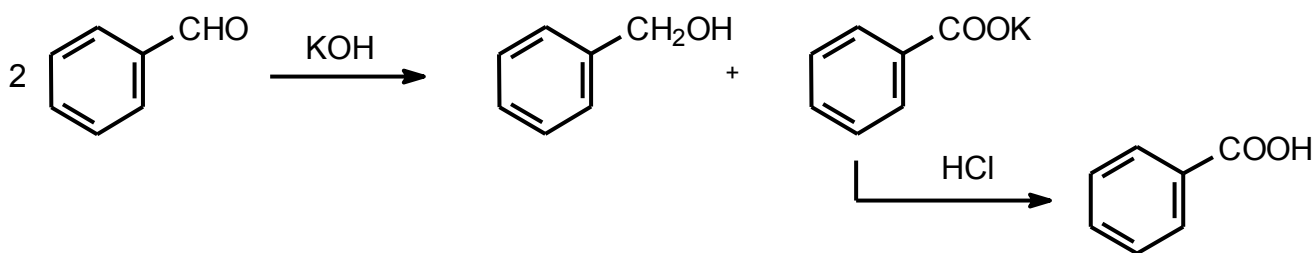


ALKOHOL BENZYLOWY, KWAS BENZOESOWY**Odczynniki:**

aldehyd benzoesowy	12,2 cm ³ (12,7 g, 0,12 m)	eter dietylowy	100 cm ³
wodorotlenek potasu	11,5 g (0,16 m)	wodorosiarczan(IV) sodu 40%	14 cm ³
kwas chlorowodorowy stęż.		węglan sodu r-r 5%	10 cm ³
siarczan(VI) magnezu bezw.			

UWAGA: Praca ze stężonymi kwasami i zasadami. Obowiązują rękawice ochronne. Praca z wyjątkowo łatwopalnym eterem dietylowym wyłącznie w pokoju do pracy z materiałami łatwopalnymi!

W grubościennej butelce zadaje się **świeżo przedestylowany** aldehyd benzoesowy¹ oziębionym roztworem wodorotlenku potasu w 8 cm³ wody i wstrząsa się mieszaninę aż do powstania trwałej zawiesiny, po czym pozostawia na noc. Do wydzielonej krystalicznej papki (benzoetan potasu) dodaje się tyle wody, aby osad uległ rozpuszczeniu, a następnie ok. 6 cm³ stężonego kwasu chlorowodorowego (do odczynu **lekkie zasadowego**). Alkohol benzylowy ekstrahuje się przez kilkakrotne wytrząsanie fazy wodnej z eterem dietylowym. Warstwę wodną pozostawia się w celu wyizolowania kwasu benzoesowego. Wyciągi eterowe zagęszcza się na wyparce² do objętości ok. 30 cm³, po czym dwukrotnie wytrząsa się w rozdzielaczu z roztworem wodorosiarczanu(IV) sodu (po 7 cm³). Następnie warstwę eterową przemywa się kilkoma cm³ roztworu węglanu sodu³ i po osuszeniu bezwodnym siarczanem(VI) magnezu⁴ i oddestylowaniu eteru na wyparce,² pozostałość poddaje się destylacji w **małym zestawie(!)**, zbierając frakcję o temperaturze wrzenia ok. 206 °C.¹ ($n_D^{20} = 1,5400$).

Wodny, alkaliczny roztwór zakwasza się kwasem chlorowodorowym, chłodzi i sączy wydzielony osad kwasu benzoesowego,⁵ po czym krystalizuje z wody.⁶ Tt. 121 °C.

¹ Przedgon i pozostałość po destylacji umieszcza się w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców).

² Oddestylowany rozpuszczalnik umieszcza się w pojemniku **O** lub w butelce "eter dietylowy do ekstrakcji".

³ Połączone warstwy wodne umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad).

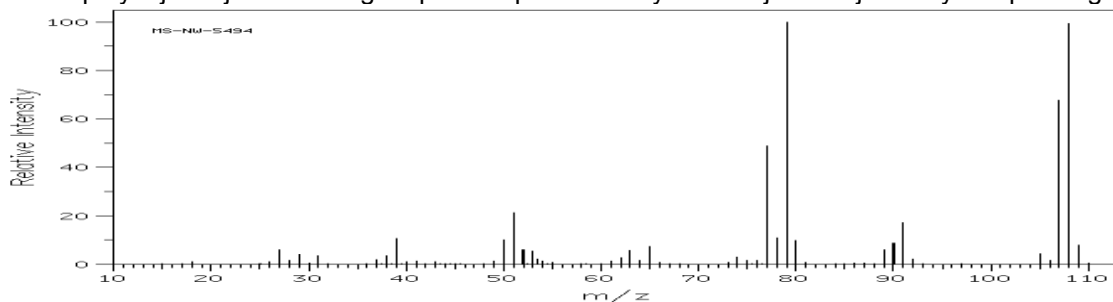
⁴ Po wysuszeniu pod wyciągiem w pokoju do pracy z materiałami łatwopalnymi, zużyty siarczan magnezu można rozpuścić w wodzie, a roztwór wylać do kanalizacji.

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

⁶ Przesącz po krystalizacji, z którego po ochłodzeniu nie wydzielił się osad, można wylać do zlewu.

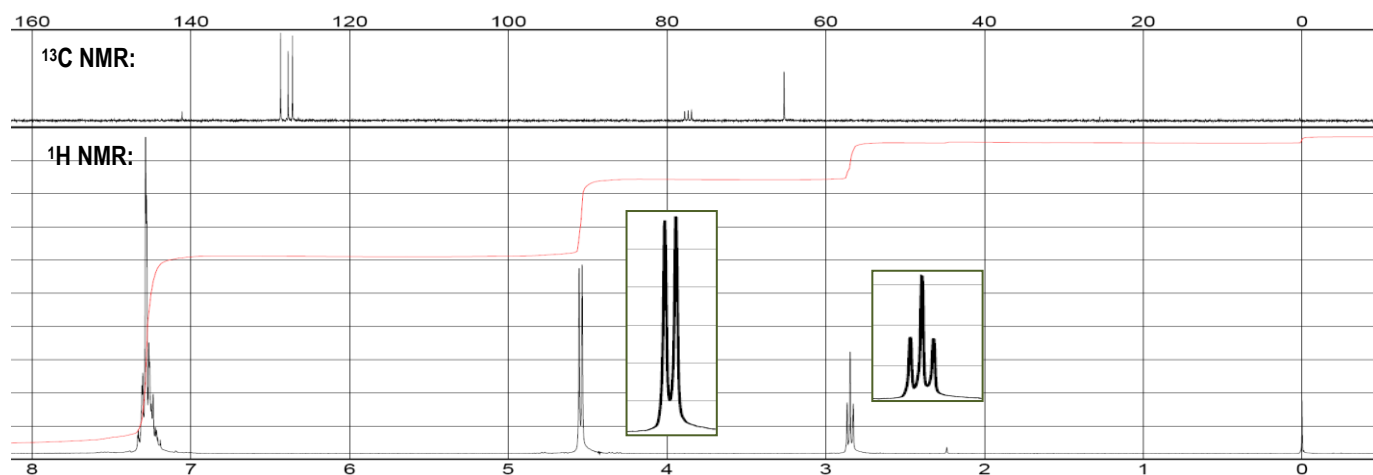
Zinterpretuj podane poniżej widma¹ **alkoholu benzyłowego**:

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

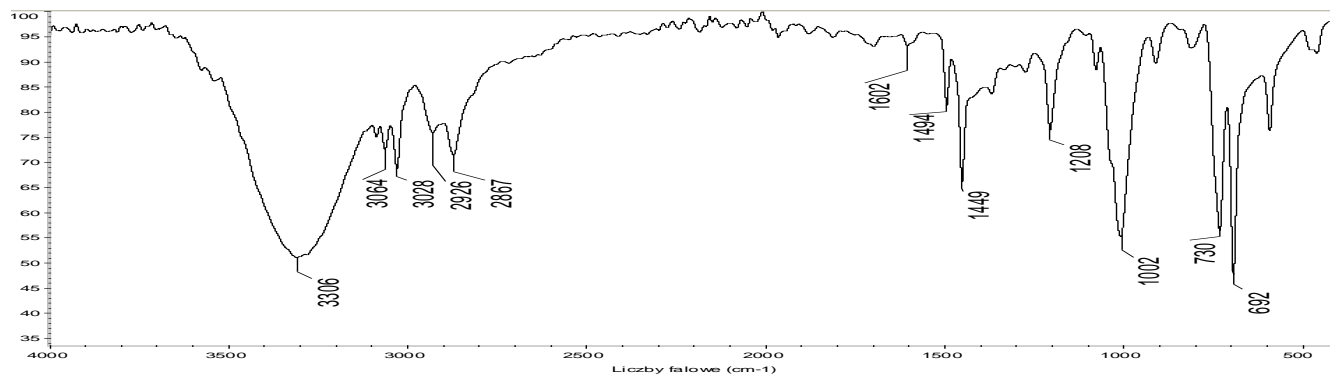


b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce alkoholu benzyłowego. Korzystając z tablic inkrementów oblicz oczekiwane przesunięcie protonów grupy metylenowej i porównaj je z rzeczywistym.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce alkoholu benzyłowego. Porównaj położenia sygnałów atomów węgla pierścienia aromatycznego odczytane z widma z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś). Wyjaśnij, jak na podstawie widma ¹³C NMR można rozpoznać, w jakim rozpuszczalniku zarejestrowano to widmo.



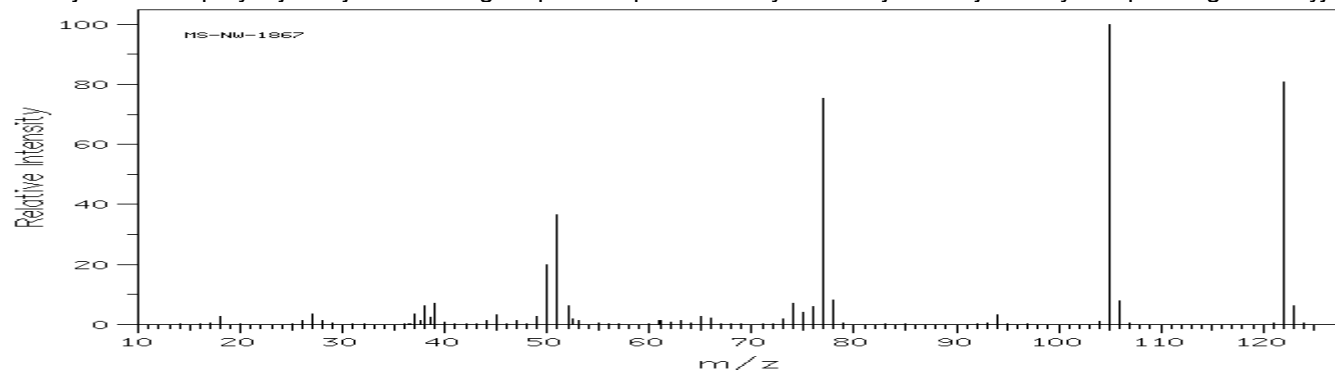
d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce alkoholu benzyłowego. Od czego pochodzą pasma w zakresie 1700 – 2000 cm⁻¹ i jakie wnioski można na ich podstawie wyciągnąć?



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>).

Zinterpretuj podane poniżej widma¹ kwasu benzoesowego:

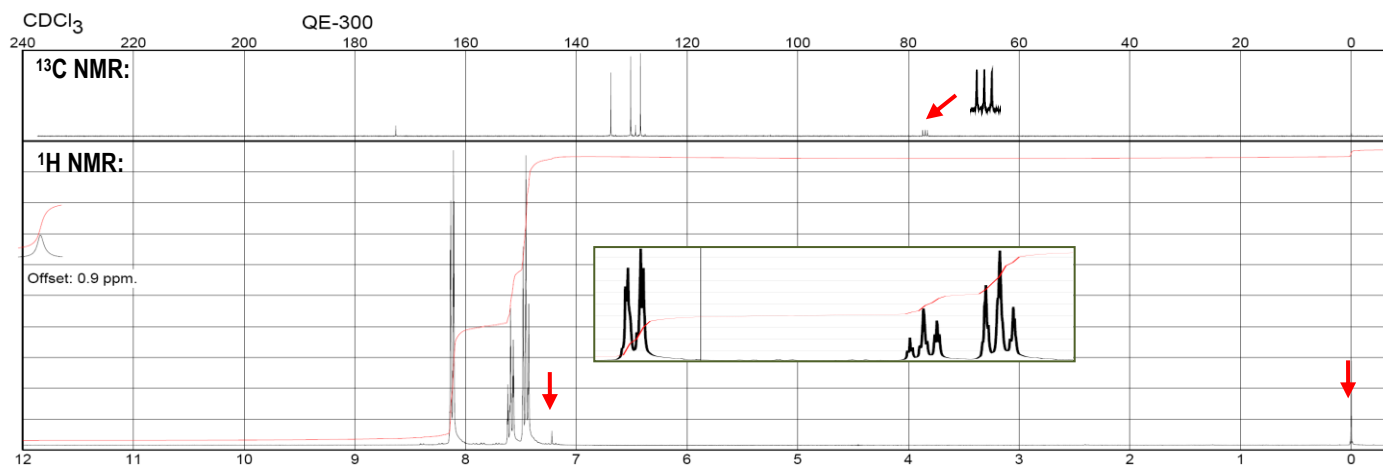
a) W widmie MS wskaż pik podstawowy, pik molekularny i pik izotopowy, odczytując ich położenie i intensywność. Podaj równania przynajmniej dwóch dróg rozpadu odpowiedzialnych za najbardziej intensywne piki fragmentacyjne.



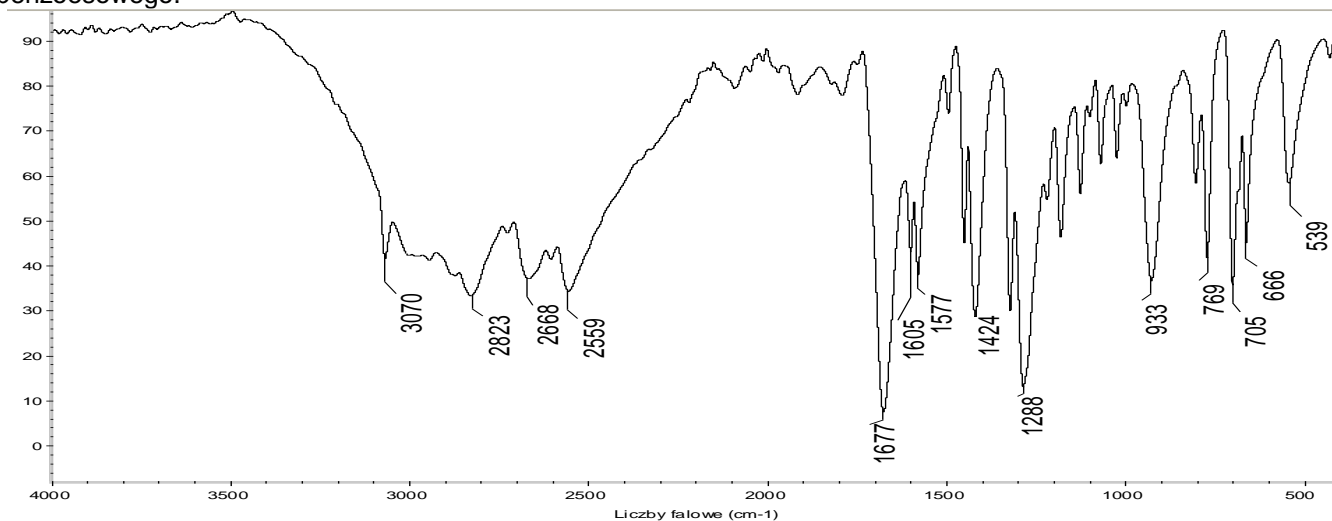
b) Określ położenie, integrację i multipletowość sygnałów widocznych w widmie ¹H NMR. Przypisz precyzyjnie każdy z multipletów poszczególnym grupom nierównocennych protonów w cząsteczce kwasu benzoesowego.

c) Określ położenie sygnałów widocznych w widmie ¹³C NMR, a następnie przypisz je precyzyjnie poszczególnym atomom węgla w cząsteczce kwasu benzoesowego.

Porównaj położenia sygnałów atomów pierścienia aromatycznego odczytane z obu widm NMR z wartościami obliczonymi na podstawie tablic inkrementów (podaj źródło danych, z którego korzystałeś). Od czego pochodzą sygnały wskazane na widmach czerwonymi strzałkami?



d) Przypisz charakterystyczne pasma w widmie IR drganiom poszczególnych wiązań w cząsteczce kwasu benzoesowego.



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>).