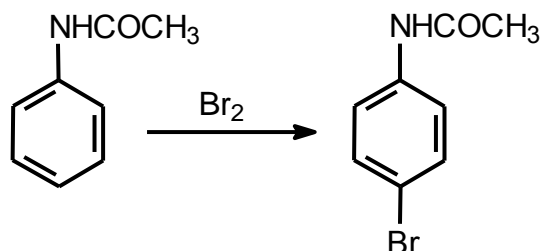


III.c.1

4-BROMOACETANILID**Odczynniki:**

acetanilid 2,2 g (0,016 m)

kwasy octowy lod. 12,0 cm³

brom 1,0 cm³ (3,0 g, 0,019 m)

wodorosiarczan(IV) sodu – stały lub roztwór do usunięcia nadmiaru bromu

UWAGA: Brom jest silnie żrącym odczynnikiem - ciekły brom wywołuje poważne oparzenia, a jego pary mają niezwykle mocne działanie drażniące! Praca w rękawicach ochronnych, pod ścisłym nadzorem asystenta, wyłącznie pod sprawnym wyciągiem.

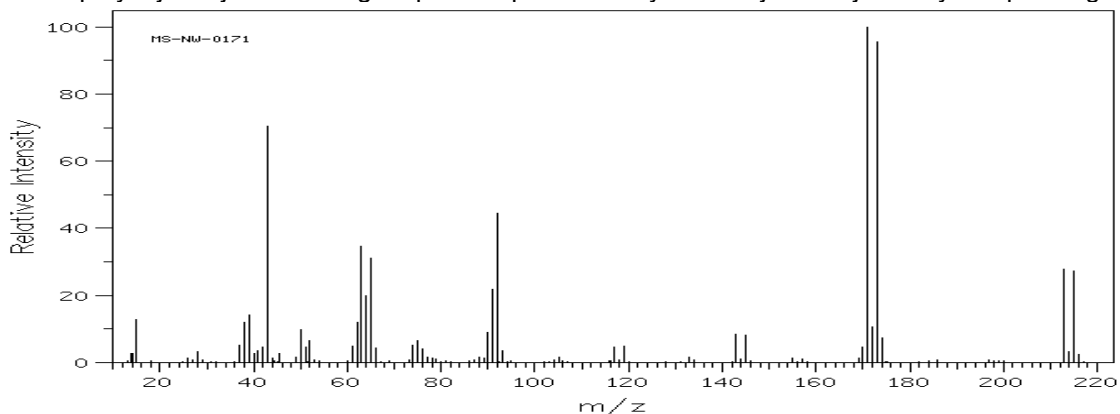
W kolbie stożkowej o poj. 50 cm³ rozpuszcza się acetanilid w 7,0 cm³ kwasu octowego lodowatego, a w małej kolbce brom w 5,0 cm³ lodowatego kwasu octowego. Roztwór bromu przenosi się do wkraplacza umocowanego nad kolbą stożkową. Kolbę umieszcza się w zimnej wodzie i wkrapla powoli roztwór bromu stale wstrząsając kolbą. Po dodaniu całej ilości bromu roztwór powinien wykazywać barwę jasnopomarańczową wywołaną małym nadmiarem bromu. Produkt reakcji częściowo krystalizuje. Mieszaninę pozostawia się w temperaturze pokojowej na pół godziny, wstrząsając co pewien czas. Następnie wylewa się ją do 50 cm³ wody i popłukuje kolbę dalszymi 20 cm³ wody. Jeżeli mieszanina wykazuje nadal pomarańczowe zabarwienie, dodaje się do niej roztwór wodorosiarczanu(IV) sodu w ilości ściśle wystarczającej do jej odbarwienia. Krystaliczny osad odsąca się na lejku Büchnera, przemywa zimną wodą i dokładnie odciska szerokim szklanym korkiem.¹ Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z odpowiednio dobranego rozpuszczalnika.² Otrzymuje się prawie bezbarwne kryształy 4-bromoacetanilidu o tt. 167 °C. Czystość produktu (np. zanieczyszczenie izomerem *orto*) sprawdza się metodą TLC w układzie SiO₂/CHCl₃. Jeśli kolejnym etapem jest synteza 4-bromoaniliny, tę operację można pominąć.

¹ Przesącz rozcieńcza się wodą i wylewa do zlewu po wyciągiem.

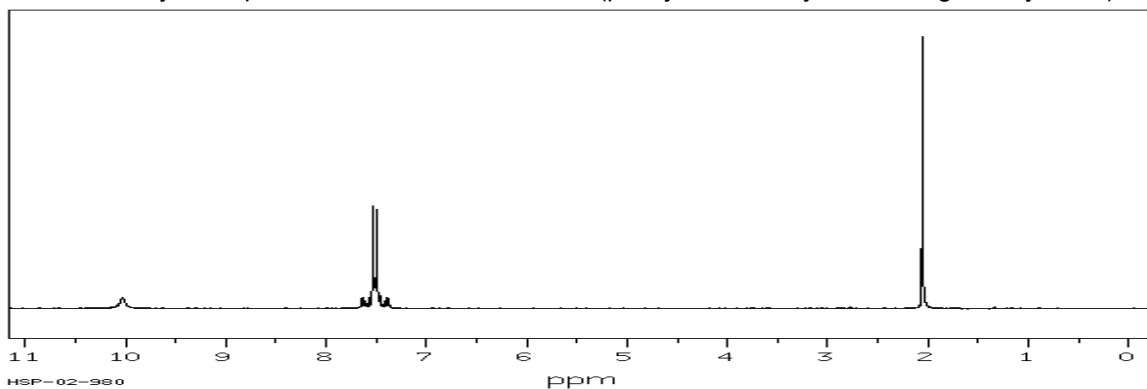
² Należy postępować zgodnie z opisem podanym przy ćwiczeniu wstępnym - *Krystalizacja*.

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

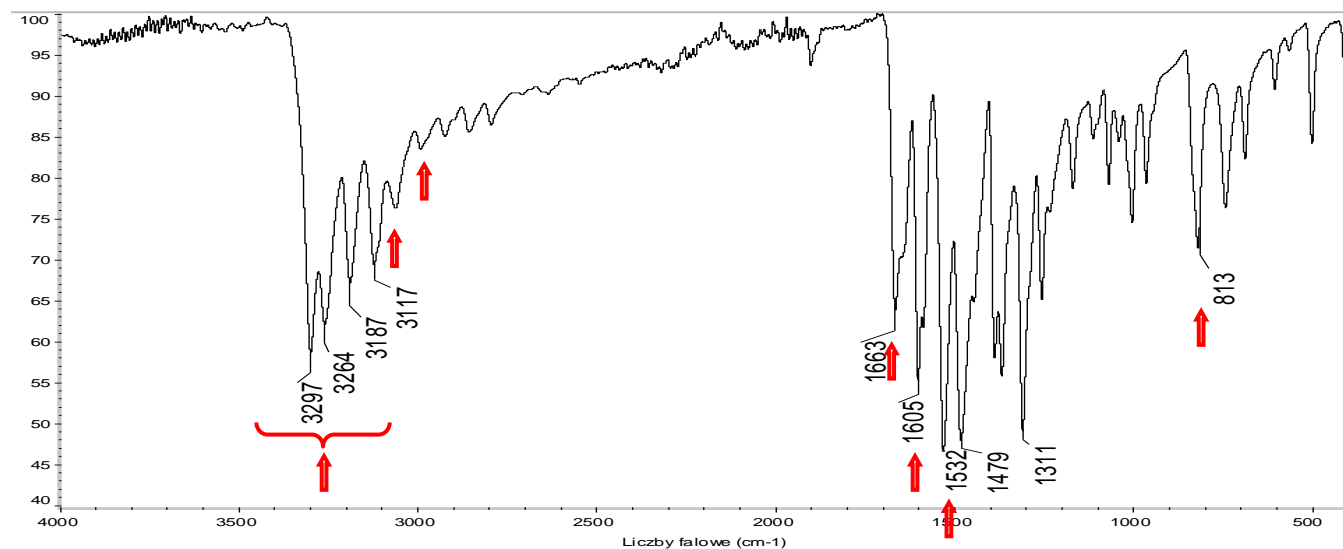
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i piki izotopowe, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



b) Określ położenie i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z sygnałów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce 4-bromoacetanilidu. Wyjaśnij kształt multipletu przy 7,5 ppm. Porównaj odczytane z widma położenie sygnałów protonów przy pierścieniu aromatycznym z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).



c) W widmie IR przypisz charakterystyczne pasma poszczególnym wiązaniom w cząsteczce. Dla ułatwienia niektóre z tych pasm wskazano na widmie czerwonymi strzałkami.



¹ Widma zaczerpnięto ze *Spectral Database for Organic Compounds* (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, SDBSWeb : <http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/>) oraz z bazy widm Sigma-Aldrich® (<http://www.sigmaaldrich.com>).