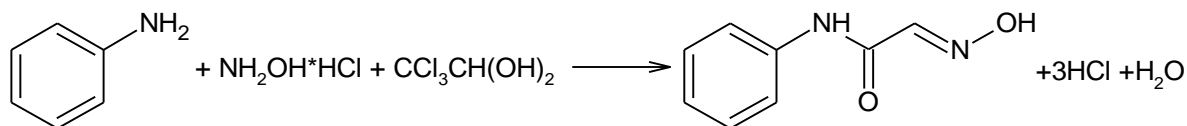


## Ćwiczenie 54

Otrzymywanie 2-(hydroksylimino)-*N*-fenyloacetamidu –półproduktu do syntezy Atofanu

Anilina	Chlorowodorek hydroksyloaminy	Wodzian chloralu	Hydroksylimino)- <i>N</i> -fenyloacetamid
---------	-------------------------------	------------------	---

## Surowce i odczynniki:

Wodzian chloralu	9 g	(0,05 mola)
Anilina (d=1,021 g/cm <sup>3</sup> )	4.65 g	(0,05 mola)
Siarczan sodu krystaliczny	13 g	(0,09 mola)
Kwas solny stężony	4.5 mL	(0,14 mola)
Chlorowodorek hydroksyloaminy	10 g	(0,14 mola)

## Sprzęt laboratoryjny:

Kolba trójśczyjna okrągłodenna	500 mL	1 szt.
Mieszadło mechaniczne		1 szt.
Lejek nasypowy plastikowy		1 szt.
Lejek szklany zwykły		1 szt.
Zlewka	100 mL	2 szt.
Zlewka	50 mL	1 szt.
Cylinder miarowy	200 mL	1 szt.
Cylinder miarowy	10 mL	1 szt.
Lejek ze spiekim szklanym (Schotta)		1 szt.
Kolba ssawkowa	500 mL	1 szt.
Szalka Petrie'go		1 szt.
Bagietka		1 szt.
Łopatka metalowa		1 szt.
Łyzeczka plastikowa		1 szt.
Korek szklany do odciskania osadu z gładkim grzybkiem		1 szt.
Czasza grzejna		1 szt.
Pipeta wielomiarowa	5 mL	1 szt.
Termometr		1 szt.
Złącze ekspansywne		1 szt.
Cylinder miarowy	50 mL	1 szt.

**Wykonanie:**

Do kolby trójszyjnej (poj. 500 mL), zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne i chłodnicę zwrotną, wsypać wodzian chloralu (9 g), dodać wodę (120 mL) i delikatnie ogrzać do rozpuszczenia. Do ciepłego roztworu mieszaniny reakcyjnej dodawać małymi porcjami krystaliczny siarczan sodu (13 g). W zlewce (poj. 100 mL) rozpuścić anilinę (4,65 g) w mieszaninie wody (30 mL) i stężonego kwasu solnego (4,5 mL). Tak sporządzony roztwór dodawać porcjami do mieszaniny reakcyjnej w kolbie (**Uwaga 1**).

Następnie do mieszaniny reakcyjnej dodać porcjami przygotowany roztwór chlorowodoru hydroksyloaminy (10 g) w wodzie (50 mL) (**Uwaga 2**). Mieszaninę reakcyjną utrzymywać w łagodnym wrzeniu przez 30 min. (**Uwaga 3**). Stopniowo ochłodzić mieszaninę reakcyjną do temperatury pokojowej, a następnie do temp. ok. 10 °C. Wytrącony krystaliczny osad 2-(hydroksyimino)-*N*-fenyloetanoamidu odsączyć na lejku ze spiekim szklanym (**Uwaga 4**). Osad przenieść na szalkę Petrie'go i suszyć na powietrzu. Wyszuszony osad zważyć, obliczyć wydajność reakcji i oznaczyć temperaturę topnienia.

**Uwaga 1:** Po dodaniu pierwszej porcji roztworu aniliny mieszanina reakcyjna może zmętnieć a później zmienić barwę na żółtą.

**Uwaga 2:** Po dodaniu pierwszej porcji roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy mieszanina reakcyjna odbarwia się z koloru żółtego do białego. Podczas dalszego dodawania może wytrącić się brązowy osad.

**Uwaga 3:** Brązowy osad całkowicie się rozpuszcza. Roztwór przybiera barwę jasno-pomarańczową.

**Uwaga 4:** Nie przemywać wodą.

**Produkt:**

Według przepisu literaturowego otrzymuje się 7 g produktu (wyd. 44%), temperatura topnienia 175 °C [*Organic Syntheses, Coll. Vol. 1, 1941, 327*].