

**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα**

**Τεχνολογικό Εκπαιδευτικό Ίδρυμα Αθήνας**

**Οργανική Χημεία (Ε)**

**Ενότητα : Αλδολική συμπύκνωση (Άσκηση)**

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. |

**ΑΣΚΗΣΗ: ΑΛΔΟΛΙΚΗ ΣΥΜΠΥΚΝΩΣΗ**





Η αλδολική αντίδραση λαμβάνει χώρα μεταξύ δύο καρβονυλικών ενώσεων. Η μία καρβονυλική ένωση παρουσία μίας βάσης, μετατρέπεται στο ενολικό ιόν της. Η προσθήκη του ενολικού ιόντος μιας αλδεΰδης ή κετόνης στο καρβονύλιο μιας άλλης καρβονυλικής ένωσης, ονομάζεται αλδολική συμπύκνωση.

Είναι μια γενική αντίδραση για όλες τις αλδεΰδες και κετόνες με **α** άτομο υδρογόνου. Εάν όμως η αλδεΰδη ή κετόνη δεν διαθέτει ένα τουλάχιστον **α** άτομο υδρογόνου, δεν μπορεί να πραγματοποιηθεί. Στη φύση οι αντιδράσεις αλδολικής συμπύκνωσης αποτελούν βασικά στάδια κατά την βιοσύνθεση πολλών φυσικών ενώσεων.

ΣΚΟΠΟΣ: **Σύνθεση της βενζαλακετοφαινόνης (καλκόνη), με αντίδραση συμπύκνωσης της ακετοφαινόνης με βενζαλδεϋδη**

ΣΤΟΧΟΣ: Ο σπουδαστής μαθαίνει να εφαρμόζει τη χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (TLC: Thin Layer Chromatography) στην οργανική σύνθεση. Μ΄ αυτό τον τρόπο εξοικειώνεται με τη χρήση της τεχνικής TLC, η οποία του επιτρέπει να ελέγχει την πορεία μιας αντίδρασης.

## ΟΡΓΑΝΑ - ΣΚΕΥΗ - ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

* Αναλυτικός ζυγός
* Λυχνία υπεριώδους ακτινοβολίας (UV, λ = 250 nm)
* Χρωματογραφικός θάλαμος
* Πλάκα TLC για χρωματογραφικό έλεγχο
* Τριχοειδή σωληνάκια για TLC
* Χρωματογραφική στήλη
* Ογκομετρικός κύλινδρος 50 mL
* Κωνική φιάλη κενού των 100 mL
* Αριθμημένο σιφώνι των 5 mL
* Πουάρ, πιπέτες Pasteur
* Ιοντοανταλλακτική ρητίνη [Amperlite IRA – 400 (OH)]
* Βενζαλδεϋδη
* Ακετοφαινόνη
* Πετρελαϊκός αιθέρας
* Διαιθυλαιθέρας

**ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΠΟΡΕΙΑ**

ΣΤΑΔΙΟ Α: ΚΑΘΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

1) Επιλέγεται η αντίδραση συμπύκνωσης με χρήση ιοντοανταλλάκτη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος



Βενζαλδεϋδη Ακετοφαινόνη Βενζαλκετόνη (καλκόνη)

 0,005 mol 0,005 mol 0,005 mol

ΣΤΑΔΙΟ Β: ΠΡΟΚΑΤΑΡΚΤΙΚΗ ΥΠΟΛΟΓΙΣΤΙΚΗ ΦΑΣΗ ΚΑΙ Ο ΔΙΑΛΥΤΗΣ

2) Oι ποσότητες των αντιδρώντων θα είναι στοιχειομετρικές.

3) Συμπληρώνεται ο πίνακας βάσει των μοριακών βαρών των αντιδρώντων.

και υπολογίζονται οι ποσότητες των αντιδρώντων.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | ΜΤ  | ΜΒ |  mol  | Βάρος (g) | Πυκνότητα (g/ml) | Όγκος (ml) |
| Aκετοφαινόνη |  |  | 0,005 |  | 1,027 |  |
| Βενζαλδεϋδη |  |  | 0,005 |  | 1,045 |  |

ΣΤΑΔΙΟ Γ: MEΤΡΗΣΗ ΚΑΙ ΑΝΑΜΙΞΗ ΤΩΝ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΩΝ

1. Η χρωματογραφική στήλη στερεώνεται στο στατήρα και το κάτω άκρο της προσαρμόζεται στη κωνική φιάλη κενού.

5) Η χρωματογραφική στήλη πληρούται κατά το 1/3 με την ιοντοανταλλακτική ρητίνη.

6) Στη συνέχεια η στήλη διαβρέχεται με διαιθυλαιθέρα (περίπου 5,0 ml) τα οποία και συλλέγονται στη κωνική φιάλη. Η στρόφιγγα της στήλης κλείνει και εισάγονται εκ νέου 5,0 ml διαιθυλαιθέρα.

7) Τα αντιδρώντα λαμβάνονται με αριθμημένα σιφώνια. Διαλύουμε τις ποσότητες των αντιδρώντων σε 5,0 ml διαλύτη σε ένα ποτήρι βρασμού. Ο διαλύτης που επιλέγεται είναι ο διαιθυλαιθέρας, ο οποίος διαλυτοποιεί πλήρως τα συστατικά.

8) Στη συνέχεια τα αντιδρώντα μεταγγίζονται στη χρωματογραφική στήλη.

ΣΤΑΔΙΟ Δ: Η ΦΑΣΗ ΤΗΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΗΣ

9) Μία πιπέτα Pasteur και ένα μπαλόνι γεμάτο αέρα συνδέονται κατάλληλα, έτσι ώστε να διοχετεύεται αέρας σε τακτικά χρονικά διαστήματα μέσα στο μίγμα της στήλης. Αυτό θα έχει ως αποτέλεσμα την καλύτερη ανάμιξη των συστατικών. Η διαδικασία αυτή διαρκεί 30 min.

10) Η υδραντλία τίθεται σε λειτουργία και η στρόφιγγα της στήλης ανοίγει. Το διήθημα συλλέγεται στη κωνική φιάλη κενού. Το λάστιχο κενού της υδραντλίας αποσυνδέεται από τη κωνική φιάλη και η παροχή νερού κλείνει.

ΣΤΑΔΙΟ Η: Η ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΤΟΥ ΠΡΟΪΟΝΤΟΣ

12) Η χρωματογραφική πλάκα κόβεται με ένα ψαλίδι σε διαστάσεις 10 x 5 cm

περίπου. Κοντά στο ένα άκρο της πλάκας με τη βοήθεια ενός χάρακα χαράσσεται αχνή γραμμή με μολύβι (**γραμμή εκκίνησης**), χωρίς να καταστραφεί το υλικό της πλάκας.

1. Επάνω στη γραμμή εκκίνησης και σε απόσταση περίπου 1cm σημειώνονται τέσσερεις κουκκίδες που αριθμούνται (1, 2, 3, 4).
2. Προετοιμάζονται τα διαλύματα των πρότυπων ουσιών που θα χρησιμοποιηθούν σαν **μάρτυρες** (**reference**).

Nr. 1: μία σταγόνα βενζαλδεΰδης σε 4 ml διαιθυλαιθέρα

Nr. 2: μία σταγόνα ακετοφαινόνης σε 4 ml διαιθυλαιθέρα

Nr. 3: 40 mg καλκόνη σε 4 ml διαιθυλαιθέρα

15) Με τριχοειδή σωληνάκια τοποθετούνται σε κάθε κουκκίδα της πλάκας αντίστοιχα οι ουσίες (μάρτυρες και δείγμα), με τη μορφή μικρής κηλίδας

Nr. 1: βενζαλδεΰδη

Nr. 2: ακετοφαινόνη

Nr. 3: καλκόνη

Nr. 4: μία σταγόνα διηθήματος που θα περιέχει το προϊόν

**Σημείωση**: Είναι σημαντικό η ποσότητα των ουσιών που θα τοποθετηθεί, να είναι πολύ μικρή. Αυτό επιτυγχάνεται τοποθετώντας τις ουσίες επάνω στη πλάκα με τριχοειδή σωληνάκια με τη μορφή μικρής κηλίδας, της οποίας η διάμετρος δεν ξεπερνά τα 3 mm.

16) Ο **χρωματογραφικός θάλαμος** πληρούται με την **κινητή φάση** [Πεντάνιο/ Διαιθυλαιθέρας (9:1)] της οποίας η στάθμη θα είναι χαμηλότερη από 1cm.

17) Η χρωματογραφική πλάκα τοποθετείται κάθετα μέσα στο θάλαμο κατά τέτοιο τρόπο ώστε η γραμμή εκκίνησης να βρίσκεται στο κάτω μέρος και η κινητή φάση να μη τη διαβρέχει.

18) Ο θάλαμος κλείνεται με καπάκι προς στεγανοποίηση και το χρωματογράφημα αναπτύσσεται για τόσο χρόνο, έως ότου η κινητή φάση φθάσει 1cm από το επάνω άκρο της πλάκας (ονομάζεται **μέτωπο του διαλύτη**).

19) Το χρωματογράφημα απομακρύνεται από το θάλαμο με μία λαβίδα και το μέτωπο του διαλύτη σημειώνεται αχνά με ένα μολύβι.

Η χρωματογραφική πλάκα τίθεται σε ρεύμα αέρα μέσα στον απαγωγό μέχρι να εξατμιστεί ο διαλύτης.

20) Με τη λυχνία υπεριώδους ακτινοβολίας (UV, λ = 250 nm) εμφανίζονται οι κηλίδες των ουσιών 1, 2, 3 και του τελικού προϊόντος 4.

21) Προσδιορίζονται οι χρόνοι συγκράτησης

 RF (πρότυπη καλκόνη) =

 RF (Προϊόν) =

Εάν εμφανίζονται επί πλέον κηλίδες στο μίγμα της αντίδρασης τότε υπολογίζονται τα RF

22) Βάσει των θέσεων και των εντάσεων των κηλίδων εξάγονται συμπεράσματα σχετικά με την εξέλιξη της αντίδρασης.

Εάν η κηλίδα του προϊόντος δεν είναι έντονη τότε το διήθημα μεταγγίζεται πάλι στη στήλη και παραμένει για επί πλέον 10 min.

ΣΗΜΕΙΩΣΗ: Στο στάδιο Δ, το σημείο 10 μπορεί να παραληφθεί. Δηλαδή το διήθημα συλλέγεται σε κωνική φιάλη, χωρίς τη χρήση της υδραντλίας κενού.

|  |
| --- |
| **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 4: Αλδολική συμπύκνωση (Άσκηση)». 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.