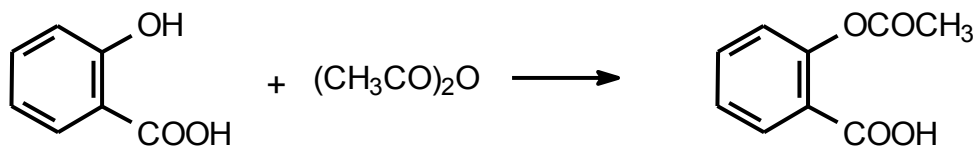


KWAS ACETYLOSALICYLOWY**Odczynniki:**

kwas salicylowy	1,34 g (10 mmola)
bezwodnik octowy	2,40 cm ³ (2,60 g, 25 mmola)
kwas siarkowy(VI) 98 %	3 krople
etanol rozcz.	do krystalizacji

UWAGA: Praca wyłącznie pod wyciągiem, w rękawicach ochronnych.

Do małej, suchej kolbki okrągłodennej zaopatrzonej w rurkę z chlorkiem wapnia wprowadza się kwas salicylowy, bezwodnik octowy i stężony kwas siarkowy(VI). Zawartość kolby ogrzewa się w łaźni olejowej na mieszadle magnetycznym w temperaturze 60 °C, ciągle mieszając. Wkrótce po rozpuszczeniu kwasu salicylowego, zaczynają się wytrącać kryształy produktu. Reakcja zachodzi szybko, czasem trwa jedynie około 3 minut; nie należy przedłużać ogrzewania powyżej 20 minut. Wtedy zawartość kolby pozostawia się do ostygnięcia, a po ochłodzeniu dodaje się 40 cm³ wody, dobrze miesza i odsąca wydzielony produkt na małym lejku Hirscha.¹ Kwas acetylosalicylowy krystalizuje się z mieszaniny etanolu i wody (ok. 3 cm³ etanolu i 10 cm³ wody na gram surowego produktu).² Po krystalizacji otrzymuje się czysty związek o tt. 135 C. Czystość produktu należy zweryfikować w oparciu o zarejestrowane widmo IR.

ZADANIE DODATKOWE:

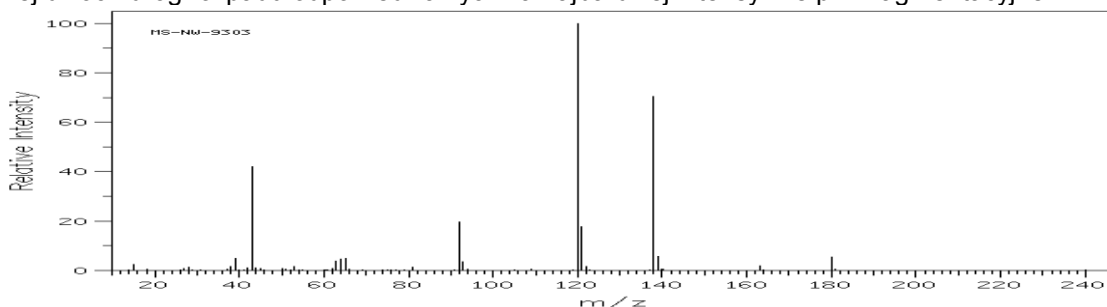
Zaproponuj prosty test laboratoryjny, który pozwoli określić, czy otrzymany produkt zawiera kwas salicylowy. Po konsultacji z prowadzącym wykonaj go i skonfrontuj wyniki z wnioskami wyciągniętymi na podstawie analizy widm IR.

¹ Przesącz umieszcza się w pojemniku **W-K**.

² Podczas krystalizacji roztworu nie należy doprowadzać do wrzenia, a czas ogrzewania powinien być możliwie krótki (*dlaczego?*). Przesącz wylewa się do zlewu pod dygestorium.

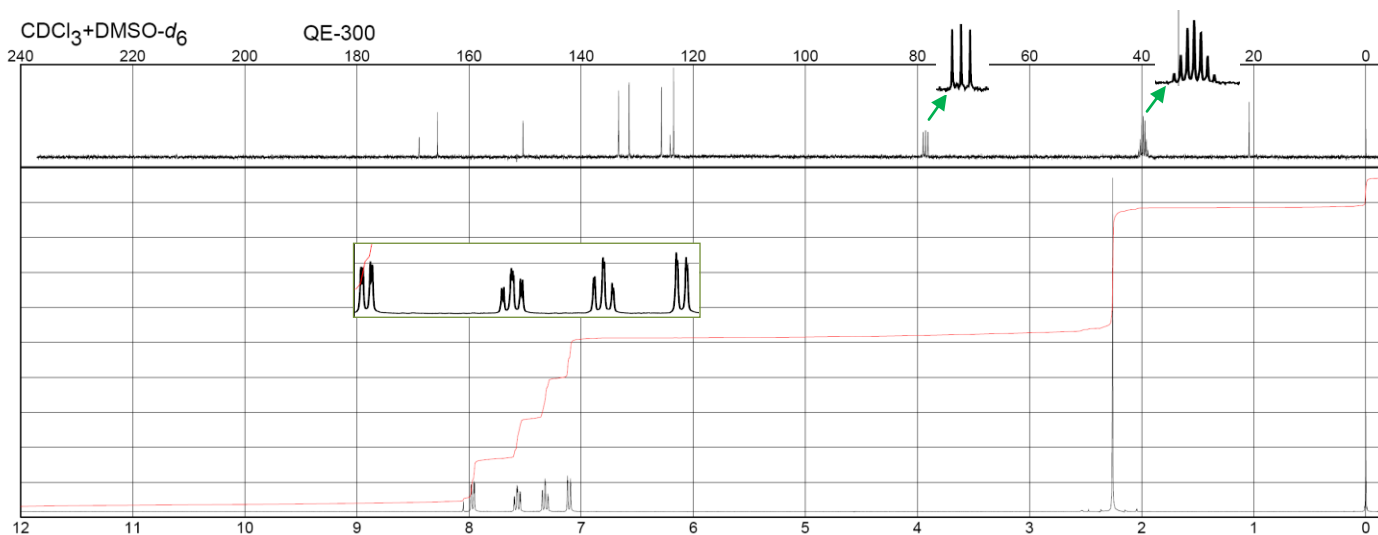
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ kwasu acetylosalicylowego:

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.

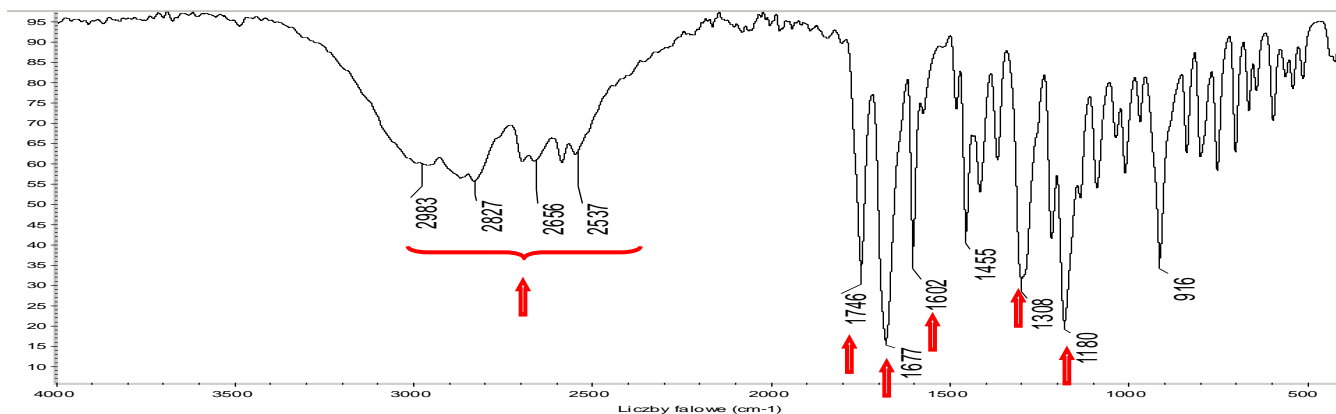


b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce kwasu acetylosalicylowego. Porównaj odczytane z widma położenie sygnałów protonów przy pierścieniu aromatycznym z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz precyzyjnie każdy z nich poszczególnym atomom w cząsteczce kwasu acetylosalicylowego. Porównaj odczytane z widma położenie sygnałów atomów węgla pierścienia aromatycznego z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych!). Od czego pochodzą sygnały przy ok. 40 i 78 ppm? Wyjaśnij ich multipletowość.



d) W widmie IR przypisz charakterystyczne pasma poszczególnym wiązaniom w cząsteczce. Dla ułatwienia niektóre z tych pasm wskazano na widmie czerwonymi strzałkami.



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>).