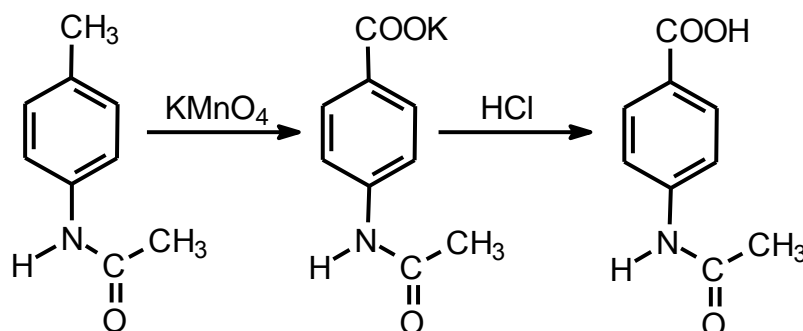


KWAS 4-ACETYLOAMINOBENZOESOWY**Odczynniki:**

<a href="#">4-metyloacetanilid</a>	3,0 g (0,020 mola)
<a href="#">manganian(VII) potasu</a>	9,5 g (0,060 mola)
<a href="#">kwas chlorowodorowy stęż.</a>	5,0 $\text{cm}^3$

***UWAGA: Praca ze stężonym kwasem. Obowiązują rękawice ochronne!***

Do kolby okrągłodennej o poj. 100  $\text{cm}^3$  z szerokim szlifem, umieszczonej w łaźni olejowej na mieszadle magnetycznym, poprzez plastikowy lejek do osadów wprowadza się 4-metyloacetanilid i 25  $\text{cm}^3$  wody. Zawiesinę miesza się intensywnie, ogrzewa do temperatury 70  $^\circ\text{C}$ , kontrolując temperaturę termometrem kontaktowym zanurzonym w łaźni olejowej. Następnie wprowadza się **małymi porcjami (!) sproszkowany (!)** manganian(VII) potasu przez 2 - 3 godz. Po zakończeniu utleniania, pozostawia się mieszaninę reakcyjną do następnej pracowni. Odstany roztwór sączy się, a pozostały w kolbie osad tlenku manganu(IV) przemywa się 10  $\text{cm}^3$  gorącej wody i sączy. Osad na lejku Büchnera przemywa się dwukrotnie 10  $\text{cm}^3$  gorącej wody.<sup>1</sup> Połączone przesącze<sup>2</sup> zagęszcza się do 1/4 objętości (np. w parownicy umieszczonej na łaźni wodnej).<sup>3</sup> Kwas 4-acetyloaminobenzoowy wytrąca się przez dodanie ok. 5  $\text{cm}^3$  stęż. kwasu chlorowodorowego, aż do wystąpienia odczynu silnie kwaśnego (wobec papierka Kongo lub uniwersalnego papierka wskaźnikowego). Wytrącony produkt odsącza się, przemywa wodą<sup>4</sup> i suszy. Otrzymuje się związek o tt. 259 - 261  $^\circ\text{C}$  (z rozkładem).

**ZADANIE DODATKOWE:** W przesączu pozostałym po odsączeniu produktu może znajdować się pewna ilość kwasu *p*-aminobenzoowego (skąd?). Zaproponuj prosty test laboratoryjny, który pozwoli na jego wykrycie. Po konsultacji z prowadzącym, wykonaj go i wyciągnij wnioski.

<sup>1</sup> Osad umieszcza się w pojemniku **N** (stałe, niepalne).

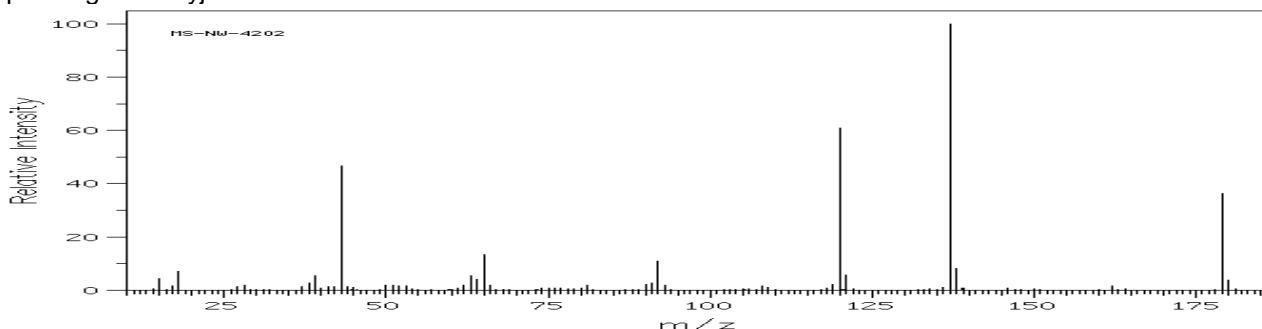
<sup>2</sup> Jeżeli przesącze mają charakterystyczne, fioletowe zabarwienie, należy skonsultować się z prowadzącym, ustalając metodę redukcji jonów manganianowych(VII). Próba zakwaszenia takiego roztworu kwasem solnym doprowadziłaby do wytworzenia toksycznego gazowego chloru!

<sup>3</sup> Jeżeli w roztworze widoczny jest jakikolwiek osad, należy go ponownie przesączyć.

<sup>4</sup> Połączone przesącze umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory rozcieńczonych kwasów nieorganicznych).

Zinterpretuj podane poniżej widma<sup>1</sup> **kwasu 4-(acetyloamino)benzoesowego**:

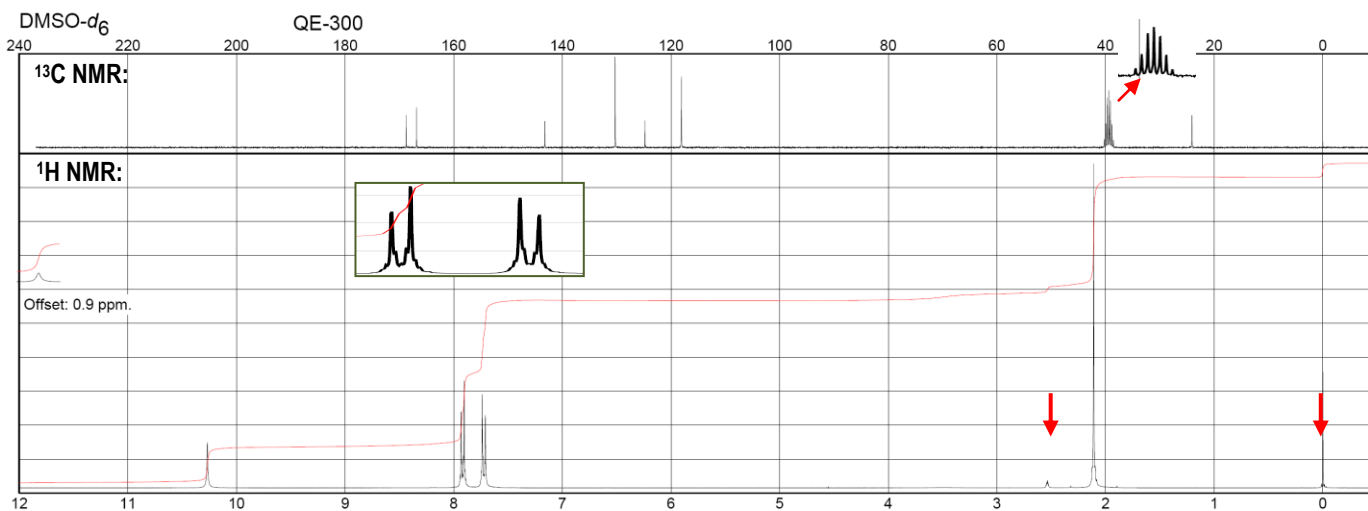
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



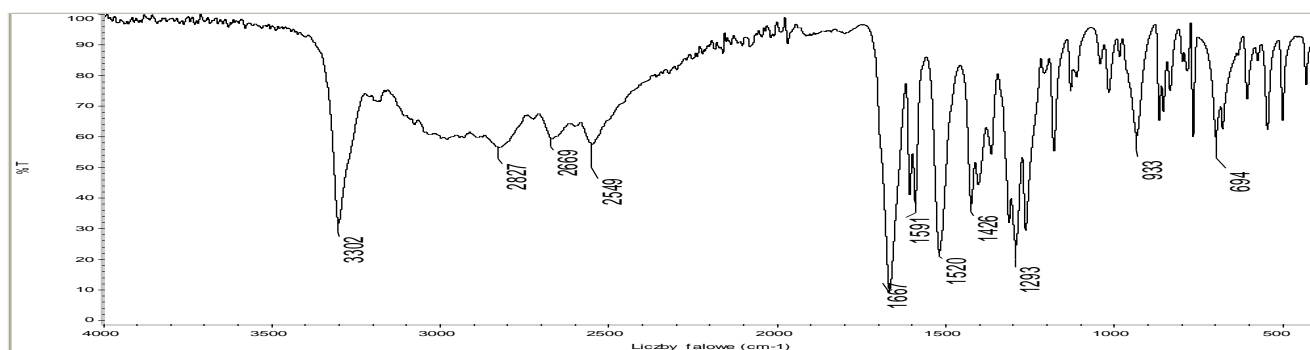
b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie <sup>1</sup>H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce analizowanego kwasu.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie <sup>13</sup>C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce kwasu 4-(acetyloamino)benzoesowego.

Porównaj położenia sygnałów atomów pierścienia aromatycznego odczytane z obu widm NMR z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych!). Od czego pochodzą sygnały zaznaczone na widmach czerwonymi strzałkami? Wyjaśnij multipletowość sygnału przy 40 ppm w <sup>13</sup>C NMR.



d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR(ATR) drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce kwasu 4-(acetyloamino)benzoesowego.



<sup>1</sup> 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>).