



---

# ETAP III

## 29.03.2019

### *Zadanie laboratoryjne*

---

#### ZADANIE LABORATORYJNE 1

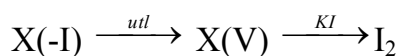
##### *Oznaczanie wybranych jonów w wodzie solankowo-siarczkowej*

Właściwości lecznicze wód solankowo-siarczkowych znane były już w XIX wieku. Pod pojęciem „wysoko zmineralizowane wody solankowo-siarczkowe” rozumie się wody o zawartości składników mineralnych na poziomie od kilku do kilkunastu gramów soli w 1 dm<sup>3</sup> wody. W tego typu wodach występują m.in. kationy sodowe, wapniowe, magnezowe, potasowe oraz aniony tj. chlorki, siarczany, wodorowęglany, siarczki (siarkowodór), bromki i jodki. Zadanie dotyczy oznaczania jonów siarczkowych, bromkowych i jodkowych w wodzie o dużych zawartościach jonów chlorkowych i siarczanowych(VI).

Podstawą oznaczania jonów siarczkowych i siarkowodoru jest ich reakcja z jodem w środowisku kwaśnym z wydzieleniem siarki. Ze względu na lotność siarkowodoru nie można dodawać jodu do zakwaszonego roztworu siarczków. Badany roztwór alkalizuje się lub strąca trudnorozpuszczalne siarczki cynku lub kadmu i dodaje do mianowanego, zakwaszonego roztworu jodu. Nieprzereagowany jod odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu.

Do **100 cm<sup>3</sup>** badanej wody dodano 5 cm<sup>3</sup> roztworu NaOH. Całość przeniesiono do kolby miarowej o pojemności 200 cm<sup>3</sup> i uzupełniono wodą do kreski. Jest to kolba opisana numerem startowym i literą **P**.

Oznaczanie niewielkich ilości jonów bromkowych, szczególnie w wodach o dużej ilości soli, przeprowadza się metodą amplifikowaną. Schemat takiej metody można zapisać:



Na początku, jony bromkowe utlenia się na gorąco za pomocą chloranu(I) sodu w środowisku alkalicznym. Nadmiar jonów chloranowych(I) usuwa się za pomocą roztworu mrówczanu sodu. Podobnie jak jony bromkowe reagują jony jodkowe. Utlenieniu chloranem(I) sodu ulegają także jony siarczkowe i siarkowodór.

W kolbie miarowej opisanej literą **R** i numerem startowym masz roztwór **100 cm<sup>3</sup>** badanej próbki wody (po częściowym odparowaniu próbki wyjściowej) i przeprowadzeniu opisanych operacji.

Selektywne oznaczanie jonów jodkowych w powyższej reakcji amplifikowanej polega na zastosowaniu jako utleniacza wody bromowej. Reakcję przeprowadza się na zimno w środowisku kwaśnym.

W kolbie opisanej literą **S** i numerem startowym masz roztwór przygotowany przez odparowanie 50 cm<sup>3</sup> badanej wody, zakwaszeniu kwasem siarkowym(VI) i dodaniu kilku kropel wody bromowej.

**Na stanowisku** masz butelkę zawierającą mianowany roztwór jodu w jodku potasu o stężeniu podanym na butelce oraz butelkę zawierającą mianowany roztwór tiosiarczanu sodu o stężeniu podanym na butelce.

**Na stanowisku zbiorczym** (na dwóch zawodników) znajdują się: kwas siarkowy(VI) o stężeniu  $2 \text{ mol/dm}^3$ , 10% roztwór jodku potasu, 1% roztwór fenolu, roztwór kleiku skrobiowego.

**Dysponujesz następującym sprzętem:** dwie kolby stożkowe ze szlifem z korkami (należy sprawdzić szczelność), pipety jednomiarowe o pojemności  $50$ ,  $25$  i  $20 \text{ cm}^3$ , pipeta wielomiarowa o pojemności  $10 \text{ cm}^3$ , zlewki o pojemności  $250$  i  $100 \text{ cm}^3$ , tryskawka z wodą destylowaną, cylinder miarowy o pojemności  $25 \text{ cm}^3$ , pipetka polietylenowa.

### ***Przepisy wykonawcze***

#### *a) Jodometryczne oznaczanie jonów siarczkowych*

Do kolby ze szlifem wlać  $50 \text{ cm}^3$  wody,  $10 \text{ cm}^3$  roztworu kwasu siarkowego(VI) i  $20,00 \text{ cm}^3$  roztworu jodu. Następnie wprowadzić  $50,00 \text{ cm}^3$  roztworu próbki i szybko zamknąć kolbę korkiem. Zawartość kolby wytrząsać energicznie przez 5 minut. Pozostały jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanem sodu, dodając pod koniec miareczkowania  $2 \text{ cm}^3$  skrobi. Oznaczenie powtórzyć.

#### *b) Oznaczanie jonów bromkowych i jodkowych*

Do kolby stożkowej ze szlifem przenieść  $25,00 \text{ cm}^3$  próbki zawierającej produkty utlenienia jonów bromkowych i jodkowych. Dodać  $50 \text{ cm}^3$  wody,  $10 \text{ cm}^3$  kwasu siarkowego(VI) Następnie dodać  $10 \text{ cm}^3$  roztworu jodku potasu i zamknąć kolbę korkiem. Po 10 min wydzielony jod odmiareczkować za pomocą 4-krotnie rozcieńczonego mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu wobec skrobi jako wskaźnika.

#### *c) Oznaczanie jonów jodkowych*

Do kolby **S** dodać kilka kropli roztworu fenolu do odbarwienia roztworu. Kolbkę dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą wielomiarową odpowiednią porcję roztworu do dużej probówki z kreską. Dodać  $1 \text{ cm}^3$  roztworu jodku potasu i  $1 \text{ cm}^3$  roztworu kleiku skrobiowego. Dopełnić wodą do kreski na probówce (objętość cieczy w probówce wynosi  $15 \text{ cm}^3$ ). Porównać powstałe zabarwienie ze skalą wzorców zawierających roztwory o znanym stężeniu jodu ze skrobią. Jeśli uzyskane zabarwienie jest intensywniejsze od zabarwienia wzorców, pobrać mniejszą objętość roztworu z kolby **S**. Można także pobrać różne objętości roztworu z kolby **S** i uśrednić otrzymane wyniki. Uwzględniając stechiometrię zachodzących podczas oznaczenia reakcji obliczyć zawartość jonów jodkowych w próbce. Do arkusza odpowiedzi wpisać wyniki uzyskane dla właściwej próby.

**Uwaga!** Po dodaniu roztworu jodku potasu do próbki roztworu **S**, kolejne operacje, włącznie z porównaniem ze skalą wzorców, powinny zostać przeprowadzone w możliwie jak najkrótszym czasie ( $< 2 \text{ min}$ ), aby zminimalizować wpływ ubocznej reakcji jonów jodkowych z tlenem na wynik oznaczenia.

## Polecenia

- a. (4 m.) Podaj równania reakcji zachodzących podczas oznaczania jonów siarczkowych w próbce wody solankowo-siarczkowej.
- b. (15 m.) Na podstawie wyników miareczkowania i stechiometrii zachodzących reakcji, wyznacz zawartość jonów siarczkowych (w mmol oraz  $\text{mg/dm}^3$ ) w próbce wody pobranej do analizy.
- c. (6 m.) Podaj równania reakcji zachodzących podczas przygotowania próbki w kolbie R, a następnie oznaczania jonów bromkowych (lub jodkowych) w próbce wody solankowo-siarczkowej.
- d. (15 m.) Podaj łączną zawartość jonów bromkowych i jodkowych (w mmol) w próbce wody pobranej do analizy.
- e. (5 m.) Podaj równania reakcji podczas przygotowania próbki w kolbie S, a następnie oznaczania jonów jodkowych w próbce wody solankowo-siarczkowej.
- f. (15 m.) Na podstawie kolorymetrycznej analizy porównawczej podaj zawartość jonów jodkowych (w  $\text{mg/dm}^3$ ) w wodzie solankowo-siarczkowej. Podaj także zawartość jonów bromkowych w tej wodzie (w  $\text{mg/dm}^3$ ). Stężenie jodu w roztworach skali wzorców wynosi 0,04; 0,08; 0,12; 0,16 i 0, 20  $\text{mmol/dm}^3$  odpowiednio w probówkach 1–5.

**Uwaga! W arkuszu odpowiedzi wpisz koniecznie objętości titrantów zużytych w kolejnych miareczkowaniach.**

### ZADANIE LABORATORYJNE 2

#### *Identyfikacja związków organicznych*

Identyfikacja związków organicznych wymaga przeprowadzenia szeregu eksperymentów mających na celu określenie, do jakiej klasy dany związek należy. Są to próby badania rozpuszczalności w wodzie i rozpuszczalnikach organicznych, próby określenia składu poprzez identyfikację heteroatomów. Bardziej szczegółowych danych dostarcza wyznaczenie masy molowej, analiza widm IR i NMR oraz analiza elementarna.

W pięciu ampułkach opisanych numerem startowym i literami A-E znajduje się po ok. 1 g substancji do identyfikacji. W tabeli podano listę związków organicznych, które mogą być w ampułkach.

acetanilid	chlorobenzen
<i>p</i> -bromoacetanilid	<i>p</i> -chloronitrobenzen
Kwas antranilowy	aldehyd benzoesowy
Kwas benzoesowy	<i>p</i> - nitrofenol
Kwas salicylowy	<i>o</i> -nitrofenol

Na stanowisku masz dwie kartki, jedną z widmami IR, drugą z widmami  $^1\text{H}$  NMR dla poszczególnych ampulek. Dla substancji stałych masz podane zmiany temperatury wrzenia roztworów zawierających 5 g w 100 g rozpuszczalnika, w porównaniu do temperatury wrzenia czystego rozpuszczalnika o podanej

stałej ebullioskopowej  $4,88^\circ$ , która określa, o ile wzrosła temperatura wrzenia roztworu o stężeniu 1 mol/1000g rozpuszczalnika (stężenie molalne) w porównaniu do czystego rozpuszczalnika. Dla próbek ciekłych podano procentową zawartość węgla. W obliczaniu masy molowej załóż, że cząsteczki związków w próbkach ciekłych zawierają 1 heteroatom.

W probówkach opisanych numerem startowym oraz **A1, B1...E1** znajdują się wodne roztwory, uzyskane przez rozpuszczenie stopu substancji **A – E** z sodem, dodaniu  $\text{FeSO}_4$  i zakwaszeniu kwasem chlorowodorowym. W probówkach opisanych numerem startowym oraz **A2, B2...E2** znajdują się wodne roztwory uzyskane przez rozpuszczenie stopu substancji **A–E** z sodem i zakwaszeniu kwasem azotowym(V) na gorąco (pod wyciągiem).

Dysponujesz papierkami wskaźnikowymi pH.

Na stanowisku zbiorczym (dla dwóch zawodników) znajdują się: 1% roztwór chlorku żelaza(III), 1% roztwór azotanu(V) srebra, roztwór amoniaku o stężeniu 1 mol/dm<sup>3</sup>, roztwór NaOH o stężeniu 1 mol/dm<sup>3</sup>, roztwór kwasu chlorowodorowego o stężeniu 2 mol/dm<sup>3</sup>, 5% roztwór wodorowęglanu sodu, 1% roztwór azotanu(III) sodu, 1% roztwór chloranu(I) sodu, 1% roztwór  $\text{KMnO}_4$ , 0,5 % roztwór 2-naftolu, pył cynkowy, chloroform, alkohol etylowy.

Odczynniki dobrane są tak, by jednoznacznie potwierdzić identyfikację związków organicznych, przy czym można również korzystać z odczynników z zadania 1.

### **Polecenia**

- a. (8 m.)* Napisz równania reakcji, które zachodzą podczas stapiania związku organicznego z sodem i dalszego postępowania, zgodnie z treścią zadania.
- b. (16 m.)* Dokonaj prób rozpuszczalności substancji, sprawdź odczyn uzyskanych roztworów. Na podstawie identyfikacji heteroatomów, informacji z treści zadania (widm IR, analizy elementarnej) zaproponuj, jakie związki mogą znajdować się w ampułkach **A – E**.
- c. (10 m.)* Potwierdź przypuszczenia odpowiednimi reakcjami charakterystycznymi korzystając z zestawu dostępnych odczynników. Wymagana jest jedna charakterystyczna reakcja dla każdego identyfikowanego związku.
- d. (10 m.)* Potwierdź identyfikację poprzez analizę widm IR oraz  $^1\text{H}$  NMR.

**Uwaga 1.** Negatywny wynik próby z jodem na wykrycie tlenu **nie** musi oznaczać, że badany związek nie zawiera w swojej strukturze tlenu.

**Uwaga 2.** Sygnał od protonu grupy karboksylowej może być niewidoczny na widmie  $^1\text{H}$  NMR.

*Pamiętaj o zachowaniu zasad bezpieczeństwa podczas wykonywania analiz!  
Gospodaruj oszczędnie roztworami, dolewki nie są możliwe.*

**Sumaryczna punktacja za zadanie laboratoryjne – 60 pkt.**

**Czas wykonania zadania 300 minut.**



# ETAP III

29.03.2019

## Rozwiązanie zadania laboratoryjnego

### Rozwiązanie zadania 1

Ad <b>a.</b> Równania reakcji zachodzących podczas oznaczania jonów siarczkowych w próbce wody solankowo-siarczkowej						punkty	
						REC 1	REC 2
						4 m	
$\text{H}_2\text{S} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{S}^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{HS}^- + \text{OH}^- \rightarrow \text{S}^{2-} + \text{H}_2\text{O}$ $\text{S}^{2-} + \text{I}_2 \rightarrow \text{S} \downarrow + 2\text{I}^-$ $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$							
Ad <b>b.</b> Obliczenie zawartości jonów siarczkowych, w $\text{mg}/\text{dm}^3$ , w próbce wody poddanej analizie						REC 1	REC 1
						15 m	
Substancja miareczkowana	Objętość badanego roztworu, $\text{cm}^3$	Titrant/ stężenie $\text{mol}/\text{dm}^3$	wskaźnik	Objętości zużytych porcji titranta, $\text{cm}^3$	średnia objętość titranta $V_1$ , $\text{cm}^3$	Zawartość jonów oznaczanych, $\text{mg}/\text{dm}^3$	
jod	50,0	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,05178	kleik skrobiowy	26,50; 26,40; 26,40	26,40	<b>343,0</b>	
Stężenie roztworu jodu w jodku potasu <b>0,04751</b> $\text{mol}/\text{dm}^3$							
Wyjściowa liczba milimoli substancji odmiareczkowanej <b>20,0</b> $[\text{cm}^3] \cdot \mathbf{0,04751} [\text{mol}/\text{dm}^3] = \mathbf{0,95}$ [mmol]							
Liczba milimoli zużytego titranta - $n_{\text{tios}} = c_{\text{tios}} \cdot V_{\text{tios}} = 0,05178[\text{mol}/\text{dm}^3] 26,40[\text{cm}^3] = \mathbf{1,37}$ [mmol]							
Obliczenie liczby milimoli substancji oznaczanej $n_{\text{S}} = n_{\text{I}_2\text{prz}} = n_{\text{I}_2\text{wyj}} - \frac{1}{2} \cdot n_{\text{tios}} = \mathbf{0,27}$ mmol.....							
Obliczenie liczby milimoli substancji oznaczanej w kolbie <b>P</b> $n_{\text{SP}} = 0,27 [\text{mmol}] \frac{200\text{cm}^3}{50\text{cm}^3} = \mathbf{1,07}$ [mmol]							

Ad c. Równania reakcji zachodzących podczas przygotowania próbki w kolbie R, a następnie oznaczania jonów bromkowych (i jodkowych) w próbce wody solankowo-siarczkowej	REC 1	REC 2
	6m	

Przygotowanie roztworu w kolbie R

$$\text{H}_2\text{S} + 2\text{OH}^- + 4\text{ClO}^- \rightarrow \text{SO}_4^{2-} + 4\text{Cl}^- + 2\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{S}^{2-} + 4\text{ClO}^- \rightarrow \text{SO}_4^{2-} + 4\text{Cl}^-$$

$$\text{Br}^- + 3\text{ClO}^- \rightarrow \text{BrO}_3^- + 3\text{Cl}^-$$

$$\text{HCOO}^- + \text{H}^+ + \text{ClO}^- \rightarrow \text{CO}_2 + \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$$

Miareczkowanie roztworu z kolby R

$$\text{BrO}_3^- + 6\text{I}^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 3\text{I}_2 + \text{Br}^- + 3\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$$

Ad d. Obliczenie łącznej zawartości jonów bromkowych i jodkowych, w mmol/dm <sup>3</sup> , w próbce wody poddanej analizie						REC 1	REC 1
						15 m	
Substancja miareczkowana	Objętość badanego roztworu cm <sup>3</sup>	Titrant/ stężenie mol/dm <sup>3</sup>	wskaznik	Objętości zużytych porcji titranta cm <sup>3</sup>	Średnia objętość titranta V <sub>2</sub> cm <sup>3</sup>	Zawartość jonów bromkowych i jodkowych mmol/dm <sup>3</sup>	
jod	25	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,01295	Kleik skrobiowy	4,9; 4,85; 4,80	4,85	0,42	

Liczba milimoli zużytego titranta  $n_{2\text{tios}} = c_{\text{tios}} \cdot V_{2\text{tios}} = 0,01295 [\text{mol/dm}^3] \cdot 4,85 [\text{cm}^3] = \mathbf{0,0630} [\text{mmol}]$

Liczba milimoli substancji odmiareczkowanej  $n_{\text{jodu}} = \frac{1}{2} \cdot n_{2\text{tios}} = \mathbf{0,0315} [\text{mmol}] \dots\dots$

Liczba milimoli substancji oznaczanych  $n_{\text{X}} = \frac{1}{3} \cdot n_{\text{jodu}} = \mathbf{0,0105} [\text{mmol}] \dots\dots$

Liczba milimoli substancji X (jonów jodkowych i bromkowych) oznaczanych w kolbie R = **0,042** [mmol]

Ad e. Równania reakcji zachodzących podczas przygotowania próbki w kolbie S, a następnie oznaczania jonów jodkowych w próbce wody solankowo-siarczkowej	REC 1	REC 2
	5m	

Przygotowanie roztworu w kolbie S

$$\text{H}_2\text{S} + 4\text{Br}_2 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SO}_4^{2-} + 8\text{Br}^- + 10\text{H}^+$$

$$\text{S}^{2-} + 4\text{Br}_2 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SO}_4^{2-} + 8\text{Br}^- + 8\text{H}^+$$

$$\text{I}^- + 3\text{Br}_2 + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{IO}_3^- + 6\text{Br}^- + 6\text{H}^+$$

Równania reakcji przy oznaczaniu jonów jodkowych

$$\text{HCOO}^- + \text{Br}_2 \rightarrow \text{CO}_2 + 2\text{Br}^- + \text{H}^+$$

$$\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$$

Ad <b>f</b> . Oznaczenie zawartości jonów jodkowych w próbce wody poddanej analizie. Obliczenie zawartości jonów bromkowych i jodkowych, w mg/dm <sup>3</sup>					REC 1	REC 1
					15 m	
<i>Objętość próbki pobranej z kolby S</i> cm <sup>3</sup>	<i>Podobieństwo intensywności barwy próbki do wzorca</i> mmol/dm <sup>3</sup>	<i>Stężenie jodu w próbówce</i> mmol/dm <sup>3</sup>	<i>Liczba milimoli jodu w próbówce</i> mmol	<i>Liczba milimoli jonów jodanowych w kolbie S</i> mmol	<i>Liczba milimoli jonów jodkowych w kolbie S</i> mmol	
<b>5,0</b>	ok. 0,08	<b>0,08</b>	<b>0,0012</b>	<b>0,004</b>	<b>0,004</b>	
<p>W 1 dm<sup>3</sup> wody solankowo-siarczkowej jest więc 0,004[mmol] · <math>\frac{1000}{50} = 0,08</math> mmol jonów jodkowych. Po odjęciu tej wartości od łącznej zawartości jonów bromkowych i jodkowych dostaje się zawartość jonów bromkowych tj <b>0,34</b> mmol/dm<sup>3</sup></p> <p>Zawartość jonów bromkowych w wodzie solankowo-siarczkowej wynosi <b>27,2</b> a jodkowych <b>10,2</b> mg/dm<sup>3</sup>.</p>						

### Rozwiązanie zadania 2

Ad <b>a</b> . Równania reakcji zachodzących podczas stapiania związku organicznego z sodem i dalszego postępowania, zgodnie z treścią zadania, do otrzymania roztworów w próbkach	punkty	
	REC 1	REC 1
	8m	
Stapianie z sodem substancji zawierającej azot $C + N + Na \rightarrow NaCN$ z rozkładu substancji organicznej		
Stapianie z sodem substancji zawierającej chlorowec $X_2 + 2Na \rightarrow 2NaX$ z rozkładu substancji organicznej		
Otrzymywanie roztworów w próbkach <b>A1, B1,...,E1</b> $FeSO_4 + 2NaCN \rightarrow Fe(CN)_2 + Na_2SO_4$ $FeSO_4 + 2NaOH \rightarrow Fe(OH)_2 + Na_2SO_4$ $Fe(CN)_2 + 4NaCN \rightarrow Na_4[Fe(CN)_6]$ $Fe(OH)_2 + 2HCl \rightarrow Fe(II) + 2Cl^- + 2H_2O$ (HCl rozc)		
Otrzymywanie roztworów w próbkach <b>A2, B2,...,E2</b> $HNO_3 + NaCN \rightarrow NaNO_3 + HCN \uparrow$ $HNO_3 + NaX \rightarrow$ bz		

Ad <b>b</b> . Wyniki prób rozpuszczalności substancji, odczynu uzyskanych roztworów, identyfikacji heteroatomów, charakteru związku na podstawie widm IR oraz ustalenie masy molowej związków	REC 1	REC 1			
	16 m				
Ampułka	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
Postać związku	białe kryszty	bezb ciecz	żółte kryszty	bezb ciecz	białe kryszty
Rozpuszczalnik (odczyn, barwa)	NaHCO <sub>3</sub> , etanol bezb	CHCl <sub>3</sub> bezb	NaOH, etanol żółty	etanol bezb	HCl ogrz
Dodanie FeCl <sub>3</sub> do próbek serii 1 celem wykrycia azotu	nic	nic	nieb zab	nic	nieb zab

Dodanie AgNO <sub>3</sub> do próbek serii 2 celem wykrycia chlorowca	nic	nic	nic	biały↓ rozp NH <sub>3</sub>	bia-żół↓ trozp NH <sub>3</sub>
Wykrycie tlenu po próbie rozpuszczenia w CHCl <sub>3</sub> z jodem	brun	brun	-	fiol	brun
Charakter związku	arom kwas	arom	arom fenol	arom	arom
Różnica temp wrzenia	1,77 °C	-	1,76 °C	-	1,14 °C
Masa molowa substancji, g/mol	138	106	139	112,45	213,9
Prawdopodobny wzór sumaryczny substancji	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> NOBr
Substancje (przybliżenie)	HOC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> COOH	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CHO	HOC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> NO <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NHCOCH <sub>3</sub>

Ad c. Potwierdzenie identyfikacji poprzez reakcje charakterystyczne z wykorzystaniem zestawu dostępnych odczynników

REC 1

REC 1

10 m

Amp A) Substancja rozpuszcza się w wodorowęglanie sodu, co wskazuje na obecność grupy karboksylowej. Po rozpuszczeniu substancji w alkoholu etylowym i dodaniu roztworu chlorku żelaza(III) pojawia się charakterystyczne dla grupy fenylovej fioletowe zabarwienie.

Amp B) Pozytywna próba z amoniakalnym roztworem srebra (odczynnik Tollensa). Utlenianie za pomocą KMnO<sub>4</sub> w środowisku alkalicznym, po zakwaszeniu osad kwasu benzoowego.

Amp C) Negatywna próba z FeCl<sub>3</sub>. Odbarwienie roztworu po zakwaszeniu (wskaźnik pH). Po ogrzaniu z kwasem i pyłem cynkowym pozytywna reakcja z FeCl<sub>3</sub> lub reakcja diazowania i sprzęgania z 2-naftolem.

Amp D) Negatywna próba z AgNO<sub>3</sub> (inertny chlorowiec). Negatywna próba z podchlorynem sodu i chloroformem (warstwa organiczna bezbarwna).

Amp E) Ogrzewanie z kwasem chlorowodorowym powoduje rozpuszczenie związku z wydzielenie kwasu octowego, co w połączeniu z wykryciem azotu może świadczyć o obecności acetanilidu. Substancja pozostała w roztworze ulega reakcji diazowania z NaNO<sub>2</sub> i sprzęgania z 2-naftolem z utworzeniem barwnika azowego.



Ad <i>d.</i> Potwierdzenie identyfikacji poprzez analizę widm w podczerwieni oraz widm NMR	REC 1	REC 1
	10m	
<b>Amp A)</b>		
<u>Widmo IR</u> – ok. 3300- 3200 - $\nu_{OH}$ grupy OH, 3200- 2800 - $\nu_{OH}$ grupy -COOH; 1700-1650 - $\nu_{C=O}$ grupy -COOH; 1600-1450 - $\nu_{C=C}$ pierścienia benzenowego, 1300-1200 - $\nu_{CO}$ grupy -COOH.		
Brak szerokiego sygnału 3600 $\nu_{OH}$ świadczy o występowaniu wewnątrzcząsteczkowego wiązania wodorowego z udziałem grupy OH, co wskazuje na podstawienie <i>orto</i> .		
<u>Widmo NMR</u> ok. 10,5 ppm - proton grupy fenolowej, -7,9-6,9 ppm protony pierścienia aromatycznego. Brak widocznego sygnału dla protonu grupy COOH. Stosunek sygnałów jak 1:1:1:1:1. Widmo charakterystyczne dla <b>kwasu salicylowego</b> .		
<b>Amp B)</b>		
<u>Widmo IR</u> - ok. 3000 - $\nu_{CH}$ arom, dwa pasma ok. 2800 - $\nu_{CH}$ aldehyd, 1700 $\nu_{C=O}$ aldehydu aromat, 1600-1450 $\nu_{C=C}$ aromat,		
<u>Widmo NMR</u> - ok. 10 ppm proton grupy aldehydowej, ok. 7,8 protony w pozycji <i>orto</i> , ok. 7,5 protony w pozycji <i>meta</i> i <i>para</i> . Stosunek sygnału 1:2:2. Potwierdza to obecność <b>benzaldehydu</b> .		
<b>Amp C)</b>		
<u>Widmo IR</u> - 3600 - $\nu_{OH}$ grupy OH, ok. 3000 - $\nu_{CH}$ arom; 1600-1500 - $\nu_{C=C}$ aromat, 1500-1300 - dwa pasma grupy nitrowej.		
<u>Widmo NMR</u> – 3 grupy, ok. 6,9 i 8,1 ppm – <i>para</i> podstawiona pochodna benzenu, dość znaczna różnica przesunięć wskazuje na obecność grupy elektronodonorowej i elektronoakceptorowej (fenolowej i nitrowej), ok. 10,5 proton grupy OH (kwaśny charakter związku). Stosunek sygnałów 2:2:1. Potwierdza to występowanie <b>4-nitrofenolu</b> .		
<b>Amp D)</b>		
<u>Widmo IR</u> - ok. 3000 - $\nu_{CH}$ arom; 1600-1500 - $\nu_{C=C}$ aromat; dwa ok. 700 monopodstawiona pochodna benzenu		
<u>Widmo NMR</u> - jedna grupa pików przy ok. 7,4 ppm, przy nieznacznym przesunięciu chemicznym charakterystycznym dla monopodstawionego chlorem pierścienia benzenowego - <b>chlorobenzen</b>		
<b>Amp E)</b>		
<u>Widmo IR</u> - 3300 - $\nu_{NH}$ ; ok. 3000 - $\nu_{CH}$ arom; 3000-2900 - $\nu_{CH}$ alkilowe; 1700 - $\nu_{C=O}$ , 1730-1680 – pasmo amidowe; 1600-1500 - $\nu_{C=C}$ aromat; 1320 - $\nu_{CN}$ amina aromatyczna,		
<u>Widmo NMR</u> – singlet przy 2,1 ppm wskazuje na obecność grupy metylowej, sygnały pierścienia aromatycznego wskazują na <i>para</i> podstawioną pochodną benzenu, szeroki sygnał przy 8,4 ppm może pochodzić od protonu grupy amidowej. Potwierdza to występowanie <b>4-bromoacetanilidu</b>		

RAZEM ZA ZADANIE 1 I ZADANIE 2 104 M 60 PKT