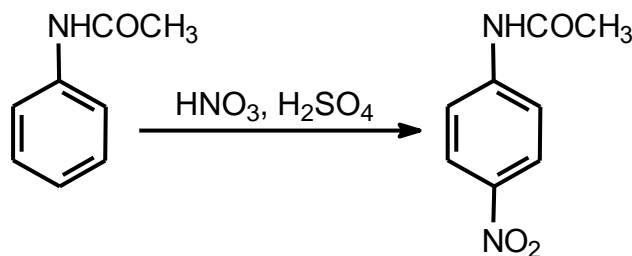


4-NITROACETANILID**Odczynniki:**

acetanilid	3,2 g (0,025 m)
kwas azotowy(V) stęż.	1,6 cm ³
kwas siarkowy(VI) stęż.	14,0 cm ³
kwas octowy lod.	2,4 cm ³
wodorowęglan sodu (roztwór 3%)	20,0 cm ³ (roztwór należy przygotować samodzielnie)

UWAGA: Praca ze stężonymi kwasami. Obowiązują rękawice ochronne!

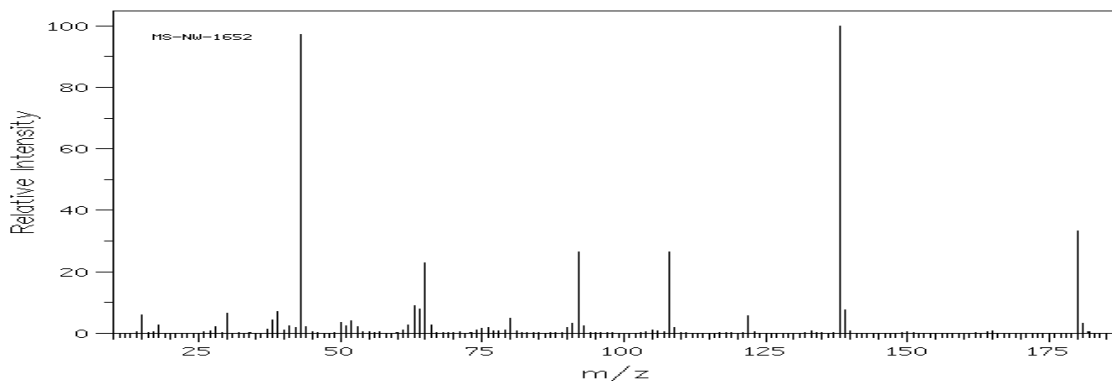
Do wysokiej zlewki o poj. 100 cm³ wlewa się 12,5 cm³ kwasu siarkowego(VI) i lodowaty kwas octowy. Mieszaninę kwasów chłodzi się do temperatury pokojowej i wprowadza podczas mieszania mieszadłem magnetycznym 3,2 g drobno sproszkowanego, suchego acetanilidu. Zawartość zlewki chłodzi się do temperatury 0 °C (temperaturę mierzy się **małym, szklanym (!)** termometrem) i wkrapla silnie mieszając zimną mieszaninę nitrującą złożoną z 1,6 cm³ stężonego kwasu azotowego(V) i 1,5 cm³ stężonego kwasu siarkowego(VI). Temperatura reakcji nie może przekroczyć 10 °C. Po zakończeniu wkraplania, mieszaninę doprowadza się powoli do temperatury pokojowej, pozostawia się w spokoju na 1,5 - 2 godz., po czym wylewa się ją do 60 cm³ wody z lodem. Wydzielony prawie bezbarwny osad odsącza się, przemywa kilkakrotnie zimną wodą,¹ a następnie przenosi do zlewki zawierającej ok. 20 cm³ 3 % roztworu wodorowęglanu sodu i dokładnie rozciera (UWAGA: możliwe intensywne pienienie!). Jeżeli roztwór nadal ma odczyn kwaśny, należy dodać kolejną porcję roztworu wodorowęglanu. Produkt ponownie odsącza się, przemywa kilkakrotnie wodą, pamiętając o dokładnym odciskaniu osadu. Po wysuszeniu związek rekrytalizuje się z etanolu,² suszy i mierzy temperaturę topnienia. Otrzymuje się kremowy produkt o tt. 214 °C.

¹ Połączone przesącze umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

² Przesącz po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **E** (roztwory etanolowe).

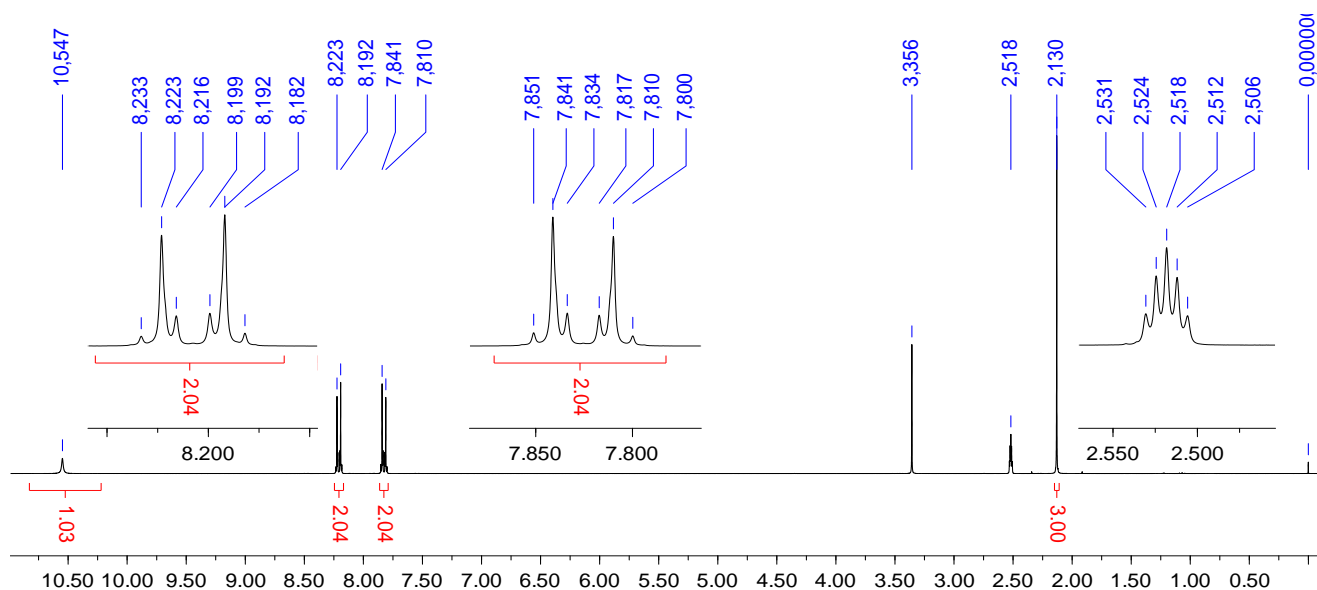
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ **4-nitroacetanilidu**:

a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce 4-nitroacetanilidu. Wyjaśnij złożoną multipletowość sygnałów przy 7,8 i 8,2 ppm. Od czego pochodzą sygnały przy 2,52 i przy 3,37 ppm. Wyjaśnij multipletowość sygnału przy 2,52 ppm.

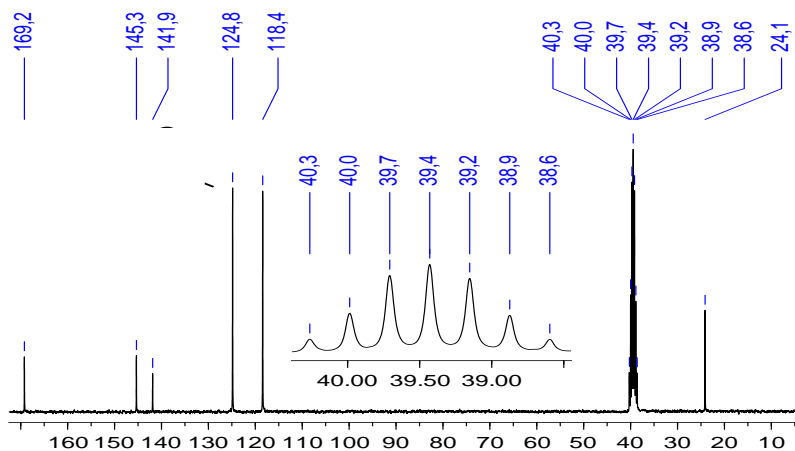
¹H NMR (DMSO-d₆):



c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz precyzyjnie każdy z nich poszczególnym atomom w cząsteczce 4-nitroacetanilidu. Od czego pochodzi sygnał przy 39,4 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.

¹ Widmo MS zaczerpnięto ze *Spectral Database for Organic Compounds* (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, SDBSWeb : <http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/>).

¹³CNMR (DMSO-d₆):



Porównaj odczytane z obu widm NMR położenia sygnałów atomów pierścienia aromatycznego z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).

d) W widmie IR (KBr) przypisz charakterystyczne pasma poszczególnym wiązaniom w cząsteczce.

