



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ  
ΠΑΤΡΩΝ  
UNIVERSITY OF PATRAS

**ΑΝΟΙΚΤΑ** ακαδημαϊκά  
μαθήματα ΠΠ

## ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

**Ενότητα : Σύνθεση Ακετανιλιδίου**

Διδάσκοντες: Κων/νος Τσιτσιλιάνης, Καθηγητής  
Ουρανία Κούλη, Ε.ΔΙ.Π.  
Μαρία Τσάμη, Ε.ΔΙ.Π.

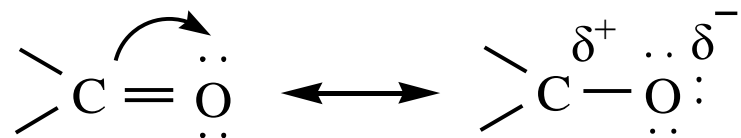
Πολυτεχνική Σχολή  
**Τμήμα Χημικών Μηχανικών**

# Σκοπός

Η πραγματοποίηση μιας αντίδρασης πυρηνόφιλης υποκατάστασης στις καρβονυλικές ενώσεις καθώς και η εξοικείωση των φοιτητών με τις πειραματικές τεχνικές της διήθησης, ανακρυστάλλωσης, ξήρανσης, μέτρησης σημείου τήξεως με στόχο την απομόνωση του ακετανιλιδίου σε καθαρή κατάσταση.

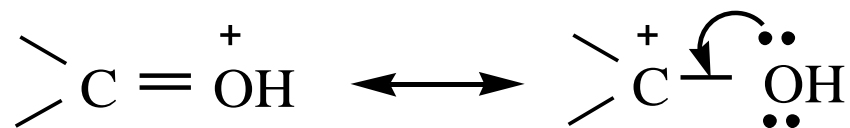
# Σύνθεση Ακετανιλιδίου

Η σύνθεση του ακετανιλιδίου ανήκει στις πυρηνόφιλες αντιδράσεις υποκαταστάσεως στις καρβονυλικές ενώσεις. Η δραστικότητα των καρβονυλικών ενώσεων οφείλεται στην πόλωση της χαρακτηριστικής τους ομάδας, του καρβονυλίου



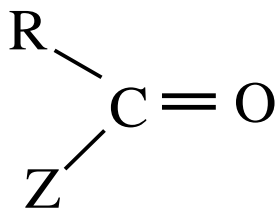
➤ συγκεκριμένα οφείλεται στην ασύμμετρη κατανομή των ηλεκτρονίων μεταξύ του ατόμου του άνθρακα και του ατόμου του οξυγόνου (περισσότερο ηλεκτραρνητικό) που καθιστά τον C ηλεκτρονιόφιλο.

- Σε όξινο περιβάλλον, το οξυγόνο του καρβονυλίου μπορεί να πρωτονιωθεί με αποτέλεσμα το κατιόν που σχηματίζεται να γίνεται δραστικότερο (περισσότερο ηλεκτρονιόφιλο) του καρβονυλίου και να δίνει αντιδράσεις υποκαταστάσεως ή προσθήκης με ασθενέστερα πυρηνόφιλα.



# Πυρηνόφιλες αντιδράσεις υποκαταστάσεως στον άνθρακα της καρβonyλομάδος

Τέτοιου είδους αντιδράσεις δίνουν τα καρβοξυλικά οξέα και τα παράγωγά τους όπως χλωρίδια, ανυδρίτες, εστέρες και αμίδια δηλ. οι ενώσεις του τύπου



οι οποίες είναι δυνατόν να υποστούν πυρηνόφιλο προσβολή με απόσπαση της ομάδας Z , όπου Z είναι ένα ηλεκτραρνητικό άτομο ή ομάδα που αποσπάται σχετικά εύκολα.

# Δραστικότητα

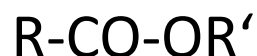
Χλωρίδια



Ανυδρίτες



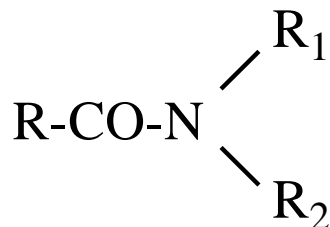
Εστέρες



Οξέα

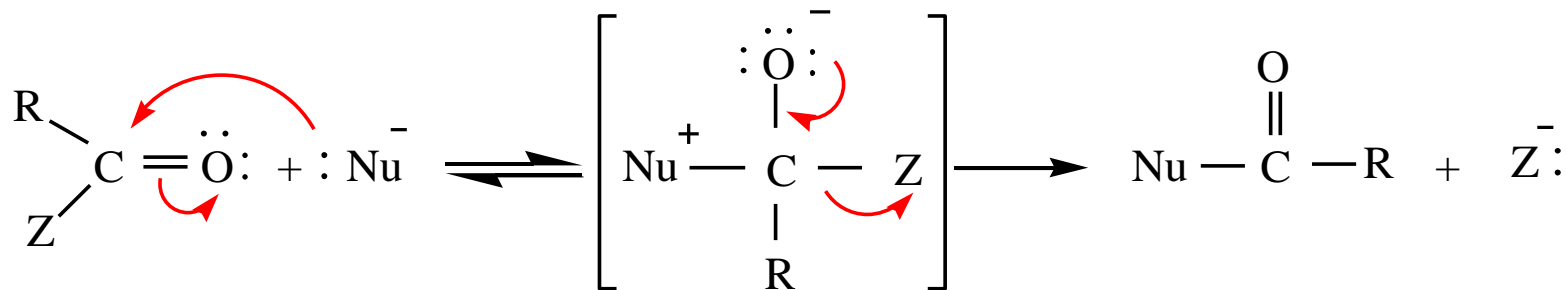


Αμίδια



Δραστικότητα : η μείωση της δραστικότητας είναι αποτέλεσμα του αυξανόμενου συντονισμού του καρβonyλίου και της μείωσης της δυνατότητας να απομακρυνθεί η ομάδα Z σαν σταθερό ανιόν

# Γενικός μηχανισμός αντίδρασης

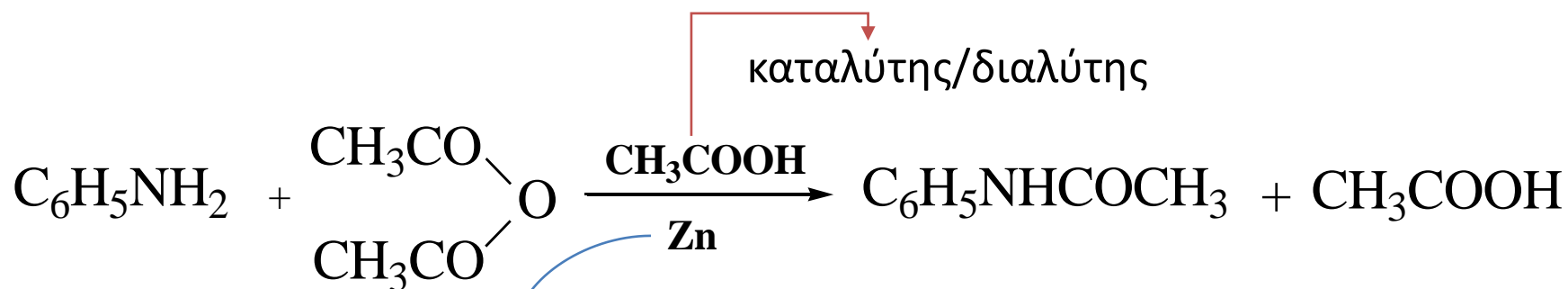


προσθήκη πυρηνόφιλου  
στην καρβονυλομάδα

σχηματισμός  
τετραεδρικού  
ενδιάμεσου

ζεύγος e από το οξυγόνο  
εκτοπίζει την ομάδα Z  
δημιουργώντας μια νέα  
καρβονυλο ένωση

# Αντίδραση σύνθεσης ακετανιλιδίου



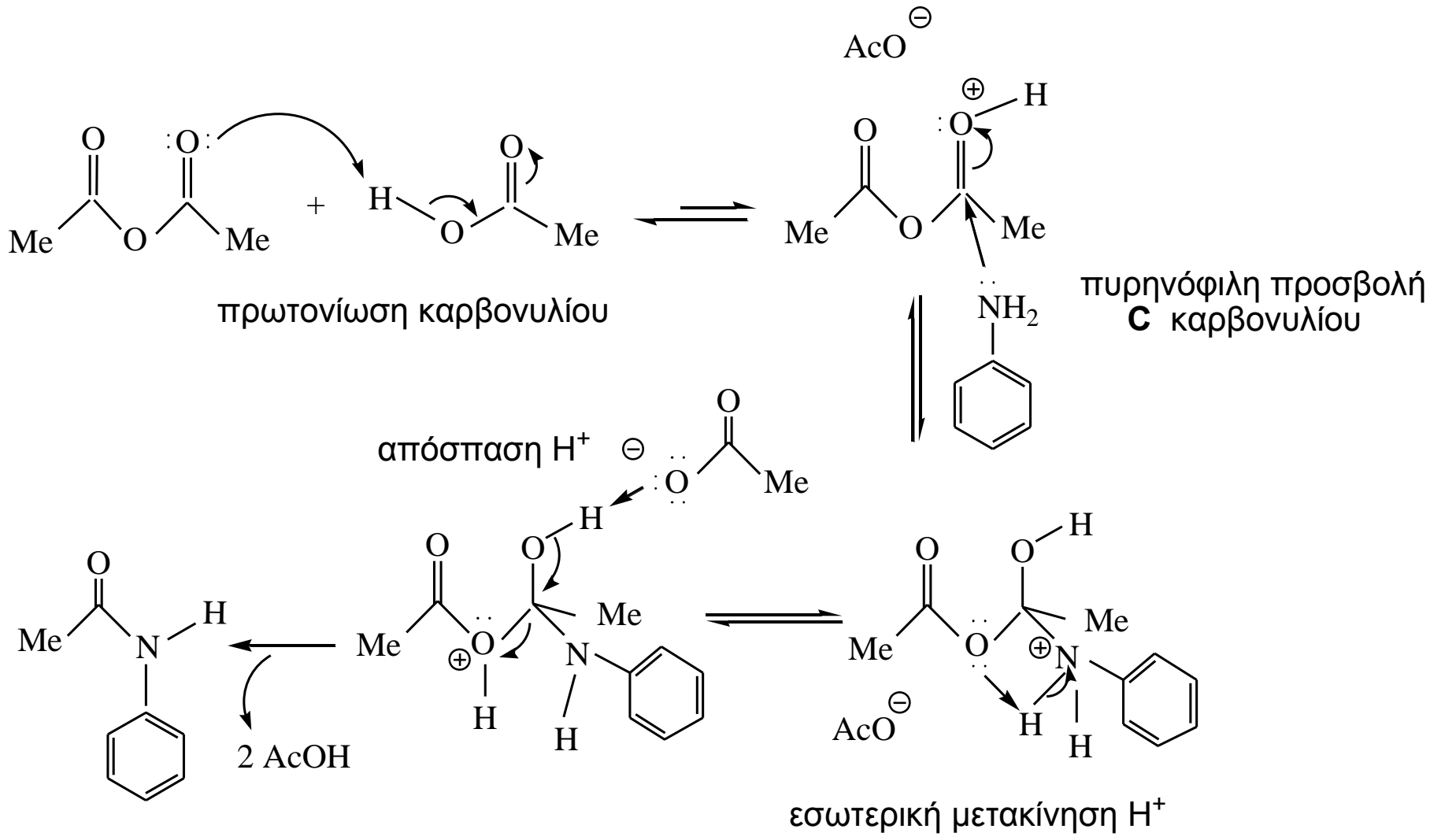
## ρόλος του Zn

➤ παρεμποδίζει την οξείδωση της ανιλίνης κατά την διάρκεια της αντίδρασης (η θέρμανση αυξάνει την ικανότητα οξείδωσης της)

✓ οι αμίνες (ιδιαίτερα αυτές με αρωματικές ομάδες) οξειδώνονται εύκολα και από τον αέρα

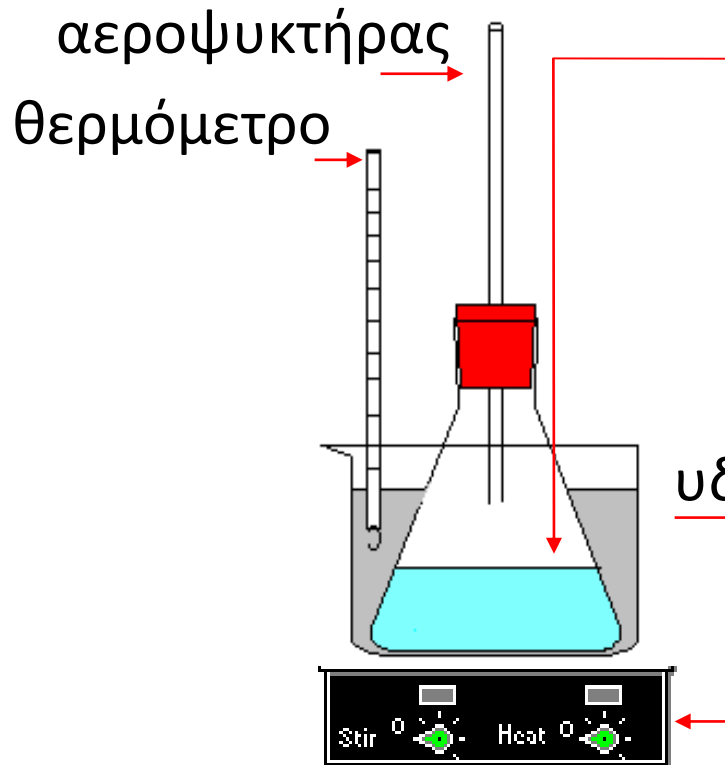


# Μηχανισμός αντίδρασης



# Μέθοδος Σύνθεσης

## Εργαστηριακός εξοπλισμός



## Απαιτούμενα υλικά

5ml ανιλίνη

5ml οξικός  
ανυδρίτης

6ml οξικό οξύ

0.3 g σκόνη Zn

υδρόλουτρο 60-70°C  
30 min

θερμαντική εστία

➤ Η χρήση του αεροψυκτήρα επιβάλλεται λόγω των ατμών του  $\text{CH}_3\text{COOH}$

# Στάδια μεθόδου

## 1. Προετοιμασία εργαστηριακού εξοπλισμού και προσθήκη αντιδραστηρίων

- Προσθήκη των αντιδραστηρίων σε κωνική φιάλη των 100ml
- Προσαρμογή αεροψυκτήρα στην κωνική φιάλη
- Στήσιμο υδρόλουτρου (θερμαντική εστία και μεταλλικό κύπελο στο οποίο προστίθεται μικρή ποσότητα νερού)

## 2. Αντίδραση

- Θέρμανση περιεχομένου κωνικής φιάλης στο υδρόλουτρο στους 60-70°C για 30min (διάρκεια αντίδρασης)

### 3.Απομόνωση ακετανιλιδίου

- Μετάγγιση περιεχομένου κωνικής φιάλης σε 150 ml ψυχρό νερό
- Σχηματισμός ιζήματος (λόγω της δυσδιαλυτότητας του ακετανιλιδίου στο ψυχρό νερό)
- Διήθηση υπό κενό για παραλαβή ιζήματος ακετανιλιδίου από υγρό
- Πλύση του ιζήματος πάνω στον ηθμό με μικρή ποσότητα ψυχρού νερού για απομάκρυνση όξινων υπολειμμάτων

## 4.Καθαρισμός ακετανιλιδίου

- Ανακρυστάλλωση με διαλύτη **νερό** για καθαρισμό από προσμίξεις με τα παρακάτω στάδια:
  1. διάλυση του ακετανιλιδίου στη μικρότερη δυνατή ποσότητα νερού (80-100ml), στη θερμοκρασία βρασμού του νερού.
  2. διήθηση του θερμού διαλύματος του ακετανιλιδίου από πτυχωτό ηθμό ώστε να απομακρυνθούν οι αδιάλυτες προσμίξεις.
  3. ψύξη διαλύματος μέχρι τη θερμοκρασία περιβάλλοντος ή και χαμηλότερη (παγόλουτρο) οπότε αποβάλλεται το ακετανιλίδιο, σε κρυσταλλική μορφή.
  4. διήθηση υπό κενό του ιζήματος του ακετανιλιδίου που σχηματίστηκε για παραλαβή του από το μητρικό υγρό (νερό).

➤ Η μέθοδος της ανακρυστάλλωσης στηρίζεται στη διαφορετική διαλυτότητα του ακετανιλιδίου και των προσμίξεων του στο νερό (διαλύτης ανακρυστάλλωσης)

- ✓ Το ακετανιλίδιο διαλύεται στο νερό στη θερμοκρασία βρασμού του (κατά την διαδικασία του καθαρισμού του με ανακρυστάλλωση), ενώ δε διαλύεται στο ψυχρό νερό όπου πέφτει σαν ίζημα.

## 5. Ξήρανση

- Ξήρανση σε ξηραντήρα κενού με Silica gel ( $\text{SiO}_2$ ) για απομάκρυνση της υγρασίας από το ακετανιλίδιο.

## 6. Έλεγχος καθαρότητας

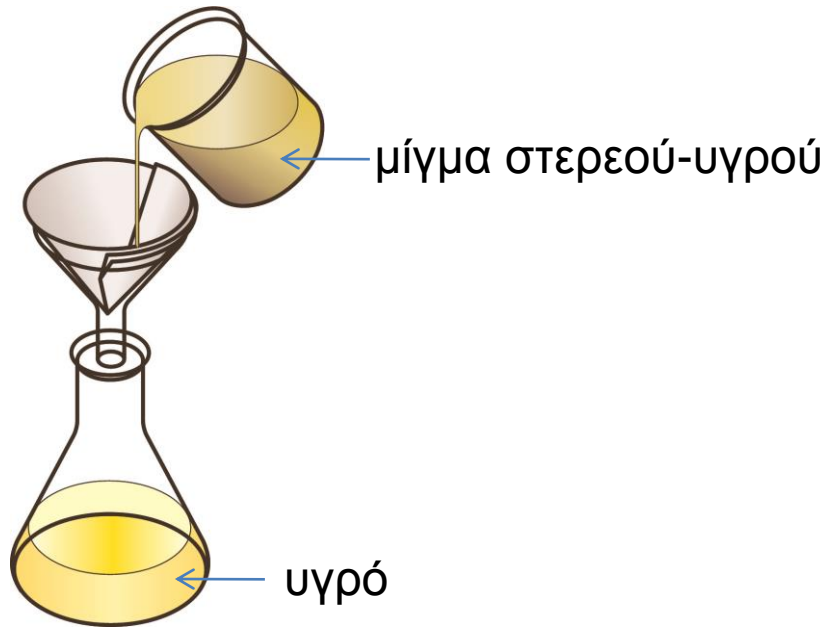
- Μέτρηση σημείου τήξης και σύγκριση με βιβλιογραφία ( $114^\circ\text{C}$ )

## 7. Υπολογισμός αποτελεσμάτων

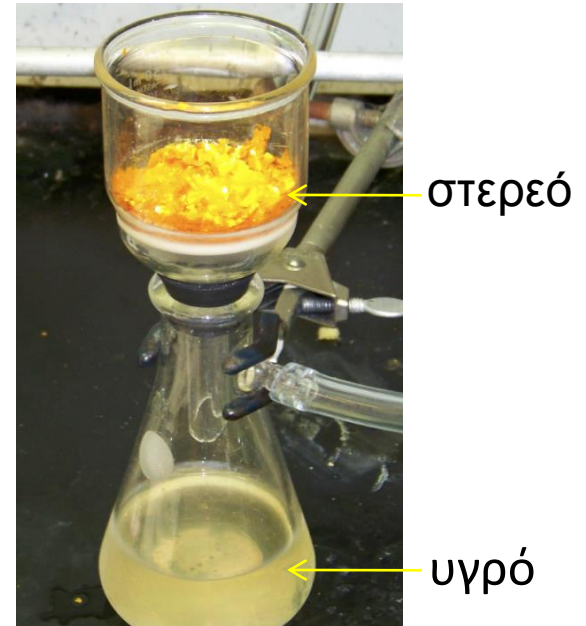
- Επεξεργασία και γραπτή παρουσίαση αποτελεσμάτων (αποδόσεων , μηχανισμών , παρατηρήσεων)

# Διήθηση

από πτυχωτό ηθμό



ΥΠΟ ΚΕΝΟ

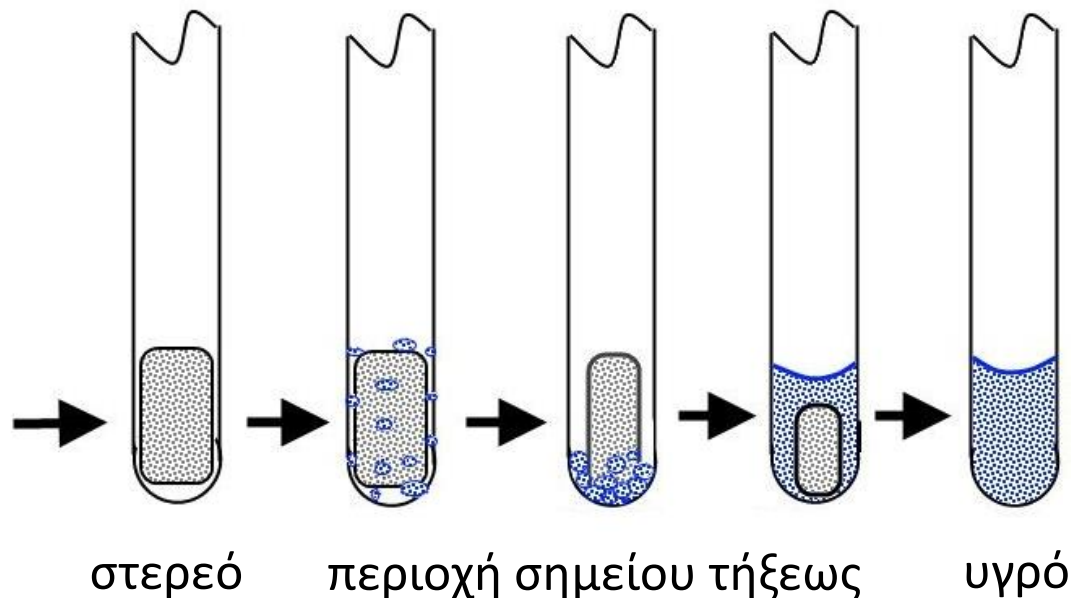


- Οι τεχνικές διαχωρισμού και καθαρισμού περιγράφονται αναλυτικά στην ενότητα “Μέθοδοι διαχωρισμού και καθαρισμού οργανικών ενώσεων”.



# Μέτρηση σημείου τήξεως

Με την μέτρηση του σημείου τήξεως ελέγχεται η καθαρότητα του ακετανιλιδίου. Σε περίπτωση που το σημείο τήξης του δεν διαφέρει περισσότερο από  $2^{\circ}\text{C}$  τότε ο καθαρισμός του ακετανιλιδίου με ανακρυστάλλωση κρίνεται επιτυχής. Σε διαφορετική περίπτωση επαναλαμβάνεται η ανακρυστάλλωση.



# Βιβλιογραφία

1. Δ. Παπαϊωάννου, Γ. Σταυρόπουλος και Θ. Τσεγενίδης “Εισαγωγή στην Πειραματική Οργανική Χημεία”, Εκδόσεις Πανεπιστημίου Πατρών, Πάτρα (1996)
2. Κ. Τσιτσιλιάνης, Ουρ. Κούλη “Εργαστήριο Οργανικής Χημείας”, Εκδόσεις Πανεπιστημίου Πατρών, Πάτρα (2014)

**ΤΕΛΟΣ ΕΝΟΤΗΤΑΣ**

# Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στο πλαίσιο του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Αθηνών**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο την αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



# Σημείωμα Ιστορικού Εκδόσεων Έργου

Το παρόν έργο αποτελεί την έκδοση 1.0.0.

# Σημείωμα Αναφοράς

Copyright Πανεπιστήμιον Πατρών, Καθηγητής, Κωνσταντίνος Τσιτσιλιάνης . «Εργαστήριο Οργανικής Χημείας». Έκδοση: 1.0. Πάτρα 2015.

Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση:

<https://eclass.upatras.gr/courses/CMNG2164/>

# Σημείωμα Αδειοδότησης

Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά, Μη Εμπορική Χρήση Παρόμοια Διανομή 4.0 [1] ή μεταγενέστερη, Διεθνής Έκδοση. Εξαιρούνται τα αυτοτελή έργα τρίτων π.χ. φωτογραφίες, διαγράμματα κ.λ.π., τα οποία εμπεριέχονται σε αυτό και τα οποία αναφέρονται μαζί με τους όρους χρήσης τους στο «Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων».



[1] <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Ως Μη Εμπορική ορίζεται η χρήση:

- που δεν περιλαμβάνει άμεσο ή έμμεσο οικονομικό όφελος από την χρήση του έργου, για το διανομέα του έργου και αδειοδόχο
- που δεν περιλαμβάνει οικονομική συναλλαγή ως προϋπόθεση για τη χρήση ή πρόσβαση στο έργο
- που δεν προσπορίζει στο διανομέα του έργου και αδειοδόχο έμμεσο οικονομικό όφελος (π.χ. διαφημίσεις) από την προβολή του έργου σε διαδικτυακό τόπο

Ο δικαιούχος μπορεί να παρέχει στον αδειοδόχο ξεχωριστή άδεια να χρησιμοποιεί το έργο για εμπορική χρήση, εφόσον αυτό του ζητηθεί.