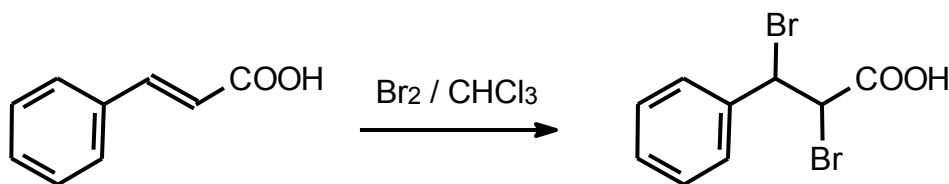


KWAS 2,3-DIBROMO-3-FENYLOPROPANOWY**Odczynniki:**

kwas cynamonowy	1,5 g (0,010 m)
brom	0,60 cm ³ (1,76 g, 0,011 m) - roztwór w 3 cm ³ chloroformu
chloroform	15 cm ³

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

W dwuszyjnej kolbie okrągłodennej o poj. 50 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i w mały wkraplacz na szlifie¹, umieszczonej na mieszadle magnetycznym w łaźni wodnej² o temperaturze 45°C, rozpuszcza się 1,5 g kwasu cynamonowego w 10 cm³ chloroformu. Do klarownego roztworu (lub drobnej zawiesiny) dodaje się z wkraplacza w trzech porcjach roztwór 0,6 cm³ bromu w 3 cm³ chloroformu. W trakcie dodawania bromu zawartość naczynia musi być energicznie mieszana! Po dodaniu bromu usuwa się łaźnię wodną, zawartość kolby miesza się przez kilkanaście minut w temperaturze pokojowej, a następnie kolbę umieszcza się w łaźni lodowej na 30 min. Gdy produkt wykrystalizuje³, odsącza się kryształy na małym lejku Hirscha, przemywa 2 cm³ zimnego chloroformu⁴ i mierzy ich temperaturę topnienia. Związek nie wymaga oczyszczenia na drodze krystalizacji.

W oparciu o temperaturę topnienia należy ustalić, którą z diastereoizomerycznych form kwasu 2,3-dibromo-3-fenylopropanowego otrzymano w tym ćwiczeniu: *erythro* (lit. tt. 202 - 204 °C), czy *treo* (lit. tt. 94 - 95 °C) i zaproponować dokładny mechanizm tej reakcji, uwzględniając fakt, że substratem tej reakcji jest kwas cynamonowy o konfiguracji *E*.

Dla otrzymanej próbki należy zarejestrować widmo IR i wskazać, na jakiej podstawie można wnioskować, że doszło (lub nie) do całkowitej konwersji kwasu cynamonowego w kwas 2,3-dibromo-3-fenylopropanowy.

¹ Zamiast kolby dwuszyjnej można użyć kolbkę gruszkowatą (tzw. florentynkę) o poj. 25 cm³, która połączona jest metalową spinką z krótką chłodnicą zwrotną; roztwór bromu jest wówczas wprowadzony z małego wkraplacza bez szlifu, którego nóżka wprowadzona jest przez górny otwór chłodnicy.

² Jako łaźnię wodną można wykorzystać np. krystalizator o poj. 150/300 cm³ napełniony do połowy wodą, w której zanurzona jest sonda temperaturowa termometru sprzężonego z mieszadłem magnetycznym.

³ Jeśli roztwór jest nadal silnie zabarwiony (barwa brunatna lub pomarańczowa), należy zastanowić się nad metodą neutralizacji pozostałości bromu i skonsultować się z prowadzącym ćwiczenie.

⁴ Przesącz umieszcza się w pojemniku na odpady **F** (ciekłe, palne, zawierające fluorowce).

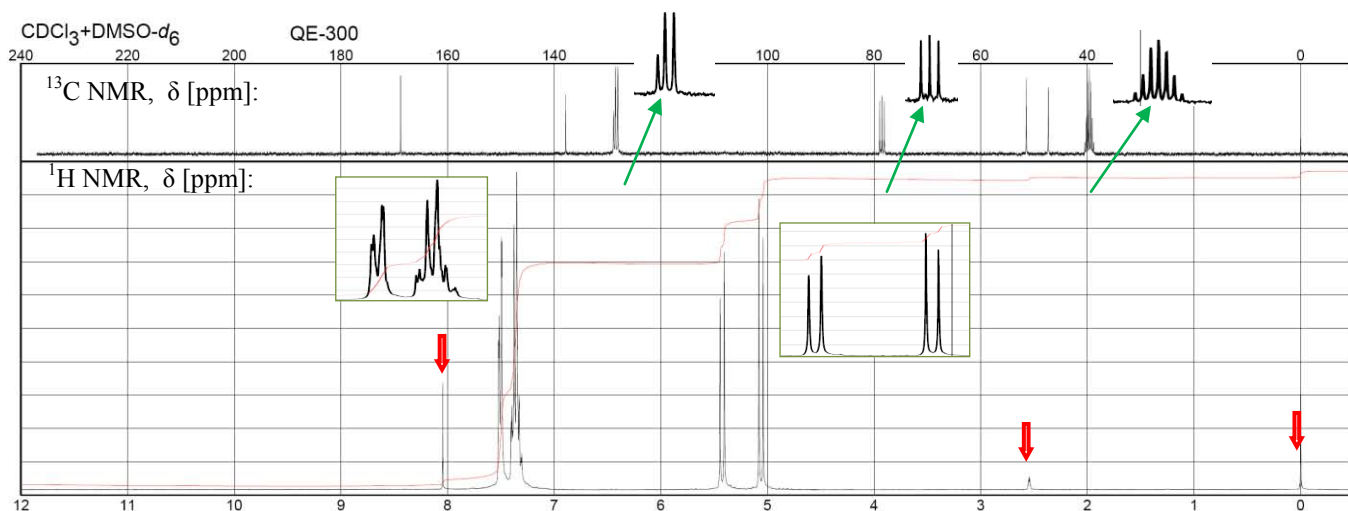
INTERPRETACJA WIDM (dla wybranych przez prowadzącego ćwiczeń):

Zinterpretuj podane poniżej widma¹ kwasu 2,3-dibromo-3-fenylopropanowego:

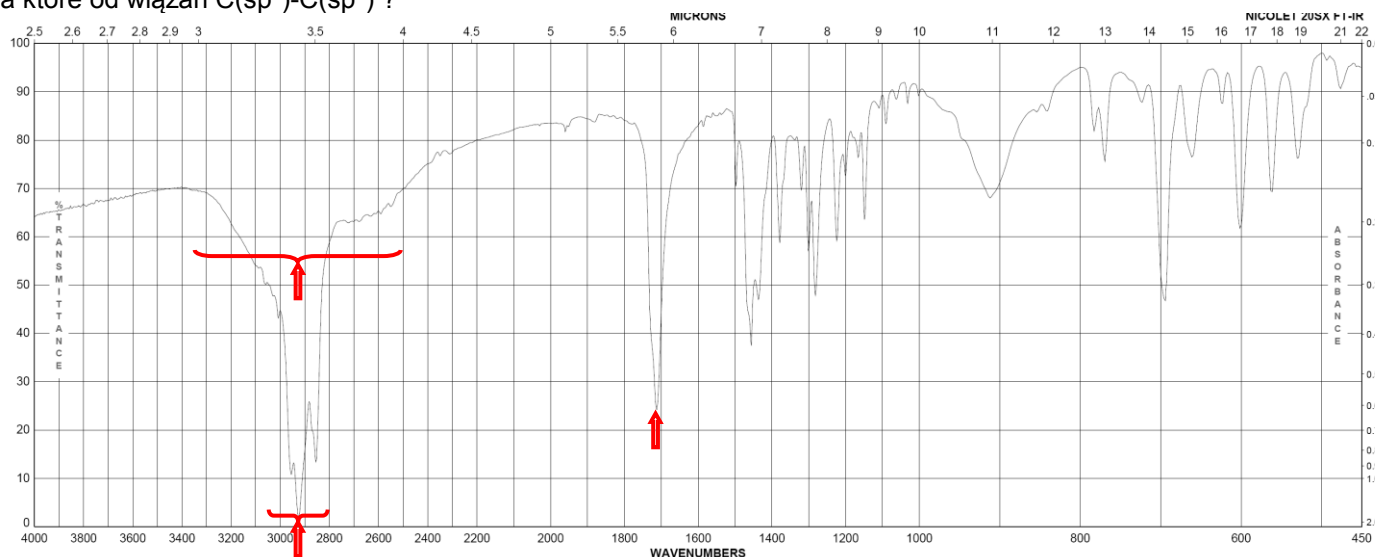
a) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce 4-bromoacetanilidu. Porównaj odczytane z widma położenie sygnałów protonów alifatycznych z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).

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.

b) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz precyzyjnie każdy z nich poszczególnym atomom w cząsteczce kwasu dibromocynamonowego. Od czego pochodzą sygnały przy ok. 40 i 78 ppm? Wyjaśnij ich multipletowość.



c) W widmie IR przypisz charakterystyczne pasma poszczególnym wiązaniom w cząsteczce. Dla ułatwienia niektóre z tych pasm wskazano na widmie czerwonymi strzałkami. Które pasma (niezaznaczone) pochodzą od wiązań C-Br, a które od wiązań C(sp³)-C(sp³) ?



¹ Widma zaczerpnięto ze *Spectral Database for Organic Compounds* (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, SDBSWeb : <http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/>) oraz z bazy widm Sigma-Aldrich® (<http://www.sigmaaldrich.com>).