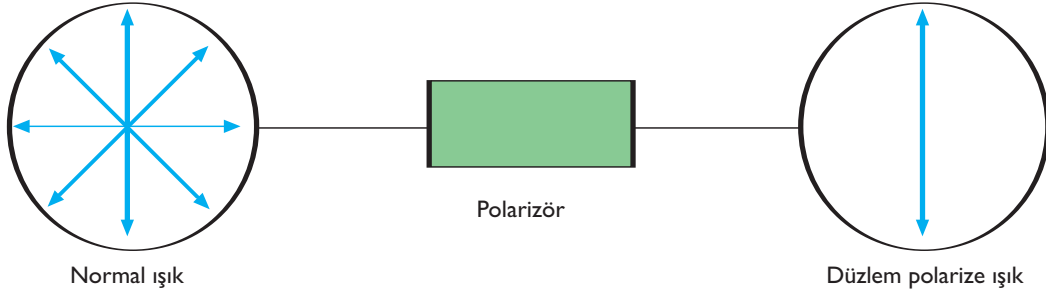
l: ışığın çözelti içinde aldığı yol (polarimetre tüpünün uzunluğu, dm cinsinden)

d: numunenin 20°C 'deki yoğunluğu

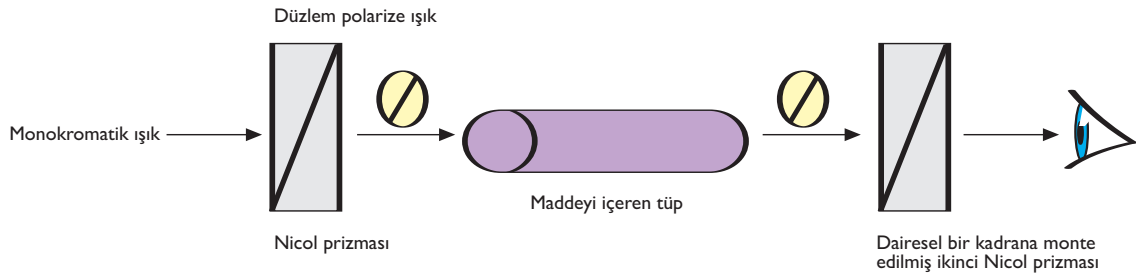
Düzlem polarize ışığın elde edilmesi: Şekil 7.1'den görüleceği üzere normal ışık, doğrudan doğruya bir kaynaktan gelen (örn. güneş veya bir alev) her yönde ve her düzlemde yayılan bir titreşim olayıdır. Düzlem polarize ışık ise yayılma yönüne dik olan tek bir düzlemde titreşen ışıktır. Düzlem polarize ışık, normal ışığın polaroid mercekler ya da Nicol prizması gibi polarizörlerden geçirilmesi ile elde edilir.

Asimetrik karbon: Dört farklı atom ya da grup içeren karbon atomudur. Asimetrik karbon atomu içeren organik bileşiklere optikçe aktif denir. Böyle maddeler üzerine gönderilen polarize ışık demetini sağa veya sola çevirirler.

Polarize ışık düzlemini saat yönünde sağa doğru çeviren bileşikler **dekstrojir**, sola doğru çeviren bileşikler ise **levojir** olarak isimlendirilir. Sağa çevirenler *d* veya (+), sola çevirenler ise *d* veya (-) sembolleri ile gösterilir.

Şekil 7.1*Düzlem Polarize Işık Oluşturulması*

Şekil 7.2'de de görüleceği üzere monokromatik ışık, önce bir Nicol prizmasından geçirilerek polarizlenir. Daha sonra optikçe aktifliği ölçülecek olan maddenin aşırı bir çözücündeki çözeltisi, polarimetrenin tüpüne konur ve bu tüpten düzlem polarize ışık geçirilir. Madde çözeltisinden geçen ışık, polarizasyon düzlemi belirli ölçüde sağa veya sola dönmüş olarak çıkar. Bu ışık ikinci bir Nicol prizmasından geçer. Bu prizma, dairesel bir analizöre monte edilmiştir.

Şekil 7.2*Polarimetrenin şematik gösterilişi.*

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Origan oleum (kekik yağı)
- Pipet
- Polarimetre
- Polarimetre tüpü
- Etil alkol

Deneyin Yapılışı

Uçucu yağ numunesinin optik çevirme açısı (α), elektronik dijital polarimetre yardımıyla ölçülür (Resim 7.2). Kalibrasyon ve ölçüm için numune miktarına uygun tüp seçilir (0.05, 0.5 ya da 5 dm'lik tüpler).

Kalibrasyon için

1. Belli konsantrasyonda şeker çözeltisi hazırlanır.
2. Seçilen tüp (temiz ve kuru) polarimetrenin ışık yoluna boş halde yerleştirilir.

3. Daha sonra hazırlanan şeker çözeltisi tüpe doldurulur ve alete ait dijital göstergeden çevirme açısı okunur ve literatür değeri ile karşılaştırılır. Eğer sapma yok ise uçucu yağ numunesinin ölçümüne geçilir.
4. Uçucu yağ numunesi hava kabarcığı kalmayacak şekilde temiz ve kuru bir tüpe doldurulur ve aletin ışık yolu üzerine yerleştirilir.
5. Alet üzerindeki dijital göstergeden numuneye ait optik çevirme açısı (α) okunur.
6. Okuma işlemi en az üç kez tekrarlanır ve ortalama değer bulunur.
7. İşlem bittikten sonra tüp, deterjanlı su ve ardından etil alkol ile temizlenir.
8. Spesifik çevirme açısı aşağıdaki formüle göre hesaplanır.

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \times d}$$

α : çevirme açısı
 l : tüp uzunluğu
 d : yoğunluk

Optikçe aktiflik, gıda sanayinde şekerlerin tanımlanmasında ve tayininde kullanılır. Bir şekerin (+) ve (-) formundan eşit oranda alıp karıştırırsak ışık ne sağa ne de sola çevrilir. Böyle karışımlara rasemik karışım denir. Bazı şekerlerin spesifik çevirme açıları Tablo 7.3'te verilmiştir.

Şeker molekülü	$[\alpha]_D^{20}$
D-Glukoz	+52.5
Sakkaroz	+63.3
Laktoz	+55.4
Maltoz	+136.8
L-Arabinoz	+104.5
D-Fruktoz	-92.3
D-Galaktoz	+80.2
D-Arabinoz	-105.0
D-Ksiloz	+18.8

Tablo 7.3
Bazı Şekerlerin
Spesifik Çevirme
Açıları.

Sonuçlar ve Yorum

Deney sırasında elde ettiğiniz ölçüm sonuçlarını Tablo 7.4'e kaydediniz. Elde ettiğiniz değeri, ölçümünü yaptığınız numune için Farmakope'de verilen değerle karşılaştırarak yorum kısmında tartışınız.

Tablo 7.4

*Spesifik Çevirme
Açısı Tayini Deneysel
Verileri.*

SONUÇ:	
Ölçüm yapılan ortamın sıcaklığı	 °C
Ölçümde kullanılan tüp uzunluğu (l)	cm
Uçucu yağın yoğunluk değeri (d)	
İlk okunan optik çevirme açısı değeri (α)	
İkinci okunan optik çevirme açısı değeri (α)	
Üçüncü okunan optik çevirme açısı değeri (α)	
Hesaplanan spesifik çevirme açısı değeri	$[\alpha] = \dots\dots\dots$
Yorum:	

Deney süresince polarimetreden okuduğunuz tüm değerleri ve deney yapılan oda sıcaklığını kaydediniz.



DİKKAT

Uçucu yağlar, genellikle optikçe aktif bileşikler içerirler. Uçucu yağlarda optik çevirmenin ölçülmesi saflık tayininde kullanılır. Farmakopelerde pek çok uçucu yağ ve madde için optik çevirme değerleri kayıtlıdır.



DİKKAT

Resim 7.2

Palorimetre ve Ölçümde Kullanılan Tüp.
(G.İşcan)



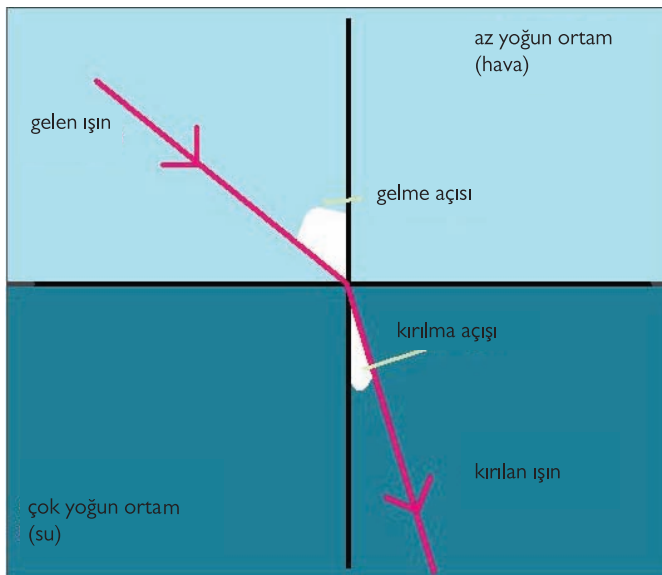
KIRILMA İNDİSİ TANIMI VE TAYİNİ $[n]_D^{20}$

Işık ışını, az yoğun ortamdan çok yoğun ortama geçerken belli bir açı ile kırılır (Şekil 7.3). Kırılma indisi, gelme açısı sinüsünün kırılma açısının sinüsüne (sin) oranıdır ve sıcaklığa bağlı bir değerdir.

$$[n]_D^{20} = \frac{\sin i}{\sin r}$$

Şekil 7.3

Işığın Kırılması.



Refraktometri, çözücü ve çözeltilerin ışığı kırma özelliğine dayalı bir yöntemdir. Kırılma indisi ölçümleri, hem kalitatif hem de kantitatif amaçla kullanılmaktadır. Ayrıca safsızlıkla maddenin kırılma indisi değiştiğinden özellikle uçucu yağların saflık tayinlerinde refraktometri önemlidir. Bir sıvının kırılma indisi, ışık ışınının havadaki gelme açısının sinüsünün, sıvıyı geçtikten sonraki kırılma açısının sinüsüne oranıdır.

Kırılma indisini etkileyen faktörler:

- Kullanılan ışığın dalga boyu,
- Ölçüm yapılan ortamın sıcaklığı,
- Basınç.

Ortamın soğurma yapmadığı dalga boyunda, dalga boyu değeri arttıkça kırılma indisi azalır. Ortamın soğurma yaptığı dalga boyu yakınlarında ise dalga boyu değeri arttıkça kırılma indisi artar. Bu nedenle kırılma indisi $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 'de ve genellikle sodyumun D çizgisi ışığı ($\lambda=589.3\text{nm}$) kullanılarak hesaplanır. Kırılma indisinin ölçüldüğü ışık alt indis ve ortamın sıcaklığı üst indis olacak şekilde $[n]_D^{20}$ gösterilir

Kırılma indisinin ölçülmesinde kullanılan alet refraktometredir. Üç tip refraktometre kullanılmaktadır. Bunlar Abbe, daldırma ve el refraktometreleridir.

Kırılma indisi ölçümünün kullanıldığı başlıca alanlar;

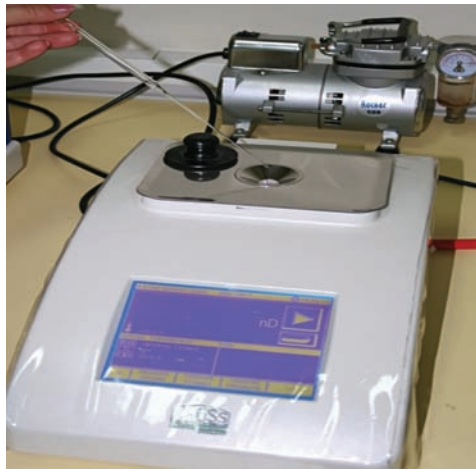
- Endüstride değişik grup maddelerin saflık kontrolünde,
- Kırılma indisleri ile konsantrasyon arasındaki ilişkiden dolayı konsantrasyon tayininde (Kırılma indisi ölçülerek konsantrasyon hesaplamasında konsantrasyon arttıkça kırılma indisinin doğrusal olarak arttığı gösterilmiştir.)
- Şeker tayininde,
- Camda SiO_2 tayininde,
- Petrol ve petrol ürünlerinde aromatik hidrokarbonların tayininde kullanılmaktadır.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Organik oleum (kekik yağı)
- Pipet
- Refraktometre
- Aseton

Resim 7.3

Refraktometre.
(G. Işcan)



Deneyin Yapılışı

Uçucu yağların kırılma indisinin ölçümünde dijital refraktometre kullanılır (Resim 7.3).

1. Numuneye ait ölçüme geçmeden önce, refraktometrenin örnek konan haznesi distile su ve ardından asetona ile iyice temizlenir.
2. Uçucu yağ numunesi, bir pipet yardımı ile aletin haznesini dolduracak şekilde damlatılır (Resim 7.3).
3. Alet üzerindeki ekrandan numuneye ait kırılma indisi değeri okunur.
4. Okuma en az üç kez tekrarlanır ve bu değerlere ait ortalama değeri hesaplanır.

5. Ölçme işlemi tamamlandıktan sonra, aletin yağ konan haznesi aseton vb. çözelti ile ıslatılmış bir pamuk parçasıyla temizlenir.

Uçucu yağlar ışığı belli oranlarda kırarlar. Kırılma indisi, sıcaklığa bağlı bir değerdir. Bu nedenle deney yapılan ortam sıcaklığını kaydediniz.



DİKKAT

Sonuçlar ve Yorum

Ölçümler sonucunda okuduğunuz değerleri Tablo 7.5'e kaydediniz. Ortalama değeri hesaplayınız. Bulduğunuz değeri Farmakope'de verilen değer ile karşılaştırarak sonucu yorumlayınız.

SONUÇ:	
Ölçüm yapılan ortamın sıcaklığı	 °C
Ölçüm yapılan ışık ve dalga boyu (nm)	
İlk okunan kırılma indisi değeri [n]	
İkinci okunan kırılma indisi değeri [n]	
Üçüncü okunan kırılma indisi değeri [n]	
Ortalama kırılma indisi değeri	[n]=.....
Yorum:	

Tablo 7.5
Kırılma İndisi Tayini
DeneySEL Verileri.

SIRA SİZDE

2

Su dolu bir bardaktaki kaşık, bardak içindeyken kırık gibi görünür. Neden?

SIRA SİZDE

3

Bir akvaryuma üstten bakıldığında balıklar suyun yüzeyine çok yakın görünür. Neden?

ERİME NOKTASI TAYİNİ

Katı haldeki bir maddenin sıvı hale geçebilmesi için gerekli olan sıcaklık değeri, o maddenin erime noktası olarak bilinir. Erime noktası tayininde, dijital erime noktası tayin cihazı kullanılabildiği gibi uygun bir cam aparey (balon, erlen, tüp gibi) içinde de basit bir erime noktası tayin düzeniği kurularak maddelerin erime noktası tespit edilebilir (Şekil 7.4). Doğru ve sağlıklı sonuçlar elde edilebilmesi için öncelikle ölçümde kullanılacak termometre iyi kalibre edilmiş olmalıdır.

Erime noktasını etkileyen faktörler;

- Maddenin saflığı,
- Kristal haldeki maddeler için kristallerin büyüklüğü,
- Ölçümde kullanılan madde miktarı,
- Isıtma hızı.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

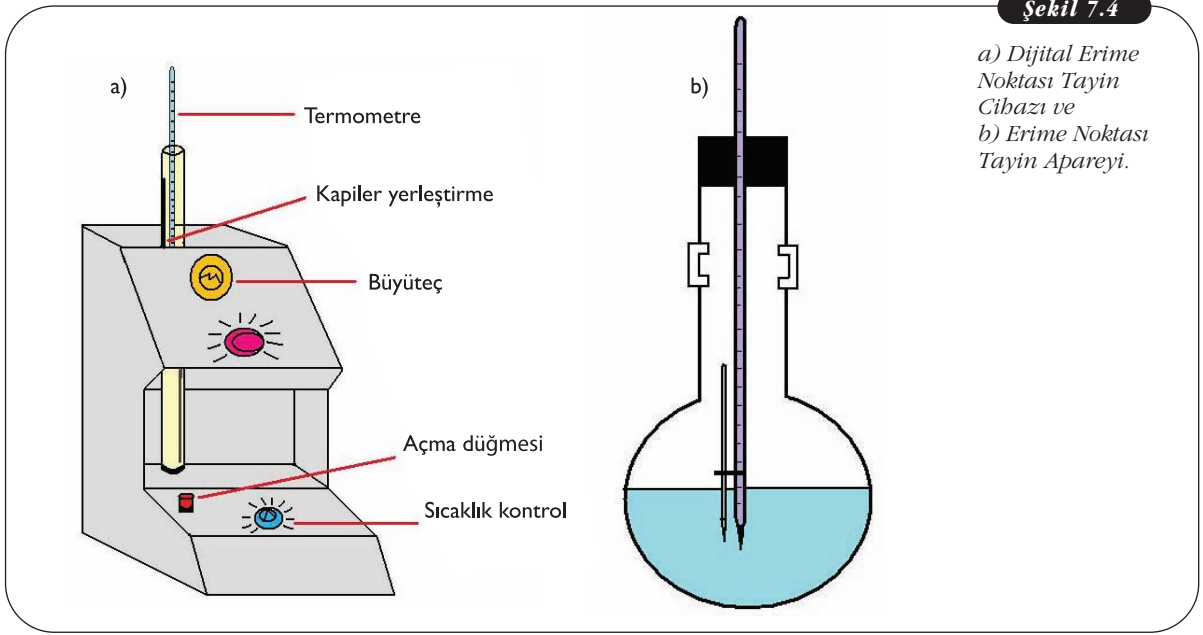
- **Kafein**
- Erime noktası tayin cihazı
- Termometre (0.5°C aralıklarla derecelendirilmiş olmalı.)
- Cam tüp (~1 mm iç çapında, 0.1-0.2 mm kalınlığında, bir ucu kapalı, cam kapiler tüp)

Deneyin Yapılışı

1. Numune, öncelikle kuru ve toz edilmiş olmalıdır. (Kafein 80°C'de 4 saat kurutulur.)
2. İnce cam tüpün dibine çok az miktar (4-6 mm yükseklikte) numune yerleştirilir.
3. Aparey, tahmin edilen erime derecesinin yaklaşık 10°C altına kadar ısıtılır.
4. Daha sonra ısıtma hızı dakikada 1°C artacak şekilde ayarlanır.
5. Sıcaklık tahmin edilen erime derecesinin 5°C altında iken kapiler tüp, kapalı ucu termometrenin haznesinin merkezine yakın olacak şekilde cihaza yerleştirilir.
6. Erimenin başladığı ve bittiği sıcaklıklar (erime aralığı) not edilmelidir.
7. Son partikülün de sıvı faza geçtiği sıcaklık, numune için erime noktası olarak kaydedilir.
8. Erime noktasının net bir sıcaklık noktası olarak saptanabildiği numunelerin saf oldukları düşünülebilir. Eğer erime, birkaç derecelik bir sıcaklık aralığında gerçekleşmiş ise bu tip numunelerin safsızlık içerdiği yorumu yapılabilir.

Kafein, 1,3,7-trimetilksantin. Kahve, çay gibi bitkilerde bulunan, $C_8H_{10}N_4O_2$ kimyasal formülüne sahip bir maddedir. İğne şeklinde renksiz, ince, parlak billurlar halinde olup kokusuz ve tadı acıdır.

Şekil 7.4



Erime noktası tayin cihazlarında kapilerin yerleşmesi için özel bir yer bulunmasına karşın basit düzeneklerde kapilerin dikkatle ve alt kısmı termometre haznesine mümkün olduğunca yakın olacak şekilde termometreye tutturulması gerekmektedir.



DİKKAT

Küçük hazneli termometreler, ortam sıcaklığındaki değişimlere çok daha duyarlı olmaları dolayısıyla erime noktası tayin düzeneklerinde, küçük hazneli termometreler tercih edilmelidir.



DİKKAT

Cihaz, Dünya Sağlık Örgütü'nün erime noktası için tavsiye ettiği referans maddeleri veya diğer uygun maddeler kullanılarak kalibre edilmelidir.



DİKKAT

Sonuçlar ve Yorum

Ölçümler sonucunda okuduğunuz değerleri Tablo 7.6'ya kaydediniz. Bulduğunuz değeri Farmakope'de verilen değer ile karşılaştırarak sonucu yorumlayınız.

SONUÇ:	
Bileşik adı	Erime noktası (°C)
Yorum:	

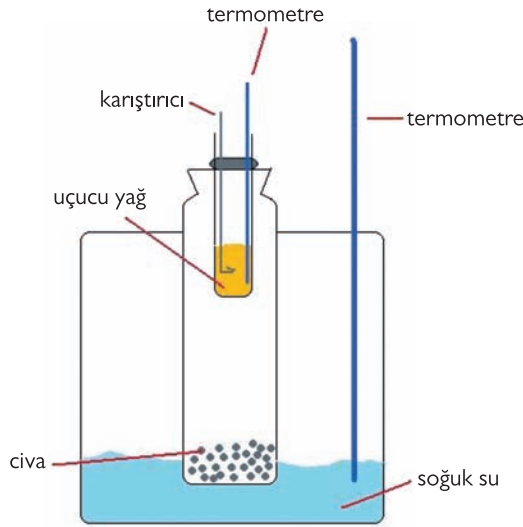
Tablo 7.6
Erime Noktası Tayini
Deneysel Verileri

DONMA NOKTASI BAŞLANGICI TAYİNİ

Donma noktası, çok soğutulan bir sıvının katılaşmaya başladığı andaki en yüksek sıcaklıktır. Bu amaçla, 25 mm çapında ve 150 mm uzunluğunda bir tüpün 40 mm çaplı ve 160 mm uzunluğunda bir başka deney tüpünün içine yerleştirilmesiyle oluşturulan bir aparey kullanılır. İç tüp, 175 mm uzunluğunda ve 0.2°C hassasiyete sahip bir termometre taşıyan bir kapakla kapatılır (Şekil 7.5). Termometrenin haznesi, tüpün dibinden 15 mm yukarıda olacak şekilde yerleştirilir. Kapakta, cam veya uygun bir materyalden yapılmış, ucu çubuğa dik açı yapan bir çember taşıyan bir karıştırıcı çubuğunun geçebileceği bir delik vardır. Ceketini ile birlikte iç tüp, içinde uygun bir soğutucu sıvı bulunan 1 L'lik bir behere üstten 20 mm kalıncaya kadar batırılır. Soğutma banyosuna da bir termometre konur.

Şekil 7.5

*Donma Başlangıcı
Tayin Cihazı.*



Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Oleum rosa (gül yağı)
- Beher (1 litrelik)
- Deney tüpü (25 mm çapında ve 150 mm uzunluğunda)
- Deney tüpü (40 mm çaplı ve 160 mm uzunluğunda)
- Termometre (175 mm uzunluğunda ve 0.2°C hassasiyete sahip)
- Karıştırıcı
- Su banyosu

Deneyin Yapılışı

Bu yöntem ile gül yağı çok yavaş olarak soğutulduğu zaman ilk kristalin görüldüğü andaki sıcaklık derecesi tayin edilir. Bu amaçla

1. Cihazın su banyosu $8 \pm 2^\circ\text{C}$ 'ye kadar soğutulmuş su ile doldurulur.
2. Deney tüpü içerisine yaklaşık 25 mL kadar gül yağı konur ve içerisine duvarlarından aynı uzaklıkta bulunacak şekilde termometre yerleştirilir.
3. Cihazı sarsmadan numune, dikkatli bir şekilde karıştırılır.
4. İğne şeklinde ilk kristalin görüldüğü andaki sıcaklık derecesi termometreden okunur.

Sonuçlar ve Yorum

Ölçümler sonucunda okuduğunuz değerleri Tablo 7.7'ye kaydediniz. Bulduğunuz değeri Farmakope'de verilen değer ile karşılaştırarak sonucu yorumlayınız.

SONUÇ:	
Bileşik adı	Donma noktası (°C)
Yorum:	

Tablo 7.7

*Donma Noktası
Başlangıcı Tayini
Deneysel Verileri.*

Özet

Bitkisel materyalin tanınması, saflıklarının kontrolü, etken maddelerinin teşhis ve miktar tayininde kullanılan analiz yöntemleri; tamamen fiziksel veya tamamen kimyasal yöntemler ile olabildiği gibi fiziksel ve kimyasal metodların birlikte uygulandığı fizikokimyasal kontroller şeklinde de olabilmektedir. Fizikokimyasal yöntemler, kantitatif ya da kalitatif amaçlarla uygulanabilmektedir. Bitkisel materyale uygulanan başlıca fizikokimyasal yöntemler olarak yoğunluk tayini, kırılma indisi ve spesifik çevirme açısının ölçülmesi, erime, donma ve kaynama noktalarının tayini, çözünürlük şeklinde özetlenebilir. Bu yöntemlerle elde edilen değerlerin o bitki numunesi için Farmakope monograflarında belirtilen değerlerle uyum içinde olması; numunenin saflığı, bozulmamışlığı ve kalitesi hakkında önemli bilgiler verir.

Kendimizi Sınayalım

1. Kırılma indisi ile ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi **yanlıştır**?

- Kullanılan ışığın dalga boyu, kırılma indisi değerini etkiler.
- Bir sıvının kırılma indisi, ışık ışınının havadaki gelme açısının sinüsünün, sıvıyı geçtikten sonraki kırılma açısının sinüsüne oranıdır.
- Kırılma indisi, çözücü ve çözeltilerin ışığı kırma özelliğine dayalı bir yöntemdir.
- Ölçüm yapılan ortamın sıcaklığı, kırılma indisi değerini etkilemez.
- Kırılma indisi ölçümleri hem kalitatif hem de kantitatif amaçla kullanılmaktadır.

2. Yoğunluk tayininde kullanılan aparey, aşağıdakilerden hangisidir?

- Polarizör
- Polarimetre
- Piknometre
- Polarimetri
- Refraktometre

3. Çözücü ve çözeltilerin ışığı kırma özelliğine dayalı olan yöntem, aşağıdakilerden hangisidir?

- Refraktometri
- Termometre
- Polarimetri
- Polarimetre
- Piknometre

4. Polarize ışık düzlemini saat yönünde sağa doğru çeviren bileşiklere ne ad verilir?

- Düzlem polarize ışık
- Monokromatik ışık
- Levojir
- Analizör
- Dekstrojir

5. Aşağıdakilerden hangisi polarimetrenin kısımlarından biri **değildir**?

- Işık kaynağı
- Termometre
- Polarizatör
- Analizör
- Örnek tüpü

6. Bir maddenin kütesinin hacmine oranını ifade eden kavrama ne ad verilir?

- Ağırlık
- Kütle
- Hacim
- Yoğunluk
- Özgül ağırlık

7. Aşağıdakilerden hangisi optik çevirme açısını etkileyen faktörlerden biri **değildir**?

- Maddenin erime noktası
- Sıcaklık
- Kullanılan ışığın dalga boyu
- Maddenin yapısı
- Maddenin konsantrasyonu

8. Katı haldeki bir maddenin sıvı hale geçebilmesi için gerekli olan sıcaklık değerine ne ad verilir?

- Kaynama noktası
- Yoğunlaşma noktası
- Buharlaşma noktası
- Donma noktası
- Erime noktası

9. Aşağıdakilerden hangisi uçucu yağların saflık tayininde kullanılan fizikokimyasal yöntemlerden biri **değildir**?

- Kırılma indisinin tayin edilmesi
- Kaynama noktasının tayin edilmesi
- Yoğunluğun tayin edilmesi
- Spesifik çevirme açısının ölçülmesi
- Erime noktasının tayin edilmesi

10. Aşağıdakilerden hangisi dijital erime noktası tayin cihazının kısımlarından biri **değildir**?

- Sıcaklık kontrol düğmesi
- Büyüteç
- Soğutucu
- Kapiler yerleştirme
- Termometre

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. d Yanıtınız yanlış ise “Kırılma İndisi Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. c Yanıtınız yanlış ise “Yoğunluk Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. a Yanıtınız yanlış ise “Kırılma İndisi Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. e Yanıtınız yanlış ise “Spesifik Çevirme Açısı Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. b Yanıtınız yanlış ise “Spesifik Çevirme Açısı Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. d Yanıtınız yanlış ise “Yoğunluk Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. a Yanıtınız yanlış ise “Spesifik Çevirme Açısı Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
8. e Yanıtınız yanlış ise “Erime Noktası Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. b Yanıtınız yanlış ise “Fizikokimyasal Testler ve Önemi” ile ilgili bölümünü tekrar gözden geçiriniz.
10. c Yanıtınız yanlış ise “Erime Noktası Tayini” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Sıra Sizde Yanıt Anahtarı

Sıra Sizde 1

Uçucu yağların yoğunlukları genellikle 0.8-1.0 arasındadır. Sudan hafif olmaları nedeniyle distilasyonla elde edilmeleri sırasında suyun üstünde toplanırlar. Nadiren yoğunluğu sudan ağır (1.0-1.5) uçucu yağlara rastlanır. Karanfil ve tarçın uçucu yağları, sudan ağır uçucu yağlara örnektir.

Sıra Sizde 2

Işığın kırılma indisi, farklı bir maddeye saydam bir maddeden giderken değişir. Bu nedenle boş bir bardak içine bir kaşık koyup bakarsak pek bir farklılık görmemize rağmen bardağa su koyup baktığımızda içindeki kaşık kırılmış gibi görünür.

Sıra Sizde 3

Az yoğun ortamdan çok yoğun ortamdaki cisimlere bakıldığında cisim daha yakında, çok yoğun ortamdan az yoğun ortamdaki cisimlere bakıldığında ise daha uzakta görünür. Sonuç olarak bulunulan ortamdan kırılma indisleri farklı saydam ortamlardaki cisimlere bakıldığında cisimler bulundukları yerlerden farklı yerlerde görünür.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

Avrupa Farmakopesi, Vol.2, (2005). Strasbourg, France.

Başer; K.H.C., Kırmır, N. (2009). **Bitkisel Droğların Kimyasal İncelenmesi, Farmakognozi III Uygulamaları El Kitabı**, Eskişehir.

Ergenç, N., Ateş, Ö., Gürsoy, A. (1985). **Eczacılar İçin Organik Kimya**, İstanbul Üniversitesi Yayınları, No: 3376, Acar Matbaacılık Tesisleri, İstanbul.

Evans, W.C. (2001). **Trease and Evans Pharmacognosy**, USA, Bailliere Tindall.

Türk Farmakopesi-Avrupa Farmakopesi Adaptasyonu, (2004). Ankara, Türkiye.

8

Amaçlarımız

Bu üniteyi tamamladıktan sonra;

- Kromatografi ve spektroskopi kavramını tanımlayabilecek,
- Kromatografik ve spektroskopik yöntemler ile yapılan analizlerin sonucunu yorumlayabilecek,
- Kromatogram ve spektrum arasındaki farkı açıklayabilecek,
- Kalitatif ve kantitatif olarak değerlendirme yapabileceksiniz.

Anahtar Kavramlar

- Kromatografi
- İnce Tabaka kromatografisi
- Gaz Kromatografisi (GK)
- Gaz Kromatografisi / Kütle Spektrometresi (GK/KS)
- Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi (YBSK)
- Spektroskopi

İçerik Haritası

Tıbbi ve Aromatik
Bitki Laboratuvarı
(Uygulama Kitabı)

Kromatografik /
Spektroskopik Test
ve Yöntemler

- GİRİŞ
- KROMATOĞRAFI
- KROMATOĞRAFIK TEKNİKLER
- İNCE TABAKA KROMATOĞRAFI (ITK)
- GAZ KROMATOĞRAFI (GK)
- SPEKTROSKOPİ

Kromatografik / Spektroskopik Test ve Yöntemler

GİRİŞ

Öğrencilerin deneysel çalışmaları yapabilmeleri ve deneylerin sonuçlarından faydalanabilmeleri için deney konuları içeren ders konularını gözden geçirerek laboratuvarlara katılmaları uygun olacaktır.

KROMATOGRAFI

Kromatografi, bir karışımda bulunan maddelerin başlangıçta bulunduklarından farklı bölge veya fazlarda ayrılmasını sağlayan analitik bir tekniktir.

Kromatografide geçerli olan mekanizmalar şunlardır:

1. **Adsorpsiyon**,
2. **Partisyon**,
3. **İyon değişirme** (İyon değişimi),
4. **Jel geçirgenliği** (Jel filtrasyon).

Kromatografide iki faz vardır. Bunlar, hareketli (mobil) ve hareketsiz (stasyoner) fazlardır. Bu fazlar katı, sıvı ve gaz halinde olabilirler ve birbirleri ile karışmazlar.

Kromatografik yöntemler, faz sistemlerine göre katı/sıvı, sıvı/sıvı, gaz/sıvı ve gaz/katı şeklinde sınıflandırılmaktadır.

Adsorpsiyon: Gaz, sıvı veya çözülmüş maddelerin bir adsorbanın yüzeyinde tutunmasına adsorpsiyon denir.

Partisyon: Bir karışımda bulunan maddelerin birden fazla çözücü içinde çözünürlükleri oranında dağılmasına partisyon denir.

Bu konu ile ilgili daha detaylı bilgilere Bilge Şener, Tefik Orbey ve Aytekin Temizer'in Modern Analiz Yöntemleri (1986) kitabından ulaşabilirsiniz.



K İ T A P

KROMATOGRFİK TEKNİKLER

Kromatografik teknikleri kapalı ve açık sütun kromatografisi adı altında iki grup halinde inceleyebiliriz.

I. Kapalı Sütun Kromatografisi

1. Sıvı Kromatografisi

- Sütun Kromatografisi (SK)
- Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi (YBSK)
- Orta Basıncılı Sıvı Kromatografisi (OBSK)
- İyon Değişimi Kromatografisi (IDK)
- Jel Kromatografisi (JK)

2. Gaz Kromatografisi

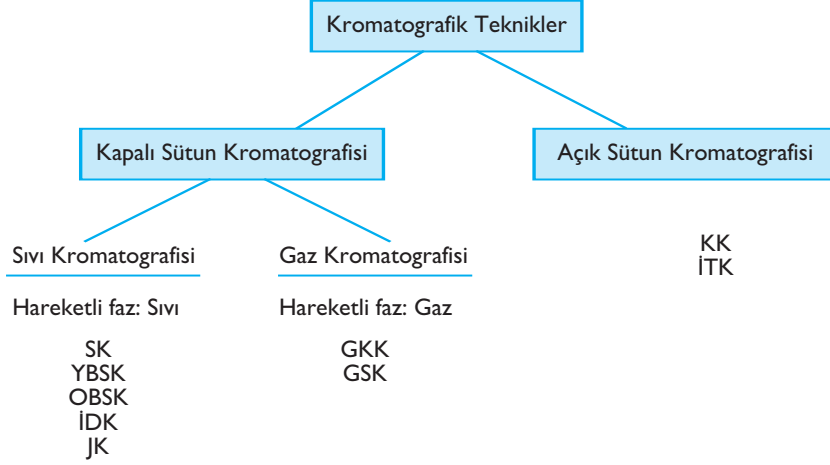
- Gaz-Katı Kromatografisi (GKK)
- Gaz-Sıvı Kromatografisinden (GSK)

II. Açık Sütun Kromatografisi

- Kağıt Kromatografisi (KK)
- İnce Tabaka Kromatografisi (İTK)

Şekil 8.1

Kromatografik Teknikler.



K İ T A P



Kromatografi konusunu daha iyi kavrayabilmek için “Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri” ders kitabındaki “Kromatografik Yöntemler” konusunu yeniden gözden geçiriniz.

İNCE TABAKA KROMATOĞRAFİSİ (İTK)

İnce tabaka kromatografisi, en çok kullanılan kromatografik tekniklerden biridir. İTK’de dört mekanizma da rol oynar (adsorpsiyon, partisyon, iyon değişirme ve ya iyon değişimi, jel geçirgenliği veya jel filtrasyonu). Bu yöntemde adsorban (hareketsiz faz), destek madde üzerine homojen olarak kaplanır. Kaplanmış olan bu

adsorban üzerine uygulanmak istenen standart maddeler ve numune, uygun bir çözücüde çözüldükten sonra pl düzeyinde nokta veya bant (preparatif çalışma) şeklinde uygulanır. Bu plâğa uygulama işlemi plâğın alt kısmından 1-2 cm yükseklikte ve aralarında 1-2 cm kalacak şekilde yapılır.

Uygulama yapılan plak/plaklar önceden çözücü karışımları konularak hazırlanmış tanklara yerleştirilir. Developpe işlemi ile ayrılan lekeler

Resim 8.1

Ultraviyole (UV) Lambaları (254 nm ve 365 nm).
(G. Işcan)



Developpe etme işlemi: Çözücünün adsorban tabaka ile temas ederek karışımdaki maddeleri çözerek sürüklemesine developpe etme denir.

ler renkli veya renksiz olabilir. Plakta renksiz olan lekelerin belirlenmesi için ultraviyole (UV) lambaları (254 nm ve 365 nm) veya reaktifler kullanılır.

Plakta ayrılan maddelerin R_f (tutunma faktörü) değeri aşağıdaki formülle bulunur.

$$R_f = \text{Maddenin yürüdüğü mesafe} / \text{Çözücünün yürüdüğü mesafe}$$

ve bu değerin tam sayı ile ifade edilebilmesi için hR_f değerleri hesaplanır.

$$hR_f = R_f \times 100$$

R_f değerini etkileyen çeşitli faktörler nedeni ile her zaman aynı sonuçlar elde

edilemeyebilir. Bunun için daha güvenilir olan R_x değeri kullanılır ve bu değer aşağıdaki formülle ifade edilir.

$$R_x = \frac{\text{Bilinmeyen maddenin yürüdüğü mesafe}}{\text{Standart maddenin yürüdüğü mesafe}}$$

UÇUCU YAĞIN İTK İLE İNCELENMESİ

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

Drog : Origani oleum

- Silikajel
- Diklorometan
- İTK tankı
- Kloroform
- İTK plağı
- Anisaldehit
- Kılcal boru
- Sülfürik asit -H₂SO₄

Deneyin Yapılışı

1. Farklı ebatlardaki cam plaklar, iyice temizlendikten sonra 1 m uzunluğundaki plak hazırlama aletine yerleştirilir.
2. Adsorban madde, su ile (1:2) oranında bir balon veya erlen-de karıştırılır (5 tane 20x20 cm plak için 30 g adsorban ve 60 ml su kullanılır.).
3. Homojen bir süspansiyon elde edildikten sonra plak dökme aletindeki hazneli kabın içersine süspansiyon dökülür. Bekletilmeden plaklar üzerinde bir yönde hareket ettirilir. Plaklar ince bir tabaka halinde adsorbanla kaplanmış olur. Analitik amaçlar için 0.25 mm, preparatif amaçlar için ise 0.5 veya 1 mm kalınlıkta adsorban tabakası kullanılır.
4. Adsorbanla kaplanan plaklar oda ısısında kurumaya bırakılır.
5. Sonra etüvde (100-120°C) 30 dakika veya 1 saat suyu tamamen uçurularak aktive edilir. Toz ve rutubetten korumak için kapalı bir yerde kullanılır.



Resim 8.2

*İnce Tabaka Kromatografisi Düzenegi.
(G. İşcan)*

İTK plaklarını laboratuvarda hazırlanabilirsiniz veya hazır plak alarak kullanabilirsiniz.



DİKKAT

6. Temiz ve kuru cam İTK tankı içersine yan duvarlarını kaplayacak şekilde filtre kağıdı yerleştirilir.
7. Tankın içersine hareketli faz koyularak kapağı kapatılır.
8. Tankın çözücü buharı ile doyması için bir süre beklenir.
9. Kekik yağının 1 damlası 1 ml kloroformda çözülerek numune çözeltisi hazırlanır.
10. Kekik yağının ana maddesi olan karvakrol' de kloroformda çözülerek standart madde çözeltisi hazırlanır.
11. Çözeltiler kılcal boru yardımıyla aralıklı olarak plağın alt kenarından en az 1cm olacak şekilde, önceden hazırlanarak aktive edilmiş İTK plağına nokta şeklinde uygulanır. Uygulama yapılan nokta, start olarak kabul edilir.

Resim 8.3

İnce Tabaka Kromatografisi ile İncelenen Kekik Yağı, Timol ve Karvakrol Standartı. (T. Kıyan)



12. Start' tan başlayarak 10cm yükseklik front olarak işaretlenir.
13. Plak tankın içerisine dik olarak yerleştirilip çözücüde developpe edilir.
14. Çözücü plak üzerinde 10 cm yürüdüğünde plak çıkartılır ve kurumaya bırakılır.
15. Plak tamamen kuruduktan sonra UV254 lambası altında incelenir.
16. Plak üzerinde oluşan lekeler gözlenir ve floresans veren lekeler işaretlenir.
17. Plaga belirteç olarak anisaldehit-sülfürik asit reaktifi püskürtülür ve kurutulur.
18. Plak 5-10 dakika etüvde 105° - 110°C'de ısıtılır ve renkler belirlenir.
19. Karvakrolün R_f ve hR_f değerleri hesaplanır ve plagin görünüşü çizilir.

Sonuçlar ve Yorum

Bu verilere göre;

- Tablo 8.1'i hesapladığınız R_f ve hR_f değerleri için doldurunuz.
- Hesapladığınız R_f değerlerini dikkate alarak size verilen droğun karvakrol içerip içermediği konusunda yorum yapınız.

Tablo 8.1

Uçucu Yağların İTK ile İncelenmesi sonucunda Elde Edilen Deneysel Veriler.

Partisyon mekanizması: Bir karışımda bulunan maddelerin birden fazla çözücü içinde çözünürlükleri oranında dağılmasına denir.

SONUÇ:		
Bileşikler	R_f	hR_f
Karvakrol (Numune çözeltisi)		
Karvakrol (Standart çözelti)		Transız
YORUM:		

GAZ KROMATOĞRAFİSİ (GK)

Gaz kromatografisinde 400°C'ye kadar buharlaşabilen ve buharlaştığı sıcaklıkta bozulmayan madde veya madde karışımlarının analizleri yapılabilir. Kromatografik mekanizmalardan sadece partisyon mekanizması geçerlidir. Hareketli faz gaz, hareketsiz faz ise katı veya sıvıdır. Günümüzde en çok kullanılan, hareketsiz fazın sıvı olduğu tekniktir.

Gaz kromatografisi analizi sonucunda standart madde veya maddeler ile karşılaştırma yapabilmek için gerekli şart nedir?



SIRA SİZDE

1

Uçucu özellikteki numune, uygun bir çözücüde çözüldükten sonra gaz kromatografisi cihazına enjekte edilir. Karışım içerisindeki bileşikler kolonun içerisinde geçmekte olan gazın basıncıyla sürüklenir. Partisyon mekanizmasına bağlı olarak çözünürlükleri oranında gaz ve sıvı fazlar arasında dağılırlar. Kolonu terk eden bileşikler, dedektör tarafından tespit edilir. Uçucu yağ çalışmalarında alev iyonizasyon dedektörü (FID-Flame İonization) kullanılır. Ayrılan bileşikler kaydedicide veya ekranda pikler halinde gözlenir.

Gaz kromatografisi ile bileşiklerin yağ içindeki bağlı yüzde miktarları belirlenir. Bir bileşiğin bağlı yüzdesi, karışımında bulunan tüm bileşiklerin pik alanlarının toplamı % 100 kabul edilerek o bileşiğin pik alanının toplam içerisindeki oranın hesaplanması ile bulunur. Bu işlem analiz sonunda cihaz tarafından otomatik olarak yapılır. Analiz sonucunda, bileşiklerin kolonda tutunma zamanları (R_t) dikkate alınarak standart maddeler ile karşılaştırmaları yapılır. Elde edilen verilere göre maddelerin neler olabilecekleri konusunda fikir yürütülebilir.

Bileşiklerin yapı tayinlerinin gerçekleştirilmesinde R_t değerinin yanında başka verilerin de bulunması gereklidir; çünkü R_t değerleri birbirine çok yakın olan bileşikler, yanlış tayin edilebilir. Doğru tayinlerin yapılabilmesi için gaz kromatografisi/kütle spektrometrisi (GC/MS) kullanılabilir.

Tutunma zamanı: Bileşiğin kolona girişi (enjeksiyon) ve çıkışı (tespit) arasında kalan süreye tutunma zamanı (R_t = Retention time) denir.

Yapı tayini çalışmalarında gaz kromatografisi ile kesin ve güvenilir sonuca ulaşmak mümkün müdür? Cevabınız hayır ise neden?



SIRA SİZDE

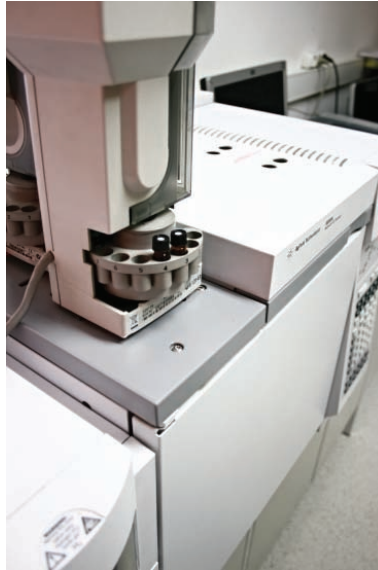
2

Konuyu daha iyi kavrayabilmek için “Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri” ders kitabındaki “Kromatografik Yöntemler” konusunu yeniden gözden geçiriniz.



K İ T A P

Modern laboratuvarlarda uçucu yağ analizleri gaz kromatografisi/kütle spektrometrisi sistemi ile yapılmaktadır. Gaz kromatografisi ile ayrılan her bileşik kütle spektrometresi ile dedekte edilmektedir. Bu amaçla kütle dedektörü kullanılmaktadır. Bu şekilde her bileşiğin R_t değerinin yanında molekül ağırlığı ve karakteristik bir kütle spektrumu elde edilmektedir. Molekülün parçalanması sonucu oluşan bu spektrumlar yorumlanarak bileşiklerin tayinleri daha güvenli bir şekilde gerçekleştirilir.



Resim 8.4

Gaz Kromatografisi/
Kütle Spektrometrisi
Sistemi. (G. İşcan)

UÇUCU YAĞLARIN GAZ KROMATOĞRAFİSİ (GK) VE GAZ KROMATOĞRAFİSİ / KÜTLE SPEKTROMETRESİ (GK/KS) İLE İNCELENMESİ

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

- Drog : Origani oleum (kekik yağı) veya Rose oleum (gül yağı)

Deneyde, laboratuvarında Clevenger apareyinde distilasyon ile elde edilen kekik uçucu yağı ve ticari olarak bir firma tarafından üretilmiş olan gül yağı kullanılacaktır.

K İ T A P



Deneyi daha iyi kavrayabilmek için kitabımızdaki “Ekstraksiyon ve Distilasyon Yöntemleri” ve “Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri ders kitabındaki Kromatografik Yöntemler” konularını yeniden gözden geçirin.

Uçucu yağların aşağıda verilen gaz kromatografisi (GC) ve gaz kromatografisi / kütle spektrometrisi (GC/MS) şartlarına uygun olarak analizleri yapılır. Gaz kromatografisi analizinde alev iyonizasyon dedektörü (FID), gaz kromatografisi / kütle spektrometrisi analizinde ise kütle spektrometrisi dedektörü kullanılır. Kromatogramda elde edilen bileşiklerin kütle spektrumları, kolonda tutunma zamanları gibi parametreleri incelenerek çeşitli doküman ve kütüphaneden spektrumların karşılaştırılması yapılarak ne olduğu belirlendikten sonra sonuçlar relatif yüzde olarak verilir.

Gaz Kromatografisi / Kütle Spektrometrisi Analiz Şartları:

Cihaz	: Agilent 5975 GC-MSD
Kolon	: HP-Innowax FSC (60 m x 0.25 mm, 0.25 m film kalınlığı)
Taşıyıcı Gaz	: Helyum
Akış	: 0.8 ml/dk
Split oranı	: 40:1
Sıcaklıklar	
Enjeksiyon	: 250°C
Arayüz	: 250°C
Sıcaklık Programı	: 60°C-10dk // 4°C/dk // 220°C-10 dk // 1°C/dk // 240°C
Elektron Enerjisi	: 70 eV
Mass Kütle Aralığı	: 35-450 m/z

Gaz Kromatografisi Analiz Şartları:

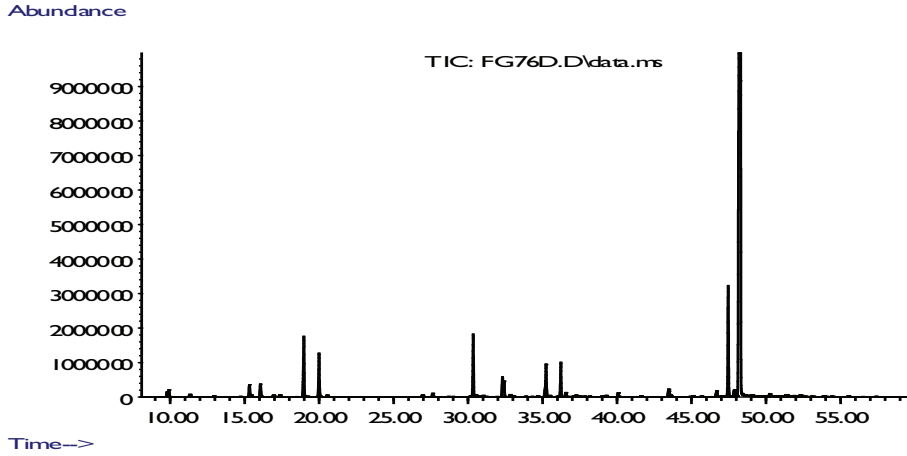
GK analiz koşulları; eş zamanlı olarak, GK/MS sistemindeki madde çıkış zamanları ile aynı olacak şekilde ayarlanmıştır (FID 300°C).

Cihaz	: Agilent 6890N GC system
Kolon	: HP-Innowax FSC (60 m x 0.25 mm, 0.25 m film kalınlığı)
Taşıyıcı Gaz	: Helyum (0.8 ml/dk)
Dedektör	: FID
Split oranı	: 40:1
Sıcaklıklar	
Enjeksiyon	: 250°C
Dedektör	: 300°C
Sıcaklık Programı	: 60°C-10dk // 4°C/dk // 220°C-10 dk // 1°C/dk // 240°C
Enjeksiyon Miktarı	: 1 µl

Kütüphane : BAŞER Uçucu Yağ Bileşenleri Kütüphanesi, Wiley ve Adams-LIBR (TP) Kütüphane Tarama Yazılımları

Şekil 8.2

Kekik Yağının Gaz Kromatogramı.



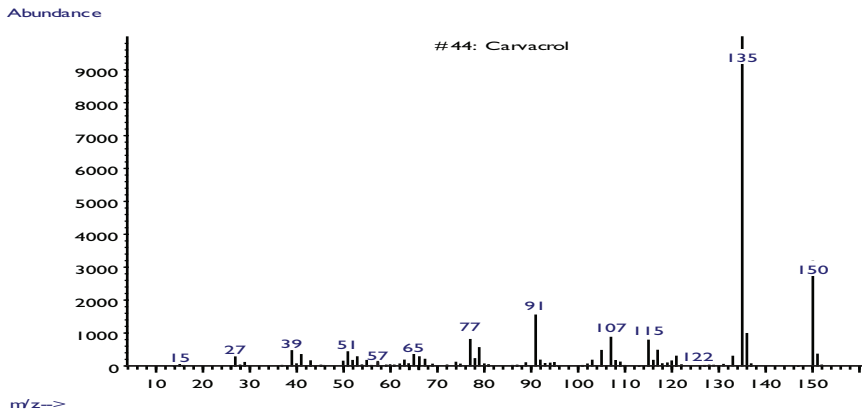
Rt	Bileşiğin adı	Relatif yüzdesi (%)
19.2	γ -terpinen	2.7
20.1	p-simen	1.8
30.2	linalol	2.3
46.9	timol	3.1
47.8	karvakrol	83.0

Tablo 8.2

Kekik Yağının Gaz Kromatografik Analiz Sonucu.

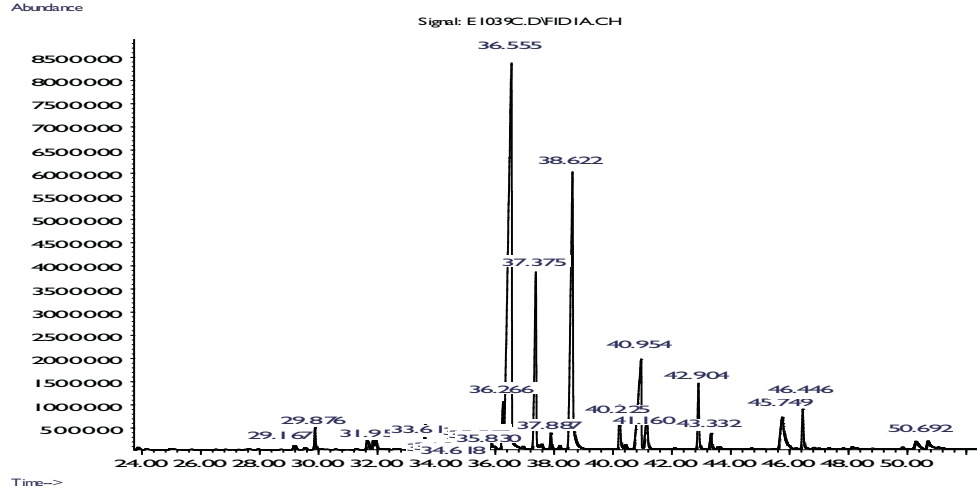
Şekil 8.3

Karvakrolün Kütle Spektrogramı.



Şekil 8.4

Gül Yağının
Gaz
Kromatogramı.

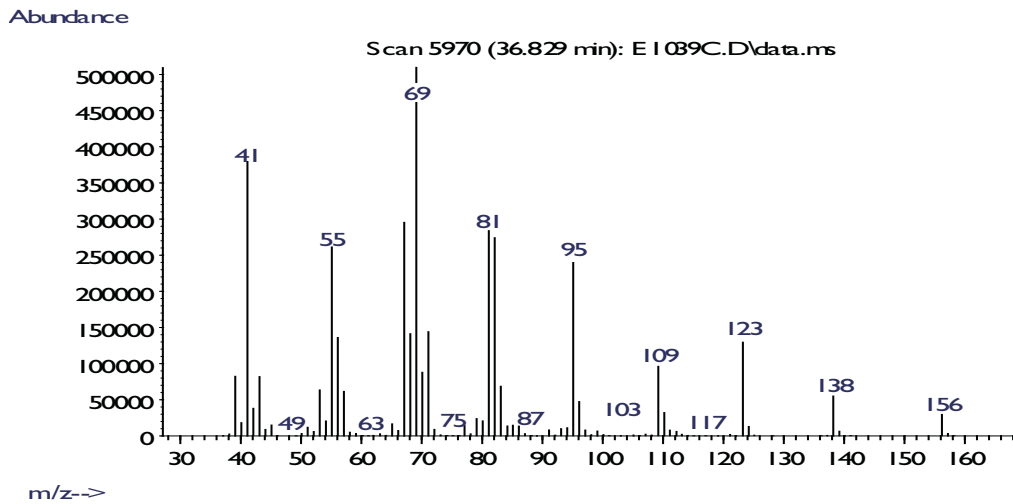
**Tablo 8.3**

Gül Yağının Gaz
Kromatografik
Analiz Sonucu.

Rt	Bileşiğin adı	Relatif yüzdesi (%)
36.5	Sitronellol	38.2
37.4	Nerol	8.5
38.6	Geraniol	19.2
40.2	Feniletilalkol	1.8
41.0	Nonadekan	8.2
41.2	Nonadeken	2.2
42.9	Metil öjenol	2.7
45.7	Heneikosan	3.7

Şekil 8.5

Sitronellol
Kütle
Spektrumu.



Sonuçlar ve Yorum

Bu verilere göre

- Tablo 8.4'ü yapmış olduğunuz GK analiz sonuçları için doldurunuz.
- Uçucu yağı elde etmiş olduğunuz droğun karvakrol içerip içermediğine karar veriniz.

SONUÇ		
Rt	Bileşiğin adı	Relatif yüzdesi (%)
	γ-terpinen	
	p-simen	
	linalol	
	timol	
	karvakrol	
YORUM:		

Tablo 8.4

Kekik Uçucu Yağının GK ile İncelenmesi Deneyinde Elde Edilen Deneysel Veriler.

Sonuçlar ve Yorum

Bu verilere göre

- Tablo 8.5'i yapmış olduğunuz GK analiz sonuçları için doldurunuz.
- Yağınızın içerdiği bileşiklerin miktarlarının standartlara uygunluğunu tartışınız.

SONUÇ		
Rt	Bileşiğin adı	Relatif yüzdesi (%)
	Sitronellol	
	Nerol	
	Geraniol	
	Feniletılalkol	
	Nonadekan	
	Nonadeken	
	Metil öjenol	
	Heneikosan	
YORUM:		

Tablo 8.5

Gül Yağının GK ile İncelenmesi Deneyinde Elde Edilen Deneysel Veriler.

YÜKSEK BASINÇLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ (YBSK)

Resim 8.5

Yüksek Basınçlı Sıvı Kromatografisi Sistemi. (G.İşcan)



Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi, kapalı sütun kromatografilerinden biridir. YBSK ile bir çözücünde çözünebilen tüm maddelerin analizi yapılabilir. YBSK tekniğinde kromatografi mekanizmalarının dördü de (adsorbsiyon, partiyon, iyon değişimi, jel geçirgenliği) rol oynar.

YBSK'de hareketli faz sıvı, hareketsiz faz ise katıdır. Hareketsiz fazlar, polar ya da apolar olabilir. Hareketli faz ise tek bir çözücü olabildiği gibi birkaç çözücünün karışımı da olabilir. Bu çözücüler YBSK kalitesinde olmalıdır. Kullanılacak çözücü ve hareketsiz faz, birbirlerine göre ters polaritede olmalıdır. Eğer hareketsiz faz polar ve hareketli faz apolar ise *normal faz kromatografisi*, hareketsiz faz apolar ve hareketli faz polar ise *ters faz kromatografisi* olarak adlandırılır. Analizi yapılacak numunenin tamamen çözünmüş olması ve partikül içermemesi gerekir.

Hareketli faz, kolona bir pompa yardımı ile yüksek basınçla verilir. Numune, kolona enjekte edildikten sonra hareketli faz akışı ve geçerli mekanizmaların etkisi ile bileşiklerine ayrılır. Bileşikler, kolonda tutunma sürelerine göre birbirlerinden ayrılırlar. Kolonu terk eden maddeler dedektöre gelir. Dedektörde tespit edilen maddeler, ekranda veya kaydedicide pikler halinde gözlenir. Pik alanları veya pik yükseklikleri kullanılarak numune içerisindeki maddelerin miktarları hesaplanır. Yüksek basınçlı sıvı kromatografisinde değerlendirme yapabilmek için saf standart maddeye ihtiyaç duyulur. Aynı çalışma şartlarında standart ve numune çözeltileri ayrı ayrı enjekte edilir ve piklerin tutunma zamanları karşılaştırılarak numunedeki bileşiklerin kalitatif tespiti gerçekleşir. DAD dedektörü kullanılıyorsa ayrılan maddeler, UV-VIS spektrumlarına göre de tayin edilebilir. Standart maddenin farklı konsantrasyondaki çözeltileri kullanılarak alan veya yükseklikleri hesaplanarak bir kalibrasyon denklemi bulunmuş ise bu standarta karşılık gelen bileşiğin pik alanı ya da yüksekliği kullanılarak numune içindeki miktarı kantitatif olarak bulunabilir.



SİTRİK ASİTİN YÜKSEK BASINÇLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ İLE İNCELENMESİ

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

Drog : Citrus lemon

- Erlen
- Sodyum hidroksit -NaOH
- Pipet
- Kalsiyum klorür -CaCl₂
- Beher
- Sülfürik asit -H₂SO₄
- Mezür
- Metafosforik asit
- Huni
- Sitrik asit

Deneyin Yapılışı

1. Limonlar meyve presinde sıkılır.
2. Elde edilen limon suyunun 50 ml'si, 250 ml'lik bir erlene alınır. Üzerine 50 ml su ilave edilir.
3. %10'luk sulu sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisinden, çözelti turnusola karşı nötr olana kadar ilave edilir (Nötralizasyon için yaklaşık 15-20 ml sodyum hidroksit çözeltisi gereklidir.).
4. Çözelti pamuktan süzülür. Süzüntü 250 ml'lik bir behere aktarılır.
5. Üzerine kalsiyum sitrat tamamen çökene kadar %10'luk kalsiyum klorür (CaCl₂) çözeltisi ilave edilip bek üzerinde 2 dakika kaynatılır ve süzülür.
6. Süzgeç kağıdı üzerinde toplanmış olan çökelti, küçük porsiyonlar halinde 3 defa sıcak su ile ve 1 defa soğuk su ile yıkanır.
7. Bu şekilde elde edilen kalsiyum sitrat çökeleği alınarak üzerine 5 ml %10'luk sülfürik asit (H₂SO₄) ilave edilerek kalsiyum sülfat çöktürülür.
8. Sitrik asit çözeltisi süzülerek ayrılır. Tekrar sülfürik asit çözeltisi ile çökme olup olmadığı kontrol edilir.
9. Süzüntü, hafif bek alevi üzerinde yoğunlaştırılır. Oluşan kristaller su ile yıkanır.
10. Suda çözünen kristaller tekrar kristallendirilerek temizlenir ve 110°C'de etüvde kurutulur.
11. Bu şekilde elde edilen sitrik asitten 1 mg/ml konsantrasyonda olacak şekilde % 0.5'lik metafosforik asit çözeltisinde çözülerek hazırlanır.
12. Ayrıca standart sitrik asitten de aynı konsantrasyonda çözelti hazırlanır.
13. Her iki çözelti için aşağıdaki şartlarda YBSK analizi yapılır.
14. Numunedeki sitrik asit miktarı aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$C_N = A_N \times C_S / A_S$$

$$\% \text{ Miktar} = C_N \times 100$$

C_N : Numunenin konsantrasyonu

C_S : Standartın konsantrasyonu

A_N : Numunenin YBSK analizi sonucunda bulunan alanı

A_S : Standartın YBSK analizi sonucunda bulunan alanı

Resim 8.6

Sitrik Asit Elde İşlemi. (F. Göger)



Sitrik asit: Sitrik asit renksiz, kokusuz, kuvvetli asit lezzetli, şeffaf kristallerdir. Organik asitlerin asit alkoller grubunda yer alır. Üç karboksilli bir asit alkoldür.

Konuyu daha iyi kavrayabilmek için “Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri” ders kitabındaki “Organik Asitler” konusunu yeniden gözden geçiriniz.



DİKKAT

Yüksek Basınçlı Sıvı Kromatografisi Analiz Şartları:

Cihaz : Shimadzu LC-10A

Kolon : Zorbax C18 kolon (25 cm x 4.6 mm I.D., 5 µm partikül çaplı)

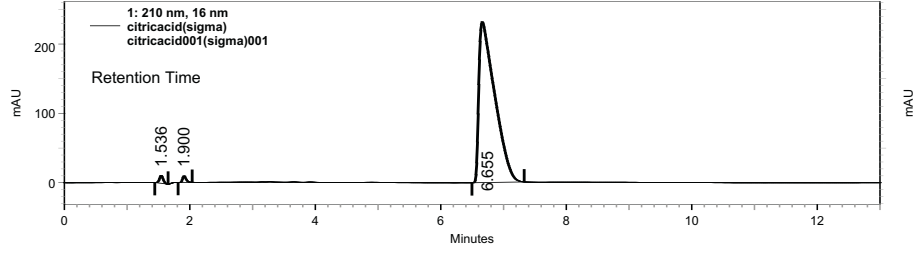
Hareketli Faz: % 0.5'lik metafosforik asit

Akış Hızı : 1 ml/dak

Dedektör : UV-VIS dedektör, 210 nm

Şekil 8.6

Sitrik Asitin
YBSK
Kromatogramı.

**Tablo 8.6**

Yüksek Basınçlı Sıvı
Kromatografisinden
Alınan Örnek
Sonuçlar.

Pik no	Tutunma zamanı (Rt)	Alan	Alan %	Yükseklik	Yükseklik %
1	1.536	46033	1.103	10949	4.346
2	1.900	36462	0.874	9281	3.684
3	6.655	4089905	98.023	231725	91.971
Toplam		4172399	100.000	251955	100.000

Sonuçlar ve Yorum

Bu verilere göre

- Çizelge 8.7'yi yapmış olduğunuz YBSK analiz sonuçları için doldurunuz.
- Deneyde elde etmiş olduğunuz sitrik asitin % miktarını hesaplayınız.

Tablo 8.7

Sitrik Asitin YBSK ile
İncelenmesi
Deneyinde Elde
Edilen Deneyisel
Veriler.

SONUÇ			
	Rt	Alan	Miktar %
Standart			
Numune			
YORUM:			

SPEKTROSKOPİ

Elektromanyetik ışımanın madde ile etkileşmesini konu alan bilim dalına spektroskopik denir.

Konuyu daha iyi kavrayabilmek için “Bitki Kimyası ve Analiz Yöntemleri” ders kitabındaki “Spektroskopik Yöntemler” konusunu yeniden gözden geçiriniz.



En çok kullanılan spektroskopik yöntemler şunlardır:

Ultraviyole (UV) Spektroskopisi (Mor Ötesi Spektroskopisi): Ultra viyole bölgesi dalga boyu 10-400 nm olan ışınım sahasıdır. Bütün organik bileşiklerin UV bölgesinde absorpsiyonu vardır, bu absorpsiyon spektrumu; molekülün özellikle konjugasyon derecesi ve aromatikliği hakkında bilgi verir.

Resim 8.7

Ultraviyole (UV)
Spektroskopisi.
(G. Işcan)



IR Spektroskopisi (Kırmızı Ötesi Spektroskopisi): Infrared sahası dalga boyu 0.8-500 μm (dalga sayısı 12500-20 cm^{-1}) olan bölgedir. Infrared spektrumu, organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonlu gruplar hakkında bilgi verir.

NMR Spektroskopisi (Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi): Moleküllerdeki atomların elektromanyetik ışımanın belli bir bölgesini absorblamalarının gözlenmesine dayanır. Bütün organik bileşiklerin analizinde ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR spektroskopileri kullanılır. Bu spektrumlar H ve C atomlarının sayısı ve konumları ile ilgili bilgileri verir.

Resim 8.8

IR Spektroskopisi
(Kırmızı Ötesi
Spektroskopisi).
(G. Işcan)



Resim 8.9

*NMR Spektroskopisi
(Nükleer Magnetik
Rezonans
Spektroskopisi).
(G. Işcan)*



Kütle Spektroskopisi: Bileşiğin molekül ağırlığı ve yapısı ile ilgili bilgi veren bir yöntemdir.

Resim 8.10

*Kütle
Spektroskopisi.
(G. Işcan)*



CINCHONAE CORTEX'TE SPEKTROSKOPİK YÖN- TEMLE KİNİN MİKTAR TAYİNİ

Cinchona türü ağaçların kurutulmuş kök ve gövde kabukları drog olarak kullanılır. Drogdaki total alkaloit miktarı % 6.5'ten az olmamalıdır. Toplam alkaloitlerin % 30-60'ı kinin tipi alkaloitlerdir.

Deneyde Kullanılacak Kimyasal Maddeler ve Malzemeler

Drog : Cinchona cortex (kına kına kabuğu)

- Şilifli erlen
- Deney tüpü
- Balon joje
- Etanol
- Hidroklorik asit
- Kloroform
- Dietil eter
- Sodyum hidroksit
- Tragantha tozu

Deneyin Yapılışı

Teşhis Reaksiyonu:

1. 0.5 g toz edilmiş drog, bir deney tüpünde bek alevi üzerinde dikkatli bir şekilde ısıtılır.
2. Tüpün cidarları üzerinde kan kırmızısı damlacıkların belirdiği gözlenir. Soğumaya bırakılır.
3. Drog, deney tüpünden uzaklaştırılır.
4. Geride kalan damlacıklar, 10 ml % 70'lik etanol R ile çözülür ve filtre kağıdından süzülür.
5. Süzüntünün 365 nm'de UV ışığı altında mavi floresans verdiği gözlenir.

Miktar Tayini:

1. 1 g toz drog erlene alınır. Üzerine 10 ml su R ve 7 ml seyreltik hidroklorik asit R eklenir.
2. 30 dakika su banyosunda ısıtılır, soğumaya bırakılır.
3. Kloroform R - Eter R - NaOH (200 g/l - % 20) (25 -50 -5) karışımı ilave edilir.
4. Erlen, 30 dakika süre ile aralıklı olarak çalkalanır.
5. 3 g tragacantha R tozu eklenir ve çözelti berrak oluncaya kadar çalkalanır. Pamuktan süzülür.
6. Bakiye Kloroform R - Eter R (1 - 2) karışımı ile 20 ml'lik porsiyonlar halinde 3 kez yıkanır, süzülür. Süzüntüler birleştirilir ve tamamen kuruyuncaya kadar rotavaporda yoğunlaştırılır.
7. Kuru bakiye 0.1 M HCl ile çözülür ve balon jojeye aktararak 100 ml'ye tamamlanır.
8. Elde edilen çözeltilerden 1 ml alınır ve 0.1 M HCl ile 10 ml'ye seyreltilir (numune çözeltisi).
9. 33 mg kinin R, 0.1 M HCl ile çözülür ve balon jojeye aktararak 1000 ml'ye tamamlanır (referans çözelti).
10. Bu iki çözeltinin UV spektrofotometresinde 348 nm'de absorbanları ölçülür.
11. Elde edilen sonuçlara göre drog içerisindeki kinin miktarı % olarak hesaplanır.

$$C_N = A_N \times C_S / A_S$$

$$\% \text{ Kinin Miktarı} = C_N \times 100$$

C_N : Numunenin konsantrasyonu

C_S : Referans çözeltinin konsantrasyonu

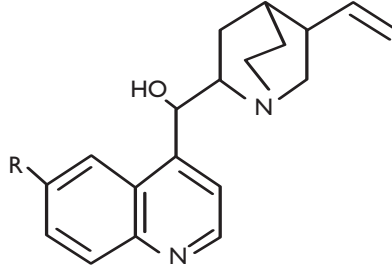
A_N : Numunenin UV spektrofotometresinde bulunan absorbanı

A_S : Referans çözeltinin UV spektrofotometresinde bulunan absorbanı

Sonuçlar ve Yorum

Bu verilere göre:

- Çizelge 8.8'i hesapladığınız konsantrasyon değerleri için doldurunuz.
- Çizelge 8.8'i UV spektrofotometresinde okuduğunuz değerler için doldurunuz.
- Droğun içerdiği kinin miktarını % olarak hesaplayınız.



	R
Kinin	OMe
Kinidin	OMe
Kinkonin	H
Kinkonidin	H

Tablo 8.8

*Cinchonae Cortex'te
Spektroskopik
Yöntemle Kinin
Miktar Tayini
Deneyinde Elde
Edilen Deneyisel
Veriler.*

SONUÇ		
	Konsantrasyon (mg/ml)	Absorbans Değeri
Referans çözelti		
Numune çözeltisi		
YORUM:		

Özet

Kromatografi, bir karışımda bulunan maddelerin başlangıçta bulunduklarından farklı bölge veya fazlarda ayrılmasını sağlayan analitik bir tekniktir.

Kromatografide geçerli olan mekanizmalar; adsorpsiyon, partisyon, iyon değiştirme (iyon değişimi) ve jel geçirgenliği (jel filtrasyon)'dur. Kromatografide iki faz vardır. Bunlar, hareketli (mobil) ve hareketsiz (stasyoner) fazlardır.

Kromatografi ile ilgili yapılan deneyler; Uçucu Yağların İTK ile incelenmesi, uçucu yağların gaz kromatografisi (GK) ve gaz kromatografisi/kütle spektrometresi (GK/KS) ile incelenmesi, sitrik asitin yüksek basınçlı sıvı kromatografisi ile incelenmesidir.

Elektromanyetik ışımanın madde ile etkileşmesini konu alan bilim dalına spektroskopi denir. En çok kullanılan spektroskopik yöntemler; UV-VIS spektroskopisi (Mor ötesi, görünür bölge spektroskopisi), IR spektroskopisi (kırmızı ötesi spektroskopisi), NMR spektroskopisi (nükleer magnetik rezonans spektroskopisi) ve kütle spektroskopisidir.

Spektroskopi ile ilgili yapılan deney; Cinchonae cortex'te spektroskopik yöntemle kinin miktar tayinidir.

Kendimizi Sınayalım

1. Uçucu yağların İTK ile incelenmesi deneyinde belirteç olarak kullanılan reaktifler aşağıdaki seçeneklerin hangisinde doğru olarak verilmiştir?
 - a. İodin-Kloroform
 - b. Anisaldehyt-Sülfürik Asit
 - c. Vanilin- Sülfürik Asit
 - d. Hidroklorik Asit-Glasiyel Asetik Asit
 - e. Vanilin-Glasiyel Asetik Asit
2. Aktive edilmiş İTK plağıyla ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi doğrudur?
 - a. İTK plağı, oda sıcaklığında 24 saat bekletilmiştir.
 - b. İTK plağı, kloroform içeren tankta 1 saat bekletilmiştir.
 - c. İTK plağı, amonyak içeren tankta 1 saat bekletilmiştir.
 - d. İTK plağı, su içeren tankta 24 saat bekletilmiştir.
 - e. İTK plağı, etüvde 105°C'de 1 saat bekletilmiştir.
3. Rf değeri nedir?
 - a. İTK plağında, çözücünün ilerlediği mesafe
 - b. İTK plağında, maddenin ilerlediği mesafe
 - c. İTK plağının boyunun 100 ile çarpılarak bulunmuş değeri
 - d. İTK plağında, maddenin yürüdüğü mesafenin, çözücünün yürüdüğü mesafeye oranı
 - e. İTK plağında, çözücünün yürüdüğü mesafenin, maddenin yürüdüğü mesafeye oranı
4. Uçucu yağların içerisindeki bileşiklerin belirlenmesinde kullanılan kromatografik cihaz aşağıdakilerden hangisidir?
 - a. İTK
 - b. HPLC
 - c. GC/MS
 - d. MPLC
 - e. LC/MS
5. UV spektroskopisi dalga boyu aşağıdakilerden hangisidir?
 - a. 10-400 nm
 - b. 20-300 nm
 - c. 20-700 nm
 - d. 30-650 nm
 - e. 40-750 nm
6. IR spektroskopisinin diğer bir adı aşağıdakilerden hangisidir?
 - a. Nükleer magnetik rezonans spektroskopisi
 - b. Mor ötesi spektroskopisi
 - c. Görünür bölge spektroskopisi
 - d. Kütle spektroskopisi
 - e. Kırmızı ötesi spektroskopisi
7. Spektroskopi, elektromanyetik ışımanın aşağıdakilerden hangisiyle etkileşmesini konu alan bilim dalıdır?
 - a. Madde
 - b. Isı
 - c. Işık
 - d. Sıcaklık
 - e. Nem
8. Aşağıdakilerden hangisi kromatografik yöntemlerin faz sistemlerinden biri **değildir**?
 - a. Katı - sıvı
 - b. Sıvı - sıvı
 - c. Gaz - sıvı
 - d. Katı - katı
 - e. Gaz - katı
9. Aşağıdakilerden hangisi açık sütun kromatografisi tekniklerinden biridir?
 - a. GKK
 - b. YBSK
 - c. İTK
 - d. GSK
 - e. OBSK
10. Aşağıdakilerden hangisi kromatografideki geçerli olan mekanizmalarından biri **değildir**?
 - a. Adsorpsiyon
 - b. Absorpsiyon
 - c. Partisyon
 - d. İyon değiştirme
 - e. Jel geçirgenliği

Kendimizi Sınavalım Yanıt Anahtarı

1. b Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
2. e Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
3. d Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
4. c Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
5. a Yanıtınız yanlış ise “Spektroskopik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
6. e Yanıtınız yanlış ise “Spektroskopik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
7. a Yanıtınız yanlış ise “Spektroskopik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
8. d Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
9. c Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.
10. b Yanıtınız yanlış ise “Kromatografik Yöntemler” ile ilgili bölümü tekrar gözden geçiriniz.

Sıra Sizde Yanıt Anahtarı

Sıra Sizde 1

Standart maddelerin aynı kolon ve aynı analiz şartlarında gaz kromatografisine enjekte edilerek tutunma zamanlarının (R_t) belirlenmiş olması gerekir.

Sıra Sizde 2

Yapı tayini çalışmalarında gaz kromatografisi ile kesin ve güvenilir sonuca ulaşmak mümkün olmaz. Çünkü R_t değerleri yapı tayini için yeterli değildir.

Yararlanılan ve Başvurulabilecek Kaynaklar

- Başer, K.H.C., Kırimer, N. (2009). **Bitkisel Drogların Kimyasal İncelenmesi, Farmakognozi II Uygulamaları El Kitabı**, Anadolu Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi.
- Başer, K.H.C., Kırimer, N. (2009). **Bitkisel Drogların Kimyasal İncelenmesi, Farmakognozi III Uygulamaları El Kitabı**, Anadolu Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi.
- Erdik, E. (1998). **Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler**, 2. Baskı, Gazi Büro Kitapevi Tic. Ltd. Şti., Ankara.
- Şener B., Orbey T. ve Temizer A. (1986). **Modern Analiz Yöntemleri**, Seldem Ofset, Ankara.

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum:

TIBBİ VE AROMATİK BİTKİ LABORATUVARI DENEY RAPORU

Deneyin adı:

Deneyin amacı:

Deneyin yapılışı:

Hesaplamalar:

Sonuçlar:

Yorum: