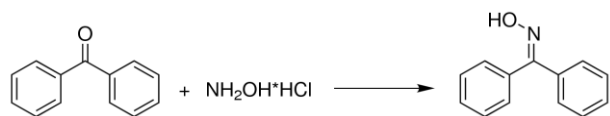


Benzofenon-oxim

Reakce:



Postup:

Do baňky o objemu **50 ml** navážíme **0,01 mol** benzofenonu a přidáme **15 ml** ethanolu. Ve dvou kádinkách rozpustíme samostatně ve **4 ml** vody **0,02 mol** hydrochloridu hydroxylaminu a **0,04 mol** NaOH a roztoky přidáme do baňky. Obsah baňky následně zahříváme pod zpětným chladičem k mírnému varu. Průběh reakce sledujeme pomocí tenkovrstvé chromatografie, první analýzu provedeme ještě před započítím zahřívání. Každých **20 minut** přerušíme zahřívání a po ochladnutí roztoku nanese pomocí kapiláry část roztoku na silufolovou destičku. Kromě reakční směsi nanese na destičku také standardy výchozích látek. Chromatogram vyvíjíme pomocí mobilní fáze obsahující hexan a ethyl-acetát v poměru 4:1. V zahřívání pokračujeme až do okamžiku, kdy tenkovrstvá chromatografie ukáže vymizení benzofenonu z reakční směsi. Po skončení reakce baňku ochladíme v ledové lázni a její obsah následně vlijeme do směsi **10 ml** koncentrované kyseliny chlorovodíkové, **10 g** ledu a **30 ml** vody. Sraženinu odsajeme a na filtru důkladně promyjeme **3 × 20 ml** vody. Surový produkt na Büchnerově nálevce zbavíme vody důkladným vymačkáním. Produkt rekrystalizujeme z methanolu (přibližně 5 ml na 1 g surového produktu) s užitím vhodného adsorbentu. Po vysušení produktu ve vakuové sušárně stanovíme jeho bod tání a změříme infračervené spektrum v tabletě KBr.

Vlastnosti:

Benzofenon-oxim je bílá krystalická látka s teplotou tání 143,5–144,5 °C. Látku je potřeba uchovávat v inertní ochranné atmosféře, protože ve styku se vzduchem dochází pomalu k jeho rozkladu na benzofenon a kyselinu dusičnou.

Doplňující otázky:

1. Určete retenční faktor benzofenonu a jeho oximu. Jaké faktory mohou u látky ovlivnit velikost R_f ?
2. Oximy se vyznačují možností existence tautomerní rovnováhy. Nakreslete strukturu druhého tautomeru benzofenon-oximu.
3. Oximy nesymetricky substituovaných karbonylových sloučenin lze rozdělit na dva stereoisomery. O jaký druh stereoisomerie se jedná a čím se tyto stereoisomery liší?