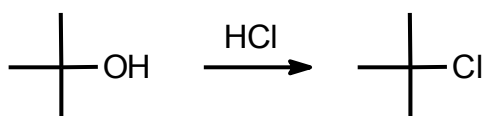


CHLOREK *tert*-BUTYLU (2-CHLORO-2-METYLOPROPAN)**Odczynniki:**

2-metylopropan-2-ol (alkohol <i>tert</i>-butylowy)	16 cm ³ (12,0 g, 0,16 mola)
kwas chlorowodorowy stęż.	50 cm ³ (0,6 mola)
wodorowęglan sodu	ok. 10 cm ³ roztworu 5 %
chlorek wapnia bezw. lub siarczan(VI)magnezu bezw.	

UWAGA: Praca z substancjami żrącymi - stężony kwas. Praca w rękawicach ochronnych.

W szczelnym rozdzielaczu o poj. 100 cm³ umieszcza się alkohol *tert*-butylowy i 40 cm³ uprzednio ochłodzonego stężonego kwasu chlorowodorowego (**UWAGA!**¹).² Zawartość rozdzielacza wstrząsa się energicznie przez ok. 2 - 3 minuty i pozostawia na kilka minut. Czynność tę powtarza się kilkakrotnie w ciągu ok. 20 min. Po każdym wytrząśnięciu należy na chwilę otworzyć kurek rozdzielacza. Następnie oddziela się dolną warstwę, do rozdzielacza dodaje się kolejną porcję ok. 10 cm³ ochłodzonego stęż. kwasu chlorowodorowego, kilkakrotnie wstrząsa i pozostawia do rozwarstwienia.³ Warstwę dolną oddziela się, a górną przemywa się kolejno 10 cm³ wody, 10 cm³ 5 % roztworu wodorowęglanu sodu (**UWAGA!**⁴) i ponownie 10 cm³ wody. Po osuszeniu warstwy organicznej nad bezw. chlorkiem wapnia (lub bezw. siarczanem(VI) magnezu),⁵ surowy produkt przesącza się do kolbki o poj. ok. 25 cm³ i destyluje w małym zestawie do destylacji frakcjonowanej, zbierając frakcję wrzącą w temp. 49 - 51 °C.⁶ UWAGA: pomiar współczynnika załamania światła jest utrudniony ze względu na wysoką lotność produktu. (lit.: n_D²⁰ = 1,3819, d = 0,835 g/cm³).

¹ Początkowo zawartość rozdzielacza należy mieszać i ostrożnie potrząsać **nie zamykając otworu rozdzielacza korkiem**, gdyż pary chlorku *tert*-butylu, tworzącego się w łagodnie egzotermicznej reakcji powodowałyby znaczny wzrost ciśnienia w zamkniętym naczyniu. Po zamknięciu rozdzielacza, jego zawartość trzeba wstrząsnąć mocno trzymając korek całą dłonią 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 wytrysnięcia zawartości rozdzielacza.

² Do rozdzielacza można również dodać 5 g bezw. chlorku wapnia, co ułatwia m. in. rozdział faz i polepsza nieco całkowitą wydajność reakcji.

³ Zużyte roztwory kwasu chlorowodorowego rozcieńcza się równą objętością wody i umieszcza w pojemniku **W-K** (wodne roztwory rozcieńczonych kwasów nieorganicznych). Pozostałe roztwory wodne można wylać do zlewu.

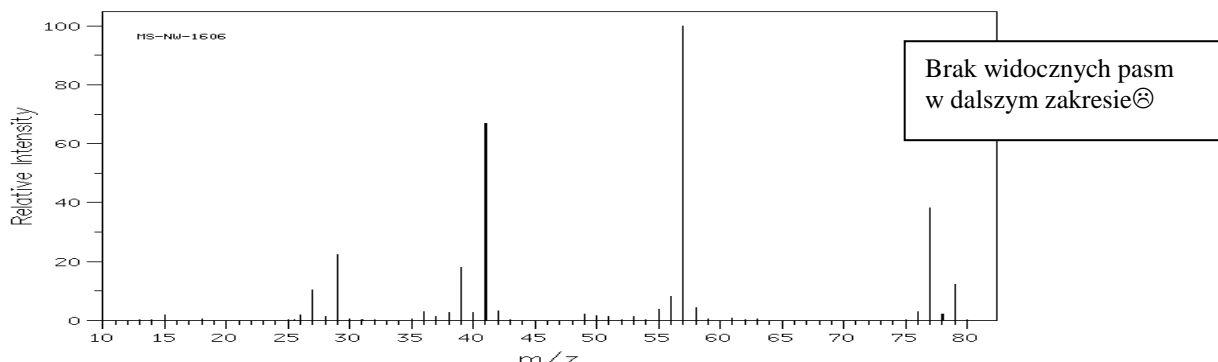
⁴ Po dodaniu roztworu wodorowęglanu sodu do warstwy zawierającej resztki kwasu, zawartość rozdzielacza należy mieszać i ostrożnie potrząsać **nie zamykając otworu rozdzielacza korkiem**, gdyż wydziela się obficie dwutlenek węgla! Dopiero gdy przestaną tworzyć się pęcherzyki gazu, można zamknąć rozdzielacz i postępować zgodnie z opisem podanym w przypisie¹.

⁵ Po odsączeniu, środek suszący przemywa się dwukrotnie niewielkimi ilościami acetonu techn. (ok. 10 cm³), rozpuszcza w wodzie i roztwór wylewa do zlewu. Aceton użyty do przemywania umieszcza się w pojemniku **A** (zlewki acetonu).

⁶ Podczas destylacji odbieralnik powinien być umieszczony w łaźni lodowej, aby zmniejszyć straty lotnego produktu. Przedgon oraz pozostałość po destylacji umieszcza się w pojemniku **F** (ciekłe, palne, zawierające fluorowce).

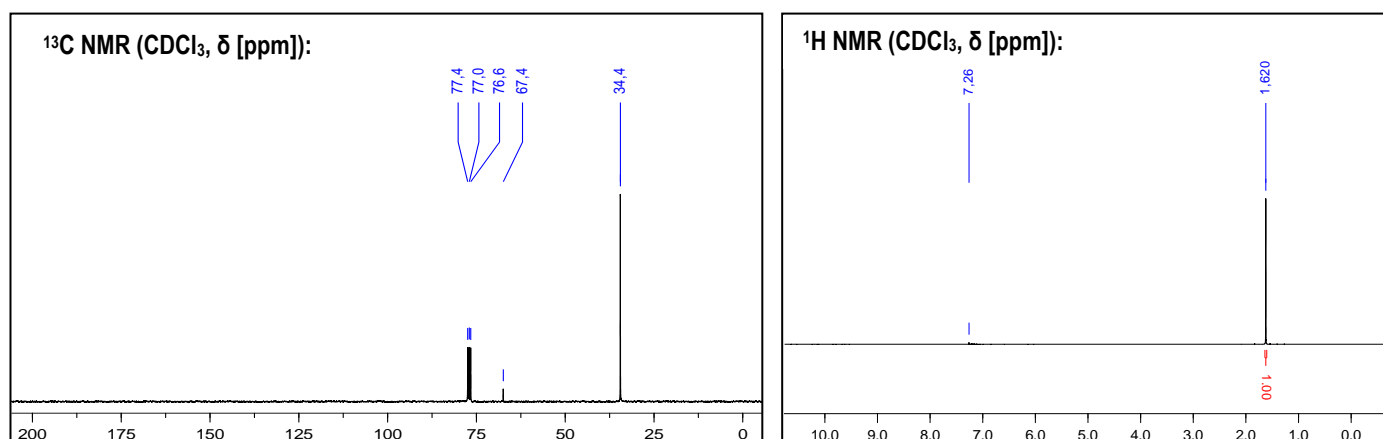
Zinterpretuj podane poniżej widma **2-chloro-2-metylopropanu**¹:

a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równanie przynajmniej dwóch z dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne. Wyjaśnij, pochodzenie i względną intensywność pików przy $m/z = 77$ i 79 .

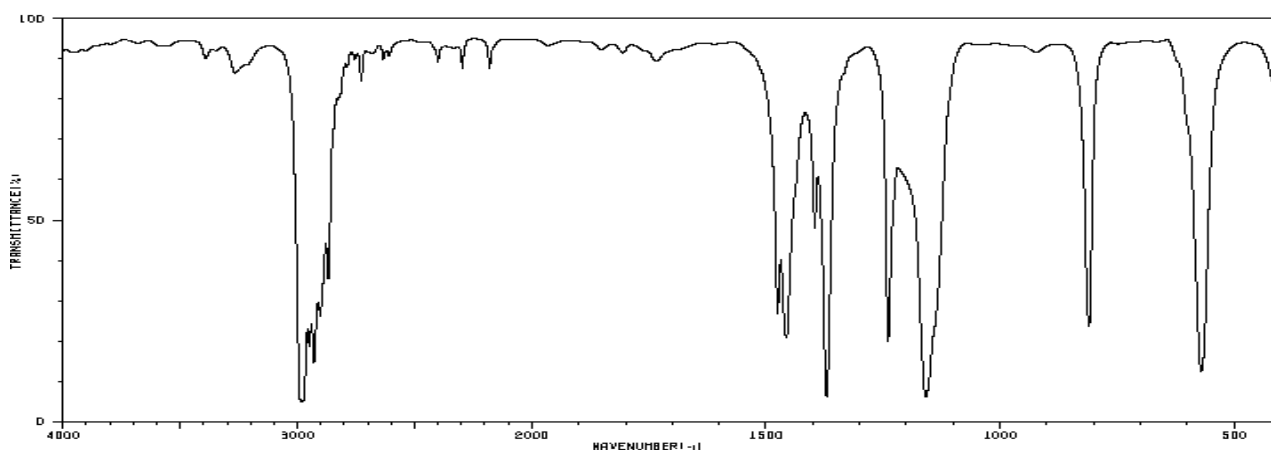


b) Określ położenie sygnałów widocznych na widmie ¹³C oraz ¹H NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla i wodoru w cząsteczce chlorku *tert*-butylu.

Od czego pochodzi sygnał przy 7,26 ppm na widmie ¹H NMR? Od czego pochodzi sygnał przy ok. 77 ppm na widmie ¹³C NMR? Wyjaśnij jego multipletowość.



c) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce chlorku *tert*-butylu.



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