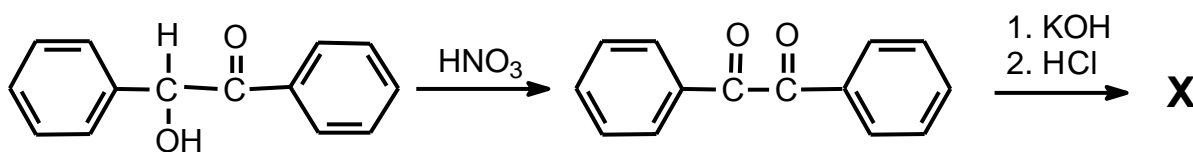


DIBENZOIL i jego przegrupowanie w zasadowym środowisku**Odczynniki:**

benzoina	2,5 g (0,012 m)
kwas azotowy(V) stęż. (d=1,41 g/cm ³)	13,0 cm ³
wodorotlenek potasu	4,0 g (0,089 m)
etanol	6,0 cm ³ (+ do ewentualnej krystalizacji benzoilu)
kwas chlorowodorowy stęż.	

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i żującym wodorotlenkiem. Obowiązują rękawice ochronne! Tlenki azotu są silnie toksyczne - praca tylko pod wyciągiem!

W kolbie kulistej o poj. 50 cm³ umieszcza się benzoinę i stęż. kwas azotowy(V). Kolbę zaopatrzoną w chłodnicę powietrzną ogrzewa się w łaźni olejowej o temp. 100°C, umieszczonej na mieszadle magnetycznym, aż przestaną wydzielać się tlenki azotu (trwa to ok. 1,5 godz.).¹ Następnie mieszaninę reakcyjną wylewa się do zlewki, w której znajduje się 50 cm³ zimnej wody i miesza się, aż olej całkiem zakrzepnie tworząc żółty osad. Surowy dibenzoil odsącza się, przemywa starannie wodą² i (jeśli istnieje taka potrzeba, po konsultacji z prowadzącym) krystalizuje z etanolu.³ Czysty produkt ma postać żółtych igieł o tt. 94 – 96 °C.

Otrzymany dibenzoil (ok. 2,0 g) umieszcza się w małej kolbce, w której sporządzono roztwór 4 g wodorotlenku potasu w 7 cm³ wody i 6 cm³ etanolu. Roztwór ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 10-15 minut. Następnie zawartość kolby wylewa się do porcelanowej parownicy i pozostawia do ostygnięcia (wskazane jest pozostawienie na noc). Wydzielone kryształy odsącza się i przemywa małą ilością zimnego etanolu,⁴ a następnie rozpuszcza się w 30 cm³ wody i dodaje się 2 krople stężonego kwasu chlorowodorowego, mieszając przy tym roztwór. Jeśli wytrąca się ciemny, lepki osad, należy go odsączyć. Do klarownego roztworu dodaje się w dalszym ciągu kwas chlorowodorowy, aż roztwór stanie się silnie kwaśny (wobec papierka Kongo lub papierka wskaźnikowego). Wytrącony związek odsącza się, przemywa starannie wodą (do zaniku jonów chlorkowych)⁵ i suszy. Otrzymuje się surowy produkt o zabarwieniu lekko różowym lub żółtym, który krystalizuje się następnie z wody z dodatkiem etanolu i węgla aktywnego.⁶ Na podstawie załączonych widm należy ustalić strukturę produktu **X**, zaproponować mechanizm przegrupowania, a następnie porównać wartość zmierzonej temperatury topnienia związku **X** z danymi literaturowymi.

¹ Wydzielające się tlenki azotu można odprowadzać mocując u wylotu chłodnicy wąż połączony poprzez płuczkę (zawierającą roztwór np. węglanu sodu) z bocznym tubusem pompki wodnej.

² Połączone przesącze umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory rozcieńczonych kwasów nieorganicznych).

³ Przesącz po krystalizacji wlewa się do pojemnika **O**.

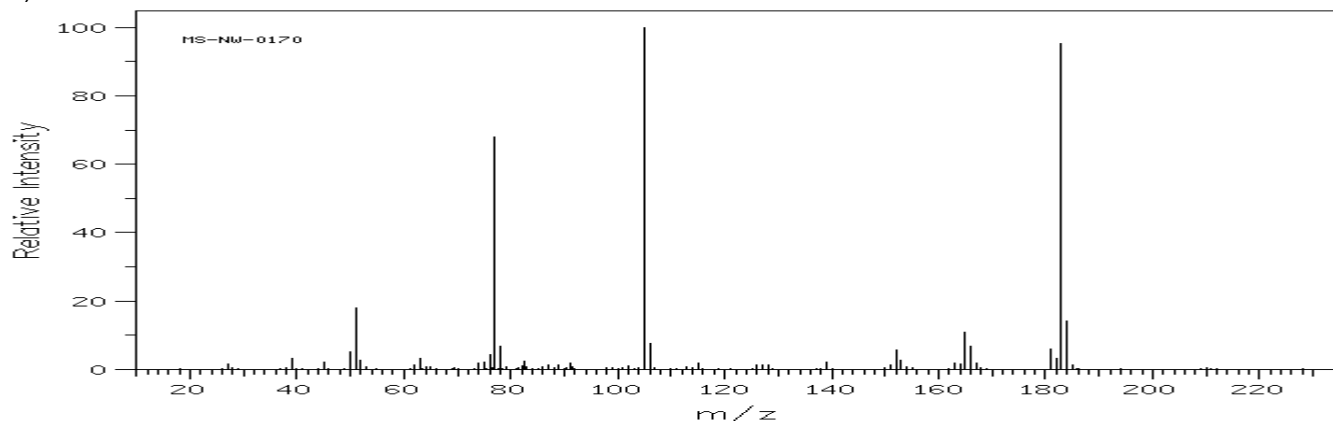
⁴ Przesącz umieszcza się w pojemniku **O**.

⁵ Przesącze umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów).

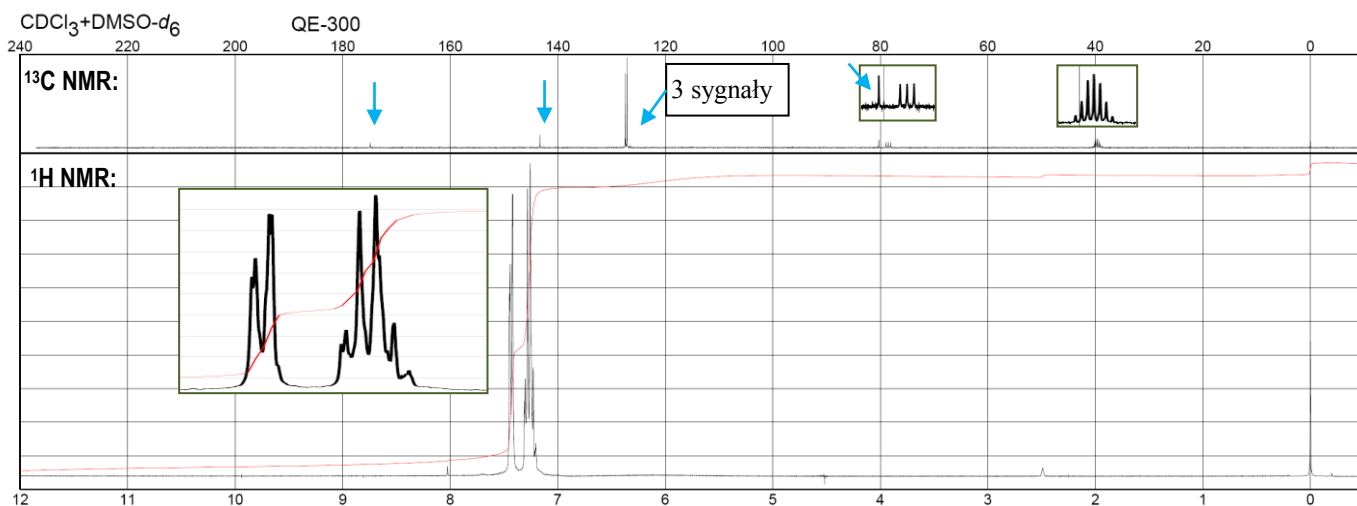
⁶ Przesącze po krystalizacji można wylać do zlewu.

W oparciu o poniższe widma zaproponuj strukturę związku **X**:

a) Widmo MS:



b) Widma ^1H i ^{13}C NMR. Przystępując do ich interpretacji pamiętaj o zidentyfikowaniu sygnałów pochodzących od rozpuszczalników (CDCl_3 i DMSO-d_6). Sygnały od protonów połączonych z atomami tlenu leżą poza widocznym zakresem widma ^1H NMR.



d) Widmo IR(ATR):

