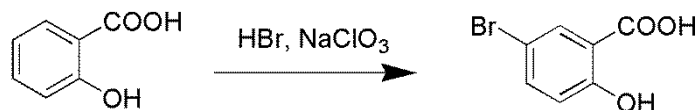


BROMOSALICYLCHLORANILID – synteza 2-etapowa

5-Bromo-4'-chlorosalicylanilid

Etap 1. Synteza kwasu 5-bromosalicylowego**Odczynniki**

3,4 g (0,025 mola) kwasu salicylowego

12,7 g (0,063 mola) 40% kwasu bromowodorowego (d = 1,38 g/cm³)

0,9 g (0,008 mola) chloranu (V) sodu

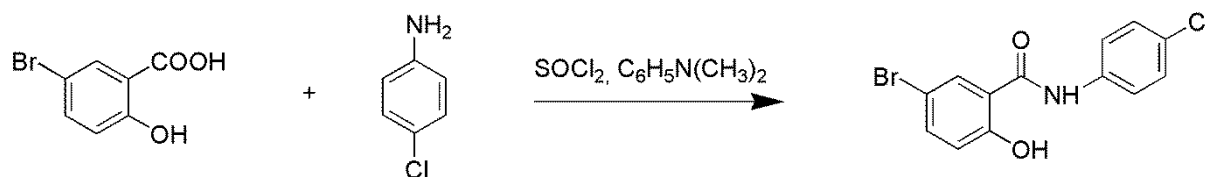
9,0 ml 80% kwasu octowego

Wykonanie preparatu

W kolbce dwuszyjnej okrągłodennej o pojemności 50 ml przygotowuje się zawiesinę kwasu salicylowego, kwasu bromowodorowego i kwasu octowego. Kolbkę umieszcza się na mieszadle magnetycznym pod chłodnicą zwrotną i całość ogrzewa się do uzyskania klarownego roztworu. Następnie z wkraplacza dozuje się powoli wcześniej przygotowany roztwór chloranu (V) sodu w 1,5-2,0 ml wody. Całość miesza się jeszcze przez 0,5 h, po czym po ostudzeniu wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa 5 ml 40% kwasu octowego. Z przesączu po zagęszczeniu do ok. 1/3 objętości uzyskuje się dodatkową ilość produktu. Połączone osady oczyszczają się przez krystalizację z wody.

Właściwości:

Biały drobnokrystaliczny proszek o t.t. 165-167 °C, rozpuszczalny w wodzie, etanolu, kwasie octowym

Etap 2. Synteza 5-bromo-4'-chlorosalicylanilidu**Odczynniki**

3,50 g (0,016 mola)	kwasy 5-bromosalicylowego
2,03 g (0,016 mola)	4-chloroaniliny
1,94 g (0,016 mola)	N,N-dimetyloaniliny (d=0,96 g/cm ³)
2,34 g (0,020 mola)	chlorku tionylu (d = 1,64 g/cm ³)
20,0 ml	toluenu
10-15 ml	10% kwasu solnego
ok. 15 ml	5% wodorotlenku sodu
q.s.	etanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W dwuszyjnej kolbce okrągłodennej o pojemności 50 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i wkraplacz sporządza się mieszaninę kwasu 5-bromosalicylowego, 4-chloroaniliny i N,N-dimetyloaniliny w 15 ml toluenu. Następnie wkrapla się roztwór chlorku tionylu w 5 ml toluenu (**uwaga! – reagent o właściwościach drażniących i nieprzyjemnym zapachu**), po czym całość ogrzewa się przez 0,5 h w temp. ok. 100°C (może być na łaźni wodnej). Następnie oddestylowuje się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem a do pozostałości dodaje się 10 – 15 ml 10% kwasu solnego (do odczynu kwaśnego), odsącza osad na lejku Büchnera i przemywa wodą do zaniku odczynu kwaśnego. Produkt reakcji oczyszcza się przez rozpuszczenie w 5% r-rze wodorotlenku sodu (ok 15 ml), ogrzanie z dodatkiem niewielkiej ilości węgla aktywnego. Po odsączeniu na sączku karbowanym z przesączu wytrąca się przez zakwaszenie 10% kwasem solnym właściwy produkt reakcji. Wydzielony osad po odsączeniu krystalizuje się z etanolu. Wydajność 65 – 70%.

TLC

toluen : aceton 4 : 1

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t 238-242 °C, trudno rozpuszczalne w metanolu, etanolu, acetonie i chlorobenzenie

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ


1. Chloran (V) sodu

CAS: 7775-09-9

Postać: ciało stałe (krystaliczne)

Barwa: białawy

Zapach: bezwonny

Symbol	
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H271 Może spowodować pożar lub wybuch; silny utleniacz. H302 Działa szkodliwie po połknięciu. H411 Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
środki ostrożności	P210 Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, źródeł iskrzenia, otwartego ognia. Nie palić. P221 Zastosować wszelkie środki ostrożności w celu uniknięcia mieszanania z innymi materiałami zapalnymi. P273 Unikać uwolnienia do środowiska. P306+P360 W PRZYPADKU KONTAKTU Z ODZIEŻĄ: natychmiast spłukać zanieczyszczoną odzież i skórę dużą ilością wody przed zdjęciem odzieży.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


2. Chlorek tionylu

CAS: 7719-09-7

Postać: ciecz

Barwa: żółta


Zapach: drażniący, specyficzny

symbol	 GHS05, GHS06
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H302 Działa szkodliwie po połknięciu. H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H331 Działa toksycznie w następstwie wdychania.
środki ostrożności	P260 Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy. P280 Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. P303 + P361 + P353 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody/prysznicem. P304 + P340 + P310 W

	<p>PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do swobodnego oddychania. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem. P305 + P351 + P338 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. P403 + P233 Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty.</p> <p>EUH014 Reaguje gwałtownie z wodą. EUH029 W kontakcie z wodą uwalnia toksyczne gazy.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

3. 4-Chloroanilina


CAS: 106-47-8
Postać: ciało stałe
Barwa: bezbarwna
Zapach: specyficzny

symbol	 <p>GHS09 GHS06.GHS08.</p>
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	<p>H301 Działa toksycznie po połknięciu. H311 Działa toksycznie w kontakcie ze skórą. H317 Może powodować reakcję alergiczną skóry. H331 Działa toksycznie w następstwie wdychania. H350 Może powodować raka. H410 Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.</p>
środki ostrożności	<p>P201 Przed użyciem zapoznać się ze specjalnymi środkami ostrożności. P261 Unikać wdychania pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy. P273 Unikać uwolnienia do środowiska. P280 Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną. P301 + P310 W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. P311 Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

4. N,N-Dimetyloanilina

CAS: 121-69-7

Postać: ciecz
Barwa: żółta
Zapach: aminowy

Symbol	 GHS06,GHS08,GHS09
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H301 Działa toksycznie po połknięciu. H311 Działa toksycznie w kontakcie ze skórą. H331 Działa toksycznie w następstwie wdychania. H351 Podejrzewa się że powoduje raka. H411 Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
środki ostrożności	P273 Unikać uwolnienia do środowiska. P281 Stosować wymagane środki ochrony indywidualnej. P302 + P352 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody z mydłem. P304 + P340 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. P308 + P310 W PRZYPADKU narażenia lub styczności: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki


5. Kwas 5-bromosalicylowy

CAS: 89-55-4
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

Nie jest substancją lub mieszaniną niebezpieczną zgodnie z rozporządzeniem (WE) 1272/2008.

6. Kwas bromowodorowy 48%


CAS: 10035-10-6
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: ostry

Symbol	 GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H335 Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
środki ostrożności	P280 Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. P301 + P330 + P331 W PRZYPADKU POŁKNIECIA: wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów.

	<p>P304 + P340 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie.</p> <p>P305 + P351 + P338 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać.</p> <p>P308 + P310 W PRZYPADKU narażenia lub styczności: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki


7. Kwas octowy

CAS: 64-19-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: ostry, gryzący

Symbol	 GHS02, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	<p>H226 - Łatwopalna ciecz i pary.</p> <p>H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.</p>
środki ostrożności	<p>P301+P330+P331 - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów.</p> <p>P307+P310 - W przypadku narażenia: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.</p> <p>P305+P351+P338 - W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Kontynuować płukanie.</p> <p>P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione.</p> <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


8. Kwas salicylowy

CAS: 69-72-7
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

Symbol	 GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H302 Działa szkodliwie po połknięciu. H318 Powoduje poważne uszkodzenie oczu.
środki ostrożności	P280 Stosować ochronę oczu/ ochronę twarzy. P301 + P312 + P330 W PRZYPADKU POŁKNIECIA: W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. Wypłukać usta. P305 + P351 + P338 + P310 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


9. Etanol

CAS: 64-17-4
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: charakterystyczny

Symbol	 GHS02, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H225 - Wysoce łatwopalna ciecz i pary H319 - Działa drażniąco na oczy
środki ostrożności	P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione P305+P351+P338 - W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Kontynuować płukanie P370+P378 - W przypadku pożaru: Użyć wody, piany, proszku, CO ₂ P403+P235 - Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

10. Toluen

CAS: 108-88-3
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: aromatyczny

Symbol	 GHS02 , GHS07 , GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	<p>H225 – Wysoce łatwopalna ciecz i pary</p> <p>H304 – Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią.</p> <p>H315 – Działa drażniąco na skórę.</p> <p>H336 – Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy.</p> <p>H361d – Podejrzewa się, że działa szkodliwie na dziecko w łonie matki.</p> <p>H373 – Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie .</p>
środki ostrożności	<p>P210 – Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Palenie wzbronione.</p> <p>P260 – Nie wdychać pyłu/dymu/gazu/mgły/par/rozpylonej cieczy</p> <p>P280 – Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną</p> <p>P301 + P310 – W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem.</p> <p>P370 + P378 – W przypadku pożaru: Stosować zraszanie wodą, piany alkoholoodporne, suche chemikalia lub dwutlenek węgla. Mały pożar gasić gaśnicą proszkową lub śniegową (dwutlenek węgla). Duży pożar: palące się zbiorniki lub rozlewiska gasić pianą lub prądami wodnymi rozproszonymi. Nie stosować zwartych strumieni wody na powierzchnię cieczy.</p> <p>P403 + P235 – Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki