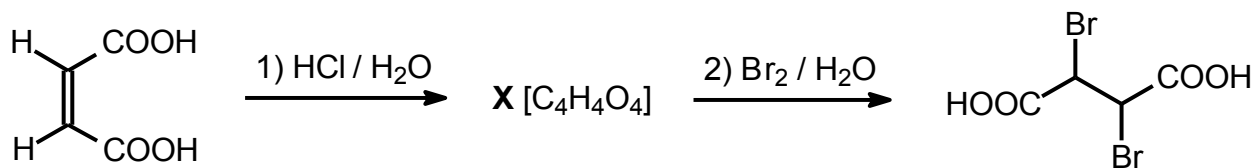


KWAS DIBROMOBURSZTYNOWY**Odczynniki:**[kwas maleinowy](#)

2,5 g (0,022 m)

[kwas chlorowodorowy stęż.](#)5,0 cm³ (0,061 m)[brom](#)1,0 cm³ (3,2 g, 0,020 m; można rozcieńczyć ok. 1 cm³ lodowatego kwasu octowego)***UWAGA 1: Praca z substancjami żrącymi. Obowiązują rękawice ochronne.***

W małej kolbie okrągłodennej (o poj. ok. 20 cm³), zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 2,5 g kwasu maleinowego, 3 cm³ wody i 5 cm³ stężonego kwasu chlorowodorowego. Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do wrzenia przez 30 min (nie należy kolbki zbyt głęboko umieszczać w płaszczu grzejnym, gdyż może to doprowadzić do termicznego rozkładu stałych substancji wydzielających się na powierzchni szkła). Roztwór oziębia się i na małym lejku Hirscha odsąca wydzielony osad pośredniego produktu **X**.¹ Po odcisnięciu i przemyciu niewielką (ok. 3 cm³) ilością wody, całą ilość produktu **X** można użyć bez suszenia do dalszej reakcji.

UWAGA 2: Brom jest silnie żrącym odczynnikiem - ciekły brom wywołuje poważne oparzenia, a jego pary mają niezwykle mocne działanie drażniące drogi oddechowe i oczy! Praca w rękawicach ochronnych, pod ścisłym nadzorem asystenta, wyłącznie pod sprawnym wyciągiem.

W małej kolbce okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 5 cm³ wody i całość otrzymanego produktu **X**. Po ogrzaniu mieszaniny do wrzenia, powoli dodaje się brom z wkraplacza lub innego dozownika umieszczonego u wylotu chłodnicy zwrotnej (ok. 20 min). Mieszaninę ogrzewa się przez kolejne 20 min, a następnie oziębia w łaźni lodowej. Wydzielony osad odsąca się, przemywa zimną wodą,² suszy, mierzy temperaturę topnienia i wykonuje jego analizę TLC (etanol/SiO₂; R_f ok. 0,8). Jeśli temperatura topnienia lub wyniki TLC wskazują na fakt, że produkt jest zanieczyszczony, należy przeprowadzić jego krystalizację z rozcieńczonego (ok. 5%) kwasu chlorowodorowego.

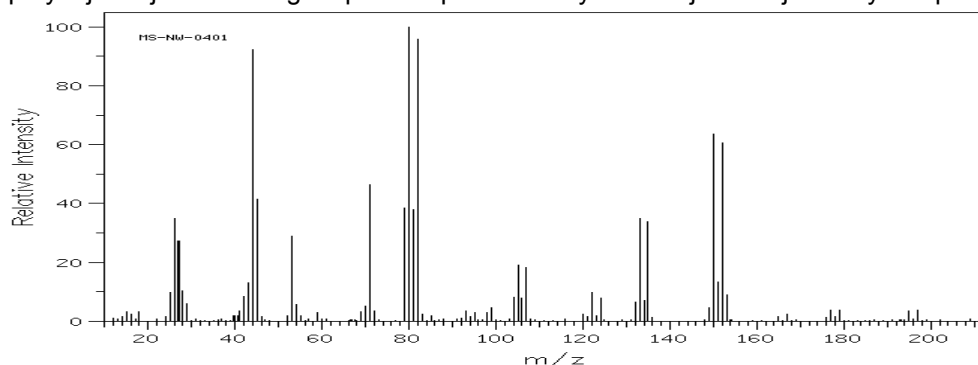
Porównując zmierzoną temperaturę topnienia z danymi literaturowymi (np. z wyciągu z kart charakterystyki) należy określić, który stereoizomer kwasu 2,3-dibromobursztynowego powstaje w tej reakcji, określić strukturę pośredniego produktu **X** i zaproponować mechanizmy obu etapów reakcji.

¹ Przesącze umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory rozcieńczonych kwasów nieorganicznych). Właściwości i zagrożenia stwarzane przez produkt **X** są zbliżone do tych, które cechuje kwas maleinowy i dibromobursztynowy.

² Przesącze wodne, w których widoczne jest pomarańczowe zabarwienie pochodzące od bromu odbarwia się przez dodanie roztworu disiarczuanu(IV) sodu i umieszcza w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad).

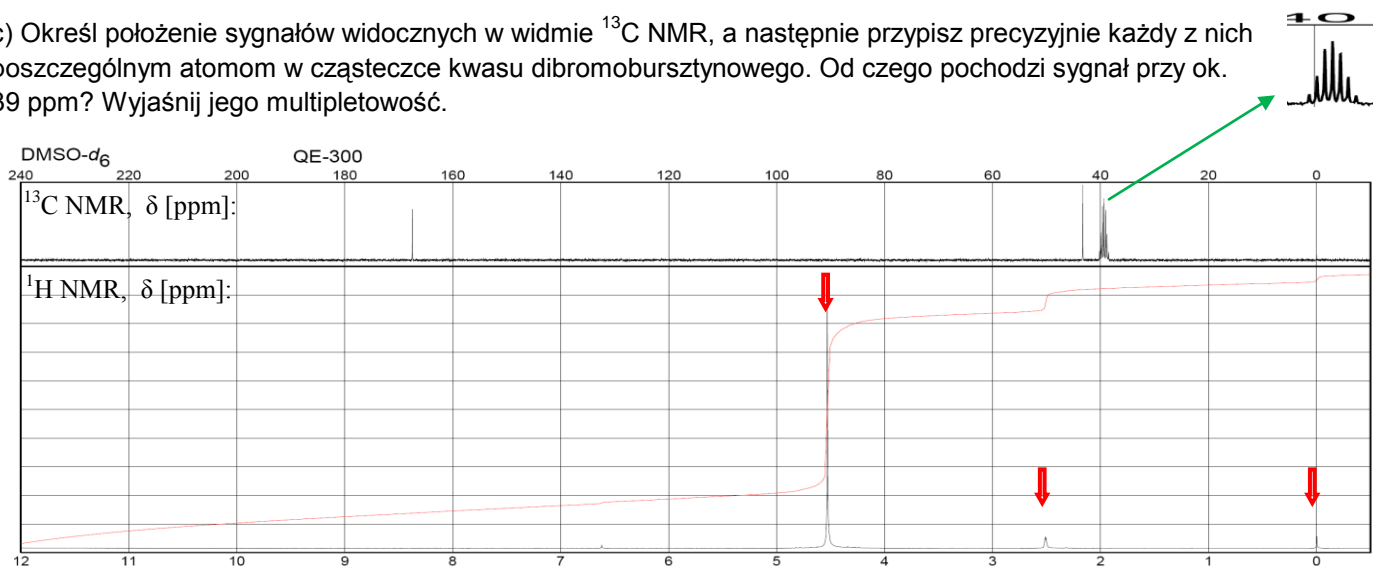
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ syntezowanego kwasu **kwasu 2,3-dibromobursztynowego**:

a) W widmie MS wskaż pik podstawowy i wyjaśnij, dlaczego nie jest widoczny pik molekularny. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



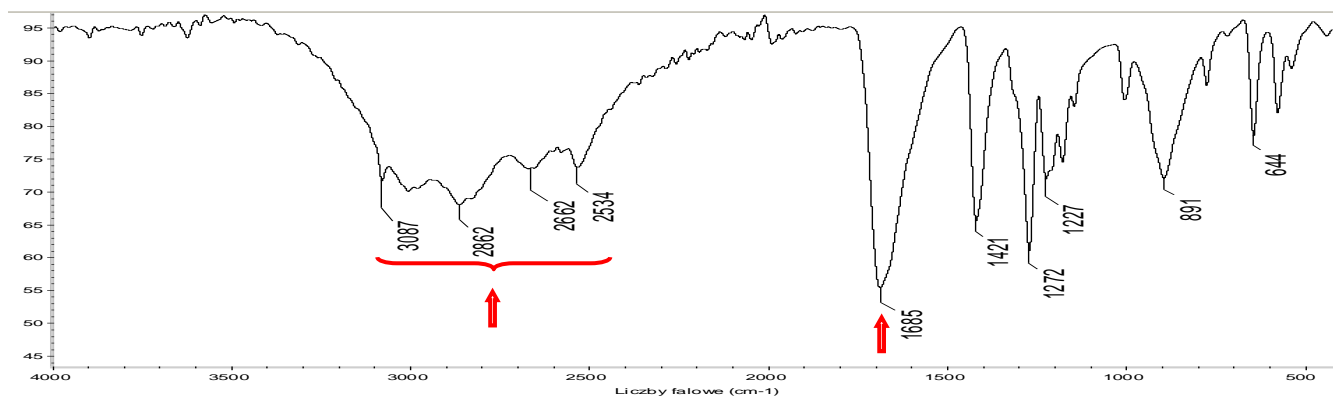
b) Określ precyzyjnie, od czego pochodzą sygnały wskazane na widmie ¹H NMR czerwonymi strzałkami. Czy na widmie tym są widoczne sygnały od protonów grup karboksylowych – uzasadnij odpowiedź.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz precyzyjnie każdy z nich poszczególnym atomom w cząsteczce kwasu dibromobursztynowego. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 39 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.



Czy widma NMR racemicznego kwasu 2,3-dibromobursztynowego i jego formy *mezo* będą różnić się od siebie? Jeśli tak, to na czym mogą polegać ewentualne różnice?

d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce. Dla ułatwienia niektóre z tych pasm wskazano na widmie czerwonymi strzałkami. Które z niezaznaczonych pasm można przypisać drganiom rozciągającym C(sp³)-C(sp³) ?



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>).