

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI-II DERS NOTLARI

Prof. Dr. Yavuz TAŞKESENLİGİL

Atatürk Üniversitesi
Kazım Karabekir Eğitim Fakültesi
OFMAE-Bölümü
Kimya Eğitimi Anabilim Dalı

ERZURUM-2011

Organik Kimya Laboratuvarı-I'de yapılan deneyler, daha çok temel teknik işlemleri ihtiva eder. Sentezlenen bir organik bileşiğin saflaştırılması ve basit fiziksel yöntemlerle (erime noktası, kaynama noktası vb) karakterize edilmesi için gerekli teknik bilgileri öğretir. Organik bileşiğin yapısına bağlı olarak (katı veya sıvı) uygun bir saflaştırma yöntemi (kristallendirme, destilasyon, kromatografi vb) uygulanır.

Organik Kimya Laboratuvarı-II'de ise doğrudan sentez yapılacaktır. Bir organik bileşiği, başka bir organik bileşikten yapma işlemine organik sentez denir. Herhangi bir sebeple ihtiyaç duyulan organik bir bileşik, depoda bulunmayabilir veya önceden hiç sentezlenmemiş olabilir. Bu durumda organik sentez işlemi ile karşı karşıya kalınır ve ihtiyaç duyulan bileşiği hazır olan başka bileşiklerden yapma işlemine başvurulur.

Organik bir bileşik sentezlendiğinde çoğu kez inorganik ve organik safsızlıklar ihtiva eder. Bazen de birden fazla ürün oluşabilir. Bu durumda bu ürünlerin birbirinden ayrılması (izole edilmesi) ve safsızlıklardan arındırılması gerekir. Bunun için Organik Kimya Laboratuvarı-I'de öğrenilen teknik bilgilere ihtiyaç duyulur. Bu nedenle bu iki laboratuvarı birbirinden ayrı düşünmemek gerekir. Başarılı bir sentez yapabilmek ve oluşan ürünleri saf halde izole etmek Organik Kimya Laboratuvarı-I'de öğrenilen bilgilerin iyi bir şekilde uygulanmasına bağlıdır. Bunun için öğrencilerin organik sentez işlemine başlamadan önce bu teknikleri gözden geçirmeleri yararlarına olacaktır.

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

Risk ve Güvenlik Çizelgesi

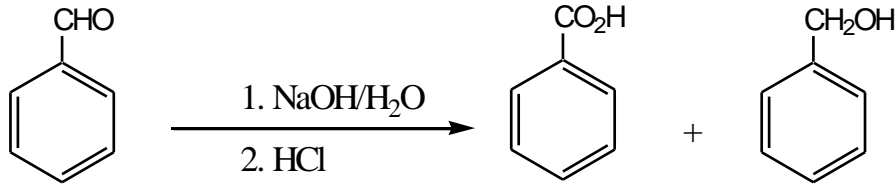
Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

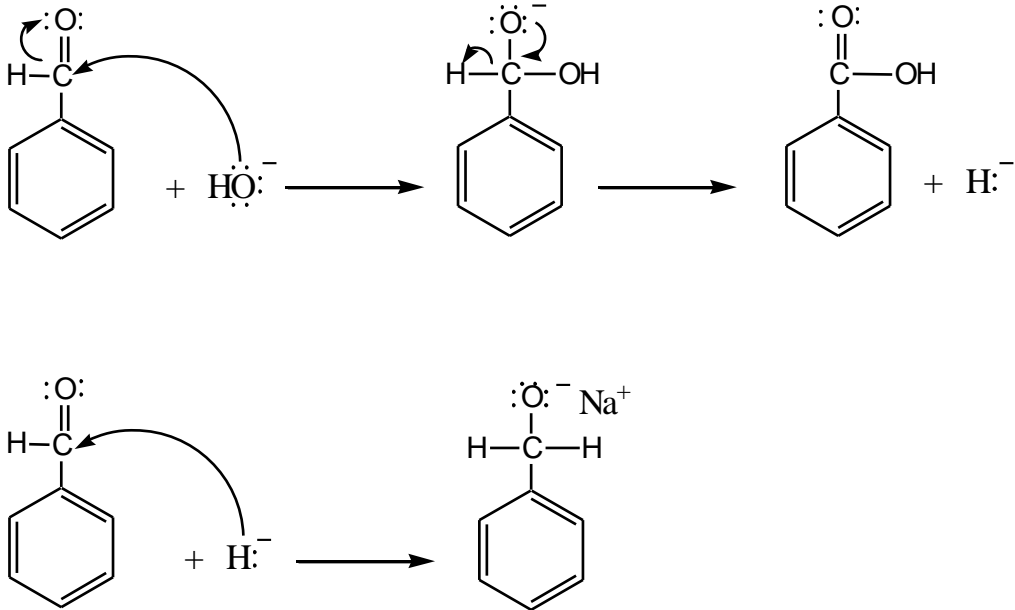
Deney 1: Benzaldehit'ten Benzil Alkol ve Benzoik Asit Sentezi (Cannizaro Reaksiyonu)

Asidik α -hidrojenu olan aldehit ve ketonlar bir baz eşliğinde reaksiyona sokulursa, kondensasyon reaksiyonu verirler. Kondensasyon, bazın hafif asidik α -hidrojenu koparması sonucu oluşan karbanyonun, bir başka yapının (aldehit, keton, ester vb bileşikler) pozitif yüklü karbon atomuna saldırması ve yeni bileşikler oluşturmasıdır. α -Hidrojeni olmayan aldehitler karbanyon oluşturamazlar. α -Hidrojeni olmayan aldehitler karbanyon oluşturamayacakları için kondensasyon reaksiyonu vermezler. Aksine güçlü bir baz eşliğinde Cannizaro reaksiyonu verirler. Cannizaro reaksiyonunda, α -hidrojenu olmayan bir aldehit sodyum veya potasyum hidroksit ile etkileştirilir. Aldehit, oksido-redüksiyona (iç redoks) uğrar ve ürün olarak bir molekül karboksilli asit ve bir molekül alkol meydana gelir.

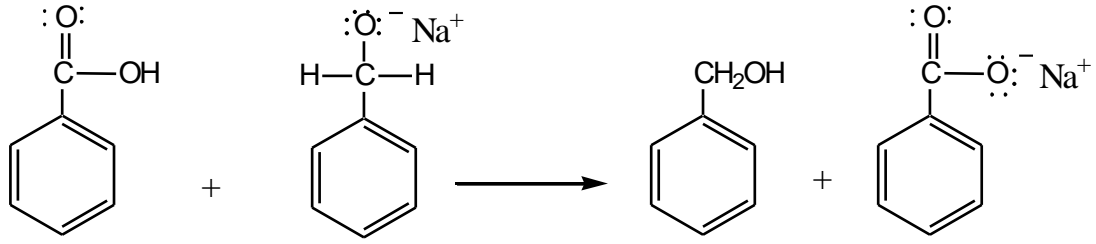
Bu deneyde, benzaldehit (α -hidrojenu olmayan bir aldehit) oda sıcaklığında sodyum hidroksit ile etkileştirilerek benzil alkol ve benzoik aside dönüştürülecektir.



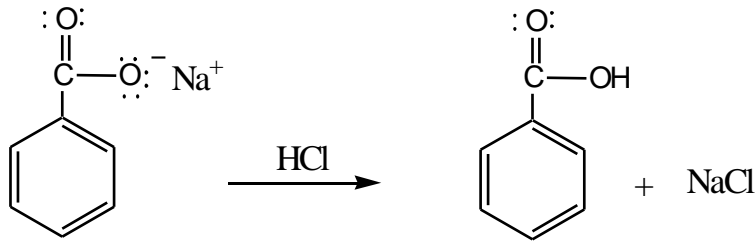
Reaksiyon mekanizması şu şekildedir:



Görüldüğü gibi ilk basamakta benzoik asit ve benzil alkolün sodyum tuzu oluşmaktadır. Asit tuzları alkol tuzlarına göre daha kararlı olduklarından bu iki bileşik reaksiyona girmekte ve tuz değişmektedir.



Oluşan alkol ve tuzunun ayrılması için reaksiyon karışımı eter ile ekstrakte edilir ve organik yapıya sahip olan alkol eter fazına geçerken anorganik yapıya sahip olan tuz su fazında kalır. Daha sonra su fazı HCl ile asitlendirilerek tuz formu nötral forma dönüştürülür ve organik yapıya karışan asit su fazında yapraklar halinde kristallenir.



Deneyin Yapılışı:

Bir erlenin (150 mL'lik) içinde 6,5 g sodyum hidroksit 25 mL suda çözülür ve çözelti oda sıcaklığına soğutulur. Daha sonra 10 g benzaldehit ilave edilerek iyice karıştırılır. Kıvamlı bir emülsiyon oluşuncaya kadar karıştırılmaya devam edilir ve reaksiyon karışımı bir gece dinlendirilir.

Dinlenmenin sonunda benzil alkol ve sodyum benzoat oluşur. Çökelek yeteri kadar su ilavesi ile çözülür. Çözelti, üç defa 30 mL dietil eterle (3x30) ekstrakte edilir. Eter fazları birleştirilir. Birleştirilen eter fazı, 2x5 mL sodyum bisülfid çözeltisi ile müteakiben %10'luk 10 mL Na₂CO₃ çözeltisi ile ve en son 10 mL su ile yıkanır, CaCl₂ veya MgSO₄ üzerinden kurutulur. Çözeltiden eter buharlaştırılarak uzaklaştırılır (buharlaştırma açık alevde kesinlikle yapılmamalı). Kalıntı (benzil alkol) tartılır ve verimi hesaplanır (K.n= 204-207 °C, 13 g).

Ayrı bir kapta bekletilen su fazı, buz banyosunda soğutulur ve 25 mL derişik HCl ile asitlendirilir (Asit yavaş yavaş ilave edilmeli). Çöken benzoik asit süzülür, soğuk su ile yıkanır

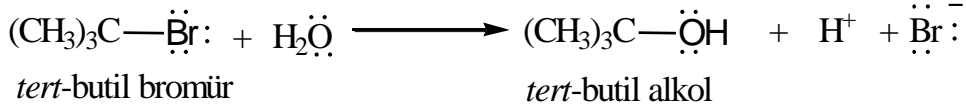
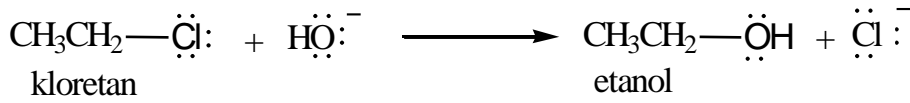
ve suda kristallendirilir. Katı kristaller; yeniden süzülür, kurutulur, tartılır ve verimi hesaplanır (E.n=121-122 °C, 18 g).

Sorular:

1. Cannizaro reaksiyonunu aşağıdaki aldehitlerden hangisi verebilir, neden? İlgili reaksiyon denklemini ve mekanizmasını yazınız.
a) $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CHO}$ b) HCOH

Yerdeğiřtirme (Süstitüsyon) Reaksiyonları

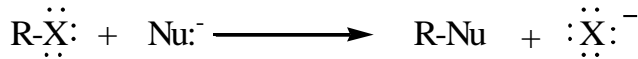
Yerdeğiřtirme reaksiyonlarında bir molekülden bir atom, iyon veya grup bir başkası ile yer deęiřtirir. Alkil halojenürler, uygun reaktiflerle kolayca yerdeęiřtirme reaksiyonlarına uğrarlar. Bunun nedeni, karbon-halojen (C-X) baęının polar olması ve halojenin baęlı olduęu karbon atomunun kısmi pozitif yüke (δ^+) sahip olmasıdır. Bu pozitif karbon, anyonların veya eřleşmemiř elektron çifti taşıyan atomları bulunduran nötral moleküllere duyarlıdır ve sonuç bir yerdeęiřtirme tepkimesidir. Ařaęıda, yerdeęiřtirme reaksiyonlarının tipik örnekleri görölmektedir.



Alkil halojenürlerin yerdeęiřtirme reaksiyonlarında, halojene ayrılan grup denir ve bu terim karbon atomundan ayrılan her grup için kullanılır. Halojen atomları, halojenür iyonları (X) olarak molekülden ayrılırlar ve çok zayıf bazlar olduklarından kolay ayrılan gruplar sınıfına dahil edilirler. HO⁻ iyonu gibi güçlü bazlar ise zor ayrılan gruplardır.

Nükleofilik Yerdeęiřtirme Reaksiyonları

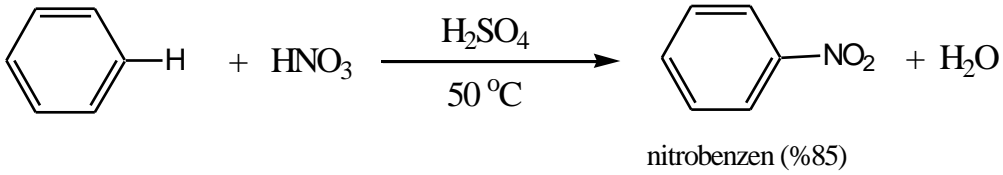
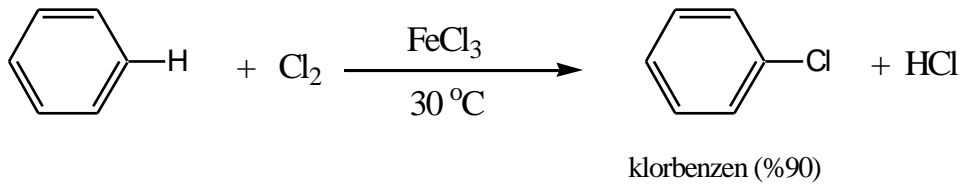
Nükleofillerle yapılan yerdeęiřtirme reaksiyonlarına “Nükleofilik Yerdeęiřtirme Reaksiyonları” denir. Nükleofil (çekirdek seven) pozitif yük merkezlerine baęlanma eęiliminde olan türler olup, Nu⁻ şeklinde gösterilir. Nükleofilik yerdeęiřtirme reaksiyonlarına iliřkin genel reaksiyon denklemi, ařaęıdaki gibi gösterilebilir.



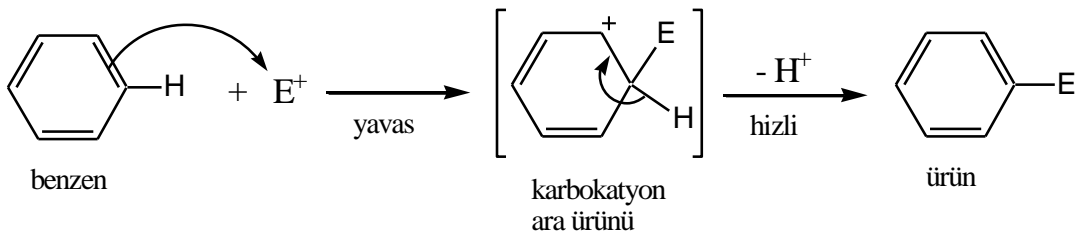
Çoęu nükleofiller anyon (HO⁻, CH₃O⁻, CN⁻ ve I⁻ vb) olmakla birlikte, H₂O, CH₃OH ve CH₃NH₂ gibi bazı nötral ve polar bileřikler de nükleofil olarak etkiyebilirler. Bütün bu nötral bileřikler, sigma baęı oluřturabilecek eřleşmemiř en az bir elektron çifti içerirler. Yani nükleofil bir Lewis bazıdır.

Elektrofilik Yerdeğiřtirme Reaksiyonları

Elektrofil etkili yerdeğiřtirme reaksiyonlarına “Elektrofilik Yerdeğiřtirme Reaksiyonları” denir. Elektrofil (elektron seven), negatif yük merkezlerine bağlanma eğiliminde olan türler olup; E^+ şeklinde gösterilir. NO_2^+ gibi pozitif iyonlar yada SO_3 gibi nötral moleküller birer elektrofil olarak davranıp, elektronca zengin merkezlere ilgi duyarlar. Elektrofilik yerdeğiřtirme reaksiyonları daha çok aromatik bileşiklerde meydana geldiğinden, bu reaksiyon “Elektrofilik Aromatik Yerdeğiřtirme” olarak da bilinir. Aşağıda bu tür yerdeğiřtirme reaksiyonlarına iki örnek verilmiştir.



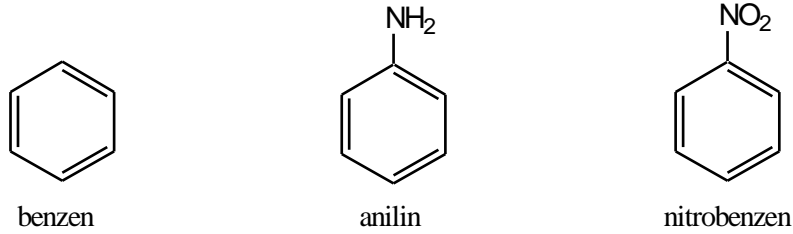
Elektrofilik yerdeğiřtirme reaksiyonları için önerilen genel mekanizma aşağıdaki gibidir.



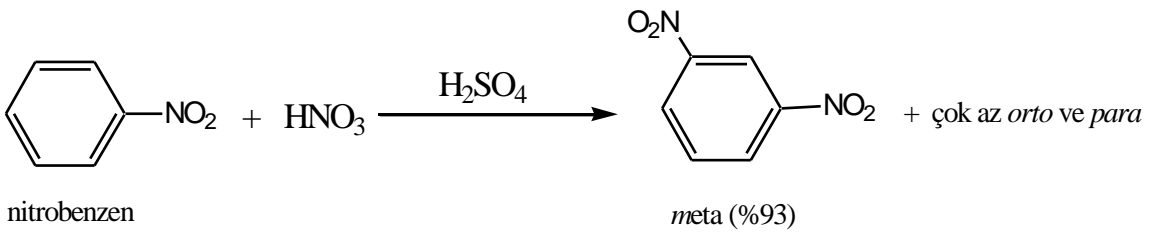
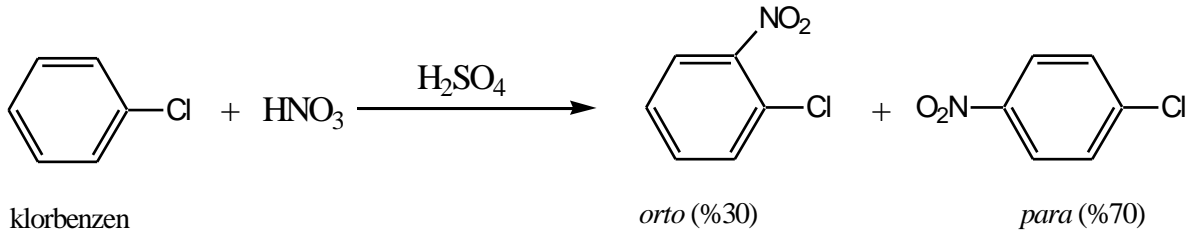
Bu mekanizmaya göre elektrofil benzen halkasının π elektronlarına, benzenonyum yada arenyum iyonu da denen, rezonansla kararlı kılınmış bir karbokatyon ara ürünü vermek üzere saldırır. Oluşan ara üründen bir proton (H^+) ayrıldığında yerdeğiřtirme ürünü oluşur.

Süstitüe benzen bileşikleri (halkadaki bir hidrojen yerine başka bir atom yada grup bulunduran bileşikler), uygun şartlarda ikinci, üçüncü ve hatta daha ileri yerdeğiřtirme reaksiyonları verebilirler. Bazı süstitüe benzenler benzenden daha kolay, bazıları ise daha zor yerdeğiřtirme reaksiyonu verirler. Örneğın, anilin benzenden bir milyon kez daha hızlı

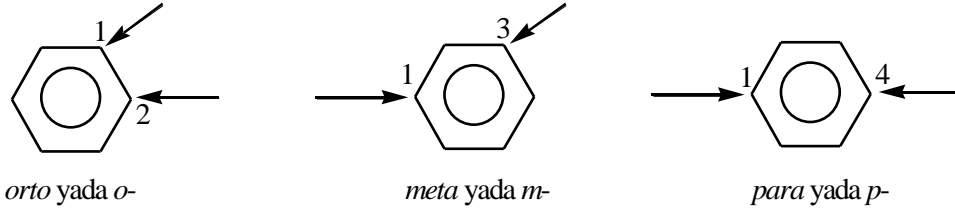
elektrofilik yerdeğiřtirme verirken, nitrobenzen benzenden yaklařık bir milyon kez daha yavař yerdeğiřtirme verir. Bu sonulardan, $-NH_2$ grubunun etkinlik artırıcı bir grup olduėu ve baėlı olduėu halkayı daha ileri elektrofilik yerdeğiřtirmelere karřı daha yatkın kıldıėı sylenebilir. Aksine, $-NO_2$ grubu halka etkinliėini azaltan bir grup olup baėlı olduėu halkayı elektrofilik yerdeğiřtirme reaksiyonlarına karřı daha az duyarlı yapar.



Sbstite benzen bileřiklerinde baėlı grup reaksiyon hızını etkilediėi gibi, sonradan baėlanacak grubun konumunu da etkiler. rneėin, klorbenzen *orto*- ve *para*- konumlarından nitrolanır. *Meta*- konumundan nitrolanmaz. Buna karřılık, nitrobenzenin yeniden nitrolanması reaksiyonunda, nitro grubu bařlıca *meta*-konumuna baėlanır.



Bu rnekler gsteriyor ki, elektrofilik yerdeğiřtirme reaksiyonlarında halkaya sonradan baėlanacak grubun konumunu, halkaya nceden baėlı grup belirler. Halkaya nceden baėlı grup, sonradan baėlanacak grubu ya *orto*- ve *para*- konumlarına, yada *meta*- konumuna ynlendirir. *Orto*- neki, halkaya baėlı iki atom yada grubun 1,2-konumunda olduėunu belirtir. *Meta*- neki, 1,3-konumunu ve *para*- neki ise 1,4-konumunu gsterir.

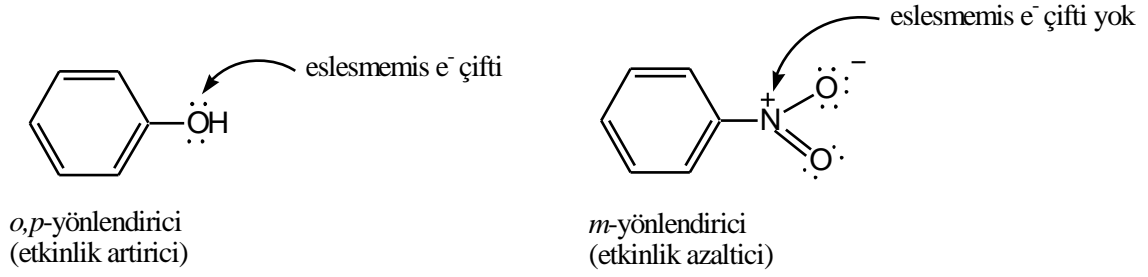


Önemli bazı grupların yönlendirmeleri, etkinlik artırma ve azaltma özellikleri aşağıdaki çizelgede görülmektedir.

Başlıca Yönlendirici Gruplar ve Etkinleştirme Özellikleri

	<u><i>o,p</i>-Yönlendirici Gruplar</u>	<u><i>m</i>-Yönlendirici Gruplar (Hepsi Etkinlik Azaltıcı)</u>
Etkinlik artar ↑	$\ddot{\text{N}}\text{H}_2, \ddot{\text{N}}\text{HR}, \ddot{\text{N}}\text{R}_2$ $\ddot{\text{O}}\text{H}$ $\ddot{\text{O}}\text{R}$ O $\ddot{\text{N}}\text{HCR}$ $-\text{C}_6\text{H}_5$ (aril) $-\text{R}$ (alkil) $\ddot{\text{X}}$ (etkinlik azaltan)	O $-\text{CR}$ $-\text{CO}_2\text{R}$ $-\text{SO}_3\text{H}$ $-\text{CHO}$ $-\text{CO}_2\text{H}$ $-\text{CN}$ $-\text{NO}_2$ $-\text{NR}_3^+$
	↓	Etkinlik azalır ↓

Halojenlerin dışındaki bütün *o,p*-yönlendirici grupların aynı zamanda etkinlik artırıcı gruplar ve bütün *m*-yönlendiricilerin etkinlik azaltıcı gruplar olduklarına dikkat edilmelidir. Alkil ve aril grupları dışında, bütün *o,p*-yönlendirici gruplar halkaya bağlı ilk atomlarında eşleşmemiş en az bir elektron çifti taşırlar. *m*-Yönlendirici grupların hiç biri halkaya bağlı ilk atomlarında böyle bir elektron çifti taşımazlar.



o,p-Yönlendirici gruplar sigma (σ) veya pi (π) bağları aracılığı ile elektron salarak *o*- ve *p*-konumlarında elektron yoğunluğunun artmasına sebep olurlar. Bu nedenle, elektrofil (E^+) tercihen bu konumlara bağlanmayı yeğler. *m*-Yönlendirici gruplar, halkadan elektron çekerek *o*-, ve *p*-konumlarında elektron yoğunluğunu azaltırlar. Elektrofil bu defa, elektronca zengin duruma geçen *m*-konumuna ilgi duyar. *o*, *p*- ve *m*-Yönlendirici gruplar taşıyan benzen bileşiklerinin rezonans yapıları (rezonans sınır formüller) yazıldığında bu durum açıkça görülür.

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

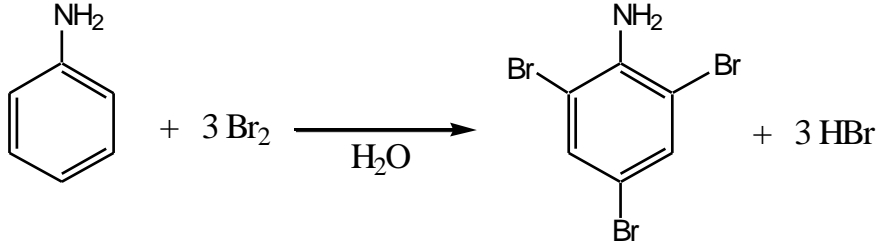
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

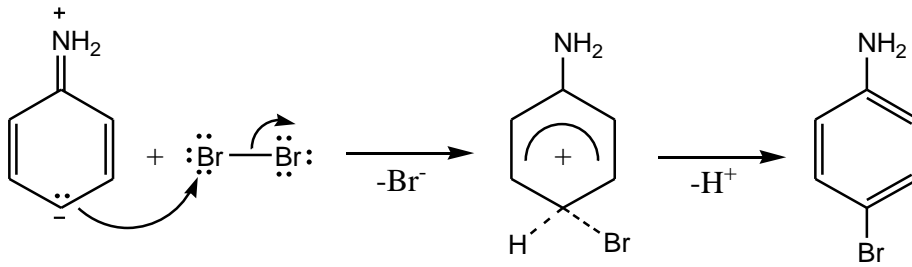
Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 2 : 2,4,6-Tribromanilin Sentezi

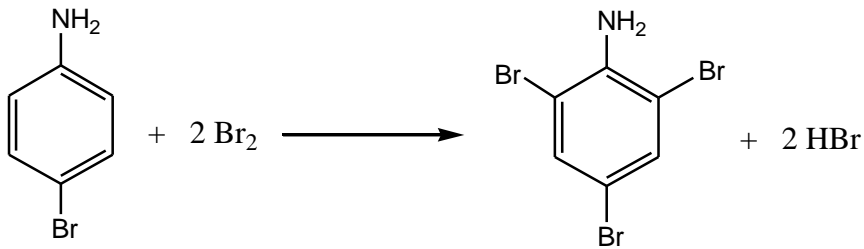
Bu reaksiyon bir elektrofilik aromatik yerdeğiřtirme reaksiyonudur. Anilinde benzen halkasına $-NH_2$ grubu baęlıdır. Bu grup, bir *o,p*-yönlendiricisi olduęundan brom atomlarını orto ve para konumlarına yönlendirir.



Brom atomu önce elektron yoğunluęunun fazla olduęu ve sterik engelin az olduęu para karbona baęlanır.



İlk brom baęlandıktan sonra dięer brom atomlarının baęlanması kolaylařır. Çünkü brom atomu indüktif etkisi ile *m*-yönlendiricisidir. $-NH_2$ grubu da *o*-, *p*-yönlendiricisi olduęundan iki yönlendirici etki aynı karbonlarda (2 ve 6 nolu karbonlar) çakıřır ve reaksiyonu hızlandırır.



Deneyin Yapılıřı:

150 mL lik bir balona 1,0 g anilin ve 50 mL su konulur ve balon bir buz banyosuna yerleřtirilir. Daha sonra 2,1 mL (yaklařık 6,0 g) brom, damlatma hunisi yardımı ile anilin bulunan balona yavař yavař damlatılır. Damlatma esnasında balon sürekli yavař bir řekilde çalkalanır. Brom ilavesi bittikten sonra, řayet ortam renkli ise, ortama bir miktar katı $NaHSO_3$

katılarak renk giderilir. Daha sonra balon içindeki beyaz renkli karışım süzülür. Çökeltide bulunan siyahlıkların uzaklaştırılması için çökelek etanol'de ısıtılarak çözülür (ısıtma işlemi sıcak su banyosunda yapılmalı) ve sıcak olarak süzülür. Alta geçen kısım kristallendirilir. Kristaller yeniden süzülür, kurutulur ve verim tayini yapılır (E.n= 120 °C, verim= 2,2 g, %70).

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

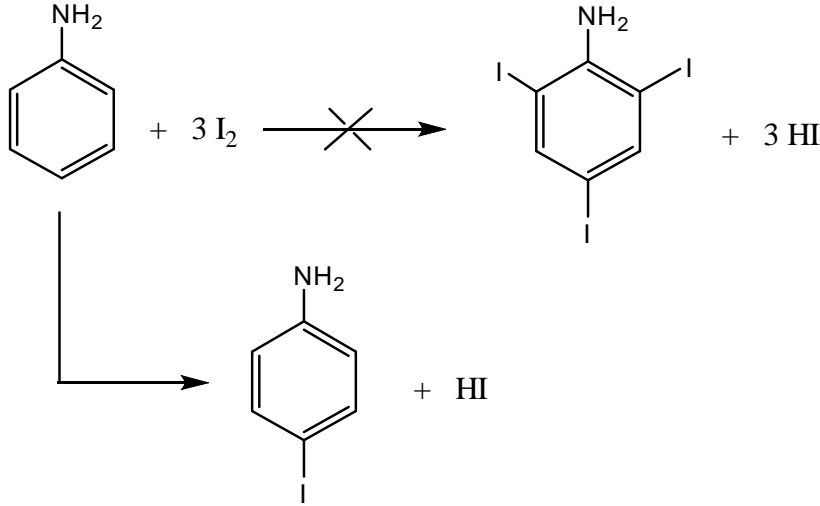
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

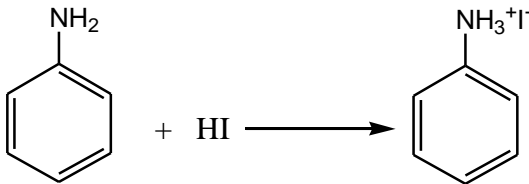
Deney 3 : *p*-İyotanilin Sentezi

Bu deneyde anilin yine bir elektrofilik aromatik yerdeğiřtirme reaksiyonuna uğratılacaktır. Bunun için anilin, elementel iyot (I₂) ile etkileřtirilecektir. -NH₂ grubunun *o*-, *p*-yönlendirmesi ile 2,4,6-tribromanilin oluřumunda olduđu gibi bir reaksiyonun oluřması beklenir. Ancak oluřan ürün *p*-iyotanilin'dir.

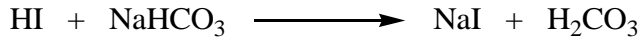


İyot atomlarının *o*-konumlarına bağlanamaması ve 2,4,6-triiyotanilin oluřmamasının nedeni sterik engeldir (hacimli grupların büyüklüğüne dayalı etkilere “sterik engel” denir). İyot atomu brom atomuna göre daha büyük atom yarıçapına sahiptir. Hacimli iyot atomları, -NH₂ grubu ile sterik olarak etkileřmekte ve bu nedenle de *o*-karbon atomlarına yaklaşmamaktadır. Böylece, molekül sadece *p*-iyotanilin'i verecek şekilde yönlendirilmiř olmaktadır.

Bu reaksiyon sonucunda ortaya çıkan iyodik asit (HI) ortamı zehirleyebilir. Yani anilin ile reaksiyona girip tuz oluřturabilir.



Oluřan tuzdaki -NH₃⁺ grubu, artık bir *m*-yönlendiricidir ve aynı zamanda etkinlik azaltıcı özelliindedir. řayet HI ortamdan uzaklařtırılmazsa reaksiyon ya *m*-iyotanilin oluřumu ile devam eder yada durur. Bu olumsuzluđu ortadan kaldırmak ve reaksiyonu *p*-iyotanilin oluřumu lehine çevirmek için reaksiyon NaHCO₃ varlıđında gerçekeřtirilir. Ařađıdaki denklem geređince HI oluřtukça, NaHCO₃ tarafından etkisizleřtirilir.



Deneyin Yapılışı:

Bir behere 2,4 mL (yaklaşık 2,3 g) anilin, 3,5 g NaHCO₃ ve 20 mL su konulur. Reaksiyon kabı, sıcaklığı 12-15 °C olan bir buz banyosuna yerleştirilerek soğutulur. Karıştırılarak 6,3 g katı iyot parça parça ilave edilir. İlave işlemi bittikten sonra karışım, 30 dakika daha karıştırılır. İyot'un rengi kaybolunca reaksiyon bitmiş demektir. Ham ürün geri soğutucu altında petrol eterinde çözünür ve ayırma hunisinde petrol eteri fazı ayrılır. Tuz-buz banyosunda kristallendirilir. Katı kristaller süzülür, kurutulur ve verim tayini yapılır (E.n= 62-63 °C, verim= 3,75 g, %68).

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

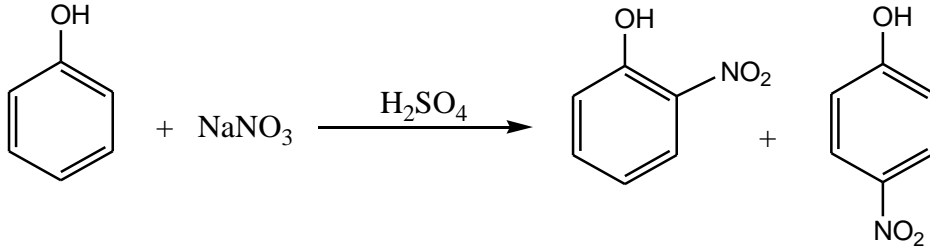
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 4 : *o*-Nitrofenol ve *p*-Nitrofenol Sentezi

Bu deneyde, bir “elektrofilik aromatik yerdeğiřtirme reaksiyonu” olan nitrolama tepkimesinin uygulaması yapılacaktır. Bu amaçla fenol, H₂SO₄ katalizörlüğünde HNO₃ ile etkileřtirilecektir. Nitrik asit (HNO₃) reaksiyon ortamında, NaNO₃' in H₂SO₄ ile olan reaksiyonu sonucu oluşacaktır.

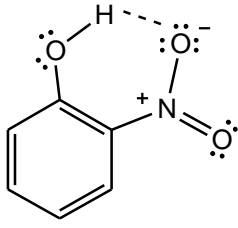


Fenolde halkaya baęlı -OH grubu hem bir *o*-, *p*-yönlendiricisi hem de etkinlik artırıcı gruptur. Bu nedenle, -NO₂ grubu hem *orto*- hem de *para*-konumlarına baęlanmıřtır. Ancak baęlanan -NO₂ grubu güçlü bir etkinlik azaltıcı grup olduğundan, aromatik halkanın reaktivitesini azaltmakta ve bundan dolayı da *di*- ve *tri*-nitrofenoller aynı reaksiyon řartlarında oluşmamaktadır.

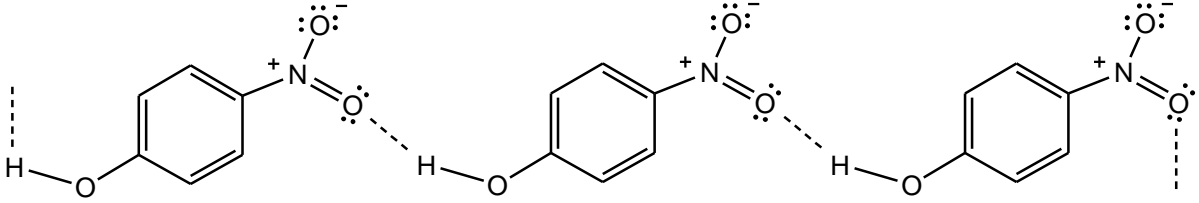
Bu tepkimede elektrofil nitronyum iyonu (NO₂⁺) olup, reaksiyon ortamında deriřik sülfürik asit ve nitrik asitten oluşur.



Oluřan ürünlerin birbirinden ayrılma ve saflařtırma basamaęı oldukça ilginçtir. *o*-Nitrofenol karıřımdan su buharı destilasyonu ile ayrılırken, kalıntıdan *p*-izomer ise kristallendirme ile saflařtırılabilir. Bu farklılığın sebebi “Hidrojen Baęları” ile izah edilebilir. Ařaęıdaki formüllerden de görüleceęi gibi *o*- nitrofenol’de molekül içi, *p*-nitrofenol’de ise moleküller arası hidrojen baęı vardır. Moleküller arası hidrojen baęını kırmak için daha fazla enerji gerektiğinden, *p*-nitrofenol daha yüksek kaynama sıcaklığına sahiptir.



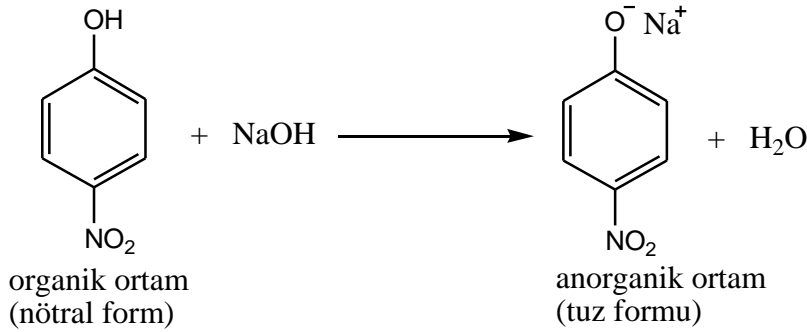
o-nitrofenol
E.n.= 45-46 °C



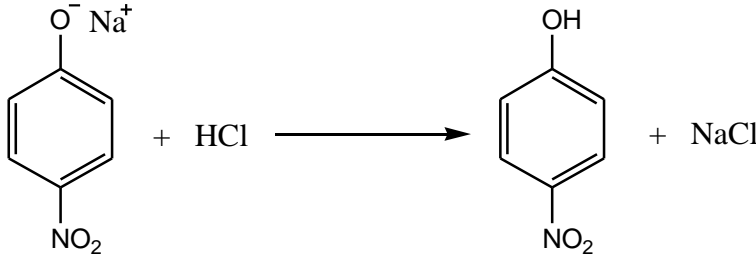
p-nitrofenol, E.n.= 112-114 °C

o-nitrofenolün kaynama noktası düşük olduğundan uçuculuğu da yüksek olmakta ve su buharı destilasyonu ile ayrılmaktadır. Aksine *p*-nitrofenolün kaynama noktası yüksektir ve uçuculuğu düşüktür ve bu nedenle de su buharı ile destillenmez.

Su buharı destilasyonu ile *o*-nitrofenol destillendikten sonra kalıntıda *p*-nitrofenol ve organik reçineler, polimerler bulunur. Maddenin bu ortamda kristallenmesi mümkün değildir. Bundan dolayı, *p*-nitrofenol'ün organik ortamdan kurtarılması gerekir. Bunun içinde reaksiyon ortamı, katı NaOH ile bazikleştirilir. Aşağıdaki reaksiyona göre, *p*-nitrofenol organik kalıntıdan ayrılır.



Bu reaksiyon ile suda çözünmeyen *p*-nitrofenol suda çözünen *p*-nitrofenol sodyum tuzuna dönüştürülür ve organik ortamdan anorganik ortama çekilir, süzülür ve *p*-nitrofenolün sodyum tuzu su ile birlikte alta geçerken organik kalıntı süzgeç kağıdında kalır. Sulu fazdaki tuzun kristallendirilmesi için yeniden tuz formundan nötral forma dönüşmesi gerekir. Bunun içinde hidroklorik asit kullanılır. Yeniden nötral forma dönüşen *p*-nitrofenol renksiz iğneler halinde kristallenir.



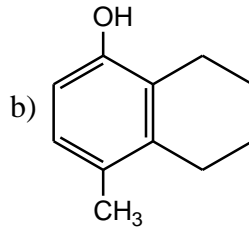
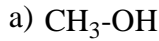
Deneyin Yapılışı:

150 mL lik dibi yuvarlak bir balona 8,0 g NaNO_3 (veya 9,5 g KNO_3) konulur ve 20 mL suda ısıtılarak çözülür. Oda sıcaklığına soğutulan çözeltiliye, azar azar 10,0 g derişik H_2SO_4 ve müteakiben 5 g fenol'ün 5 mL sudaki çözeltisi damla damla ilave edilir. Reaksiyon karışımı oda sıcaklığında iki saat boyunca karıştırılır (çalkalanır). Bu sürenin sonunda hacminin iki katı su ilave edilerek seyreltilir ve su fazı ile yağ tabakasının ayrılması için bekletilir. Su fazı dekante edilir. Yağ tabakası iki defa 100 mL su ile yıkanır. Daha sonra su buharı destilasyonu uygulanarak *o*-nitrofenol destillenir. Destillenen *o*-nitrofenol süzgeç kağıtları içinde kurutulur (3,0 g, E.n=45-46 °C).

Su buharı destilasyonundan arta kalan organik kalıntı, katı NaOH ile bazikleştirilir. Çözelti süzülür. Alta geçen sıvı kısım derişik HCl ile asitlendirilir. *p*-Nitrofenolün kristallenmesi için bir hafta bekletilir (0,5 g, E.n=112-114 °C).

Sorular:

1. Fenol bir alkoldür ve NaOH ile kararlı bir tuz oluşturur. Bu tuzun neden kararlı olduğunu, gerekli formülleri de yazarak açıklayınız. Aşağıda formülleri yazılı alkoller de kararlı tuz oluşturabilir mi? Tartışınız.



2. Fenolün neden *o*- ve *p*-konumlarından nitrolandığını ilgili rezonans yapılarını da yazarak açıklayınız. Bu reaksiyona ilişkin mekanizmayı yazınız.

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

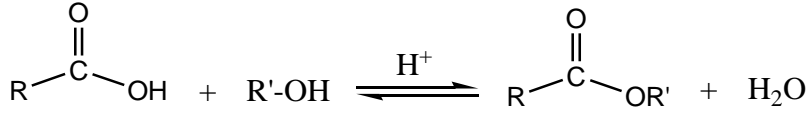
Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 5 : Etil Asetat Sentezi

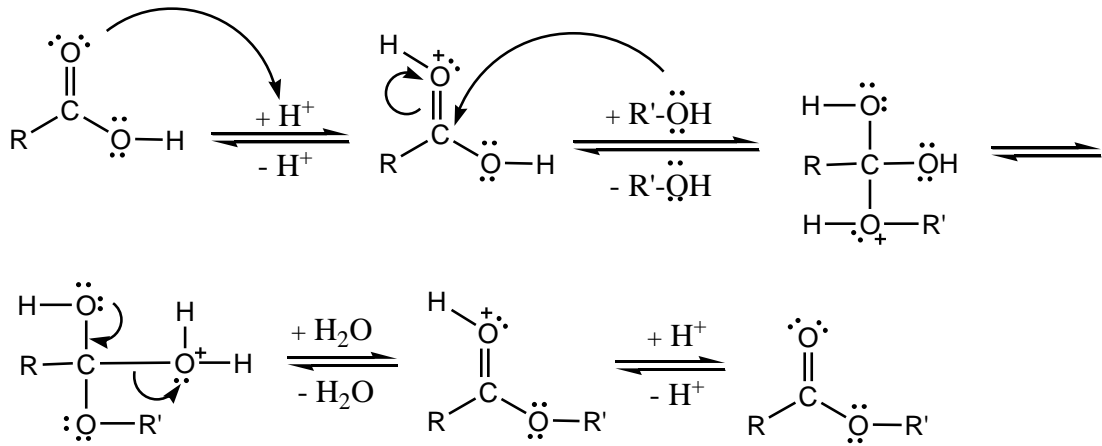
Esterler tabiatta yaygın olarak bulunan ve uçucu olanları genelde hoş kokulu olan bileşiklerdir. Çoğu durumlarda; karakteristik tadlar ile, çiçek ve meyvelerin güzel kokuları ester yapısına sahip bileşiklerden ileri gelir.

Ester elde etmek için genel olarak bir karboksilli asit (asit anhidriti veya asit klorürleri de kullanılabilir) ile bir alkol arasındaki reaksiyon uygulanır. Bu reaksiyonda kuvvetli inorganik asitler (derişik sülfürik asit veya hidrojen klorür gazı) katalizör olarak kullanılır. Esterleşme bir denge reaksiyonudur. Genel reaksiyon denklemi ve reaksiyon mekanizması aşağıda gösterilmiştir.

Genel Reaksiyon Denklemi:

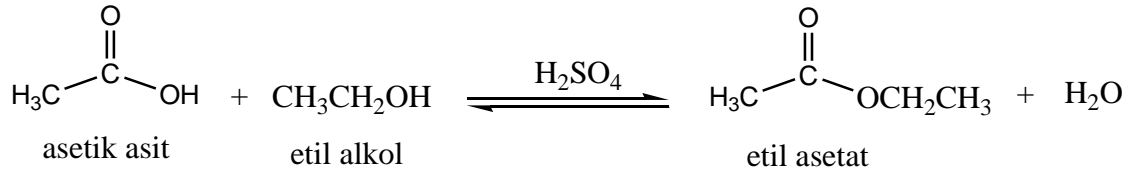


Reaksiyon Mekanizması:



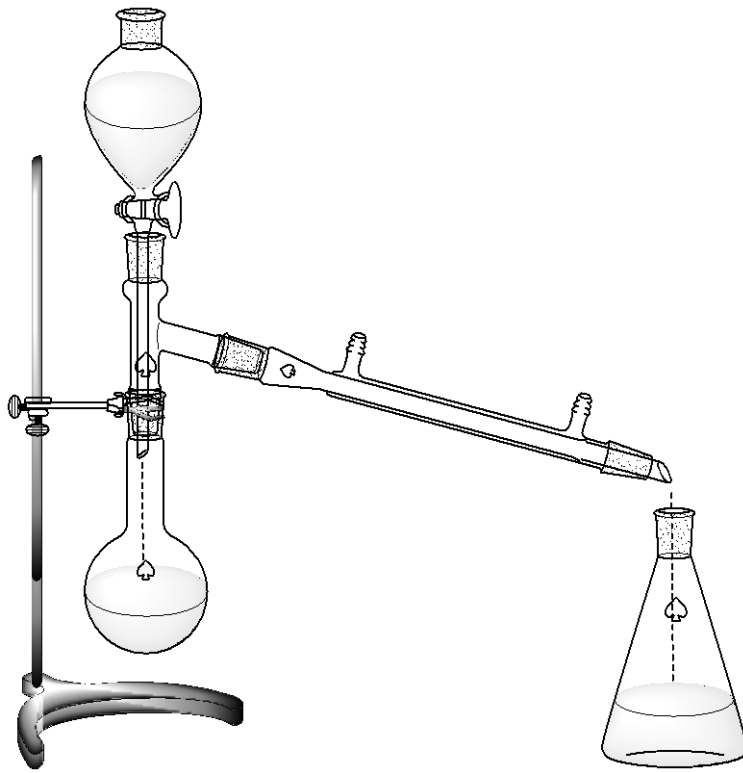
Esterleşme reaksiyonu bir denge reaksiyonu olduğuna göre böyle bir reaksiyonda verimin artırılması (yani dengenin sağa, ürünler lehine kaydırılması), ürünlerden birinin veya her ikisinin oluştuğu ortamdan uzaklaştırılması yada reaktiflerden birinin fazla miktarda alınması ile mümkün olur. Ayrıca, esterleşme sırasında oluşan suyun, katalizör olarak kullanılan asit tarafından tutulması da verimin artmasını sağlar.

Bu deneyde etil asetat esteri sentezlenecektir. Etil asetat, asetik asitin etil alkol ile etkileştirilmesi sonucu (H_2SO_4 varlığında) elde edilir.



Deneyin Yapılışı:

Şekilde görüldüğü gibi 250 mL lik kuru bir destilasyon balonuna önce 6,5 mL derişik H_2SO_4 , sonra 6,5 mL etil alkol konulur. Balona birkaç tane kaynama taşı (cam veya porselen kırıkları bu amaçla kullanılabilir) atıldıktan sonra, ağzına tek delikli bir mantar takılır.



Bu deliğe, içinde 50 mL asetik asit ve 50 mL etil alkol karışımı bulunan damlatma hunisi yerleştirilir. Damlatma hunisi içindeki asetik asit/ etil alkol karışımının 1/3'ü balona yavaşça akıtıldıktan sonra, balon yavaşça ısıtılarak (ısıtma işlemi su veya yağ banyosunda yapılmalı), balonun içeriği kaynatılır. Böylece dengeye gelmiş çözeltiye, asetik asit/ etil alkol karışımı damla damla ve damlatma hızı esterın damıtma hızına eşit olacak şekilde ilave edilir. Damlatma işlemi bittikten sonra bir süre daha damıtmaya devam edilir (Bu esnada banyonun sıcaklığı 100 °C'nin üzerine çıkmamalıdır). Reaksiyon ürünü esterle birlikte gelmiş olan asetik asiti uzaklaştırmak için, ürün, ağzı açık bir ayırma hunisinde soda çözeltisi (Na_2CO_3) ile üstteki fazın (organik faz) asidikliği gidinceye kadar çalkalanır. Her çalkalamadan sonra kullanılmış soda

çözeltisi (alttaki faz, sulu faz) ester çözeltisinden ayrılmalı ve daha sonra turnusol kağıdı ile ester çözeltisinin asitliğinin giderilip giderilmediği kontrol edilmelidir. Ele geçen ester ile birlikte gelmiş etil alkolü uzaklaştırmak için organik faz, 10 g CaCl_2 'ün 10 mL sudaki çözeltisi ile iyice çalkalanır. İki faz birbirinden ayrılır. Organik faz tane halinde CaCl_2 üzerinden kurutulduktan sonra, süzülür ve süzüntü (etil asetat) saflaştırılmak üzere basit bir damıtma düzeneği aracılığı ile damıtılır. 78 °C'de kaynayan kısım, etil asetat olarak toplanır. Pratik verim, teorik verimin %80-85'i oranındadır.

Sorular:

1. Bu tepkimede kullanılan derişik sülfürik asidin görevi nedir?
2. Neden, balonun kuru olması istenir?
3. Reaksiyon bitiminde karışım, neden soda çözeltisi ile yıkanır?
4. Bu deneyde, hangi başlangıç maddesi fazlaca kullanılmıştır? Nedenini açıklayınız.
5. Asetik asidi uzaklaştırmak için neden sodyum hidroksit değil de soda çözeltisi kullanılmıştır?

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

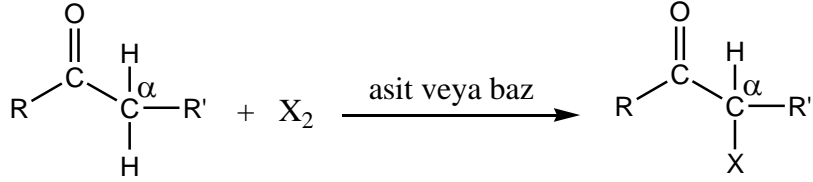
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

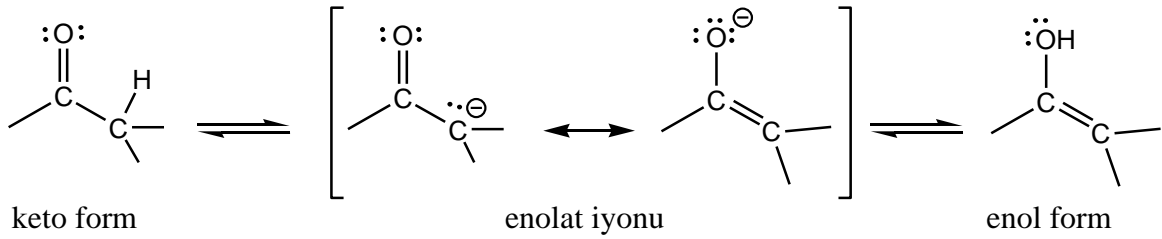
Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 6 : Haloform Reaksiyonu (İyodoform Testi)

Asidik veya bazik ortamda, keto enol dengesinde bulunan bir karbonil bileşiminin α -pozisyonundaki hidrojeni, halojenle kolayca yer değiştirebilir.

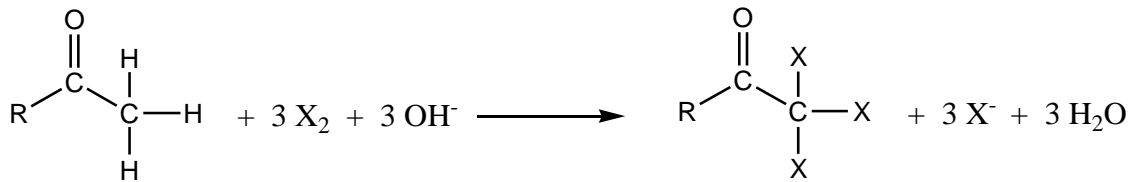


Bu reaksiyon, bazik ortamda enolat anyonu, asidik ortamda ise enol formu üzerinden yürür.

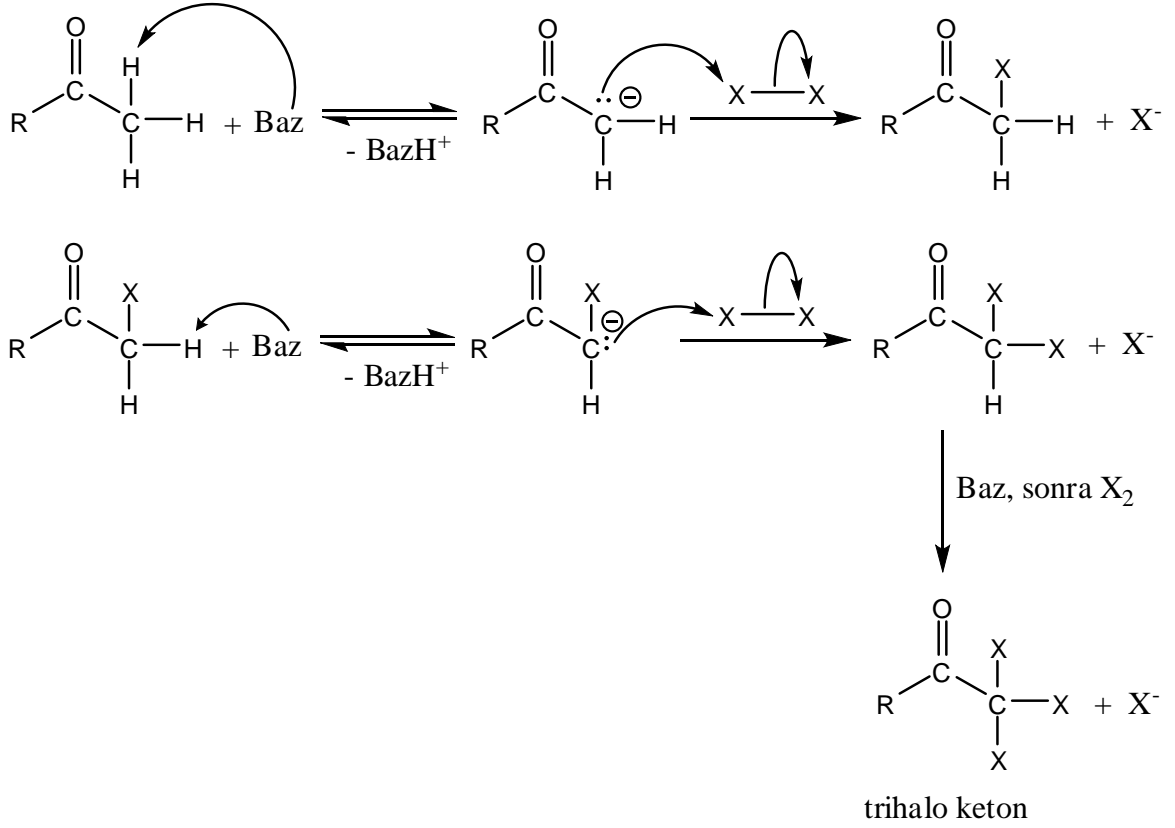


Metil ketonlarda (RCOCH_3) ise durum biraz daha farklıdır. Bu ketonlar, bazik ortamda halojenlenince hidrojenlerin üçü de halojenle yer değiştirirler. Bunun sebebi, ilk bağlanan halojenin indüktif etkisi ile, α -pozisyonundaki diğer hidrojenlerin asidikliğini daha da artırmasıdır. Böylece enolat iyonu oluşumu her halojen bağlanışında daha kolay olacağından, sonuçta üç defa halojen değişimi olur.

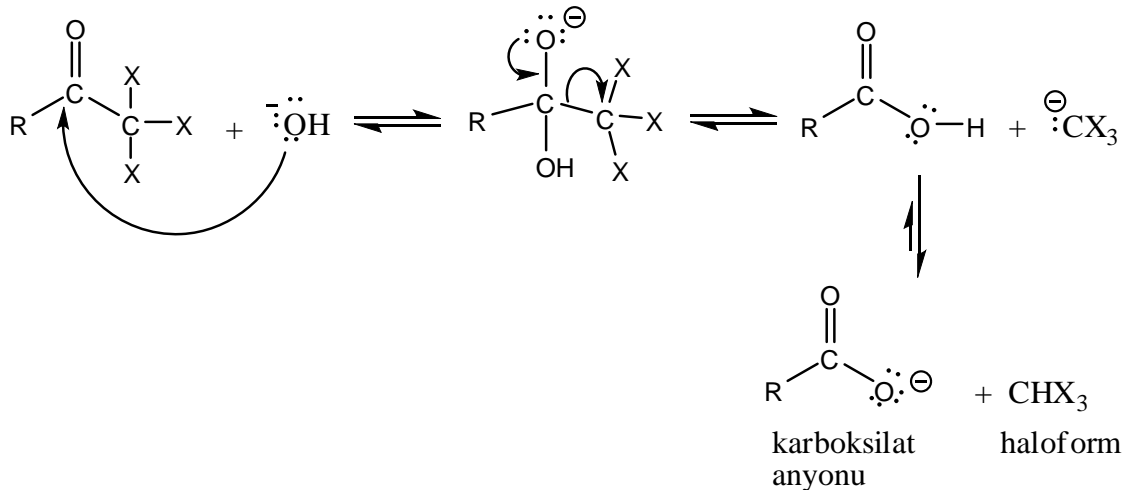
Genel Reaksiyon Denklemi:



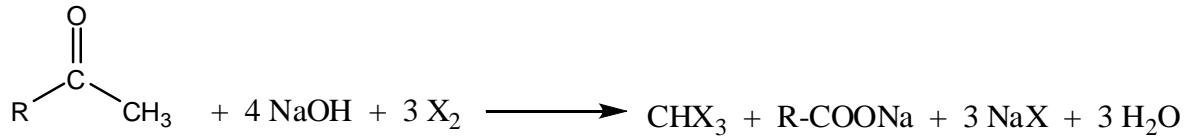
Reaksiyon Mekanizması:



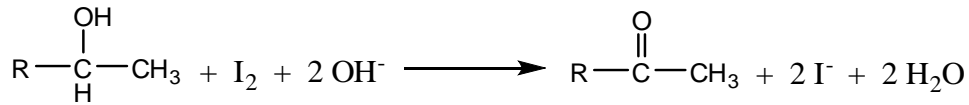
Baz olarak NaOH kullanılırsa, OH⁻ iyonu trihalo ketonun karbonil karbonuna katılarak trihalo metil grubu ile karbonil grubu arasındaki karbon-karbon bağının parçalanmasına sebep olur. Sonuçta, bir karboksilat anyonu ve bir de haloform (CHCl₃, CHBr₃ veya CHI₃) oluşur.



Metil ketonların verdiği bu reaksiyonlar, haloform reaksiyonları olarak bilinir. Toplam reaksiyon, aşağıda gösterilmiştir.



Halojen olarak iyot kullanılırsa, reaksiyon *iyodoform testi* adını alır. İyodoform testinde oluşan iyodoform maddesi açık sarı bir katı olarak çöker. Bu nedenle, iyodoform testi metil ketonların tanınmasında kullanılır. Ayrıca, metil ketonların yanısıra etanol, asetaldehit ve metil ketonlara yükseltgenebilen sekonder alkoller de pozitif iyodoform testi verir. Sekonder alkoller, öncelikle reaksiyon ortamında metil ketonlara yükseltgenir.

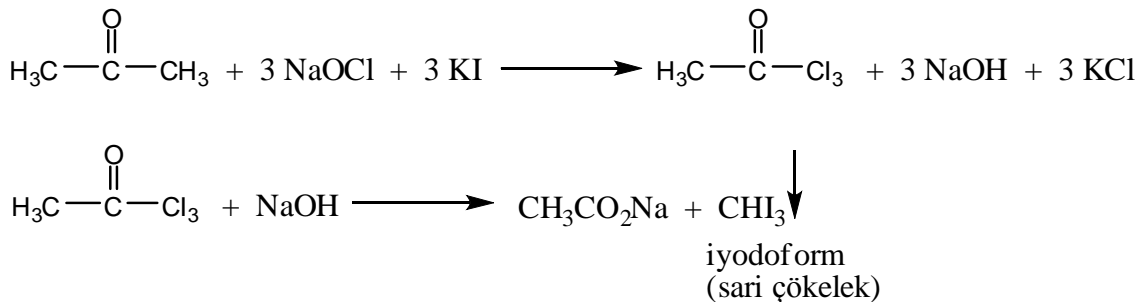


Haloform reaksiyonunda sonuç olarak, çıkış bileşiğinin bir karbon eksikliği bir karboksilli asit elde edilir. Böylece, bu reaksiyon ile metil ketonlardan karboksilli asit elde edilmiş olur. Amaç karboksilli asit sentezi olunca, halojen olarak klor kullanmak daha uygun olacaktır. Çünkü, haloform olarak kloroform oluşacak, bununda asitten uzaklaştırılması kolay olacaktır. Ancak kloru gaz halinde kullanmak, öğrenci laboratuvarlarında uygun değildir. Bu nedenle, klor kaynağı bileşikler kullanmak gerekir. Bu amaçla daha çok sodyum hipokloritin (NaOCl) sulu çözeltisi kullanılır.

Hipohalojenürler, aşağıdaki denge reaksiyonu gereği, uygun bir halojenin sulu sodyum hidroksit çözeltisinde çözünmesinden oluşur.



Bu deneyde, bir metil keton olan aseton, iyodoform testine tabi tutularak iyodoform sentezlenecektir.



Deneyin Yapılışı:

250 mL'lik bir beherde 6 g KI, 50 mL suda çözülür ve üzerine 2 mL aseton konur. Bu karışıma, karıştırılarak yavaş yavaş yaklaşık 35 mL %5 lik NaOCl çözeltisi damlatılır (ticari NaOCl çözeltisi (çamaşır suyu) yaklaşık %10-14 lük olduğundan eşit hacimde su ile seyreltilerek %5 lik NaOCl çözeltisi hazırlanır). İyodoform çökerek ayrılır ve 10 dakika sonra süzülür. Ham ürün, su ile yıkanarak metil alkol yada etil alkolden kristallendirilir. Kristallendirme için ham ürün 100 mL lik bir balona konur, üzerine biraz çözücü ilave edilir ve geri soğutucu altında ısıtılır. İyodoformun hepsi çözünmezse, geri soğutucu üzerinden biraz daha çözücü ilave edilir. İyodoformun hepsi çözüldükten sonra, sıcak çözelti bir behere süzülerek kristallenmeye bırakılır. Kristallenme tamamlandıktan sonra, yeniden süzülür, kurutulur ve verim hesabı yapılır (E.n= 119 °C, verim= 3,4 g, %74).

Sorular:

1. Bu reaksiyonda, NaOH/I₂ veya NaOI kullanılması gerekirken NaOCl ve KI kullanılmıştır. Bu tezatlığı nasıl izah edersiniz? NaOCl ve KI reaksiyonunda oluşabilecek ürün sizce ne olabilir?

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

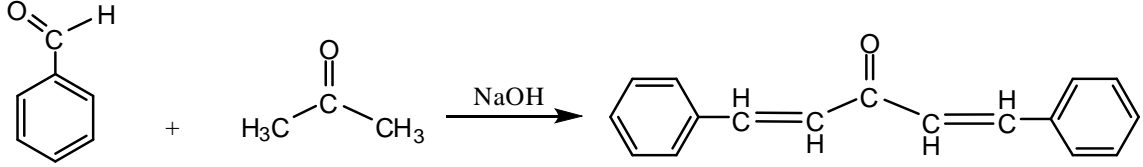
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 7 : Dibenzalaseton Sentezi

Bir aldehit ile ketonun baz katalize reaksiyonu, Claisen-Schmidt reaksiyonu olarak bilinen bir çapraz aldol kondensasyonudur. Dibenzalaseton, iki ekvalent bezaldehit'in aseton ile reaksiyonundan kolaylıkla sentezlenir.



Benzaldehit

k.n: 178 °C

d: 1,04 g/mL

MA: 106,13 g/mol

Aseton

k.n: 56 °C

d: 0,79 g/mL

MA: 58,08 g/mol

Dibenzalaseton

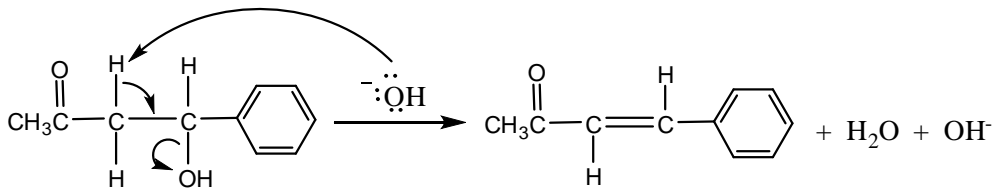
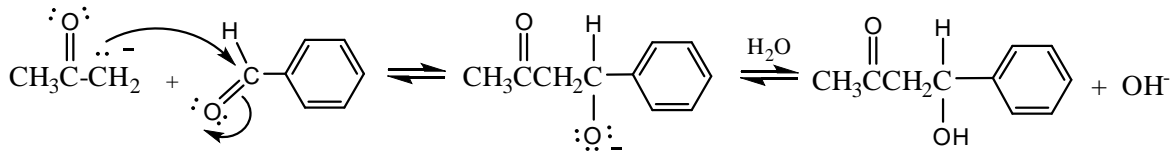
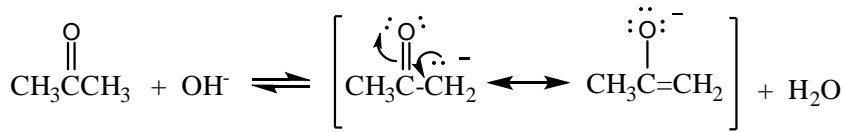
(1,5-difenil-1,4-pentadien-3-on)

e.n: 110-111 °C

MA: 234,30 g/mol

Aldehit karbonili, keton karbonilinden daha reaktiftir. Bu yüzden aldehit, ketonun anyonu ile bir β -hidroksi keton verir. β -hidroksi keton bir baz katalizörlüğünde dehidrasyona uğrar ve α,β -doymamış bir yapıya (benzalaseton) dönüşür. Reaktantların miktarına bağlı olarak reaksiyon, mono veya dibenzalaseton oluşumu ile sonuçlanır.

Dibenzalaseton sentezinde çözücü olarak etanol kullanılmaktadır. Bu da aseton'un, benzaldehit'in ve ara ürün olarak oluşan benzalasetonun kolayca çözünmesini sağlar. Benzalaseton oluştuğunda, reaksiyon ortamında diğer bir benzaldehit molekülü ile etkileşerek dibenzalasetonu verir. Dibenzalasetonun oluşum mekanizması aşağıda verilmiştir.



Benzalaseton
(4-fenil-3-buten-2-on)
e.n: 42 °C

Deneyin Yapılışı:

250 mL'lik bir beherde 50 mL su ve 40 mL etanol içerisinde çözülmüş olan 5,0 g'lik sodyum hidroksit çözeltisine, başka bir erlen (50 mL) hazırlanan 0,05 mol benzaldehit ve eşdeğer miktarda aseton karışımının yarısı oda sıcaklığında ilave edilir. Reaksiyon karışımı 15 dakika boyunca karıştırılır ve sonra benzaldehit-aseton karışımının diğer yarısı da eklenir. 30 Dakika daha karıştırılan reaksiyon karışımı, vakumda su trompu yardımı ile süzülür. Süzgeç kağıdında kalan katı kısım, dikkatli bir şekilde 100 mL su bulunan bir behere aktarılır ve yeniden vakumda süzülür. Bu işlem, sodyum hidroksitin tamamını gidermek için üç kez tekrarlanır. Süzgeç kağıdında kalan suyu en aza indirmek için kağıt preslenir. Küçük bir miktar katı, erime noktası tayini için ayrılır. Kalan kısım, %70'lik etanol-su karışımında kristallendirilerek saflaştırılır (E.n= 110-111 °C, verim= 4,0 g).

Not: Bu deneyle ilgili daha fazla teorik bilgi edinmek için “Organik Kimya” ders kitabınızın, Aldehit ve Ketonlar ve Esterler’le ilgili konuları ayrıntılı olarak inceleyiniz.

Sorular:

1. Bu reaksiyonda eşdeğer miktarda reaktif (benzaldehit ve aseton) kullanmak neden önemlidir?
2. Bu reaksiyonda, oluşması muhtemel yan ürün nedir ve bu ürünü ortamdan nasıl uzaklaştırırsınız?
3. Dibenzalaseton bileşiğine ait bütün geometrik izomerlerin yapı formüllerini yazıp IUPAC siteminde adlarını yazınız.

Reaktifler/Çözücüler Tablosu

Reaktifin/Çözücünün Adı	Molekül kütlesi (g/mol)	Miktarı (g)	Yoğunluğu, d (g/mL)	Hacmi, V (mL)	Mol miktarı (g/MA)	Ekivalent miktarı

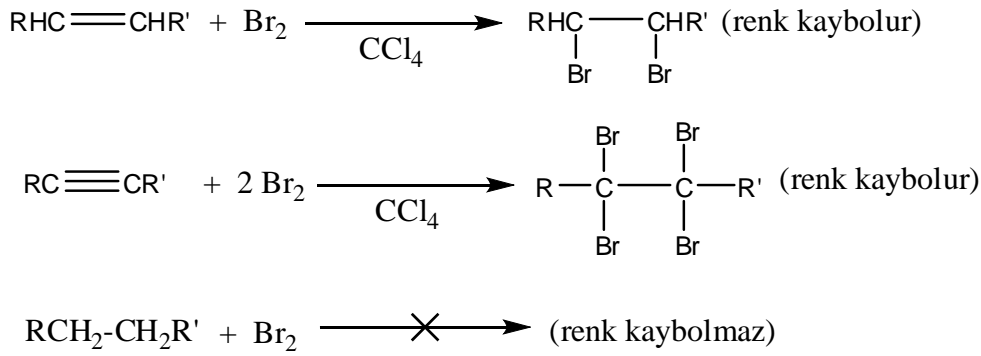
Risk ve Güvenlik Çizelgesi

Reaktifin Adı	Risk ve Güvenlik

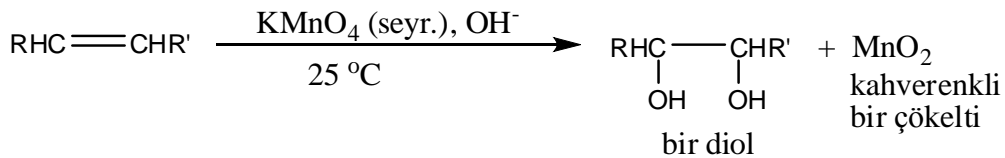
Not: Reaktifler/Çözücüler Tablosu, Risk ve Güvenlik Çizelgesi'ni doldurmak için Aldrich veya Alfa kataloğunu kullanınız veya www.sigma-aldrich.com, www.alfa.com adreslerini kullanınız.

Deney 8 : Tanıma Testleri

Spektroskopik teknikler (NMR, IR, UV, MASS vb) organik bileşiklerin yapı tayininde kullanılmadan önce, bileşiklerin tanınmasında renk değişimi, çökelek oluşumu veya gaz çıkışı gibi kolayca gözlenebilen bazı “basit kimyasal testler” uygulanırdı. Kısa sürede sonuç veren bu testler, bugün bile yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin, bir hidrokarbonun alkan, alken veya alkin olup olmadığı, doymamışlık testi uygulanarak tespit edilirdi (Alken ve alkinler doymamış, alkanlar ise doymuş yapıda hidrokarbonlardır). Bunun için hidrokarbon, bromun karbon tetraklorürdeki çözeltisi (Br_2/CCl_4) veya sudaki ($\text{Br}_2/\text{H}_2\text{O}$) çözeltisi ile etkileştirilir. Çözeltinin kırmızı rengi (bromun karbon tetraklorürdeki veya sudaki çözeltileri kırmızıya yakın renktedir) kaybolursa, hidrokarbon alken veya alkin'dir, kaybolmazsa alkan'dır sonucu çıkarılır. Benzen'de bromla katılma vermez ve bromun kırmızı rengini gidermez. Bilindiği gibi doymamış yapıda hidrokarbonlar (alken ve alkinler), moleküler bromla (Br_2) katılma tepkimesi verirler. Oluşan katılma ürünleri ise renksizdirler.

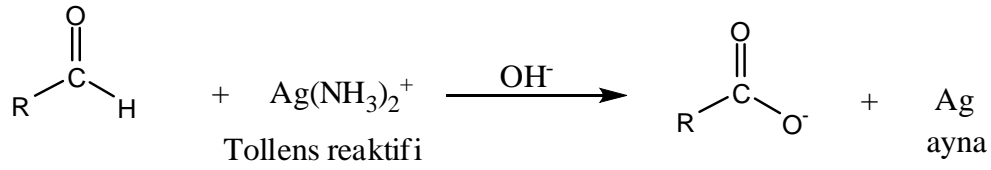


Bir başka örnek olarak, alken'lerin potasyum permanganat ile diol'lere dönüşümü verilebilir. Bu reaksiyon, potasyum permanganatın menekşe renginin kahverengine dönüşmesi temeline dayanıp, alken'leri tanımada kalitatif bir test olarak kullanılır (*Baeyer testi*). Alkanlar yada benzen, pozitif bayer testi vermez.



Tollens reaktifi (gümüş-amonyak kompleks iyonunun bazik çözeltisi) aldehitlerin tanınmasında kullanılır. Aldehitler tollens reaktifi ile etkileştirildiklerinde karboksilat anyonuna yükseltgenirken, Ag^+ iyonu metalik Ag 'e indirgenir. Aldehitin varlığı, deney kabının iç

yüzeyinde gümüş aynası oluşması ile anlaşılır. Bu nedenle bu tepkime “gümüş aynası testi” olarak da bilinir. Tollens reaksiyonu, karbohidrat kimyasında özellikle önemlidir. İndirgeyici şekerler, örneğin glukoz, pozitif tollens testi verir ve glukonik aside yükseltgenir.



Bu deney iki aşamada gerçekleştirilecektir:

a) Sikloheksen ve Benzen’in Brom ve Potasyum Permanganatla Reaksiyonu

Bu deneyde doymamış birer hidrokarbon olan sikloheksen ve benzen, bromun (Br₂) sulu seyreltik çözeltisi ve potasyum permanganatın sulu seyreltik çözeltisi ile etkileştirilip, renk değişiminden reaksiyonların olup olmadığı anlaşılacaktır.

Laboratuvar Öncesi Hazırlık:

Sikloheksen ve benzen’in sulu brom (Br₂/H₂O) ve seyreltik KMnO₄ ile olan reaksiyon denklemleri, oluşan ürünler ve stereokimyaları ve ürünlerin oluşum mekanizmaları ile ilgili gerekli teorik bilgiye (ders kitaplarından ulaşılabilir) hazırlıklı gelinecektir.

Deney için gerekli malzemeler:

Kimyasal Malzemeler :

- sikloheksen
- benzen
- 10⁻² M sulu brom çözeltisi (1,28 g brom/800 mL H₂O)
- 10⁻⁴ M sulu KMnO₄ çözeltisi (12,6 mg KMnO₄/800 mL H₂O)

Cam ve Diğer Malzemeler :

- 4 adet 500 mL lik kapaklı dereceli silindir (mezür)
- 2 adet 0,1 mL dereceli 1 mL lik pipet
- 2 adet pipet puvarı
- 4 adet 10 mL lik dar ağızlı küçük şişe

Deneyin Yapılışı:

10 mL lik dar ağızlı iki küçük şişeye 0,75 mL benzen ve başka iki küçük şişeye de 0,8 mL sikloheksen konulup, şişeler etiketlenir. 500 mL lik dereceli iki silindire önceden hazırlanan 400 mL 10^{-2} M sulu brom çözeltisi ve başka iki silindire de 400 mL 10^{-4} M sulu $KMnO_4$ çözelti konulup ağızları kapatılır. Benzen etiketli şişelerin biri, brom çözeltisi bulunan dereceli silindirin içine, diğerini ise potasyum permanganat çözeltisi bulunan dereceli silindirin içine boşaltılır. Kapakları kapatıp, şiddetli bir şekilde çalkalanır. Aynı işlem, sikloheksen etiketli şişeler için tekrarlanır. Gözlemler not edilir ve deney sonuçları deney raporlarında tartışılır.

b) Tollens Reaksiyonu-Gümüş Aynası Testi

Bu deneyde, aldehytlerin tanınmasında kullanılan “*Tollens Reaksiyonu*” nun bir uygulaması yapılacaktır. Bunun için, glukoz *Tollens Reaktifi* ile etkileştirilecek ve deney kabının iç yüzeyinde oluşan metalik gümüşün oluşumundan (Gümüş aynası) aldehytin varlığı anlaşılacaktır.

Laboratuar Öncesi Hazırlık:

Bu deneyde kullanılacak glukoz’un açık zincirli ve halkalı yapıdaki (Haworth) formülleri, reaksiyon denklemi, oluşan ürünün (glukonik asit anyonu) yapı formülü ile ilgili gerekli teorik bilgiye (ders kitaplarından ulaşılabilir) hazırlıklı gelinecektir.

Deney için gerekli malzemeler:

Kimyasal Malzemeler :

- glukoz
- 0,1 M $AgNO_3$
- %25 lik sulu NH_3 çözeltisi

Cam ve Diğer Malzemeler :

- 2 adet 50 mL lik beher
- 1 adet 200 mL lik beher
- 1 adet 500 mL lik dibi yuvarlak balon
- 1 adet 100 mL lik mezür

- 1 adet 10 mL lik volumetrik pipet
- 1 adet 5 ml lik volumetrik pipet
- 1 adet 110 °C lik termometre
- 1 adet cam baget
- 70 °C sıcaklığa sahip sıcak su banyosu

Deneyin Yapılışı:

200 mL lik bir beher'in içine, 150 mL 0,1 M AgNO_3 çözeltisi konulur. Bu çözeltiye, karıştırılarak 5 mL %25 lik NH_3 çözeltisi ilave edilir. Oluşan kahverengimsi çökelti, 5 mL daha NH_3 (%25 lik) ilave edilerek ve karıştırılarak çözünür. Bu karışıma, başka bir beherde (50 mL lik) 10 mL destile suda 4,0 g glukoz çözünerek hazırlanan çözelti, ilave edilir. İlave işleminden sonra çözelti, bir dakika kadar bir baget yardımı ile karıştırılır. Karışım, bir cam huni kullanılarak 250 mL lik dibi yuvarlak bir balona aktarılır ve balon, önceden hazırlanan 70 °C deki bir sıcak su banyosuna daldırılıp 5 dakika kadar bekletilir. Gözlemler not edilir ve deney sonuçları deney raporlarında tartışılır.

Önemli Hatırlatmalar:

- Derişik amonyak çözeltisi gözlere ciddi zarar verebilir. Bu nedenle, bu deney iyi çeken bir çeker ocakta yapılmalı. Amonyak çözeltisi solunmamalı yada deri ile temas ettirilmemeli.
- Tollens reaktifi her seferinde taze olarak hazırlanıp tüketilmeli. Kullanılmayan çözelti bekletildiğinde, patlayıcı bir çökelti oluşur (muhtemelen Ag_3N). Bu nedenle, kullanılmayan çözelti, seyrelti nitrik asit kullanılarak yok edilmeli.
- Deneyin bitiminde, kabın iç yüzeyine yapışan metalik gümüş, az bir miktar derişik nitrik asit kullanılarak uzaklaştırılmalı (gümüş, derişik nitrik asitte çözünür).