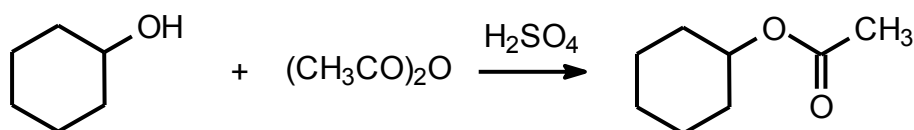


OCTAN CYKLOHEKSYLU**Odczynniki:**

cykloheksanol	10,0 cm ³ (9,6 g, 0,096 m)
bezwodnik octowy	9,5 cm ³ (10,3 g, 0,101 m)
kwas siarkowy(VI) 98 %	3 krople
węglan sodu, roztwór 10 %	ok. 15 cm ³ (należy przygotować samodzielnie!)
chlorek metylenu	ok. 40 cm ³
siarczan(VI) magnezu bezw.	

UWAGA: Praca wyłącznie pod wyciągiem, w rękawicach ochronnych.

W kolbie okrągłodennej o poj. 50 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną z rurką z chlorkiem wapnia, miesza się cykloheksanol z bezwodnikiem octowym¹ i ostrożnie dodaje się kwas siarkowy(VI). Mieszaninę ogrzewa się w termostatowanej łaźni olejowej o temp. 100 °C przez 2 godziny. Po ochłodzeniu zawartość kolby wlewa się do ok. 30 cm³ wody z lodem, znajdującej się w rozdzielaczu. Warstwę estrową oddziela się, a warstwę wodną ekstrahuje się dwukrotnie chlorkiem metylenu,² porcjami po ok. 20 cm³. Ekstrakty organiczne łączy się, przemywa się kolejno wodą, roztworem węglanu sodu (**UWAGA!**³) i ponownie wodą.² Roztwór estru suszy się następnie nad bezw. siarczanem(VI) magnezu, środek suszący odsącza się⁴, chlorek metylenu oddestylowuje się na wyparce obrotowej.⁵ Pozostałość poddaje się destylacji (w małym zestawie!) zbierając frakcję wrzącą w temp. 173–176 °C.⁶ Stopień czystości produktu można oszacować mierząc współczynnik załamania światła oraz rejestrując i analizując widmo IR otrzymanego produktu. Czysty ester ma postać bezbarwnej, oleistej cieczy o owocowym zapachu (lit. n_D²⁰ = 1,4390, d = 0,966 g/cm³).

¹ Bezwodnik octowy należy pobrać bezpośrednio przed rozpoczęciem reakcji, a wszystkie operacje z tym związkem należy wykonywać możliwie szybko - rozkłada się pod wpływem wilgoci z powietrza.

² Połączone warstwy wodne, po starannym oddzieleniu eteru, można wylać do zlewu pod wyciągiem.

³ Po dodaniu roztworu węglanu sodu do warstwy zawierającej resztki kwasu, zawartość rozdzielacza należy mieszać i ostrożnie potrząsać **nie zamykając otworu rozdzielacza korkiem**, gdyż wydziela się obficie dwutlenek węgla! Dopiero gdy przestaną tworzyć się pęcherzyki gazu, można zamknąć rozdzielacz, mocno trzymając korek całą dłonią wstrząsnąć zawartość rozdzielacza i niezwłocznie odpowietrzyć, otwierając kranik (nóżka musi być bezwzględnie skierowana skosem ku górze w stronę ściany dygestorium). Początkowo po każdym wstrząśnięciu należy powtarzać operację wyrównywania ciśnienia. Nie zachowanie tych środków ostrożności może doprowadzić do wytryśnięcia zawartości rozdzielacza.

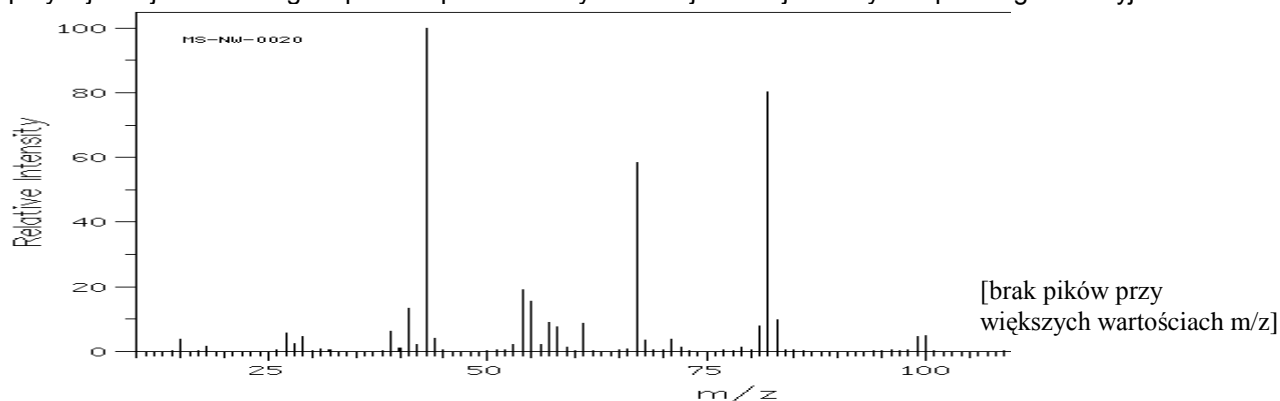
⁴ Środek suszący, po odparowaniu rozpuszczalnika (kolbkę umieścić pod wyciągiem!), rozpuszcza w wodzie, a otrzymany roztwór wylewa do zlewu pod wyciągiem.

⁵ Oddestylowany chlorek metylenu można umieścić w butelce "chlorek metylenu do ekstrakcji" lub w pojemniku **F**.

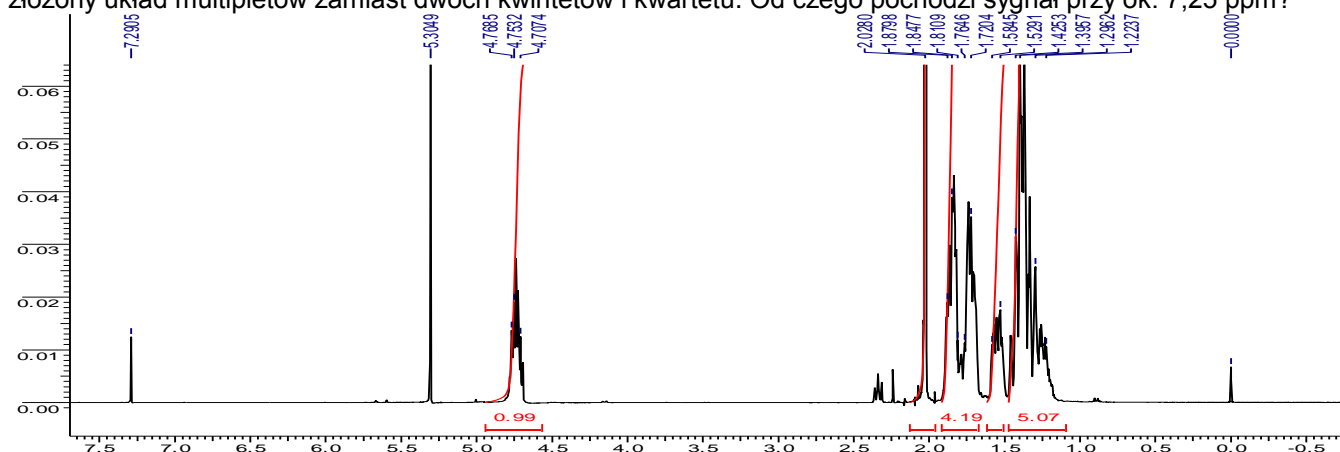
⁶ Przedgon oraz pozostałość po destylacji należy umieścić w pojemniku **O** (ciekle, palne bez fluorowców).

Zinterpretuj podane poniżej widma¹ octanu cykloheksyłu:

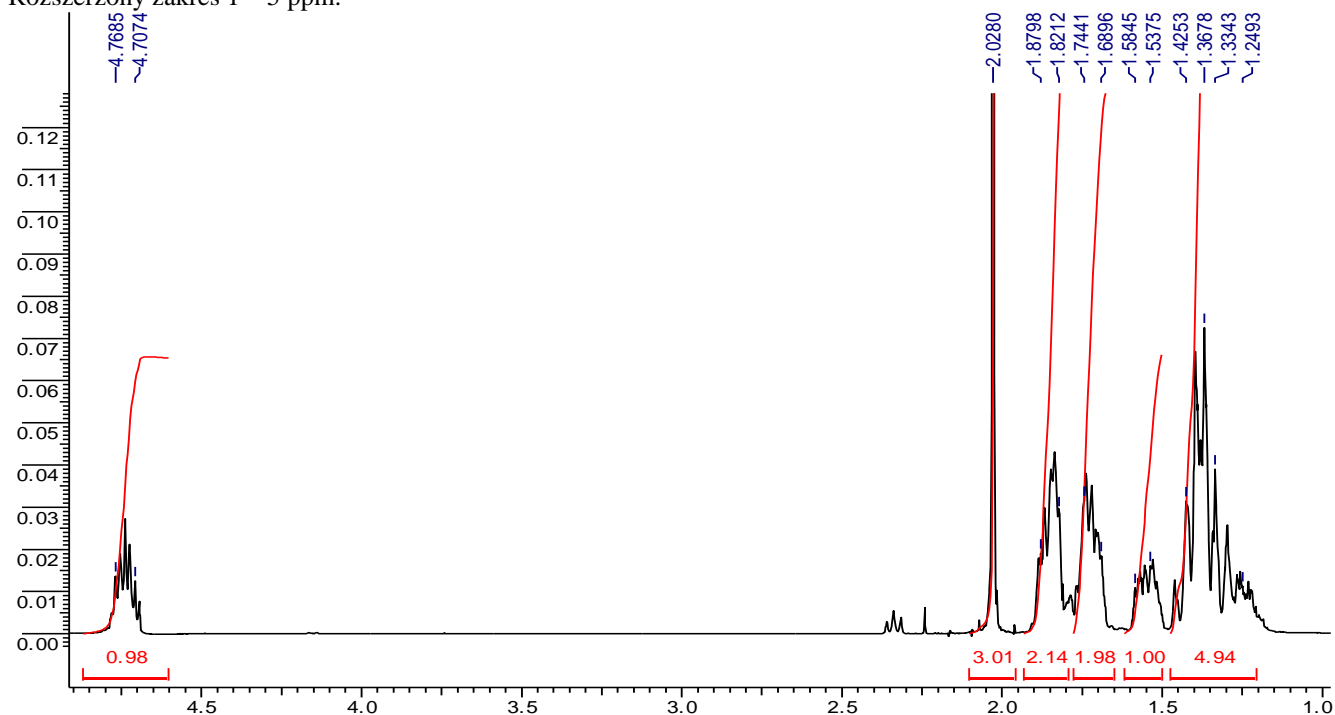
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy i wyjaśnij, dlaczego nie jest widoczny pik molekularny. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz je odpowiednim grupom protonów w cząsteczce octanu cykloheksyłu. Wyjaśnij, dlaczego w zakresie 1 – 2 ppm widoczny jest złożony układ multipletów zamiast dwóch kwintetów i kwartetu. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 7,25 ppm?

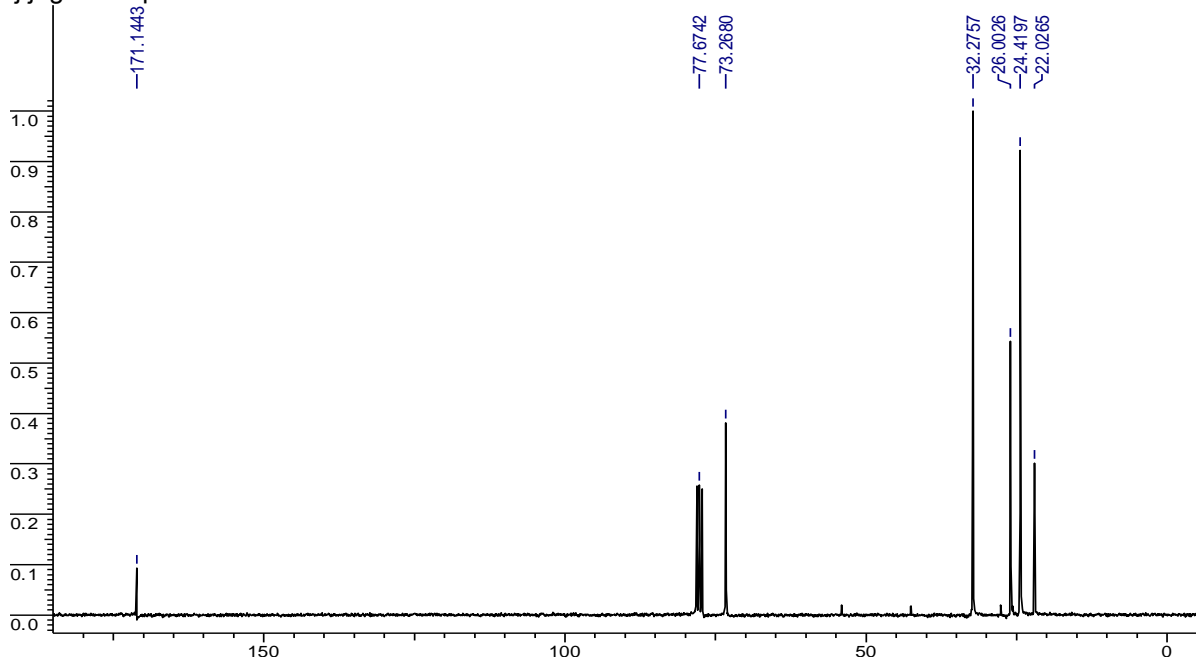


Rozszerzony zakres 1 – 5 ppm:



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

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ^{13}C NMR, a następnie przypisz precyzyjnie każdy z nich poszczególnym atomom węgla w cząsteczce octanu cykloheksylu. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 77 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.



d) Przypisz pasma w widmie IR drganiom rozciągającym wszystkich wiązań w cząsteczce octanu cykloheksylu (próbka preparatu studenckiego). Od czego pochodzą pasma zaznaczone czerwoną strzałką?

