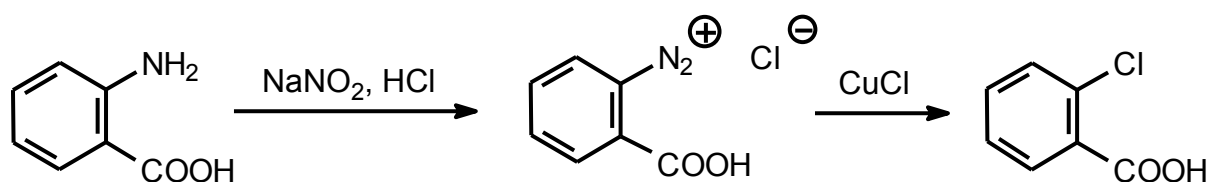


KWAS 2-CHLOROBENZOESOWY**Odczynniki:**

kwas antranilowy	7,0 g (0,05 m)	siarczan(VI) miedzi(II) uwodn.	17,5 g (0,07 m)
azotan(III) sodu	3,5 g (0,05 m)	chlorek sodu	4,6 g (0,08 m)
kwas chlorowodorowy stęż.	40,0 cm ³	disiarczan(IV) sodu	4,2 g (0,02 m)
		(pirosiarczyn sodu, Na₂S₂O₅)	

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem. Obowiązują rękawice ochronne!

Kwas antranilowy rozpuszcza się w roztworze przygotowanym z 10 cm³ stężonego kwasu solnego i 50 cm³ wody. Roztwór chłodzi się do temp. ok. 5 °C i diazuje, wkraplając zimny roztwór azotanu(III) sodu w 13 cm³ wody. Tymczasem przygotowuje się katalizator, rozpuszczając na ciepło w kolbie kulistej o poj. 250 cm³ uwodniony siarczan(VI) miedzi(II) i chlorek sodu w 65 cm³ wody. Następnie do gorącego roztworu soli miedzi(II) dodaje się w ciągu ok. 5 min. roztwór disiarczanu(IV) sodu w 45 cm³ wody, przez cały czas wstrząsając naczyniem. Mieszaninę chłodzi się do temp. pokojowej i dekantuje ciecz¹ znad bezbarwnego osadu chlorku miedzi(I). Osad przemywa się dwukrotnie przez dekantację wodą¹ i rozpuszcza się go w 30 cm³ stęż. kwasu solnego (roztwór ten powinien być zużyty w ciągu 24 godz. od momentu przygotowania, ponieważ przy dłuższym staniu ulega utlenieniu). Roztwór, który nie może być natychmiast użyty, należy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu.

Roztwór chlorku miedzi(I) przenosi się do dużej zlewki (ok. 600 cm³), oziębia w lodzie, a następnie dodaje się powoli, mieszając, roztwór soli diazoniowej. Reakcja przebiega gwałtownie z pienieniem się. Mieszaninę pozostawia się na 2 - 3 godz., często wstrząsając. Wytrącony kwas 2-chlorobenzoesowy sączy się i przemywa małą ilością zimnej wody.² Surowy produkt krystalizuje się z wody, zawierającej nieco etanolu z dodatkiem węgla aktywnego.³ Tt. 138 - 139 °C.

¹ Jeżeli roztwór jest bezbarwny, można zlać go do zlewu pod wyciągiem i spłukać obficie wodą. W przeciwnym razie umieszcza się go w pojemniku **W-M** (wodne roztwory soli wybranych metali).

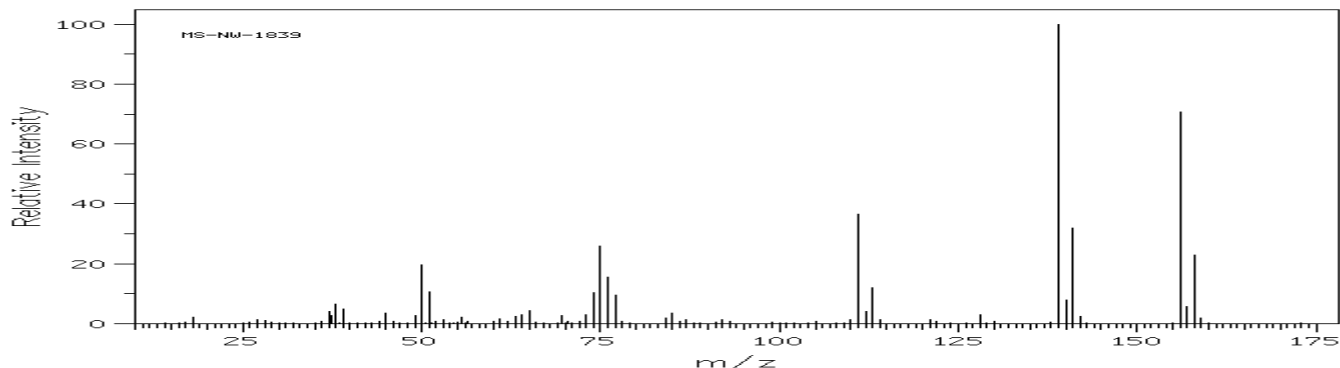
² Przesącz wylewa się do pojemnika **W-M** (wodne roztwory soli metali przejściowych).

³ Przesącz po krystalizacji, z którego po odparowaniu alkoholu i oziębieniu nie wypada żaden osad, można wylać do zlewu.

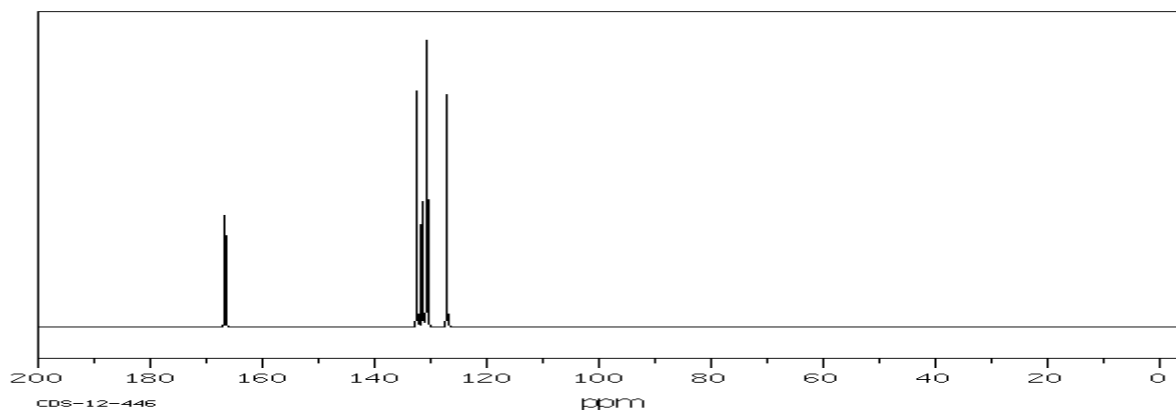
Zinterpretuj podane poniżej widma **kwasu 2-chlorobenzoesowego**¹:

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

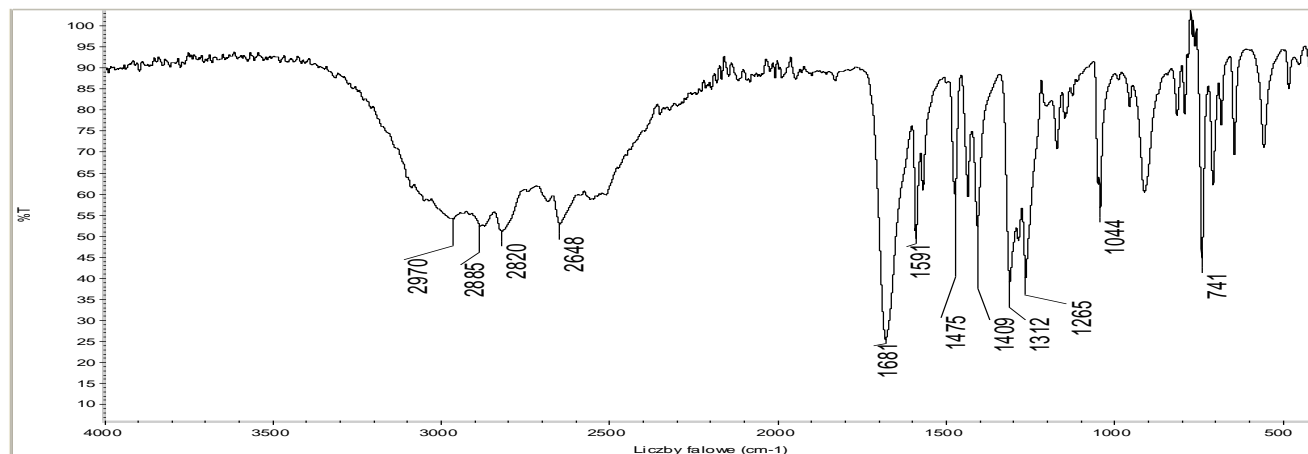
Wyjaśnij, skąd pochodzenie i względną intensywność pików przy $m/z = 156$ i 158 .



b) Określ położenie sygnałów widocznych na widmie ^{13}C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce kwasu 2-chlorobenzoesowego. Porównaj położenia sygnałów atomów pierścienia aromatycznego odczytane z widma NMR z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).



c) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce kwasu 2-chlorobenzoesowego.



¹ Widma MS i ^{13}C NMR zaczerpnięto ze *Spectral Database for Organic Compounds* (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, SDBSWeb : <http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/>).