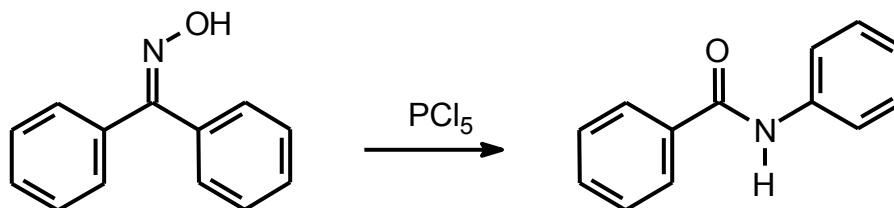


VII.2

BENZANILID

WARIANT I:

Odczynniki:

<u>oksym benzofenonu</u>	4,0 g (0,020 m)	<u>eter dietylowy</u>	40 cm ³
<u>chlorek fosforu(V)</u>	6,0 g (0,029 m)	<u>etanol</u>	

UWAGA: Eter dietylowy jest łatwopalny. Chlorek fosforu(V) gwałtownie reaguje z wodą - rozkłada się nawet pod wpływem wilgoci zawartej w powietrzu wydzielając znaczne ilości chlorowodoru. Obowiązuje praca pod wyciągiem w pokoju do pracy z materiałami łatwopalnymi i stosowanie rękawic ochronnych!

W kolbie na 100 cm³ rozpuszcza się suchy oksym benzofenonu w eterze dietylowym. Do roztworu dodaje się przez lejek w 2 - 3 porcjach chlorek fosforu(V) i kolbę łączy się szybko z chłodnicą destylacyjną. Alternatywnie, jeśli dostępny jest lejek z długą i szeroką nóżką, można zmontować zestaw do destylacji z kolbą zawierającą roztwór benzofenonu, a chlorek fosforu dodawać porcjami przez lejek umieszczony w szlifie termometrycznym zestawu w taki sposób, aby jego nóżka wchodziła do szyjki kolby. Rozpuszczalnik i inne lotne produkty oddestylowuje się z łaźni wodnej,¹ następnie do pozostałości dodaje się 50 cm³ wody i ogrzewa do wrzenia przez kilka minut, rozcierając utworzone grudki. Następnie ciecz dekantuje się,² a produkt krystalizuje się w tym samym naczyniu z etanolu.³ Otrzymuje się benzanilid w postaci bezbarwnych płytek o tt. 161 – 163 °C.

WARIANT II: Można podjąć próbę zastąpienia eteru dietylowego chlorkiem metylenu. Sposób postępowania nie zmienia się, a jedynie:

- podczas destylacji kolbę reakcyjną można **delikatnie ogrzewać nad** płaszczem grzejnym;
- odpady destylacyjne umieszcza się w pojemniku **F** (ciekłe, palne zawierające fluorowce).

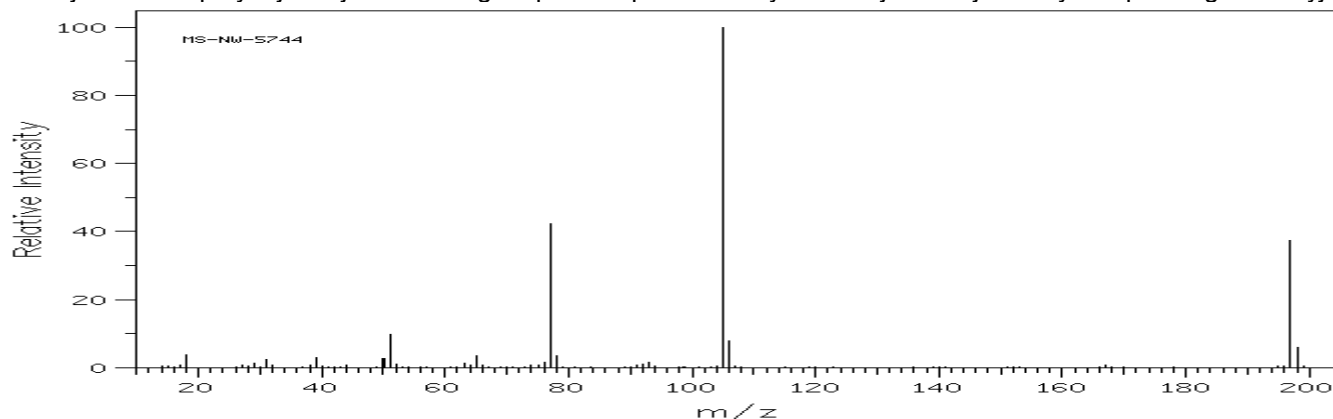
¹ Destylat umieszcza się w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców).

² Roztwór z nad osad zlewa się do pojemnika **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

³ Przesącz po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **E** (roztwory etanolowe).

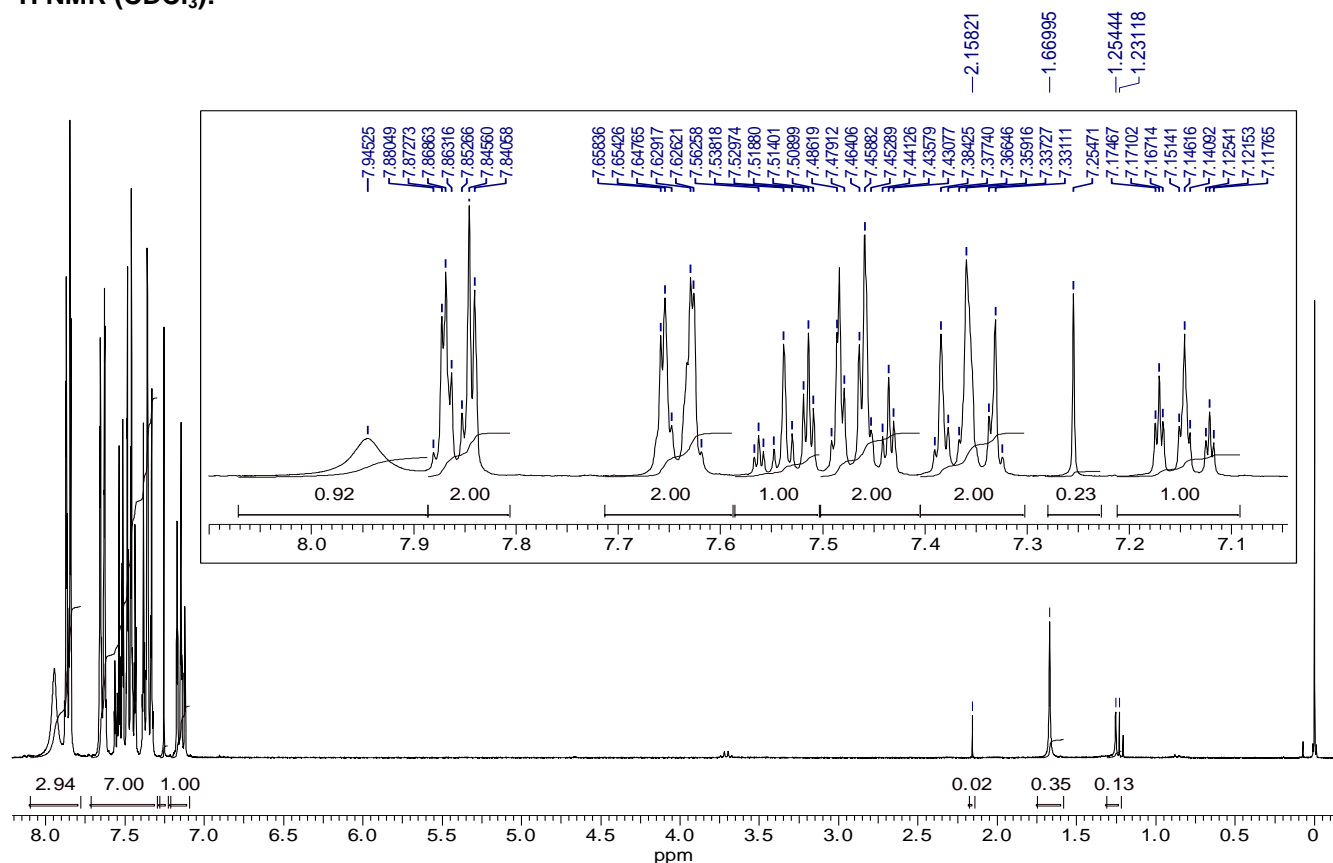
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ **benzanilidu**:

a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, 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 benzanilidu. Od czego mogą pochodzić sygnały w zakresie 1,0 – 2,2 ppm? A sygnał przy 7,26 ppm?

¹H NMR (CDCl₃):

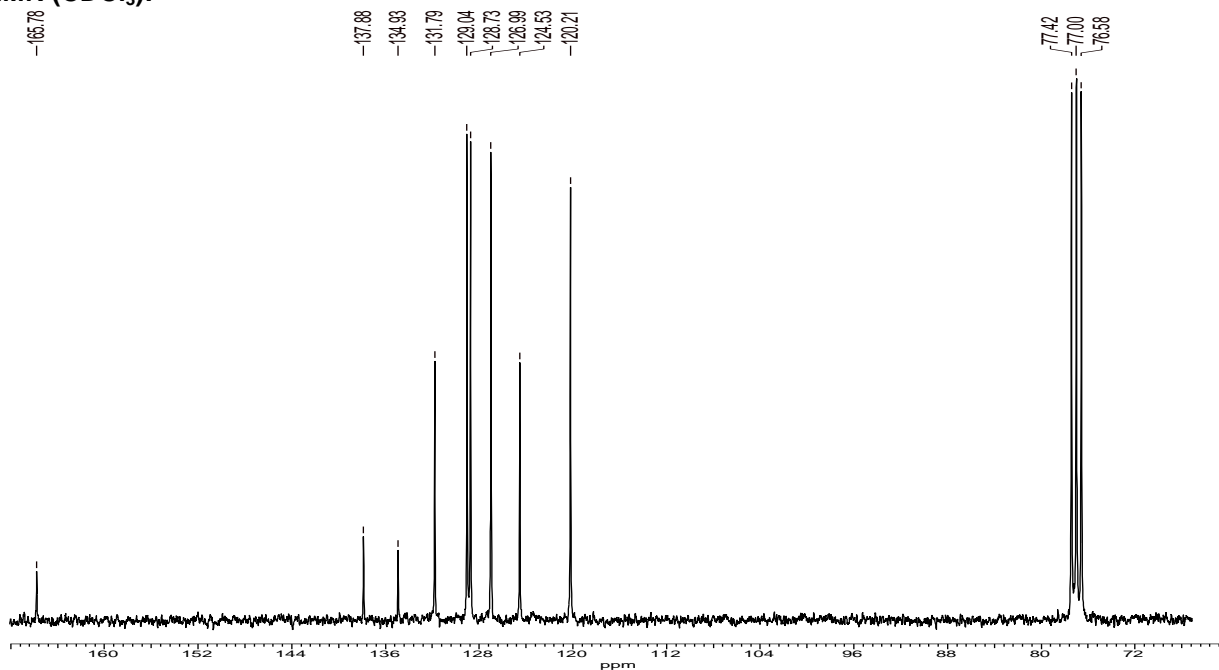


c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce benzanilidu. Od czego pochodzi sygnał przy ok. 77 ppm? Wyjaśnij jego multipletowość.

Porównaj położenia sygnałów atomów pierścienia aromatycznego odczytane z obu widm NMR z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś).

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

¹³C NMR (CDCl₃):



e) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce benzamidu.
IR (KBr):

