



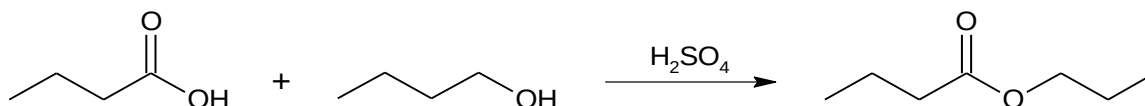
## Wytyczne do sprawozdania z preparatyki

Każde sprawozdanie należy rozpocząć **na nowej stronie zeszytu**. W sprawozdaniu muszą pojawić się wszystkie poniższe tabele oraz wymagane obliczenia. Objaśnienia należy podawać logicznie, czyli np. nie pisać „**Zmierzona** temperatura (topnienia lub wrzenia) wynosi 132°C, bo temperatura 132°C może dotyczyć tylko jednej z tych temperatur – Zdanie musi brzmieć jednoznacznie: Zmierzona temperatura wrzenia wynosi 132°C.

|                                             |         |                                                                                                                                                                       |      |
|---------------------------------------------|---------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Wincenty Kowal                              | Grupa A | Dwójka 4 B                                                                                                                                                            | data |
| Nazwa procesu (np. Acylacja)                |         | Numer preparatu (np. A7)                                                                                                                                              |      |
| Nazwa otrzymanego związku<br>np. Benzanilid |         | Otrzymano: (podać ilość)<br>Wydajność procesu:<br><u>Zmierzona</u> temperatura (topnienia (zakres) lub wrzenia):<br>Literaturowa temperatura (topnienia lub wrzenia): |      |
| Zaliczenie                                  |         |                                                                                                                                                                       |      |

Obliczenie wydajności reakcji :

Równanie reakcji np.:



W poniższej tabeli należy umieścić dane dotyczące **tylko** tych związków, które są wykorzystywane do obliczania wydajności. Dla niektórych substratów nieorganicznych nie oblicza się liczby moli, bo ich nadmiar wynika z pewnych informacji podanych w przepisie otrzymywania. W tych wypadkach należy pod tabelą podać informację na jakiej podstawie uznano, że dany związek jest użyty w nadmiarze.

| Nazwa związku |                 | M<br>[g/mol]<br>(z dokładnością<br>do drugiego<br>miejsca po<br>przecinku) | Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ]<br>(z dokładnością do<br>trzeciego miejsca po<br>przecinku) | Ilość substancji użyta w reakcji                    |                                                                    |
|---------------|-----------------|----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
|               |                 |                                                                            |                                                                                             | w jednostkach<br>wynikających ze<br>stanu skupienia | w molach<br>(z dokładnością do<br>trzeciego miejsca<br>znaczącego) |
| Substraty     | kwas butanowy   | 88.10                                                                      | 0.964                                                                                       | 3 cm <sup>3</sup>                                   | 0.0328mola                                                         |
|               | butan-1-ol      | 74.12                                                                      | 0.801                                                                                       | 4 cm <sup>3</sup>                                   | 0.0432mola                                                         |
| Produkty      | butanian butylu | 144.22                                                                     | 0.869                                                                                       | 4 cm <sup>3</sup>                                   | 0.0241mola                                                         |



## Liczenie wydajności (w sprawozdaniu musi być przedstawione w takiej formie)

### Przykład

W reakcji syntezy 4 cm<sup>3</sup> butan-1-olu z 3 cm<sup>3</sup> kwasu butanowego otrzymano 4 cm<sup>3</sup> estru.

### Obliczenia liczby moli:

#### Kwas butanowy:

z gęstości wynika

$$\begin{array}{rcl} 0.964\text{g} & - & 1\text{cm}^3 \\ x_k & - & 3\text{cm}^3 \\ \hline x_k = 2.892\text{g} \end{array}$$

z masy molowej wynika

$$\begin{array}{rcl} 88.1\text{g} & - & 1\text{mol} \\ 2.892\text{g} & - & y_k \\ \hline y_k = 0.0328\text{mola} \end{array}$$

#### Butan-1-ol:

z gęstości wynika

$$\begin{array}{rcl} 0.801\text{g} & - & 1\text{cm}^3 \\ x_a & - & 4\text{cm}^3 \\ \hline x_a = 3.204\text{g} \end{array}$$

z masy molowej wynika

$$\begin{array}{rcl} 74.1\text{g} & - & 1\text{mol} \\ 3.204\text{g} & - & y_a \\ \hline y_a = 0.0432\text{mola} \end{array}$$

#### Butanian butylu

z gęstości wynika

$$\begin{array}{rcl} 0.869\text{g} & - & 1\text{cm}^3 \\ x_e & - & 4\text{cm}^3 \\ \hline x_e = 3.476\text{g} \end{array}$$

z masy molowej wynika

$$\begin{array}{rcl} 144.2\text{g} & - & 1\text{mol} \\ 3.476\text{g} & - & y_e \\ \hline y_e = 0.0241\text{mola} \end{array}$$

Zgodnie z równaniem reakcji otrzymywania butanianu butylu jeden mol butan-1-olu reaguje z jednym molem kwasu butanowego. Do syntezy użyto 0.0432 mola alkoholu i 0.0328 mola kwasu co wskazuje na nadmiar alkoholu wobec czego wydajność liczona była względem kwasu.

### Teoretyczna ilość produktu:

Z równania reakcji wynika, że z jednego mola kwasu otrzymuje się jeden mol estru.

$$1 \text{ mol kwasu} \quad - \quad 1 \text{ mol estru}$$

$$0.0328 \text{ mola kwasu} \quad - \quad x \text{ moli estru}$$

Przy 100% wydajności w reakcji powinno powstać  $x = 0.0328$  moli estru

### Wydajność praktyczna procesu:

W reakcji otrzymano 0.0241 mola estru.

$$\frac{0.0241 \text{ mola} \cdot 100\%}{0.0328 \text{ mola}} = 73.5\%$$

Wydajność praktyczna wynosiła 73.5%



## Interpretacja widm spektroskopowych (wskazanych przez asystenta)

### IR

Należy podać pasma związane z obecnością:

- układu alifatycznego i aromatycznego
- wiązań nienasyconych
- grup funkcyjnych

(każde pasmo musi być opisane w sposób pokazany na poniższym przykładzie:

| liczba falowa<br>[cm <sup>-1</sup> ] | rodzaj drgań         | wiązanie w grupie |
|--------------------------------------|----------------------|-------------------|
| 1639                                 | drżania rozciągające | C = O             |

### MS

Należy koniecznie zinterpretować piki podkreślone w tabeli i przedstawić ich pochodzenie w formie pokazanej w sprawozdaniu do analizy, a ponadto przeprowadzić analizę jonu molekularnego M<sup>+</sup> jak pokazano na poniższym przykładzie:

#### Analiza jonu molekularnego:

- Wartość m/e = 439 odpowiada masie (*podać nazwę związku*)
- Nieparzysta wartość m/z jonu M<sup>+</sup> wskazuje nieparzystą ilość atomów azotu w cząsteczce co jest zgodne z jej budową
- Pik M<sup>+</sup> posiada jony izotopowe: [M<sup>+</sup> + 2] o intensywności 292,4% piku masowego  
[M<sup>+</sup> + 4] o intensywności 285,5% piku masowego  
[M<sup>+</sup> + 6] o intensywności 92,9% piku masowego  
potwierdzające obecność trzech atomów bromu
- Liczba atomów węgla w cząsteczce obliczona na podstawie intensywności piku [M<sup>+</sup>+1] wynosi:  
Pik M<sup>+</sup> - 34,8%, [M<sup>+</sup>+1] 5,4%  $\frac{5,4 \cdot 100}{34,8 \cdot 1,1} = 14,11 \approx 14$   
Cząsteczka zawiera rzeczywiście 14 atomów węgla.

#### Drogi rozpadu:

Interpretacja jak w sprawozdaniu z analizy.

### <sup>1</sup>H NMR i <sup>13</sup>C NMR

Interpretacja jak w sprawozdaniu z analizy lub wg zaleceń asystenta

**Po zakończeniu** ćwiczenia i zaliczeniu sprawozdania przez asystenta należy wkleić w zeszyte przepis według którego otrzymano związek.