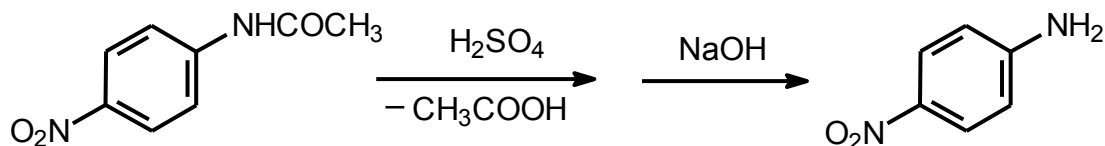


4-NITROANILINA**Odczynniki:**

4-nitroacetanilid	2,70 g (15 mmoli)
kwas siarkowy(VI) 98 %	3,00 cm ³ (5,52 g, 55 mmoli)
wodorotlenek sodu	4,8 g (120 mmoli) - jako roztwór w 40 cm ³ wody
chloroform	

UWAGA: Obowiązują rękawice ochronne. Praca tylko pod wyciągiem.

W małej kolbce okrągłodennej umieszcza się 4-nitroacetanilid i dodaje roztwór 3 cm³ stęż. kwasu siarkowego(VI) w 12 cm³ wody. Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną do chwili, gdy cały 4-nitroacetanilid przejdzie do roztworu. Otrzymany roztwór (jeśli jest mętny) sączy się przez mały sączonek karbowany zwilżony wodą,¹ a przesącz alkalizuje, przez dodanie roztworu wodorotlenku sodu (sprawdzić odczyn roztworu - powinien być wyraźnie zasadowy!). Wydzielony osad surowego produktu odsącza się,² przemywa niewielką ilością zimnej wody i suszy.

Surowy produkt oczyszcza się na drodze krystalizacji. Odpowiedni rozpuszczalnik należy dobrać samodzielnie.³ Czysty związek ma postać żółtych igieł o tt. 147 °C. Czystość otrzymanego produktu należy również określić przy pomocy chromatografii cienkowarstwowej (SiO₂/CHCl₃). Obok rozcieńczonego roztworu otrzymanego związku należy nanieść wzorcowy roztwór 4-nitroaniliny oraz roztwór substratu.

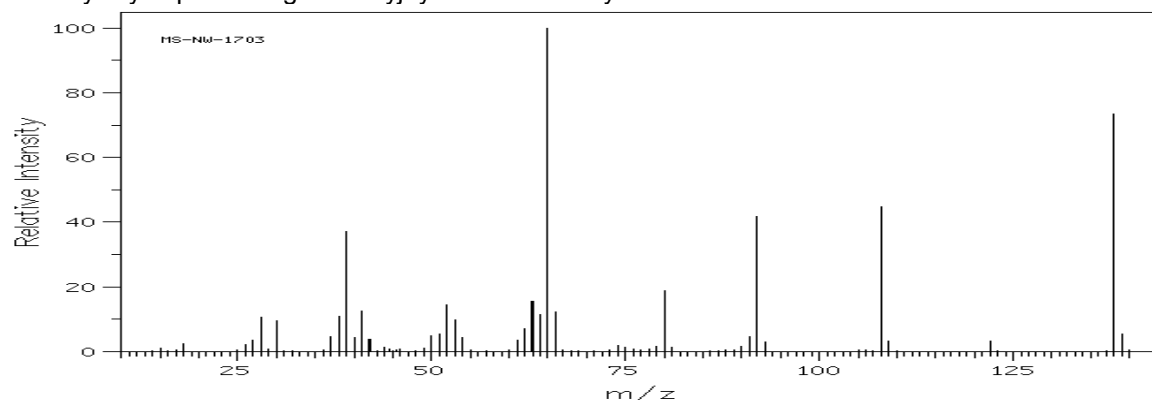
¹ Sączonek z osadem umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne).

² Przesącz należy przemyć w małym rozdzielaczu ok. 5 cm³ chloroformu. Warstwę organiczną wylewa się do pojemnika **F** (ciepłe, palne, zawierające fluorowce), zaś warstwę wodną do pojemnika **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych).

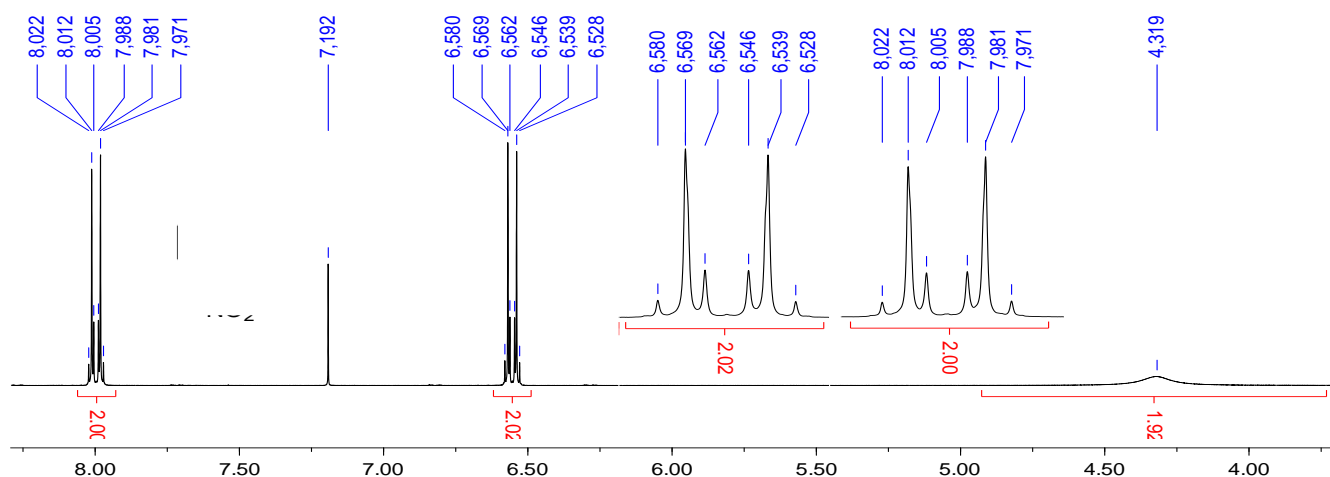
³ Należy postępować zgodnie z opisem podanym przy ćwiczeniu wstępnym - *Krystalizacja*.

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

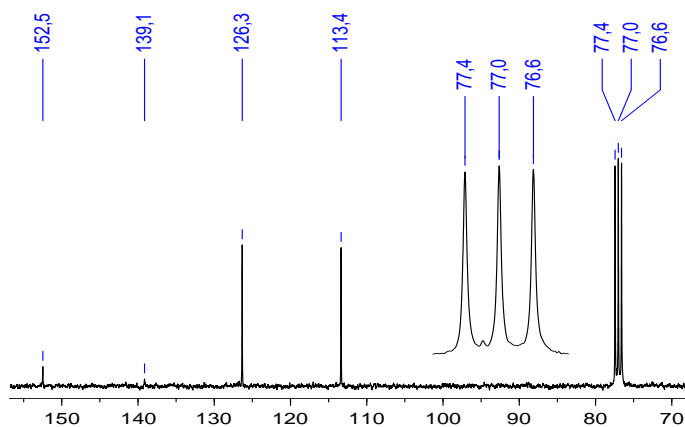
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równanie przynajmniej jednej drogi rozpadu odpowiedzialnej za występowanie jednego z bardziej intensywnych pików fragmentacyjnych 4-nitroaniliny.



b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce 4-nitroaniliny. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 7,2 ppm? Wyjaśnij multipletowość sygnałów przy ok. 6,5 i 8,0 ppm.



c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce 4-nitroaniliny. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 77 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/>).

A. Czarny, B. Kawalek, A. Kolasa, P. Milart, B. Rys, J. Wilamowski - *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii organicznej 2012/13*
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 drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce 4-nitroaniliny.

