AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ

FEN-EDEBİYAT FAKÜLTESİ

KİMYA BÖLÜMÜ



ORGANİK KİMYA LABORATUVARI II

DENEY FÖYÜ

Prof. Dr. GÜLDEREN UYSAL AKKUŞ

2018-2019 YILI BAHAR DÖNEMİ

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI II

DENEYLERİ

1. ETİL ASETAT SENTEZİ
2. 1-NİTONAFTALİN SENTEZİ
3. WİLLİAMSON-ETER SENTEZİ (n-bütil eter sentezi)
4. P-TOLUEN SÜLFONİK ASİTİN SODYUM TUZU ELDESİ
5. CANNİZARO REAKSİYONU
6. SCHİFF BAZI ELDESİ
7. FENİL AZO-β-NAFTOL SENTEZİ
8. DİBENZALASETON SENTEZİ

Yardımcı Kaynaklar:

1. Denel Organik Kimya (Ankara Üni. Fen Fakültesi)
2. Organik Kimya Laboratuvarı (Prof. Dr. Abdülkadir Sırıt)
3. Organik Kimya (Prof. Dr. Celal Tüzün)

**DENEY NO: 1**

**DENEY ADI:** ETİL ASETAT SENTEZİ (Esterleşme tepkimesi)



125 ml’ lik yuvarlak dipli bir balona 30 ml etil alkol, 30 ml asetik asit ve 5 ml derişik H2SO4 dikkatle konur. Balona kaynama taşı atılır ve geri soğutucu altında yarım saat dikkatle kaynatılır.

Asidi nötrleştirmek için 2 g kadar toz halinde sodyum karbonat atılır. Karbondioksit çıkışı gözlenir. Karbonat katılması ile bir tabaka oluşmazsa 10 ml su katılır. Faz oluşur. Turnusol ile kontrol edilerek ayırma hunisi yardımıyla ayrılır.

Esterli fazda esterin yapıştırıcı kokusu tayin edilir. Ester 15 ml buzlu suyla yıkanır ve su esterden ayrılır. Sonra ester yeni hazırlanmış %50’lik 25’er ml CaCl2 çözeltisiyle iki kez çalkalanır. Ester ayrılır ve birkaç kalsiyum granülü ile kurutulur. Ester dekante edilip destillenir ve 75-78°C arasında geçen kısım alınır. ( Verim % 68, Süre: 2,5 saat )

**DENEY NO: 2**

**DENEYİN ADI:** 1-NİTRONAFTALİN ELDESİ

( SEAr Aromatik elektrofilik sübstitüsyon tepkimesi- Nitrolama)



Naftalin ( 1,3 g; 10 mmol ). 1 ml derişik HNO3 1 ml derişik H2SO4 karışımına çalkalanarak katılır, sıcaklık gerekirse buzlu su ile soğutularak 45-50°C’de tutulur. Katılma bitince karışım su banyosu üzerinde naftalin kokusu kaybolana kadar 55-60°C’de ısıtılır. Sonra 15 ml soğuk su naftalin içine dökülür ve nitronaftalin dibe çöker.(EN: 61°C)

**DENEY NO: 3**

**DENEYİN ADI:** n- BUTİL ETİL ETER SENTEZİ( Williamson- Eter tepkimesi)



Orta büyüklükteki 3 adet katı NaOH pelleti hızlı bir şekilde havanda ezilerek 100 ml’lik bir balona konulur. %95’lik EtOH(2,5 ml, 420 mmol) eklendikten sonra balonun üzerine geri soğutucu takılır ve karışım 20 dakika hafifçe ısıtılır. Oda sıcaklığına kadar soğutulup balona 1- brom bütan (5,5 ml, 50 mmol) eklenir. Karışım yağ banyosuna daldırılarak tekrar ısıtılır, 45 dk süre ile ısıtmaya devam edilir. Süre sonunda oda sıcaklığında soğutulur. Karışım ayırma hunisine alınır, 2×10 ml su ile ekstrakte edilir. Fazlar ayrılır, organik faz miktarı ölçülür. Verim hesaplanır.

**NOT:** -Patlama riski var!

* 3 adet NaOH pelleti yaklaşık olarak 0,6 g’a karşılık gelmektedir.
* Isıtıcı sonuna kadar açılmayacak. Düşük sıcaklıkta ısıtma olacak.
* Çeker ocağın camları kapalı olacak
* Gözlük ve eldivenler takılı olacak!

**DENEY NO: 4**

**DENEYİN ADI:** p- TOLUEN SÜLFONİK ASİT SODYUM TUZU ELDESİ

( Aromatik elektrofilik sübstitüsyon tepkimesi- Sülfolama)



Elektrofilik aromatik yer değiştirme tepkimelerinden birisi olan sülfolama, aromatik bir hidrokarbonun sülfürik asidin biraz aşırısı ile tepkimeye girmesiyle gerçekleşir. Sülfolamanın nitrolama ve halojenlenmeden farkı nötral kükürt trioksitin elektrofil olarak kullanılmasıdır.

Sülfonik asit, sudaki yüksek çözünürlüğü nedeniyle sulu çözeltilerden serbest halde izole edilemez, bunun yerine sodyum tuzuna çevrilerek elde edilir.

Toluen, -CH3 grubu taşıması nedeniyle benzenden daha kolay sülfolanır. Toluen, H2SO4 ile 85-95°C’a ısıtılırsa, kolayca sülfonik aside dönüşür. Esas ürün para izomeridir, fakat az oranda orto ve meta izomerleri de oluşur. Reaksiyon sıcaklığı 85-95°C’ dir. Daha yüksek sıcaklıklar p- izomerinin oluşmasını kolaylaştırmasına karşılık yan ürün (disülfolama) oranını da arttırır.

**Deneyin Yapılışı:**

Üstüne hava soğutucusu takılmış bir balon içerisine 9,3 g (11 ml ) toluen ve 11 ml derişik H2SO4 konur. Zaman zaman karıştırılarak su banyosunda ısıtılır. Bu sırada asidin mantara dokunmamasına özen gösterilir. Bütün tolüen reaksiyona girdikten sonra (45 dk) karışım homojen bir çözelti haline gelir. Bu karışım, içinde 75 ml su bulunan bir behere karıştırılarak yavaşça dökülür. Sonra 25 gr NaCl katılır. Beher saat camı ile kapatılır ve tuz tamamen çözününceye kadar ısıtılır.

Sıcak çözelti bir erlen içine huni yardımı ile süzülür. Erlendeki çözelti kendi haline bırakılarak sodyum p-toluen sülfonat kristallerinin çökmesi beklenir. Burada aşırı doygunluk çok görülür. Kristaller çökmez ise, bir cam baget ile beherin içine sürtülerek kristallenme sağlanabilir. Kristallenme başladıktan sonra en az yarım saat oda sıcaklığında bekletilir. Kristaller su trompundan süzülür, 15 ml etanol ile yıkanır ve saat camı üzerinde kurumaya bırakılır.

**DENEY NO: 5**

**DENEYİN ADI:** CANNİZARO REAKSİYONU ( Benzaldehitten Benzil alkol ve benzoik asit eldesi) (İndirgenme- yükseltgenme tepkimesi)



Bir şişede KOH (5,6 gr; 100 mmol) 5ml suda çözülür ve 10° ye kadar soğutulur. Benzaldehit (6,4 ml; 60 mmol) katılır ve şişenin kapağı kapatılarak bir emülsiyon elde edilene kadar çalkalanır. 1 gün bekletilir. Oluşan K benzoatı çözmek için 20 ml kadar su katılır. Reaksiyon karışımı bir ayırma hunisine alınır. Şişede kalanlar da 6 ml eterle çalkalanarak buna katılır. Sulu faz ayrılır(Atmayınız!!!) , iki defa daha eterle çekilir.

Eterli faz 5 ml kalana kadar buharlaştırılır ve sonra sulu NaHSO3 çözeltisiyle ve suyla yıkanır, MgSO4 üzerinde kurutulur. Eter uçurulur ve ham benzil alkol elde edilir. (KN: 204-207°C Verim 2,6 g , %80)

Sulu faz HCl-buz karışımına dökülerek (16 ml derişik HCl, 16 ml su ve 20 g buz) nötralleştirilir. Ayrılan benzoik asit süzülür, soğuk suyla yıkanır ve ham benzoik asit elde edilir. (EN: 121°C , Verim: 3,6 g, %98)

**NOT:** - Yarım ölçekle çalışılacak!

-Verim hesabı yapılmayacak!

**DENEY NO: 6**

**DENEYİN ADI:** SCHIFF BAZI ELDESİ (Kondensasyon tepkimesi)



100 ml’ lik bir behere önce 15 ml etanol daha sonra 3 g ( 2,88 ml, 0,028 mol) benzaldehit konur. Üzerine 0,5 ml derişik HCl ilave edilerek 10 dk karıştırılır. Daha sonra 2,63 g (2,57 ml, 0,028 mol) anilin damla damla ilave edilir. Damlatma bittikten sonra karışım 45 dk ısıtılarak karıştırılır. Soğumaya bırakılır. Yeşil kristaller halinde çöken bileşik süzülür ve ham madde elde edilir.% verim hesaplanır.

**NOT:** Isıtıcı en düşük sıcaklıkta açılcak! Yüksek sıcaklıkta macunumsu hal alır.

**DENEY NO: 7**

**DENEYİN ADI:** FENİL AZO-β-NAFTOL ELDESİ (Diazolama ve Kenetleme tepkimesi)

Öncelikle anilinden diazonyum tuzu sentezlenecek ve sonra bu diazonyum tuzu ile β-naftolün reaksiyonu sonucu fenil azo-β-naftol elde edilecek.

**NOT:** Diazonyum tuzları genellikle **patlayıcı** ve sulu çözeltilerinde **kararsız** olduğundan -5°C’ nin üzerinde tutulmalı ve kısa süre içinde kullanılmalıdır. Sıcaklık yükselirse patlamanın haricinde bozularak fenol türünde bileşiklere ve bileşiklerde ortamdaki diazonyum tuzları ile kenetlenerek boyar madde oluştururlar.

**A. Nişasta kağıdının hazırlanması**

0,1 g nişasta 20 ml kaynar suya katılır ve karıştırılarak kısa bir süre kaynatılır. Soğuduktan sonra 0,2 g KI az suyla çözülerek bu çözeltiye katılır. Adi süzgeç kağıtları daldırılarak hazırlanır. Daha sonra kullanılacaksa asidik olmayan bir yerde kurutularak kapalı bir kapta saklanır.

**B. Anilinden diazonyum tuzu eldesi:**



100 ml’ lik bir behere 3,6 ml anilin , derişik HCl, 20 ml su ve 13 g buz konur. Beher buz-tuz banyosuna alınarak ve sıcaklığın 0°C’yi geçmemesine dikkat ederek bagetle **şiddetli** karıştırılır.(en verimli -5°C)

Ayrı bir kapta 3,31 g NaNO2’in 19 ml sudaki çözeltisi buz-tuz banyosunda soğutulur. -5°C’deki NaNO2 çözeltisinden her defasında 2-3 ml alınarak ve sıcaklığı kontol edilerek anilin çözeltisine yavaşça ve anilin çözeltisi sürekli karıştırılarak katılır. Gerekirse kap içine birkaç buz parçası dökülür.

Reaksiyonun tamamlanıp tamamlanmadığı, karışımdan alınan bir damlanın potasyum iyodürlü nişasta kağıdı üzerinde mavi bir renk vermesinden anlaşılır. Mavi renk nitröz asidin fazlasını yani reaksiyonun tamamlandığını gösterir. Nitröz asidin fazlası oluncaya kadar nitrit asit katılmaya devam edilir ve sonra karışım 15-20 dk buz banyosunda bekletilir. Oluşan diazonyum tuzu kararsız olduğundan kendisini takip eden deneylerde hemen kullanılmalıdır.

**C. Fenil-azo-β-naftol eldesi:**



250 ml’lik bir behere 1,4417 g (10 mmol) β-naftol 8,5 ml %10’luk NaOH çözeltisi içinde çözülür, tam çözülmezse karışım hafif ısıtılır. Sonra 5°C’ye kadar soğutulur ve ardından 4,5 g buz karışıma eklenir ve karıştırılır. Bu soğuk naftol çözeltisine ön işlemde elde edilen diazonyum tuzu azar azar katılır. Katma bittikten sonra buz banyosunda ara ara karıştırılarak yarım saat beklenir. Nuçe erleninde mavi bant süzgeç kağıdı ile süzülen boyar madde, su ile iyice yıkanır( Bu boyar madde suda çözünmez.) Etüvde kurutulur veya alkolden veya asetik asitten kristallendirilir.(EN: 131°C, Verim: 2,22 g)

**DENEY SAYISI: 8**

**DENEYİN ADI:** DİBENZALASETON SENTEZİ (Kondensasyon tepkimesi)



1 g sodyum hidroksiti 5 ml suda çözerek üzerine 5 ml (%95’lik) etanol ekleyin ve çözeltiyi 20-25°C’ ye kadar soğutun. 0,58 g ( 0,73 ml) aseton ve ardından 2,12 g (2,1 ml) benzaldehiti çözeltiye ekleyin, gerekirse sıcaklığı 20-25°C’de tutmak için soğutun. Çözelti turuncudan sarıya dönecek ve topaklanmış sarı çökelekler halinde ürün oluşacaktır. Ara sıra karıştırarak 15 dk bekledikten sonra karışım soğutulur. Çökelek Nuçe hunisinden emmeyle ( vakum uygulanarak) süzülür.(EN: 112-113°C)

**NOT:** Dibenzalaseton cildi tahriş eder. Çalışırken eldiven takılması uygun olur. Eğer cilt tahriş olmuşsa su veya seyreltik sodyum bikarbonat çözeltisiyle iyice yıkanmalıdır.