

**Przykład sprawozdania z analizy**

w nawiasach (czerwonym kolorem) podano numery odnośników zawierających uwagi dotyczące kolejnych podpunktów sprawozdania

Jan Kowalski	grupa B	dwójka 7(A)
analiza 3	<b><u>Wynik przeprowadzonej analizy:</u></b> kwas 4-chloro-2-hydroksybenzoesowy	
Zaliczenie i podpis asystenta		

**Własności fizykochemiczne badanego związku**

1. Stan skupienia	ciało stałe
2. Barwa	bezbarwne igły

**Zmierzona temperatura topnienia (2)**

zakres 202 - 206°C

**Analiza (należy podać wyniki przeprowadzonych reakcji)**

Próba (2) (3)	Obserwacje	Wnioski (4)
<b>Analiza elementarna</b>		
- Próba Lassaigne'a (dla przesącza po stąpieniu z sodem)	<ul style="list-style-type: none"> <li>negatywna</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>brak atomów azotu</li> </ul>
- Próba z $AgNO_3$ (dla przesącza po stąpieniu z sodem)	<ul style="list-style-type: none"> <li>biały serowaty osad, łatwo rozpuszczalny w amoniaku</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>obecny atom chloru</li> </ul>
- Próba Beilsteina (dla badanej próbki)	<ul style="list-style-type: none"> <li>zielone zabarwienie płomienia</li> <li>kopcący płomień podczas spalania</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>możliwa obecność atomu fluorowca</li> <li>wysoki stopień nienasycenia – możliwy pierścień aromatyczny</li> </ul>
<b>Grupa rozpuszczalności</b>		
Rozpuszczalniki w kolejności użycia	Rozpuszczalność i efekt po dodaniu rozpuszczalnika (5)	Grupa rozpuszczalności
<ul style="list-style-type: none"> <li><math>H_2O</math></li> <li><math>NaOH</math></li> <li><math>NaHCO_3</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>nierozpuszczalny</li> <li>rozpuszczalny</li> <li>rozpuszczalny – wydziela się <math>CO_2</math></li> </ul>	Kw <sub>1</sub>

<b>Reakcje ogólne pozwalające na wykrycie grup funkcyjnych zawartych w grupie Kw<sub>1</sub> (6)</b>		
<b>Reakcje (2) (3)</b>	<b>Obserwacje</b>	<b>Wnioski (4)</b>
- Reakcja z papierkiem uniwersalnym - Reakcja z fenoloftaleiną	czerwone zabarwienie  odbarwienie	potwierdza kwasowe własności związku
- Reakcja z $\text{NaHCO}_3$	wydziela się $\text{CO}_2$	potwierdza obecność kwasu mocniejszego od $\text{H}_2\text{CO}_3$

<b>Reakcje analityczne dla kwasów (7)</b>		
- Reakcja z $\text{FeCl}_3$ dla kwasów	czerwony osad	potwierdza obecność kwasu

<b>Lista związków z tablic do analizy jakościowej (t.topnienia <math>\pm 10^\circ\text{C}</math>) (8)</b>	
<b>Zmierzona temperatura badanego związku: 202 – 206 °C</b>	
nazwa związku	t.topnienia [ °C ]
kwas chlorofumarowy	192
kwas 3,4-dichlorobenzoesowy	209
kwas 4-chloro-2-hydroksybenzoesowy	212

## Analiza widm

### Spektroskopia masowa

#### 1. Analiza jonu molekularnego $\text{M}^+$ (9)

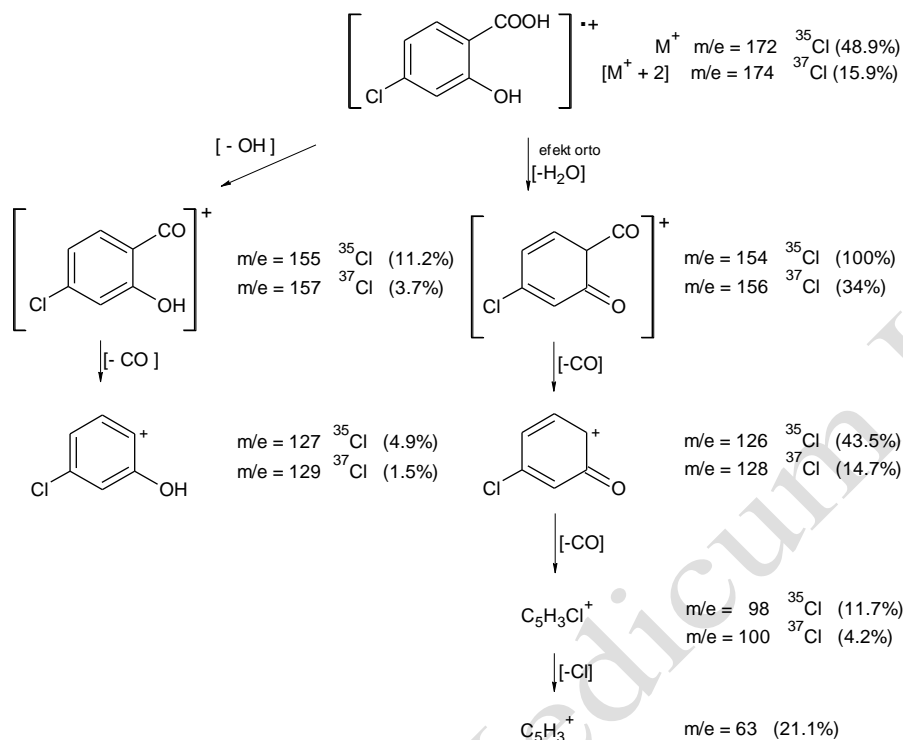
- Wartość  $m/e = 172$  dla  $\text{M}^+$  odpowiada masie:  
kwasu 4-chloro-2-hydroksybenzoesowego
- Pik  $\text{M}^+$  posiada jon izotopowy  $[\text{M}^+ + 2]$  o intensywności 32.5% piku masowego potwierdzający obecność jednego atomu chloru
- **(10)** Liczba atomów węgla w cząsteczce obliczona na podstawie intensywności piku  $[\text{M}^+ + 1]$  wynosi:

$$\text{pik } \text{M}^+ - 48.9\%, \quad [\text{M}^+ + 1] \text{ } 3.9\% \quad \frac{3.9 \cdot 100}{48.9 \cdot 1.1} = 7.2 \approx 7$$

Cząsteczka kwasu 4-chloro-2-hydroksybenzoesowego zawiera rzeczywiście 7 atomów węgla.

## 2. Drogi rozpadu (11):

kwas 4-chloro-2-hydroksybenzoesowy



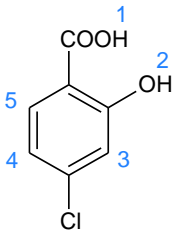
## Spektroskopia w podczerwieni

Liczba falowa [ $\text{cm}^{-1}$ ] wartości odczytane z widma (12)	Rodzaj drgań	Wiązanie w grupie:
szersze pasmo 3216 - 2551	rozciągające	O – H
1669	rozciągające	C = O
1436	deformacyjne	O – H
1218	rozciągające	C – O
1618	drgania szkieletowe	C = C
1568		
1489		
3042	rozciągające	C – H aromatyczne

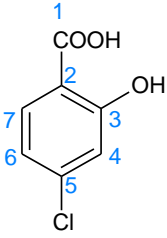
## Spektroskopia NMR (13)

Nie wolno oznaczać różnymi symbolami protonów równocennych, to samo dotyczy równocennych atomów węgla.

### Spektroskopia $^1\text{H}$ NMR

	proton	wartość $\delta$ odczytana z widma [ppm]	wartość $\delta$ obliczona teoretycznie [ppm] (14)	multipletowość	liczba protonów
	1	11,7		singlet	1
2	5,8		singlet	1	
3	7,2		singlet	1	
4	6,8	7,03	dublet	1	
5	7,7	7,87	dublet	1	

### Spektroskopia $^{13}\text{C}$ NMR

	węgiel	wartość $\delta$ odczytana z widma [ppm]	wartość $\delta$ obliczona teoretycznie [ppm] (14)
	1	169,33	
2	116.63, 117.22		116.0, 116.2
4			
3	158.45	158.2	
5	138.55	141.2	
6	120.25	121.6	
7	130.2	132.7	

## Uwagi do sprawozdania: 1 – 14

1. Dla badanej substancji należy podać zmierzoną temperaturę topnienia lub wrzenia.
2. Podaje się tylko nazwę próby bez opisu jej wykonania.
3. Podaje się wszystkie próby dające pozytywny wynik oraz reakcje dające wynik negatywny, który jednak jest istotny dla wyciągnięcia wniosków dotyczących budowy badanego związku. Przykładowo stwierdzenie nieobecności grupy aminowej jest konieczne do rozpoczęcia badania obecności grupy nitrowej.

- Należy dokładnie (ale najwyżej kilkoma słowami) sprecyzować jaki wniosek wypływa z przeprowadzonej analizy.
- Obok stwierdzenia, że związek się rozpuszcza (lub nie rozpuszcza) w danym rozpuszczalniku należy podać efekt na podstawie którego wyciągnięto wnioski dotyczące rozpuszczalności. Np. jeżeli po dodaniu kwasu siarkowego do bezbarwnego związku pojawił się żółty osad należy taką informację umieścić obok stwierdzenia, że związek się rozpuścił (rozpuszczalny – pojawił się żółty osad).
- W tej części sprawozdania trzeba uzasadnić na podstawie jakich **reakcji ogólnych** zakwalifikowano związek np. do kwasów, alkoholi czy innych związków występujących w wykrytej grupie rozpuszczalności.
- Podać przeprowadzone reakcje potwierdzające i uściślające strukturę (np. rzędowość alkoholu czy aminy, reakcje na aromatyczność itp.).
- Na liście należy umieścić wszystkie związki (uwzględniając wnioski z analizy) w zakresie temperatur  $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  (od granic temperatur zmierzonych, czyli w wypadku zmierzonej temperatury 202 – 206  $^{\circ}\text{C}$  będą to związki o temperaturach od 192 – 216  $^{\circ}\text{C}$ ).
- Dla związków posiadających jon molekularny.
- Przybliżoną liczbę atomów węgla można określić tylko jeżeli na widmie jest widoczny jon  $M^{+}$  i  $M^{+1}$ , oraz procentowa zawartość jonu  $M^{+1}$  jest stosunkowo duża. Sposób obliczania liczby atomów węgla został podany w materiałach do seminariów.
- W spektroskopii masowej dla wszystkich analizowanych jonów należy podać wartość  $m/e$ , zawartość procentową oraz budowę jonu. Zamiast struktury jonu w schemacie rozpadu można podać tylko skład jonu np.  $C_4H_3O^{+}$ . Analizie należy poddać wszystkie jony istotne do potwierdzenia struktury.
- Należy podać wartości przy jakich pojawiają się maksima pasm odpowiadających analizowanym drganiom, a tylko w wypadku kiedy jest to utrudnione ze względu na szerokość pasma podaje się jego zakres. Najczęściej dotyczy to drgań O – H w kwasach.
- Oznaczenia protonów w widmie  $^1\text{H}$  NMR oraz oznaczenia atomów węgla w widmie  $^{13}\text{C}$  NMR należy wprowadzić na osobnych wzorach.
- Obliczanie wartości  $\delta$  nie jest obowiązkowe, jeżeli jednak przyporządkowania sygnałów dokonano w oparciu o wartości obliczone należy je podać w tabeli. Obliczenia wartości  $\delta$  nie powinno się prowadzić tam gdzie położenie sygnałów

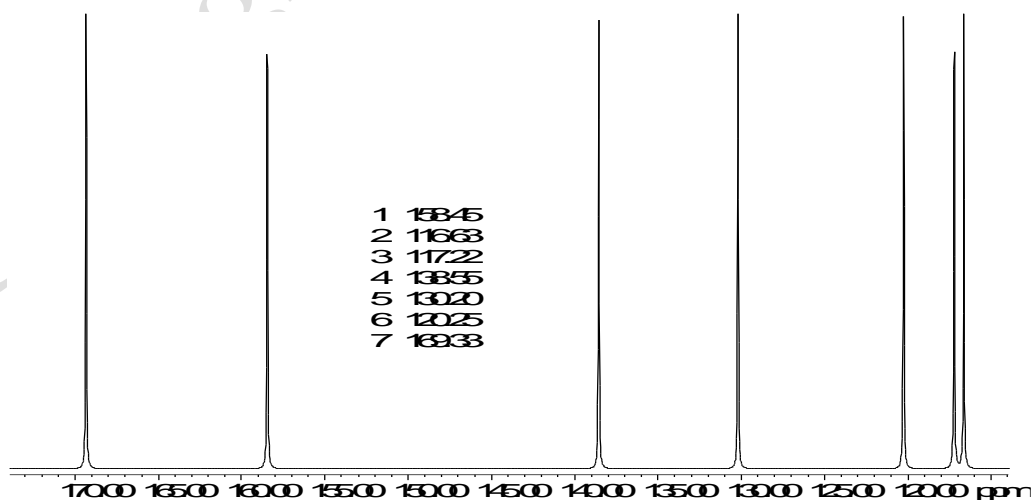
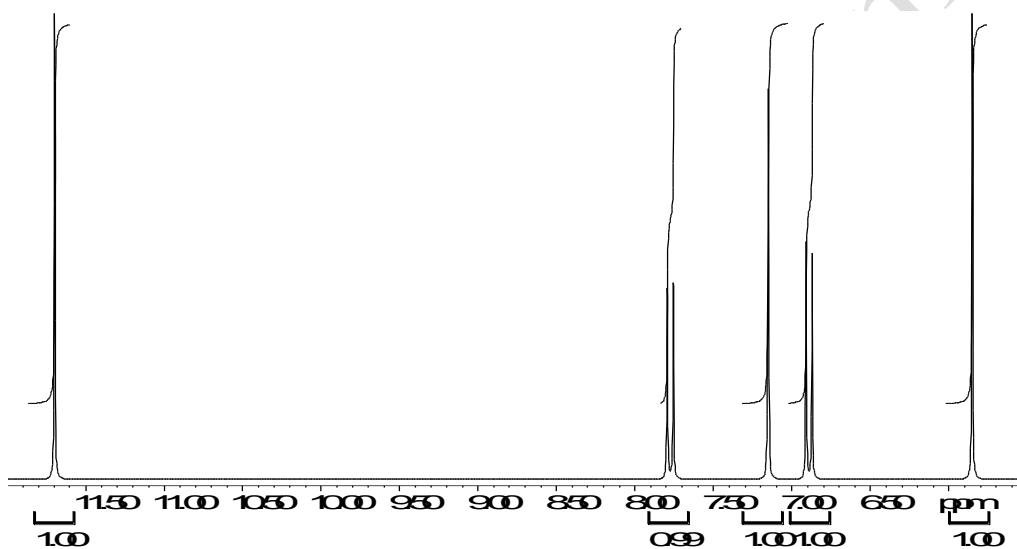


jasno wynika z podstawowych zasad teorii spektroskopii NMR (które należy znać i umieć na ich podstawie uzasadnić położenie sygnałów)

Dla związków dla których dokładne wartości przesunięć chemicznych jest trudne do ustalenia dopuszczalne jest w widmie  $^1\text{H}$  NMR przypisanie sygnałów w następującej formie:

np.  $\left. \begin{array}{l} 7.18 \\ 7.21 \\ 7.32 \end{array} \right\}$  sygnały wodorów pierścienia benzenowego

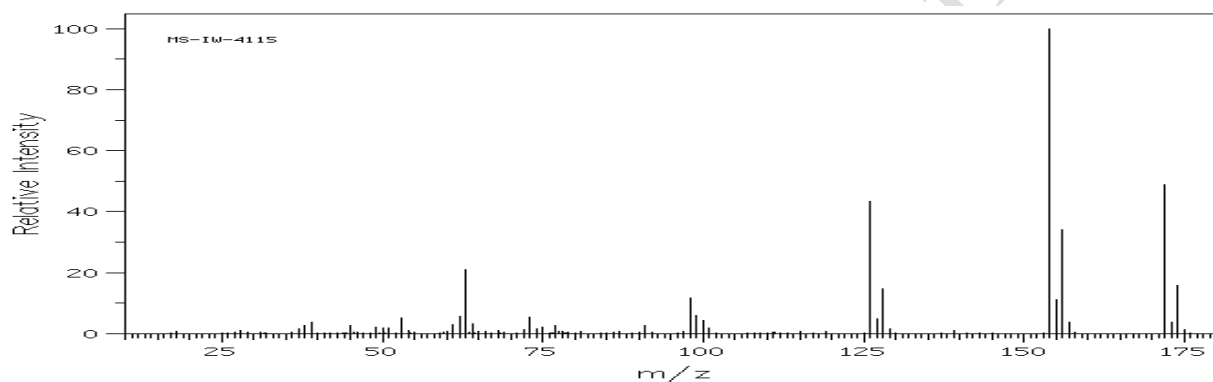
Analizę widm przeprowadzono na podstawie poniższego kompletu widm.  
Widm nie zamieszcza się w sprawozdaniu.



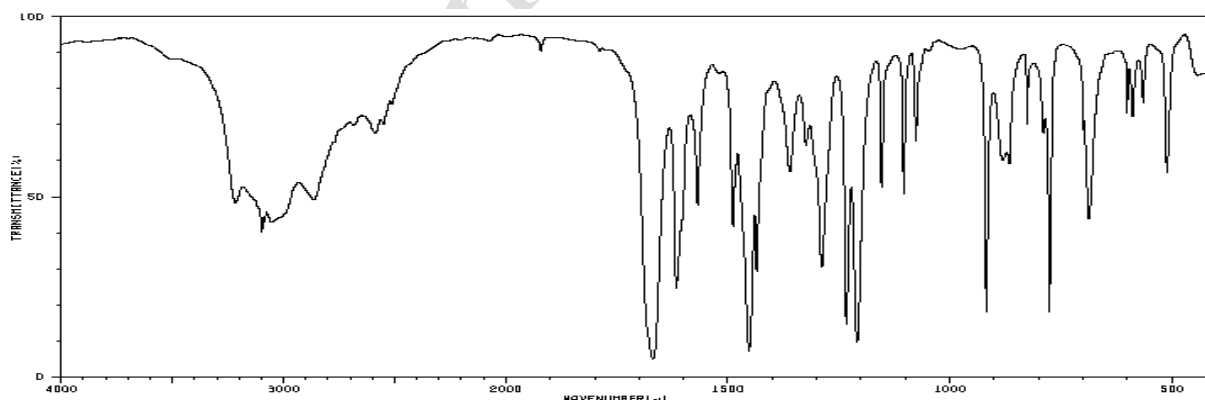


## MS

m/z	%	m/z	%	m/z	%
28.0	1.0	64.0	3.2	127.0	4.9
37.0	1.7	68.0	1.0	128.0	14.7
38.0	2.8	72.0	1.4	129.0	1.5
39.0	3.9	73.0	5.3	139.0	1.1
45.0	2.6	74.0	1.6	154.0	100.0
49.0	2.1	75.0	2.2	155.0	11.2
50.0	2.0	77.0	2.7	156.0	34.0
51.0	1.9	91.0	2.6	157.0	3.7
53.0	5.1	98.0	11.7	172.0	48.9
54.0	1.0	99.0	6.0	173.0	3.9
61.0	3.1	100.0	4.2	174.0	15.9
62.0	5.8	101.0	1.9	175.0	1.2
63.0	21.1	126.0	43.5		



## IR



3216	46	2551	68	1361	55	1077	62	776	17
3097	38	1669	4	1324	62	918	17	699	66
3083	41	1618	23	1289	29	881	58	688	42
3058	41	1568	46	1233	13	872	60	601	70
3042	41	1489	39	1210	9	866	57	589	70
2864	47	1453	7	1155	50	826	68	555	72
2586	64	1436	28	1103	49	790	64	511	55