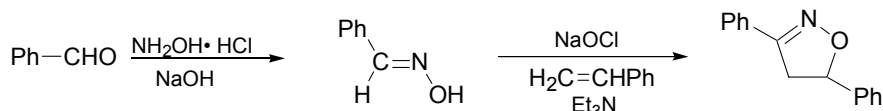
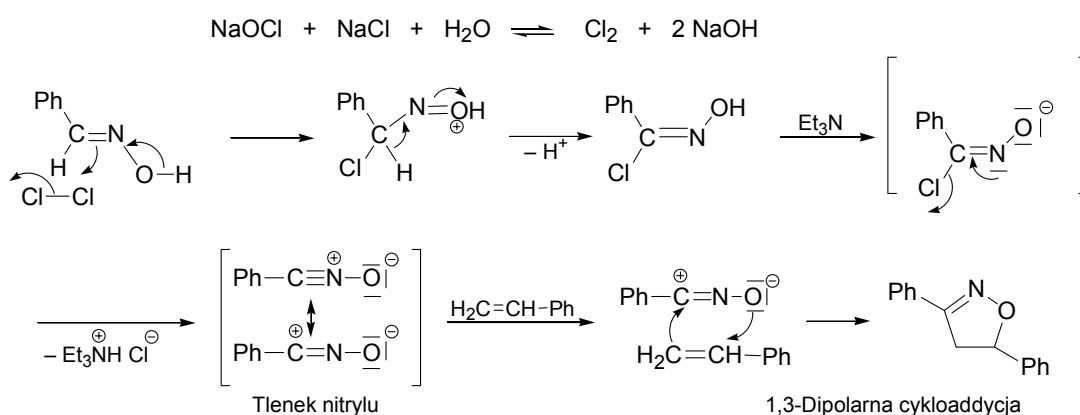


## 3,5-DIFENYLO-4,5-DIHYDROIZOKSAZOL

**Cel zadania.** Poznanie izomerii oksymów i 1,3-dipolarnej cykloaddycji tlenku nitrylu jako metody syntezy związków heterocyklicznych. Interpretacja widm IR,  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  NMR i MS.



### Mechanizm



### (E)-BENZALDOKSYM

#### Odczynniki

Benzaldehyd	5,20 g (49 mmoli)
Chlorowodorek hydroksyloaminy	4,20 g (60 mmoli)
Wodorotlenek sodu	3,50 g (87 mmoli)
Kwas octowy	
Eter dietylowy	60 ml
Siarczan magnezu bezw.	

#### Aparatura

Kolba dwuszyjna 100 ml  
 Chłodnica zwrotna  
 Mieszadło magnetyczne  
 Rozdzielacz

### Wykonanie

W kolbie dwuszyjnej o poj. 100 ml zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne oraz w chłodnicę zwrotną rozpuszcza się wodorotlenek sodu (3,50 g, 87 mmoli) w wodzie (30 ml). Po ochłodzeniu, do uzyskanego roztworu dodaje się energicznie mieszając, kolejno benzaldehyd (0,50 ml), chlorowodorek hydroksyloaminy (0,50 g). Następnie w 5 minutowych odstępach czasu dodaje się kolejne porcje benzaldehydu i chlorowodoru hydroksyloaminy. Po dodaniu reagentów zawartość kolby miesza się przez 10 minut i mieszaninę neutralizuje kwasem octowym, chłodzi do temperatury pokojowej i ekstrahuje eterem dietylowym (2 x 30 ml). Ekstrakty eterowe suszy się bezw. siarczanem magnezu, sączy i usuwa rozpuszczalnik na wyparce obrotowej. Otrzymuje się 5,40 g (91%) surowego (*E*)-benzaldoksymu w postaci oleju (czysty (*E*)-benzaldoksym topi się w temperaturze 35 °C). Uzyskany produkt stosuje się bez dalszego oczyszczania do syntezy 3,5-difenylo-4,5-dihydroizoksazolu.

## Analiza

Wykonanie widma IR (film cieczy).

### 3,5-DIFENYLO-4,5-DIHYDROIZOKSAZOL

#### Odczynniki

( <i>E</i> )-Benzaldoksym	2,50 g (21 mmoli)
Styren	2,60 g (25 mmoli)
Trietyloamina	0,20 g (2 mmole)
Podchloryn sodu (roztw. wodny zaw. ok. 5% wolnego Cl <sub>2</sub> )	50 ml
Dichlorometan	65 ml
Siarczan magnezu bezw. Etanol	

#### Aparatura

Kolba trójszyjna o poj. 250 ml  
Chłodnica powietrzna  
Wkraplacz  
Termometr  
Mieszadło magnetyczne  
Łaźnia wodno-lodowa  
Rozdzielacz

## Wykonanie

W kolbie trójszyjnej o poj. 250 ml zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne, chłodnicę zwrotną, wkraplacz oraz termometr, rozpuszcza się styren (2,60 g, 25 mmoli) i trietyloaminę (0,20 g, 2 mmole) w dichlorometanie (15 ml); dodaje się wodny roztwór podchlorynu sodu (50 ml) i chłodzi w łaźni wodno-lodowej. Energicznie mieszając, w temp. około 5 °C, wkrapla się w ciągu 15 minut roztwór (*E*)-benzaldoksymu (2,5 g, 21 mmoli) w dichlorometanie (10 ml). Mieszaninę utrzymuje się w łaźni wodno-lodowej, miesza przez 45 minut, przenosi się do rozdzielacza i oddziela warstwę organiczną. Warstwę wodną ekstrahuje się dichlorometanem (2 x 20 ml). Ekstrakty suszy się bezw. siarczanem magnezu, odsącza i usuwa rozpuszczalnik na wyparce obrotowej. Otrzymuje się około 4 g surowego produktu, który krystalizuje się z etanolu. T.t. 73-75 °C.

## Analiza

Wykonanie widma IR (zawiesina w nujolu). Interpretacja widm <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C NMR i MS.

## Literatura

- 1) L. M. Harwood, Ch. J. Moody, *Experimental Organic Chemistry*, Blackwell Scientific Publications, 1999, Second ed. s. 437.
- 2) G. A. Lee, *Synthesis*, **1982**, 508.

**BHP**

**Benzaldehyd** jest szkodliwy po spożyciu, działa drażniąco na skórę.

**Etanol, eter dietylowy** są bardzo łatwopalne. Nie używać podczas pracy otwartego ognia.

**Dichlorometan** jest szkodliwy przy wdychaniu, unikać kontaktu ze skórą i oczami.

**Kwas octowy** jest silnie żrący i drażniący. Należy zachować ostrożność w pracy.

*W razie kontaktu natychmiast zmyć dużą ilością wody.*

**Wodorotlenek sodu** jest silnie żrący, powoduje dotkliwe oparzenia. W razie kontaktu zmyć natychmiast dużą ilością wody.

**Styren** jest palny, szkodliwy przy wdychaniu, drażniący dla oczu i skóry.

**Opracował:** dr Andrzej Prewysz-Kwinto