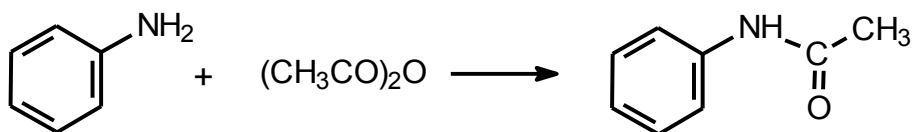


ACETANILID**Odczynniki:**

anilina	2,0 cm ³ (2,1 g, 0,022 m)
bezwodnik octowy	2,0 cm ³ (2,1 g, 0,021 m)
kwas octowy lodowaty	2,0 cm ³ (2,1 g, 0,030 m)
pył cynkowy	ok. 50 mg (na końcu szpatułki)

UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi. Praca pod wyciągiem w rękawicach ochronnych.

W małej kolbce okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną¹ z rurką z chlorkiem wapnia, umieszcza się anilinę, bezwodnik octowy², lodowaty kwas octowy i pył cynkowy. Mieszaninę ogrzewa się do łagodnego wrzenia **nad** płaszczem grzejnym w ciągu 30 min, a następnie gorącą ciecz wylewa się cienkim strumieniem do zlewki zawierającej 50 cm³ zimnej wody, przy czym zawartość zlewki należy energicznie mieszać. Zlewkę pozostawia się do oziębienia w łaźni lodowej, po czym surowy produkt odsącza się na małym lejku Hirscha, przemywa niewielką ilością zimnej wody i dobrze odciska.³ Acetanilid krystalizuje się z wody,⁴ dokładnie suszy i mierzy temperaturę topnienia (lit. tt. 114 °C).

¹ Kolbkę z chłodnicą należy połączyć przy pomocy **metalowej** spinki do szlifów; wystarczy wówczas chwycić łapą chłodnicę.

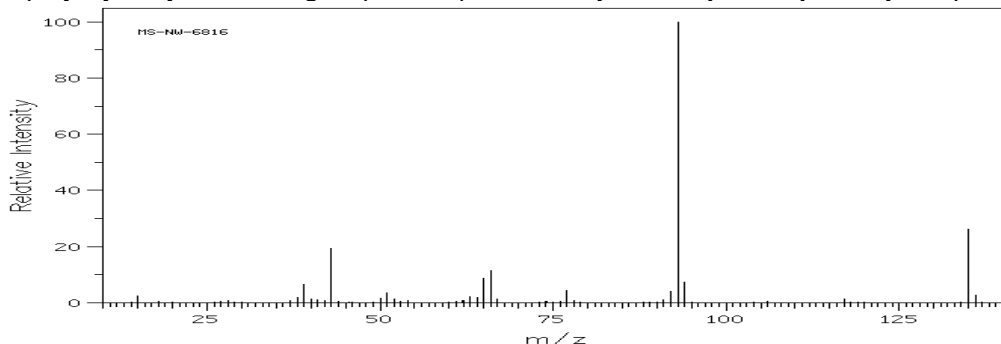
² Bezwodnik octowy należy pobrać bezpośrednio przed rozpoczęciem reakcji, a wszystkie operacje z tym związkem należy wykonywać możliwie szybko - rozkłada się pod wpływem wilgoci z powietrza.

³ Przesącz wytrząsa się w rozdzielaczu z kilkoma cm³ toluenu. Warstwę organiczną umieszcza się w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców), zaś warstwę wodną wylewa do zlewu pod wyciągiem.

⁴ Przesącz po krystalizacji można wylać do zlewu.

Zinterpretuj podane poniżej widma¹ **acetanilidu**:

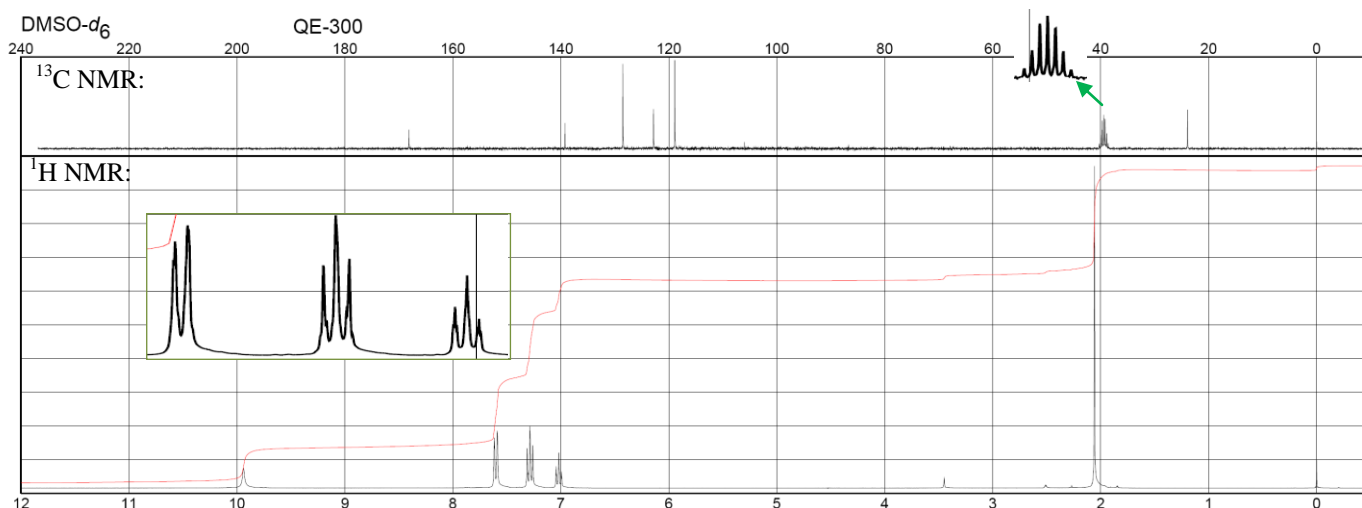
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



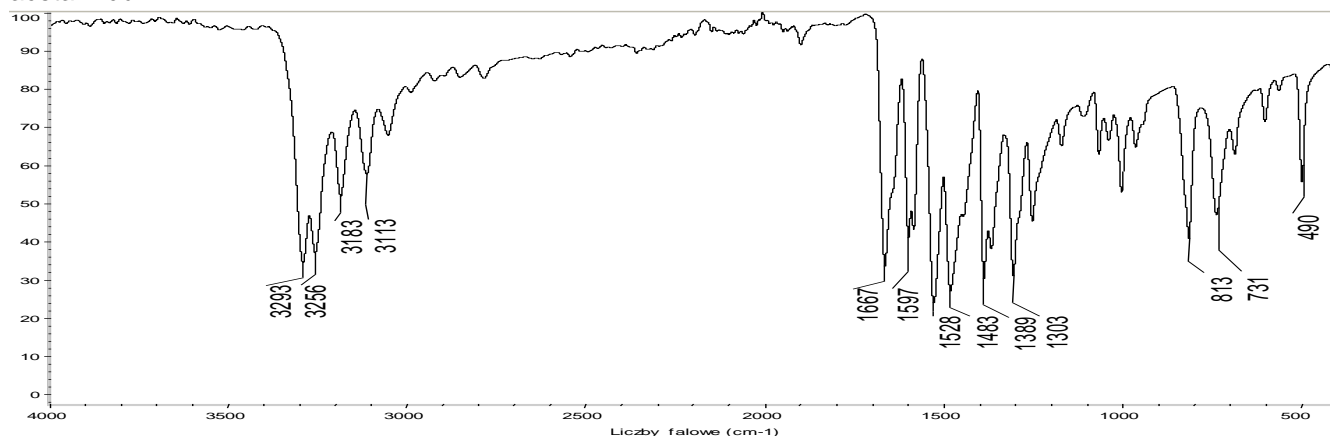
b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce acetanilidu.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce acetanilidu. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 39 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.

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



d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR (ATR) drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce acetanilidu.



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/>), a NMR z bazy widm Sigma-Aldrich® (<http://www.sigmaaldrich.com>).