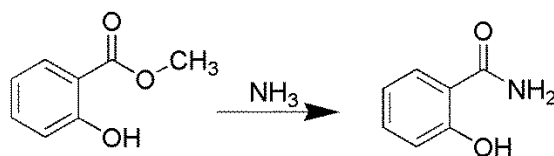


ETENZAMID – synteza 2 etapowa

2-Etoksybenzamid

Etap 1. Synteza salicylamidu



Odczynniki

4,0 g (0,026 mola)	salicylanu metylu (d = 1,18 g/cm ³)
36,0 ml	25% roztworu amoniaku
20,0 ml	nasyconego roztworu wodorowęglanu sodu (5g)

Wykonanie preparatu

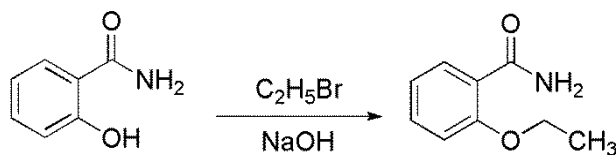
W kolbce okrągłodennej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w szlifowany lub gumowy korek umieszcza się salicylan metylu i amoniak i miesza intensywnie na mieszadle magnetycznym do zaniku warstwy oleistej (ok. 4-5 h). Następnie roztwór zagęszcza się do połowy objętości przez destylację prostą, a pozostałość przenosi do zlewki o pojemności 100 ml i rozcieńcza 35 ml gorącej wody. Wydzielony osad 2-hydroksybenzamid odsącza się na lejku Büchnera i przepłukuje zimną wodą. W celu usunięcia ewentualnie powstającego ubocznie kwasu salicylowego, surowy osad 2-hydroksybenzamid miesza się z 20 ml nasyconego roztworu wodorowęglanu sodu, sączy na lejku Büchnera, przemywa 10 ml zimnej wody i krystalizuje z wody.

TLC

chloroform : aceton 4 : 1

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 139-142 °C, łatwo rozpuszczalne w etanolu i gorącej wodzie, trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie i chloroformie.

Etap 2. Synteza etenzamidu (2-etoksybenzamid)**Odczynniki**

2,7 g (0,020 mola)	2-hydroksybenzamid (salicylamidu)
0,8 g (0,020 mola)	wodorotlenku sodu
4,0 g (0,026 mola)	bromoetanu (bromku etylu); $d = 1,461 \text{ g/cm}^3$
10,0 ml	etanolu
q.s.	70% etanolu do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W kolbce okrągłodennej o pojemności 50 (100) ml przygotowuje się roztwór wodorotlenku sodu w 15 ml wody, po czym dodaje się 2-hydroksybenzamid, bromek etylu oraz 10 ml etanolu. Roztwór ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną przez 2-3 h, po czym zostawia do ostudzenia i wytracenia osadu. Wydzielony osad należy krystalizować z 70% etanolu. Wydajność: 70%.

TLC

Octan etylu : methanol : st. NH_3 (8:1:1)


Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 131-134 °C, rozpuszczalne w niższych alkoholach, acetonie i chloroformie, natomiast trudno rozpuszczalne w benzenie, nierozpuszczalne na zimno w wodzie.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ

1. Amoniak r-r 25%

Nr CAS: 1336-21-6
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwny
Zapach: nieprzyjemny, duszący

Symbol	 GHS05, GHS07, GHS09
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H290 - Może powodować korozję metali. H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H335 - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. H400 - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne.
środki ostrożności	P273 - Unikać uwolnienia do środowiska. P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. P301 + P330 + P331 - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów. 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. P308 + P310 - W PRZYPADKU narażenia lub styczności: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

2. Bromoetan (bromek etylu)


Nr CAS: 74-96-4
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: (bez zapachu)

Symbol	 GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H225 - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. H302 - Działa szkodliwie po połknięciu H332 – Działa szkodliwie w następstwie wdychania H351 - Podejrzewa się, że powoduje raka H420 - Niebezpieczny dla warstwy ozonowej (kategoria 1)
środki ostrożności	P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione P261 - Unikać wdychania pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy

	<p>P304 + P340 + P312- W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem</p> <p>P370 - W przypadku pożaru stosować zraszanie wodą, piany alkoholoodporne, suche chemikalia lub dwutlenek węgla</p> <p>P403+P235 - Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


3. 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

4. 2-hydroksybenzamid (salicylamid)


CAS: 65-45-2
Postać: ciało stałe
Barwa: bezbarwna
Zapach: (bez zapachu)

Symbol	 GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H302 - Działa szkodliwie po połknięciu H315 - Działa drażniąco na skórę H319 - Działa drażniąco na oczy. H335 - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
środki ostrożności	P261 Unikać wdychania pyłu/dymu/gazu/mgły/par/rozpylonej

	cieczy. 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
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


5. Salicylan metylu

CAS: 119-36-8
Postać: ciecz
Barwa: jasno żółty
Zapach: aromatyczny

Symbol	 GHS07
hasło ostrzegawcze	uwaga
rodzaj zagrożenia	H302 Działa szkodliwie po połknięciu.
środki ostrożności	P301 + P310 + P330 – W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. Wypłukać usta.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

6. Wodorotlenek sodu

CAS: 1310-73-2
Postać: ciało stałe
Barwa: białe
Zapach: bez zapachu

Symbol	 GHS05
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
środki ostrożności	Produkt żrący
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

7. Wodorowęglan sodu

CAS: 144-55-8
Postać: ciało stałe
Barwa: biały
Zapach: bez zapachu

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