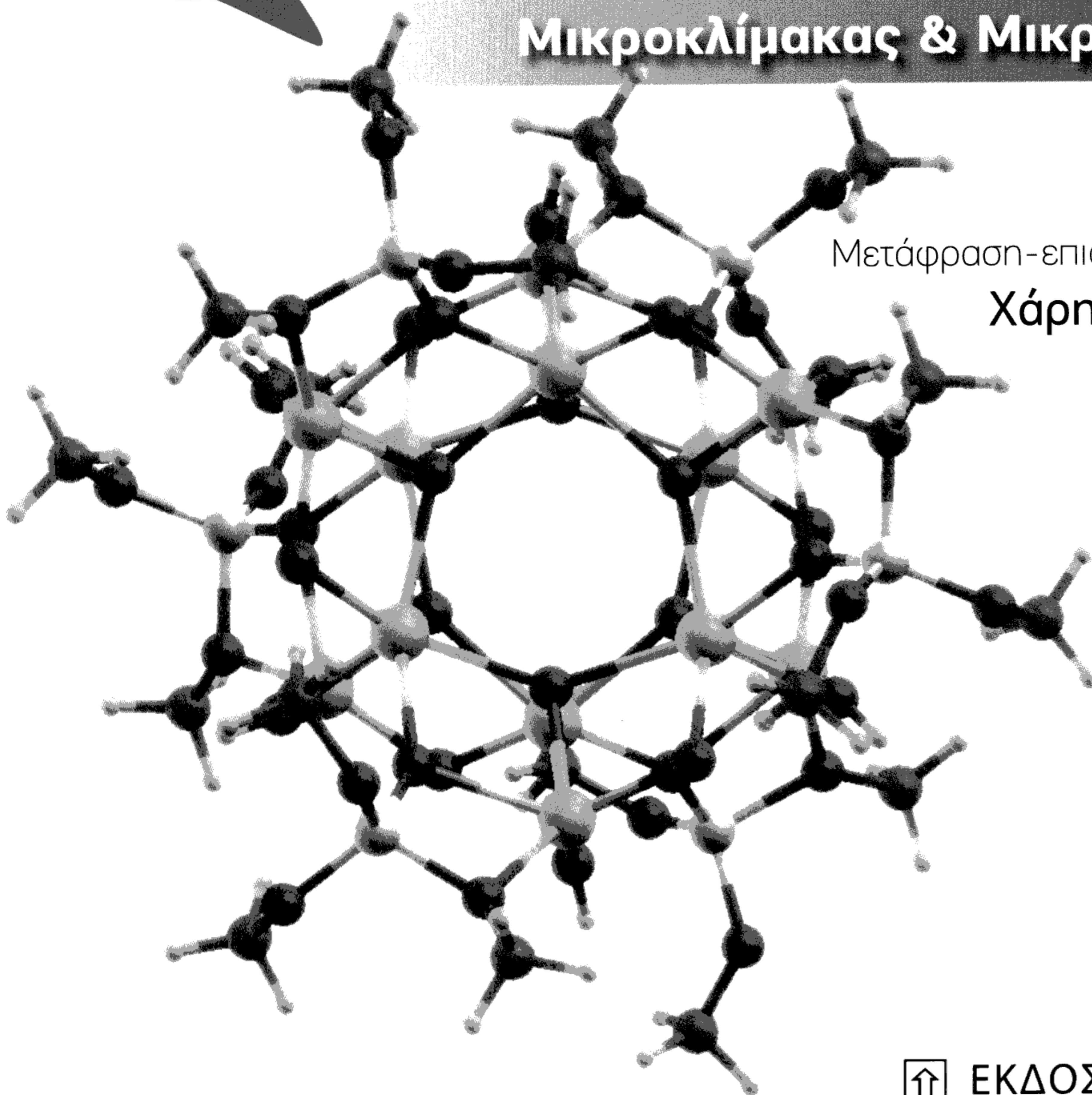


Allen M. Schoffstall • Barbara A. Gaddis • Melvin L. Druelinger

# ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

Δεύτερη  
Αμερικανική  
Έκδοση

Μικροκλίμακας & Μικρής Κλίμακας



Μετάφραση-επιστημονική επιμέλεια

Χάρης Ε. Σεμιδαλάς

ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΠΑΠΑΖΗΣΗ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ  
ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ  
ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

Μικροκλίμακας  
και Μικρής Κλίμακας

Τίτλος πρωτότυπου: *Microscale and miniscale organic chemistry. Laboratory experiments*, Allen M. Schoffstall, Barbara A. Gaddis, Melvin L. Druelinger, 2nd ed.

ISBN: 0-07-242456-7

Copyright © 2004, 2000 by The McGraw-Hill Companies, Inc.

ISBN: 978-960-02-2790-1

Copyright © 2012 Εκδόσεις ΠΑΠΑΖΗΣΗ ΑΕΒΕ

Νικηταρά 2 & Εμμ. Μπενάκη, 106 78 Αθήνα

Τηλ.: 210-3822.496, 210-3838.020, Fax: 210-3809.150

www.papazisi.gr e-mail: papazisi@otenet.gr

Φωτοστοιχειοθεσία: Μπακογιάννη Αθ. Ασπασία

Νικηταρά 3, 106 78 Αθήνα, Τηλ.: 210-3826.502

e-mail: aspampako@yahoo.gr

Εκτύπωση: Π. Βερβάτης & ΣΙΑ Ε.Ε.

Αγ. Παντελεήμονος 15, 122 41 Αιγάλεω

Τηλ.: 210-5744.374, Fax: 210-3450.197

---

Απαγορεύεται η μερική ή ολική αναδημοσίευση του έργου αυτού, καθώς και η αναπαραγωγή του με οποιοδήποτε μέσο χωρίς σχετική άδεια του Εκδότη.

ΕΥΔΟΞΟ

2013

547.002.8  
SCH

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ  
ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ  
ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ  
Μικροκλίμακας  
και Μικρής Κλίμακας

**Δεύτερη Αμερικανική Έκδοση**

Τ.Ε.Ι. ΑΘΗΝΑΣ  
ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ  
Αρ. εισ. 81895

**Allen M. Schoffstall**

*The University of Colorado  
at Colorado Springs*

and

**Barbara A. Gaddis**

*The University of Colorado  
at Colorado Springs*

with

**Melvin L. Druelinger**

*Colorado State University-Pueblo*

Μετάφραση-επιστημονική επιμέλεια

**Χάρης Ε. Σεμιδαλάς**

Επίκουρος Καθηγητής Οργανικής Χημείας  
ΤΕΙ Αθηνών



ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΠΑΠΑΖΗΣΗ  
ΑΘΗΝΑ 2012

## Πρώτες Βοήθειες

**Αναφέρατε αμέσως όλα τα ατυχήματα στον εκπαιδευτή σας!** Σε αυτά περιλαμβάνονται τα κοψίματα, οι χημικές ουσίες στους οφθαλμούς, τα εγκαύματα, οι πυρκαγιές, οι εκρήξεις, και όλοι οι τύποι ατυχημάτων. Μετά τη θεραπεία, σύμφωνα με πρωτόκολλα του ιδρύματός σας, εξηγήστε στον εκπαιδευτή σας ακριβώς τι συνέβη, έτσι ώστε να μπορεί να υποβληθεί μια έκθεση. **Όλοι οι φοιτητές θα πρέπει να είναι εγγεγραμμένοι σε ένα σχέδιο ασφάλισης υγείας πριν από την εγγραφή τους στο εργαστήριο.**

- **Κοψίματα:** Πηγαίνετε στον νεροχύτη και πλύνετε το κόψιμο με άφθονο κρύο νερό και ενημερώστε τον καθηγητή σας για το ατύχημα. Εφαρμόστε έναν επίδεσμο ανάλογα με την περίπτωση, αφού η αιμορραγία έχει υποχωρήσει. Εάν η αιμορραγία είναι σοβαρή, εφαρμόστε επίδεσμο και πίεση και αναζητήστε αμέσως ιατρική βοήθεια. Μην επιχειρήστε να εφαρμόσετε αιμοστατικό επίδεσμο.
- **Χημικές ουσίες στα μάτια:** Πηγαίνετε αμέσως στο οφθαλμόλουτρο του εργαστηρίου. Ζητήστε από κάποιον να σας οδηγήσει εκεί, αν δεν μπορείτε να δείτε. Λούστε τους οφθαλμούς σε δροσερό νερό από τη βρύση έκπλυσης οφθαλμών για τουλάχιστον 15 λεπτά. Αν χρησιμοποιηθεί οφθαλμικός υδροβιολέας, ξαπλώστε και κάποιος να σας ρίχνει κρύο νερό στους οφθαλμούς για τουλάχιστον 15 λεπτά. Αναζητήστε αμέσως ιατρική βοήθεια σε όλες τις περιπτώσεις.
- **Εγκαύματα (από φωτιά ή χημικές ουσίες):** Για εγκαύματα σε μεγάλες περιοχές του δέρματός σας, πηγαίνετε στον καταιωνιστήρα ασφαλείας και διαβρέξτε την καμένη περιοχή αμέσως. Αφαιρέστε τα ρούχα ανάλογα με τις ανάγκες. Για μικρής σημασίας εγκαύματα, πηγαίνετε στον νεροχύτη και πλύνετε το έγκαυμα του δέρματός σας με κρύο νερό για τουλάχιστον 15 λεπτά. Πλύνετε τα χημικά εγκαύματα με νερό και απορρυπαντικό, αν θέλετε, αλλά όχι με άλλες χημικές ουσίες. Αναζητήστε αμέσως ιατρική βοήθεια.
- **Πυρκαγιά πάγκου:** Αν μια πυρκαγιά ξεπάσει στον πάγκο του εργαστηρίου σας, απομακρυνθείτε από αυτήν. Να είστε βέβαιοι ότι οι άλλοι γύρω σας στέκονται μακριά από την πυρκαγιά. Να αξιολογηθεί το μέγεθος της φωτιάς και των δυνατοτήτων της για τη διάδοση. Απομακρύνατε όλους τους κοντινούς διαλύτες και τις χημικές ουσίες από την περιοχή της πυρκαγιάς. Σβήστε όλους τους λύχνους. Μικρές πυρκαγιές σβήνουν μόνες τους συχνά και δεν απαιτούν έναν πυροσβεστήρα. Προσπαθήστε να καλύψετε τη φωτιά με ένα ποτήρι ή με μεγάλη ύαλο ωρολογίου. Αν η φωτιά ενέχει κίνδυνο, εντοπίστε τον πιο κοντινό πυροσβεστήρα κόνεως ή διοξειδίου του άνθρακα. Τραβήξτε τον πείρο του πυροσβεστήρα και αδειάστε το περιεχόμενό του στη βάση της πυρκαγιάς μέχρι την πλήρη κατάσβεση. Για τις μεγάλες πυρκαγιές, αποκλείστε την περιοχή και ακολουθήσατε τις διαδικασίες έκτακτης ανάγκης.
- **Καιόμενο άτομο:** Κυλήστε το άτομο στο πάτωμα για να μειωθούν οι φλόγες. Μεταφέρετε το θύμα στον καταιωνιστήρα έκτακτης ανάγκης το ταχύτερο δυνατόν. Μόνο εάν δεν είναι διαθέσιμος ή εκτός λειτουργίας, σβήστε τις φλόγες με μια κουβέρτα πυρόσβεσης. Μη χρησιμοποιείτε πυροσβεστήρα πάνω σε άτομα. Αναζητήσατε ιατρική βοήθεια.
- **Έκρηξη:** Ξαπλώστε το θύμα. Εάν υπάρχουν εγκαύματα και αν το άτομο έχει τις αισθήσεις του, ενεργείστε όπως και για τα εγκαύματα. Εάν δεν υπάρχουν εγκαύματα, καλύψατε το θύμα με μια κουβέρτα πυρόσβεσης. Καλέστε το προσωπικό έκτακτης ανάγκης. Δώστε κουράγιο και βοήθεια στο θύμα μέχρι να έρθει βοήθεια.
- **Κατάποση χημικών:** Αναφέρατε το συμβάν αμέσως. Αναζητήστε ιατρική βοήθεια.

Ανατρέξατε στα Φυλλάδια Δεδομένων Ασφαλείας Υλικού (MSDS) για κάθε χημική ουσία που χρησιμοποιείται στο εργαστήριο για τις πληροφορίες Πρώτων Βοηθειών ενίσχυσης που αφορούν μια συγκεκριμένη χημική ουσία.

## *Αφιέρωση*

*Στους Carole, Larry, και Judy για την υπομονή τους, τη βοήθεια και την ενθάρρυνση.*

*Στους φοιτητές της οργανικής χημείας οι οποίοι αναπτύσσουν πάθος για την πρακτική  
και την εκμάθηση από τα εργαστηριακά πειράματα και στους εκπαιδευτές οι οποίοι καθιστούν  
κατανοητή την εργαστηριακή εκμάθηση.*

# Σύντομα Περιεχόμενα

|                             |   |
|-----------------------------|---|
| <b>Πρόλογος</b>             |   |
| <b>Εισαγωγή 1</b>           |   |
| <b>Κεφάλαιο Ένα</b>         | Τεχνικές στο εργαστήριο οργανικής χημείας<br>11                         |
| <b>Κεφάλαιο Δύο</b>         | Φασματοσκοπικές μέθοδοι και Μοριακή<br>μοντελοποίηση 138                |
| <b>Κεφάλαιο Τρία</b>        | Εφαρμογές που χρησιμοποιούν εργαστηρια-<br>κούς πόρους και τεχνικές 229 |
| <b>Κεφάλαιο Τέσσερα</b>     | Αλκοόλες και αλκυλαλογονίδια 278  |
| <b>Κεφάλαιο Πέντε</b>       | Σύνθεση αλκενίων 288  |
| <b>Κεφάλαιο Έξι</b>         | Αντιδράσεις προσθήκης αλκενίων 298                                      |
| <b>Κεφάλαιο Επτά</b>        | Στερεοχημεία 322  |
| <b>Κεφάλαιο Οκτώ</b>        | Εισαγωγή στις αντιδράσεις πυρηνόφιλης<br>υποκατάστασης 330              |
| <b>Κεφάλαιο Εννέα</b>       | Διένια και Συζυγία 343  |
| <b>Κεφάλαιο Δέκα</b>        | Ποιοτική οργανική ανάλυση I 355   |
| <b>Κεφάλαιο Έντεκα</b>      | Αντιδράσεις αρωματικών πλευρικών αλυσί-<br>δων 367                      |
| <b>Κεφάλαιο Δώδεκα</b>      | Ηλεκτρονιόφιλη αρωματική υποκατάσταση<br>377                            |
| <b>Κεφάλαιο Δεκατρία</b>    | Συνδυαστική φασματοσκοπία και προηγ-<br>μένη φασματοσκοπία 409          |
| <b>Κεφάλαιο Δεκατέσσερα</b> | Οργανομεταλλικές ενώσεις 440  |
| <b>Κεφάλαιο Δεκαπέντε</b>   | Αλκοόλες και διόλες 458   |
| <b>Κεφάλαιο Δεκαέξι</b>     | Αιθέρες 473   |

|                                |   |
|--------------------------------|---|
| <b>Κεφάλαιο Δεκαεπτά</b>       | Αλδεύδες και κετόνες 484  |
| <b>Κεφάλαιο Δεκαοκτώ</b>       | Ενόλες, ενολικά ιόντα και ενόνες 507                              |
| <b>Κεφάλαιο Δεκαεννέα</b>      | Καρβοξυλικά οξέα 525  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι</b>         | Εστέρες καρβοξυλικών οξέων 538                                    |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι ένα</b>     | Δικαρβονυλικές ενώσεις 552  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι δυο</b>     | Αρινές 563  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι τρία</b>    | Αρυλαλογονίδια 595  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι τέσσερα</b> | Φαινόλες 601  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι πέντε</b>   | Υδατάνθρακες 612  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι έξι</b>     | Λιπίδια 634   |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι επτά</b>    | Αμινοξέα και παράγωγα 648   |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι οκτώ</b>    | Ποιοτική οργανική ανάλυση II 662                                  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι εννέα</b>   | Εργασίες 723  |
| <b>Παράρτημα Α</b>             | Πίνακες παραγώγων για ποιοτική οργανική ανάλυση 787               |
| <b>Παράρτημα Β</b>             | Εργαστηριακές εργασίες και υπολογισμοί 793                        |
| <b>Παράρτημα Γ</b>             | Σχεδιασμός ενός διαγράμματος ροής 799                             |
| <b>Παράρτημα Δ</b>             | Φυλλάδιο δεδομένων ασφαλείας υλικού 802                           |
| <b>Παράρτημα Ε</b>             | Πίνακες Κοινών Οργανικών Διαλυτών και Ανόργανων διαλυμάτων 808    |
| <b>Παράρτημα Ζ</b>             | Συχνότητες απορρόφησης IR 809                                     |
| <b>Παράρτημα Η</b>             | Χημικές μετατοπίσεις $^1\text{H}$ NMR και $^{13}\text{C}$ NMR 810 |
|                                | <i>Ευρετήριο Ελληνικών όρων</i> 811                               |
|                                | <i>Ευρετήριο Αγγλικών όρων</i> 831                                |

# Περιεχόμενα

## Πρόλογος

Εισαγωγή 1

**Σημαντικά χαρακτηριστικά του εργαστηρίου οργανικής χημείας 1**

**Οι στόχοι του εργαστηρίου οργανικής χημείας 2**

**Η εργασία στο εργαστήριο 2**

**Ασφάλεια Εργαστηρίου 4**

**Φυλλάδιο δεδομένων ασφαλείας υλικού (MSDS) 7**

**Το εργαστηριακό σας τετράδιο 8**

**Εργαστηριακές εκθέσεις 8**

**Πώς θα γίνετε πετυχημένος σπουδαστής στο Εργαστήριο Οργανικής Χημείας 10**

**Κεφάλαιο Ένα** Τεχνικές στο εργαστήριο οργανικής χημείας 11

**Τεχνική Α** Γυάλινα σκεύη και εξοπλισμός: Θέρμανση και ψύξη 11

Γυάλινα σκεύη μικροκλίμακας και σχετικός εξοπλισμός 12

Γυάλινα σκεύη μικρής κλίμακας 15

Πρόσθετα γυάλινα σκεύη και εξοπλισμός 16

Πώς καθαρίζονται τα γυάλινα σκεύη 16

Πώς θερμαίνονται και ψύχονται τα γυάλινα δοχεία αντίδρασης 16

**Τεχνική Β** Ζύγιση και Μέτρηση 20

Πώς ζυγίζονται στερεά και υγρά 20

Εισαγωγή στη μέτρηση των όγκων των υγρών 20

Πώς χρησιμοποιείται η βαθμονομημένη γυάλινη πιπέτα 21

Πώς χρησιμοποιείται μία αυτόματη πιπέτα μεταφοράς 23

Πώς χρησιμοποιείται η σύριγγα 23

**Άσκηση Β.1:** Προσδιορισμός της πυκνότητας ενός υδατικού διαλύματος 24

**Άσκηση Β.2:** Προσδιορισμός της πυκνότητας ενός οργανικού υγρού 25

**Άσκηση Β.3:** Βαθμονόμηση μιας πιπέτας Pasteur 25

|   |  |
|---|--|
|  | <b>Τεχνική Γ Σημεία Τήξεως 26</b>  |
|   | Συμπεριφορά μικτής τήξης 28  |
|   | Συμπεριφορά τήξης των στερεών 28   |
|   | Βαθμονόμηση θερμομέτρου 28   |
|   | Συσκευές μέτρησης του σημείου τήξεως 29  |
|   | Πώς προσδιορίζεται το σημείο τήξεως 29   |
|   | <b>Ασκηση Γ.1: Βαθμονόμηση του θερμομέτρου 31</b>                                      |
|   | <b>Ασκηση Γ.2: Σημείο τήξεως ενός αγνώστου στερεού 31</b>                              |
|   | <b>Ασκηση Γ.3: Μικτό σημείο τήξεως 32</b>  |
|  | <b>Τεχνική Δ Σημεία ζέσεως 33</b>  |
|   | Διαμοριακές έλξεις 35  |
|   | Πώς γίνεται ο προσδιορισμός σημείου ζέσεως σε μικροκλίμακα 35                          |
|   | Πώς γίνεται ο προσδιορισμός σημείου ζέσεως σε μικρή κλίμακα 36                         |
|   | <b>Ασκηση Δ.1: Προσδιορισμός σημείου ζέσεως αγνώστου υγρού σε μικροκλίμακα 37</b>      |
|   | <b>Ασκηση Δ.2: Προσδιορισμός του σημείου ζέσεως αγνώστου υγρού σε μικρή κλίμακα 37</b> |
|  | <b>Τεχνική Ε Δείκτης διαθλάσεως 38</b>   |
|   | Πώς χρησιμοποιείται το διαθλασίμετρο Abbe 39   |
|   | <b>Ασκηση Ε.1: Μέτρηση του δείκτη διαθλασίας ενός αγνώστου υγρού 40</b>                |
|  | <b>Τεχνική Ζ Ανακρυστάλλωση, διήθηση, και εξάχνωση 41</b>                              |
|   | Διαλύτες ανακρυστάλλωσης 42  |
|   | Επιλογή διαλύτη 46   |
|   | Επιλογή ζεύγους διαλυτών 48  |
|   | Πώς γίνεται μία ανακρυστάλλωση σε μικροκλίμακα 48                                      |
|   | Πώς γίνεται μία ανακρυστάλλωση μικρής κλίμακας 51                                      |
|   | Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν την ανακρυστάλλωση 52                                |
|   | Εισαγωγή στη διήθηση 54  |
|   | Πώς χρησιμοποιείται η πιπέτα μικροκλίμακας με ηθμό 55                                  |
|   | Πώς γίνεται η διήθηση κενού μικρής κλίμακας 55   |
|   | Πώς γίνεται η διήθηση μικρής κλίμακας διά της βαρύτητας 56                             |

**Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν τη διήθηση**

58

**Εισαγωγή στην εξάχνωση** 58**Ασκηση Z.1:** Ανακρυστάλλωση ενός ακάθαρτου στερεού (μικροκλίμακας) 60**Ασκηση Z.2:** Ανακρυστάλλωση ενός ακάθαρτου στερεού (μικρής κλίμακας) 60**Ασκηση Z.3:** Ανακρυστάλλωση ενός ακάθαρτου στερεού με θερμή διήθηση διά της βαρύτητας 61**Ασκηση Z.4:** Καθαρισμός αγνώστου στερεού με ζεύγος διαλυτών ανακρυστάλλωσης 62**Ασκηση Z.5:** Εξάχνωση της καφεΐνης (μικροκλίμακα) 62**Ασκηση Z.6:** Εξάχνωση της καφεΐνης (μικρή κλίμακα) 63**Τεχνική H Απόσταξη και θέρμανση με επαναρροή** 65**Εισαγωγή στην απλή απόσταξη** 65**Θεωρία της απλής απόσταξης** 66

Συσκευή μικροκλίμακας για απλή απόσταξη και συναρμολόγηση 70

Πώς γίνεται μια απλή απόσταξη μικροκλίμακας 71

Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν την απόσταξη μικροκλίμακας 72

Συσκευή απλής απόσταξης μικρής κλίμακας 73

Πώς γίνεται η απλή απόσταξη μικρής κλίμακας 73

Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν την απόσταξη μικρής κλίμακας 75

**Εισαγωγή στη θέρμανση με επαναρροή** 75

Πώς γίνεται μια αντίδραση μικροκλίμακας με θέρμανση και επαναρροή 76

Πώς γίνεται μια αντίδραση μικρής κλίμακας επαναρροή 77

Σημαντικές υποδείξεις κατά τη θέρμανση με επαναρροή 77

**Εξάτμιση των διαλυτών** 78**Ασκηση H.1:** Απόσταξη μείγματος κυκλοεξανίου/τολουολίου (μικροκλίμακα) 79**Ασκηση H.2:** Απόσταξη μείγματος κυκλοεξανίου και τολουολίου (μικρή κλίμακα) 79**Τεχνική Θ Κλασματική απόσταξη και απόσταξη με υδρατμούς** 81



**Πώς γίνεται μια κλασματική απόσταξη μικρής κλίμακας** 84

**Πρακτικές υποδείξεις για την κλασματική απόσταξη μικρής κλίμακας** 85

**Εισαγωγή στην απόσταξη με υδρατμούς** 85

**Άσκηση Θ.1:** Κλασματική απόσταξη μικρής κλίμακας ενός μείγματος κυκλοεξανίου και τολουολίου 87

**Άσκηση Θ.2:** Κλασματική απόσταξη μικροκλίμακας κυκλοεξανίου και τολουολίου 88

**Άσκηση Θ.3:** Απόσταξη με υδρατμούς του αιθερίου ελαίου του λεμονόχορτου (μικρής κλίμακας) 89

## Τεχνική I Εκχύλιση και Ξήρανση 91

**Πώς θα κάνετε εκχύλιση μικροκλίμακας** 93

**Πώς θα κάνετε μια εκχύλιση μικρής κλίμακας** 95

**Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν την εκχύλιση** 96

**Ξήρανση και ξηραντικά μέσα** 98

**Πώς γίνεται η ξήρανση μικρολίμακας** 98

**Πώς γίνεται η ξήρανση μικρής κλίμακας** 100

**Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν τα ξηραντικά μέσα** 100

**Άσκηση I.1:** Προσδιορισμός του συντελεστή κατανομής της καφεΐνης (μικροκλίμακας) 101

**Άσκηση I.2:** Προσδιορισμός του συντελεστή κατανομής της καφεΐνης (μικρής κλίμακας) 101

**Άσκηση I.3:** Η χρήση των συντελεστών κατανομής για την ταυτοποίηση αγνώστου στερεού (μικροκλίμακας) 102

## Τεχνική K Αέρια-υγρή χρωματογραφία 105

**Οι βάσεις της αέριας-υγρής χρωματογραφίας** 106

**Ποσοτική ανάλυση** 110

**Πώς θα χρησιμοποιήσετε τον αέριο χρωματογράφο** 113

**Άσκηση K.1:** Προσδιορισμός των παραγόντων της σχετικής απόκρισης του ανιχνευτή στη GC 114

**Άσκηση K.2:** Προσδιορισμός του ποσοστού μάζας ενός μείγματος με χρήση GC 114

**Άσκηση K.3:** Προσδιορισμός του ποσοστού μάζας ενός μείγματος αλκοολών 115

## Τεχνική Λ Λεπτής στοιβάδος, Στήλης, και Υψηλής Απόδοσης Υγρή Χρωματογραφία 117

|  |   |
|--|---|
| <b>Εισαγωγή στη Χρωματογραφία Λεπτής Στοιβάδος (TLC)</b>   | 117   |
| <b>Εισαγωγή στη χρωματογραφία στήλης</b>   | 123   |
| <b>Πώς γίνεται σε μικρή κλίμακα η χρωματογραφία στήλης δια της βαρύτητας</b>                                       | 125   |
| <b>Πώς γίνεται η χρωματογραφία στήλης σε μικροκλίμακα</b>  | 126   |
| <b>Εισαγωγή στην υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης (HPLC)</b>   | 127   |
| <b>Άσκηση Α.1:</b> Ανάλυση αναλυητικών δισκίων με TLC  |   |
|  | 128   |
| <b>Άσκηση Α.2:</b> Διαχωρισμός φερροκενίου και ακετυλοφερροκενίου με χρωματογραφία στήλης (μικροκλίμακας)          | 129   |
| <b>Άσκηση Α.3:</b> Διαχωρισμός φερροκενίου και ακετυλοφερροκενίου με χρήση χρωματογραφίας στήλης (μικρής κλίμακας) | 130   |
| <b>Άσκηση Α.4:</b> Ανάλυση με HPLC βενζαλδεΰδης και βενζυλικής αλκοόλης  | 131   |
| <b>Τεχνική M Πολωσιμετρία</b>  | 132   |
| <b>Οπτική καθαρότητα και εναντιομερής περίσσεια</b>  |   |
|  | 134   |
| <b>Πώς μετράται η οπτική στροφή</b>  | 135   |
| <b>Άσκηση M.1:</b> Ο προσδιορισμός της οπτικής καθαρότητας ενός αγνώστου υγρού                                     | 136   |
| <b>Άσκηση M.2:</b> Ο προσδιορισμός των σημείων τήξεως των εναντιομερών και των ρακεμικών                           | 137   |
| <b>Κεφάλαιο Δύο</b>  | Φασματοσκοπικές μέθοδοι και Μοριακή μοντελοποίηση |
|  | 138   |
| <b>Τεχνική N Φασματοσκοπία υπερύθρου</b>   | 139   |
| <b>Γενική μεθοδολογία για την επίλυση ενός φάσματος IR</b>   | 147   |
| <b>Πώς θα προετοιμάσετε ένα δείγμα για ανάλυση IR</b>  |   |
|  | 150   |
| <b>Σημαντικές υποδείξεις που αφορούν την φασματοσκοπία IR</b>  | 153   |
| <b>Άσκηση N.1:</b> Καταγραφή του φάσματος IR ενός οργανικού υγρού  | 154   |
| <b>Άσκηση N.2:</b> Καταγραφή του φάσματος IR ενός οργανικού στερεού  | 154   |

**Άσκηση Ν.3:** Φασματοσκοπική ταυτοποίηση αγνώστων ενώσεων 154

**Τεχνική Ξ** **Φασματοσκοπία πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού** 158

Χημική μετατόπιση στη φασματοσκοπία  $^1\text{H}$  NMR 161

Ισοδυναμία των πρωτονίων στη φασματοσκοπία  $^1\text{H}$  NMR 164

Ολοκλήρωση στη φασματοσκοπία  $^1\text{H}$  NMR 164

Διάσχιση (σύζευξη) στη φασματοσκοπία  $^1\text{H}$  NMR 166

Σταθερές σύζευξης 169

Πρωτόνια σε χειρομορφικό περιβάλλον 171

Διαστερεοτοπικά πρωτόνια στα αλκένια 172

Πρωτόνια σε ετεροάτομα 173

Διαλύτες στη φασματοσκοπία  $^1\text{H}$  NMR 175

Πώς θα προετοιμάσετε ένα δείγμα για φασματοσκοπία 60–90 MHz CW  $^1\text{H}$  NMR 176

Πώς θα προετοιμαστεί ένα δείγμα για FT NMR 177

Δομική ταυτοποίηση από το φάσμα NMR 177

Εισαγωγή στη φασματοσκοπία  $^{13}\text{C}$  NMR 181

Διαλύτες για τη φασματοσκοπία  $^{13}\text{C}$  NMR 184

Πώς προετοιμάζεται ένα δείγμα για τη φασματοσκοπία  $^{13}\text{C}$  NMR 184

Γενική μεθοδολογία για τον προσδιορισμό μιας άγνωστης Δομής 184

**Άσκηση Ξ.1:** Καταγραφή ενός φάσματος  $^1\text{H}$  NMR 187

**Άσκηση Ξ.2:** Καταγραφή ενός φάσματος  $^{13}\text{C}$  NMR 187

**Άσκηση Ξ.3:** Φασματικά προβλήματα  $^1\text{H}$  NMR 187

**Άσκηση Ξ.4:** Φασματικά προβλήματα  $^{13}\text{C}$  NMR 189

**Άσκηση Ξ.5:** Φασματική ταυτοποίηση με  $^1\text{H}$  και  $^{13}\text{C}$  NMR 190

**Τεχνική Ο** **Φασματοσκοπία υπεριώδους και ορατού** 193

Χρήσεις της φασματοσκοπίας UV-ορατού 197

Πώς τίθεται σε λειτουργία το Spectronic 198

Πώς τίθεται σε λειτουργία το φασματόμετρο ορατού-UV 199

**Τεχνική Π** **Φασματομετρία μάζας** 200

|  |  |
|--|--|
| <b>Αρχές της φασματομετρίας μάζας</b>                                    | 200  |
| <b>Τύποι θραυσματοποίησης</b>  | 204  |
| <b>Κορυφή μοριακού ιόντος</b>  | 208  |
| <b>Ισότοπα</b>   | 208  |
| <b>Αέρια χρωματογραφία/Φασματομετρία μάζας (GC/MS)</b>                   | 209  |
| <b>Στρατηγική για την επίλυση δομικών προβλημάτων με MS, IR, και NMR</b> | 209  |
| <b>Οδηγίες για την ανάλυση φασματομετρίας μάζας</b>                      |  |
|  | 210  |
| <b>Άσκηση P.1: Η λύση προβλημάτων στη φασματομετρία μάζας</b>            |  |
|  | 215  |
| <b>Τεχνική P</b>   |  |
| <b>Μοριακή Μοντελοποίηση</b>   | 216  |
| <b>Οργανικά μοριακά μοντέλα</b>  | 217  |
| <b>Σχεδιασμός οργανικών μορίων μέσω λογισμικού για υπολογιστή</b>        | 218  |
| <b>Μοριακή μοντελοποίηση μέσω λογισμικού για υπολογιστή</b>              | 218  |
| <b>Μοριακή μηχανική</b>  | 219  |
| <b>Κβαντική μηχανική</b>   | 222  |
| <b>Άσκησεις</b>  | 226  |
| <b>Άσκηση P.1: Χωροδιατακτική ανάλυση του βουτανίου και άλλων μορίων</b> | 226  |
| <b>Άσκηση P.2: Χωροδιατακτική ανάλυση του προπανίου</b>                  |  |
|  | 226  |
| <b>Άσκηση P.3: Χωροδιατακτική ανάλυση του 2-μεθυλοβουτανίου</b>          |  |
|  | 226  |
| <b>Άσκηση P.4: Ανεύρεση δραστικών περιοχών</b>                           | 227  |
| <b>Άσκηση P.5: Θερμότητες σχηματισμού και διπολικές ροπές</b>            | 227  |
| <b>Άσκηση P.6: Οι ενέργειες LUMO των αλκενίων</b>                        | 227  |
| <b>Άσκηση P.7: Χωροδιατακτική ανάλυση του 3-φθορο-προπενίου</b>          | 227  |
| <b>Κεφάλαιο Τρία</b>   | Εφαρμογές που χρησιμοποιούν εργαστηριακούς πόρους και τεχνικές   |
|  | 229  |
| <b>Πείραμα 3.1:</b>  | <b>Ερευνητική αναζήτηση: Εισαγωγή στα βιβλία αναφοράς των χημικών δεδομένων και στους υπολογισμούς</b> |
|  | 230  |
|  | <b>Μέρος A: Ερευνητική αναζήτηση στα χημικά βιβλία αναφοράς</b>  |
|  | 235  |



**Πείραμα 3.2:** Ταυτοποίηση των οργανικών υγρών από τις φυσικές ιδιότητες 237

**Μέρος A:** Προσδιορισμός του σημείου ζέσεως 238

**Μέρος B:** Προσδιορισμός του δείκτη διαθλάσεως 239



**Πείραμα 3.3:** Σχέσεις μεταξύ δομής και φυσικών ιδιοτήτων 241

**Μέρος A:** Προσδιορισμός της επίδρασης της δομής στο σημείο ζέσεως 243

**Μέρος B:** Προσδιορισμός της επίδρασης της δομής στον δείκτη διαθλάσεως 244

**Μέρος Γ:** Προσδιορισμός της επίδρασης της δομής στο σημείο τήξεως 244



**Πείραμα 3.4:** Οι ιδιότητες των διαλυτών και η ανακρυστάλλωση των οργανικών στερεών 247

**Μέρος A:** Επιλογή του κατάλληλου διαλύτη 248

**Μέρος B:** Ανακρυστάλλωση μικροκλίμακας ενός οργανικού στερεού 249



**Πείραμα 3.5:** Διαχωρισμοί βασισμένοι πάνω στην οξύτητα και τη βασικότητα 251

**Μέρος A:** Προσδιορισμός των διαλυτοτήτων 254

**Μέρος B:** Διαχωρισμός μικροκλίμακας του ναφθαλίνιου, του βενζοϊκού οξέος, και του 4-αμινοβενζοϊκού αιθυλεστέρα 255

**Μέρος Γ:** Διαχωρισμός μικρής κλίμακας του βενζοϊκού οξέος και του 4-Αμινοβενζοϊκού αιθυλεστέρα 256

**Πείραμα 3. 6:** Απομόνωση ενός φυσικού προϊόντος 258

**Μέρος A:** Εκχύλιση μικρής κλίμακας της καφεΐνης από φύλλα τσαγιού 260

**Μέρος B:** Εκχύλιση μικρής κλίμακας της καφεΐνης από στιγμιαίο καφέ 261

**Μέρος Γ:** Απομόνωση καφεΐνης από NoDoz 262

**Μέρος Δ:** Απομόνωση χοληστερίνης σε μικρή κλίμακα από προσομοιώσεις χολόλιθων 263



**Πείραμα 3.7:** Επιδράσεις διαλύτη και πολικότητας στη Χρωματογραφία Λεπτής Στοιβάδας (TLC) 264

**Μέρος A:** Προσδιορισμός της επίδρασης της πολικότητας στην έκλουση 266



**Μέρος B:** Διαχωρισμός και ταυτοποίηση των συστατικών ενός μείγματος από trans-στιλβένιο, 9-Φλουορενόνη, και Βενζοϊκό οξύ 269

- Πείραμα 3.8:** Καθαρισμός και ανάλυση ενός υγρού μείγματος:  
**Απλή και κλασματική απόσταξη** 271  
**Μέρος Α:** Απόσταξη μικροκλίμακας 273  
**Μέρος Β:** Κλασματική απόσταξη μικροκλίμακας 273  
**Μέρος Γ:** Απόσταξη μικρής κλίμακας 274  
**Μέρος Δ:** Κλασματική απόσταξη μικρής κλίμακας 275

**Κεφάλαιο Τέσσερα** Αλκοόλες και αλκυλαλογονίδια 278

**Πείραμα 4.1:** Σύνθεση αλκυλαλογονίδιου από αλκοόλη 278

**Πείραμα 4.2:** Εκλεκτικότητα της χλωρίωσης του 2,3-διμεθυλοβουτανίου μέσω ελευθέρων ριζών 282

**Κεφάλαιο Πέντε** Σύνθεση αλκενίων 288

**Πείραμα 5.1:** Αλκένια μέσω όξινης καταλυτικής αφυδάτωσης των αλκοολών 288

**Μέρος Α:** Σύνθεση μικροκλίμακας αλκενίων μέσω της όξινης καταλυτικής αφυδάτωσης της 3-μεθυλο-πεντανόλης 290

**Μέρος Β:** Σύνθεση αλκενίων σε μικρή κλίμακα μέσω όξινης καταλυτικής αφυδάτωσης της 3,3-διμεθυλο-2-βουτανόλης 291

**Μέρος Γ:** Σύνθεση αλκενίων σε μικροκλίμακα μέσω όξινης καταλυτικής αφυδάτωσης άγνωστης αλκοόλης 292

**Πείραμα 5.2:** Αλκένια μέσω βασικής επαγόμενης απόσπασης των αλκυλαλογονίδιων 294

**Κεφάλαιο Έξι** Αντιδράσεις προσθήκης αλκενίων 298

**Πείραμα 6.1:** Καταλυτική υδρογόνωση των αλκενίων 298

**Μέρος Α:** Υδρογόνωση μικροκλίμακας του 1-Δεκενίου 301

**Μέρος Β:** Υδρογόνωση του αλλυλοβενζολίου σε μικροκλίμακα 302

**Μέρος Γ:** Μερική υδρογόνωση ελαιολάδου σε μικροκλίμακα 303

**Πείραμα 6.2:** Ενυδάτωση των αλκενίων 305

**Μέρος Α:** Ενυδάτωση μικροκλίμακας του 2-αιθυλο-1-βουτενίου 307

**Μέρος Β:** Ενυδάτωση μικροκλίμακας του νορβορνενίου 308

**Μέρος Γ:** Ενυδάτωση μικρής κλίμακας του νορβορνενίου 309

**Πείραμα 6.3:** Παρασκευή αλκοολών από αλκένια με υδροβορίωση-οξείδωση 311

**Μέρος A:** Υδροβορίωση-οξείδωση του 3,3-διμεθυλο-1-βουτενίου σε μικροκλίμακα 313

**Μέρος B:** Υδροβορίωση-οξείδωση του 3,3-διμεθυλο-1-βουτενίου σε μικρή κλίμακα 314

**Πείραμα 6.4:** Πολυμερή προσθήκης: Παρασκευή πολυστυρενίου και πολυμεθακρυλικού μεθυλεστέρα 316

**Μέρος A:** Πολυμερισμός του στυρενίου σε μικρή κλίμακα (Μαζική μέθοδος) 319

**Μέρος B:** Πολυμερισμός του στυρενίου σε μικροκλίμακα (Μέθοδος διαλύματος) 319

**Μέρος Γ:** Πολυμερισμός του πολυμεθακρυλικού μεθυλεστέρα σε μικρή κλίμακα (Μαζική μέθοδος) 320

**Κεφάλαιο Επτά** Στερεοχημεία 322

**Πείραμα 7.1:** Η στερεοχημεία των αλκενίων και των παραγώγων 322

**Μέρος A:** Ισομερείωση μικροκλίμακας *Cis-Trans* ενός αλκένιου 325

**Μέρος B:** Προσθήκη βρωμίου στο φουμαρικό οξύ σε μικροκλίμακα 326

**Μέρος Γ:** Προσδιορισμός του μηχανισμού της ισομερείωσης του μηλεϊνικού διμεθυλίου προς φουμαρικό διμεθύλιο (Μικρή κλίμακα) 327

**Κεφάλαιο Οχτώ** Εισαγωγή στις αντιδράσεις πυρηνόφιλης υποκατάστασης 330



**Πείραμα 8.1:** Σχετικές ταχύτητες των αντιδράσεων πυρηνόφιλης υποκατάστασης 330

**Μέρος A:** Προσδιορισμός των παραγόντων που επηρεάζουν τις σχετικές ταχύτητες των αντιδράσεων  $S_N2$  333

**Μέρος B:** Προσδιορισμός των παραγόντων που επηρεάζουν τις σχετικές ταχύτητες των αντιδράσεων  $S_N1$  334

**Πείραμα 8.2:** Πυρηνόφιλη αλειφατική υποκατάσταση: Σύνθεση του 1-βρωμοβουτανίου 337

**Μέρος A:** Σύνθεση 1-βρωμοβουτανίου σε μικροκλίμακα 339

**Μέρος B:** Σύνθεση του 1-βρωμοβουτανίου σε μικρή κλίμακα 340

**Κεφάλαιο Εννέα** Διένια και Συστήματα 343

**Πείραμα 9.1:** Τα διένια και η αντίδραση Diels-Alder 343

**Μέρος Α:** Αντίδραση μικροκλίμακας του 1,3-βουταδιενίου με μηλεϊνικό ανυδρίτη 348

**Μέρος Β:** Αντίδραση μικρής κλίμακας του 2,3-διμεθυλο-1,3-βουταδιενίου με μηλεϊνικό ανυδρίτη 349

**Μέρος Γ:** Αντίδραση μικροκλίμακας του κυκλοπενταδιενίου με τον μηλεϊνικό ανυδρίτη 350

**Μέρος Δ:** Αντίδραση μικρής κλίμακας του κυκλοπενταδιενίου με τον μηλεϊνικό ανυδρίτη 350

**Μέρος Ε:** Αντίδραση μικρής κλίμακας του ανθρακενίου με τον μηλεϊνικό ανυδρίτη 351

**Κεφάλαιο Δέκα** Ποιοτική οργανική ανάλυση I 355

**Πείραμα 10.1:** Ποιοτική ανάλυση των αλκυλαλογονιδίων, των αλκενίων, των διενίων και αλκυνίων 355

**Κεφάλαιο Έντεκα** Αντιδράσεις αρωματικών πλευρικών αλοιδών 367

**Πείραμα 11.1:** Βενζυλική οξείδωση: *Βενζοϊκό οξύ από τολουόλιο· Ένα φθαλικό οξύ από ένα άγνωστο ξυλόλιο* 367

**Μέρος Α:** Οξείδωση μικροκλίμακας του τολουολίου προς βενζοϊκό οξύ 370

**Μέρος Β:** Οξείδωση μικροκλίμακας ενός ξυλολίου προς ένα φθαλικό οξύ 371

**Κεφάλαιο Δώδεκα** Ηλεκτρονιόφιλη αρωματική υποκατάσταση 377

**Πείραμα 12.1:** Επιδράσεις ενεργοποίησης και απενεργοποίησης των αρωματικών υποκαταστατών: *Οι σχετικές ταχύτητες βρωμίωσης* 378

**Πείραμα 12.2:** Νίτρωση του βενζοϊκού μεθυλεστέρα ή μιας άγνωστης αρωματικής ένωσης 384

**Μέρος Α:** Νίτρωση μικροκλίμακας του βενζοϊκού μεθυλεστέρα 387

**Μέρος Β:** Νίτρωση μικρής κλίμακας του βενζοϊκού μεθυλεστέρα 387

**Μέρος Γ:** Νίτρωση μικρής κλίμακας μιας άγνωστης αρωματικής ένωσης 388

**Πείραμα 12.3:** Αντιδράσεις ακυλίωσης Friedel-Crafts 392

**Μέρος Α:** Διαδικασία ακετυλίωσης του διφαινυλίου σε μικροκλίμακα 394

**Μέρος Β:** Διαδικασία ακετυλίωσης σε μικροκλίμακα του φαινανθρενίου με ανάλυση TLC 396



**Μέρος Γ:** Βενζοϋλίωση του φερροκενίου με χρωματογραφία στήλης σε μικροκλίμακα 397

**Πείραμα 12.4:** Αρωματική βρωμίωση 400

**Μέρος Α:** Βρωμίωση του ακετανιλιδίου σε μικροκλίμακα 402

**Μέρος Β:** Βρωμίωση μικροκλίμακας του *p*-μεθυλοακετανιλιδίου με ανάλυση TLC και χρωματογραφία στήλης ή με HPLC 404

**Μέρος Γ:** Πειραματικός σχεδιασμός της διαδικασίας βρωμίωσης ενός ακετανιλιδικού παραγώγου 406

**Κεφάλαιο Δεκατρία** Συνδυαστική φασματοσκοπία και προηγμένη φασματοσκοπία 409

**Πείραμα 13.1:** Φασματοσκοπία υπερύθρου και πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού αλκοολών, αιθέρων και φαινολών 410

**Μέρος Α:** Πειραματική διαδικασία για τη φασματοσκοπία IR 413

**Μέρος Β:** Πειραματική διαδικασία για τη φασματοσκοπία IR και NMR 413

**Μέρος Γ:** Ασκήσεις για τη φασματοσκοπία IR και NMR 414

**Πείραμα 13.2:** Συνδυαστική φασματική ανάλυση: Φασματοσκοπία υπερύθρου, υπεριώδους, και πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού και φασματομετρία μάζας 420

Λυμένα παραδείγματα χρήσης συνδυαστικής φασματοσκοπίας 420

**Μέρος Α:** Καθαρισμός της άγνωστης ένωσης 429

**Μέρος Β:** Προετοιμασία του δείγματος και φασματική ανάλυση 430

**Μέρος Γ:** Ασκήσεις φασματοσκοπίας 431

**Κεφάλαιο Δεκατέσσερα** Οργανομεταλλικές ενώσεις 440

**Πείραμα 14.1:** Σύνθεση Grignard: Παρασκευή της τριφαινυλομεθανόλης και της 3-μεθυλο-2-φαινυλο-2-βουτανόλης 440

**Μέρος Α:** Σύνθεση μικροκλίμακας της τριφαινυλομεθανόλης από βενζοφαινόνη 444

**Μέρος Β:** Σύνθεση μικρής κλίμακας της τριφαινυλομεθανόλης από βενζοϊκό αιθυλεστέρα 446

**Μέρος Γ:** Σύνθεση της 3-μεθυλο-2-φαινυλο-2-βουτανόλης σε μικροκλίμακα 449

**Πείραμα 14.2:** Η χρήση ενδιαμέσων του ινδίου: Αντίδραση του αλλυλοβρωμιδίου με μια αλδεύδη 453

**Κεφάλαιο Δεκαπέντε** Αλκοόλες και διόλες 458

**Πείραμα 15.1:** Στερεοεκλεκτική αναγωγή των κετονών με βοροϋδρίδιο του νατρίου 458

**Μέρος A:** Αναγωγή του βενζιλίου σε μικροκλίμακα 460

**Μέρος B:** Αναγωγή σε μικροκλίμακα της (1*R*)-(+)καμφοράς 462

**Πείραμα 15.2:** Πειραματικός σχεδιασμός οξείδωσης μιας αλκοόλης 465

**Πείραμα 15.3:** Φωτοχημική οξείδωση της βενζυλικής αλκοόλης 469

**Κεφάλαιο Δεκαέξι** Αιθέρες 473

**Πείραμα 16.1:** Σύνθεση αιθέρα με αντικατάσταση  $S_N2$  473

**Μέρος A:** Παρασκευή μικροκλίμακας του αλκυλο αλογονοφαινυλο αιθέρα 475

**Μέρος B:** Παρασκευή του βενζυλο tert-βουτυλο αιθέρα σε μικρή κλίμακα 478

**Πείραμα 16.2:** Το πρόβλημα της πυρηνόφιλης αλειφατικής υποκατάστασης:

**Υποκατάσταση έναντι απόσπασης** 479

**Κεφάλαιο Δεκαεπτά** Αλδεύδες και κετόνες 484

**Πείραμα 17.1:** Στερεοεκλεκτική σύνθεση των αλκενίων 485

**Μέρος A:** Σύνθεση Wittig σε μικροκλίμακα του trans-9-(2-φαινυλοαιθενυλο) ανθρακενίου 488

**Μέρος B:** Σύνθεση Wittig σε μικρή κλίμακα του trans-9-(2-φαινυλοαιθενυλο) ανθρακενίου 489

**Μέρος Γ:** Αντίδραση Horner-Etmons σε μικροκλίμακα του βενζυλοφωσφωνικού διαιθυλεστέρα και της βενζαλδεύδης 490

**Πείραμα 17.2:** Μετατροπή της κυκλοεξανόνης σε καπρολακτάμη 495

**Μέρος A:** Μετατροπή της κυκλοεξανόνης σε καπρολακτάμη σε μικροκλίμακα 496

**Μέρος B:** Μετατροπή της κυκλοεξανόνης σε καπρολακτάμη σε μικρή κλίμακα 497

**Πείραμα 17.3:** Πινακολική μετάθεση και φωτοχημική σύνθεση της βενζοπινακόλης 501

|                           |  |
|---------------------------|--|
| <b>Κεφάλαιο Δεκαοκτώ</b>  | <b>Μέρος Α:</b> Σύνθεση της πινακολόνης σε μικροκλίμακα 503<br><b>Μέρος Β:</b> Φωτοαναγωγή της βενζοφαινόνης σε μικρή κλίμακα 504<br><b>Μέρος Γ:</b> Σύνθεση βενζοπινακολόνης σε μικρή κλίμακα 505   |
| <b>Πείραμα 18.1:</b>      | Ενόλιξ, ρυθμική ιόντα και ενόντες 507<br><b>Παρασκευή των α,β-ακορέστων κετονών μέσω μικτής αλδολικής συμπύκνωσης</b> 507  |
| <b>Πείραμα 18.2:</b>      | <b>Μέρος Α:</b> Σύνθεση της 1,9-διφαινυλο-1,3,6,8-εννεατετραεν-5-όνης (Δικινναμαλακετόνη) σε μικρή κλίμακα 511<br><b>Μέρος Β:</b> Σύνθεση μικροκλίμακας της διβενζαλακετόνης (1,5-διφαινυλο-1,4-πενταδιεν-3-όνης) 513<br><b>Μέρος Γ:</b> Ταυτοποίηση ενός μικτού αλδολικού προϊόντος από τη συμπύκνωση μικρής κλίμακας μιας άγνωστης αρωματικής αλδεύδης με μια κετόνη 514 |
| <b>Πείραμα 18.3:</b>      | <b>Αναγωγή των συζυγιακών κετονών με βοροϋδρίδιο του νατρίου</b> 516<br><b>Μέρος Α:</b> Αναγωγή της 2-κυκλοεξανόνης σε μικροκλίμακα 517<br><b>Μέρος Β:</b> Αναγωγή της <i>trans</i> -4-φαινυλο-3-βουτεν-2-όνης σε μικροκλίμακα 518   |
| <b>Κεφάλαιο Δεκαεννέα</b> | <b>Ταυτοποίηση των προϊόντων μιας ενόνης από καταλυτική μεταφορά υδρογόνου</b> 520<br><b>Μέρος Α:</b> Αντίδραση της 2-κυκλοεξενόνης σε μικροκλίμακα 522<br><b>Μέρος Β:</b> Αντίδραση της 2-κυκλοεξενόνης σε μικρή κλίμακα 522  |
| <b>Πείραμα 19.1:</b>      | Καρβοξυλικά οξέα 525<br><b>Σύνθεση και ταυτοποίηση ενός αγνώστου καρβοξυλικού οξέος</b> 525  |
| <b>Πείραμα 19.2:</b>      | <b>Σύνθεση του <i>trans</i>-κινναμωμικού οξέος μέσω της αλοφορμικής αντίδρασης</b> 533   |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι</b>    | Εστέρες και ρυθμικόν οξέων 538<br><b>Πείραμα 20.1:</b> Συνδυαστική χημεία και η σύνθεση των φρουτώδων εστέρων 538<br><b>Μέρος Α:</b> Συνδυαστική επιλογή 541<br><b>Μέρος Β:</b> Σύνθεση ενός εστέρα σε μικροκλίμακα 542  |

Δ

**Πείραμα 20.2:** Σύνθεση εστέρων με την οξείδωση Baeyer-Villinger 546

**Μέρος A:** Οξείδωση σε μικροκλίμακα μιας άγνωστης κυκλικής κετόνης 548

**Μέρος B:** Οξείδωση της κυκλοεξανόνης σε μικρή κλίμακα 549

**Κεφάλαιο Είκοσι ένα** Δικαρβονυλικές ενώσους 552

Δ

**Πείραμα 21.1:** Συμπυκνώσεις των δικαρβονυλικών ενώσεων με βασική κατάλυση 552

**Μέρος A:** Παρασκευή της κουμαρίνης ή ενός παραγώγου κουμαρίνης σε μικροκλίμακα 555

**Μέρος B:** Παρασκευή της κουμαρίνης ή ενός παραγώγου κουμαρίνης σε μικρή κλίμακα 555

Δ

**Πείραμα 21.2:** Αντιδράσεις των δικετονών: Σύνθεση του 2,5-διμεθυλο-1-φαινυλοπυρρολίου και παρασκευή ενός αγνώστου πυρρολίου 558

**Μέρος A:** Σύνθεση του 2,5-διμεθυλο-1-φαινυλοπυρρολίου σε μικροκλίμακα 560

**Μέρος B:** Σύνθεση αγνώστου πυρρολίου σε μικροκλίμακα 561

**Κεφάλαιο Είκοσι δύο** Αρίνις 563

Δ

**Πείραμα 22.1:** Σχέση χρώματος και δομής: Σύνθεση των αζωχρωμάτων 564

**Μέρος A:** Διαζώτωση μιας αρωματικής αμίνης σε μικρή κλίμακα 568

**Μέρος B.1:** Σύζευξη με μια φαινόλη σε μικρή κλίμακα 569

**Μέρος B.2:** Σύζευξη με μια αμίνη σε μικρή κλίμακα 569

**Μέρος Γ:** Άμεση βαφή με το αζώχρωμα 569

**Μέρος Δ:** Καταγραφή του φάσματος UV-ορατού των παρασκευασμένων βαφών 570

**Μέρος E:** Προσδιορισμός του εύρους του δείκτη pH των παρασκευασμένων βαφών 570

**Μέρος Z:** Προσδιορισμός των αντιβακτηριακών ιδιότητων της χρωστικής (προαιρετικός) 570

Δ

**Πείραμα 22.2:** Σύνθεση παραγώγων πυραζολίου και πυριμιδίνης 572

**Μέρος A:** Σύνθεση μικροκλίμακας ενός πενταμελούς ετεροκυκλικού δακτυλίου από υδραζίνη και μια άγνω-

**στη δικετόνη 577**

**Μέρος Β:** Σύνθεση μικρής κλίμακας ενός πενταμελούς ετεροκυκλικού δακτυλίου από υδραζίνη και μια άγνωστη δικετόνη 577

**Μέρος Γ:** Σύνθεση μικροκλίμακας μιας υποκατεστημένης πυριμιδίνης 578

**Μέρος Δ:** Σύνθεση μικρής κλίμακας μιας υποκατεστημένης πυριμιδίνης 578



**Πείραμα 22.3:** **Σύνθεση των ετεροκυκλικών ενώσεων 581**

**Μέρος Α:** Αντίδραση της βενζαλδεΰδης και του πυρρολίου σε μικρή κλίμακα 583

**Μέρος Β:** Αντίδραση του πυρρολίου και μιας άγνωστης αρωματικής αλδεΰδης σε μικροκλίμακα 584

**Μέρος Γ:** Αντίδραση της ο-φαινυλοδιαμίνης με μυρμηκικό οξύ σε μικροκλίμακα 585



**Πείραμα 22.4:** **Σύνθεση των ετεροκυκλικών ενώσεων και κινητική με φασματοσκοπική ανάλυση 587**

**Μέρος Α:** Παρασκευή σε μικρή κλίμακα των λοφινών (2-Αρυλο-4,5-διφαινυλοϊμιδαζολίων) 590

**Μέρος Β:** Σύνθεση σε μικρή κλίμακα των υποκατεστημένων λοφινυλικών (2-Αρυλο-4,5-διφαινυλοϊμιδαζόλο) διμερών 591

**Μέρος Γ:** Κινητική της αντίδρασης επανασυνδυασμού 592

**Κεφάλαιο Είκοσι τρία** Αρυλαλογονίδια 595

**Πείραμα 23.1:** **Πυρηνόφιλη αρωματική υποκατάσταση 595**

**Μέρος Α:** Αντίδραση μικροκλίμακας του αιθοξειδίου του νατρίου με 1-βρωμο-2,4-δινιτροβενζόλιο 597

**Μέρος Β:** Αντίδραση μικροκλίμακας του αιθοξειδίου του νατρίου με p-φθορονιτροβενζόλιο 598

**Κεφάλαιο Είκοσι τέσσερα** Φαινόλες 601

**Πείραμα 24.1:** **Η εξερεύνηση των σχέσεων δομής-δραστικότητας των φαινολών: Σύνθεση του σαλικυλικού οξέος, της ασπιρίνης, και των παραγώγων της βανιλίνης. 601**

**Μέρος Α:** Αντιδράσεις βανιλίνης σε μικρή κλίμακα 605

**Μέρος Β:** Υδρόλυση μικρής κλίμακας του σαλικυλικού μεθυλεστέρα 608

**Μέρος Γ:** Σύνθεση μικρής κλίμακας του ακετυλοσαλικυλικού οξέος 609

|                              |   |
|------------------------------|---|
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι πέντε</b> | Υδατάνθρακες 612  |
| <b>Πείραμα 25.1:</b>         | <b>Ταξινόμηση των σακχάρων και ταυτοποίηση ενός αγνώστου σακχάρου 613</b>   |
|                              | Γενικές οδηγίες για την ταυτοποίηση ενός αγνώστου σακχάρου σε μικροκλίμακα 620  |
|                              | <b>Μέρος Α: Σχηματισμός οζαζόνης 620</b>  |
|                              | <b>Μέρος Β: Χημικές δοκιμές 621</b>   |
| <b>Πείραμα 25.2</b>          | <b>Εστεροποίηση των σακχάρων: Παρασκευή του οκταοξικού εστέρα της σακχαρόζης και του πενταοξικού εστέρα της α- και β-D-γλυκοπυρανόζης 623</b> |
|                              | <b>Μέρος Α: Παρασκευή του οκταοξικού εστέρα της D-σακχαρόζης σε μικροκλίμακα 626</b>  |
|                              | <b>Μέρος Β: Παρασκευή του πενταοξικού εστέρα της β-D-γλυκοπυρανόζης σε μικροκλίμακα 627</b>   |
|                              | <b>Μέρος Γ: Μετατροπή μικροκλίμακας του πενταοξικού εστέρα της β-D-γλυκοπυρανόζης στο α-ανωμερές 630</b>                                      |
|                              | <b>Μέρος Δ: Παρασκευή σε μικρή κλίμακα του πενταοξικού εστέρα της α-D-γλυκοπυρανόζης και μέτρηση της οπτικής στροφής 630</b>                  |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι έξι</b>   | Λιπίδια 634   |
| <b>Πείραμα 26.1:</b>         | <b>Σάπων από ένα μπαχαρικό: Απομόνωση, ταυτοποίηση και υδρόλυση ενός τριγλυκεριδίου 634</b>   |
|                              | <b>Μέρος Α: Απομόνωση ενός τριγλυκεριδίου από μοσχοκάρυδο σε μικρή κλίμακα 637</b>  |
|                              | <b>Μέρος Β: Υδρόλυση τριγλυκεριδίου σε μικροκλίμακα 638</b>   |
|                              | <b>Μέρος Γ: Προσδιορισμός των ιδιοτήτων του σάπωνος από το μοσχοκάρυδο 639</b>  |
| <b>Πείραμα 26.2:</b>         | <b>Παρασκευή εστέρων χοληστερόλης και προσδιορισμός της συμπεριφοράς των υγρών κρυστάλλων 641</b>   |
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι επτά</b>  | Αμινοξέα και παράγωγα 648   |
| <b>Πείραμα 27.1:</b>         | <b>Μετατροπή ενός αμινοξέος σε ένα αντηλιακό: Παρασκευή πολλαπλών σταδίων της βενζοκαΐνης ή ενός αναλόγου της βενζοκαΐνης 648</b>             |
|                              | <b>Μέρος Α: Σύνθεση του p-μεθυλοακετανιλιδίου σε μικρή κλίμακα 652</b>  |
|                              | <b>Μέρος Β: Σύνθεση του p-ακεταμιδοβενζοϊκού οξέος σε μικρή κλίμακα 653</b>   |
|                              | <b>Μέρος Γ: Σύνθεση του p-αμινοβενζοϊκού οξέος σε μικρή κλίμακα 655</b>   |

**Μέρος Δ:** Εστεροποίηση του *p*-αμινοβενζοϊκού οξέος σε μικροκλίμακα 657

**Μέρος Ε:** Προσδιορισμός της αποτελεσματικότητας του εστέρα του *p*-αμινοβενζοϊκού οξέος ως αντηλιακού 658

|                             |  |
|-----------------------------|--|
| <b>Κεφάλαιο Είκοσι οκτώ</b> | Ιοιοτική οργανική ανάλυση II 662   |
| <b>Πείραμα 28.1:</b>        | <b>Σχεδιασμός</b> ενός σχήματος ταξινόμησης για τον χαρακτηρισμό μιας οργανικής ένωσης 662 |
|                             | <b>Μέρος Α:</b> Δοκιμές διαλυτότητας σε μικροκλίμακα 664                                   |
|                             | <b>Μέρος Β:</b> Χημικές δοκιμές μικροκλίμακας 665  |
|                             | <b>Μέρος Γ:</b> Ταξινόμηση μικροκλίμακας μιας άγνωστης ένωσης 671                          |
| <b>Πείραμα 28.2:</b>        | <b>Πειραματικές</b> μέθοδοι της ποιοτικής οργανικής ανάλυσης 672                           |
|                             | <b>Εισαγωγή</b> στην ποιοτική οργανική ανάλυση 672   |
|                             | <b>Συνολική</b> προσέγγιση για την ταυτοποίηση της άγνωστης ένωσης 673                     |
|                             | <b>Στάδιο 1:</b> Καθαρισμός 673  |
|                             | <b>Στάδιο 2:</b> Προσδιορισμός των φυσικών ιδιοτήτων 674                                   |
|                             | <b>Στάδιο 3:</b> Εξέταση της φυσικής κατάστασης 674  |
|                             | <b>Στάδιο 4:</b> Εκτέλεση δοκιμών διαλυτότητας 674   |
|                             | <b>Στάδιο 5:</b> Ταυτοποίηση των λειτουργικών ομάδων 676                                   |
|                             | <b>Στάδιο 6:</b> Επιλογή του καταλλήλου παραγώγου 689                                      |
|                             | <b>Στάδιο 7:</b> Παρασκευή και καθαρισμός του παραγώγου 691                                |
|                             | <b>Στάδιο 8:</b> Ταυτοποίηση του αγνώστου 697  |
|                             | <b>Πειραματική</b> διαδικασία 698  |
|                             | <b>Μέρος Α:</b> Καθαρισμός του αγνώστου 700  |
|                             | <b>Μέρος Β:</b> Δοκιμές διαλυτότητας 700   |
|                             | <b>Μέρος Γ:</b> Χημικές δοκιμές 701  |
|                             | <b>Μέρος Δ:</b> Παράγωγα 708   |
|                             | <b>Μέρος Ε:</b> Ποιοτική Οργανική Ανάλυση των αγνώστων ενώσεων 717                         |
|                             | <b>Μέρος E.1:</b> Ποιοτική Ανάλυση των Αλδεϋδών και των Κετονών 718                        |
|                             | <b>Μέρος E.2:</b> Ποιοτική Ανάλυση των Αλκοολών και των Φαινολών 718                       |

**Μέρος Ε.3:** Ποιοτική Ανάλυση των Αμινών και των Καρβοξυλικών Οξέων 719

**Μέρος Ε.4:** Ποιοτική Ανάλυση μιας Γενικής Άγνωστης ένωσης 719

**Μέρος Ε.5:** Ποιοτική Ανάλυση και Φασματοσκοπική Ανάλυση μιας Γενικής Άγνωστης ένωσης 719

**Κεφάλαιο Είκοσι εννέα** Εργασίες 723

**Πείραμα 29.1:** Σύνθεση πολλαπλών σταδίων του 1-βρωμο-3-χλωρο-5-ιωδοβενζολίου από ανιλίνη 724

**Μέρος Α:** Σύνθεση του ακετανιλιδίου από ανιλίνη 730

**Μέρος Β:** Σύνθεση σε μικρή κλίμακα του 4-βρωμοακετανιλιδίου από ακετανιλίδιο 732

**Μέρος Γ:** Σύνθεση του 4-βρωμο-2-χλωροακετανιλιδίου από 4-βρωμοακετανιλίδιο 733

**Μέρος Δ:** Σύνθεση της 4-βρωμο-2-χλωροανιλίνης από 4-βρωμο-2-χλωροακετανιλίδιο 734

**Μέρος Ε:** Σύνθεση μικρής κλίμακας της 4-βρωμο-2-χλωρο-6-ιωδοανιλίνης από 4-βρωμο-2-χλωροανιλίνη 736

**Μέρος Ζ:** Σύνθεση του 1-βρωμο-3-χλωρο-5-ιωδοβενζολίου από 4-βρωμο-2-χλωρο-6-ιωδοανιλίνη 738

**Πείραμα 29.2:** Σύνθεση πολλαπλών σταδίων των παραγώγων του σουλφανιλαμιδίου ως αναστολέων της ανάπτυξης 741

**Μέρος Α:** Παρασκευή του ακετανιλιδίου 743

**Μέρος Β:** Παρασκευή του p-ακεταμιδοβενζολοσουλφονυλο χλωριδίου 744

**Μέρος Γ:** Αντίδραση του p-ακεταμιδοβενζολοσουλφονυλο χλωριδίου με μια αμίνη 745

**Μέρος Δ:** Υδρόλυση της ακεταμιδο ομάδας 745

**Μέρος Ε:** Βακτηριακή δοκιμή 746

**Πειραματική διαδικασία** 747

**Μέρος Α:** Σύνθεση μικρής κλίμακας του ακετανιλιδίου 747

**Μέρος Β:** Σύνθεση μικρής κλίμακας του p- ακεταμιδοβενζολοσουλφονυλο χλωριδίου 747

**Μέρος Γ:** Σύνθεση μικρής κλίμακας των σουλφοναμιδίων 749

**Μέρος Δ:** Σύνθεση μικρής κλίμακας των σουλφανιλαμιδίων 750

**Μέρος Ε:** Βακτηριακή εξέταση της αντιβιοτικής επιδεκτικότητας 752

**Πείραμα 29.3:** Προσδιορισμός δομής των ισομερών με χρήση αποσύζευξης και ειδικών τεχνικών NMR 754

**Μέρος Α:** Ομοπυρηνική αποσύζευξη ενός γνωστού αλκενίου και προσδιορισμός των σταθερών σύζευξης 765

**Μέρος Β:** Χαρακτηρισμός μιας άγνωστης ένωσης με χρήση ομοπυρηνικής αποσύζευξης στο  $^1H$  NMR 765

**Μέρος Γ:** Χαρακτηρισμός μιας άγνωστης ένωσης με χρήση  $^1H$  NMR,  $^{13}C$  NMR,  $^1H$ - $^1H$  COSY και HETCOR ( $^1H$ - $^{13}C$  COSY) 766

**Πείραμα 29.4:** Η σύνδεση Βιβλιοθήκης-Εργαστηρίου 768

**Μέρος Α:** Chemical Abstracts (CA) και Beilstein 769

**Μέρος Β:** Αναζήτηση σε βάσεις δεδομένων επιστημονικών βιβλιοθηκών 776

**Μέρος Γ:** Αναζήτηση στον παγκόσμιο ιστό (Web) 776

**Πείραμα 29.5:** Στερεοχημεία, Μοριακή μοντελοποίηση και Διαμορφωτική Ανάλυση 778

**Μέρος Α:** Μοριακά μοντέλα με χρήση κυτίου μοντέλων 783

**Μέρος Β:** Μοντελοποίηση μέσω υπολογιστή 784

**Μέρος Γ:** Διαμορφωτική ανάλυση των ισομερών περιστροφής 784

**Μέρος Δ:** Η χρήση της μοριακής μοντελοποίησης για να αναλυθούν οι περιστροφικές διαμορφώσεις των στερεοϊσομερών 784

**Παράρτημα Α** Πίνακες παραγώγων για ποιοτική οργανική ανάλυση 787

**Παράρτημα Β** Εργαστηριακές εργασίες και υπολογισμοί 793

**Παράρτημα Γ** Σχεδιασμός ενός διαγράμματος ροής 799

**Παράρτημα Δ** Φυλλάδιο δεδομένων ασφαλείας υλικού 802

**Παράρτημα Ε** Πίνακες Κοινών Οργανικών Διαλυτών και Ανοργάνων διαλυμάτων 808

**Παράρτημα Ζ** Συχνότητες απορρόφησης IR 809

**Παράρτημα Η** Χημικές μετατοπίσεις  $^1H$  NMR και  $^{13}C$  NMR 810

*Ευρετήριο Ελληνικών όρων* 811

*Ευρετήριο Αγγλικών όρων* 831

# Πρόλογος της Δεύτερης Έκδοσης

Το βιβλίο αυτό είναι μια ολοκληρωμένη εισαγωγική αντιμετώπιση του εργαστηρίου οργανικής χημείας. Ο φοιτητής θα καθοδηγείται στην εκτέλεση πολυάριθμων ασκήσεων για να μάθει βασικές εργαστηριακές τεχνικές. Θα χρησιμοποιήσει στη συνέχεια πολλά επαληθευμένα παραδοσιακά πειράματα που πραγματοποιούνται κανονικά στο εργαστηριακό μάθημα οργανικής δύο εξαμήνων.

Πολλές τάσεις στην εργαστηριακή εκπαίδευση έχουν προκύψει από τη δημόσιευση της πρώτης έκδοσης. Οι τάσεις αυτές είναι η αναγνώριση της παιδαγωγικής αξίας των πειραμάτων καθοδηγούμενης διερεύνησης, η αυξημένη έμφαση στη μοριακή μοντελοποίηση και οι προσομοιώσεις σε υπολογιστή, καθώς και η ανάπτυξη των πράσινων πειραμάτων. Όλες αυτές οι τάσεις έχουν ενσωματωθεί σε αυτό το βιβλίο μαζί με τη χρήση των παραδοσιακών πειραμάτων.

## ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ ΚΑΘΟΔΗΓΟΥΜΕΝΗΣ ΔΙΕΡΕΥΝΗΣΗΣ

Τα πειράματα καθοδηγούμενης διερεύνησης αναφέρονται με ειδική επισήμανση στον Πίνακα Περιεχομένων και σε κάθε κεφάλαιο, όπου εμφανίζονται. Τα πειράματα αυτά ενσωματώνουν τα παιδαγωγικά πλεονεκτήματα της επαγωγικής πειραματικής έρευνας με την ευκολία του σχεδιασμού που βρέθηκαν σε πειράματα επίδειξης. Τα πειράματα διερεύνησης (ή καθοδηγούμενα πειράματα έρευνας) έχουν μια ειδική σχεδιασμένη διαδικασία που αποσκοπεί στο να δώσει ένα προκαθορισμένο αλλά απροσδιόριστο αποτέλεσμα. Οι φοιτητές χρησιμοποιούν μια παραγωγική διαδικασία σκέψης για να καταλήξουν σε ένα επιθυμητό συμπέρασμα. Οι φοιτητές «καθοδηγούνται» από την εξαγωγή μιας γενικής επιστημονικής αρχής. Τα πειράματα καθοδηγούμενης διερεύνησης έχουν χρησιμοποιηθεί με επιτυχία σε μεγάλα τμήματα εργαστηρίων, καθώς και σε μικρές αίθουσες διδασκαλίας. Το ενδιαφέρον των φοιτητών είναι αυξημένο κατά τη διάρκεια των διερευνητικών πειραμάτων διότι το αποτέλεσμα του πειράματος είναι άγνωστο. Ο επιθυμητός στόχος των πειραμάτων διερεύνησης είναι η αυξημένη μάθηση των φοιτητών. Τα πειράματα αυτά μπορούν επίσης να παρέχουν την ευκαιρία για στοχασμό και συζήτηση στην τάξη και μπορεί να συμμετέχουν φοιτητές για την ανάπτυξη και την ερμηνεία των εργαστηριακών διαδικασιών. Αυτά τα χαρακτηριστικά και τα πλεονεκτήματα των πειραμάτων καθοδηγούμενης διερεύνησης ώθησαν τους συγγραφείς του βιβλίου της παρούσας έκδοσης να δώσουν έμφαση στα πειράματα αυτά.

## ΜΟΡΙΑΚΗ ΜΟΝΤΕΛΟΠΟΙΗΣΗ

Η μοριακή μοντελοποίηση μέσω υπολογιστή γνώρισε μια επανάσταση στα τέλη του 1990 με την έλευση των προσιτών, αρκετά γρήγορων προσωπικών υπολογι-

στών με επαρκή μνήμη. Η υπολογιστική μοντελοποίηση ενισχύει τα οφέλη από τη συναρμολόγηση μοριακών μοντέλων με τα κιτία μοντέλων. Η χρήση αυτών των κιτίων ακόμη ενθαρρύνεται. Ωστόσο, έχουν παρέλθει οι ημέρες όπου οι φοιτητές έπρεπε να εξαρτώνται μόνο από στερεά μοριακά μοντέλα για να αναπαριστούν τα μόρια σε τρεις διαστάσεις. Αν και αυτά τα μοντέλα εξακολουθούν να έχουν τις χρήσεις τους, τα υπολογιστικά προγράμματα προσομοίωσης, παρέχουν την πλέον συναρπαστική απεικόνιση των μορίων και τον υπολογισμό των φυσικών ιδιοτήτων και των θερμοδυναμικών παραμέτρων. Όπου είναι δυνατόν, είναι σκόπιμο να ενταχθεί η υπολογιστική μοντελοποίηση υπολογιστών στα εργαστηριακά προγράμματα του εργαστηρίου οργανικής χημείας. Οι ασκήσεις σε αυτό το βιβλίο μπορεί να διεξαχθούν με σχετικά φθηνό εμπορικό λογισμικό από έναν ή περισσότερους παρόχους.

## ΠΡΟΣΟΜΟΙΩΣΗ ΤΩΝ ΠΕΙΡΑΜΑΤΩΝ ΜΕ ΥΠΟΛΟΓΙΣΤΗ

Μια άλλη χρήση των ηλεκτρονικών υπολογιστών είναι για την προσομοίωση των εργαστηριακών διαδικασιών και πειραμάτων. Οι επιδείξεις των εργαστηριακών τεχνικών, είναι διαθέσιμες ως κλιπ στο CD που συνοδεύει το βιβλίο αυτό. Οι προσομοιώσεις των πειραμάτων είναι χρήσιμες ως προκαταρκτικές εργαστηριακές ασκήσεις για να εξοικειωθούν οι φοιτητές με το πείραμα και να ενισχυθεί η μάθηση στο εργαστήριο. Οι προσομοιώσεις είναι επίσης χρήσιμες ως παρουσιάσεις των πειραμάτων που είναι δύσκολο να πραγματοποιηθούν στο προπτυχιακό εργαστηριακό περιβάλλον. Τα πειράματα που απαιτούν ειδικό εξοπλισμό, περιβάλλον αδρανούς αερίου, ή ιδιαίτερα επιβλαβή και τοξικά αντιδραστήρια μπορεί δοκιμαστούν από τους φοιτητές μέσω εικονικών πειραμάτων στον υπολογιστή. Παραδείγματα τέτοιων πειραμάτων είναι διαθέσιμα στο CD που συνοδεύει αυτό το βιβλίο.

## ΠΡΑΣΙΝΗ ΧΗΜΕΙΑ

Οι οργανικοί χημικοί της τριτοβάθμιας εκπαίδευσης και της βιομηχανίας έχουν λάβει την πρωτοβουλία για την αντικατάσταση των οργανικών διαλυτών με υδατικούς διαλύτες. Έχουν ενθαρρύνει την ανακύklωση των χημικών ουσιών προκειμένου να μειωθούν οι απαιτήσεις για την παραγωγή τους. Έχουν ενθαρρύνει τη χρήση αντιδραστηρίων φιλικών προς το περιβάλλον στη θέση των επικίνδυνων και τοξικών αντιδραστηρίων, όπου είναι δυνατόν. Σε αυτό το βιβλίο, έχουν γίνει προσάθειες για τη μείωση των ποσοτήτων των τοξικών αντιδραστηρίων και των διαλυτών, όπου είναι δυνατόν και να αναπτυχθούν τα “πράσινα” πειράματα. Για παράδειγμα, το νέο Πείραμα 14.2 είναι για τη χρήση του αντιδραστηρίου ίνδιου σε υδατικούς διαλύτες για να επιτευχθεί σύζευξη αντιδράσεων παρόμοια με τις αντιδράσεις Grignard. Ενας άλλος στόχος της πράσινης χημείας είναι η πρόληψη των αποβλήτων. Σε αυτό το βιβλίο, τα πειράματα μικροκλίμακας και μικρής κλίμακας χρησιμοποιούνται για να βοηθήσουν στην ελαχιστοποίηση των αποβλήτων.

## ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΜΙΚΡΟΚΛΙΜΑΚΑΣ ΚΑΙ ΜΙΚΡΗΣ ΚΛΙΜΑΚΑΣ

Οι τεχνικές μικροκλίμακας και μικρής κλίμακας εισήχθησαν για πρώτη φορά πριν από δύο δεκαετίες. Ωστόσο, η μετάβαση στα νέα, μικρότερα γυάλινα σκεύη και εξοπλισμό επιβραδύνθηκε σε ορισμένα εργαστήρια για διάφορους λόγους. Ένας λόγος είναι το αρχικό κόστος, αλλά τα περισσότερα ιδρύματα επωφελούνται από τη μείωση του κόστους των χημικών ουσιών και την απόρριψη των επικίνδυνων αποβλήτων. Η απόφαση του αν θα χρησιμοποιηθεί μια διαδικασία μικροκλίμακας ή μικρής κλίμακας εξαρτάται συχνά από τις επιλεγμένες μεθόδους χαρακτηρισμού του διδάσκοντος. Αυτή καθορίζει πόσο προϊόν απαιτείται για την ανάλυση. Εάν μια απόσταξη είναι επιθυμητή, επιλέγεται συχνά μια διαδικασία μικρής κλίμακας λόγω των δυσκολιών που συνδέονται με την απόσταξη πολύ μικρών ποσοτήτων υγρών. Εάν η ανάλυση των υγρών προϊόντων πρέπει να γίνεται μόνο από αέρια χρωματογραφική ανάλυση, μια διαδικασία μικροκλίμακας θα περιορίσει το κόστος της διάθεσης των αποβλήτων.

## ΝΕΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΤΗΣ ΔΕΥΤΕΡΗΣ ΕΚΔΟΣΗΣ

Ένα νέο τμήμα για τη μοριακή μοντελοποίηση, σημαντικές προσθήκες στην παρούσα έκδοση περιλαμβάνει η μεγεθυμένη κάλυψη της χημείας Diels-Alder, η ένταξη της χημείας της ενόνης με ένα κεφάλαιο για τις ενόλες, ένα νέο κεφάλαιο για τις δικαρβονυλικές ενώσεις, και εκτενής κάλυψη των ετεροκυκλικών ενώσεων στο κεφάλαιο των αμινών. Νέα πειράματα και νέες επιλογές μέσα σε αυτά περιλαμβάνονται σε πολλά κεφάλαια. Πολλά είναι τα πειράματα καθοδηγούμενης διερεύνησης. Μεταξύ αυτών είναι

Πείραμα 3.3, Σχέσεις μεταξύ δομής και φυσικών ιδιοτήτων

Πείραμα 3.8, Καθαρισμός και ανάλυση ενός υγρού μείγματος

Πείραμα 5.1Β, Σύνθεση αλκενίων σε μικρή κλίμακα μέσω όξινης καταλυτικής αφυδάτωσης της 3,3-διμεθυλο-2-βουτανόλης

Πείραμα 9.1Γ, Αντίδραση μικροκλίμακας του κυκλοπενταδιενίου με τον μηλεϊνικό ανυδρίτη

Πείραμα 9.1Ε, Αντίδραση του ανθρακενίου με τον μηλεϊνικό ανυδρίτη

Πείραμα 14.2, Η χρήση ενδιαμέσων του ινδίου: Αντίδραση του αλλυλοβρωμίδιου με μια αλδεύδη

Πείραμα 15.3, Φωτοχημική οξείδωση της βενζυλικής αλκοόλης

Πείραμα 16.2, Το πρόβλημα της πυρηνόφιλης αλειφατικής υποκατάστασης:

Υποκατάσταση έναντι απόσπασης

Πείραμα 17.1Γ, Αντίδραση Horner-Emmons σε μικροκλίμακα του βενζυλοφωσφωνικού διαιθυλεστέρα και της βενζαλδεύδης

Πείραμα 18.2Α, Αναγωγή της 2-κυκλοεξανόνης σε μικροκλίμακα

Πείραμα 18.2Β, Αναγωγή της *trans*-4-φαινυλο-3-βουτεν-2-όνης σε μικροκλίμακα

**Πείραμα 18.3,** Αντίδραση υδρογόνωσης με καταλυτική μεταφορά σε μικρή κλίμακα της κυκλοεξενόνης

**Πείραμα 21.1,** Συμπυκνώσεις των δικαρβονυλικών ενώσεων με βασική κατάλυση

**Πείραμα 22.2,** Σύνθεση παραγώγων πυραζολίου και πυρψιδίνης

**Πείραμα 24.1,** Η εξερεύνηση των σχέσεων δομής-δραστικότητας των φαινολών

**Πείραμα 26.1,** Σάπων από ένα μπαχαρικό: Απομόνωση, ταυτοποίηση και υδρόλυση ενός τριγλυκεριδίου

**Πείραμα 26.2,** Παρασκευή εστέρων χοληστερόλης και προσδιορισμός της συμπεριφοράς των υγρών κρυστάλλων

**Πείραμα 29.2,** Σύνθεση πολλαπλών σταδίων των παραγώγων του σουλφανιλαμιδίου ως αναστολέων της ανάπτυξης

**Πείραμα 29.3,** Προσδιορισμός δομής των ισομερών με χρήση αποσύζευξης και ειδικών τεχνικών NMR

## **ΕΓΧΕΙΡΙΔΙΟ ΔΙΔΑΣΚΟΝΤΟΣ**

Ένα εγχειρίδιο διδάσκοντος είναι διαθέσιμο στην ιστοσελίδα που συνοδεύει αυτό το κείμενο. Αυτό το εγχειρίδιο περιλαμβάνει οδηγίες για εργαστηριακούς παρασκευαστές, σημειώσεις διδάσκοντος για κάθε πείραμα, λύσεις προβλημάτων, προεργαστηριακές και μεταεργαστηριακές εργασίες. Ερωτήσεις εξετάσεων για πολλά πειράματα διατίθενται στο web CT( Course Tools).

## **ΙΣΤΟΣΕΛΙΔΑ ΜΑΘΗΜΑΤΟΣ**

Η διεύθυνση <http://www.mhhe.com/schoffstall2> προσφέρει υποστηρικτική ενίσχυση για το εργαστηριακό μάθημα της οργανικής χημείας. Παρουσιάζει ενημερωμένες χρήσιμες συμβουλές για εργαστηριακούς παρασκευαστές και εκπαιδευτές, τυπικά χρονοδιαγράμματα, δείγμα ηλεκτρονικών εντύπων αναφορών, δείγμα γενικών ερωτήσεων και θέματα εξετάσεων, παραδείγματα εργαστηριακών διαλέξεων ή υλικό εργαστηριακής προετοιμασίας για τον φοιτητή, και σχετικές συνδέσεις με άλλες ιστοσελίδες. Κάποια πρόσθετα πειράματα είναι διαθέσιμα στην ιστοσελίδα.

## **ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ**

Επιθυμούμε να ευχαριστήσουμε αρκετά πολλά άτομα που έχουν συμβάλει στην δεύτερη έκδοση. Η Connie Pitman, εργαστηριακή τεχνικός στο University of Colorado Springs, έκανε πολυάριθμες χρήσιμες παρατηρήσεις για τα πειράματα. Έχει συμμετάσχει στη συγγραφή του Instructor's Manual and Solutions Guide. Η

Shirley Oberbroeckling έχει υπηρετήσει ως Αναπτυξιακή εκδότης και η Joyce Watters ως Project Manager για την έκδοση αυτού του βιβλίου. Το ακόλουθο ακαδημαϊκό προσωπικό και οι φοιτητές έχουν συμβάλει στη δεύτερη έκδοση ελέγχοντας τα πειράματα και προτείνοντας βελτιώσεις:

Robert A. Banaszak, Anna J. Espe, Sam T. Seal, Shannon J. Coleman, Shannon R. Gilkes, Molly M. Simbrec, Daniela Dumitru, Patricia D. Gromko, Amy M. Scott, Tomasz Dziedzic, Paul J. Lunghofer, Rafael A. Vega, Justin A. Russok, Darush Fathi, και Michael Slogic.

Είμαστε ευγνώμονες προς τα ακόλουθα άτομα που εργάστηκαν ως αξιολογητές για αυτή την έκδοση. Αυτά είναι:

Monica Ali, Oxford College

Steven W. Anderson, University of Wisconsin - Whitewater

Satinder Bains, Arkansas State University - Beebe

David Baker, Delta College

John Barbaro, University of Alabama - Birmingham

George Bennett, Milikin University

Cliff Berkman, San Francisco State University

Lea Blau, Stern College for Women

Lynn M. Bradley, The College of New Jersey

Bruce S. Burnham, Rider College

Patrick E. Canary, West Virginia Northern Community College

G. Lynn Carlson, University of Wisconsin - Kenosha

Jeff Charonnat, California State University - Northridge

Wheeler Conover, Southeast Community College

Wayne Counts, Georgia Southwestern State University

Tammy A. Davidson, East Tennessee State University

David Forbes, University of South Alabama - Mobile

Eric Fossum, Wright State University - Dayton

Nell Freeman, St. Johns River Community College

Edwin Geels, Dordt College

Jack Goldsmith, University of South Carolina - Aiken

Ernest E. Grisdale, Lord Fairfax Community College

Tracy Halmi, Pennsylvania State Behrend - Erie

C. E. Heltzel, Transylvania University

Gary D. Holmes, Butler County Community College

Harvey Hopps, Amarillo College

William C. Hoyt, St. Joseph's College

Chui Kwong Hwang, Evergreen Valley College

George F. Jackson, University of Tampa

Tony Kiessling, Wilkes University

Maria Kuhn, Madonna University

Andrew Langrehr, Jefferson College

Elizabeth M. Larson, Grand Canyon University

John Lowbridge, Madisonville Community College

William L. Mancini, Paradise Valley Community College

John Masnovi, Cleveland State University  
Anthony Masulaitis, New Jersey City University  
Ray Miller, York College  
Tracy Moore, Louisiana State University - Eunice  
Michael D. Mosher, University of Nebraska - Kearney  
Michael J. Panigot, Arkansas State University  
Neil H. Potter, Susquehanna University  
Walda J. Powell, Meredith College  
John C. Powers, Pace University  
Steve P. Samuel, SUNY - Old Westbury  
Greg Spyridis, Seattle University  
Paris Svoronos, Queensboro Community College  
Eric L. Trump, Emporia State University  
Patibha Varma Nelson, St. Xavier University  
Chad Wallace, Asbury College  
David Wiendenfeld, University of North Texas  
Linfeng Xie, University of Wisconsin - Oshkosh

Ελπίζουμε να βρείτε την εργαστηριακή σας εμπειρία επωφελή και ενθαρρυντική.

# Πρόλογος Ελληνικής Έκδοσης

Η επιλογή του βιβλίου των Schoffstall-Gaddis-Druelinger ως βιοηθήματος για τους ασκούμενους φοιτητές της Τριτοβάθμιας εκπαίδευσης στο Εργαστήριο Οργανικής Χημείας (ΕΟΧ) έγινε κατόπιν συγκριτικής μελέτης ομοειδών συγγραμάτων, ξένων και ελληνικών. Τα ακόλουθα στοιχεία συμβάλλουν στην επιστημονική αρτιότητα αυτού του βιβλίου:

Η λεπτομερής ανάλυση των απαραίτητων εργαστηριακών τεχνικών που διεξάγονται στο ΕΟΧ, η παρουσίαση με σαφήνεια των φασματοσκοπικών τεχνικών IR, NMR και MS καθώς επίσης η χρήση μεθόδων υπολογιστικής χημείας τόσο σε επίπεδο Μοριακής Μηχανικής όσο και σε επίπεδο *ab initio* συνοδευόμενες από πολλά παραδείγματα.

Διαπραγματεύονται επίσης οι συνθέσεις των σημαντικότερων οργανικών ενώσεων, αναπτύσσεται η συνδυαστική φασματοσκοπία για την ταυτοποίηση των οργανικών ενώσεων, αναλύονται οι μεθοδολογίες που πρέπει να ακολουθηθούν για την Ποιοτική Οργανική Ανάλυση και τέλος παρέχονται ερευνητικές εργασίες οι οποίες μπορούν να διεξαχθούν από ομάδες φοιτητών.

Στο τέλος κάθε πειράματος υπάρχει σημαντικός αριθμός ερωτήσεων κρίσεως ώστε ο φοιτητής να εμπεδώσει την αντίστοιχη θεωρία.

Το όλο έργο διαπνέεται από την αντίληψη της Πράσινης Χημείας διότι τα πειράματα καταναλώνουν την ελάχιστη δυνατή ποσότητα αντιδραστηρίων, ακολουθούνται συνθετικές μέθοδοι όπου χρησιμοποιούνται και δημιουργούνται ουσίες με ελάχιστη ή καθόλου τοξικότητα για τον άνθρωπο και το περιβάλλον, αποφεύγονται κατά το δυνατόν οι οργανικοί διαλύτες και τέλος χρησιμοποιούνται καταλυτικά αντιδραστήρια με τη μεγαλύτερη δυνατή εκλεκτικότητα.

Από τη θέση αυτή θέλω να ευχαριστήσω τους αγαπητούς συναδέλφους Δρ Αναστασία Δέτση Επίκουρη Καθηγήτρια Οργανικής Χημείας του ΕΜΠ και Δρ Παναγιώτη Ζουμπουλάκη ερευνητή του ΕΙΕ για τις εύστοχες παρατηρήσεις τους κατά την ανάγνωση του κειμένου.

Ευχαριστώ επίσης τον Εκδοτικό Οίκο Παπαζήση για την αρτιότητα της έκδοσης αυτού του βιβλίου καθώς και τη φίλη Ασπασία Μπακογιάννη για την εξαιρετική εργασία της στη στοιχειοθεσία-σελιδοποίηση.

Τέλος ευχαριστώ και τη γυναίκα μου Δήμητρα Μάργαρη για τη βοήθειά της στο έργο αυτό καθώς και για την υπομονή και κατανόηση που έδειξε στο μεγάλο χρονικό διάστημα αυτής της προσπάθειας.

Δρ Χάρης Ε. Σεμιδαλάς  
Επίκουρους Καθηγητής ΤΕΙ Αθηνών  
[chsemid@teiath.gr](mailto:chsemid@teiath.gr)

## **ΕΥΕΛΙΚΤΟ, ΕΛΚΥΣΤΙΚΟ ΚΑΙ ΦΙΛΙΚΟ**

.....

**Τ**α Εργαστηριακά Πειράματα Οργανικής Χημείας προσφέρουν μια ολοκληρωμένη εισαγωγή στις εργαστηριακές τεχνικές που είναι ευέλικτες, ελκυστικές, και φιλικές προς τον φοιτητή. Το βιβλίο αυτό παρέχει:

- τεχνικές χειρισμού των γυάλινων σκευών και του εξοπλισμού
- οδηγίες εργαστηριακής ασφάλειας
- διαδικασίες των πειραμάτων μικροκλίμακας και μικρής κλίμακας
- θεωρία των αντιδράσεων και τεχνικές
- το σχετικό θεωρητικό υπόβαθρο, τις εφαρμογές, και τη φασματοσκοπία.

