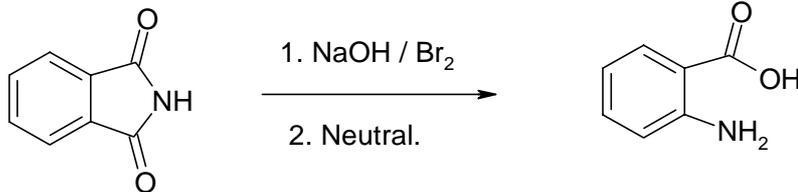


## Hofmann-Umlagerung: **Anthranilsäure**

*Macroscale*



Rk. unter  
Kühlung  
Umkristall.

### **Chemikalien:**

### **Durchführung der Reaktion:**

Man löst in einem 100 ml Erlenmeyerkolben mit Magnetührstab 8.0 g Natriumhydroxid in 30 ml Wasser und kühlt dann diese Lösung unter Rühren in einem Eisbad. Man gibt 2.1 ml (6.5 g) Brom auf einmal zu der kalten Natrolauge und rührt so lange heftig, bis alles Brom abreagiert hat und das Gemisch wieder ca. 0 °C erreicht hat. Man setzt das kräftige Rühren fort und gibt 5.9 g fein gepulvertes (evtl. selbst im Mörser pulverisieren) Phthalimid in den Erlenmeyerkolben, gefolgt von weiteren 5.5 g Natriumhydroxid in 20 ml Wasser (kalte Lösung!). Man entfernt das Eisbad, misst die Innentemperatur des Gemischs und lässt das Gemisch sich selbst auf ca. 70 °C erwärmen (nicht viel höher!) und rührt ca. 15 Minuten weiter. Die klare Lösung (wenn sie trüb ist, muss sie filtriert werden) kühlt man in einem Eisbad unter weiterem Rühren und gibt aus einer Pipette tropfenweise konz. Salzsäure zu, bis die Lösung gerade neutralisiert ist (mit Indikatorpapier prüfen); etwa 15 ml Salzsäure sollten nötig sein. Wenn die Lösung sauer geworden ist, wird sie mit wenig Natronlauge neutralisiert; das ist aber möglichst zu vermeiden.

### **Isolierung und Reinigung**

Das Gemisch wird in ein 600 ml Becherglas überführt und dort die Anthranilsäure durch Zugabe von 5 ml Eisessig ausgefällt.

Der Niederschlag wird abgesaugt, mit 10 ml kaltem Wasser gewaschen und dann in der minimal nötigen Menge siedenden Wassers unter Zusatz von etwas Aktivkohle gelöst. Die Aktivkohle wird heiß abfiltriert und das Filtrat in Eis gekühlt. Die ausgefallene Anthranilsäure wird wieder abgesaugt, durch Durchsaugen von Luft vorgetrocknet und dann in einem evakuierten Kolben in der Wärme bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt des Produktes.

Literaturausbeute: nicht angegeben

Lit.-Smp: 145 - 148 °C