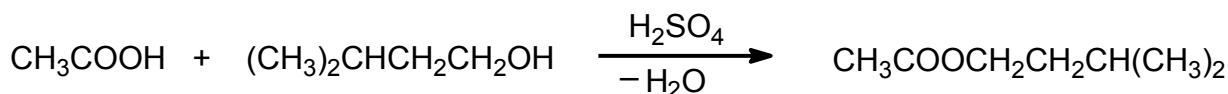


OCTAN IZOAMYLU**Odczynniki:**

kwas octowy lodowaty	17 cm ³ (ok.0,3 m)
alkohol izoamyłowy (3-metylobutan-1-ol)	16,3 cm ³ (13,2 g, 0,150 m)
kwas siarkowy (VI) 98%	1 cm ³
wodorowęglan sodu, roztwór 5%	50 cm ³
siarczan(VI)magnezu bezw.	

UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi i żrącymi. Zaleca się pracę w rękawicach ochronnych i pod wyciągiem.

W kolbie okrągłodennej o poj. 100 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się kwas octowy, alkohol izoamyłowy i kwas siarkowy(VI). Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia przez przynajmniej 1 godzinę. Po ochłodzeniu umieszcza się ją w rozdzielaczu, dodaje 60 cm³ wody i energicznie wstrząsa. Warstwę organiczną przemywa się kolejno wodą, dwukrotnie roztworem wodorowęglanu sodu (**UWAGA!**¹), ponownie wodą², a następnie suszy nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu. Roztwór oddziela się od środka suszącego,³ sącząc go przez luźny zwitek waty umieszczony w nóżce małego lejka bezpośrednio do małej kolbki okrągłodennej,⁴ po czym destyluje przy użyciu krótkiej kolumny Vigreux, zbierając frakcję wrzącą w zakresie 136 – 141 °C.⁵ Octan izoamyłu jest bezbarwną cieczą o wyraźnym zapachu bananów (n_D²⁰ = 1,4000, d = 0,876 g/cm³). Czystość produktu weryfikuje się w oparciu o zarejestrowane widmo IR.

¹ Po dodaniu roztworu wodorowęglanu 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 dłońią 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.

² Połączone warstwy wodne umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów).

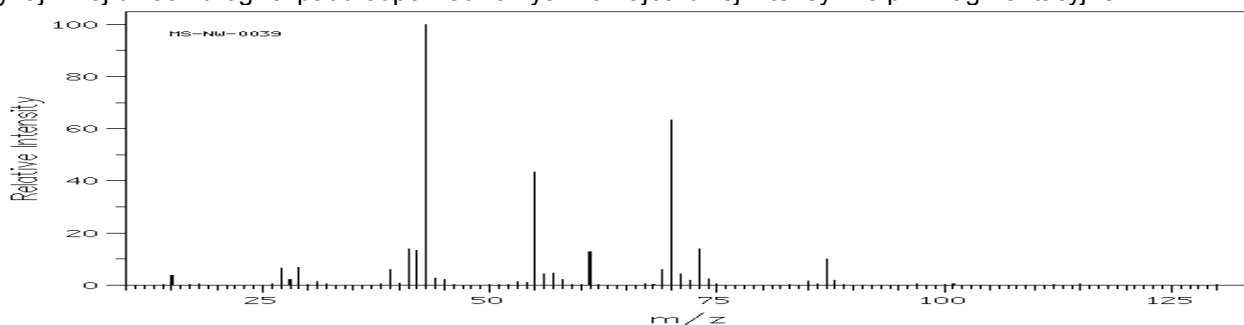
³ W celu zminimalizowania strat estru środek suszący i watę w lejku można przemyć kilkoma mililitrami [chlorku metylenu](#), dołączając rozpuszczalnik do cieczy poddawanej destylacji. Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty siarczan magnezu można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.

⁴ Środek suszący, kolbkę i lejek z watką można przepłukać kilkoma mililitrami chlorku metylenu, w celu ilościowego wycięcia produktu. Podczas destylacji chlorek metylenu będzie stanowił pierwszą frakcję, wrzącą w zakresie ok. 45 – 50°C. Destylat ten umieszcza się w pojemniku **F**.

⁵ Przedgon oraz pozostałość po destylacji należy umieścić w pojemniku **O** (ciekle, palne bez fluorowców).

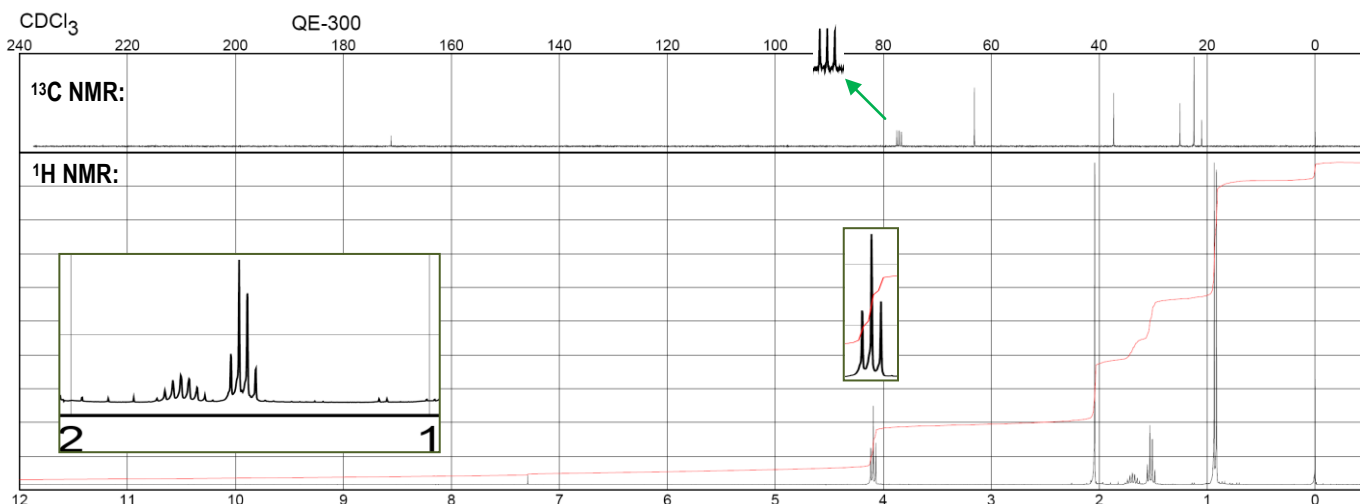
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ **octanu izoamylu**:

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

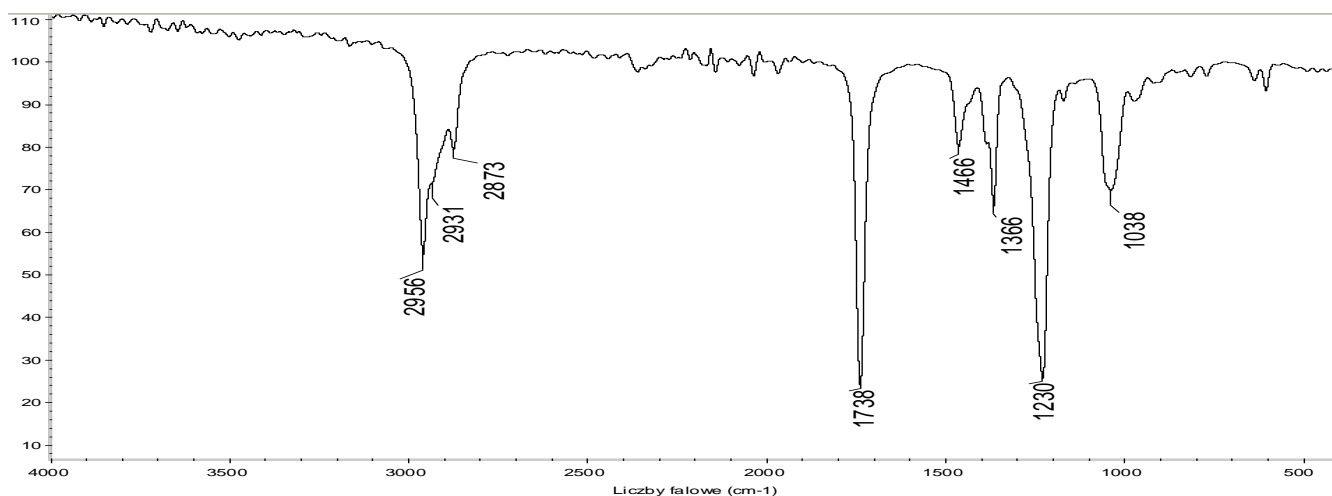


b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce octanu izoamylu.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce octanu izoamylu. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 77 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.



d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce octanu izoamylu.



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>).