

Protokol č.6: Príprava acetofenónoxímu.

Meno: Slavomír Boňko 2BCHb1

Dátum cvičenia: 08.11.2017

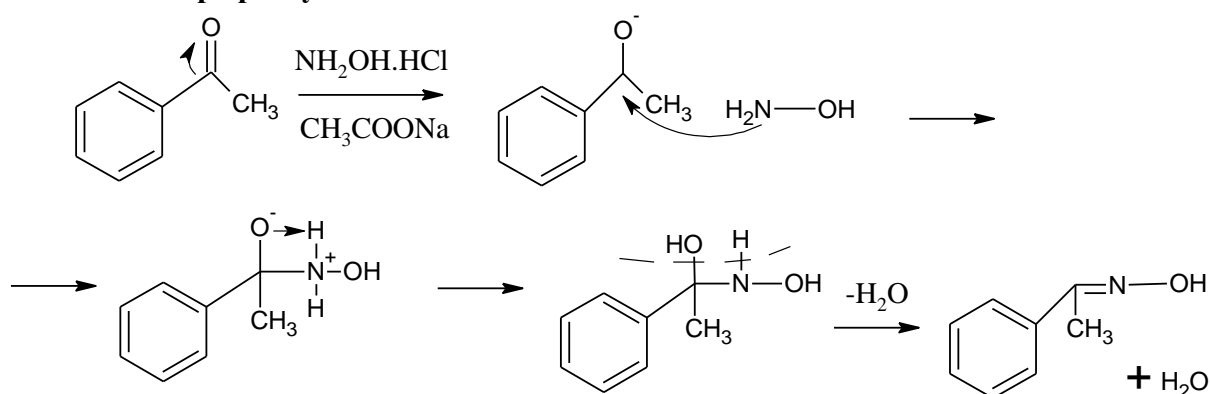
Teória:

Vznik oxímov: - pri reakcii hydroxylamínu s karbonylovou zlučeninou

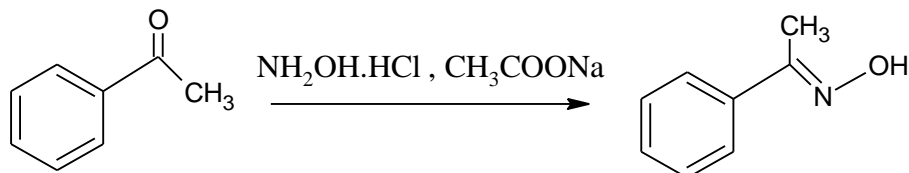
Typy oxímov: - **aldoxímy** - pripravené z aldehydov

- **ketoxímy** - pripravené z ketónov

Mechanizmus prípravy acetofenónoxímu:



Súhrnná reakcia:



Pomôcky:

aparatura pre reflux: varná banka, elektrický varič, vodný kúpeľ (hrniec s vodou), spätný chladič, hadice pre prívod a odvod vody, svorky, lapáky, stojan

aparatura na odsávanie: Büchnerov lievnik, výveva, kruh filtračného papiera, odsávací banka sklenená tyčinka, špachtľa, lyžička

Chemikálie:

Acetofenón (C₆H₅COCH₃) M_R=120,15 g.mol⁻¹ – 3ml

Hydroxylamínhydrochlorid (NH₂OH·HCl) M_R=69,49 g.mol⁻¹ – 2g

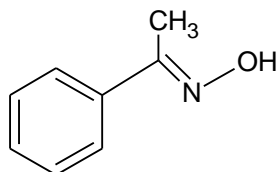
Octan sodný (CH₃COONa) M_R=82,03 g.mol⁻¹ – 2,5g

Etanol (95%) (CH₃CH₂OH) M_R=46,26 g.mol⁻¹ – 5ml

Voda (H₂O) M_R=18 g.mol⁻¹ – 20ml

Vzorec pripravenej látky:

Acetofenonoxím

**Postup:**

Do 100 ml okrúhlej varnej banky dáme 3 ml acetofenónu, 2 g hydroxylamínhydrochloridu, 2,5 g octanu sodného a 20 ml vody. Reakčnú zmes miešame sklenenou tyčinkou, kým sa tuhé látky úplne nerozpustia. Následne pridáme za miešania 5 ml etanolu, a pozorujeme ako sa nám rozpúšťa acetofenón. Banku pripojíme na spätný chladič a pripojíme hadice na prívod a odvod vody. Obsah banky budeme zahrievame na vriacom vodnom kúpeli a refluxovať ju budeme 40 minút. Po refluxe reakčnú zmes ochladíme v miske s ľadom a pomocou špachtle škrabeme po stenách banky aby sa nám centrum vzniku kryštálov, presunulo do stredu banky. Vylúčené kryštáliky surového produktu odsajeme na Büchnerovom lieviku. Pripravený Acetofenónoxím má hmotnosť **0,886 g** a výťažnosť má hodnotu **22,6%**.

Výsledky:

Hydroxylamínhydrochlorid
(NH₂OH.HCl)

$$m(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) = 2\text{g}$$

$$\underline{M(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) = 69,49 \text{ g.mol}^{-1}}$$

$$n(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) = m(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) / M(\text{NH}_2\text{OH.HCl})$$

$$n(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) = 2 / 69,49$$

$$\underline{n(\text{NH}_2\text{OH.HCl}) = 0,029 \text{ mol}}$$

$$\zeta = n / v$$

$$\zeta = 0,029 / 1$$

$$\underline{\zeta = 0,029 \text{ (pre celú reakciu)}}$$

Výťažnosť Acetofenónoxímu

(C₆H₅CCH₃NOH = C₈H₉NO):

$$n(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}) = 0,029 \text{ mol}$$

$$m(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}) = n(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}) \cdot M(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO})$$

$$m(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}) = 0,029 \cdot 135,16$$

$$\underline{m(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}) = 3,92 \text{ g}}$$

$$\underline{\text{Teoreticky získaná hmotnosť} = 3,92 \text{ g}}$$

$$\underline{\text{Experimentálne získaná hmotnosť} = 0,886 \text{ g}}$$

$$\eta = V(\text{exp.}) / V(\text{teoret.}) \cdot 100\%$$

$$\eta = 0,886 / 3,92 \cdot 100\%$$

$$\underline{\eta = 22,6 \%}$$

Záver : Pri tomto cvičení sme mali za úlohu vyrobiť acetofenónoxím. Najprv sme dali do varnej okrúhlej banky návažky acetofenónu, hydroxylamínhydrochloridu, octanu sodného a príliali sme potrebné množstvo vody. Do reakčnej zmesi sme po premiešaní pridali etanol a následne sme ju zahrievali. Po zohrievaní sme ju ochladili ľadom a následne odsali na Buchnerovom lieviku. Vzniklo nám produkt s hmotnosťou **0,886 g**. Výt'ážnosť tejto reakcie má hodnotu **22,6 %**. Nižšiu výslednú výt'ážnosť produktu môžeme pripísať nezreagovaniu všetkých reaktantov v reakčnej zmesi, či nedostatočnému odsatiu produktu na Buchnerovom lieviku, alebo aj množstvu produktu, ktoré nám zostalo vo varnej banke.