



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ
ΠΑΤΡΩΝ
UNIVERSITY OF PATRAS

ΑΝΟΙΚΤΑ ακαδημαϊκά
μαθήματα ΠΠ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

Ενότητα : Σύνθεση Διβενζαλακετόνης

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

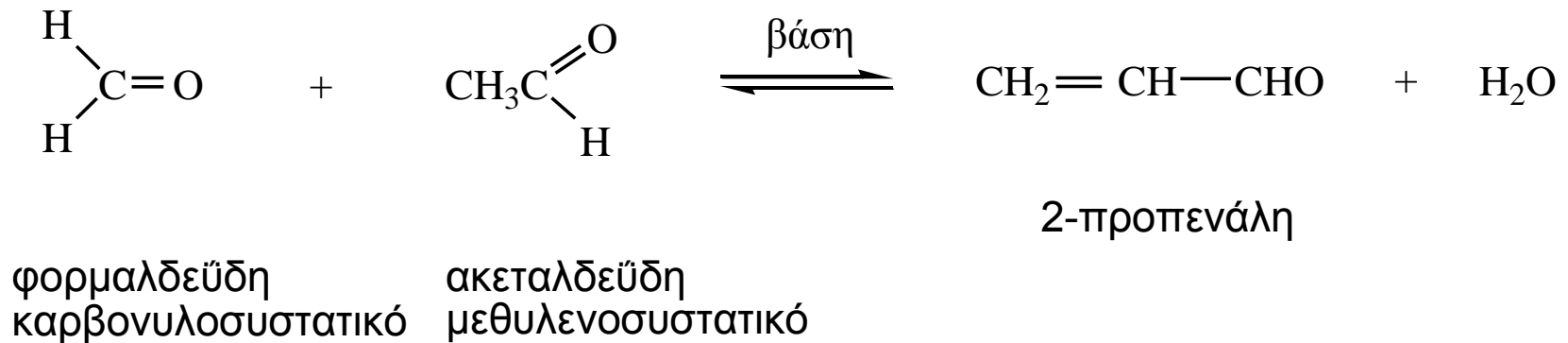
Πολυτεχνική Σχολή
Τμήμα Χημικών Μηχανικών

Σκοπός

Η πραγματοποίηση μιας αντίδρασης καρβονυλικής συμπύκνωσης, όπως η σύνθεση της διβενζαλακετόνης καθώς και η εφαρμογή των πειραματικών τεχνικών με τις οποίες οι φοιτητές έχουν ήδη εξοικειωθεί, έτσι ώστε να απομονωθεί η διβενζαλακετόνη σε καθαρή κατάσταση.

Σύνθεση διβενζαλακετόνης

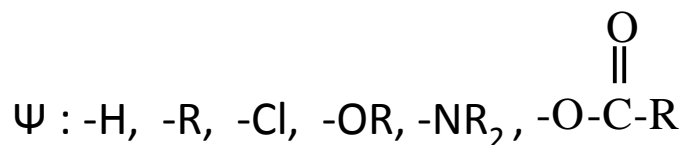
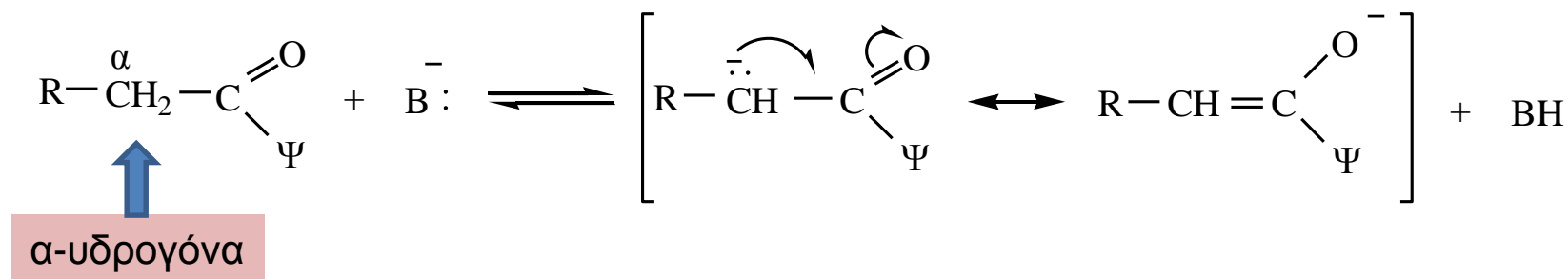
Η σύνθεση της διβενζαλακετόνης ανήκει στην γενική κατηγορία αντιδράσεων καρβονυλικής συμπύκνωσης όπου δύο μόρια ενώνονται για να σχηματίσουν ένα νέο δεσμό με ταυτόχρονη απόσπαση ενός μικρού μορίου όπως π.χ. H₂O ή αλκοόλης.



Αντιδράσεις καρβονυλικής συμπύκνωσης

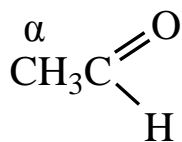
Τα στάδια στις αντιδράσεις συμπύκνωσης είναι :

1) Σχηματισμός καρβανιόντος : καρβανιόντα μπορούν να δώσουν ενώσεις που διαθέτουν α-υδρογόνα (ενεργά υδρογόνα), ως προς μία ομάδα, η οποία υπό την επίδραση μιας ισχυρής βάσης μπορεί να έλκει ηλεκτρόνια.

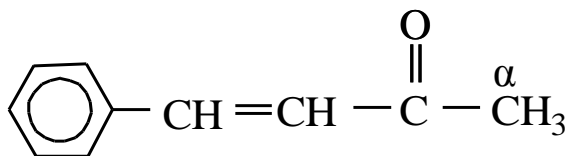


Παραδείγματα καρβονυλοενώσεων με α- υδρογόνα

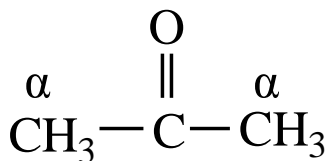
Ενώσεις που διαθέτουν τέτοια «ενεργά υδρογόνα» είναι οι αλδεΐδες, οι κετόνες, τα καρβοξυλικά οξέα και τα παράγωγά τους (εστέρες, ανυδρίτες) κ.λ.π.



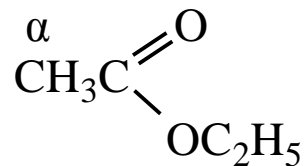
ακεταλδεΐδη



βενζαλακετόνη

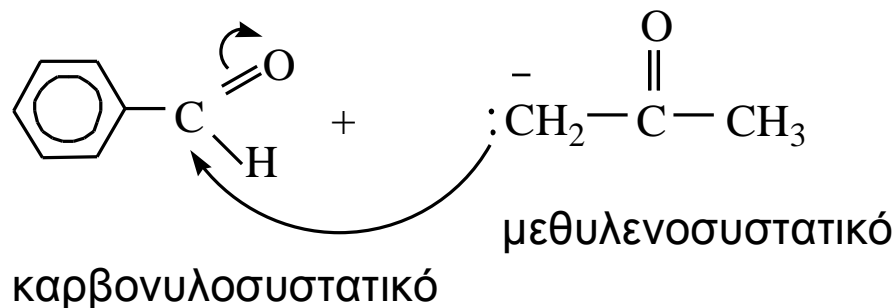


ακετόνη

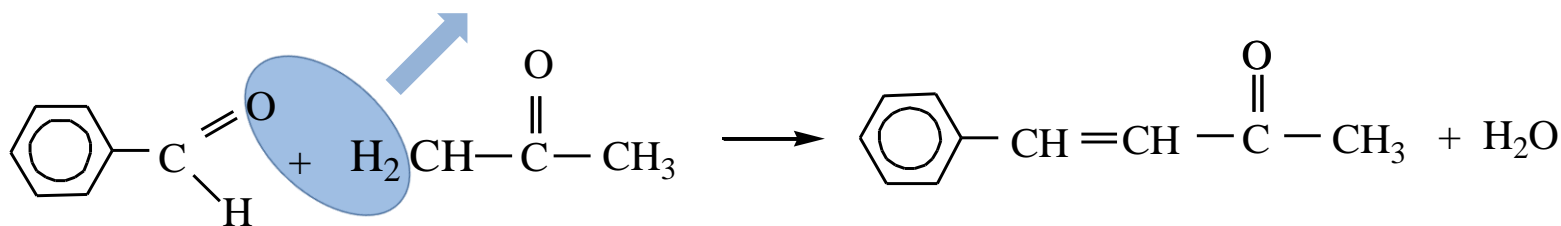


οξικός αιθυλεστέρας

2) Προσβολή της καρβονυλικής ένωσης (καρβονυλοσυστατικό) από το καρβανιόν (μεθυλενοσυστατικό) π.χ.



3) Απόσπαση νερού ή κάποιου άλλου μικρού μορίου



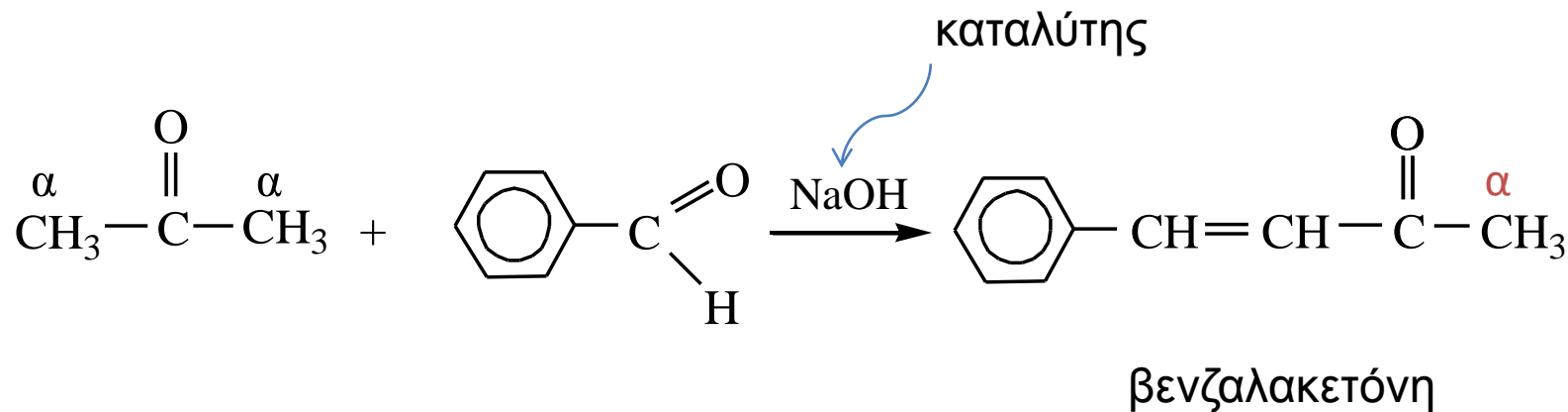
➤ Τα καρβανιόντα σταθεροποιούνται συνήθως με μεσομέρεια.

Αντίδραση ακετόνης με βενζαλδεΐδη

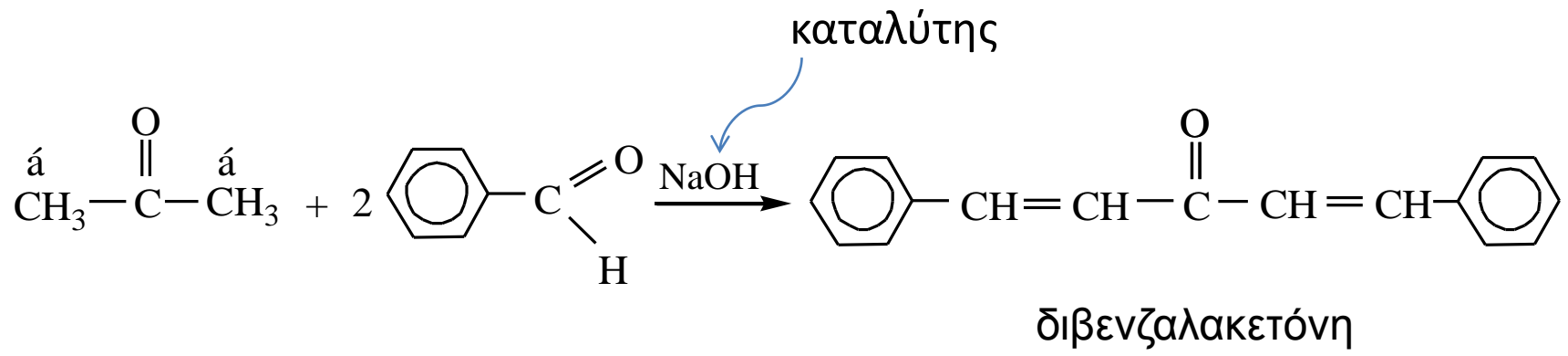
Στην αντίδραση συμπύκνωσης ακετόνης με βενζαλδεΐδη, παρουσία NaOH, είναι δυνατή η λήψη δύο διαφορετικών κύριων προϊόντων συμπύκνωσης.

Το αποτέλεσμα της αντίδρασης εξαρτάται από τη στοιχειομετρία της αντίδρασης (αναλογία moles αντιδρώντων).

➤ Σε περίπτωση περίσσειας ακετόνης προκύπτει βενζαλακετόνη :

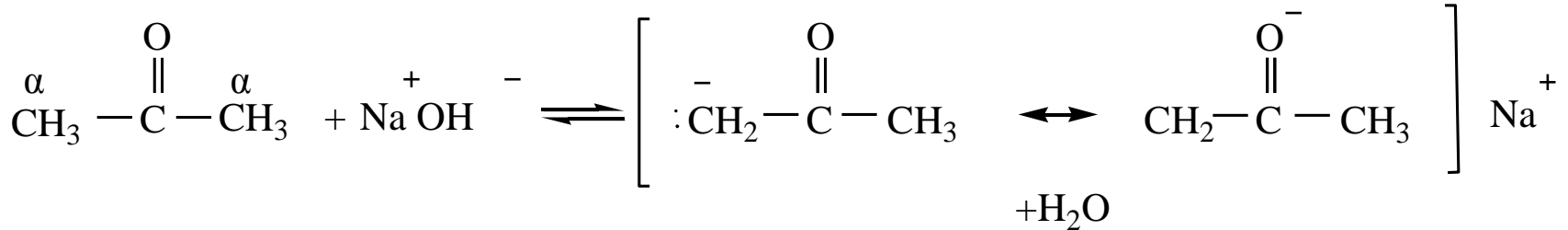


➤ Σε περίπτωση **περίσσειας** βενζαλδεΐδης (ακετόνη/βενζαλδεΐδη
1/2 σε moles) προκύπτει διβενζαλακετόνη :

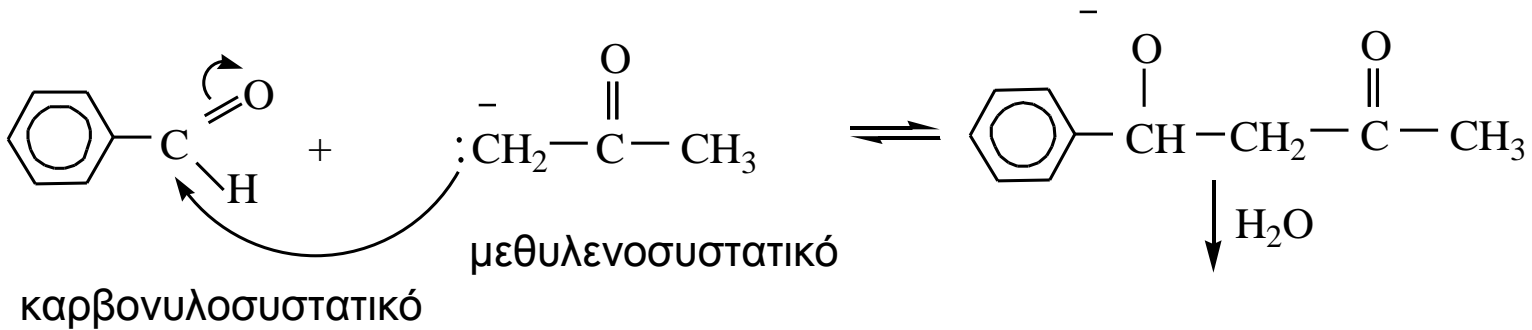


Μηχανισμός αντίδρασης

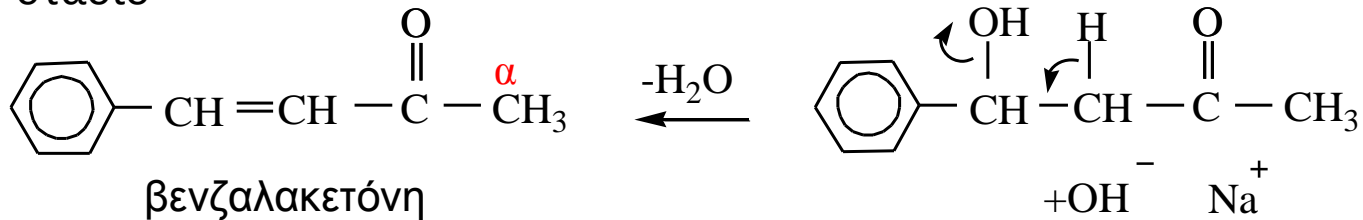
1^ο στάδιο



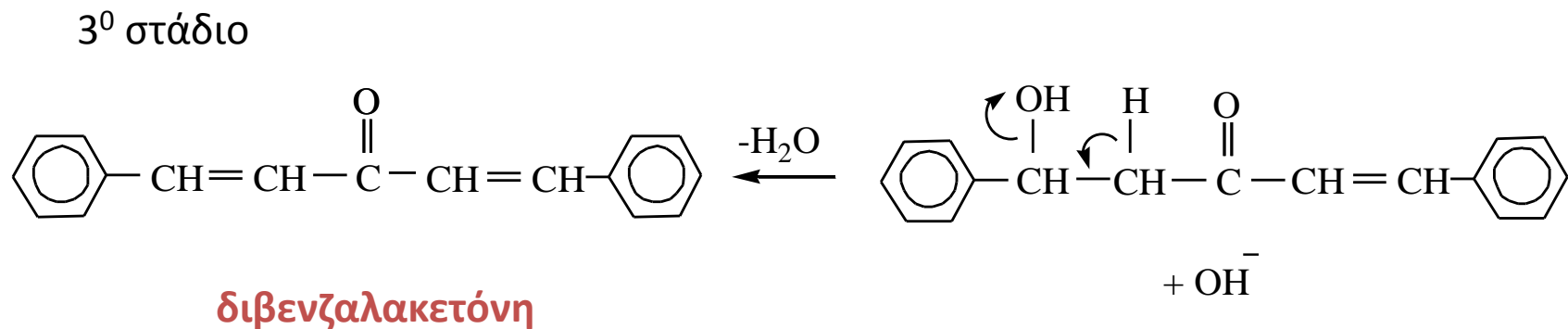
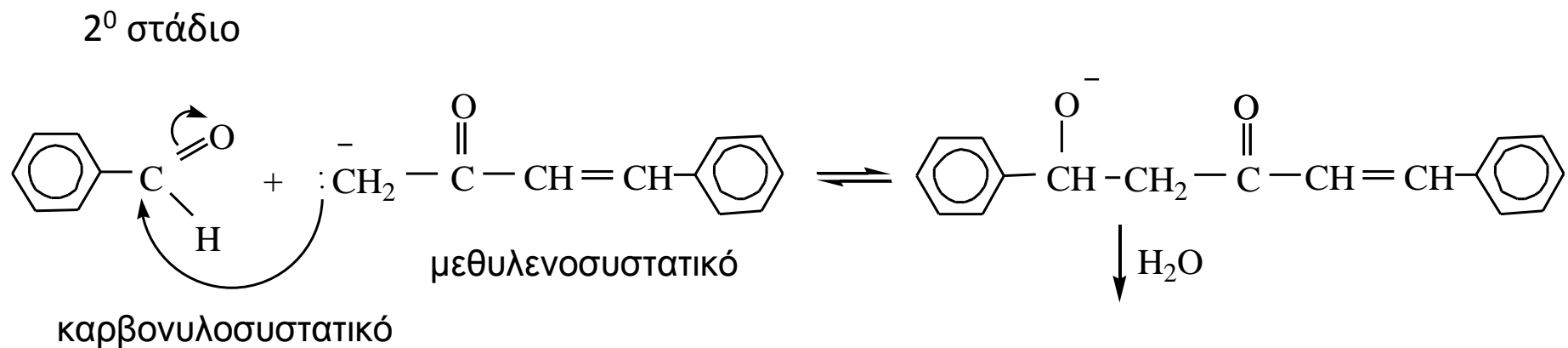
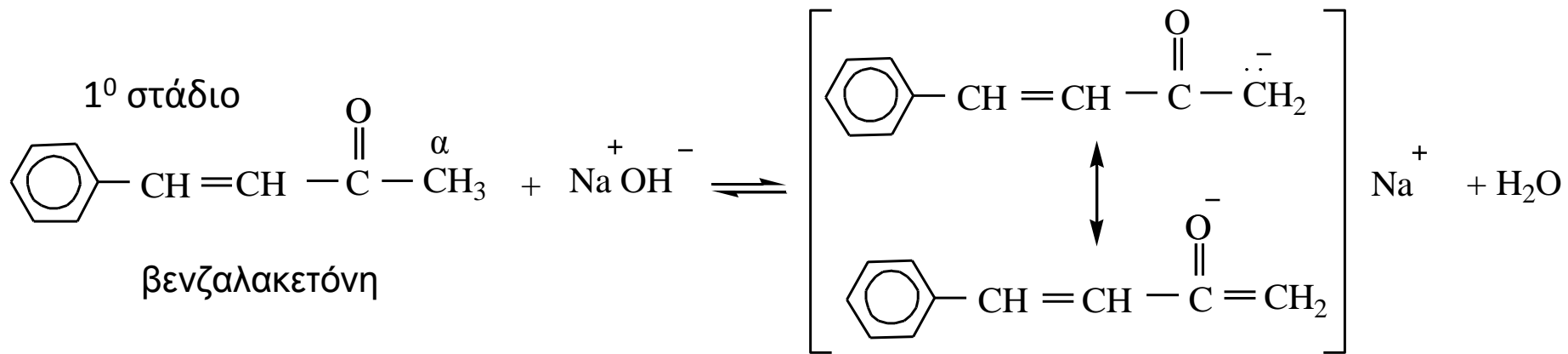
2^ο στάδιο



3^ο στάδιο



✓ Η βενζαλακετόνη διαθέτει α-υδρογόνα. Σε περίπτωση περίσσειας βενζαλδεΐδης μπορεί να κάνει συμπύκνωση.



Μέθοδος Σύνθεσης

Εργαστηριακός εξοπλισμός

- Κωνικές φιάλες των 250ml
- Φιάλη διήθησης κενού και άλλα γυάλινα σκεύη

Απαιτούμενα υλικά

- 5g καυστικό νάτριο(NaOH)
- 50ml νερό
- 40ml αιθανόλης

- 5ml βενζαλδεΐδης
- 2ml ακετόνης

- 80ml αιθανόλης

Στάδια μεθόδου

1. Προετοιμασία αλκαλικού διαλύματος

- Προσθήκη 5g καυστικού νατρίου (NaOH) και 50ml νερό σε κωνική φιάλη των 250ml (έκλυση θερμότητας).
- Ψύξη του διαλύματος και προσθήκη 40ml αιθανόλης.
- ✓ Στο πείραμα αυτό επαρκής ποσότητα αιθανόλης βοηθά την διάλυση της βενζαλδεΐδης (αρχικό αντιδρόν) , καθώς και της βενζαλακετόνης (ενδιάμεσο αντιδρόν).

2. Αντίδραση

- Προσθήκη στο αλκαλικό διάλυμα με συνεχή ανάδευση της μισής ποσότητας μίγματος, 5ml βενζαλδεΐδης και 2ml ακετόνης.
 - Σχηματισμός κρυστάλλων.
 - Ανάδευση με γυάλινη ράβδο για 15 λεπτά.
- ✓ Η βενζαλδεΐδη και η ακετόνη προστίθενται **ως μίγμα** διότι αν στο διάλυμα καυστικού Na προστεθεί πρώτα η βενζαλδεΐδη θα προκύψει αντίδραση Cannizzaro.
- Προσθήκη υπόλοιπης ποσότητας μίγματος και ανάδευση για 30 λεπτά ακόμα.
 - Αποβολή στερεού προϊόντος (διβενζαλακετόνη).

3. Απομόνωση διβενζαλακετόνης

- Διήθηση υπό κενό για παραλαβή διβενζαλακετόνης (ιζήμα) από υγρό.
- Πλύση του ιζήματος της διβενζαλακετόνης πάνω στον ηθμό με ψυχρό νερό.

4. Καθαρισμός διβενζαλακετόνης

- Καθαρισμός της διβενζαλακετόνης από τις προσμίξεις που περιέχει με τη μέθοδο της ανακρυστάλλωσης.

➤ Η μέθοδος της ανακρυστάλλωσης στηρίζεται στη διαφορετική διαλυτότητα της διβενζαλακετόνης και των προσμίξεων της στην αιθανόλη (διαλύτης ανακρυστάλλωσης)

Στάδια ανακρυστάλλωσης :

1. Επιλογή **αιθανόλης** για διαλύτη ανακρυστάλλωσης.
2. Διάλυση της διβενζαλακετόνης στη μικρότερη δυνατή ποσότητα αιθανόλης (80ml), στη θερμοκρασία βρασμού της.
3. Διήθηση του θερμού διαλύματος από πτυχωτό ηθμό (συγκρατούνται οι στερεές προσμίξεις οι οποίες δεν διαλύονται στην αιθανόλη, στη θερμοκρασία βρασμού της).
4. Ψύξη διαλύματος και σχηματισμός κρυστάλλων
✓ καθώς το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί ήρεμα στη θερμοκρασία περιβάλλοντος ή και μικρότερη(παγόλουτρο) αποβάλλεται στερεή διβενζαλακετόνη.
5. Διήθηση υπό κενό, οπότε η διβενζαλακετόνη καθαρή και απαλλαγμένη από προσμίξεις συλλέγεται στον ηθμό, ενώ το υγρό (αιθανόλη) περνάει στο διήθημα.

5. Ξήρανση διβενζαλακετόνης

- Ξήρανση σε ξηραντήρα κενού με Silica gel (SiO_2) για απομάκρυνση της υγρασίας.

6. Έλεγχος καθαρότητας διβενζαλακετόνης

- Μέτρηση σημείου τήξης και σύγκριση με βιβλιογραφία (112°C)

7. Υπολογισμός αποτελεσμάτων

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

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

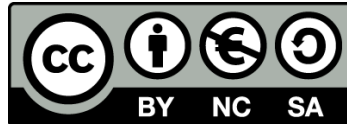
Copyright Πανεπιστήμιον Πατρών, Καθηγητής, Κωνσταντίνος Τσιτσιλιάνης . «Εργαστήριο Οργανικής Χημείας». Έκδοση: 1.0. Πάτρα 2015.

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.