

**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα**

**Τεχνολογικό Εκπαιδευτικό Ίδρυμα Αθήνας**

**Οργανική Χημεία (Ε)**

**Ενότητα 1: Εισαγωγή**

Δρ. Ευθαλία Ντουρτόγλου,

Επίκουρος Καθηγήτρια

Δρ. Απόστολος Παπαδόπουλος

Εργαστηριακός συνεργάτης

Τμήμα Οινολογίας και Τεχνολογίας Ποτών

|  |  |
| --- | --- |
| Το περιεχόμενο του μαθήματος διατίθεται με άδεια Creative Commons εκτός και αν αναφέρεται διαφορετικά | 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. |

**ΕΙΣΑΓΩΓΗ**

* **ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ**
* **ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ**
* **ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΤΩΝ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΩΝ**
* **ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ**



 **Σφαιρική φιάλη Απιοειδής φιάλη**

 

**Ψυκτήρες**

**Διάφορα γυάλινα σκεύη εργαστηρίου**



 **1**

 **1**  **1**  **2 6**

 **2** **3 5 6**

 5

 **4**

 **4 4**

**Διάφορα γυαλικά εργαστηρίου**

**1: επιθέματα, 2: ψυκτήρας Liebig, 3: διαχωριστική χοάνη, 4: σφαιρικές φιάλες, 5: γυάλινα πώματα, 6: σύνδεσμοι**

* **ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ**



 **Σύστημα βρασμού με κάθετο ψυκτήρα Σύστημα απόσταξης**

 **Σύστημα βρασμού με επαναρροή** **(reflux).**

****

 Όταν σε μια αντίδραση η θερμοκρασία είναι απαραίτητο να διατηρείται σταθερή και δεν πρέπει να έχουμε απώλειες συστατικών, η θέρμανση μπορεί να γίνει με κάθετο ψυκτήρα επαναρροής. Στο σχήμα δίνεται μια συσκευή reflux, η οποία αποτελείται από τον ψυκτήρα και τον υποδοχέα με τα αντιδρώντα μέσα σε υδατόλουτρο, που θερμαίνεται. Γενικά στη διάταξη αυτή, ο ψυκτήρας προσαρμόζεται σε εσμυρισμένη, γυάλινη σφαιρική φιάλη που τοποθετείται πάνω σε θερμαντική πλάκα, η οποία στην περίπτωση αυτή έχει τον ρόλο του υδατόλουτρου.

Κατά τη διάρκεια της αντίδρασης οι ατμοί του διαλύτη ψύχονται στα τοιχώματα του κάθετου ψυκτήρα, υγροποιούνται και επαναρρέουν στη φιάλη. Έτσι επιτυγχάνεται η διατήρηση σταθερής θερμοκρασίας και σταθερής συγκέντρωσης του διαλύματος.

** Εκχύλιση υγρού - υγρού**

Η εκχύλιση είναι μία βασική εργαστηριακή τεχνική στην οργανική χημεία. Αναφέρεται στην απομόνωση μιας ουσίας από ένα διάλυμα της, με τη βοήθεια ενός διαλύτη (εκχύλιση υγρού – υγρού). Οι δύο διαλύτες δεν πρέπει να αναμιγνύονται και σχηματίζουν ένα διφασικό σύστημα. Η τεχνική αυτή, βασίζεται στη κατανομή της ουσίας μεταξύ δύο διαφορετικών φάσεων (στοιβάδων), που πρακτικά δεν αναμειγνύονται.



Στις περισσότερες των περιπτώσεων μία εκ των δύο φάσεων είναι υδατική, ενώ η άλλη είναι ένας οργανικός διαλύτης. Η εκχύλιση πραγματοποιείται σε ειδικό γυάλινο σκεύος, την **διαχωριστική χοάνη.** Αυτή είναι φιάλη (απιοειδής ή κωνική), της οποίας το κάτω άκρο καταλήγει σε στενό γυάλινο σωλήνα με στρόφιγγα, για την εκτόνωση των ατμών του οργανικού διαλύτη και την απορροή του.

**Σύστημα απλής απόσταξης**



Η απόσταξη είναι μία από τις τεχνικές που χρησιμοποιούνται για τον καθαρισμό υγρών ουσιών και το διαχωρισμό των ενώσεων ενός μίγματος υγρών. Βασίζεται στα διαφορετικά σημεία βρασμού των ουσιών. Στην απόσταξη θερμαίνεται μία υγρή ουσία σε μία κατάλληλη συσκευή μέχρι το σημείο ζέσεώς της και κατόπιν οι σχηματιζόμενοι ατμοί υγροποιούνται και συλλέγονται σε μία άλλη φιάλη. Υπάρχουν διαφορετικοί τρόποι με τους οποίους μπορεί να γίνει η απόσταξη. Βασικές μέθοδοι απόσταξης είναι η απλή απόσταξη, κλασματική απόσταξη, απόσταξη με ελαττωμένη πίεση (υπό κενό) και απόσταξη με υδρατμούς.

**Απλή απόσταξη:** Η μέθοδος αυτή μπορεί να διαχωρίσει δύο υγρές ουσίες, εάν η διαφορά στα σημεία βρασμού τους είναι μεγάλη. Στην παραπάνω διάταξη η θέρμανση μπορεί να γίνει και σε θερμαντική πλάκα ή με θερμαντικό μανδύα.

Για ουσίες που έχουν υψηλό σημείο ζέσεως (> 200 οC), χρησιμοποιείται η απόσταξη με ελαττωμένη πίεση. Στην περίπτωση αυτή χρησιμοποιείται επιπλέον επίθεμα με υποδοχή για εφαρμογή κενού.

**Περιστροφικός εξατμιστήρας (rotary evaporator, rotavapor, flash evaporator)**



Είναι συσκευή την οποία χρησιμοποιούμε για να τη γρήγορη απομάκρυνση των διαλυτών. Η λειτουργία του περιστροφικού εξατμιστήρα βασίζεται στην εξάτμιση υπό κενό, ενώ παράλληλα υπάρχει περιστροφή για να αποφευχθεί ο έντονος βρασμός και ο κοχλασμός. Η απομάκρυνση επιτυγχάνεται με κατάλληλη ρύθμιση του κενού και της θερμοκρασίας στο υδατόλουτρο. Στο δοχείο εξάτμισης τοποθετείται το σύστημα από το οποίο επιδιώκουμε την απομάκρυνση του διαλύτη, ο οποίος μετά από συμπύκνωση μαζεύεται στο δοχείο συμπυκνώματος.H ταχύτητα περιστροφής μπορεί να ρυθμίζεται.

* **ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΤΩΝ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΩΝ**

Η οργανική σύνθεση μορίων περιλαμβάνει χημικές αντιδράσεις που μπορεί να είναι σύντομες ή πολυσταδιακές. Μια σύντομη αντίδραση είναι η μετατροπή ενός αντιδρώντος (Α) σε ένα προϊόν (Π ) (μόριο στόχος), σε ένα μόνο στάδιο,

 Α → Π

ενώ μία πολυσταδιακή αντίδραση περιλαμβάνει ενδιάμεσα προϊόντα (Β,Γ,Δ) που μετατρέπονται στο τελικό προϊόν (μόριο στόχος).

 Α → Β → Γ → Δ → Π

# Κάθε συνθετικό στάδιο αποτελείται από μία αντίδραση και σκοπός είναι να απομονωθεί το προϊόν σε καθαρή κατάσταση.

Στις οργανικές αντιδράσεις υπάρχει πάντα ένα υπόστρωμα (αντιδρών), πολλές φορές υπάρχουν και δύο υποστρώματα όταν πρόκειται για αντιδράσεις σύζευξης. Ο διαλύτης χρησιμοποιείται ως το μέσο όπου θα πραγματοποιηθεί η αντίδραση. Συχνά θα υπάρχουν ένα ή περισσότερα αντιδραστήρια (ανόργανα ή οργανικά) που δρουν σαν καταλύτες και τέλος θα απαιτείται κάποια ενεργειακή προσφορά με τη μορφή θερμότητας, φωτός (ακτινοβολίας) ή ηλεκτρισμού.

Γενικά στην οργανική σύνθεση, η αρχική ουσία μετατρέπεται με ένα χημικό ή ενεργειακό μέσο στο μόριο στόχο. Παρακάτω αναφέρονται δύο παραδείγματα:

Αντίδραση αποκαρβοξυλίωσης αλειφατικών οξέων με **ενεργειακό μέσο** (θερμότητα)

RCH2CH2CH2COOH → RCH=CH2 + CH3COOH

Αντίδραση οξείδωσης αλκοολών με **χημικό μέσο** (επίδραση ανόργανων αντιδραστηρίων)

3R2CHOH + Na2Cr2O7 + 4H2SO4 → 3R2CO + Cr2(SO4)3 + Na2SO4 + 7H2O

Στη συνέχεια το προϊόν θα πρέπει να υποστεί τη διεργασία απομόνωσης του, δηλαδή την απομάκρυνση του διαλύτη και των αντιδραστηρίων. Μετά από αυτή τη διεργασία, το προϊόν καθαρίζεται με διάφορες μεθόδους και ταυτοποιείται. Συνοπτικά διακρίνονται τα παρακάτω στάδια :

Α. Καθορισμός της μεθόδου

Β. Προκαταρκτική υπολογιστική φάση και επιλογή του διαλύτη

Γ. Ζύγιση, μέτρηση όγκου των υγρών και ανάμιξη των υλικών

Δ.. Η φάση της αντίδρασης

Ε. Κατεργασία του μίγματος της αντίδρασης

Ζ. Καθαρισμός του προϊόντος

Η. Ταυτοποίηση του προϊόντος και προσδιορισμός της απόδοσης

## ΣΤΑΔΙΟ Α

# Πρώτα καθορίζεται με ποιο τρόπο θα επιτευχθεί η μετατροπή του αντιδρώντος σε προϊόν και πάντα με την υπόδειξη της χημικής βιβλιογραφίας. Μπορεί να υπάρχουν πολλοί τρόποι μετατροπής. Θα επιλεχθεί εκείνη η χημική αντίδραση, η οποία πληροί τις ακόλουθες προϋποθέσεις:

1. εύκολος χειρισμός των αντιδραστηρίων
2. χαμηλό κόστος των υλικών και των συνθηκών της αντίδρασης
3. διασφάλιση από τους κινδύνους που μπορεί να προκύψουν (τοξικότητα υλικών, ευφλεκτότητα διαλυτών και αντιδραστηρίων, εκρηκτικότητα)
4. εύκολη κατεργασία του μίγματος της αντίδρασης και απομόνωση του προϊόντος
5. υψηλή απόδοση της αντίδραση
6. Ανακύκλωση των χρησιμοποιούμενων αντιδραστηρίων και διαλυτών.

Όλες οι προϋποθέσεις δεν συμπίπτουν σε μια χημική αντίδραση. Για παράδειγμα, η εστεροποίηση των οργανικών οξέων μπορεί να επιτευχθεί με διάφορες αντιδράσεις:

 H2SO4

α) RCOOH + R΄OH  RCOOR΄ + H2O

 οξύ αλκοόλη εστέρας

β) RCOCl + R΄OH RCOOR΄ + HCl

 ακυλοχλωρίδιο αλκοόλη εστέρας

Η αντίδραση (α) έχει χαμηλό κόστος, χαμηλό κίνδυνο, αλλά η απόδοση της αντίδρασης ανέρχεται σε 60%-70%. Η αντίδραση (β) έχει υψηλότερο κόστος, υψηλό κίνδυνο (το ακυλοχλωρίδιο είναι τοξικό), αλλά η απόδοση της αντίδρασης είναι πολύ ικανοποιητική (>90%).

## ΣΤΑΔΙΟ Β

Η προκαταρκτική υπολογιστική φάση περιλαμβάνει τον υπολογισμό των ποσοτήτων των αντιδρώντων ενώσεων, που πρόκειται να αναμιχθούν. Αυτές είναι στοιχειομετρικές σύμφωνα με τη χημική εξίσωση π.χ.

 [H+]

CH3COOH + C6H5CH2OH CH3COOCH2C6H5 + H2O

 1 mol 1 mol 1 mol

οξικό οξύ βενζυλική αλκοόλη οξικός βενζυλεστέρας

Όμως μπορεί κάποιο από τα συστατικά να είναι σε περίσσεια. Η περίσσεια μπορεί να επιφέρει μετατόπιση της χημικής ισορροπίας προς όφελος του προϊόντος, με αποτέλεσμα την αύξηση της απόδοσης. Θα επιλεχθεί εκείνο το αντιδρών σε περίσσεια που έχει χαμηλό κόστος και θα μπορεί να απομακρυνθεί εύκολα από το μίγμα τις αντίδρασης. Στην παραπάνω αντίδραση για παράδειγμα, το οξικό οξύ,

α) είναι φθηνότερο από τη βενζυλική αλκοόλη

β) απομακρύνεται ευκολότερα από το μίγμα της αντίδρασης σε σχέση με τη βενζυλική αλκοόλη

Συνεπώς το οξικό οξύ μπορεί να προστεθεί σε περίσσεια

CH3COOH + C6H5CH2OH CH3COOCH2C6H5 + H2O

 2,5 mol 1 mol 1 mol

Στη συνέχεια ακολουθεί η εκλογή του διαλύτη, με τον οποίο θα πραγματοποιηθεί η διαλυτοποίηση των αντιδραστηρίων και υποστρωμάτων. Οι πολικοί διαλύτες (νερό, μεθανόλη, αιθανόλη, χλωροφόρμιο, αιθέρας κ.α.) διαλύουν πολικές ενώσεις, οι άπολοι διαλύτες (εξάνιο, επτάνιο, βενζόλιο, τετραχλωράνθρακας, κ.α.) άπολες ενώσεις. Προς διευκόλυνση τις διάλυσης μπορεί να προστεθεί και μίγμα διαλυτών που αναμιγνύονται μεταξύ τους (μεθανόλη/ νερό). Επίσης ο διαλύτης επηρεάζει το μηχανισμό της αντίδρασης. Το διαλυτικό μέσο θα πρέπει να είναι αδρανές (να μην αντιδρά με το υπόστρωμα και τα αντιδραστήρια). Ένα άλλο στοιχείο που αφορά το διαλύτη είναι το σημείο ζέσεως. Συνήθως προτιμούνται διαλύτες με σημείο ζέσεως χαμηλότερο των 100 0C, έτσι ώστε να μπορούν να απομακρυνθούν εύκολα κατά τη κατεργασία του μίγματος.

## ΣΤΑΔΙΟ Γ

Οι ζυγίσεις των στερεών και υγρών (με χαμηλή πτητικότητα) ουσιών, πραγματοποιούνται στον αναλυτικό (μεγαλύτερη ακρίβεια) ή στο φαρμακευτικό ζυγό. Οι χημικές ενώσεις που είναι σε υγρή μορφή, μπορούν να μετρηθούν και με τον όγκο, αφού θα είναι γνωστή η πυκνότητα τους.

 d = m/V (g/mL)

 Η λήψη των υγρών αντιδραστηρίων / υποστρωμάτων, πραγματοποιείται με αριθμημένο σιφόνι και πουάρ, ενώ του διαλύτη με ογκομετρικό κύλινδρο. Η ανάμιξη των αντιδραστηρίων και υποστρωμάτων πραγματοποιείται μέσα σε **σφαιρική φιάλη**. Πρώτα προστίθεται ο απαιτούμενος διαλύτης, στη συνέχεια αναδεύεται με μαγνητάκι ανάδευσης στο μαγνητικό αναδευτήρα. Ακολουθεί η προσθήκη των αντιδραστηρίων / υποστρωμάτων.

Σφαιρικές φιάλες υπάρχουν σε διάφορα μεγέθη (5, 10, 25, 50, 100, 250, 500mL και 1L, 2L). Αυτές διακρίνονται στις εσμυρισμένες μονόλαιμες, δίλαιμες, τρίλαιμες, καθώς επίσης και σε εκείνες που είναι πλήρως σφαιρικές και εκείνες που έχουν επίπεδο πάτο. Ανάλογα με το πείραμα επιλέγεται και το είδος της σφαιρικής φιάλης. Αν η αντίδραση πρέπει να πραγματοποιηθεί με προσφορά θερμότητας, τότε μπορεί να χρησιμοποιηθεί σφαιρική φιάλη με επίπεδο πάτο έτσι ώστε να τοποθετηθεί απευθείας στη θερμαντική πλάκα.

##  ΣΤΑΔΙΟ Δ

# Η μετατροπή του αντιδρώντος σε προϊόν, μπορεί να γίνει με την προσφορά ενέργειας ή χωρίς την προσφορά ενέργειας. Γενικά ισχύει ο κανόνας, οι ενδόθερμες αντιδράσεις (ΔΗ>0) απαιτούν ενεργειακή προσφορά, οι εξώθερμες (ΔΗ<0) πραγματοποιούνται σε χαμηλές θερμοκρασίες.

α) Για αντιδράσεις που απαιτούν χαμηλές θερμοκρασίες το μίγμα ψύχεται:

α1) με πάγο (Τ ≈ 0 0C)

α2) με μίγμα πάγος / NaCl (στερεό) (Τ ≈ -7 0C)

α3) με μίγμα μεθανόλη / CO2 (στερεό) (Τ ≈ -35 0C)

α4) με υγρό άζωτο (Τ ≈ -90 0C)

β) Αντιδράσεις που πραγματοποιούνται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος (RΤ).

Το μίγμα της αντίδρασης αναδεύεται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος για τόσο χρονικό διάστημα, όσο απαιτείται για να σχηματισθεί το προϊόν.

γ) Για αντιδράσεις που απαιτούν προσφορά θερμότητας, το μίγμα θερμαίνεται:

γ1) σε υδατόλουτρο (Τ<100 0C)

γ2) σε ελαιόλουτρο (Τ>100 –180 0C)

γ3) με απευθείας επαφή της σφαιρικής φιάλης (με επίπεδο πάτο) με τη θερμαντική εστία.

Η θέρμανση πραγματοποιείται σε θερμαντική εστία και **ποτέ με λύχνο αερίου (γυμνή** **φλόγα),** γιατί υπάρχει μεγάλος κίνδυνος ανάφλεξης του διαλύτη.

Κατά τη θέρμανση του μίγματος, πρέπει να ληφθούν μέτρα για την αποφυγή εξάτμισης του διαλύτη και των αντιδρώντων. Για αυτό το σκοπό χρησιμοποιείται **κάθετος ψυκτήρας**, ο οποίος προσαρμόζεται στον εσμυρισμένο λαιμό της σφαιρικής φιάλης της αντίδρασης.

Οι ψυκτήρες χρησιμοποιούνται κυρίως για τη συμπύκνωση ατμών. Ανάλογα με τον τρόπο τοποθέτησής τους στην πειραματική συσκευή, οι ψυκτήρες διακρίνονται σε πλάγιους και κάθετους. Οι πλάγιοι χρησιμοποιούνται για τη συμπύκνωση των ατμών στις αποστάξεις, ενώ οι κάθετοι για τη συμπύκνωση των ατμών και την επαναφορά τους στη φιάλη βρασμού, κατά τη διεξαγωγή αντιδράσεων σε υψηλές θερμοκρασίες. Ο ψυκτήρας είναι ειδικό γυάλινο όργανο, το οποίο αποτελείται από δύο ομόκεντρους σωλήνες. Μέσω του εξωτερικού σωλήνα διέρχεται νερό βρύσης (ψυκτικό μέσο). Ο εσωτερικός σωλήνας εμπλουτίζεται με τους ατμούς κατά τη διάρκεια του βρασμού, οι οποίοι ψύχονται από τον εξωτερικό σωλήνα, υγροποιούνται και επανέρχονται στο μίγμα της αντίδρασης. Η διαδικασία αυτή ονομάζεται **βρασμός με επαναροή**.

### ΣΤΑΔΙΟ Ε

Η κατεργασία του μίγματος της αντίδρασης και η απομόνωση του προϊόντος περιλαμβάνει τις ακόλουθες διεργασίες:

ε1) Τη **διήθηση** και **ξήρανση** του προϊόντος, αν αυτό καθιζάνει σαν στερεό κατά τη διάρκεια της αντίδρασης.

ε2) Την προσθήκη απιονισμένου νερού στο μίγμα της αντίδρασης και την **εκχύλιση** του προϊόντος με έναν οργανικό διαλύτη που δεν αναμιγνύεται με το νερό.

**Εκχύλιση** είναι η διεργασία κατά την οποία μπορεί να διαχωριστεί και παραληφθεί μία χημική ένωση από ένα υγρό μίγμα ενώσεων και στηρίζεται στη χρήση δύο διαλυτών, που δεν αναμιγνύονται μεταξύ τους.

Η παραλαβή μιας ουσίας από ένα διάλυμα με τη βοήθεια ενός διαλύτη, είναι μια πολύ κοινή διαδικασία στο εργαστήριο της οργανικής χημείας.

Οι δύο υγρές φάσεις, του αρχικού διαλύματος όπου βρίσκεται διαλυμένη η ουσία και του διαλύτη που προστίθεται, είναι μη αναμίξιμες (σχηματίζεται **διφασικό σύστημα**) και η διαχωριζόμενη ουσία κατανέμεται εκλεκτικά στη φάση του προστιθέμενου διαλύτη. Η ουσία που πρόκειται να απομονωθεί, είναι επιθυμητό να διαλυτοποιείται καλύτερα στον οργανικό διαλύτη (οργανική φάση) και όχι στο νερό (υδατική φάση). Άρα από ένα υδατικό μίγμα ανόργανων αντιδραστηρίων, υδατοδιαλυτών ενώσεων και το προϊόν της αντίδρασης, μπορεί με την εκχύλιση να παραληφθεί το προϊόν με ένα οργανικό διαλύτη. Οι οργανικοί διαλύτες που χρησιμοποιούνται συνήθως στην εκχύλιση είναι: o αιθέρας, το εξάνιο, το βενζόλιο, ο οξικός αιθυλεστέρας Αυτοί είναι λιγότερο πυκνοί από το νερό. Το χλωροφόρμιο και το διχλωρομεθάνιο είναι πυκνότεροι του νερού.

Η εκχύλιση πραγματοποιείται σε ειδικό γυάλινο σκεύος, που ονομάζεται **διαχωριστική χοάνη.** Αυτή είναι φιάλη (απιοειδής ή κωνική), της οποίας το κάτω άκρο καταλήγει σε στενό γυάλινο σωλήνα με στρόφιγγα, για την εκτόνωση των ατμών του οργανικού διαλύτη και την απορροή του. Στο άλλο άκρο υπάρχει εσμυρισμένος λαιμός για την εισαγωγή των δύο διαλυτών. Το προς εκχύλιση διάλυμα και ο διαλύτης εκχύλισης εισάγονται στη διαχωριστική χοάνη και η χοάνη πωματίζεται. Η ανακίνηση των δύο φάσεων εκτελείται με κλειστή τη στρόφιγγα και με πωματισμένο λαιμό, αναστρέφεται η χοάνη και οι ατμοί που δημιουργούνται μέσα στη φιάλη, εκτονώνονται με άνοιγμα της στρόφιγγας. Μετά από διαδοχικές ανακινήσεις και εκτονώσεις (έως ότου να μην υπάρχει πλέον υπερπίεση), η χοάνη αφήνεται σε ηρεμία για να διαχωριστούν οι δύο φάσεις. Στο τέλος της εκχύλισης και μετά το διαχωρισμό των δύο φάσεων, συλλέγεται η οργανική φάση που περιέχει το προϊόν. Επειδή η οργανική φάση θα περιέχει υγρασία από την υδατική στιβάδα, θα πρέπει στη συνέχεια να ξηρανθεί με ξηραντικό υλικό (ανόργανα άλατα). Μετά τη ξήρανση, το ξηραντικό υλικό διηθείται και ο οργανικός διαλύτης θα πρέπει να απομακρυνθεί από το προϊόν με απόσταξη.

ε3) Απόσταξη του διαλύτη στον **περιστρεφόμενο εξατμιστήρα (rotary evaporator)**

# Η αρχή λειτουργίας αυτής της συσκευής βασίζεται στην απόσταξη υπό κενό, η οποία επιτρέπει την γρήγορη απομάκρυνση μεγάλης ποσότητας διαλύτη, με στόχο την συμπύκνωση (μερική ή πλήρης), ενός διαλύματος ή εναιωρήματος. Η συσκευή αυτή χρησιμοποιείται για την απόσταξη διαλυτών με σημείο ζέσεως μικρότερο των 100 0C. Συνεπώς διαλύτες που έχουν διαλυτοποιήσει μια χημική ένωση, στερεής ή υγρής φύσης, απομακρύνονται με αυτή τη συσκευή.

# Τα τμήματα που απαρτίζουν τον περιστρεφόμενο εξατμιστήρα είναι:

* υδατόλουτρο εξοπλισμένο με ρυθμιζόμενο θερμοστάτη
* ψυκτήρας εξοπλισμένος με υποδοχή για εισαγωγή / εξαγωγή νερού και εφαρμογή κενού με τη βοήθεια στρόφιγγας και υδραντλίας
* γυάλινος σωλήνας για προσαρμογή σφαιρικής φιάλης. Ο σωλήνας με τη σφαιρική φιάλη μπορούν να περιστρέφονται μηχανικά με διακόπτη που ρυθμίζει τη ταχύτητα περιστροφής (RPM , rotation pro minute).
* σφαιρική φιάλη για τη συλλογή του διαλύτη.

Το πλεονέκτημα της χρήσης τουπεριστρεφόμενου εξατμιστήρα, βασίζεται στη δυνατότητα ελάττωσης της πίεσης της συσκευής, με τη βοήθεια της υδραντλίας και τη ταυτόχρονη θέρμανση του διαλύτη. Η ελάττωση της πίεσης, έχει ως επακόλουθο τη ταπείνωση του σημείου ζέσεως του οργανικού διαλύτη και τη ταχεία εξάτμιση του. Η θέρμανση του διαλύτη επιτυγχάνεται μέσω του υδατόλουτρου και την ταυτόχρονη περιστροφή της φιάλης, όπου επάνω στην επιφάνεια της σχηματίζεται ένα λεπτό film θερμού νερού. Μετά την απόσταξη του διαλύτη, το προϊόν παραμένει στη σφαιρική φιάλη.

## ΣΤΑΔΙΟ Ζ

Ο καθαρισμός του τελικού προϊόντος επιτυγχάνεται με διάφορες φυσικοχημικές μεθόδους. Ανάλογα με τη φυσική του κατάσταση (στερεό, υγρό) και την ευαισθησία του, μπορεί να χρησιμοποιηθεί και μία διαφορετική μέθοδος. Ταχείες και οικονομικές μέθοδοι είναι η **απόσταξη** υγρών προϊόντων, η **ανακρυστάλλωση** στερεών προϊόντων και η **εκχύλιση** στερεών και υγρών υλικών. Η **χρωματογραφία στήλης,** χρησιμοποιείται για τον καθαρισμό προϊόντων που δεν μπορούν να καθαριστούν με τις παραπάνω μεθόδους. Όμως αυτή η μέθοδος είναι χρονοβόρα και έχει υψηλό κόστος σε πρώτες ύλες (διαλύτες έκλουσης, στατική φάση).

ζ1) Ο καθαρισμός υγρών ενώσεων με απόσταξη, βασίζεται στην εξαέρωση της υγρής ένωσης, την υγροποίηση και συλλογή της. Η απλή απόσταξη πραγματοποιείται σε κανονική πίεση (P = 760 mm Hg = 1 atm), με προσφορά θερμότητας και εφαρμόζεται για την απόσταξη ενώσεων που είναι σταθερές (δεν διασπώνται) στο σημείο βρασμού τους. Οι ενώσεις που έχουν υψηλό σημείο βρασμού και μπορεί να διασπαστούν σε θερμοκρασίες κοντά σε αυτό, αποστάζονται με απόσταξη υπό ελαττωμένη πίεση (P < 760 mmHg). Η ελάττωση της πίεσης (δημιουργία κενού), έχει ως αποτέλεσμα την ταπείνωση του σημείου ζέσεως της ένωσης, την απόσταξη της με ήπια προσφορά ενέργειας (θερμότητα) και συνεπώς την αποφυγή της διάσπασης της.

Η αποστακτική συσκευή για απλή απόσταξη αποτελείται από τα ακόλουθα τμήματα :

* σφαιρική φιάλη που περιέχει την ένωση προς απόσταξη
* θερμόμετρο για μέτρηση των θερμών ατμών και συνεπώς τον προσδιορισμό του σημείου βρασμού της
* πλάγιο ψυκτήρα (λειτουργεί όπως ο κάθετος ψυκτήρας) για την υγροποίηση των θερμών ατμών
* φιάλη για τη συλλογή του αποσταγμένου προϊόντος.
* Για την απόσταξη με ελαττωμένη πίεση, χρησιμοποιείται επιπλέον ενδιάμεσο τμήμα με υποδοχή για εφαρμογή κενού, μανόμετρο για μέτρηση της πίεσης στο εσωτερικό της συσκευής και παγίδα προς αποφυγή επιστροφής υγρού (νερό της υδραντλίας, έλαιο της αντλίας ελαίου) μέσα στην αποστακτική συσκευή. Η μείωση της πίεσης επιτυγχάνεται:
* με υδραντλία, επιτυγχάνεται κενό έως 15 mm Hg
* με περιστροφική αντλία ελαίου, επιτυγχάνεται κενό στην αποστακτική συσκευή έως 0,01 mm Hg.

ζ2) Ο καθαρισμός προϊόντων με χρωματογραφία στήλης, βασίζεται στη κατανομή του μίγματος (προϊόν με τις προσμίξεις), σε προσροφητικό υλικό (**στατική φάση**) που είναι διοξείδιο του πυριτίου. Η στατική φάση έχει τοποθετηθεί σε γυάλινο σωλήνα που είναι εξοπλισμένος με στρόφιγγα (**χρωματογραφική στήλη**). Η κατανομή και συνεπώς ο διαχωρισμός των συστατικών του μίγματος (του προϊόντος από τις προσμίξεις), πραγματοποιείται με τη χρήση διαλύτη έκλουσης (**κινητή φάση**). Η κινητή φάση διέρχεται δια μέσου της στατικής φάσης και μετακινεί το μίγμα με το προϊόν. Το προϊόν διαχωρίζεται από τις προσμίξεις μέσα στη στήλη και συλλέγεται σε μία φιάλη μαζί με μία ποσότητα της κινητής φάσης. Η κινητή φάση εξατμίζεται στο περιστρεφόμενο εξατμιστήρα και το προϊόν έχει απομονωθεί σε καθαρή μορφή.

## ΣΤΑΔΙΟ Η

Η τελική φάση της οργανικής σύνθεσης περιλαμβάνει την ταυτοποίηση του προϊόντος και τον υπολογισμό της απόδοσης της αντίδρασης. Η ταυτοποίηση μπορεί να πραγματοποιηθεί με τις παρακάτω τεχνικές :

η1) φασματοσκοπικά (ΙR, UV, NMR, MS)

η2) χρωματογραφικά [χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (TLC), HPLC, GC]

η3) φυσικές μέθοδοι [προσδιορισμός: σημείου τήξης (στερεά), σημείου ζέσεως (υγρά), δείκτη διάθλασης (υγρά)].

Η απόδοση μίας αντίδρασης είναι η εκατοστιαία (%) ποσότητα σε καθαρό, τελικό προϊόν. Υπολογίζεται από την πρακτική απόδοση (Π.Α.) και τη θεωρητική απόδοση (Θ.Α.). Η πρακτική απόδοση μιας αντίδρασης είναι η ποσότητα (σε γραμμάρια) του τελικού προϊόντος, που απομονώθηκε σε καθαρή μορφή. Η θεωρητική απόδοση είναι η θεωρητικά αναμενόμενη ποσότητα (σε γραμμάρια) σε προϊόν και υπολογίζεται από τη στοιχειομετρία της αντίδρασης.

% Απόδοση = Π.Α. / Θ.Α. x 100

|  |
| --- |
| **Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα****Τεχνολογικό Εκπαιδευτικό Ίδρυμα Αθήνας** |
| **Τέλος Ενότητας** |
| **Χρηματοδότηση*** Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
* Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο ΤΕΙ Αθήνας**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη 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.

 |

**Σημειώματα**

**Σημείωμα Αναφοράς**

Copyright ΤΕΙ Αθήνας, Ευθαλία Ντουρτόγλου, 2014. Ευθαλία Ντουρτόγλου. «Οργανική Χημεία (Ε). Ενότητα 1: Εισαγωγή» Έκδοση: 1.0. Αθήνα 2014. Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση: [ocp.teiath.gr](https://ocp.teiath.gr/).

**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. Οι όροι χρήσης των έργων τρίτων επεξηγούνται στη διαφάνεια «Επεξήγηση όρων χρήσης έργων τρίτων».

Τα έργα για τα οποία έχει ζητηθεί άδεια αναφέρονται 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.

**Επεξήγηση όρων χρήσης έργων τρίτων**

|  |  |
| --- | --- |
| © | Δεν επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου, παρά μόνο εάν ζητηθεί εκ νέου άδεια από το δημιουργό. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου και η δημιουργία παραγώγων αυτού με απλή αναφορά του δημιουργού. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY-SA | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου με αναφορά του δημιουργού, και διάθεση του έργου ή του παράγωγου αυτού με την ίδια άδεια. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY-ND | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου με αναφορά του δημιουργού. Δεν επιτρέπεται η δημιουργία παραγώγων του έργου. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY-NC | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου με αναφορά του δημιουργού. Δεν επιτρέπεται η εμπορική χρήση του έργου. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY-NC-SA | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου με αναφορά του δημιουργού και διάθεση του έργου ή του παράγωγου αυτού με την ίδια άδεια. Δεν επιτρέπεται η εμπορική χρήση του έργου. |
| διαθέσιμο με άδεια CC-BY-NC-ND | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου με αναφορά του δημιουργού. Δεν επιτρέπεται η εμπορική χρήση του έργου και η δημιουργία παραγώγων του. |
| διαθέσιμο με άδεια CC0 Public Domain | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου, η δημιουργία παραγώγων αυτού και η εμπορική του χρήση, χωρίς αναφορά του δημιουργού. |
| διαθέσιμο ως κοινό κτήμα | Επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου, η δημιουργία παραγώγων αυτού και η εμπορική του χρήση, χωρίς αναφορά του δημιουργού. |
| χωρίς σήμανση | Συνήθως δεν επιτρέπεται η επαναχρησιμοποίηση του έργου. |

**Διατήρηση Σημειωμάτων**

* Οποιαδήποτε αναπαραγωγή ή διασκευή του υλικού θα πρέπει να συμπεριλαμβάνει:
* Το Σημείωμα Αναφοράς
* Το Σημείωμα Αδειοδότησης
* Τη δήλωση Διατήρησης Σημειωμάτων
* Το Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων (εφόσον υπάρχει) μαζί με τους συνοδευόμενους υπερσυνδέσμους.